

Agilent 7693A オートサンプラ

据え付け、操作、およ びメンテナンス



ご注意

© Agilent Technologies, Inc. 2010

Agilent Technologies, Inc. 社との事前の契約および書面による同意なしに、本書の一部または全部を複製することは、形式や手段(電子的な保存と検索、外国語への翻訳を含む)を問わず米国ならびに国際著作権法により禁止されています。

マニュアル部品番号

G4513-96010

出版履歴

第5版2010年11月 第4版2010年6月 第3版2009年7月 第2版2009年5月 初版2009年2月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc. 2850 Centerville Road Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技 (上海)有限公司 上海市浦东新区外高桥保税区 英伦路 412 号 联系电话: (800)820 3278

商標

Teflon[®] は、E.I. DuPont de Nemours Co. Inc. の登録商標です。

安全上の注意

注意

注意記号は、危険であることを示しています。この記号はを示しています。この記号はでいます。この記号はでいます。この記号はでいます。となかった場合に、機器の破損や重要データの損失を招く恐れがある操作手順、実して注意を喚起して注意を発作に対して注意記号を無視して先に進まないでください。

警告

警告記号は、危険であることを示しています。この記号は、 を示しています。この記号は、 正しく実行しなかった場合に、けがや 守らなかった場合に、けがや 死亡事故につながる恐れがある操作手順、実行などに対し て注意を喚起します。指示されている条件を完全に理解し、 この条件に対応できるまで、 警告記号を無視して先に進まないでください。

目次

パート1:安全性と規制に関する情報

1 安全性と規制に関する情報

```
安全にお使いいただくための重要な警告 14
本機器には危険な電圧のかかった内部部品が多く含まれています 14
静電気の放電は機器の電子部品を損傷します 14
安全性と規制準拠に関する認定 15
お知らせ 15
シンボル 16
技術仕様および環境仕様 16
電磁波障害について 17
ドイツ連邦共和国での騒音放出認可 17
ヒューズおよびバッテリ 18
クリーニング 18
製品のリサイクル 18
```

パート 2: 据え付け

2 適合性

```
ハードウェア 22
ファームウェア 22
G4513A インジェクタ 24
G4514A サンプルトレイ 24
```

```
G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター
                                24
バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付けられ
 た G4520A サンプルトレイ 24
G4522A 加熱冷却プレート 25
6890 シリーズ GC 用 G4526A アップグレードキット
                                25
GC の準備 28
GC 注入口エリアの準備 29
 7890A GC および 7820 MSD 29
 6890 シリーズ GC 31
G4514A サンプルトレイを取り付ける
                        35
 取り付けブラケットの装着
 サンプルトレイの準備
 サンプルトレイの取り付け
                    42
 通信ケーブルの接続 44
G4513A インジェクタを取り付ける
                       45
 インジェクタの取り付け
 作業のチェック 55
タレットタイプの選択
                56
ケーブルの接続 57
 7890A GC 57
 7820A GC 58
 6890N GC または 6890 Plus GC
                   59
 6890A GC 60
 6850 シリーズ GC 61
 7820 MSD 62
 5975T LTM-GC/MSD 63
 接続のテスト 63
サンプルトレイを待機させる 64
```

3 据え付け

バイアルラックの装着 65 バイアルラックラベルの装着 65 バイアルラックの装着 66 バイアルラックラベルの取り外し 68 ファームウェアのアップデート 70
現在のファームウェアバージョンの表示 70 ファームウェアのアップデート 71 6890A GC および 6890 Plus GC 71
GC とデータシステムのコンフィグレーション 72 GC のコンフィグレーション 72 データシステムのコンフィグレーション 72
ALS システムのキャリブレーション 73
トライアルランの実行 76
G4526A/G4517A ALS コントローラを据え付ける(6890A GC) 80 コントローラのサイト要件 80 電力コンフィグレーションの確認 84
G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着 (6890 Plus GC) 85
G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける 89 サンプルトレイを GC から取り外す 89 G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付け 90
G4522A 加熱冷却プレートを取り付ける 100 必要な工具 100 サンプルトレイを GC から取り外す 100 加熱冷却プレートの取り付け 101 サンプルトレイの再組み立て 110

4 アクセサリ

廃液チューブの取り付け	111
据え付けの完了 112 冷媒 112	
水浴およびポンプの仕様	113

パート 3: 操作

5 操作の概要

```
7693A 自動液体サンプラについて 118

コンポーネント 118

特長 120

機能 123

高速注入 124

サンプルキャリーオーバー 126

溶媒洗浄 126

サンプル洗浄 126

サンプルポンピング 126

洗浄の回数と種類 126

メソッドとシーケンス 129

サンプラサイクル 130
```

6 ALS のコンフィグレーション

```
インジェクタのコンフィグレーション 134
7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD 134
6890 シリーズ GC 135
6850 シリーズ GC 137
5975T LTM-GC/MSD 138
サンプルトレイのコンフィグレーション 139
7890A GC および 7820 MSD 139
6890 シリーズ GC 141
```

7 ALS のパラメータ

インジェクタに関するパラメータの設定 146 7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD 147 6890 シリーズ GC 150 6850 シリーズ GC 152 5975T LTM-GC/MSD 152 サンプルトレイに関するパラメータの設定 153 7890A GC および 7820 MSD 153 6890 シリーズ GC 154

8 シリンジおよびニードル

シリンジの選択 158 シリンジの点検 161 シリンジを取り付ける 162 シリンジの取り外し 166 シリンジニードルの交換 167

9 バイアルおよびボトル

サンプルバイアルの準備 170 サンプルバイアルの選択 170 バイアルセプタムの選択 171 サンプルバイアルのラベル付け 172 サンプルバイアルの充填 173 サンプルバイアルのキャップの取り付け 174 溶媒ボトルと廃液ボトルの準備 176 ボトルの選択 176 溶媒ボトルの充填 177 廃液ボトルの準備 177 バイアルとボトルのタレットへの配置 178

2 つのインジェクタの使用(7890A GC および 6890 シリーズ GC のみ) 181 サンプルトレイを使用する場合 181
サンプルトレイを使用する場合 181
分析できるサンプルバイアルの数 182 溶媒ボトルの式(インジェクタ) 183 廃液ボトルの式 183 例 184 溶媒とサンプルの使用量の減少 187
サンドイッチ注入 188
例:2レイヤー式サンドイッチ注入 190
例:3レイヤー式サンドイッチ注入 192
10 サンプルの分析
サンプルの分析 196 注入量 196
ALS コントローラの使用 197
分析またはシーケンスの中断 198 中断に対するサンプラの応答 198 中断したシーケンスの再開 198
優先サンプルの分析 199
パート 4: メンテナンスとトラブルシューティング
11 メンテナンス
定期メンテナンス 204
トレイのホームポジションと待機ポジション 206
シリンジを取り付ける 207
シリンジの取り外し 211

タレットの交換 2	212		
クールオンカラム注	入への適合	216	
ニードルサポートファ	ットの交換	217	
100µL を超えるシリン	/ジへの適合	219	
シリンジキャリッジ	アセンブリの交	換 220	
シリンジニードルの	交換 227		
インジェクタの位置で	合わせ 229		
サンプルトレイの位置	置合わせ 23	31	
ALS システムのキャ!	ノブレーション	233	
G4517A ALS コントロ	ーラでの電源ヒ	ニューズの交換	236

12 障害とエラー

障害 240 インジェクタの障害 240 サンプルトレイの障害 242 エラーメッセージ 245

13 トラブルシューティング

現象:変動 252

現象:汚染またはゴーストピーク 254

現象: 予測より小さい / 大きいピーク 256

現象: サンプルキャリーオーバー 258

現象:シグナルなし/ピークなし 259

シリンジに関する問題の修正 260

サンプルバイアル供給に関する問題の修正 261

14 交換部品

G4513A インジェクタ 264
G4514A サンプルトレイ 266
G4517A ALS コントローラ(6890A GC のみ) 268
G4516A ALS インターフェイスボード(6890 Plus GC のみ) 270

Agilent 7693A オートサンプラ 据え付け、操作、およびメンテナンス



パート1:

安全性と規制に関する情報

安全にお使いいただくための重要な警告 14 安全性と規制準拠に関する認定 15 クリーニング 18 製品のリサイクル 18





安全性と規制に関する情報

安全にお使いいただくための重要な警告 14

本機器には危険な電圧のかかった内部部品が多く含まれています 14

静電気の放電は機器の電子部品を損傷します 14

安全性と規制準拠に関する認定 15

お知らせ 15

シンボル 16

技術仕様および環境仕様 16

電磁波障害について 17

ドイツ連邦共和国での騒音放出認可 17

ヒューズおよびバッテリ 18

クリーニング 18

製品のリサイクル 18

この章では、Agilent 7693A オートサンプラ (ALS) システムの安全性と規制 に関する重要な情報を示します。

安全にお使いいただくための重要な警告

ALS (インジェクタ、トレイ、電動アクセサリを含む)を使用する際は、安全性に関する以下の注意事項を常に念頭に置いてください。

本機器には危険な電圧のかかった内部部品が多く含まれています

GC の電源スイッチがオンになった状態では、以下の箇所に危険な電圧がかかっている場合があります。

- 機器内にあるすべての電子回路ボード
- これらのボードに接続している内部配線やケーブル

G4517A ALS コントローラを使用しており、コントローラが電源に接続されている場合は、電源スイッチをオフにした状態でも、以下の箇所に危険な電圧がかかることがあります。

- 機器の電源コードと AC 電源の間の配線
- AC 電源そのもの
- AC 電源から電源スイッチまでの配線
- G4517A ALS コントローラから任意のインジェクタまたはサンプルトレイ までの配線

警告

これらの部品はすべてカバーに覆われて遮蔽されています。カバーが取り付けられた状態では、危険な電圧に誤って接触する事故が起きにくくなります。特別な指示がない限り、カバーは決して取り外さないでください。

警告

機器とガスクロマトグラフ断熱材の間の電源コードや配線が古くなったり、 磨耗したりした場合は、コードを交換する必要があります。弊社カスタマ コンタクトセンターにお問い合わせください。

静電気の放電は機器の電子部品を損傷します

静電気による放電は、機器内部のプリント回路(PC)基板を損傷する恐れがあります。絶対に必要でない限り、これらの基板には触れないでください。基板を取り扱う必要がある場合は、接地したリストストラップを着用するなど、静電気防止のための措置を講じる必要があります。電子部品のカバーを取り外す必要がある場合は、接地したリストストラップを必ず着用してください。

安全性と規制準拠に関する認定

ALS は以下の安全基準に適合しています。

- 国際電気標準会議 (IEC): 61010-1
- 欧州統一規格(EN): 61010-1

G4517A ALS コントローラは、安全性と規制準拠に関する上記の認定に加え、 以下の認定にも適合しています。

- カナダ規格協会(CSA): C22.2 No. 1010.1
- CSA/ 米国国家認証試験機関 (NRTL): UL 61010A-1

本機器は、電磁環境適合性(EMC)および無線周波数干渉(RFI)に関する以 下の規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: Group 1, Class A
- IEC/EN 61326-1
- AUS/NZ V N10149

この ISM 機器は、カナダの ICES-001 に準拠しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



本機器は、ISO 9001 に登録された高品質システムの元で設計および製造され ています。

お知らせ

Agilent Technologies ALS は、Safety Class I、Transient Overvoltage Category II、Pollution Degree 2 の各 IEC(国際電気標準会議)規格に適合 しています。

本機器は、承認された安全基準に従って設計およびテストされ、屋内で使用す るように設計されています。製造元の指定とは異なる方法で機器を使用した場 合、機器に付属の安全機構は損なわれる可能性があります。Agilent ALS の安 全保護機構が危険にさらされたときは、必ず機器をすべての電源から外し、機 器が誤って動作しないようにしてください。

点検や修理は、認定のサービスエンジニアに依頼してください。機器の部品を 交換したり、許可されていない改変を機器に加えたりすることは、危険をもた らす原因となります。

1 安全性と規制に関する情報

シンボル

マニュアルまたは機器に記載される警告には、機器の運転操作、点検、修理のすべての過程で従う必要があります。これらの注意事項に従わないと、機器の設計上の安全基準と使用目的に違反することになります。Agilent Technologies では、お客様がこれらの要件に従わなかった場合の責任は一切負いかねます。

詳細については、補足説明を参照してください。

表面が高温であることを示します。

高電圧で危険なことを示します。

アース(接地)端子を示します。

爆発の危険を示します。

静電気の危険を示します。













技術仕様および環境仕様

- 通常の気圧での屋内使用のみ
- 高度 4300 m まで
- 動作周囲温度 5 ℃ ~ 55 ℃
- 最大相対湿度は 31 ℃ まで 80%、40 ℃ で 50% の相対湿度までリニアに減 少
- 汚染度 2、据え付けカテゴリ II

G4517A ALS コントローラは、上記の技術仕様および環境仕様に加え、以下の技術仕様と環境仕様にも適合しています。

 主電源接続の定格は、100 ~ 120 VAC または 220 ~ 240 VAC、50/60 Hz、 180 VA • 主電源の電圧変動は公称電圧の ±10% まで

電磁波障害について

この機器は、CISPR 11 および IEC 61326-1 の要件に適合しています。機器 の操作は、次の 2 つの条件を満たして行う必要があります。

- 1 この機器が有害な無線周波数干渉の原因とならないこと。
- 2 この機器が誤動作の原因となる無線周波数干渉を含め、いかなる受信干渉も 許容できること。

この機器が有害な干渉の原因となり、ラジオまたはテレビの受信を妨害してい るかどうかは、機器の電源をオフにしてからオンにすることによって確かめる ことができます。機器が干渉の原因となっている場合は、以下の措置を試して ください。

- ラジオまたはアンテナの場所を変える。
- 2 機器をラジオまたはテレビから遠ざける。
- 3 機器を別のコンセントに差し込み、機器の電気回路をラジオまたはテレビの 電気回路と分離する。
- 4 周辺機器もすべて認定を受けていることを確認する。
- 5 機器と周辺機器が適切なケーブルを使って接続されていることを確認する。
- 6 機器の販売元、Agilent Technologies、または経験の豊富な技術者に相談 する。
- 7 Agilent Technologies によって明示的に承認されていない変更や修正を行っ た場合は、機器の使用権が無効になる可能性があります。

ドイツ連邦共和国での騒音放出認可

音圧

音圧レベル Lp < 82 dB(A)、DIN-EN 27779 (型式試験) に準拠

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 82 dB(A) nach DIN-EN 27779 (Typprufung).

1 安全性と規制に関する情報

ヒューズおよびバッテリ

表 1 に、G4517A ALS コントローラモジュールの交換可能ヒューズの一覧を示します。G4516A ALS インターフェイスコントローラボードのヒューズに触れることができるのは、Agilent サービスエンジニアだけです。

7693A ALS のその他のコンポーネントにはヒューズがありません。

表 1 G4517A ALS コントローラのヒューズ

指定ヒューズ	場所	ヒューズの定格とタイプ
2A	G4517A 電源ラインモ ジュール	2A 250V、タイプ T(220 ~ 240 V 電源)
2A	G4517A 電源ラインモ ジュール	2A 250V、タイプ T(100 ~ 120 V 電源)

G4517A ALS コントローラには、交換不可の 3 V リチウムイオンバッテリも含まれています。

クリーニング

インジェクタタワーとサンプルトレイの外面をクリーニングするには、電源を外し、軽く湿らせたリントフリー布で拭きます。詳細については、204 ページの「定期メンテナンス」を参照してください。

製品のリサイクル

リサイクルについては、お近くの Agilent 営業所にお問い合わせください。



パート2:

据え付け

```
適合性 21
 ハードウェア 22
 ファームウェア 22
 G4513A インジェクタ 24
 G4514A サンプルトレイ 24
 G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター 24
 バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付けられた
 G4520A サンプルトレイ 24
 G4522A 加熱冷却プレート 25
 6890 シリーズ GC 用 G4526A アップグレードキット 25
据え付け 27
 GC の準備 28
 GC注入口エリアの準備
                29
 G4514A サンプルトレイを取り付ける 35
 G4513A インジェクタを取り付ける 45
 タレットタイプの選択 56
 ケーブルの接続 57
 サンプルトレイを待機させる 64
 バイアルラックの装着 65
 ファームウェアのアップデート 70
 GC とデータシステムのコンフィグレーション 72
 ALS システムのキャリブレーション 73
 トライアルランの実行 76
アクセサリ 79
 G4526A/G4517A ALS コントローラを据え付ける(6890A
 G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着
 (6890 Plus GC) 85
```

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける 89 G4522A 加熱冷却プレートを取り付ける 100





適合性

ハードウェア 22
ファームウェア 22
G4513A インジェクタ 24
G4514A サンプルトレイ 24
G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター 24
バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付けられた
G4520A サンプルトレイ 24
G4522A 加熱冷却プレート 25
6890 シリーズ GC 用 G4526A アップグレードキット 25

この章では、7693A ALS システムがお使いの Agilent ガスクロマトグラフ (GC) に適しているかどうかを判断する際、および既存の機器を識別する際に 役立つ情報を提供します。

2 適合性

ハードウェア

7693A ALS システムは、以下の Agilent 機器に適合します。

- 7890A GC
- 7820A GC
- 6890 シリーズ GC
- 6850 シリーズ GC
- 7820 MSD
- 5975T LTM-GC/MSD

ファームウェア

Agilent GC では、表 2 に示すファームウェアリビジョンが最小限必要です。

ファームウェアをアップデートするには、「GC および GC/MS ハードウェアユーザー情報 & ユーティリティ」DVD に収録されている Instrument Utilities を使用するか、Agilent G4600BA Lab Advisor ソフトウェアを使用します。

表 2 7693A ALS システムで使用される GC ファームウェアの最小リビジョン

機器	必要なファームウェアの最小リ ビジョン
7890A GC	A.01.10
7820A GC	A.01.01
6890N GC	N.06.07
6890A GC	A.03.08(チップセット)
6890 Plus GC	A.03.08(チップセット)
6850 GC(シリアル番号 < US00003200)	A.03.07
6850 GC シリアル番号 > US10243001(6850 ネットワークおよびシリーズⅡを含む)	A.06.02
7820 MSD	A.01.01 (GC)

表 2 7693A ALS システムで使用される GC ファームウェアの最小リビジョン (続き)

機器	必要なファームウェアの最小リ ビジョン
5975T LTM-GC/MSD	A.03.02.005 (GC) /5.02.07 (MSD)

2 滴合性

G4513A インジェクタ

G4513A インジェクタは、Agilent 7693A ALS システム用に設計されています。これ以外のインジェクタモデルは、Agilent 7693A ALS システムに適合していません。

G4514A サンプルトレイ

G4514A サンプルトレイは、Agilent 7693A ALS システム用に設計されています。これ以外のサンプルトレイモデルは、Agilent 7693A ALS システムに適合していません。

サンプルの処理は、インジェクタに付属の 16 サンプル用スタンドアローンタレットまたは 3 サンプル用移送タレットを使用してすべて行うことができます。G4514A サンプルトレイには、150 サンプルを収容できます。

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター(BCR)は、Agilent 7693A ALS システム用に設計されており、ポジティブサンプル同定チェック機能に加え、シングルバイアル加熱 / 混合機能も備えています。これ以外のBCR、ミキサー、またはヒーターは、Agilent 7693A ALS システムに適合していません。

バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付けられた G4520A サンプルトレイ

BCR/ ミキサー / ヒーターの取り付けられた G4520A サンプルトレイは、それ ぞれ G4515A BCR/ ミキサー / ヒーターおよび G4514A サンプルトレイとい う個別部品とまったく同じです。このマニュアルでは、G4514A または G4515A について言及した箇所が G4520A アクセサリにも該当することを前 提としています。

G4522A 加熱冷却プレート

Agilent G4522A 加熱冷却プレートは、G4514A サンプルトレイ専用に設計されています。これ以外の冷却アクセサリは、Agilent 7693A ALS システムに適合していません。

6890 シリーズ GC 用 G4526A アップグレードキット

G4526A アップグレードキットは、6890 シリーズ GC を Agilent 7693A ALS システムと組み合わせて使用する場合に必ず必要です。アップグレードキットは以下を含みます。

- G1530-40205 注入口ファンカバー
- G1530-40070 注入ポート上部カバー (タヒチアンティール)
- 0515-2496 M4×0.7 12 mm ネジ (3)
- 1390-1024 M4×0.7 ネジ (1)
- G4600-64006 GC/GCMS ハードウェアユーザー情報 & ユーティリティ DVD

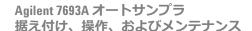
お使いの 6890 GC タイプに応じて、以下のオプションが使用できます。

- オプション 001-シリアル番号の末尾 5 桁が 20000 より小さい 6890A GC で必要。外付けの G4516-64000 ALS コントローラを含む。
- オプション 002-シリアル番号の末尾 5 桁が 20000 より大きい 6890 Plus GC で必要。G4517-64000 ALS インターフェイスボードコントローラを含む。
- オプション 003- すべての 6890N GC で必要。旧式の 6890N GC モデルには G1530-41205 注入口ファンカバーおよび G1530-41070 注入ポート上部 カバー(タヒチアンティール)、新しい 6890N GC モデルには注入ポート上部 部カバー(ライトグレー)を含む。

注記

6890A または 6890 Plus GC に LAN が接続されていない場合は、G2335A 6890 LAN キットも必要です。

2 適合性





。 据え付け

GC の準備 28 GC 注入口エリアの準備 29 G4514A サンプルトレイを取り付ける 35 G4513A インジェクタを取り付ける 45 タレットタイプの選択 56 ケーブルの接続 57 サンプルトレイを待機させる 64 バイアルラックの装着 65 ファームウェアのアップデート 70 GC とデータシステムのコンフィグレーション 72 ALS システムのキャリブレーション 73 トライアルランの実行 76

7693A ALS の据え付け手順は、ご購入いただいたシステムコンポーネントおよび関連 GC のタイプによって異なります。いずれの場合も、据え付けを行う前に、既存の ALS システムコンポーネントをすべて取り外しておく必要があります。旧式の GC では、ファームウェアのアップデートが必要となります。この章に記載されるステップのうち、お使いの GC および ALS システムに該当するセットアップ手順に従ってください。

3 据え付け

GC の準備

以下の手順では、Agilent GC を 7693A ALS システム用に準備する方法について説明します。

警告

注入口は高温になるため、やけどの恐れがあります。注入口の付近で作業する場合は、注入口の温度が室温に下がるまで待ってから行ってください。

- 1 GC の注入口、検出器、およびオーブンを室温に設定します。
- **2** GC の注入口、検出器、およびオーブンが冷却したら、GC の電源を切って、電源コードを抜き取ります。
- 3 すでに取り付けられている ALS コンポーネントがある場合は、それらのコンポーネントのケーブルをすべて抜き取ります。インジェクタ、インジェクタ 注入口取り付けポスト、パーキングポスト、トレイブラケットとサポート、およびサンプルトレイを GC からすべて取り外します。

詳しくは、サンプラに付属のマニュアルを参照してください。

GC 注入口エリアの準備

以下の手順では、7890A GC、6890 シリーズ GC、および 7820 MSD の注入 口を 7693A ALS システム用に準備する方法について説明します。

7820A GC、6850 シリーズ GC、または 5975T LTM-GC/MSD を使用している場合は、このセクションをスキップしてください。

警告

注入口は高温になるため、やけどの恐れがあります。注入口の付近で作業 する場合は、注入口の温度が室温に下がるまで待ってから行ってください。

7890A GC および 7820 MSD

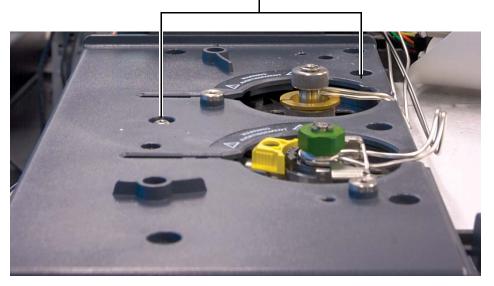
7890A GC および 7820 MSD 注入口エリア(注入ポート上部カバー、注入口ファンカバー)は、7693A ALS システムに完全に適合するよう設計されていますが、サンプルトレイを取り付ける場合は注入準備を整える必要があります。サンプルトレイを取り付けない場合は、このセクションをスキップしてください。

このセクションでは、7890A GC に関する指示と写真を示します。7820 MSD の手順も同様です。

3 据え付け

注入口力バーを GC に固定している 7 本のネジのうち 5 本を取り外します。 次の図に示す 2 本のネジは取り外さないでください。

これらのネジは取り外さない



6890 シリーズ GC

6890 シリーズ GC では、7693A ALS システムのコンポーネントを取り付ける前に、注入口ファンカバーを交換する必要があります。ほとんどの 6890 シリーズ GC では、注入ポート上部カバーの交換も必要です。以下の手順に従うと、6890 シリーズ GC の注入口エリアを 7693A ALS システム用に準備できます。

注入口ファンカバーの交換

注入口ファンカバーは、6890 GC 注入口から空気を吸引するためのファンを 覆うパーツです。

- 1 ファンカバーの右側にある T-20 トルクスネジを緩めます。ネジの場所については、33 ページの図 2 を参照してください。
- 2 カバーを右に少しずらして左取り付けポストから外し、カバーを持ち上げて取り外します。
- **3** 交換用の注入口ファンカバー(G1530-41205)を押し下げて、左取り付けポストに取り付けます。
- 4 ファンカバーの右側の T-20 トルクスネジを取り付け、きつく締めます。

3 据え付け

注入ポート上部カバーの交換

注入ポート上部カバーは、2 つの注入口上に取り付けられたプラスチック製のカバーです。ほとんどの場合、注入ポート上部カバーは、7693A ALS システムを使用する前に交換しておく必要があります。ただし、新式の 6890 シリーズ GC の中には、適合性のある注入ポート上部カバーが出荷時に付属しているものもあります。図 1 に示す 2 つの特徴がお使いの注入ポート上部カバーにある場合は、このセクションをスキップしてかまいません。それ以外の場合は、以下の手順に従ってください。



図1 適合性のある注入ポート上部カバーの特徴

1 カバーの上部にある 6 本の T-20 トルクスネジを完全に緩めます (図 2)。

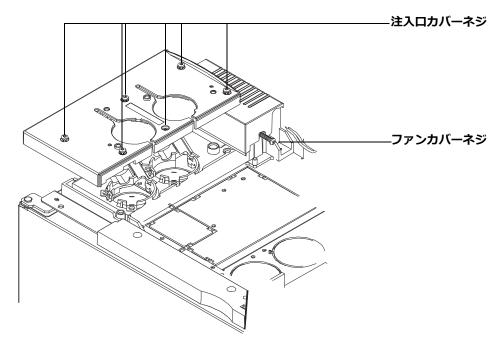


図2 注入ポート上部カバーと注入口ファンカバーを取り外す(6890シ リーズ GC)

- 2 カバーを持ち上げて、取り外します。
- **3** 交換用の注入口力バー(G1530-41075)を GC にセットします。配管と配線がそれぞれの溝を正しく通っていることを確認します。

3 据え付け

4 元の注入口力バーに取り付けられていた 2 本のネジを使って、交換用の注入ポート上部カバーを 2 つの穴に固定します(図 3)。

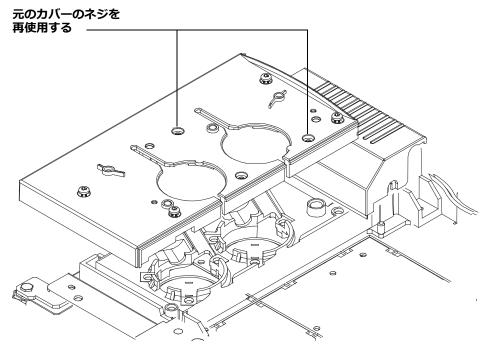


図3 注入ポート上部カバーと注入口ファンカバーの交換(6890シリーズ GC)

5 サンプルトレイを取り付ける場合、カバーの交換はこれで完了です。残った ネジは安全な場所に保管しておきます。次のセクションに進んでください。 サンプルトレイを取り付けない場合は、残りの 4 本の T-20 トルクスネジ を注入ポート上部カバーに取り付けます。

G4514A サンプルトレイを取り付ける

以下の手順では、G4514A サンプルトレイを 7890A GC、6890 シリーズ GC、および 7820 MSD に取り付ける方法について説明します。

7820A GC、6850 シリーズ GC、5975T LTM-GC/MSD を使用している場合、またはサンプルトレイを取り付ける予定がない場合は、このセクションをスキップしてください。

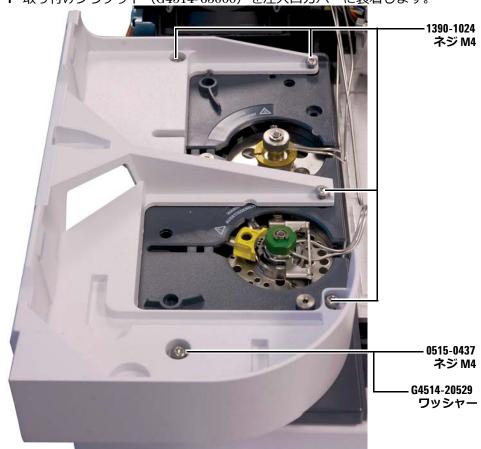
6890A~GC をお使いの場合は、G4514A~ サンプルトレイを取り付ける前に必ず G4526A/G4517A~ ALS コントローラを取り付けてください。詳細については、 「G4526A/G4517A~ ALS コントローラの装着」を参照してください。

6890 Plus GC をお使いの場合は、G4514A サンプルトレイを取り付ける前に必ず G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラを取り付けてください。詳細については、「G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着」を参照してください。

3 据え付け

取り付けブラケットの装着

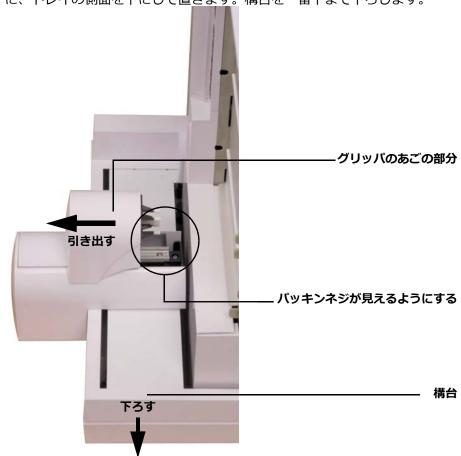
1 取り付けブラケット (G4514-63000) を注入口力バーに装着します。



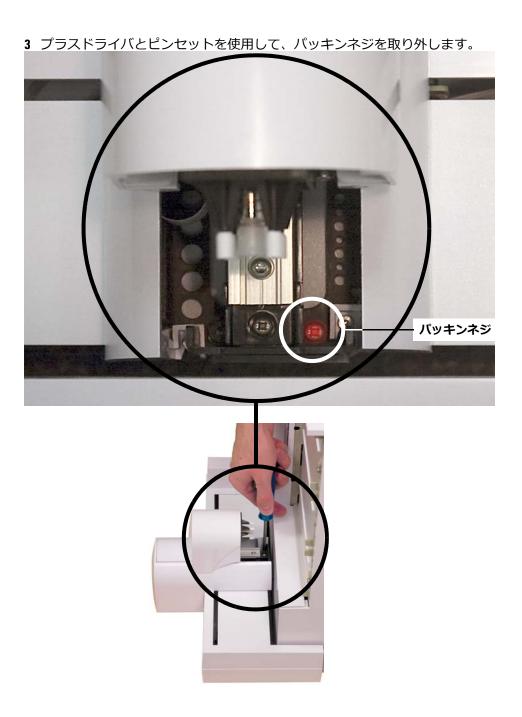
サンプルトレイの準備

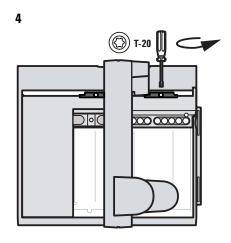
サンプルトレイは慎重に持ってください。モーターは重く、トレイの中心 からずれた場所にあるため、バランスを失うと、トレイを落としてしまう 可能性があります。

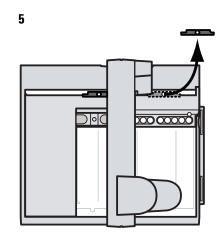
1 安定した平面上にトレイを設置します。トレイのブラケットが上を向くよう に、トレイの側面を下にして置きます。構台を一番下まで下ろします。

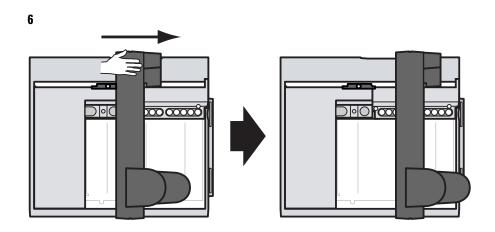


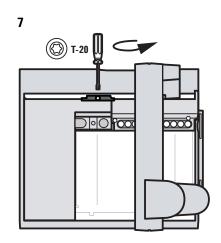
2 グリッパのあごの部分をトレイベースから離し、パッキンネジにアクセスで きるようにします。

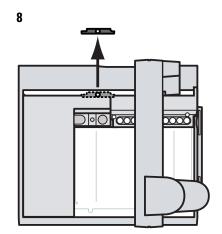












サンプルトレイの取り付け

- 1 両手を使って、サンプルトレイのブラケットを取り付けブラケットのタブに 慎重にかけます(図 4 を参照)。このステップの実行中は、構台がトレイブ ラケットの方向にスライドしないよう注意します。
- **2** トレイを傾けて、トレイブラケットを取り付けブラケットのタブに合わせて 並べ、ゆっくりと下げて定位置に固定します。



図4 トレイのブラケットを取り付けブラケットのタブにかける

3 装着したら、サンプルトレイが取り付けブラケットに対して平らになっていることを確認します。取り付けブラケットの各タブがトレイブラケットに掛け金で完全に留まっている必要があります(図 5 を参照)。



図5 正しく取り付けられたサンプルトレイ

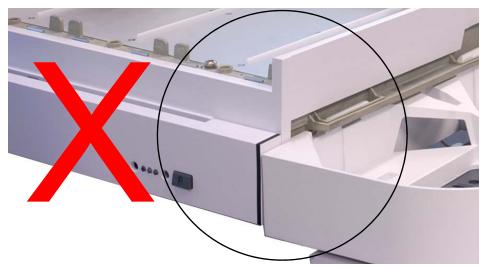


図6 正しく取り付けられていないサンプルトレイ

4 3 本の T-30 トルクスネジを使って、サンプルトレイを取り付けブラケット に固定します。



通信ケーブルの接続

1 通信ケーブルをサンプルトレイに接続します。詳しくは、57 ページの「ケーブルの接続」を参照してください。



G4513A インジェクタを取り付ける

インジェクタの取り付け

以下の手順では、G4513A インジェクタを取り付ける方法について説明します。

G4514A サンプルトレイを ALS システムに取り付ける場合は、取り付けブラケットを先に装着する必要があります。詳しくは、36 ページの「取り付けブラケットの装着」を参照してください。

6890A GC をお使いの場合は、G4514A サンプルトレイを取り付ける前に必ず G4526A/G4517A ALS コントローラを取り付けてください。詳細については、 G4526A/G4517A ALS コントローラの装着」を参照してください。

6890 Plus GC をお使いの場合は、G4514A サンプルトレイを取り付ける前に必ず G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラを取り付けてください。詳細については、「G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着」を参照してください。

1 パーキングポストを GC に取り付けます。5975T LTM-GC/MSD をお使いの場合は、このセクションをスキップしてください。

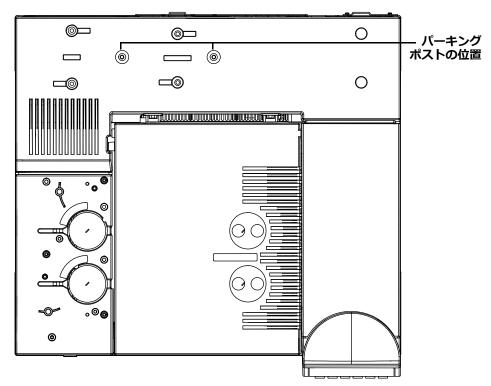


図7 パーキングポストの位置(図は7890A)

- 2 インジェクタを平面上に置くか、パーキングポストに取り付けます。
- 3 タレットとインジェクタタワーのドアから出荷用テープを取り外します。
- 4 インジェクタドアを開きます。

5 T-10 トルクスドライバを使って、T-10 ネジを完全に緩め、シリンジキャリッジから出荷用クランプを取り外します(図 8 および図 9 を参照)。

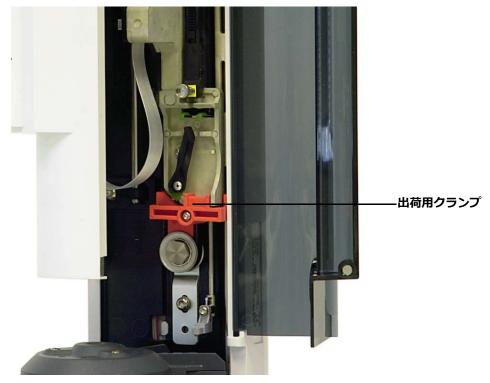


図8 出荷用クランプが取り付けられた状態



図9 出荷用クランプが取り外された状態

6 インジェクタドアを閉じます。

注意

以下のステップでは、ポスト上部の溝にぴったりとはまるマイナスドライバを使用してください。ドライバのブレード部分が小さすぎると、ポスト上部を損傷し、インジェクタが正しく取り付けられなくなる可能性があります。

注意

G4513A インジェクタを別のインジェクタの取り付けポストに装着しないでください。インジェクタが損傷する可能性があります。古いポストを取り外して、新しいポストと交換します。

7 インジェクタ取り付けポスト(G4513-20561、図 10)を GC 注入口力バーのねじ山の刻まれた結合部に取り付けます。間違ったポスト(7683B ALS取り付けポストなど)を使用すると、インジェクタは機能しません。このキットに付属の取り付けポストでは、G4513A インジェクタのみサポートされています。

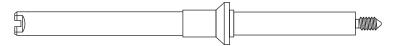


図10 取り付けポスト(G4513-20561)

• 7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD。注入口力バーを、希望に応じてフロントインジェクタまたはバックインジェクタの位置に取り付けます。ポストを最後まで回しきる必要があります(図 11 を参照)。



図11 取り付けポストの 7890A GC への装着する

• **6890 シリーズ GC**。注入口カバーを、希望に応じてフロントインジェクタまたはバックインジェクタの位置に取り付けます。ポストを最後まで回しきる必要があります(図 12 を参照)。

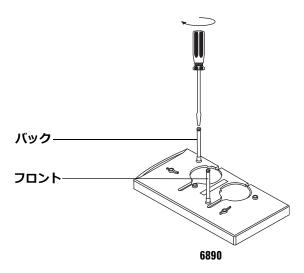


図12 取り付けポストの装着(6890 GC)

• **6850 シリーズ GC**。注入口取り付けブラケットを装着します。注入口ネジを緩め、ポストを取り付けてネジを締めます。ポストを最後まで回しきる必要があります(図 13 を参照)。



図13 取り付けポストの装着(6850 GC)

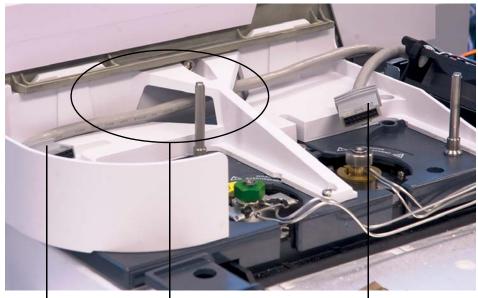
5975T LTM-GC/MSD。注入口取り付けブラケットを装着します。ポストを最後まで回しきる必要があります(図 14 を参照)。





図 14 取り付けポストの装着(5975T LTM-GC/MSD)

8 サンプルトレイが取り付けられている場合は、フロントインジェクタケーブルを取り付けブラケットのサポート構造に通します。バックインジェクタを取り付ける場合は、ケーブルが利用可能であることを確認します。



フロントインジェクタ フロントインジェクタケーブルを バックインジェクタ ケーブル 取り付けブラケットのサポート構造に通す ケーブル

図 15 フロントインジェクタケーブルを取り付けブラケットのサポート 構造に通す

9 バックインジェクタを取り付ける場合は、バックインジェクタケーブルをインジェクタケーブルポートに接続します。



10 バックインジェクタを取り付けポストとバック注入口力バーのサポートフットの上に配置します。



エバックインジェクタ

11 フロントインジェクタを取り付ける場合は、フロントインジェクタケーブルをインジェクタケーブルポートに接続します。



12 フロントインジェクタを取り付けポストとフロント注入ロカバーのサポートフットの上に配置します。



作業のチェック

インジェクタが直立し、安定していなければなりません。

インジェクタが GC 上で直立しない場合は、注入口力バーの下の配管と配線がそれぞれの溝を正しく通っているかをチェックします。また、53 ページの図 15 に示すように、フロントインジェクタケーブルが GC 取り付けブラケットサポート構造を正しく通っていることも確認してください。

タレットタイプの選択

インジェクタには、互いに交換可能な次の 2 つのサンプルタレットが付属しています。

- 「スタンドアローンタレット」では、最大 16 個のサンプルを分析し、溶媒 ポジション 2 つと廃液ボトルポジション 1 つを設定できます。2 つのサン プルポジションをサンプルの準備用に交互に構成できます。スタンドアロー ンタレットはサンプルトレイに適合していません。
- 「移送タレット」は、サンプルトレイと連動して最大 150 個のサンプルを分析するように設計されています。移送タレットには 3 つのサンプルバイアル移送場所があり、そのうち 2 つはサンプルの準備で使用するように構成できます。溶媒 A ポジションは 6 つ、溶媒 B ポジションは 4 つ、廃液ポジ

ションは 5 つあります。このタレットはサンプルトレイとともに使用する ことも、サンプルトレイなしで使用することもできます。

インジェクタは、移送タレットが取り付けられた状態で出荷されます。16 サンプル用のスタンドアローンタレットを使用する場合の詳細については、「タレットの交換」を参照してください。

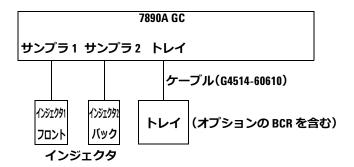
これ以外のタレットは、G4513A インジェクタに適合していません。

ケーブルの接続

このセクションでは、7693A ALS システムを GC に据え付けるためのケーブル配線を示します。

7890A GC

インジェクタとサンプルトレイを 7890A GC に正しく配線するには、以下の指示に従います。



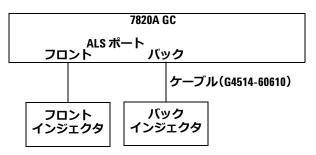
電源コードは示されていません

図 16 7,890A GC のケーブル

- **1** インジェクタを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **2** トレイを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **3** GC 電源コードをコンセントに接続します。

7820A GC

インジェクタを 7820A GC に正しく配線するには、以下の指示に従います。



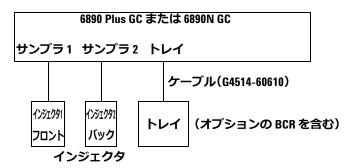
電源コードは示されていません

図 17 7820A GC のケーブル

- **1** インジェクタを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **2** GC 電源コードをコンセントに接続します。

6890N GC または 6890 Plus GC

インジェクタとサンプルトレイを 6890N GC または 6890 Plus GC に正しく配線するには、以下の指示に従います。



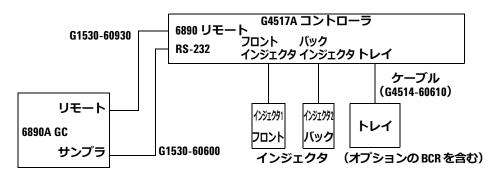
電源コードは示されていません

図 18 6890 Plus GC および 6890N GC のケーブル

- **1** インジェクタを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **2** トレイを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **3** GC 電源コードをコンセントに接続します。

6890A GC

6890A GC から G4517A ALS コントローラへの配線、およびコントローラからインジェクタとサンプルトレイへの配線を正しく行うには、以下の指示に従います。G4517A ALS コントローラ(電源コードを含む)の据え付け手順については、「G4526A/G4517A ALS コントローラの装着」を参照してください。



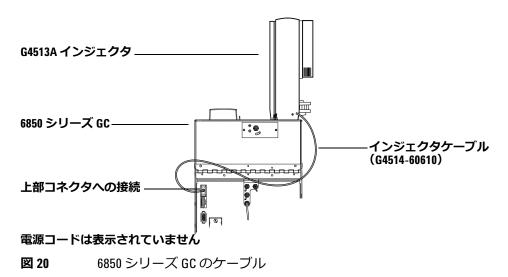
電源コードは示されていません

図 19 6890A GC のケーブル

- **1** インジェクタを ALS コントローラに G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **2** サンプルトレイを ALS コントローラに G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **3** ALS コントローラを GC に G1530-60930 ケーブルと G1530-60600 ケーブルで接続します。
- **4** GC とコントローラの電源コードをコンセントに接続します。

6850 シリーズ GC

6850 シリーズ GC をインジェクタに正しく配線するには、以下の指示に従います。

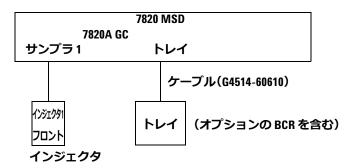


- 1 インジェクタをコントローラに G4514-60610 ケーブルで接続します。GC 背面にあるインジェクタコネクタを使用します。図 20 を参照してくださ
- **2** GC 電源コードをコンセントに接続します。

い。

7820 MSD

インジェクタとサンプルトレイを 7820 MSD に正しく配線するには、以下の指示に従います。



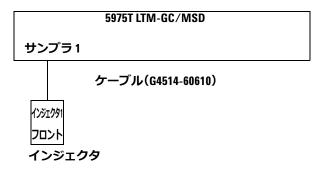
電源コードは示されていません

図 21 7820 MSD のケーブル

- **1** インジェクタを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **2** トレイを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- **3** GC 電源コードをコンセントに接続します。

5975T LTM-GC/MSD

インジェクタとサンプルトレイを 5975T LTM-GC/MSD に正しく配線するには、以下の指示に従います。



電源コードは示されていません

図 22 5975T LTM-GC/MSD のケーブル

- **1** インジェクタを GC に G4514-60610 ケーブルで接続します。
- 2 GC 電源コードをコンセントに接続します。

接続のテスト

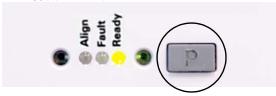
ケーブルを接続したら、GC の電源を入れます。起動プロセス終了後、以下を 行います。

- インジェクタタワーの Ready ライトが点灯していることを確認します。
- インジェクタタワーの Align Mode ライトが点灯している場合は、「イン ジェクタの位置合わせ」を参照してください。
- サンプルトレイの Fault ライトが点灯している場合は、「障害」を参照して ください。

サンプルトレイを待機させる

サンプルトレイが取り付けられている場合は、以下の手順に従ってサンプルトレイを待機させます。サンプルトレイがない場合は、このセクションをスキップしてください。

- 1 GC の電源を入れます。
- 2 サンプルトレイのフロントパネルの [P] ボタンを押して、サンプルトレイを待機させます。



構台が(トレイブラケットから離れて)一番左の位置まで移動し、グリッパの あごの部分が(トレイのフロントパネルから離れて)一番後ろの位置まで移動 します。これにより、トレイベースに簡単にアクセスできるようになります。

注記

サンプルトレイを操作するには、構台が待機ポジションに入っていないことが必要です。構台を待機ポジションからホームポジションに移動するには、トレイのフロントパネルの [P] ボタンを押します。

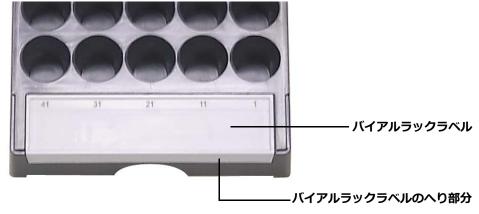
バイアルラックの装着

サンプルトレイが取り付けられている場合は、以下の手順に従ってバイアル ラックを装着します。サンプルトレイがない場合は、このセクションをスキッ プしてください。

バイアルラックラベルの装着

バイアルラックを使用する前に、以下の手順でバイアルラックラベルを装着する必要があります。

- **1** 平面にバイアルラックを置きます。
- 2 バイアルラックラベルのへり部分がバイアルラックの正面にかかるように位置を合わせます。バイアルラックラベル下面のタブが、バイアルラックのインサートホールに収まるようにします。
- 3 カチッという音がするまで、バイアルラックラベルをバイアルラックに押し込みます。.



バイアルラックの装着

1 バイアルラックラベルを装着した後、バイアルラックの後ろの端をトレイベースまで下げます。



2 バイアルラック背面の切り込み部分をトレー後壁の穴の位置に合わせます。



3 バイアルラックの前部を下げてはめ込み、トレイベース上に平らになるようにします。バイアルラックがある場合は、各バイアルラックの下にある

LED ライトが点灯します。バイアルラックラベルの番号が右から左に順番に並ぶように、バイアルラックを取り付けます。



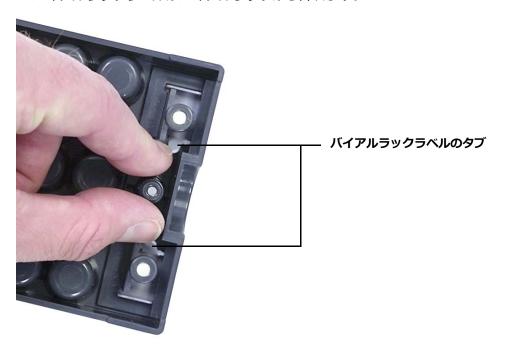
4 残りの 2 つのバイアルラックについても同じ手順を繰り返します。

バイアルラックラベルの取り外し

バイアルラックラベルを取り外す必要がない場合は、このセクションをスキップしてください。バイアルラックラベルを取り外すには、以下の手順に従います。

1 バイアルラックを上下逆さに持ちます。

2 空いている方の手を使って、2 つのタブを互いに近づけるようにつまむと、 バイアルラックラベルがバイアルラックから外れます。



ファームウェアのアップデート

7693A ALS には、表 2 に示したファームウェアリビジョンが必要です。 7693A ALS システムを使用する前に、以下の説明に従ってファームウェアリ ビジョンをチェックします。

ファームウェアをアップデートする際に Agilent Instrument Utilities と Lab Advisor ソフトウェアのどちらを使用するかにかかわらず、Agilent の Web サイト(www.agilent.com/chem)から最新のファームウェアリビジョンを ダウンロードするか、お近くの Agilent 営業所にお問い合わせいただくことができます。

ファームウェアのアップデートを怠ると、コンポーネントが認識されない、 バイアルの供給エラーが発生する、利用できる機能の数が少なくなるといった 問題が起こります。

現在のファームウェアバージョンの表示

GC または据え付け済み ALS コンポーネントの現在のファームウェアバージョンを表示するには:

全 GC 機器の電源を入れ直します。機器が再起動するときに、現在のファームウェアバージョンが表示されます。

7890A GC [Status] > [Clear] の順に押すか、**[Service Mode]** を押してから **[Diagnostics] > [Instrument status]** の順に選択して、現在の GC ファームウェアバージョンを表示します。現在の ALS コンポーネントファームウェアを表示するには、**[Service Mode]** を押して **[Diagnostics] > [ALS Status]** の順に選択します。メニューをスクロールして、ALS コントローラ、フロント / バックタワー、トレイ、および BCR のファームウェアバージョンを表示します。

7820A GC、7820 MSD ソフトウェアキーパッドを使用して、**[Status] > [Clear]** の順に押すか、**[Service Mode]** を押してから **[Diagnostics] > [Instrument status]** の順に選択して、現在の GC ファームウェアバージョンを表示します。現在の ALS コンポーネントファームウェアを表示するには、**[Service Mode]** を押して **[Diagnostics] > [ALS Status]** の順に選択します。メニューをスクロールして、ALS コントローラ、フロント / バックタワー、トレイ、および BCR のファームウェアバージョンを表示します。

全 6890 GC [Options] を押してから、[Diagnostics] > [Instrument Status] の順に選択します。下方向にスクロールして、GC と ALS コンポーネントのファームウェアバージョンを表示します。6890A GC の場合は、G4517A ALS インターフェイスコントローラ、フロント / バックタワー、サンプルトレイ、および BCR のファームウェアバージョンが表示されます。6890N GC の場合は、サンプルトレイと BCR のファームウェアバージョンが表示されます。

5975T LTM-GC/MSD [メニュー] を押して、**[+ バージョン]** または **[+ LTM GC]** にスクロールして、**[項目]** キーを使用して、希望するコンポーネントファームウェア情報までスクロールします。Agilent データシステムを使用して、インジェクタファームウェア情報を表示します。

ファームウェアのアップデート

ファームウェアをアップデートするには、「GC および GC/MS ハードウェアユーザー情報 & ユーティリティ」DVD に収録されている Instrument Utilities を使用するか、Agilent G4600BA Lab Advisor ソフトウェアを使用します。ファームウェアのアップデート情報については、Lab Advisor のヘルプとユーザーマニュアルを参照してください。

Lab Advisor の **[Firmware Update]** 画面で機器に接続した後は、接続を解除しない限り、その機器に対するほかの作業を一切実行できなくなります。

6890A GC および 6890 Plus GC

Agilent Instrument Utilities または Lab Advisor ソフトウェアでは、6890A GC および 6890 Plus GC のファームウェアバージョンを表示できますが、ファームウェアバージョンをアップデートすることはできません。これらの GC は

プログラム可能チップを使用しており、チップの物理的な交換が必要です。お近くの Agilent 営業所にお問い合わせください。

GC とデータシステムのコンフィグレーション

GC のコンフィグレーション

ハードウェアの据え付けが完了したら、GC を 7693A ALS システムとともに使用できるようにコンフィグレーションします。詳細については、「ALS のコンフィグレーション」を参照してください。以下をチェックします。

- インジェクタの用途
- 溶媒ボトルの用途
- 溶媒量の用途

データシステムのコンフィグレーション

コンフィグレーション

Agilent ChemStation、Agilent MSD ChemStation、および Agilent EZChrome Elite の各データシステムには、使用中のサンプリング機器に関する情報が格納されています。これらの情報を更新して、古い情報を除去し、新しく据え付けた機器に関する情報で置き換える必要があります。詳しくは、データシステムのマニュアルを参照してください。

メソッドのアップグレード

以前のサンプラシステム用に作成されたメソッドを使用する前に、新しいハードウェアに適合するよう、必要に応じてメソッドを編集する必要があります。

ALS システムのキャリブレーション

サンプルトレイが取り付けられている場合は、以下の手順に従って ALS システムをキャリブレーションします。サンプルトレイがない場合は、このセクションをスキップしてください。

ALS システムをキャリブレーションすると、サンプルトレイとインジェクタタレットの位置が合い、バイアルの移送が問題なく行われるようになります。キャリブレーションは、キャリブレーションが存在しない場合だけでなく、定期メンテナンスの一環としても行う必要があります。

ALS コンポーネントを移動した場合は、ALS システムをキャリブレーションすることをお勧めします。

ALS システムをキャリブレーションするには:

1 キャリブレーションバイアル (G4514-40588) をトレイポジション 1 に配置します (図 23 を参照)。



図 23 トレイポジション 1

3 据え付け

2 装着されている全インジェクタについて、移送タレットポジション L1、L2、および L3 からバイアルをすべて取り外します(図 24 を参照)。

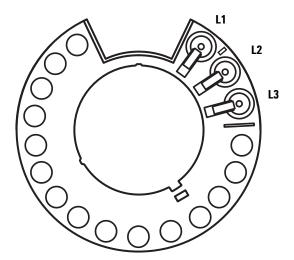


図 24 移送タレットポジション L1、L2、L3(上から見た図)

- 3 ALS システムのキャリブレーションを開始します。
 - 7890A GC では、GC フロントキーパッドの [Options] を押して、 Calibration > ALS > Start Calibration の順に選択します。
 - 6890 シリーズ GC では、GC フロントキーパッドの **[Options]** を押して、**Calibration > Sample tray > Start Calibration** の順に選択します。

どのインジェクタが取り付けられているかにかかわらず、次のキャリブレー ション処理が行われます。

- a トレイがキャリブレーションバイアルをタレットポジション L1 に配置 し、サンプルトレイポジション 1 に戻すことにより、タレットの配置を 評価します。
- **b** トレイが移送タレットのポジション L1 とポジション L2 の間にある配置 用切り込み部分を使って、バイアルの高さとタレットの位置をテストしま す。
- c トレイがキャリブレーションバイアルをタレットポジション L1 に配置し、サンプルトレイポジション 1 に戻すことにより、タレットの配置を確認します。
- **4** キャリブレーション処理が完了すると、準備完了ステータスを示す緑色のライトが 点灯し、構台がホームポジションで停止します(206 ページの図 61 を参照)。

据え付け 3

キャリブレーション処理用に移動したバイアルは、すべて忘れずに交換して ください。

トライアルランの実行

据え付け、コンフィグレーション、アップデート、キャリブレーションが完了 したら、サンプラを使用してクイック注入を実行し、サンプルが正しく動作す ることを確認します。

- 1 インジェクタに空のシリンジを取り付けます。
- 2 G4514A サンプルトレイを G4513A インジェクタとともに使用する場合 は、移送タレットが取り付けられていることを確認します。詳細について は、「タレットの交換」を参照してください。

G4513A インジェクタのみを使用する場合は、必要に応じて移送タレットをスタンドアローンタレットに置き換えます。詳細については、「タレットの交換」を参照してください。

- 3 空のボトルを溶媒 A と廃液 A のすべてのタレットポジションに配置します。キャップをした空のサンプルバイアルをトレイ 1 ポジションに配置します (サンプルトレイを使用しない場合は、タレットサンプル 1 ポジションに配置します)。
- 4 表 3 に示すように、サンプラの設定を行います。これらの設定値は 7890A GC 用のものです。別の GC を使用している場合は、これらの設定値を目安 として使用してください。

7890A GC および 6890 GC フロントキーパッドを使用します **の場合**

6850 GC の場合 お使いの Agilent データシステムを使用します

表3 トライアルランのパラメータ

パラメータ	設定
注入量	1.00
粘性遅延	0
Inject Dispense Speed(注 入速度)	6000
Airgap Volume(エアー ギャップ量)	0.20
Sample Pumps(サンプルポンピング回数)	6
Sample Washes(サンプ ル洗浄回数)	0
Solvent A post washes(注 入後溶媒 A 洗浄の回数)	1

トライアルランのパラメータ (続き) 表 3

パラメータ	設定
Solvent A pre washes(注 入前溶媒 A 洗浄の回数)	1
Solvent B post washes (注 入後溶媒 B 洗浄の回数)	0
Solvent B pre washes (注 入前溶媒 B 洗浄の回数)	0
Sample Draw Speed(サンプル吸引速度)	300
Pre dwell time(注入前滞留時間)	0
Post dwell(注入後滞留 時間)	0
Sample offset(サンプル オフセット)	0
Injection Mode(注入 モード)	通常(1 レイヤー注入)
Tower LED(タワー LED)	オン

- **5** GC オーブンプログラムを、0 ℃ /min の傾き、0.1 分の保持時間、0.3 分の 安定時間、0.3分のイニシャル時間で30℃(または現在の室温)に設定し ます。
- 6 シーケンスを保存して読み込んでから、実行します。

問題がない場合は、インジェクタによる注入が最初のバイアルポジションか ら 1 回行われます。

問題が発生した場合は、「障害」、「エラーメッセージ」、「シリンジに関する 問題の修正」、または「サンプルバイアル供給に関する問題の修正」を参照 してください。

3 据え付け

Agilent 7693A オートサンプラ 据え付け、操作、およびメンテナンス



4 アクセサリ

G4526A/G4517A ALS コントローラを据え付ける(6890A GC) 80 G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着(6890 Plus GC) 85

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける 89

G4522A 加熱冷却プレートを取り付ける 100

7693A ALS アクセサリの据え付け手順は、ご購入いただいたシステムコンポーネントおよび関連 GC のタイプによって異なります。この章に記載されるステップのうち、お使いの GC および ALS システムに該当するセットアップ手順に従ってください。

G4526A/G4517A ALS コントローラを据え付ける(6890A GC)

以下の手順は 6890A GC のみに適用されます。6890A GC を使用していない 場合は、このセクションをスキップしてください。

コントローラのサイト要件

以下の手順では、G4517A ALS コントローラを 6890A GC に据え付ける方法 について説明します。

温度範囲と湿度範囲

ALS システムは、通常の気圧での屋内使用のみを目的として設計されています。

温度範囲 5 ℃~ 55 ℃

相対湿度範囲 最大相対湿度は31℃まで80%、40℃で50%の相

対湿度までリニアに減少

高度範囲 4300m まで

ALS コントローラを極端な温度または湿度にさらした後で、ALS コントローラが推奨範囲に戻るには 15 分かかります。

通気要件

コントローラは、機器の正面から入り、裏面を通って排出される空気の流れによって冷却されます。機器の正面または裏面で空気の流れを遮断しないでください。

ベンチトップスペース要件

図 25 に、コントローラの周囲のスペース要件を示します。コントローラの裏面の領域は、電源スイッチを簡単に操作できるように空けておく必要があります。コントローラの正面は、フロントパネルのボタンにアクセスできるようにしておく必要があります。

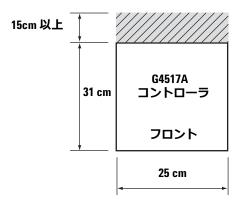


図 25 ベンチトップスペース要件

外形寸法

25 cm (9.84 インチ) (幅) × 31 cm (12.2 インチ) (奥行) × 11 cm (4.33 インチ) (高さ) × 5kg (11 lbs) (質量)

向き

G4517A ALS コントローラは、図 26 に示すように、横置きするよう設計されています。縦置きすると、コントローラが倒れる可能性が高くなり、けがの原因となります。

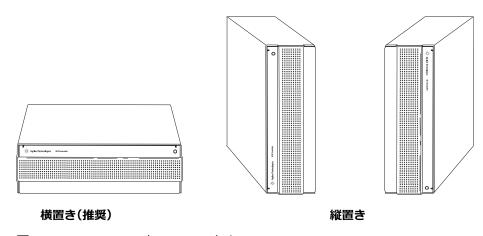


図 26 ALS コントローラの向き

電気要件

注意

適切なアースが必要です。

アース ユーザーを保護するため、キャビネットのアースには、国際電気標準会議(IEC)の要件に適合する 3 導線電源ラインコードを使用します。

正しくアースされたコンセントに 3 導線電源ラインコードを差し込むことにより、機器がアースされ、感電の危険が軽減されます。正しくアースされたコンセントとは、適切なグランドに接続されているコンセントのことです。コンセントのアースが適切に行われているかを確認する必要があります。

警告

アース導線の中断や電源コードの断線があると、感電事故が発生する恐れがあり、けがの原因になります。

電源電圧 G4517A ALS コントローラは、発注元の国の標準電圧に応じて、 表 4 に示す AC 電圧のいずれかで動作します。コントローラは、特定の電圧 で動作するよう設計されています。使用する機器の電圧オプションがラボに適 しているかを確認してください。電圧要件は、電源コードのアタッチメントの 近くに印刷されています。このコントローラに適した電圧を設定する方法につ いては、84 ページの「電力コンフィグレーションの確認」を参照してくださ い。

表 4 国別の電圧要件

玉	電圧	部品番号
アメリカ、10 アンペア	120 V	8120-1378
アルゼンチン	220 V	8120-6869
オーストラリア、10 アンペア	240 V	8120-1369
チリ、10 アンペア	220 V	8120-6978
中国、10 アンペア	220 V	8121-0723
デンマーク / グリーンランド、 10 アンペア	220 V	8120-3997
ヨーロッパ、10 アンペア	230 V	8120-1689
英国 / 香港 / シンガポール / マレー シア、10 アンペア	240 V	8120-8705
インド / 南アフリカ、10 アンペア	240 V	8120-4211
イスラエル、10 アンペア	220 V	8120-5182
日本、10 アンペア	200 V	8120-4753
韓国、10 アンペア	220 V	8121-1226
スイス、10 アンペア	230 V	8120-2104

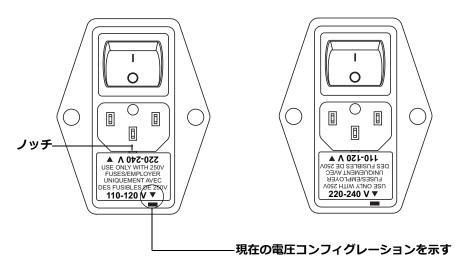
電力コンフィグレーションの確認

G4517A ALS コントローラは、 $110 \sim 120 \text{ V}$ 電力用または $220 \sim 240 \text{ V}$ 電力用にコンフィグレーションできます。

注意

正しい電圧設定でコンフィグレーションしないと、ヒューズが切れます。

現在の電力コンフィグレーションを判別するには、コントローラの背面パネルをご覧ください。電源コードコンセントの下にあるヒューズホルダモジュールには、一端に $220 \sim 240 \text{ V}$ 、もう一端に $110 \sim 120 \text{ V}$ という記載のあるラベルが付いています (図 27 を参照)。



110~120 V 用にコンフィグレーション 220~240 V 用にコンフィグレーション

図 27 G4517A の電力コンフィグレーション

電力コンフィグレーションを変更するには、ヒューズホルダ上部のノッチに小型のマイナスドライバを差し込んで、ヒューズホルダモジュールを取り外します。向きを逆にして、再度取り付けます。図 27 を参照してください。

G4526A/G4516A ALS インターフェイスコントローラの装着(6890 Plus GC)

以下の手順では、G4516A ALS インターフェイスコントローラボードを 6890 Plus GC に装着する方法について説明します。6890 Plus GC を使用していない場合は、このセクションをスキップしてください。

7693A ALS を操作するには、G4516A ALS インターフェイスコントローラ ボードが 6890 Plus GC に装着されている必要があります。GC のシリアル番 号は、20,000 より大きくなければなりません。

警告

先に進む前に、メイン電源スイッチをオフにして、コンセントから電源 コードを抜いておいてください。

注意

作業を続行する前に、ESD ストラップで適切にアースされていることを確認してください。

1 GC の背面パネルと右側のカバーを取り外します。

注意

ロッキングタブが下がった状態でボード全体をずらそうとすると、ボードのコンポーネントが破損します。

2 ボードを垂直に立てて、少しだけ角度をつけます(図 28 を参照)。

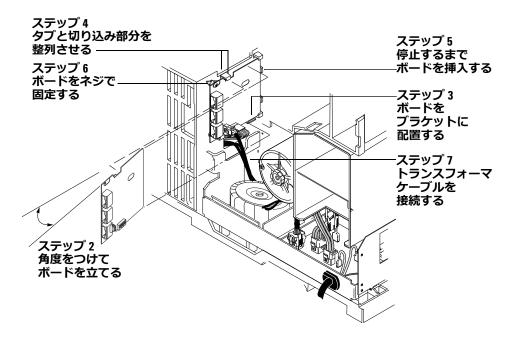


図 28 ALS インターフェイスボードの装着

- 3 ボードを取り付けブラケットに配置します。
- **4** ボードをブラケットの中に滑り込ませて、ボードの切り込み部分とブラケットのロッキングタブを整列させます。
- 5 ボードをシャーシに立てかけて、停止するまで滑り込ませます。ロッキング タブによってボードが所定の位置に固定されます。
- 6 2 本のネジを使ってボードをシャーシに固定します。ボードに圧力をかけたり、ロッキングタブの方向に折り曲げたりしないでください。図 28 を参照してください。
- **7** トランスフォーマからの 2 線式ケーブルを見つけ、それを ALS インターフェイスボードの J5 に接続します。(図 28 および図 29 を参照してください。

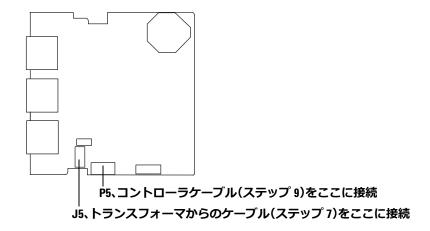


図 29 ALS インターフェイスコネクタ

8 MIO カード (LAN カード) が装着されている場合は、2 本の取り付けネジを緩め、カードを GC から引き出します (図 30 を参照)。

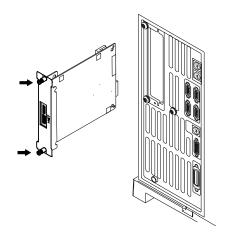


図30 LAN カードを取り外す

9 コントローラの PCB ケーブル (部品番号 G2612-60510) をメインボード の J8 と ALS インターフェイスボードの P5 に接続します。ケーブルをメインボードの切り込み部分を通して這わせます。図 29 および図 31 を参照してください。

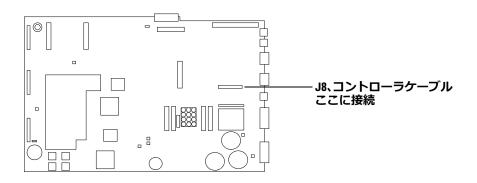


図 31 GC メインボード

- **10** MIO カードを GC から取り外した場合は、再び装着します。
- 11 ナットドライバを使用して、背面パネルから「Injector 1」(デフォルトではフロント)、「Injector 2」(デフォルトではバック)、「Tray」というラベルの付いた3 つの穴にかぶせてあるカバープレートを取り外します。今後ALS インターフェイスボードを取り外した場合に、GC の高電圧エリアへのアクセスを防止するため再度取り付けることができるよう、プレートのナットは保管しておいてください。
- **12** GC のカバーを再度取り付けます。

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける

別売りの G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターアクセサリを購入 した場合は、ここで取り付けます。購入していない場合は、このセクションを スキップしてください。

サンプルトレイを GC から取り外す

- **1** GC の注入口、検出器、およびオーブンを室温に設定します。
- 2 サンプルトレイのフロントパネルで「P] ボタンを押して、トレイを待機させます。
- 3 GC の注入口、検出器、およびオーブンが冷却したら、GC の電源を切っ て、電源コードを抜き取ります。
- 4 サンプルトレイのケーブルを抜きます。
- 5 インジェクタのケーブルをすべて抜きます。
- 6 インジェクタタレットからすべてのバイアルを取り外します。
- **7** GC 注入口エリアからすべてのインジェクタを取り外します。必要に応じ て、使用可能なパーキングポストにインジェクタを取り付けます。
- **8** サンプルトレイからすべてのバイアルラックを取り外します。
- 9 サンプルトレイを取り付けブラケットに固定している 3 本の T-30 トルク スネジを完全に取り外します。
- 10 GC 取り付けブラケットからサンプルトレイを慎重に取り外します。

G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターの取り付け

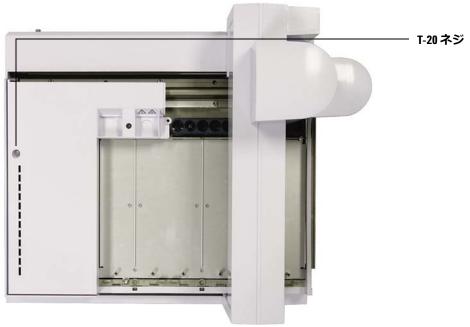
1 構台が一番左の位置にある状態で、未知バイアルステーションカバーを固定 している 2 本の T-20 ネジを緩めて、プラスチック製カバーを取り外しま す。



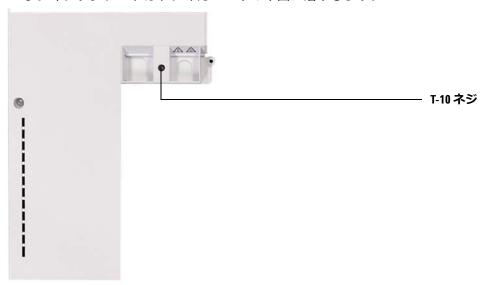




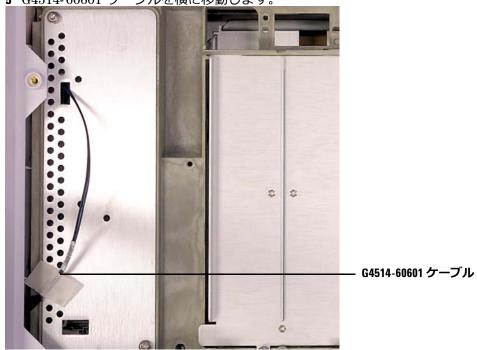
3 T-20 トルクスネジを緩めてトレイカバーを外します。



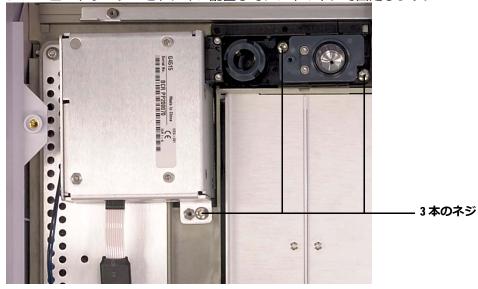
4 トレイカバーを平面に設置して、ブランキングプレートをトレイカバーに固定している T-10 トルクスネジを取り外します。ネジが完全に外れると、ブランキングプレートはトレイカバー下の平面に落下します。

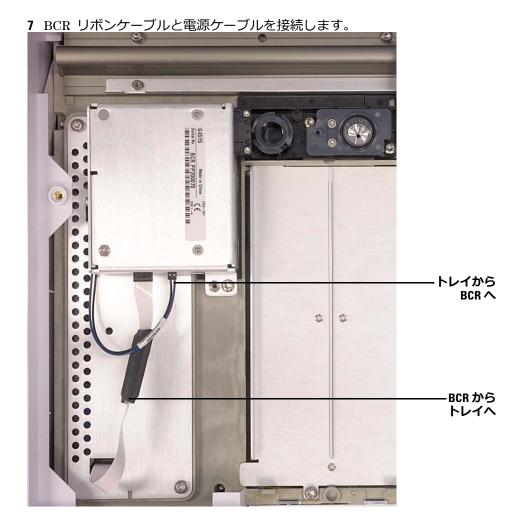


5 G4514-60601 ケーブルを横に移動します。

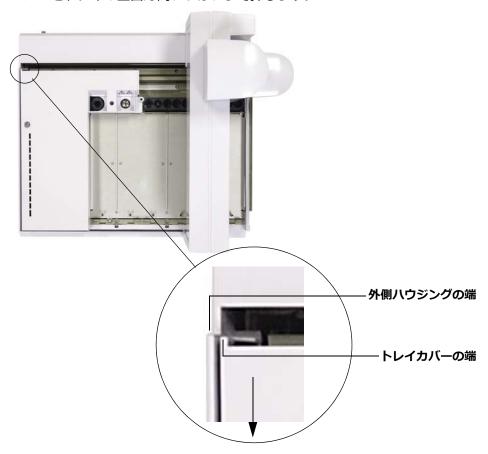


6 バーコードリーダーをトレイに配置して、3 本のネジで固定します。





8 トレイカバーを再び装着します。トレイカバーの端が外側のハウジングの端を越えていないことを確認してください。ネジを取り付ける前に、トレイカバーをトレイの正面方向いっぱいまで押します。



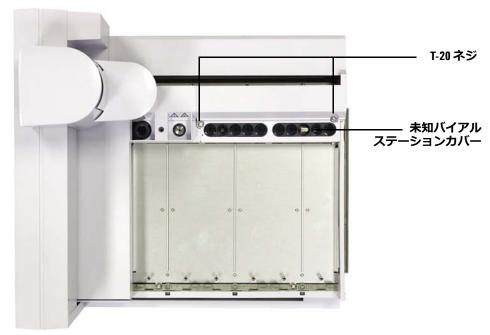
9 T-20 トルクスネジを取り付けます。



10 BCR アクセサリキット付属のセルフタッピングネジ (0624-0681) を T-10 トルクスドライバで締めます。



11 構台をトレイの反対側にスライドさせて、未知バイアルステーションカバーを交換します。



- **12** 2 本の T-20 トルクスネジを締めて、未知バイアルステーションカバーをサンプルトレイに固定します。
- **13** オプションの 1/8 インチ ID ヒーターベントラインを取り付ける場合は、サンプルトレイ下面の底部アクセスパネルを T-20 トルクスドライバで取り外します。それ以外の場合は、次のセクションに進んでください。
- **14** マイナスドライバを使用して、ヒーターベントベース(G4515-20532)を取り外します。
- **15** 1/8 インチ ID ベントラインを BCR に接続して、ベント管を底部アクセス パネルに通します。ベント配管を固定できるよう、ワイヤサドル (1400-3408) 3 個と M3 x 4 ネジ(0515-0663)3 本が提供されています。

1

G4522A 加熱冷却プレートを取り付ける

ここでは、G4522A 加熱冷却プレートを G4514A サンプルトレイに取り付ける方法について説明します。

水浴とポンプの設定方法については説明しません。

トレイ内のサンプルバイアルの温度を制御するには、温度制御された液体をポンピングして、バイアルラックの下に取り付けられた加熱冷却プレートに通します。

注意

廃液チューブがサンプルトレイのベースに接続されていることを確認します。可能な場合は、トレイの下にある機器をすべて取り外すか、液体の漏れが生じた場合にトレイの下の機器を保護する措置を講じます。高い室温または高い湿度で低いサンプル温度を制御すると、加熱冷却プレートとサンプルトレイからの水の濃縮により、サンプルトレイの下にある機器が破損する恐れがあります。

必要な工具

- ニッパー
- T-10 トルクスドライバ
- T-20 トルクスドライバ
- T-30 トルクスドライバ

サンプルトレイを GC から取り外す

- 1 GC の注入口、検出器、およびオーブンを室温に設定します。
- 2 サンプルトレイのフロントパネルで [P] ボタンを押して、トレイを待機させます。
- **3** GC の注入口、検出器、およびオーブンが冷却したら、GC の電源を切って、電源コードを抜き取ります。
- 4 サンプルトレイのケーブルを抜きます。
- 5 インジェクタのケーブルをすべて抜きます。
- 6 インジェクタタレットからすべてのバイアルを取り外します。
- 7 GC 注入口エリアからすべてのインジェクタを取り外します。必要に応じて、使用可能なパーキングポストにインジェクタを取り付けます。

- 8 サンプルトレイからすべてのバイアルラックを取り外します。
- **9** サンプルトレイを取り付けブラケットに固定している 3 本の T-30 トルクスネジを完全に取り外します。
- 10 GC 取り付けブラケットからサンプルトレイを慎重に取り外します。

加熱冷却プレートの取り付け

- **1** 構台が待機ポジション(一番左、トレイブラケットから離れた場所)にあることを確認します。
- 2 未知バイアルステーションカバーを固定している 2 本の T-20 ネジを完全 に緩めます。



- 3 未知バイアルステーションカバーを取り外します。
- **4** 未知バイアルステーションを固定している 2 本の T-20 ネジを完全に緩めます。

5 未知バイアルステーションを取り外します。



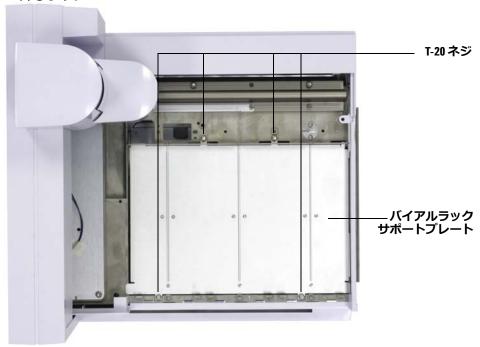
6 構台をホームポジション(一番右、トレイブラケットの方向)に向けてスライドさせます。



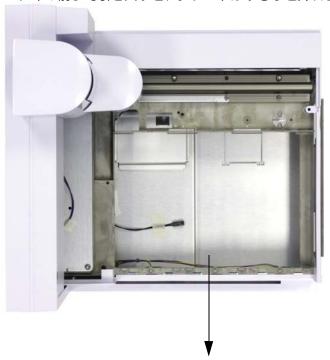
7 トレイカバーを固定している T-20 トルクスネジを緩めます。

- 8 トレイカバーを取り外します。
- **9** 構台を待機ポジション(一番左、トレイブラケットの反対側)までスライドさせます。

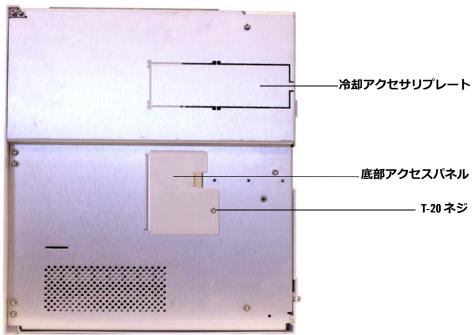
10 バイアルラックサポートプレートを固定している 4 本のネジを緩め、取り外します。



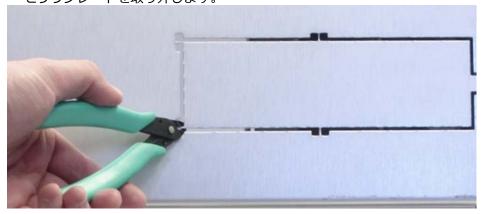
11 サポートプレートを取り外します(プレートの前部を持ち上げ、サンプルトレイの前まで引き出すと、プレートがするりと外れます)。



12 サンプルトレイを背面を下にして置き、T-20 トルクスドライバを使用して、 底部のアクセスパネルを取り外します。



13 二ッパーを使って金属製のタブを切り取り、トレイシャーシの下面からアクセサリプレートを取り外します。



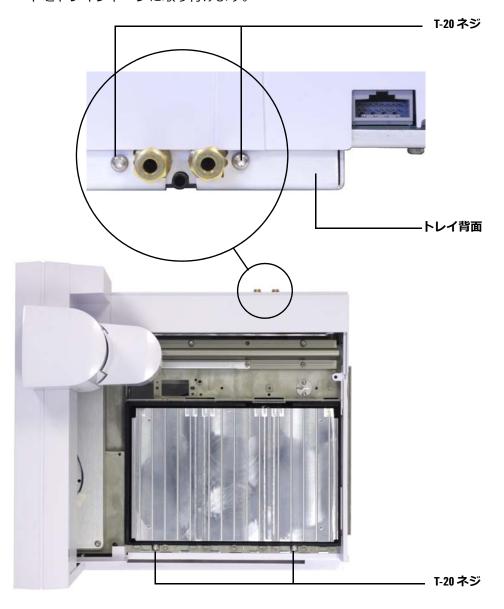
14 サンプルトレイをベースの上に置き、加熱冷却プレートを一部だけはめ込んで、加熱冷却プレートのケーブルをトレイシャーシから底部アクセス開口部に通すためのスペースを残しておきます。



15 底部アクセス開口部からケーブルに届くようになったら、加熱冷却プレートを装着して、加熱冷却プレートの上部がトレイシャーシと同じ高さになるようにします。

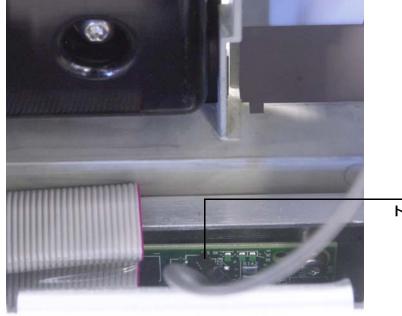


16 4 本のネジ(フロントに 2 本、バックに 2 本)を使って、加熱冷却プレートをトレイシャーシに取り付けます。



4 アクセサリ

17 サンプルトレイを背面を下にして置いて、加熱冷却プレートケーブルをトレイのロジックボード(底部アクセス開口部からアクセス可能)に接続します。

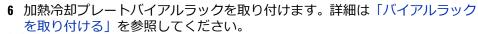


---- ケーブルを トレイボードに 接続

18 底部アクセスパネルを再び取り付けます。

サンプルトレイの再組み立て

- 1 必要に応じて、構台をホームポジション(一番右、トレイ取り付けブラケット側)までスライドさせます。
- **2** サンプルトレイカバーを交換して、T-20 トルクスネジで固定します。
- **3** 構台を待機ポジション(一番左、トレイ取り付けブラケットの反対側)まで スライドさせます。
- **4** 未知バイアルステーションを交換して、2 本 の T-20 トルクスネジで固定します。
- **5** 未知バイアルステーションカバーを交換して、2 本の T-20 トルクスネジで 固定します。





7 サンプルトレイを GC に取り付けます。詳細は「サンプルトレイを取り付ける」を参照してください。

廃液チューブの取り付け

- 1 サンプルトレイの背面にある加熱冷却プレートの廃液ニップルにプラスチックチューブを接続します。加熱冷却プレートはこのチューブを使用して、背圧を生じさせずに濃縮を容易に廃液できなければなりません。次の条件が満たされていることを確認します。
 - チューブが廃液コンテナに向かって下方に傾斜している。
 - チューブがまっすぐになっており、フローの妨げとなるよじれなどがない。
 - チューブの開口端が廃液コンテナで浸水していない(図 32)。

4 アクセサリ

• チューブが詰まったり汚れたりしていない。必要な場合は、チューブを 交換します。

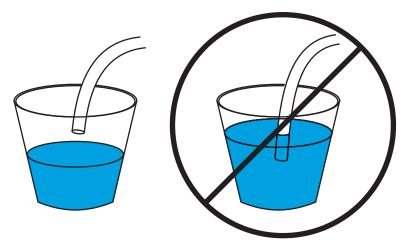


図 32 廃液チューブを正しく吊り下げた状態(左)と間違って浸水させた状態(右)

- **2** 1/4 インチ Swagelok プラグを使用して、チューブを加熱冷却プレートの後部に接続します。
- 3 漏れがないことを確認してから、GC の電源を入れます。

据え付けの完了

- **1** インジェクタを据え付けます。詳細は「G4513A インジェクタの取り付け」 を参照してください。
- **2** GC 電源ケーブルを接続して、GC の電源を入れます。
- **3** ALS システムをキャリブレーションします。詳細については、「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。

冷媒

冷媒には、蒸留水、エチレングリコール、またはプロピレングリコールのみを 使用します。

水浴およびポンプの仕様

注意

やけどの危険を抑えるため、加熱液の温度が 60 ℃ を超えないように注意してください。

サンプルバイアルの温度を制御するために使用される水浴およびポンプシステムは、以下の仕様に適合している必要があります。

- コンポーネントは、安全要件の国内基準に適合し、無人操作や連続操作に適したものであり、高温保護のための制御機能を備えたものでなければなりません。
- 冷媒の推奨温度範囲は 5 ~ 60 ℃ です。
- 組み込みポンプを使用する場合、組み込みポンプは液体の外部循環に適合し、内径 1/4 インチ (6.35mm) 以上のチューブ接続に対応している必要があります。
- 圧力ポンプを使用する場合、圧力ポンプは $1.5\sim 2.5 \mathrm{psi}$ ($10.3\sim 17.2 \mathrm{kPa}$) の圧力を維持する必要があります。
- 吸い上げポンプを使用する場合、吸い上げポンプの減圧は -4psi (-27.6kPa) 未満でなければなりません。
- 再循環装置の定格冷却容量は 1000 ~ 2000 ワットです。

注記

温度センサーが検出するのは、加熱冷却プレート内の平均冷媒温度です。

4 アクセサリ

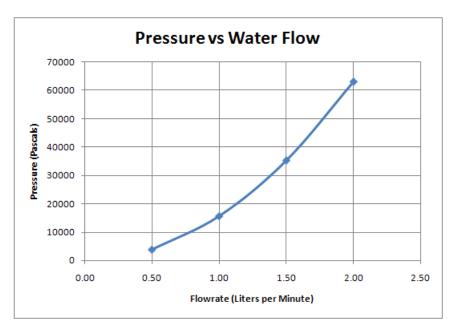


図33 圧力と流量の関係



パート3:

操作

操作の概要 117
7693A 自動液体サンプラについて 118
高速注入 124
サンプルキャリーオーバー 126
メソッドとシーケンス 129
サンプラサイクル 130
ALS のコンフィグレーション 133
インジェクタのコンフィグレーション 134
サンプルトレイのコンフィグレーション 139
ALS のパラメータ 145
インジェクタに関するパラメータの設定 146
サンプルトレイに関するパラメータの設定 153
シリンジおよびニードル 157
シリンジの選択 158
シリンジの点検 161
シリンジを取り付ける 162
シリンジの取り外し 166
シリンジニードルの交換 167
バイアルおよびボトル 169
サンプルバイアルの準備 170
溶媒ボトルと廃液ボトルの準備 176
バイアルとボトルのタレットへの配置 178
2 つのインジェクタの使用(7890A GC および 6890 シリーズ GC
のみ) 181
分析できるサンプルバイアルの数 182
サンドイッチ注入 188

サンプルの分析 195 サンプルの分析 196 ALS コントローラの使用 197 分析またはシーケンスの中断 198 優先サンプルの分析 199



この章では、Agilent 7693A ALS を構成するコンポーネント、システムのいくつかの重要な特長、およびサンプラの機能について説明します。

7693A 自動液体サンプラについて

コンポーネント

7693A ALS システム(図 34)には、以下を含めることができます。

- G4513A インジェクタモジュール (1 つまたは 2 つ)
- G4514A サンプルトレイ (7890A GC、6890 シリーズ GC、7820 MSD)
- G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター (BCR)
- G4517A ALS コントローラ (6890A GC)
- G4516A ALS インターフェイスボード (6890 Plus GC)
- G4520A サンプルトレイ (BCR/ミキサー/ヒーター搭載)
- G4521A 拡張サンプル処理シリンジキャリッジ
- G4522A 加熱冷却プレート
- 3 つの色付きバイアルラックラベルからなる G4525A セット
- 6890 シリーズ GC 用 G4526A 7693A アップグレードキット



図34 7890A GC および 5975 MSD を取り付けた 7693A ALS

特長

ALS システムの主な特長は以下のとおりです。

- インジェクタには、互いに交換可能な次の2つのサンプルタレットが付属しています。
 - スタンドアローンタレットでは、最大 16 個のサンプルを分析し、溶媒ポジション 2 つと廃液ボトルポジション 1 つを設定できます。2 つのサンプルポジションをサンプルの準備用に交互に構成できます。このタレットはサンプルトレイに適合していません。
 - 移送タレットは、サンプルトレイと連動して最大 150 個のサンプルを分析するように設計されています。移送タレットには 3 つのサンプルバイアル移送場所があり、そのうち 2 つはサンプルの準備で使用するように構成できます。溶媒 A ポジションは 6 つ、溶媒 B ポジションは 4 つ、廃液ポジションは 5 つあります。このタレットはサンプルトレイとともに使用することも、サンプルトレイなしで使用することもできます。
- 溶媒バイアルと廃液バイアルの最大容量は 20 mL です。
- エアーギャップで分離された最大3つのサンプルレイヤーを使用して、サンドイッチ注入を実行できます。
- 最大 100ì L のシリンジ用のシリンジキャリッジが標準で備わっています。
- 100ì L を超えるシリンジ用の低速 / 高電力モーターを備えた拡張サンプル処理シリンジキャリッジをオプションで装備できます。
- クールオンカラムを使用して、250ì m、320ì m、および 530ì m カラムに注 入できます。
- BCR/ ミキサー / ヒーターモジュールをオプションで装備できます。
- サンプルトレイの加熱冷却プレートをオプションで装備できます。
- サンプルバイアルごとに異なるサンプル量を注入できます。
- 優先サンプルを分析するためにシーケンスを一時中断してから、シーケンス を再開できます。

• Agilent データシステムの制御によるプランジャ速度の変化(表 5 と表 6)

可変プランジャ速度のデフォルト値は、10iLシリンジに基づいています。シ リンジ容量が大きくなるほど、注入速度を遅くする必要があります。大容量の 注入でプランジャのエラーを確認できるようにする場合は、注入速度を抑える ようにします。

表 5 シリンジ容量ごとのプランジャ速度(高速/低速)

プランジャ速度 (µL/min)	シリンジ容量(μL)									
	0.5	1	2	5	10	25	50	100	250	500
吸引(µL/min)										
高速	15	30	60	150	300	750	1500	3000	300	600
低速	15	30	60	150	300	750	1500	3000	300	600
排出 (μL/min)										
高速	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000	1500	3000
低速	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000	1500	3000
注入 (μL/min)										
高速	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000		
低速	15	30	60	150	300	750	1500	3000	75	150

表 6 シリンジ容量ごとの可変プランジャ速度

可変プランジャ 速度(μL/min)	シリンジ容量(µL)									
(x) = デフォル ト値	0.5	1	2	5	10	25	50	100	250	500
サンプル吸引	1 - 30	1 - 60	1 - 120	1 - 300	1 - 600	1 - 1500	3 - 3000	6 - 6000	15 - 15000	30 - 30000
	(15)	(30)	(60)	(150)	(300)	(750)	(1500)	(3000)	(7500)	(15000)
サンプル吐出	1 - 300	1 - 600	1 - 1200	1 - 3000	1 - 6000	1 - 15000	3 - 30000	6 - 60000	15 - 150000	30 - 300000
	(300)	(600)	(1200)	(3000)	(6000)	(15000)	(30000)	(60000)	(150000)	(300000)
インジェクタ	1 - 300	1 - 600	1 - 1200	1 - 3000	1 - 6000	1 - 15000	3 - 30000	6 - 60000	15 - 150000	30 - 300000
吐出	(300)	(600)	(1200)	(3000)	(6000)	(15000)	(30000)	(60000)	(150000)	(300000)
溶媒吸引	1 - 30	1 - 60	1 - 120	1 - 300	1 - 600	1 - 1500	3 - 3000	6 - 6000	15 - 15000	30 - 30000
	(15)	(30)	(60)	(150)	(300)	(750)	(1500)	(3000)	(7500)	(15000)
溶媒吐出	1 - 300	1 - 600	1 - 1200	1 - 3000	1 - 6000	1 - 15000	3 - 30000	6 - 60000	15 - 150000	30 - 300000
	(300)	(600)	(1200)	(3000)	(6000)	(15000)	(30000)	(60000)	(150000)	(300000)

機能

表 7 に、7693A ALS の機能を要約します。

表7 ALS の機能

パラメータ	範囲
シリンジサイズ	1 ~ 500μL
洗浄モード	A、B A - A2、B - B2 A - A6、B - B4
溶媒節約	シリンジ リ イズ(μL)の10%、20%、30%、 40%、80%
注入量	シリンジサイズ(μL)の 1 \sim 50%
サンプルポンピングの回数	0 - 15
粘性遅延	0~7秒
エアーギャップ	シリンジサイズ(μ L)の $0\sim 10\%$
注入前サンプル洗浄の回数	0 - 15
注入後溶媒 A 洗浄の回数	0 - 15
注入後溶媒 B 洗浄の回数	0 - 15
プランジャ速度	122ページの表 6 を参照
注入前溶媒 A 洗浄の回数	0 - 15
注入前溶媒 B 洗浄の回数	0 - 15
注入前滞留時間	0~1分(0.01分刻み)
注入後滞留時間	0~1分(0.01分刻み)
サンプリングオフセット	On、Off
可変サンプリング深さの位置	2-2 mm \sim +30 mm
複数注入モードの注入回数	1 - 99
複数注入モードの注入遅延時間	0~100秒

高速注入

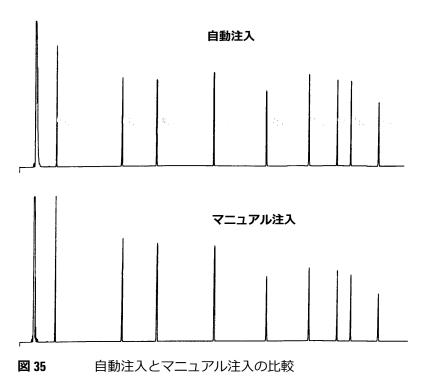
高速注入とは、ニードルの分留という負の影響なしに、加熱された注入口に サンプルを導入するメソッドのことです。

初めて ALS を使用している場合は、生成されるクロマトグラムにいくつかの変化が見られるかもしれません。これらの変化のほとんどは、注入中のニードルからの気化量が減少することによるものです。

- クロマトグラムのピーク面積が小さくなる場合があります。自動高速注入では、希望の設定値量のサンプルが供給されます。高速注入を使用しないと、サンプルの残留物がニードルから気化し、注入口に入ります。この余剰量は最大 1ì L になる場合があります。
- クロマトグラムのピーク面積で示される沸点の低い成分と沸点の高い成分の 分化が小さくなる場合があります。

高速注入を使用しないと、ニードル内での分留が原因で、導入されるサンプルには沸点の高い成分より沸点の低い成分の方が多くなります。ニードル内の残留サンプルが注入口に入るだけでなく、沸点の低い成分が先に蒸発します。これがニードル分留またはニードル分別と呼ばれるものです。

図 35 は、ヘキサンを溶媒とする $C_{10} \sim C_{40}$ パラフィン 1ì L サンプルのマニュアル注入と ALS からの自動高速注入を比較したものです。



ALS の性能の詳細については、Agilent 営業所から入手できる以下のテクニカルペーパーを参照してください。

Publication No. 43-5953-1843:Snyder, W.Dale. Fast Injection with the 7673A Automatic Injector: Chemical Performance, Technical Paper 108, June 1985

Publication No. 43-5953-1878:Snyder, W.Dale. Performance Advantage of the 7673A Automatic Injector Over Manual Injection, Technical Paper 109, August 1985

Publication No. 43-5953-1879:Kolloff, R.H.C.Toney, and J.Butler. Automated On-Column Injection with Agilent 7673A Automatic Injector and 19245A On-Column Capillary Inlet: Accuracy and Precision, Technical Paper 110, August 1985

サンプルキャリーオーバー

キャリーオーバーとは、以前に注入したサンプルのピークが現在の分析で観測されることです。

インジェクタは、溶媒洗浄、サンプル洗浄、サンプルポンピングを使用して、 キャリーオーバーを制御します。これらの各作業により、シリンジに残るサン プルの量が減少します。それぞれの作業の有効性は、利用目的によって異なり ます。

溶媒洗浄

インジェクタは、溶媒 A ポジションまたは溶媒 B ポジションのいずれかから溶媒をシリンジに吸引し、シリンジの中身を 1 つまたは複数の廃液ボトルに排出します。溶媒洗浄は、サンプルを取り込む前(注入前溶媒洗浄)または注入直後(注入後溶媒洗浄)に行うことができます。洗浄の量は調整可能です。

サンプル洗浄

サンプル洗浄中、インジェクタは次のサンプルをシリンジに吸引し、中身を 1 つまたは複数の廃液ボトルに排出します。サンプル洗浄は注入前に行われます。サンプルの量が限られているときは、注入前溶媒洗浄を使用して、サンプルを吸引する前にシリンジを湿らせることができます。洗浄の量は調整可能です。

サンプルポンピング

サンプルポンピング中、インジェクタはサンプルをシリンジに吸引し、それをサンプルバイアルに戻します。ポンピングは、サンプル洗浄後と注入直前に行われます。ポンピングには、泡を消す役割があります。ニードルに前の洗浄からの溶媒が残っていると、ポンピングによって少量の溶媒が追加され、サンプルと混じって、わずかながらサンプルを希釈する可能性があります。

洗浄の回数と種類

理想的な条件下では、4 回のデフォルト量(80%)洗浄により、キャリーオーバーが 1 万分の 1 まで減少します。必要な洗浄の回数と種類は、以下の条件によって決まります。

- 許容できるキャリーオーバーの量
- 検体の粘性と溶解度
- 溶媒の粘性と揮発性

- シリンジバレルの磨耗の度合い
- 洗浄量

クロマトグラム A と B (図 36) は、メタノールを溶かした溶質のバイアルから 1ì L を注入した後で、メタノールのバイアルから 1ì L を注入したときの、キャリーオーバーの影響を示したものです。クロマトグラム B のピークは、シリンジに残っていた最初の注入からの溶質によるものです。

クロマトグラム C は、80% シリンジ容量の溶媒洗浄でシリンジを 4 回洗浄したときの結果を示したものです。キャリーオーバーのピークは消えています。

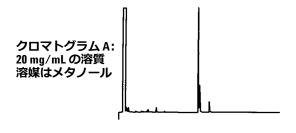






図36 サンプルキャリーオーバー

5

サンプラは通常、シーケンスによって制御されます。シーケンスとは、分析するサンプルをリストにしたものであり、以下の要素で構成されます。

- サンプルを検出する場所
- サンプルの分析に使用するメソッド
- サンプルの測定方法と注入方法
- 分析のレポートを生成する方法

メソッドは、ガスクロマトグラフの動作を制御する設定値(温度、時間など) の集まりです。

シーケンスとそれによって指定されるメソッドを組み合わせると、サンプルの分析を完全に制御できます。ただし、具体的な詳細は、使用するハードウェアとソフトウェアによって異なるため、そうした情報については、他のマニュアルを参照してください。

ここでは、サンプラに固有の詳細のみを説明します。メソッドとシーケンスを 設定するには、お使いの Agilent データシステムのヘルプまたは GC のマニュ アルを参照してください。

サンプラサイクル

ALS によって実行される基本操作は、バージョンの違いにかかわらず同じです (表 8)。

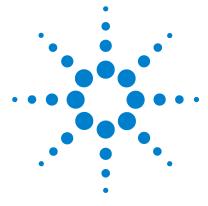
表8 サンプラサイクル

手順	処置	· 注記
1 サンプルバイアルを移送し ます。	必要に応じて、トレイからタレットにサンプルバイアルを移動します。	
2 シリンジを溶媒で洗浄します。	a 溶媒ボトルをシリンジの下まで回転させます。 b シリンジのニードルを溶媒の中に入れます。 c 溶媒を吸引します。 d シリンジのニードルを溶媒ボトルから持ち上げます。 e 廃液ボトルをシリンジの下まで回転させます。 f シリンジを下げます。プランジャを押し下げて、溶媒を排出します。 g シリンジのニードルを廃液バイアルから持ち上げます。	シリンジは、複数の溶媒を使って複数回洗浄できます。これは、注入前溶媒洗浄パラメータによって制御されます。
3 シリンジをサンプルで共洗いします。	a サンプルバイアルをシリンジの下まで回転させます。 b シリンジのニードルを下げて、ニードルがバイアルセプタムを貫通してサンプルの中に入るようにします。 c サンプルを吸引します。 d シリンジとニードルを溶媒ボトルから持ち上げます。 e 廃液ボトルをシリンジの下まで回転させます。 f シリンジャを押し下げて、プルを排出します。 g シリンジのニードルを廃液バイアルから持ち上げます。	・ シリンジは、サンプルで数回共 洗いできます。

表8 サンプラサイクル (続き)

手順	処置	注記
4 シリンジにサンプルを入れます。	a サンプルバイアルをシリンジの下まで回転させます。 b シリンジのニードルを下げて、ニードルがバイアルセプタムを貫通するようにします。 c サンプルを吸引します。 d ニードルをサンプルに浸けた状態で、シリンジプランジャをすばやく押し下げます。 e 最終ポンピングの後、サンプルを吸引します。 f シリンジのニードルをサンプルバイアルから持ち上げます。	• 作業 c と d は、複数回繰り返すことができます。目的は、シリンジから気泡を出すことです。
5 サンプルを注入します。	 a タレットを回転して、GC 注入口が見えるようにします。 b シリンジのニードルを下げて、ニードルが注入口セプタムを貫通するようにします。 c シリンジプランジャを押し下げて、注入を行います。 d シリンジのニードルを GC 注入口から持ち上げます。 	 注入の瞬間に、Start シグナルが GC とデータプロセッサに送信されます。
6 シリンジを溶媒で洗浄します。	ステップ2と同じですが、注入 後パラメータに従います。	
7 サンプルバイアルを移送し ます。	サンプルバイアルをその最初の タレット位置またはトレイ位置 に戻します。	
8 繰り返し注入を実行します。	そのようにプログラムされている場合は、GCが Ready になるのを待って、ステップ 1 からサイクルを繰り返します。	

Agilent 7693A オートサンプラ 据え付け、操作、およびメンテナンス



6 ALS のコンフィグレーション

インジェクタのコンフィグレーション 134 7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD 134 6890 シリーズ GC 135 6850 シリーズ GC 137 5975T LTM-GC/MSD 138 サンプルトレイのコンフィグレーション 139 7890A GC および 7820 MSD 139 6890 シリーズ GC 141

この章では、さまざまな制御機器を使用して ALS をコンフィグレーションする方法について説明します。

この章の説明は、GC ファームウェアで利用可能な機能について触れたものであり、Agilent データシステムで使用可能な機能に関する説明であるとは限りません。Agilent データシステムのオンラインヘルプを参照してください。

インジェクタのコンフィグレーション

7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD

7890A GC の場合は、GC キーパッドの [Config] [Front Injector] または [Config] [Back Injector] を押して、フロントインジェクタまたはバックインジェクタの

コンフィグレーションパラメータを表示します。7820A GC または 7820 MSD の場合は、GC ソフトウェアキーパッドの [Config] [Injector] を押して、フロントインジェクタまたはバックインジェクタのコンフィグレーションパラメータを表示します。

CONFIGURE FRONT INJECTOR

Wash Mode Bottles 1 A, 1 B

Syringe Size 10.0

Wash Mode Bottles — インジェクタに移送タレットが取り付けられている場合にのみ表示されます。7,890A GC の場合、タレット溶媒ボトルのポジションは、[Mode/Type] キーを使用して選択されます。

6-A and 4-B Washes — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は 6 個の溶媒 A ボトルをすべて使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は 4 個の溶媒 B ボトルをすべて使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。

2-A and 2-B Washes - インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A および A2 を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B および B2 を使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。

1-A and 1-B Washes — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B を使用します。

インジェクタは常に、溶媒 A 洗浄が使用される場合は両方の WA 廃液ボトルを使用し、溶媒 B 洗浄が使用される場合は両方の WB 廃液ボトルを使用します。

Syringe size — シリンジサイズを $0.5 \sim 500$ i L で入力します。

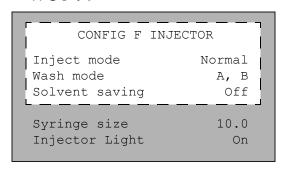
注記

GC では、シリンジ容量がプランジャの完全ストロークを表すものと想定されます。シリンジバレルでマークされた最大容量がバレルの半分の場合は、その容量の 2 倍の量を入力する必要があります(この場合のラベルは、完全プランジャストロークの半分に相当します)。

6890 シリーズ GC

[Config] [Front Injector] または [Config] [Back Injector] を押して、パラメータを表示します。

以下に詳しく示すパラメータのうち、設定する必要のあるパラメータまでスクロールします。



Inject mode — インジェクタに設定されている注入モードタイプを選択します。6890N~GC~O場合、注入モードは、[Mode/Type]キーを使用して選択されます。

Normal - 単一サンプルを注入します。

Sample + L2 - エアーギャップで分離された 2 つのサンプルの混合を注入します。

Sample + L2 + L3 - エアーギャップで分離された 3 つのサンプルの混合を注入します。

Large Volume $-250\mu L$ または $500\mu L$ のシリンジを使用してサンプルを注入します。

Wash mode — インジェクタに移送タレットが取り付けられている場合にのみ表示されます。6890N GC の場合、タレット溶媒ボトルのポジションは、 [Mode/Type] キーを使用して選択されます。

6 ALS のコンフィグレーション

Wash using A, B — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B を使用します。

Use A-A2, B-B2 — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A および A2 を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B および B2 を使用します。インジェクタは両方のボトルを交互に使用します。

Use All A, B — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は 6 個の溶媒 A ボトルをすべて使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は 4 個の溶媒 B ボトルをすべて使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。

6890A または 6890 Plus GC で洗浄モードを制御するには、**[On]** キーを使用してオプションをスクロールするか、または以下の値を入力します。

- 1 インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B を使用します。
- 2 インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A および A2 を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B および B2 を使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。
- 3 インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合はすべての溶媒 A ボトルを使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合はすべての溶媒 B ボトルを使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。

インジェクタは常に、溶媒 A 洗浄が使用される場合は両方の WA 廃液ボトルを使用し、溶媒 B 洗浄が使用される場合は両方の WB 廃液ボトルを使用します。

Solvent Saving — シリンジ洗浄量をシリンジ容量の約 20 ~ 80% で変化させるには、このオプションを使用します。この設定により、各注入サイクル中に消費される溶媒とサンプルの量が減少します。詳しくは、126 ページの「サンプルキャリーオーバー」を参照してください。

6890N の場合、洗浄量は、[Mode/Type] キーを使用して選択されます。このキーを押すと、使用するシリンジの容量に基づく実際の洗浄量が選択肢として表示されます。溶媒節約オプションを無効にするには、「Off] を選択します。

6890A または 6890 Plus GC でこれらの設定を制御するには、[On] キーを使 用してオプションをクロールするか、または以下の値を入力します。

- 0 溶媒節約機能を無効にします。その結果、洗浄量はシリンジ容量の 80% と等しくなります。
- 1 シリンジ容量の 10% の洗浄量
- 2 シリンジ容量の 20% の洗浄量
- 3 シリンジ容量の 30% の洗浄量
- 4 シリンジ容量の 40% の洗浄量

Syringe size - シリンジサイズを $0.5 \sim 500$ ì L で入力します。

注記

GCでは、シリンジ容量がプランジャの完全ストロークを表すものと想定され ます。シリンジバレルでマークされた最大容量がバレルの半分の場合は、その 容量の**2倍**の量を入力する必要があります(この場合のラベルは、完全プラン ジャストロークの半分に相当します)。

Injector Light - インジェクタタワー内部の LED ライト (ON、OFF) を 制御します。

6850 シリーズ GC

Agilent データシステムを使用して、使用するインジェクタをコンフィグレー ションします。

Inject mode - 注入モードを選択します。

Normal - 単一サンプルを注入します(セプタムに一度だけ穴を開ける大 容量注入を含む)。

Sample + L2 - エアーギャップで分離された <math>2 つのサンプルの混合を注 入します。

Sample + L2 + L3 - エアーギャップで分離された3つのサンプルの混合を注入します。

Large Volume - セプタムに複数回穴を開けて大容量注入を実行します (分析 1 回当たり 2 回以上の注入)。

Wash mode — インジェクタに移送タレットが取り付けられている場合にのみ 表示されます。

6 ALS のコンフィグレーション

Wash using A, B — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B を使用します。

Use A-A2, B-B2 — インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル A および A2 を使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は溶媒ボトル B および B2 を使用します。インジェクタは両方のボトルを交互に使用します。

Use All A, B - インジェクタで溶媒 A 洗浄が使用される場合は 6 個の溶媒 A ボトルをすべて使用し、インジェクタで溶媒 B 洗浄が使用される場合は 4 個の溶媒 B ボトルをすべて使用します。インジェクタはすべてのボトルを交互に使用します。

Solvent Saving — シリンジ洗浄量をシリンジ容量の約 $10 \sim 80\%$ で変化させるには、このオプションを使用します。この設定により、各注入サイクル中に消費される溶媒とサンプルの量が減少します。詳しくは、126 ページの「サンプルキャリーオーバー」を参照してください。

Syringe size - シリンジサイズを $1 \sim 500$ ì L で入力します。

注記

GC では、シリンジ容量がプランジャの完全ストロークを表すものと想定されます。シリンジバレルでマークされた最大容量がバレルの半分の場合は、その容量の 2 倍の量を入力する必要があります(この場合のラベルは、完全プランジャストロークの半分に相当します)。

Injector Light — インジェクタタワー内部の LED ライト (ON、OFF) を 制御します。

5975T LTM-GC/MSD

Agilent データシステムを使用して、インジェクタをコンフィグレーションします。詳細はお使いのデータシステムのヘルプを参照してください。

サンプルトレイのコンフィグレーション

7890A GC および 7820 MSD

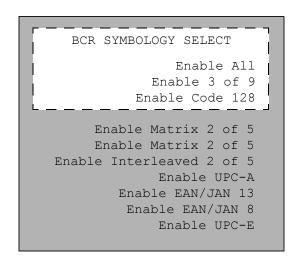
サンプルトレイは、定義されたシーケンスパラメータに従って、フロントイン ジェクタとバックインジェクタにサンプルバイアルを供給します。各インジェ クタには、個別のシーケンスパラメータセットがあります。サンプルトレイ は、バイアルをフロントインジェクタに供給した後で、リアインジェクタに供 給します。保存したシーケンスとバーコードコンフィグレーションを使用する と、サンプルバイアルをどこで供給し、どこで回収するかをサンプルトレイに 指示できます。

7890A GC の場合は、サンプルトレイとバーコードリーダーの設定値にアクセ スするには、[Config] [Sample Tray] を押します。7820 MSD の場合は、GC ソフトウェアキーパッドの [Config] [Sample Tray] を押して、サンプルトレイ コンフィグレーションパラメータを表示します。

CONFIGURE SAMPLE TRAY BCR symbology Enable All Enable checksum Off

6 ALS のコンフィグレーション

サンプルトレイの BCR 記号コンフィグレーションを編集するには、[Config] [Sample Tray] > [BCR Symbology] > [Mode/Status] を押します。



有効な入力値を表示するには、[Info] を押します。

BCR Symbology - 次のいずれかのバーコード設定値を選択します。

Enable All — ラボ環境で使用する際の多用性を最大限に高めることができます。文字と数字の両方、および一部の区切り記号を符号化できます。メッセージ長は、符号化するデータの量と使用可能な領域の両方に合わせて変更できます。

Enable 3 of 9 — 3/9 設定は、文字と数字の両方、および一部の区切り記号を符号化できます。メッセージ長は、符号化するデータの量と使用可能な領域の両方に合わせて変更できます。

Enable Code 128 — コード 128 設定は世界中で広く使用されています。 ASCII 128 記号セットすべてと高密度コードを提供します。文字セット全体(英数字の場合は 14、コード C で始まる数値の場合は 28)には、チェックサムデジットが含まれます。

Enable Interleaved 2 of 5-2/5 コードは数値に限定されますが、可変メッセージ長が可能です。

Enable UPC-A - 統一商品コード (UPC) は、おそらく現在使用されてい るコードの中で最もよく知られたコードです。UPC-A コードは 12 個の数 字(数値システム×1、データ×10、チェックサム×1)で構成され、固定 メッセージ長です。

Enable UPC-E - 統一商品コード (UPC) は、おそらく現在使用されてい るコードの中で最もよく知られたコードです。UPC-E コードは 6 個の数字 (データ×6) で構成され、固定メッセージ長です。

Enable EAN/JAN 13 - EAN/JAN 13 コードは 13 個の数字(国×2、デー タ×10、チェックサム×1)で構成されます。

Enable EAN/JAN 8 - EAN/JAN 8 コードは 8 個の数字(国×2、データ ×5、チェックサム×1)で構成されます。

バーコードリーダーの詳細については、24 ページの「G4515A バーコード リーダー / ミキサー / ヒーター |、89 ページの「G4515A バーコードリー ダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける |、またはバーコードリーダーの操 作マニュアルを参照してください。

Enable checksum - 次のいずれかのチェックサム設定値を選択します。

OFF - BCR チェックサムを無効にします。

ON = 3/9 および 2/5 の BCR チェックサムを有効にします。

Enable Tray Chiller - 加熱冷却プレートが取り付けられている場合は、 On または Off を選択して加熱冷却プレートを有効または無効にします。

Tray Chiller Temp - 加熱冷却プレートが取り付けられている場合は、 現在の加熱冷却プレートの温度が表示されます。加熱冷却プレートのター ゲット温度を設定します。

Tray Chiller Error-band — 加熱冷却プレートが取り付けられている 場合は、加熱冷却プレートが準備状態であると認識されるための許容可能な 誤差幅を設定します。温度の誤差幅がこれを上回る加熱冷却プレートは、 ノットレディとして宣言されます。

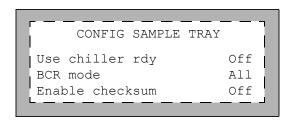
6890 シリーズ GC

サンプルトレイは、定義されたシーケンスパラメータに従って、フロントイン ジェクタとバックインジェクタにサンプルバイアルを供給します。各インジェ クタには、個別のシーケンスパラメータセットがあります。サンプルトレイ は、バイアルをフロントインジェクタに供給した後で、リアインジェクタに供

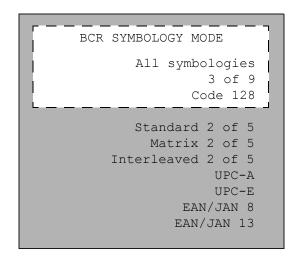
6 ALS のコンフィグレーション

給します。保存したシーケンスとバーコードコンフィグレーションを使用すると、サンプルバイアルをどこで供給し、どこで回収するかをサンプルトレイに指示できます。

サンプルトレイ、バーコードリーダー、および加熱冷却プレートの設定値にアクセスするには、[Config] [Sample Tray] を押します。



サンプルトレイの BCR 記号モードを編集するには、[Config] [Sample Tray] > [BCR mode] > [Mode/Status] を押します。



有効な入力値を表示するには、[Info] を押します。

Use chiller rdy - 加熱冷却プレートが取り付けられている場合は、加熱冷却プレートの温度が準備状態であるかどうかを検出する機能を有効または無効にします。この機能は、6890N GC でのみ利用できます。

6890A および 6890 Plus GC では、サンプル実行前にチラー / ヒーターの温 度を手動でモニタし、準備状態かどうかを決定する必要があります。

Chiller err band — 加熱冷却プレートの準備状態検出機能が有効な場合 は、加熱冷却プレートの温度の許容可能な誤差幅を設定します。誤差幅がこ れを上回ると、プレートはノットレディと宣言されます。

BCR mode - 次のいずれかのバーコード設定値を選択します。

All symbologies - ラボ環境で使用する際の多用性を最大限に高めるこ とができます。文字と数字の両方、および一部の区切り記号を符号化できま す。メッセージ長は、符号化するデータの量と使用可能な領域の両方に合わ せて変更できます。

3 of 9-3/9 設定は、文字と数字の両方、および一部の区切り記号を符号 化できます。メッセージ長は、符号化するデータの量と使用可能な領域の両 方に合わせて変更できます。

Code 128 - コード 128 設定は世界中で広く使用されています。ASCII 128 記号セットすべてと高密度コードを提供します。文字セット全体(英数字の) 場合は 14、コード C で始まる数値の場合は 28) には、チェックサムデ ジットが含まれます。

Interleaved 2 of 5 -2/5 コードは数値に限定されますが、可変メッ セージ長が可能です。

UPC-A - 統一商品コード (UPC) は、おそらく現在使用されているコード の中で最もよく知られたコードです。UPC-A コードは 12 個の数字(数値 システム×1、データ×10、チェックサム×1) で構成され、固定メッセー ジ長です。

UPC-E - 統一商品コード (UPC) は、おそらく現在使用されているコード の中で最もよく知られたコードです。UPC-E コードは 6 個の数字(データ × 6) で構成され、固定メッセージ長です。

EAN/JAN 8 - EAN/JAN 8 コードは 8 個の数字(国 ×2、データ ×5、 チェックサム ×1) で構成されます。

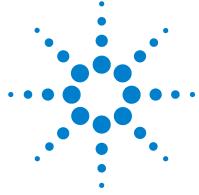
EAN/JAN 13 - EAN/JAN 13 コードは 13 個の数字(国 ×2、データ×10、 チェックサム ×1) で構成されます。

バーコードリーダーの詳細については、24 ページの「G4515A バーコード リーダー / ミキサー / ヒーター」、89 ページの「G4515A バーコードリー ダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける |、またはバーコードリーダーの操 作マニュアルを参照してください。

6 ALS のコンフィグレーション

Enable checksum - チェックサム機能を有効または無効にします (ON、OFF)。





インジェクタに関するパラメータの設定 146 7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD 147 6890 シリーズ GC 150 6850 シリーズ GC 152 5975T LTM-GC/MSD 152 サンプルトレイに関するパラメータの設定 153 7890A GC および 7820 MSD 153 6890 シリーズ GC 154

この章では、さまざまな制御機器を使用してオートサンプラのパラメータを設 定する方法について説明します。

この章の説明は、GC ファームウェアで利用可能な機能について触れたものであり、Agilent データシステムで使用可能な機能に関する説明であるとは限りません。Agilent データシステムのオンラインヘルプを参照してください。

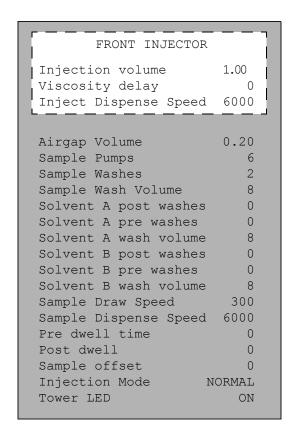
インジェクタに関するパラメータの設定

設定可能なパラメータは、お使いの GC およびインジェクタに固有のコンフィグレーションによって異なります。各パラメータの有効な設定値の範囲を表示するには、[Info] キーを押します。ALS システムの機能については、123 ページの表 7 および 122 ページの表 6 を参照してください。

7890A GC、7820A GC、および 7820 MSD

7890A GC の場合は、GC キーパッドの [Front Injector] または [Back Injector] を押します。7820A GC および 7820 MSD の場合は、ソフトウェアキーパッ ドの[Iniector]を押します。以下に詳しく示す設定値のうち、設定する必要の ある値までスクロールします。

設定値を入力し、[Mode/Type] を使用して選択内容を変更するか、設定値を オンまたはオフにします。



Injection volume - 注入するサンプル容量。注入量をìL 単位で入力しま す。最大値は、コンフィグレーションされているシリンジサイズの 50% です (10ì L シリンジを使用した場合、入力値は 0.1、0.2、0.3ì L のようになり、 5j.L まで指定できます)。入力した容量は、許容可能な次のパラメータに四捨 五入されます。

Viscosity delay - ポンプストロークと注入ストロークのトップでプランジャが一時停止し、シリンジが充填されるまで待機する秒数。粘性サンプルを使用する場合は、シリンジプランジャを停止させることによって、シリンジに生成された真空にサンプルを流入させることができます。

Inject Dispense Speed — 1分あたりの注入量をマイクロリットル単位で表したもの。ここで入力したパラメータ値は、許容可能なパラメータ値の中で最も近い値に四捨五入されます。たとえば、7000ì/min は 7009ì/min に四捨五入されます。

Airgap Volume - サンプルをニードルの先端から分離する空気の量。

Sample pumps — 気泡を追い出し、再現性を高めるため、ニードルをサンプルにつけた状態でシリンジプランジャを上げ下げする回数。

Sample washes = 注入前にシリンジをサンプルで共洗いする回数。インジェクタは、シリンジニードルをサンプルバイアル内に下げ、サンプルを吸引して、廃液ボトルの 1 つに排出します。

Sample Wash Volume — サンプル洗浄に使用する容量をマイクロリットル単位で表したもの。

Solvent A post washes — シリンジを溶媒 A ($A1 \sim A6$) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

Solvent A pre washes — シリンジを溶媒 A ($A1 \sim A6$) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

Solvent A wash volume — サンプル A 洗浄に使用する容量をマイクロリットル単位で表したもの。

Solvent B post washes — シリンジを溶媒 B (B1 ~ B4) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

Solvent B pre washes — シリンジを溶媒 B (B1 \sim B4) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

Solvent B wash volume — サンプル B 洗浄に使用する容量をマイクロリットル単位で表したもの。

Sample Draw Speed — サンプル注入時のシリンジプランジャの速度。

Sample Dispense Speed — 可変プランジャ速度を使用する場合は、サンプル注入の速度。

Solvent Draw Speed — 可変プランジャ速度を使用する場合は、溶媒注入時のシリンジプランジャの速度。

Solvent Dispense Speed - 可変プランジャ速度を使用する場合は、溶媒 注入の速度。

Pre dwell time — 注入前に注入口にニードルが留まる時間を分単位で表し たもの。

Post dwell - 注入後に注入口にニードルが留まる時間を分単位で表したも

Sample offset - 可変サンプリング深さを有効にします。

Injection mode - 注入モードのタイプ。

Injection Reps - 注入モードが複数の繰り返しを含む LVI の場合は、繰り 返し注入の回数。

Injection Delay - 注入モードが複数の繰り返しを含む LVI の場合は、繰 り返し注入間の遅延時間の長さ。

L2 volume — 注入モードが 2 レイヤーまたは 3 レイヤーのサンドイッチ注 入の場合は、レイヤー 2 で使用されるサンプルの量。

L2 Airgap volume — 注入モードが 2 レイヤーまたは 3 レイヤーのサンド イッチ注入の場合は、サンプルレイヤー 1 とサンプルレイヤー 2 の間で使用 される空気の量。

L3 volume - 注入モードが 3 レイヤーのサンドイッチ注入の場合は、レイ ヤー3で使用されるサンプルの量。

L3 Airgap volume — 注入モードが 3 レイヤーのサンドイッチ注入の場合 は、サンプルレイヤー 2 とサンプルレイヤー 3 の間で使用される空気の量。

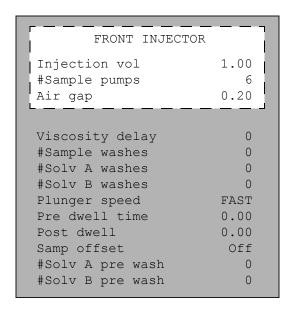
Tower LED - インジェクタタワー内部の LED ライトを制御します。

6890 シリーズ GC

[Front Injector] または [Back Injector] を押します。

以下に詳しく示す設定値のうち、設定する必要のある値までスクロールします。

設定値を入力し、[Mode/Type] キーを使用するか、設定値をオンまたはオフにします。



以下のパラメータを設定できます。インジェクタのコンフィグレーション時に 設定した**注入モード**によっては、設定できないパラメータもあります。

Injection volume/Sample volume — 注入するサンプル容量。注入量を i L 単位で入力します。最大値は、コンフィグレーションされているシリンジ サイズの 50% です(10i L シリンジを使用した場合、入力値は 0.1、0.2、0.3i L のようになり、5i L まで指定できます)。入力した容量は、許容可能な次のパラメータに四捨五入されます。

インジェクタタワーを無効にするには、注入量を Off に設定します。

L2 volume - 注入するサンプルレイヤー 2 のサンプル容量。

L3 volume - 注入するサンプルレイヤー 3 のサンプル容量。

#Injection reps - 大容量注入の場合に指定します。気泡を追い出し、再現性を高めるため、ニードルをサンプルにつけた状態でシリンジプランジャを上げ下げする回数。

Injection delay - 大容量注入の場合に指定します。ポンプストロークと注入ストロークのトップでプランジャが一時停止する秒数。粘性サンプルを使用する場合は、シリンジプランジャを停止させることによって、シリンジに生成された真空にサンプルを流入させることができます。

#Sample pumps — 気泡を追い出し、再現性を高めるため、ニードルをサンプルにつけた状態でシリンジプランジャを上げ下げする回数。

#L2 pumps - 2 サンプルのレイヤー注入の場合に指定します。気泡を追い出し、再現性を高めるため、ニードルをサンプルにつけた状態でシリンジプランジャを上げ下げする回数。

#L3 pumps - 3 サンプルのレイヤー注入の場合に指定します。気泡を追い出し、再現性を高めるため、ニードルをサンプルにつけた状態でシリンジプランジャを上げ下げする回数。

Air gap - サンプルの後に吸引される空気の量。

L2 air gap - サンプルレイヤー 2 の後に吸引される空気の量。

L3 air gap — サンプルレイヤー 3 の後に吸引される空気の量。

Viscosity delay — ポンプストロークと注入ストロークのトップでプランジャが一時停止する秒数。粘性サンプルを使用する場合は、シリンジプランジャを停止させることによって、シリンジに生成された真空にサンプルを流入させることができます。

#Sample washes — 注入前にシリンジをサンプルで共洗いする回数。インジェクタは、シリンジニードルをサンプルバイアル内に下げ、サンプルを吸引して、廃液ボトルの 1 つに排出します。

#Solvent A washes — シリンジを溶媒 A (A、A2、A3) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

#Solvent B washes — シリンジを溶媒 B (B、B2、B3) ボトルからの溶媒ですすぐ回数。

Plunger speed - 注入時のシリンジプランジャの速度。

Pre dwell time — 注入前に注入口にニードルが留まる時間を分単位で表したもの。

Post dwell — 注入後に注入口に二ードルが留まる時間を分単位で表したもの。

Samp offset - 可変サンプリング深さを有効にします。Off にすると、設定値が無効になります。

#Solvent A prewash — シリンジにサンプルを入れる前にシリンジを溶媒ですすぐ回数。

#Solvent B prewash — シリンジにサンプルを入れる前にシリンジを溶媒ですすぐ回数。

6850 シリーズ GC

パラメータの設定はすべて、Agilent データシステムで行います。詳細はお使いのデータシステムのヘルプを参照してください。

5975T LTM-GC/MSD

パラメータの設定はすべて、Agilent データシステムで行います。詳細はお使いのデータシステムのヘルプを参照してください。

サンプルトレイに関するパラメータの設定

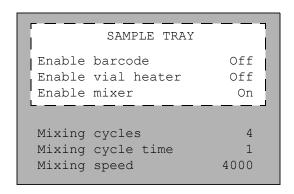
設定可能なパラメータは、お使いの GC およびサンプルトレイに固有のコン フィグレーションによって異なります。各パラメータの有効な設定値の範囲を 表示するには、[Info] キーを押します。ALS システムの機能については、 123 ページの表 7 および 122 ページの表 6 を参照してください。

7890A GC および 7820 MSD

[Sample Tray] を押します。

以下に詳しく示す設定値のうち、設定する必要のある値までスクロールします。

設定値を入力し、[Mode/Type] を使用して選択内容を変更するか、設定値を オンまたはオフにします。



有効な入力値を表示するには、[Info] を押します。

Enable barcode - バーコードリーダーが取り付けられている場合は、On または Off を選択することによって、バーコードリーダーを有効または無効に します。

Enable vial heater - BCR がインストールされている場合は、On または Off を選択することによって、バイアルヒーターを有効または無効にします。

Vial heater temp - バイアルヒーターが有効になっている場合は、バイ アルの加熱温度を設定します。

Vial heater time - バイアルヒーターが有効になっている場合は、バイ アルの加熱時間を設定します。

Enable mixer - BCR が取り付けられている場合は、On または Off を選択することによって、ミキサーを有効または無効にします。

Mixing cycles - ミキサーが有効になっている場合は、ミキシングサイクルの数を設定します。

Mixing cycle time - ミキサーが有効になっている場合は、ミキシング サイクル時間を秒単位で設定します。

Mixing speeds-ミキサーが有効になっている場合は、ミキシング速度をrpm 単位で設定します。

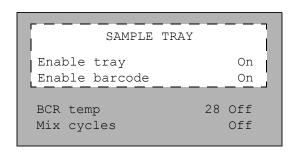
6890 シリーズ GC

サンプルトレイは、定義されたシーケンスパラメータに従って、フロントインジェクタとバックインジェクタにサンプルバイアルを供給します。各インジェクタには、個別のシーケンスパラメータセットがあります。サンプルトレイは、バイアルをフロントインジェクタに供給した後で、リアインジェクタに供給します。保存したシーケンスとバーコードコンフィグレーションを使用すると、サンプルバイアルをどこで供給し、どこで回収するかをサンプルトレイに指示できます。

[Sample Trav] を押します。

します。

以下に詳しく示す設定値のうち、設定する必要のある値までスクロールします。 設定値を入力し、[Mode/Type] キーを使用するか、設定値をオンまたはオフに



Enable Tray - トレイシーケンスの場合は On に、インジェクタタレットのサンプルボトルの場合は Off にします。

Tray temp — 加熱冷却プレートが取り付けられている場合に使用できます。 トレイの実際の温度を表示します。 Tray temp target — 加熱冷却プレートが取り付けられている場合に使用で きます。トレイのターゲット温度を設定します。

Enable barcode - バーコードリーダーが取り付けられている場合に使用で きます。バーコードリーダーをオンまたはオフにします。

BCR temp - 実際の BCR ヒーター温度を表示し、BCR ヒーター温度設定値 を定義します。

Mix cycles - 混合サイクル数を定義します。

バーコードリーダーの詳細については、24 ページの「G4515A バーコード リーダー / ミキサー / ヒーター」、89 ページの「G4515A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーターを取り付ける」、またはバーコードリーダーの操作マニュ アルを参照してください。





a シリンジおよびニードル

シリンジの選択 158 シリンジの点検 161 シリンジを取り付ける 162 シリンジの取り外し 166 シリンジニードルの交換 167

インジェクタは、サンプル処理デバイスとしてシリンジを使用します。この章では、シリンジの特性と使用法について説明します。

8 シリンジおよびニードル

シリンジの選択

1 シリンジのタイプは、使用する注入口と注入するサンプル容量に基づいて選択します。

注意

オンカラム注入口に注入する際にオンカラムシリンジを使用しないと、インジェクタ、シリンジ、カラムが破損する可能性があります。

- 2 シリンジを選択します。部品番号と注文方法については、Agilent の消耗品 カタログを参照してください。
- **3** 適切なシリンジのニードルゲージを選択します(表 9)。

表 9 ニードルゲージの選択肢

注入口タイプ	カラムタイプ	ニードルゲージ
パージパックド、スプリット、またはスプリットレス (MMI と PTV を含む)	任意の 使用可能カラム	23 ゲージ 26 ゲージまたは 23/26s 先細ゲージ
クールオンカラム	250µm 320µm 530µm	26s/32 先細ゲージ 26s/32 先細ゲージ 23/26s 先細ゲージまたは 26s ゲージ

容量(µL) 内容 ユニット 5 取り外し可能なニードル、バレルのみ

オンカラムオートサンプラシリンジ

部品番号 5182-0836 5182-0832 ステンレスニードル、530µm カラム用 3個入り 5182-0831 ステンレスニードル、0.32 mm カラム用 3個入り ステンレスニードル、0.25 mm カラム用 3個入り 5182-0833 10個入り 5181-8866 プランジャボタン

先端が円錐状になったシリンジニードルを使用します。先端のとがったニード ルは使用しないでください。先端のとがったニードルを使用すると、注入口の セプタムが傷つき、漏れの原因となります。また、ニードルがセプタムを出る ときにセプタムをこすりがちになり、クロマトグラムで溶媒ピークが大きく テーリングする原因にもなります(図37および図38)。

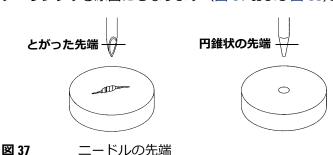
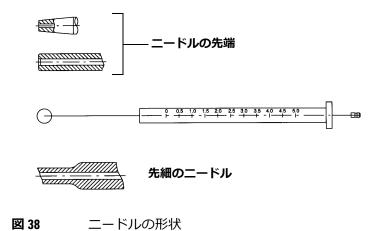


表 10

8 シリンジおよびニードル



シリンジの点検

シリンジを取り付ける前に:

1 清潔な平面の端でシリンジを転がします。ニードルの先端が円を描く場合は、シリンジバレルに接続するニードルの付け根付近でニードルを少し曲げ、シャフトをまっすぐにしてから、再びシリンジを転がしてチェックします(図 39)。

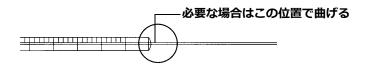


図 39 シリンジの点検

- 2 ニードル表面の粗さをチェックします。ニードル表面にきめ細かい同心円状のうねがあると、そのうねが小さなやすりのように作用して、注入口やバイアルの中にセプタムの削りかすを落とす場合があります。うねは、10X 倍率のルーペで容易に見ることができます。
 - うねがある場合は、細かい目の紙やすりを畳んで親指と人差し指の間につまみ、その間にニードルを通して引っ張って研磨します。シリンジの先端を修正しないよう注意してください。
- 3 プランジャの動きが悪くないかをチェックします。シリンジのプランジャを数回上げ下げします。プランジャは、引っかかりや吸着感なくスムーズに動く必要があります。動きが悪い場合は、プランジャを取り外し、溶媒でクリーニングします。

シリンジを取り付ける

シリンジを取り付けるには(図40):

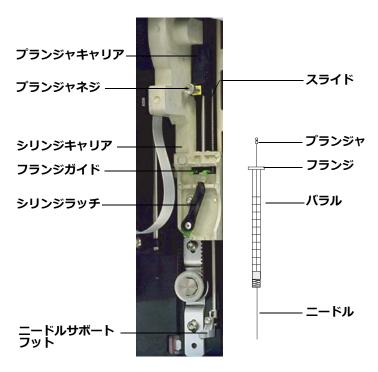


図 40 シリンジの取り付け

- 1 インジェクタケーブルを抜き、必要に応じて、インジェクタをパーキングポストに取り付けるか、またはインジェクタタワーをワークベンチ上に寝かせます。
- 2 インジェクタドアを開きます。
- 3 シリンジキャリッジを一番上の位置までスライドさせます。
- 4 シリンジラッチを時計と反対回りに回転させて、開きます。
- 5 プランジャキャリアを一番上の位置まで持ち上げます。
- **6** シリンジニードルをニードルサポートフットのガイドホールに慎重に通します。

7 シリンジフランジをフランジガイドに整列させ、シリンジを押してはめ込み ます。ニードルの先端がニードルサポートフットのガイドホールに通ったま まにしておきます。必ず、シリンジフランジの平らな端が外側に向くように します (図 41)。

注記

シリンジフランジをシリンジガイドに正しく取り付けないと、シリンジプラン ジャの破損につながります。

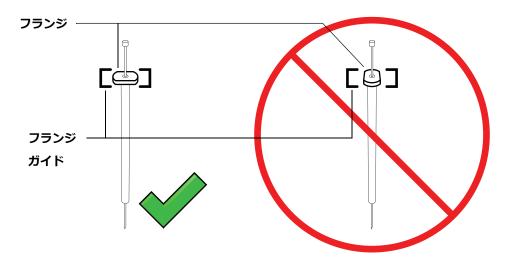


図 41 シリンジフランジの向き

- 8 シリンジラッチを時計回りに回転させ、カチッというまで回して閉じます。
- 9 プランジャネジを時計と反対回りに回して、完全に緩めます。
- 10 プランジャキャリアを下にスライドさせて、キャリア全体がシリンジプラン ジャの上にきたら、プランジャサムネジを指できつく締めます。
- 11 プランジャキャリアを手で上下に動かします。シリンジプランジャがキャリ アと一緒に動かない場合は、シリンジが正しく取り付けられるまで、前の手 順を繰り返します。プランジャサムネジがきつく締まっていることを確認し ます。キャリアがシリンジプランジャにしっかり接続されていないと、何度 か注入を行った後でキャリアが外れてしまう可能性があります。

据え付け、操作、およびメンテナンス パート3:操作

注意

この動きを繰り返すと、シリンジが破損する可能性があります。

12 ニードルがニードルサポートフットのガイドホール内にあることを確認します。ニードルはまっすぐで、ニードルガイドホール内をスムーズにスライドできる必要があります。

ニードルが曲がっているか、ガイドホールの外にある場合は、シリンジを取り外して、再度取り付けます。正しく取り付けられたシリンジについては、図 42 を参照してください。

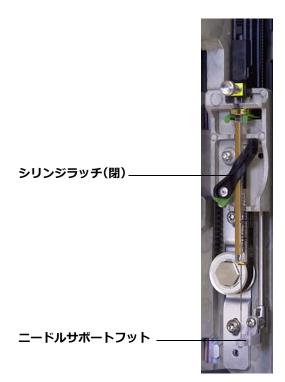


図42 シリンジを取り付けた状態のシリンジキャリッジとニードルサポート

13 インジェクタドアを閉じます。

- 14 据え付け時にインジェクタタワーを取り付けポストから取り外した場合の み、以下を行います。
 - a インジェクタケーブルを必要に応じて差し込みます。
 - **b** インジェクタを取り付けポストに装着します。詳しくは、45 ページの 「G4513A インジェクタを取り付ける」を参照してください。
 - c サンプルトレイがある場合は、ALS システムをキャリブレーションしま す。詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を 参照してください。

シリンジの取り外し

シリンジを取り外すには:

- **1** インジェクタケーブルを抜き、必要に応じて、インジェクタをパーキングポストに取り付けます。
- 2 インジェクタドアを開きます。
- 3 シリンジキャリッジを一番上の位置までスライドさせます。
- **4** プランジャサムネジを完全に緩め、シリンジプランジャからプランジャキャリアを持ち上げて外します。
- 5 シリンジラッチを時計と反対回りに回転させて、開きます。

注意

シリンジニードルを曲げないよう注意してください。シリンジは、妨げがなくなるまでキャリッジから引き出すだけにしてください。ニードルは、ニードルサポートガイドに通されている状態だと曲がりやすくなっています。

6 シリンジの一番上をフランジガイドから慎重に引き出し、ニードルを持ち上 げてニードルサポートフットから抜きます。

シリンジを取り付ける場合の詳細については、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。

シリンジニードルの交換

250 μm および 320 μm 注入用に使用するステンレスニードルは、ガラスシリ ンジバレルに挿入する必要があります。使用するカラムに合った、正しいサイ ズのニードルを選択します。

250 μm 注入用のニードルには銀色のストップがあり、320 μm 注入用のニー ドルに金色のストップがあります。シリンジとニードルについては、Agilent の消耗品カタログまたは Agilent の Web サイト (www.agilent.com/chem) の一覧を参照してください。

オンカラムオートサンプラシリンジ 表 11

容量(μL)	内容	ユニット	部品番号
5	取り外し可能なニードル、バレルのみ		5182-0836
	ステンレスニードル、530 µm カラム用	3個入り	5182-0832
	ステンレスニードル、320 µm カラム用	3個入り	5182-0831
	ステンレスニードル、250 µm カラム用	3個入り	5182-0833
	プランジャボタン	10個入り	5181-8866

8 シリンジおよびニードル

ニードルをシリンジバレルに挿入するには(図 43):

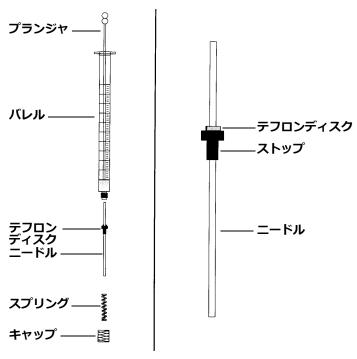


図 43 シリンジの部品

- 1 シリンジバレルのキャップをひねって外し、スプリングを取り外します。
- 2 ニードルにテフロンディスク(図 43) があることを確認します。シリンジ バレルにテフロンディスクがない場合は、シリンジボックス内の説明書に 従って、ニードルを自分でラップします。
- 3 スプリングとキャップをニードルにかぶせて下にスライドさせます。
- 4 ニードルをシリンジバレルに挿入します。
- 5 キャップを回して、シリンジバレルに再度取り付けます。



9 バイアルおよびボトル

サンプルバイアルの準備 170 サンプルバイアルの選択 170 バイアルセプタムの選択 171 サンプルバイアルの充填 173 サンプルバイアルのラベル付け 172 サンプルバイアルのキャップの取り付け 174 溶媒ボトルと廃液ボトルの準備 176 ボトルの選択 176 溶媒ボトルの充填 177 廃液ボトルの準備 177 バイアルとボトルのタレットへの配置 178 サンプルトレイを使用する場合 179 サンプルトレイを使用しない場合 180 2 つのインジェクタの使用(7890A GC および 6890 シリーズ GC の み) 181 サンプルトレイを使用する場合 181 サンプルトレイを使用しない場合 181 分析できるサンプルバイアルの数 182 サンドイッチ注入 188 例:2レイヤー式サンドイッチ注入 190

192

この章では、サンプルバイアル、溶媒ボトル、および廃液ボトルについて、これらのボトルをトレイまたはタレットに配置する方法を含めて説明します。また、溶媒ボトルを補充するか、廃液ボトルを空にすることが必要になる前に、最大で何個のサンプルを分析できるかを概算する方法についても説明します。

例:3レイヤー式サンドイッチ注入



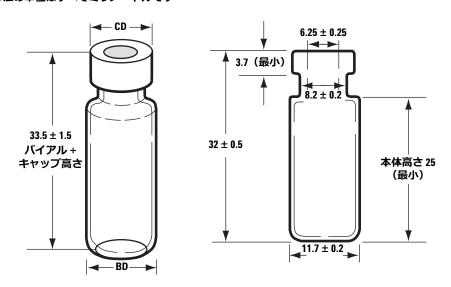
サンプルバイアルの準備

サンプルバイアルの選択

インジェクタとサンプルトレイには、クリンプキャップを付けた透明または茶色のガラス製サンプルバイアル、またはスクリューキャップバイアルを使用します。光で分解しやすいサンプルには、茶色のガラス製バイアルを使用します。使用可能なバイアルのタイプについては、Agilent の消耗品カタログを参照してください。適合性のないサンプルバイアルを使用すると、トレイエラーやタレットエラーが発生する可能性があります。

図 44 に、7693A ALS システムで使用するサンプルバイアルの主な寸法を示します。これらの寸法が仕様のすべてを構成するわけではありません。

本体直径 (BD) = 11.7 ± 0.2 キャップ直径 (CD) = BD × 1.03 (最大) 寸法の単位はすべてミリメートルです



キャップ付きバイアルの最大高さ

クリンプキャップ付きサンプルバイアル

図 44 サンプルバイアルの寸法

バイアルセプタムの選択

クリンプキャップやスクリューオンキャップで使用されるセプタムには、密封 性と溶媒耐性がそれぞれ異なる 2 つのタイプがあります。

- 一方のタイプは、サンプル側にテフロンコーティングを施した天然ゴム製の ものです。このセプタムは、pH が $4.0 \sim 7.5$ の範囲にあるサンプルに適し ています。穴を開けられた後は、シリコンゴムセプタムに比べて溶媒に対す る耐性が低く、芯抜けしやすくなります。芯抜けすると、セプタムのかすが バイアルに残り、クロマトグラムに影響を及ぼす可能性があります。
- もう一方のタイプは、片側または両側にテフロンコーティングを施した、高 品質の低抽出性シリコンゴムセプタムです。このセプタムは、ニードルで穴 を開けられた後も溶媒に対する耐性が高く、芯抜きされにくくなっています。

詳細については、Agilent の消耗品カタログを参照してください。

図 45 に、バイアルキャップ開口の直径を示します。

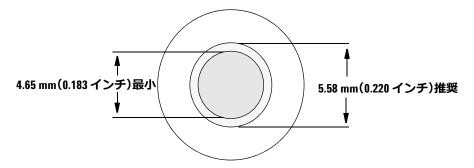
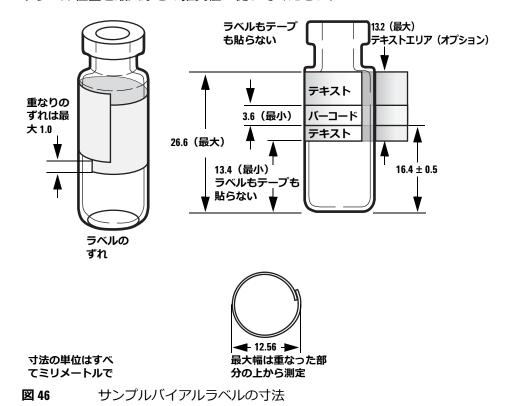


図 45 バイアルキャップ開口の仕様

サンプルバイアルのラベル付け

バイアルにラベルを付ける場合は、書き込みに便利な記入スポット付きのバイアルも利用できます。独自のラベルを作成して貼り付ける場合は、図 46 に示すラベル位置と最大厚さの推奨値に従ってください。



注意

トレイのグリッパが適切に動作するためには、正しい寸法のサンプルバイアルを使用することが重要です。これらの仕様に適合しないバイアルやラベルを使用すると、サンプラエラーが発生する可能性があります。これらの仕様に適合しないバイアルやマイクロバイアルを使用したことが故障の原因であるとわかった場合のサービス依頼や修理は、保証またはサービス契約ではカバーされません。

サンプルバイアルの充填

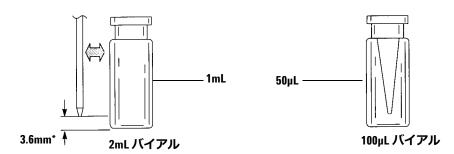
図 47 に、サンプルバイアルの推奨充填量を示します。

- 2 mL バイアルでは 1 mL のサンプル
- 100ì L バイアルでは 50ì L のサンプル

サンプルを吸引するときに真空ができるのを防ぐには、バイアルに空気層が必要です。真空ができると、再現性が低くなる可能性があります。

注意

この真空を防ぐためにバイアルに空気を注入したりしないでください。空気を注入すると、キャップシールが傷つき、シリンジニードル損傷の原因となる可能性があります。



*ニードルのポジションは、デフォルトのサンプリング深さに基づきます。

図 47 サンプルバイアルの推奨充填量

メソッドを開発するときは、以下の点に留意してください。

- 繰り返し注入で大量のサンプルをテストする必要がある場合は、信頼性の高い結果を得るため、サンプルをいくつかのバイアルに分割します。
- 前のサンプル注入または溶媒洗浄からの汚染物質がサンプルに及ぼす影響は、 バイアル内のサンプル量が少ないときほど大きくなる可能性があります。

サプライヤを変更する場合は、メソッドを開発し直す必要が生じることがあります。バイアルハードウェアの製造法が変わると、結果に変化が見られる場合があります。

サンプルバイアルのキャップの取り付け

注音

サンプルバイアルにスクリューキャップを付けて使用する場合は、使用前にスクリューキャップを完全に締めます。

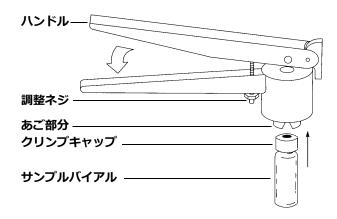


図 48 キャップのクリンプ

気密クリンプキャップを取り付けるには:

- 1 クリンパのあごの部分の内部表面をクリーニングします。
- 2 バイアルの上にクリンプキャップを置きます。
- **3** バイアルをクリンパまで持ち上げます。調整ネジに達するまで、ハンドルを握って押します。

図 49 に、適切なバイアルキャップと不適切なバイアルキャップを示します。

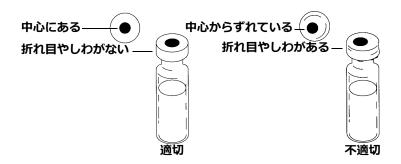


図49 適切なバイアルキャップと不適切なバイアルキャップ

各バイアルのクリンプ (キャップの端を曲げること) が正しく行われているか をチェックします。

- 1 バイアルのネックの下を包むキャップ部分に折れ目やしわがないことを確認します。折れ目やしわを取り除くには、バイアルを約 10 ℃回転させ、再度クリンプします。調整ネジを時計回りに回して、クリンプが緩くなるようにクリンパを調整します。
- 2 キャップを指できつく締めます。キャップが緩んでいる場合は、調整ネジを 反時計回りに回して、クリンプがきつくなるようにクリンパを調整します。 キャップを再度クリンプします。キャップをきつく締めすぎると、セプタム が変形し、バイアルで漏れが生じる恐れがあります。
- **3** 各キャップをチェックし、セプタムがバイアル上の中心に平らになっていることを確認します。
 - セプタムが平らでない場合は、キャップを外し、クリンパの調整ネジを 時計回りに回してから、もう一度試します。
 - キャップの中心がずれている場合は、キャップを外し、新しいキャップ がバイアルの上に平らに置かれていることを確認してから、クリンパを 握って押します。

溶媒ボトルと廃液ボトルの準備

溶媒ボトルには、注入の前後にシリンジをすすぐための溶媒を入れます。インジェクタは、溶媒洗浄とサンプル洗浄の廃液を廃液ボトルに分配します。分析できるサンプルの数は、洗浄ボトルと廃液ボトルの容量によって制限されることがあります。

ボトルの選択

溶媒ボトルと廃液ボトルは、拡散キャップ(穴が1つ開いたプラスチック製キャップ。蒸発を遅らせると同時に、ニードルを自由に入れることが可能)またはセプタムのいずれかで閉じることができます。Agilent Technologies では、次の2つの理由から、セプタムより拡散キャップ(図50)を推奨しています。

- 拡散キャップを使用すると、セプタム材料の破片でボトル内の液体が汚染されることなく、ボトルにニードルを複数回入れることができます。
- 一般的な溶媒の場合、標準シリンジニードルで複数回穴を開けたセプタムを 持つボトルよりも、拡散キャップを付けたボトルの方が、ボトルからの拡散 レートが小さくなります。



図50 溶媒または廃液に使用される4mLボトル

溶媒ボトルの充填

各溶媒ボトルをすすぎ、4 mL の新鮮な溶媒を充填します。液面レベルはボト ルの肩付近になります。実験室での適切な実施方法に従い、シリンジの洗浄に は、4 mL の溶媒のうちの 2.0 mL までしか使用しません。ニードル先端は、 バイアルの底部から 18.5 mm のレベルで溶媒を吸引します(図 51)。

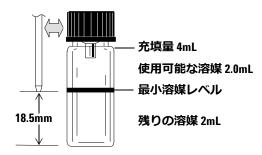


図 51 溶媒を吸引するときのニードル先端の位置

廃液ボトルの準備

複数のバイアルをまとめて分析したら、各廃液ボトルを空にしてすすぎます。 シリンジは、約4mLの廃液を廃液ボトルに排出できます(図52)。

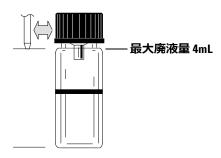
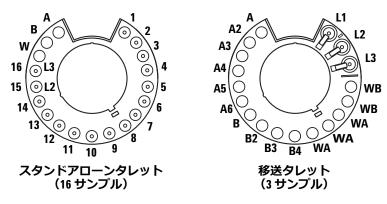


図 52 廃液を排出するときのニードル先端の位置

バイアルとボトルのタレットへの配置

G4513A インジェクタには、16 サンプル用のスタンドアローンタレットと 3 サンプル用の移送タレットという、2 つのタレットが付属しています(2 53)。



上から見た図

図53 インジェクタのタレット

ラベルの付いたポジションを表 12 と表 13 に定義します。

表 12 スタンドアローンタレットのラベル

ポジション	ラベル	ボトル / バイアル	
1 ~ 14	1 ~ 14	サンプルバイアル	
15	15 L2	サンプルバイアル レイヤー 2 ボトル	
16	16 L3	サンプルバイアル レイヤー 3 ボトル	
17	W	廃液ボトル	
18	В	溶媒Bボトル	
19	А	溶媒Aボトル	

ポジション ラベル ボトル / バイアル 1 L1 専用バイアル移送ポジションA レイヤー1ボトル 2 L2 コンフィグレーション可能バイアル移送ポジション B レイヤー2ボトル 3 L3 コンフィグレーション可能バイアル移送ポジションC レイヤー3ボトル 4および5 WB 廃液 B1 ~ B2 ボトル WA $6 \sim 8$ 廃液 A1 ~ A3 ボトル $9 \sim 12$ $B \sim B4$ 溶媒 B1 ~ B4 ボトル $13 \sim 18$ $A\sim A6$ 溶媒 A1 ~ A6 ボトル

表 13 移送タレットのラベル

サンプルトレイを使用する場合

移送タレットを使用する必要があります。プログラムされたシーケンスに従って、3 つのバイアルラックに最大 150 個のサンプルを配置します。図 54 に、トレイポジション 6 ~ 21 を使用するシーケンスの場合のトレイの装填を示します。

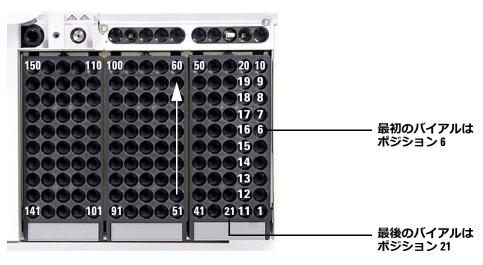


図 54 トレイの装填ポジション

9 バイアルおよびボトル

サンプルトレイを使用しない場合

スタンドアローンタレットには、最大 16 個のバイアルに加え、溶媒 A ボトル、溶媒 B ボトル、および廃液ボトルをそれぞれ 1 つずつ配置できます。移送タレットを使用する場合は、サンプルバイアルを 3 個装填でき、収容可能な溶媒ボトルと廃液ボトルの数が 15 個に増えます(図 53)。

2つのインジェクタの使用(7890A GC および 6890 シリーズ GC のみ)

GC に 2 つのインジェクタを取り付けている場合は、フロントインジェクタと バックインジェクタのどちらか一方を使用することも、両方のインジェクタを 同時に使用することもできます。

- 2 インジェクタコンフィグレーションの特徴は次のとおりです。
- システムは、両方のインジェクタがレディのときにインジェクタレディシグナル 1 つを GC に送信し、注入ストロークの開始時にスタートシグナル 1 つを送信します。
- 2 つのインジェクタは注入を同時に行います。

サンプルトレイを使用する場合

シーケンス内の各インジェクタのランパラメータを設定します。ランパラメータを設定するときは、どのデータチャンネルが 7890A GC または 6890 シリーズ GC のどのインジェクタに対応しているかを指定する必要があります。

- サンプラの制御に 7890A GC または 6890 シリーズ GC を使用する場合 は、シーケンスの設定時にチャンネルを割り当てます。
- サンプラの制御に Agilent ChemStation を使用する場合は、機器の定義時にチャンネルを割り当てます。

両方のインジェクタにサンプルがある場合は、両方のインジェクタがサンプル洗浄を含む注入サイクルを同時に開始し、指定されたサンプリングステップを完了すると、サンプルを注入します。注入が終わると、両方のインジェクタが溶媒洗浄サイクルを実行します。両方のインジェクタで溶媒洗浄サイクルが完了すると、トレイがサンプルバイアルをフロントインジェクタから持ち上げ、トレイ上の元のポジションに戻します。その後で、バックインジェクタからバイアルを持ち上げて、元のポジションに戻します。

サンプルトレイを使用しない場合

インジェクタの動作は、サンプルトレイを使用する場合と同じです。インジェクタはまず、ポジション 1 からのサンプルを注入し、次に残りのサンプルバイアルポジションからのサンプルを注入します。2 つのインジェクタのサンプル数が異なる場合、最初にシーケンスを完了したインジェクタは、もう一方が終了するまでアイドルになります。

据え付け、操作、およびメンテナンス パート 3: 操作

9 バイアルおよびボトル

分析できるサンプルバイアルの数

一度に分析できるサンプルバイアルの数は、以下のパラメータが用途に合わせてどのように設定されているかによって決まります。

- サンプルバイアル当たりのサンプル注入回数
- 使用されるシリンジサイズ:1ìL~500ìL
- シリンジの洗浄量 (表 14)
- 各溶媒ボトルから必要となる溶媒洗浄の回数(注入前と注入後の両方)
- サンプル注入を 1 回行うたびにサンプル洗浄と溶媒洗浄の廃液がインジェクタによって各廃液ボトルに排出される回数
- 廃液ボトルの数

表 14 シリンジ洗浄量

シリンジサイ ズ(μL)	容量の	シリンジ容 量の 40% (µL)	シリンジ容 量の 30% (µL)	シリンジ容 量の 20% (µL)	シリンジ容 量の 10% (µL)
1	0.8	0.4	0.3	0.2	0.1
2	1.6	0.8	0.6	0.4	0.2
5	4	2	1.5	1	0.5
10	8	4	3	2	1
25	20	10	7.5	5	2.5
50	40	20	15	10	5
100	80	40	30	20	10
250	200	100	75	50	25
500	400	200	150	100	50

溶媒ボトルの式(インジェクタ)

注意

これらの式によって得られるサンプルバイアルの数はあくまでも概算値です。蒸発レートや表面張力などの溶媒特性がボトルの容量に影響する場合があります。

この式では、溶媒ボトル 1 個を使用して分析できるサンプルバイアルの最大数が概算されます。

溶媒ボトル当たりのサンプルバイアルの最大数

$$= \frac{2000}{V_{\text{W}} \times N_{\text{SI}} \times N_{\text{SW}}}$$

各変数の値は以下のとおりです。

 V_W = 表 14 から得られる μ L 単位の洗浄量。

Nor = サンプルバイアル当たりのサンプル注入回数。

N_{SW} = サンプル注入 1 回当たりの溶媒洗浄(注入前と注入後)の回数。

廃液ボトルの式

この式では、各廃液バイアルタイプ(A または B)ごとに分析できるサンプルバイアルの最大数が概算されます。

使用する廃液ボトル(WA または WB) 当たりのサンプルバイアルの最大数

$$= \quad \frac{V_{Waste}}{W_{Wash} \times N_{SI} \times N_{SS}} \quad x \ W$$

各変数の値は以下のとおりです。

 V_{Waste} = 使用する廃液ボトルの μL 単位の容量。4000 を使用します。

9 バイアルおよびボトル

V_{Wash} = 表 14 から得られる ì L 単位の洗浄量。

N_{SI} = サンプルバイアル当たりのサンプル注入回数。

 N_{SS} = サンプル注入 1 回当たりの注入前/注入後溶媒 A 洗浄または溶媒 B 洗浄、およびサンプル洗浄の回数を合計したもの。溶媒 A と溶媒 B の両方を使用する場合、サンプル洗浄は 1 サンプル用タレットの 4 本の廃液ボトル間で均等に分割されます。

W = 使用する廃液バイアル。

スタンドアローン:W = 1

移送:W=3 (廃液 A)、W=2 (廃液 B)

例

トレイは、3 サンプル用移送タレットとともにインジェクタに取り付けられています。用途に関するパラメータは以下のとおりです。

- バイアル当たり 2 回の注入
- 溶媒ボトル A から 3 回の洗浄
- 溶媒ボトル B から 2 回の洗浄
- 2 回のサンプル洗浄
- 10ì L シリンジ
- 80% の洗浄量 (デフォルト)
- 1 用途に関するパラメータを溶媒ボトルの式に代入します。

溶媒 A の場合

Vw = 8 (表 14 から取得)

 $N_{SI} = 2$

 $N_{SW} = 3$

溶媒ボトル当たりのサンプルバイアルの最大数

$$= \frac{2000}{8 \times 2 \times 3} = 41$$

溶媒 B の場合

Vw = 8 (表 14 から取得)

 $N_{SI} = 2$

 $N_{SW} = 2$

溶媒ボトル当たりのサンプルバイアルの最大数

$$= \frac{2000}{8 \times 2 \times 2} = 62$$

2 用途に関するパラメータを廃液ボトルの式に代入します。

廃液 A の場合

 V_{Waste} = 3 サンプル用移送タレットの場合は 12000 を使用

V_{Wash} = 8 (表 14 から取得) N_{SI} = 2

N_{SS} = 3 (溶媒 A 洗浄回数) + 1 (サンプル洗浄回数) = 4

使用する廃液ボトル(WA)当たりのサンプルバイアルの最大数

$$= \frac{12000}{8 \times 2 \times 4} = 187.5$$

廃液 B の場合

 V_{Waste} = 3 サンプル用移送タレットの場合は 8000 を使用

V_{Wash} = 8 (表 14 から取得)

 $N_{SI} = 2$

N_{SS} =2 (溶媒 B 洗浄回数) + 1 (サンプル洗浄回数) = 3

使用する廃液ボトル(WB)当たりのサンプルバイアルの最大数

9 バイアルおよびボトル

$$=\frac{8000}{8 \times 2 \times 3} = 166$$

- 3 以下の点に留意して結果を分析します。
 - 3 サンプル用移送タレットには、3 本の廃液 A ボトルと 2 本の廃液 B ボトルがあります。溶媒 A を使用する場合は、すべての廃液 A ボトルを使用する必要があります。溶媒 B を使用する場合は、すべての廃液 B ボトルを使用する必要があります。
 - サンプル洗浄の廃液は、使用するすべての廃液ボトルに均等に分配されます。
 - インジェクタは、A または B を 1 本ずつまたは 2 本ずつ使用するか、 A を全 G 本と G を全 G 本と G を全 G 本に用するようにコンフィグレーションできます。

各タイプの溶媒ボトルを 1 本ずつ使用する場合は、5 本の廃液ボトルをすべて使用する必要があります。この場合は、41 個のバイアルを分析できます。溶媒 A ボトル 2 本と溶媒 B ボトル 2 本を使用すると、84 個のバイアルを分析できます。溶媒 A ボトル 3 本と溶媒 B ボトル 3 本を使用する場合、分析できるバイアルの数は 150 個です。これは、トレイに収容できるバイアルの上限数です。

注意

Agilent では、現在のコンフィグレーションでどのボトルを実際に使用しているかにかかわらず、「すべての」タレットの「すべての」廃棄ポジションに、「常に」ボトルを配置しておくことを強く推奨しています。こうすることにより、溶媒がタレット本体に誤って排出し、タレットを損傷するのを防ぐことができます。

据え付け、操作、およびメンテナンス パート 3:操作

溶媒とサンプルの使用量の減少

溶媒洗浄とサンプル洗浄では、デフォルトでシリンジ容量の 80% が使用されます。この容量を減少させることで、溶媒とサンプルを節約できます。これを行うには、各インジェクタの溶媒節約設定をコンフィグレーションします。

注意

バレルの壁を滑らかにするには、先端がテフロンのシリンジを使用する必要があります。標準のシリンジでは、滑らかさが足りないのですぐに機能しなくなります。

溶媒洗浄は、通常の 80% より少ない量を使用するように設定できます。これにより、溶媒洗浄プロセスが以下のように変更されます。

- **1** シリンジが指定されたパーセントまで溶媒を吸引します。最小値はシリンジ サイズの 10% です。
- 2 シリンジとニードルが上がり、溶媒ボトルから出ます。
- **3** プランジャが 80% マークまで上がり、溶媒、次に空気でシリンジバレルを すすぎます。
- 4 溶媒と空気が廃液ボトルに排出されます。

溶媒洗浄を減らした状態でもサンプルキャリーオーバー (「サンプルキャリーオーバー」を参照) が問題にならないことを確認します。

据え付け、操作、およびメンテナンス パート 3: 操作

サンドイッチ注入

ALS システムには、複数のバイアルから液体を吸引して、マルチレイヤー注入(いわゆるサンドイッチ注入)を作成する機能が用意されています。サンプル、内部標準、または溶媒の各レイヤーは空気レイヤー(シリンジサイズの 0 $\sim 10\%$)で分離できます。図 55 と図 56 に、2 レイヤー式および 3 レイヤー式

サンドイッチ注入の例を示します。

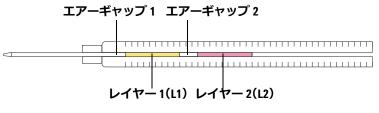


図 55 2 レイヤー式サンドイッチ注入

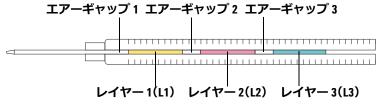


図 56 3 レイヤー式サンドイッチ注入

サンドイッチ注入でバイアルを装填するとき、スタンドアローンタレットを使用する場合には $1 \sim 14$ の任意のタレットポジションに、サンプルトレイ付き移送タレットを使用する場合には $1 \sim 150$ の任意のトレイポジションに、レイヤー 1 (L1) を装填します。レイヤー 2 (L2) およびレイヤー 3 (L3) のバイアルは、タレットポジション L2 および L3 (図 57) にそれぞれ装填します。

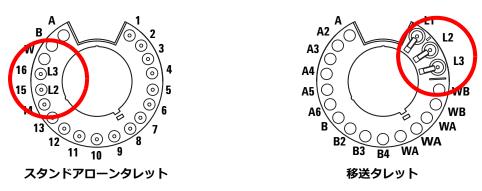


図57 サンドイッチ注入におけるバイアルタレット位置

以下の例では、フロントインジェクタとサンプルトレイ付き 7890A GC を使用するものとします。詳細については、「インジェクタに関するパラメータの設定」を参照してください。

例:2レイヤー式サンドイッチ注入

2.0ì L のサンプルと 15ì L の溶媒を 0.10ì L のエアーギャップで分離する 2 レイヤー式サンドイッチ注入を作成してみましょう (図 58)。

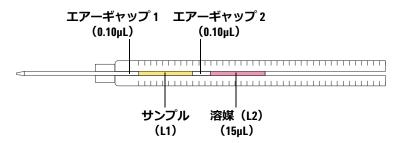


図 58 例:2 レイヤー式サンドイッチ注入(サンプル 2.0µL、溶媒 15µL)

- 1 サンプルバイアル(L1)をトレイポジション 1 に配置します。
- 2 溶媒バイアル(L2)をタレットポジション L2 に配置します。
- **3** GC キーパッドの [Front Injector] を押します。
- **4 [Injection Mode]** までスクロールし、**[2-LAYER]** を選択します。
- 5 フロントインジェクタに以下のパラメータを設定します。
 - Injection volume **2.0\mu L**
 - Airgap Volume 0.10μL
 - L2 volume **15µL**
 - L2 Airgap Volume 0.10μL
 - 2 レイヤーおよび 3 レイヤーの注入モードでは、[Injection volume] と [Airgap volume] はレイヤー 1 (L1) パラメータを示すことに注意してください。
- 6 以下の手順でメソッドパラメータを保存します。
 - a GC キーパッドの [Method] を押します。
 - **b** 利用可能なメソッド番号にスクロールします。
 - c [Store] を押してメソッド番号を選択します。
 - d 確認の [Yes] を押します。

- 7 サンドイッチ注入シーケンスを以下の手順で設定します。
 - a GC キーパッドの [Seq] を押します。
 - b [Subseq 1] の [Method #] までスクロールして、[On/Yes] を押します。
 - c GC 数値キーパッドを使用してステップ 6 からのメソッド番号を入力し、 [Enter] を押して入力を確認します。
 - **d [Samples]** までスクロールして **[1] [.] [1]** を押します。サンプルトレ イ上のバイアル範囲を設定し、[Enter]を押して入力を確認します。
- 8 以下の手順でサンドイッチ注入シーケンスを実行します。
 - a GC キーパッドの [Seq control] を押します。
 - **b** [Start sequence] までスクロールして、[Enter] を押します。サンドイッ チ注入シーケンスが開始します。

例:3レイヤー式サンドイッチ注入

10ì L の溶媒 A、2.0ì L のサンプル、15ì L の溶媒 B を 0.10ì L のエアーギャップで分離する 3 レイヤー式サンドイッチ注入を作成してみましょう (図 59)。

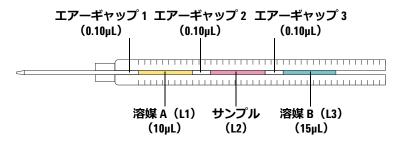


図 59 例:3 レイヤー式サンドイッチ注入(溶媒 A 10μL、サンプル 2.0μL、 溶媒 B 15μL)

- 1 溶媒 A バイアル(L1)をトレイポジション 1 に配置します。
- 2 サンプルバイアル (L2) をタレットポジション L2 に配置します。
- **3** 溶媒 B バイアル (L3) をタレットポジション **L3** に配置します。タレットポジションについては、189 ページの図 57 を参照してください。
- **4** GC キーパッドの [Front Injector] を押します。
- 5 [Injection Mode] までスクロールし、[3-LAYER] を選択します。
- 6 フロントインジェクタに以下のパラメータを設定します。
 - Injection volume $10\mu L$
 - Airgap Volume 0.10μL
 - L2 volume $-2\mu L$
 - L2 Airgap Volume **0.10μL**
 - L3 volume **15μL**
 - L3 Airgap Volume **0.10μL**
 - 2 レイヤーおよび 3 レイヤーの注入モードでは、[Injection volume] と [Airgap volume] はレイヤー 1 (L1) パラメータを示すことに注意してください。

- 7 以下の手順でメソッドパラメータを保存します。
 - a GC キーパッドの [Method] を押します。
 - **b** 利用可能なメソッド番号にスクロールします。
 - c [Store]を押してメソッド番号を選択します。
 - **d** 確認の [Yes] を押します。
- 8 サンドイッチ注入シーケンスを以下の手順で設定します。
 - a GC キーパッドの [Seq] を押します。
 - **b** [Subseq 1] の [Method #] までスクロールして、[On/Yes] を押します。
 - c GC 数値キーパッドを使用してステップ 7 からのメソッド番号を入力し、 [Enter]を押して入力を確認します。
 - **d [Samples]** までスクロールして **[1] [.] [1]** を押します。サンプルトレ イ上のバイアル範囲を設定し、[Enter]を押して入力を確認します。
- 9 以下の手順でサンドイッチ注入シーケンスを実行します。
 - a GC キーパッドの [Seq Control] を押します。
 - **b** [Start sequence] までスクロールして、[Enter] を押します。サンドイッ チ注入シーケンスが開始します。

9 バイアルおよびボトル



この章では、1 つまたは複数のサンプルを分析するプロセスについて説明します。

サンプルの分析

警告

サンプルを分析するときは、シリンジニードルに手を近づけないでください。 ニードルは鋭利であり、有害な化学物質が付着している可能性があります。

オートサンプラを操作するには:

- **1** 清潔なシリンジを取り付けます。162 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- **2** 溶媒ボトルを充填します。176 ページの「溶媒ボトルと廃液ボトルの準備」 を参照してください。
- **3** 溶媒ボトルと廃液ボトルをタレットに配置します。178 ページの「バイアルとボトルのタレットへの配置」を参照してください。
- **4** サンプルバイアルをタレットまたはトレイに装填します。170 ページの「サンプルバイアルの準備」を参照してください。
- **5** GC シーケンスの準備をします。GC または ChemStation のマニュアルを参照してください。
- **6** GC のスタートボタンを押して、シーケンスを実行します。GC がレディになると、ALS で注入が開始されます。

注入量

注入量は、サンプルサイズとシリンジサイズによって決まります。

- 標準シリンジキャリッジのシリンジサイズは、 1μ L、 2μ L、 5μ L、 10μ L、 25μ L、 50μ L、または 100μ L のいずれかです。
- 拡張サンプル処理用シリンジキャリッジのシリンジサイズは 250i L または 500i L です。
- サンプルサイズはシリンジサイズの1~50%(1%単位)です。

ALS コントローラの使用

ALS コントローラが 6890A GC 上にある場合:

- [G4517A ALS コントローラの [Start] は無効になっています。
- 6890A GC の [Start] を押すと、シーケンスが開始されます。
- G4517A ALS コントローラの [Stop] を押すと、ALS コントローラのシーケンスが停止し、GC が分析を開始するためにコントローラからのシグナルを待っている場合は、GC にエラーメッセージが表示されます。シーケンスを再開するには、198 ページの「中断したシーケンスの再開」を参照してください。

分析またはシーケンスの中断

分析は以下のイベントによって中断されます。

- 電源障害 GC または制御機器への電力供給がなくなった場合。
- Stop コマンド GC の [**Stop**] が押されるか、Agilent ChemStation から [Stop Run/Abort] オプションが選択された場合。
- 安全の侵害またはオペレータのミス サンプラによって以下の障害が認識 されます。
 - インジェクタのドアが開いている。
 - タレットにエラーがある。
 - プランジャにエラーがある。
 - トレイアーム軸にエラーがある。
 - 注入中に GC でインジェクタが移動した。
 - トレイがバイアルを供給できなかった。

中断に対するサンプラの応答

サンプラによって認識される問題が原因で中断が起きた場合は、GC または Agilent ChemStation にメッセージが表示されます。6890A GC および 6890 Plus GC では、サンプラのメッセージは表示されません。詳細については、245 ページの「エラーメッセージ」を参照してください。

- 電源障害 分析が中断されます。シーケンスを再開する必要があります (以下を参照してください)。
- Stop コマンド 分析が中断されます。シーケンスを再開する必要があります(以下を参照してください)。
- 安全の侵害またはオペレータのミス 分析が中断されます。シーケンスを 再開する必要があります(以下を参照してください)。

中断したシーケンスの再開

中断したシーケンスを中断箇所から再開するには:

- 1 中断の原因となった問題を解決します。
- **2** グリッパアームまたは予期せぬ場所にある未知のバイアルが未知バイアルステーションに自動的に移動します。
- 3 シーケンス内の次のバイアルから分析が自動的に開始されます。

これにより、シーケンス全体を遅延させることなく、中断後に通常の操作を継続できるようになります。

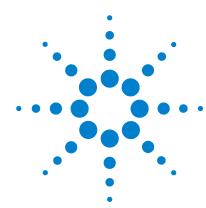
優先サンプルの分析

優先サンプルは 7890 および 6890 シリーズ GC のみの機能です。

GC シーケンスで「Use priority」パラメータをオンにした場合、サンプルト レイは新しいバイアルをインジェクタタレットに装填する前に、ポジション 150 にバイアルがあるかどうかをチェックします。バイアルがポジション 150 にあることを検出すると、そのサンプルバイアルをタレットに充填し、優先サ ンプルに割り当てられたメソッドに従って分析します。

優先サンプルの分析が完了すると、優先サンプルバイアルがトレイポジション 149 に戻されます。これにより、優先サンプル機能を使用するときに、ポジ ション 150 が常に空になっているようになります。トレイグリッパがバイア ルポジション 150 を再びチェックし、そこにバイアルがない場合は、中断し た場所から元のシーケンスを続行します。優先シーケンスをプログラムする方 法の詳細については、6890 GC のマニュアルを参照してください。

10 サンプルの分析



パート4:

メンテナンスとトラブルシュー ティング

```
メンテナンス 203
 定期メンテナンス 204
 トレイのホームポジションと待機ポジション 206
 シリンジを取り付ける 207
 シリンジの取り外し 211
 タレットの交換 212
 クールオンカラム注入への適合 216
 ニードルサポートフットの交換 217
 100µL を超えるシリンジへの適合 219
 シリンジキャリッジアセンブリの交換
                      220
 シリンジニードルの交換 227
 インジェクタの位置合わせ 229
 サンプルトレイの位置合わせ 231
 ALS システムのキャリブレーション
                     233
 G4517A ALS コントローラでの電源ヒューズの交換
                             236
障害とエラー 239
 障害 240
 エラーメッセージ 245
トラブルシューティング 251
 現象:変動 252
 現象:汚染またはゴーストピーク 254
 現象:予測より小さい/大きいピーク 256
 現象: サンプルキャリーオーバー
                    258
```



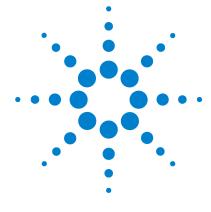
259

現象:シグナルなし/ピークなし

シリンジに関する問題の修正 260

サンプルバイアル供給に関する問題の修正 261	
交換部品 263	
G4513A インジェクタ 264	
G4514A サンプルトレイ 266	
G4517A ALS コントローラ(6890A GC のみ) 268	
G4516A ALS インターフェイスボード(6890 Plus GC のみ)	270

Agilent 7693A オートサンプラ 据え付け、操作、およびメンテナンス



11 メンテナンス

定期メンテナンス 204 トレイのホームポジションと待機ポジション 206 シリンジを取り付ける 207 シリンジの取り外し 211 タレットの交換 212 クールオンカラム注入への適合 216 ニードルサポートフットの交換 217 100µL を超えるシリンジへの適合 219 シリンジキャリッジアセンブリの交換 220 シリンジニードルの交換 227 インジェクタの位置合わせ 229 サンプルトレイの位置合わせ 231 ALS システムのキャリブレーション 233 G4517A ALS コントローラでの電源ヒューズの交換 236

この章では、サンプラを円滑に操作し続けるうえで役立つ情報を示します。

定期メンテナンス

ここでは、オートサンプラシステムの高い性能を維持するためのアドバイスをいくつか示します。メンテナンスの間隔は、機器の使用法によって異なります。

注意

オートサンプラでは潤滑油を使用しないでください。GCの化学的性能に影響し、機器を破損する可能性があります。

注意

機器をクリーニングするときは、以下に説明するように、軽く湿らせた リントフリー布で拭きます(布は濡らしすぎないでください)。化学洗浄剤 は使用しないでください。

随時、以下の作業を行います。

- ✓ ALS システムをキャリブレーションします。詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。
- ✓ 構台、トレイベース、バイアルラック、タレット、その他の表面を拭きます。
- ✔ スピルトレイから溢れた液体の余剰残留物がタレットの下にある場合は、それを拭き取ります。詳しくは、214ページの「タレットの取り外し」を参照してください。
- ✓ インジェクタのニードルサポートフットとその近くの表面を拭きます。これらのエリアにほこりや汚れがたまると、それがシリンジニードルに付着して、注入口まで運ばれる可能性があります。
- ✓ ニードルサポートフットに磨耗の兆候がないかどうか調べ、必要な場合は交換します。詳しくは、217 ページの「ニードルサポートフットの交換」を参照してください。
- ✓ インジェクタの表面とドアを拭きます。
- ✓ インジェクタまたはトレイのベント上あるいはベント付近にあるほこりを電気掃除機で吸い取ります。
- ✓ インジェクタ取り付けポストがきつく締まっていることを確認します。
- ✓ トレイ取り付けネジがきつく締まっていることを確認します。
- ✓ 取り付けブラケットネジがきつく締まっていることを確認します。

- ✓ すべてのケーブルがしっかりと接続されていることを確認します。
- ▼ 液体加熱冷却プレートを使用する場合、廃液チューブは、背圧を生じさせずに濃縮液を容易に廃液できるものでなければなりません。次の条件が満たされていることを確認します。
 - チューブが廃液コンテナに向かって下方に傾斜している。
 - チューブがまっすぐになっており、フローの妨げとなるよじれなどがない。
 - チューブの開口端が廃液コンテナで浸水していない。
 - チューブが詰まったり汚れたりしていない。必要な場合は、チューブを 交換します。

トレイのホームポジションと待機ポジション



図60 待機ポジションにあるトレイ



図61 ホームポジションにあるトレイ

シリンジを取り付ける

シリンジを取り付けるには(図62):

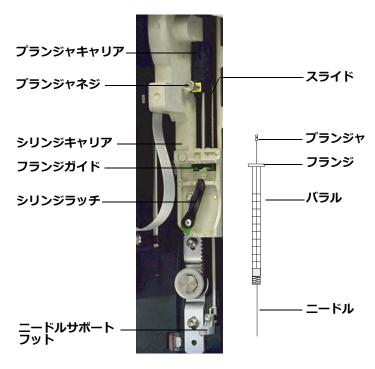


図 62 シリンジの取り付け

- 1 インジェクタケーブルを抜き、必要に応じて、インジェクタをパーキングポストに取り付けるか、またはインジェクタタワーをワークベンチ上に寝かせます。
- 2 インジェクタドアを開きます。
- 3 シリンジキャリッジを一番上の位置までスライドさせます。
- 4 シリンジラッチを時計と反対回りに回転させて、開きます。
- 5 プランジャキャリアを一番上の位置まで持ち上げます。
- 6 シリンジニードルをニードルサポートフットのガイドホールに慎重に通します。

11 メンテナンス

7 シリンジフランジをフランジガイドに整列させ、シリンジを押してはめ込みます。ニードルの先端がニードルサポートフットのガイドホールに通ったままにしておきます。必ず、シリンジフランジの平らな端が外側に向くようにします(図 63)。

注記

シリンジフランジをシリンジガイドに正しく取り付けないと、シリンジプランジャの破損につながります。

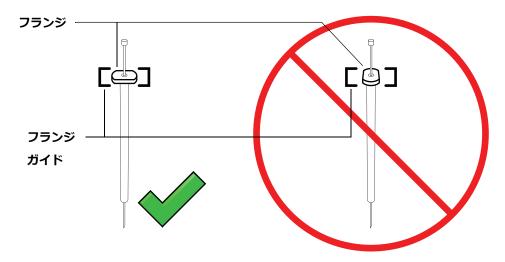


図 63 シリンジフランジの向き

- 8 シリンジラッチを時計回りに回転させ、カチッというまで回して閉じます。
- 9 プランジャネジを時計と反対回りに回して、完全に緩めます。
- **10** プランジャキャリアを下にスライドさせて、キャリア全体がシリンジプランジャの上にきたら、プランジャサムネジを指できつく締めます。
- 11 プランジャキャリアを手で上下に動かします。シリンジプランジャがキャリアと一緒に動かない場合は、シリンジが正しく取り付けられるまで、前の手順を繰り返します。プランジャサムネジがきつく締まっていることを確認します。キャリアがシリンジプランジャにしっかり接続されていないと、何度か注入を行った後でキャリアが外れてしまう可能性があります。

注意

この動きを繰り返すと、シリンジが破損する可能性があります。

12 ニードルがニードルサポートフットのガイドホール内にあることを確認します。ニードルはまっすぐで、ニードルガイドホール内をスムーズにスライドできる必要があります。

ニードルが曲がっているか、ガイドホールの外にある場合は、シリンジを取り外して、再度取り付けます。正しく取り付けられたシリンジについては、図 64 を参照してください。

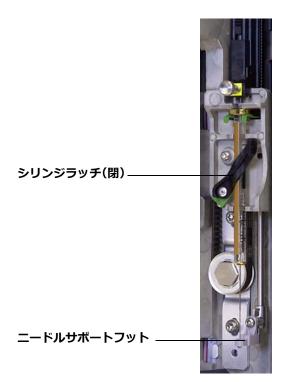


図64 シリンジを取り付けた状態のシリンジキャリッジとニードルサポート

13 インジェクタドアを閉じます。

11 メンテナンス

- **14** 据え付け時にインジェクタタワーを取り付けポストから取り外した場合のみ、以下を行います。
 - a インジェクタケーブルを必要に応じて差し込みます。
 - **b** インジェクタを取り付けポストに装着します。詳しくは、45 ページの「G4513A インジェクタを取り付ける」を参照してください。
 - c サンプルトレイがある場合は、ALS システムをキャリブレーションします。詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。

シリンジの取り外し

シリンジを取り外すには:

- **1** インジェクタケーブルを抜き、必要に応じて、インジェクタをパーキングポストに取り付けます。
- 2 インジェクタドアを開きます。
- 3 シリンジキャリッジを一番上の位置までスライドさせます。
- **4** プランジャサムネジを完全に緩め、シリンジプランジャからプランジャキャリアを持ち上げて外します。
- 5 シリンジラッチを時計と反対回りに回転させて、開きます。

注意

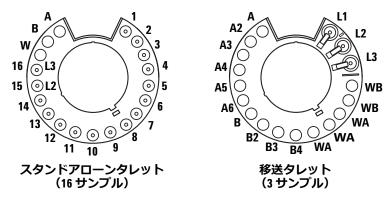
シリンジニードルを曲げないよう注意してください。シリンジは、妨げがなくなるまでキャリッジから引き出すだけにしてください。ニードルは、ニードルサポートガイドに通されている状態だと曲がりやすくなっています。

6 シリンジの一番上をフランジガイドから慎重に引き出し、ニードルを持ち上 げてニードルサポートフットから抜きます。

シリンジを取り付ける場合の詳細については、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。

タレットの交換

G4513A インジェクタには、16 サンプル用のスタンドアローンタレットと 3 サンプル用の移送タレットという、2 つのタレットが付属しています(図 65)。



上から見た図

図65 インジェクタのタレット

ラベルの付いたポジションを表 15 と表 16 に定義します。

表 15 スタンドアローンタレットのラベル

ポジション	ラベル	ボトル / バイアル	
1 ~ 14	1 ~ 14	サンプルバイアル	
15	15 L2	サンプルバイアル レイヤー 2 ボトル	
16	16 L3	サンプルバイアル レイヤー 3 ボトル	
17	W	廃液ボトル	
18	В	溶媒 B ボトル	
19	А	溶媒 A ボトル	

表 16 移送タレットのラベル

ポジション	ラベル	ボトル / バイアル
1	L1	専用バイアル移送ポジション A レイヤー 1 ボトル
2	L2	コンフィグレーション可能バイアル移送ポジション B レイヤー 2 ボトル
3	L3	コンフィグレーション可能バイアル移送ポジション C レイヤー 3 ボトル
4 および 5	WB	廃液 B1 ~ B2 ボトル
6~8	WA	廃液 A1 ~ A3 ボトル
$9\sim12$	$\mathrm{B}\sim\mathrm{B4}$	溶媒 B1 ~ B4 ボトル
$13 \sim 18$	${\rm A}\sim {\rm A6}$	溶媒 A1 ~ A6 ボトル

タレットを交換するには、交換を正しく行えるよう、以下の手順に従います。

- 1 タレットからすべてのバイアルを取り外します。
- 2 インジェクタケーブルを抜き、インジェクタタワーをパーキングポストに取り付けます。
- 3 インジェクタドアを開きます。
- **4** シリンジを取り外します。211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- **5** タレットを手で押さえながら、タレットキャップをモーターハブに固定している3本のT-10トルクスネジを完全に緩めます。
- 6 タレットキャップを取り外します。
- **7** タレットをホームポジション(タレットインジェクタ開口部がインジェクタ キャリッジの方を向いた状態)まで回転させます。
- **8** タレットをモーターハブから持ち上げて、引き出します。タレットを取り外す際は、インジェクタタワーに触らないよう注意してください。

11 メンテナンス

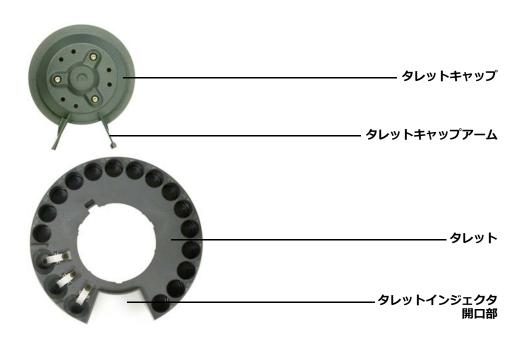
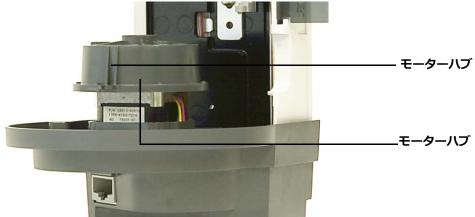


図66 タレットの取り外し

9 モーターハブを回転させて、モーターハブのタブが外側を向くようにします。



- **10** タレットを装着し直します。タレットの内溝をモーターハブタブと整列させて、タレットをモーターハブ上にスライドさせます。タレットはハブ上で平らになる必要があります。
- **11** タレットキャップを装着し直します。タレットキャップアームをタレットインジェクタ開口部と整列させて、タレットキャップを取り付けます。



- **12**3 本の T-10 トルクスネジを締めます。
- 13 シリンジを取り付けます。詳細については、「シリンジの取り付け」を参照してください。
- 14 インジェクタドアを閉じます。
- **15** インジェクタタワーをパーキングポストから取り外し、インジェクタを取り付けポストに装着します。詳細は「G4513A インジェクタの取り付け」を参照してください。
- 16 インジェクタケーブルを差し込みます。
- 17 インジェクタに電源が入ると、タレットタイプが検証されます。タレットが正しく取り付けられていない場合は、Fault(障害)ライトが点灯します。
- **18** インジェクタを整列させます。詳しくは、229 ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。
- **19** 移送タレットを取り付けた場合に、サンプルトレイを使用するには、ALS システムをキャリブレーションする必要があります。詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。

クールオンカラム注入への適合

7693A インジェクタは、クールオンカラム注入口を持つ GC の 250-μm、320-μm、および 530-μm カラムにサンプルを直接注入できます。

クールオンカラム注入を実施する際、インジェクタは以下を行います。

- キャリッジ速度を低くして、注入時間の合計を 500 ミリ秒まで増やします。
- シリンジニードルの先端をさらに 19 mm 下げて、カラム内に入れます。

インジェクタと GC をクールオンカラムの使用に適合させるには、次の手順に従います。

- 1 必要な場合は、現在のシリンジをインジェクタから取り外します。詳しくは、211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- 2 必要な場合は、インジェクタを取り付けポストから取り外して、インジェクタケーブルを抜きます。希望に応じて、パーキングポスト上に待機させます。
- 3 カラムサイズに必要なオンカラムシリンジを選択します。Agilent の消耗品カタログ、GC 操作マニュアル、Agilent の Web サイト (www.agilent.com/chem) の部品一覧を参照してください。
- **4** ニードルサポートフットを付属のオンカラムフットで交換します。詳しくは、217 ページの「ニードルサポートフットの交換」を参照してください。
- **5** オンカラムシリンジを取り付けます。詳しくは、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- **6** GC 注入口の準備をします。方法については、GC 操作マニュアルを参照してください。
 - ニードルがカラムサイズに合うことを確認します。
 - インサートがニードルのサイズと一致していることを確認します。
 - 必要な場合は、セプタムを交換します。

これらの注入を実施するために必要なその他の消耗品については、GC 操作マニュアルの一覧を参照してください。

- **7** インジェクタケーブルを差し込みます。
- **8** インジェクタを取り付けポストに装着します。詳細は「G4513A インジェクタの取り付け」を参照してください。

ニードルサポートフットの交換

注入のタイプに応じて、標準のニードルサポートフット(図 67)またはオンカラムのニードルサポートフットを使用する必要があります。

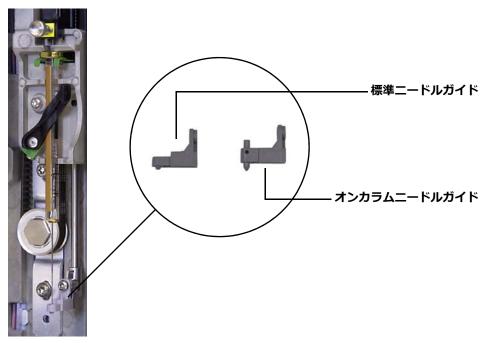


図 67 ニードルサポートフットの交換

ニードルサポートフットの交換は、注入タイプを変更するとき、またはサポートフットに磨耗の兆候が現れたときに行います。

- 1 インジェクタドアを開きます。
- **2** シリンジを取り外します。詳しくは、211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- 3 シリンジキャリッジを一番上の位置までスライドさせます。
- **4** T-10 トルクスネジをサポートフットから完全に取り外します。ネジがタレットアセンブリ内に落ちないよう注意してください。
- 5 サポートフットをスライドさせて外します。
- 6 新しいサポートフットをスライドさせて取り付けます。

- 7 T-10 トルクスネジを交換して、締めます。
- **8** 適切なシリンジを取り付けます。詳しくは、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- 9 インジェクタドアを閉じます。
- **10** インジェクタを整列させます。詳しくは、229 ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。

100µL を超えるシリンジへの適合

インジェクタで 100ì L を超えるシリンジを使用すると、拡張サンプル処理注入を実施できます。インジェクタと GC を拡張サンプル処理注入に適合させるには、次の手順に従います。

- 1 必要な場合は、現在のシリンジをインジェクタから取り外します。詳しくは、211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- 2 標準のシリンジキャリッジアセンブリを、G4521A 拡張サンプル処理用シリンジキャリッジアセンブリで交換します。詳しくは、220 ページの「シリンジキャリッジアセンブリの交換」を参照してください。
- 3 ニードルサポートフットを、適切な拡張サンプル処理注入用サポートフットで交換します。詳しくは、217 ページの「ニードルサポートフットの交換」を参照してください。
- **4** 適切なシリンジを取り付けます。詳しくは、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- **5** 必要な場合は、インジェクタを GC に再装着します。詳細は「G4513A インジェクタの取り付け」を参照してください。
- **6** インジェクタを整列させます。詳しくは、229 ページの「インジェクタの 位置合わせ」を参照してください。
- 7 サンプルトレイがある場合は、ALS システムをキャリブレーションします。 詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。

シリンジキャリッジアセンブリの交換

100ì L 以下の注入の場合は標準のシリンジキャリッジアセンブリ(図 68)を使用し、100ì L を超える注入の場合は G4521A 拡張サンプル処理用シリンジキャリッジ(図 69)を使用します。



図 68 標準のシリンジキャリッジアセンブリ

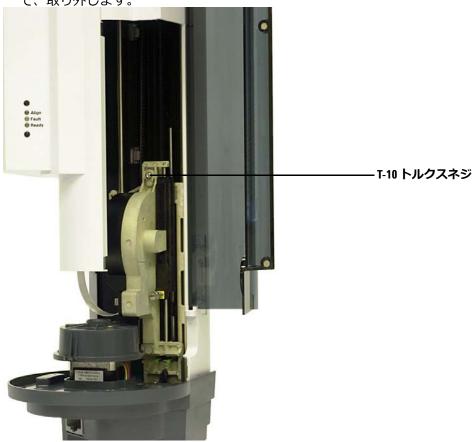


図 69 拡張サンプル処理用シリンジキャリッジアセンブリ

シリンジキャリッジアセンブリを交換するには:

- 1 タレットからすべてのバイアルとボトルを取り外し、インジェクタケーブルを GC から抜きます。
- 2 必要な場合は、インジェクタを取り付けポストから取り外して、インジェクタワーをパーキングポストに取り付けます。
- 3 インジェクタドアを開きます。
- **4** シリンジを取り外します。詳しくは、211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- **5** タレットを取り外します。詳しくは、212 ページの「タレットの交換」を 参照してください。
- **6** シリンジキャリッジアセンブリを下にスライドさせて、タワーケーシングの下のアセンブリケーブルに手が届くようになったら、ケーブルをアセンブリから外します。

7 シリンジキャリッジアセンブリの上部の T-10 トルクスネジを完全に緩めて、取り外します。



8 シリンジキャリッジアセンブリを一番上までスライドさせて、フランジと掛け金に手が届くようにします。

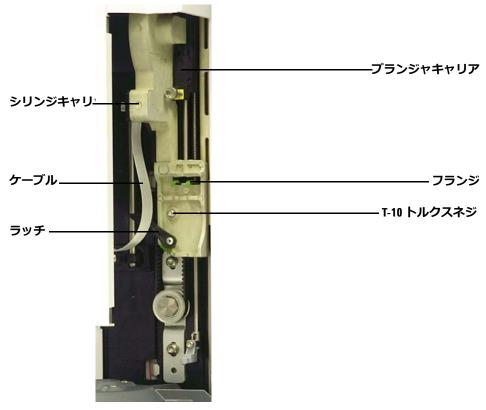
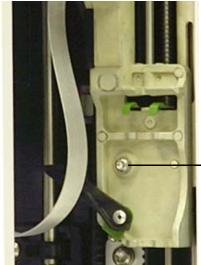


図70 シリンジキャリッジアセンブリの取り外し

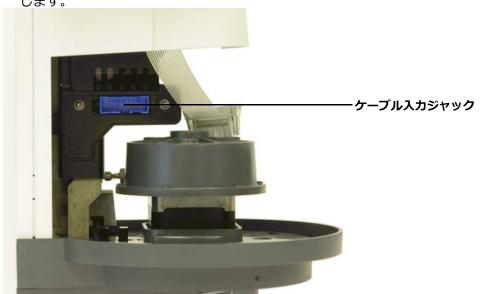
9 シリンジ掛け金の上の T-10 トルクスネジを完全に緩めて、取り外します。



_____ T-10 トルクスネジ

- **10** シリンジキャリッジアセンブリをインジェクタキャリッジから慎重に取り外します。
- **11** 交換用のシリンジキャリッジアセンブリをインジェクタキャリッジ上にゆっくり配置します。シリンジキャリッジアセンブリは、正しく配置すると定位置にセットされます。
- 12 シリンジ掛け金の上の T-10 トルクスネジを完全に締めます。

13 シリンジキャリッジアセンブリを一番下までスライドさせて、インジェクタケーシングの下にあるアセンブリのケーブル入力ジャックに手が届くようにします。



14 シリンジキャリッジアセンブリの上部の T-10 トルクスネジを完全に締めます。



--- T-10 トルクスネジ

- 15 アセンブリケーブルをシリンジキャリッジアセンブリに接続します。
- 16 シリンジキャリッジアセンブリを一番上までスライドさせます。
- **17** 適切なニードルサポートフットが取り付けられていることを確認します。 詳しくは、217 ページの「ニードルサポートフットの交換」を参照して ください。
- **18** タレットを取り付けます。詳しくは、212 ページの「タレットの交換」を参照してください。
- **19** シリンジを取り付けます。詳しくは、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- 20 インジェクタドアを閉じます。
- **21** 必要な場合は、インジェクタケーブルを差し込んで、インジェクタタワーを 取り付けポストに装着します。詳細は「G4513A インジェクタの取り付け」 を参照してください。
- **22** インジェクタを整列させます。詳しくは、229 ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。

23 サンプルトレイがある場合は、ALS システムをキャリブレーションします。 詳しくは、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照し てください。

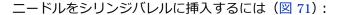
シリンジニードルの交換

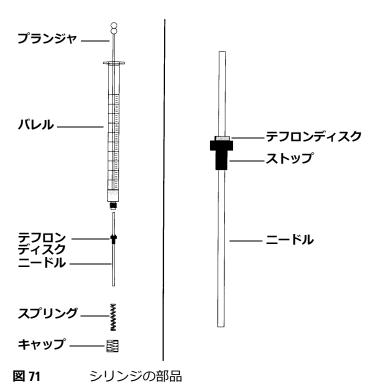
 $250~\mu m$ および $320~\mu m$ 注入用に使用するステンレスニードルは、ガラスシリンジバレルに挿入する必要があります。使用するカラムに合った、正しいサイズのニードルを選択します。

250 μ m 注入用のニードルには銀色のストップがあり、320 μ m 注入用のニードルに金色のストップがあります。シリンジとニードルについては、Agilent の消耗品カタログまたは Agilent の Web サイト (www.agilent.com/chem)の一覧を参照してください。

表 17 オンカラムオートサンプラシリンジ

容量(μL)	内容	ユニット	部品番号
5	取り外し可能なニードル、バレルのみ		5182-0836
	ステンレスニードル、530 µm カラム用	3個入り	5182-0832
	ステンレスニードル、320 µm カラム用	3個入り	5182-0831
	ステンレスニードル、250 µm カラム用	3個入り	5182-0833
	プランジャボタン	10個入り	5181-8866





- 1 シリンジバレルのキャップをひねって外し、スプリングを取り外します。
- 2 ニードルにテフロンディスク(図 71) があることを確認します。シリンジ バレルにテフロンディスクがない場合は、シリンジボックス内の説明書に 従って、ニードルを自分でラップします。
- 3 スプリングとキャップをニードルにかぶせて下にスライドさせます。
- 4 ニードルをシリンジバレルに挿入します。
- 5 キャップを回して、シリンジバレルに再度取り付けます。

インジェクタの位置合わせ

ここでは、インジェクタの位置合わせ手順を実行する方法について説明します。インジェクタは、工場で位置合わせされた状態で出荷されます。この位置合わせ手順を実行する必要があるのは、インジェクタのハードウェアコンフィグレーションが変更された場合、または Align Mode (位置合わせモード) ライトが点灯した場合のみです。

注記

Align Mode ライトが点灯していない場合は、この手順を実行しないでください。 タレットの交換後にタレットを位置合わせする必要はありません。

一番上にあるオレンジ色の Align Mode ライトが点灯している場合は、位置合わせ手順が正しく完了しないと、インジェクタが動作しません。

インジェクタを位置合わせするには:

- 1 タレットからすべてのバイアルを取り外します。
- **2** インジェクタドアを開き、シリンジを取り外します。詳しくは、211 ページの「シリンジの取り外し」を参照してください。
- 3 インジェクタドアを閉じます。
- **4** 長く細い道具を使って、インジケータライトの上にある、くぼんだ位置合わせボタンを押します。くぼんだ穴の中にあるボタンの後ろや周辺を触らないよう注意してください(図 72)。

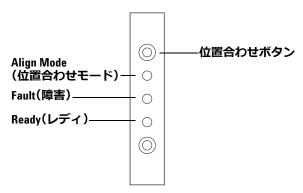


図72 インジェクタの位置合わせ

以下の位置合わせ手順を実行している間、オレンジ色の Align Mode ライトが点灯します。

- a タレットが回転して、シリンジが取り外されていることを確認します。 次に再び回転して、どのタイプのタレットが取り付けられているかを判 定します。
- b シリンジキャリッジが一番下まで下がり、そこに留まってから、再び上 に移動します。
- c シリンジキャリッジがタレットに接触するまで小刻みに下がります。これにより、タレットに対する相対的な位置が設定されます。
- d プランジャが移動し、各ストップ位置をキャリブレーションします。
- e シリンジキャリッジが下に移動し、タレットが回転して、シリンジキャ リッジに対する相対的な位置が設定されます。

注記

これらのステップのいずれかが失敗すると、プロセスが停止し、Fault ライトが点灯します。ステップ b で停止した場合は、タレットが正しく取り付けられていることを確認し、位置合わせボタンを再び押します。それでも失敗する場合は、Agilent サービスにお問い合わせいただく前に、インジェクタのプラグを抜いて接続し直してから、もう一度試してください。

- **5** インジェクタが停止し、緑色の Ready ライトが点灯したら、キャリブレーションが完了したことを意味します。
 - この位置合わせがユーザーによって開始された(位置合わせボタンを押す前にオレンジ色の Align Mode ライトが消えていた)場合に、位置合わせに失敗したときは、インジェクタのプラグを抜いて再接続すると、インジェクタが前の位置合わせ値にリセットされます。
- **6** インジェクタドアを開き、シリンジを取り付けます。詳しくは、207 ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。
- 7 インジェクタドアを閉じます。

サンプルトレイの位置合わせ

ここでは、サンプルトレイの位置合わせ手順を実行する方法について説明します。サンプルトレイは、工場で位置合わせされた状態で出荷されます。この位置合わせ手順を実行する必要があるのは、Align Mode(位置合わせモード)ライトが点灯した場合のみです。

注記

Align Mode ライトが点灯している場合、または Agilent サポートから要求された場合以外は、この手順を実行しないことをお勧めします。

左にあるオレンジ色の Align Mode ライトが点灯している場合は、位置合わせ手順が正しく完了しないと、サンプルトレイが動作しません。

サンプルトレイを位置合わせするには:

1 長く細い道具(ペン先など)を使って、インジケータライトの左にある、くぼんだ位置合わせボタンを押します。くぼんだ穴の中にあるボタンの後ろや周辺を触らないよう注意してください(図 73)。

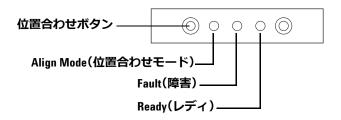


図73 サンプルトレイの位置合わせ

以下の手順を実行している間、オレンジ色の Align Mode ライトが点滅します。

- a グリッパ電源がキャリブレーションします。
- **b** 構台が X、Y、および Z のホーム設定とスパン設定をキャリブレーションします。
- c 構台の 0 の位置がキャリブレーション位置 (X, Y, Z) に合わせられます。

注記

これらのステップのいずれかが失敗すると、プロセスが停止します。位置合わせボタンを再び押します。それでも失敗する場合は、Agilent サービスにお問い合わせいただく前に、サンプルトレイのプラグを抜いて接続し直してから、もう一度試してください。

2 サンプルトレイがホームポジションで停止し、緑色の Ready ライトが点灯 したら、キャリブレーションが完了したことを意味します。

この位置合わせがユーザーによって開始された(位置合わせボタンを押す前にオレンジ色の Align Mode ライトが消えていた)場合に、位置合わせに失敗したときは、サンプルトレイのプラグを抜いて再接続すると、サンプルトレイが前の位置合わせ値にリセットされます。

ALS システムのキャリブレーション

ALS システムをキャリブレーションすると、サンプルトレイとインジェクタタレットの位置が合い、バイアルの移送が問題なく行われるようになります。キャリブレーションは、キャリブレーションが存在しない場合だけでなく、定期メンテナンスの一環としても行う必要があります。

ALS コンポーネントを移動した場合は、ALS システムをキャリブレーションすることをお勧めします。

ALS システムをキャリブレーションするには:

1 キャリブレーションバイアル(G4514-40588)をトレイポジション 1 に配置します(図 74 を参照)。



図 74 トレイポジション 1

2 装着されている全インジェクタについて、移送タレットポジション L1、L2、および L3 からバイアルをすべて取り外します(図 75 を参照)。

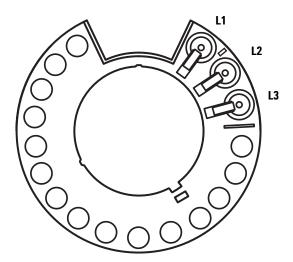


図75 移送タレットポジションL1、L2、L3(上から見た図)

- 3 ALS システムのキャリブレーションを開始します。
 - 7890A GC では、GC フロントキーパッドの [Options] を押して、 Calibration > ALS > Start Calibration の順に選択します。
 - 6890 シリーズ GC では、GC フロントキーパッドの **[Options]** を押して、**Calibration > Sample tray > Start Calibration** の順に選択します。

どのインジェクタが取り付けられているかにかかわらず、次のキャリブレー ション処理が行われます。

- a トレイがキャリブレーションバイアルをタレットポジション L1 に配置 し、サンプルトレイポジション 1 に戻すことにより、タレットの配置を 評価します。
- **b** トレイが移送タレットのポジション L1 とポジション L2 の間にある配置 用切り込み部分を使って、バイアルの高さとタレットの位置をテストしま す。
- トレイがキャリブレーションバイアルをタレットポジション L1 に配置し、サンプルトレイポジション 1 に戻すことにより、タレットの配置を確認します。
- **4** キャリブレーション処理が完了すると、準備完了ステータスを示す緑色のライトが 点灯し、構台がホームポジションで停止します(206 ページの図 61 を参照)。

キャリブレーション処理用に移動したバイアルは、すべて忘れずに交換してください。

G4517A ALS コントローラでの電源ヒューズの交換

G4517A ALS コントローラでは、電源電圧問題から電子部品を保護するための 2 つの交換可能ヒューズが使用されます。ヒューズが切れた場合は、以下の説明に従ってヒューズを交換します。

注意

ヒューズが切れるのには理由があります。最初の据え付け段階で最もよく考えられる原因は、電力コンフィグレーションの誤りです(84ページの「電力コンフィグレーションの確認」を参照してください)。そうでなければ、通常の操作でヒューズが切れることはないはずです。ヒューズが頻繁に切れる場合は、問題を特定して、修正してください。

- 1 コントローラの電源を切ります。
- 2 電源コードを外します。
- 3 小型のマイナスドライバを使って、ヒューズホルダーモジュールを取り外します (詳細は、「G4526A/G4517A ALS コントローラ (6890A GC) の装着」を参照してください)
- 4 小型のマイナスドライバを使って、タブを引き出します。
- 5 ヒューズを取り外します。
- **6** 新しいヒューズを取り付けます(図 76)。

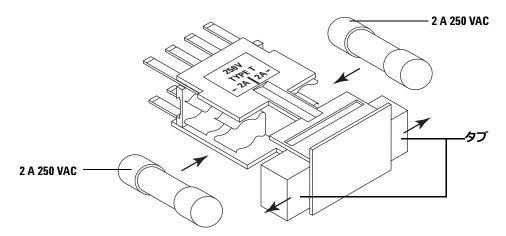
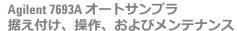


図 76 正しいヒューズの向き

- 7 タブを押して閉じます。
- **8** ヒューズホルダーモジュールを再度取り付け、電源電圧入力の向きが正しくなっていることを確認します。詳細は、「G4526A/G4517A ALS コントローラ (6890A GC) の装着」を参照してください。





12 障害とエラー

障害 240 インジェクタの障害 240 サンプルトレイの障害 242 エラーメッセージ 245

場合によっては、機器が期待どおりに機能しないことがあります。ほとんどの場合、問題の性質は、インジェクタおよびサンプルトレイ上のステータスライトまたは GC ディスプレイ上のエラーメッセージによって示されます。こうした事態が発生した場合は、この章を参考にして、考えられる原因と実行すべき是正処置を調べてください。

障害

インジェクタの障害

インジェクタのステータスは、インジェクタのフロントパネル上にある30のライトによって示されます(\boxtimes 77)。



図77 G4513A インジェクタのステータスライト

通常の操作時は、緑色の Ready ライトが点灯します。インジェクタがビジー 状態の場合は、緑色の Ready ライトが点滅します。

別のライトの組み合わせが点灯している場合は、エラーが発生したことを意味します。

Agilent サービスを利用する前に、この章の情報を参考にして、問題の解決または特定を試みてください。

表 18 インジェクタのステータスライト

ライト	考えられる原因	処置
どのライトも点灯 していない	 GC への電源がオフになっている。 インジェクタケーブルが不良であるか、GC との接続に問題がある。 GC の点検 / 修理が必要である。 	 インジェクタが GC に正しく 接続されていることを確認し ます。 GC への電源をチェックし ます。 Agilent サービスに問い合わせ ます。

表 18 インジェクタのステータスライト (続き)

ライト	考えられる原因	処置
Fault ライトが点灯 している	インジェクタのドアが開いている。インジェクタが GC に正しく取り付けられていない。	 インジェクタのドアが閉まっていることを確認します。 Fault ライトが点灯したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。 インジェクタが正しく取り付けられていることを確認します。詳細については、45ページの「G4513A インジェクタを取り付ける」を参照してください。 正しい取り付けポストが装着されていることを確認します。45ページの「G4513A インジェクタを取り付ける」を参照してください。 Fault ライトが点灯したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Fault ライトが 2 回 点滅する	・ シリンジにエラーがある。	 シリンジを装着し直すか、交換します。
Fault ライトが3回 点滅する	・ タレットにエラーがある。	1 タレットを装着し直します。
Fault ライトが 4 回 点滅する	・ プランジャにエラーがある。	
Align Mode ライトが 点灯している	システムが初期化されていない。インジェクタメモリエラーがある。	 タレットが正しく取り付けられていることを確認します。212ページの「タレットの交換」を参照してください。 位置合わせ手順を実行して、システムを初期化します。229ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。 位置合わせが失敗する場合は、Agilentサービスに問い合わせます。

表 18	インジェクタのステー	-タスライト	(続き)
------	------------	--------	------

ライト	考えられる原因	処置
Align Mode ライトが 点滅している	• Align Mode ボタンが押さ れた。	1 位置合わせとキャリブレーションが現在実行中です。処理が完了するまで待ちます。
すべてのライトが 点灯している	ボードに障害がある。ファームウェアリビジョンの競合がある。	 ケーブル接続をすべてチェックします。 機器の電源をオフにしてから、再びオンにします。 ライトが点灯したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
すべてのライトが 点滅している	・ 間違ったドライバボードが 取り付けられている。	 正しいドライバボードを取り付けます。 ファームウェアのリビジョンをチェックします。 ライトが点滅したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

サンプルトレイの障害

サンプルトレイのステータスは、フロントパネル上の3つのライトによって示されます(\boxtimes 78)。

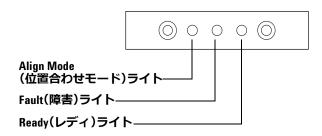


図78 G4514A サンプルトレイのステータスライト

通常の操作時は、緑色の Ready ライトが点灯します。サンプルトレイがビジー状態の場合は、緑色の Ready ライトが点滅します。

別のライトの組み合わせが点灯している場合は、エラーが発生したことを意味します。

Agilent サービスに問い合わせる前に、この章の情報を参考にして、問題の解決を試みてください。

表 19 トレイのステータスライト

ライト	考えられる原因	処置
どのライトも点灯 していない	・ 機器が接続されていない。	
Fault ライトが点灯 している	システムに障害がある。	
Fault ライトが1回 点滅する	バイアルが紛失した / バイアルがない。	
Fault ライトが 2 回 点滅する	X軸にエラーがある。	
Fault ライトが3回 点滅する	Y軸にエラーがある。	
Fault ライトが 4 回 点滅する	Z軸にエラーがある。	
Fault ライトが 5 回 点滅する	・ グリッパにエラーがある。	
Align Mode ライトが 点灯している	システムが初期化されていない。トレイメモリエラーがある。	 位置合わせ手順を実行して、システムを初期化します。 229ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。 位置合わせが失敗する場合は、Agilentサービスに問い合わせます。
Align Mode ライトが 点滅している	• Align Mode ボタンが押さ れた。	1 位置合わせとキャリブレー ションが現在実行中です。処 理が完了するまで待ちます。

12 障害とエラー

表 19 トレイのステータスライト (続き)

ライト	考えられる原因	処置
すべてのライトが 点灯している	ボードに障害がある。ファームウェアリビジョンの競合がある。	 ケーブル接続をすべてチェックします。 機器の電源をオフにしてから、再びオンにします。 ライトが点灯したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
すべてのライトが 点滅している	・ 間違ったドライバボードが 取り付けられている。	 正しいドライバボードを取り付けます。 ファームウェアのリビジョンをチェックします。 ライトが点滅したままの場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

エラーメッセージ

表 20 に、GC 上で報告されるサンプラ関連のエラーメッセージを示します。 6890A または 6890 Plus の GC には、エラーメッセージは表示されません。 以下のリストにないエラーメッセージが表示された場合は、それを記録しておいてください。GC が正しくコンフィグレーションされていること、およびサンプルバイアルと機器がメソッドまたはシーケンス、あるいはその両方に適合していることを確認します。問題が継続する場合は、エラーメッセージをAgilent サービスまで報告してください。

表 20 エラーメッセージ

メッセージ	考えられる原因	推奨される処置
Bottle in gripper(ボトルがグリッ パに残っています)	サンプルバイアルが正しく供給されず、トレイグリッパに残っている。	 バイアルを取り出し、トレイのバイアルポジションに戻します。 バイアルラックが定位置にはめ込まれていることを確認します。 インジェクタがのプラグが GC の背面の正しいコネクタに差します。6890 の場合は、GC が正しくコンフィグレーションされていることを確認します。57ページの「ケーブルの接続」を参照してくださいの「ケーブルの deliver to (供給先)位置をチェカして、その位置が空いでいるます。 バイアルのが良に上でまっずぐ垂直に立っていることを確認します。 インジェクタが GC 上でまっすぐ垂直に立っていることを確認します。 コンフィグレーションを確認していることを確認します。 インジェクタが GC 上でまっすぐ垂直に立っていることを確認します。 エラーが再度発生する場合します。 スgilent サービスに問い合わせます。
Front (or Back) door open or Injector not mounted(フロントドアまたは バックドアが開いているか、イン ジェクタが取り付けられていま せん)		240ページの「障害」を参照してください。

12 障害とエラー

表 20 エラーメッセージ (続き)

	(1)3(2)	
メッセージ	考えられる原因	推奨される処置
Front (or Back) injector com error (フロントインジェクタまたは バックインジェクタに通信エラー があります)	・ インジェクタと GC の間に通信 エラーがある。	・ Agilent サービスに問い合わせ ます。
Front (or Back) injector incomplete injection(フロントインジェクタまたはバックインジェクタの注入が不完全です)	シリンジニードルが曲がっている。プランジャまたはシリンジキャリッジが注入時に正しく動作していない。	 260ページの「シリンジに関する問題の修正」を参照してください。 シリンジをインジェクタから取り外し、プランジャに引っかかりや結合がないことをチェックします。必要な場合は、シリンジを交換します。 ユラーが再度発生する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Front (or Back) injector reset (フロントインジェクタまたは バックインジェクタがリセットさ れました)	・ GC からの電源に中断がある。	・ Agilent サービスに問い合わせ ます。
Front (or Back) plunger error (フロントプランジャまたはバッ クプランジャにエラーがあり ます)	 シリンジプランジャに引っかかりがあるか、プランジャキャリアにしっかり接続されていない。 プランジャソレノイドが結合している。 プランジャキャリアエンコーダが操作不能である。 	 シリンジを取り外し、プランジャに引っかかりや結合がないことをチェックします。必要な場合は、シリンジを交換します。詳細については、161ページの「シリンジの点検」を参照してください。 サンプルの粘性を粘性パラメータと照らし合わせてチェックします。必要な場合は、粘性パラメータをリセットします。 シーケンスを再開します。 エラーが再度発生する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

表 20 エラーメッセージ (続き)

メッセージ	考えられる原因	推奨される処置
Front (or Back) syringe error (フロントシリンジまたはバック シリンジにエラーがあります)	 シリンジキャリッジモーターが 壊れている。 シリンジが現在取り付けられて いないか、シリンジのタイプが 間違っている。 シリンジキャリッジセンサが操 作不能である。 	 シリンジが正しく取り付けられていることを確認します。詳細については、162ページの「シリンジを取り付ける」を参照してください。 シリンジが仕様に適合していることを確認します。 シリンジニードルが曲がっている場合は、260ページの「シリンジに関する問題の修正」を参照してください。 シーケンスを再開します。 エラーが再度発生する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Front (or Back) turret error(フロントタレットまたはバックタレットにエラーがあります)	 タレットの回転に何らかの妨害がある。 タレットのモーター / エンコーダアセンブリが操作不能である。 電源がオンになっている間にタレットのタイプが変更されたが、タレットの位置合わせ手順が実行されなかった。 タレットが緩んでいる。 	 障害物を取り除きます。 Align Mode ライトをチェックします。点灯している場合は、位置合わせ手順を実行します。 229ページの「インジェクタの位置合わせ」を参照してください。 タレット上部を締めます。 エラーが再度発生する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Injector not present(インジェクタ がありません)	 インジェクタまたは GC にボード障害がある。 インジェクタケーブルが不良であるか、GC にしっかりと接続されていない。 GC にケーブル障害がある。 メソッドで間違ったインジェクタ位置が指定されている(メソッドの不一致)。 	 インジェクタと GC の間のケーブルがしっかり接続されていることを確認します。 メソッドをチェックして、適切なインジェクタ位置が使用されていることを確認します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

12 障害とエラー

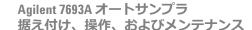
表 20 エラーメッセージ (続き)

メッセージ	考えられる原因	推奨される処置
Injector offline(インジェクタがオフラインです)	インジェクタまたは GC にボード障害がある。インジェクタケーブルが不良であるか、接続されていない。GC にケーブル障害がある。	 インジェクタと GC の間のケーブルがしっかり接続されていることを確認します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
No Bar Code Reader(バーコード リーダーがありません)	バーコードリーダーのケーブルがしっかり接続されていない。バーコードリーダーが壊れている。トレイが壊れている。	 バーコードリーダーのケーブルがしっかり接続されていることを確認します。 問題が継続する場合は、Agilentサービスに問い合わせます。
No bottle in gripper(グリッパにボトルがありません)	 サンプルバイアルがグリッパによって検出されなかった。 グリッパがバイアルをつかめなかった。 バイアルがタレットとの間を移動中に落下した。 グリッパのセンサーが壊れている。 バイアルが仕様に適合していない。 	 サンプルバイアルがシーケンスで指定された位置にあることを確認します。 サンプルバイアルが推奨仕様に適合していることを確認します。 粘着ラベルを使用している場合は、ラベルが正しく貼り付けられていることを確認します。 172ページの「サンプルバイアルのラベル付け」を参照してください。 エラーが頻繁に再発する場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Tray not present(トレイがありません)	 トレイまたは GC にボード障害がある。 トレイケーブルが不良であるか、 GC とトレイの間で接続されていない。 GC にケーブル障害がある。 	 トレイケーブルがしっかり接続されていることを確認します。 トレイケーブルを交換します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。

表 20 エラーメッセージ (続き)

メッセージ	考えられる原因	推奨される処置
Tray offline(トレイがオフライン です)	トレイまたは GC にボード障害がある。トレイケーブルが不良であるか、接続されていない。GC にケーブル障害がある。	 トレイと GC の間のケーブルがしっかり接続されていることを確認します。 トレイケーブルを交換します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Invalid sequence(シーケンスが無 効です)	 シーケンスが間違った注入機器に対して設定されている。 シーケンスに必要なハードウェアが据え付けられていないか、コンフィグレーションされていない。 シーケンスの実行中に GC コンフィグレーションが変更された。 インジェクタケーブルが不良であるか、正しく接続されていない。 	 GC がしっかり接続されていることを確認します。 シーケンスパラメータを GC コンフィグレーションと照らし合わせて確認します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
No injector(インジェクタがあり ません)	分析中に GC のケーブル接続が 緩くなった。分析中にインジェクタボードま たは GC ボードで障害が発生 した。	 GC がしっかり接続されていることを確認します。 エラーが解決されない場合は、Agilent サービスに問い合わせます。
Prerun >10 min(プレランが 10 分 を超えています)	・ GC がノットレディ状態である。	ノットレディなどの GC に関するメッセージの有無をチェックして、原因を特定します。
Sampler Offline(サンプラがオフラ インです) (6890A/Plus GC のみ)	 ALS 作業ファイルのアップロード先またはダウンロード先に指定した ALS システムに電源が入っていないか、または接続されていません。 	• GC がしっかり接続されている ことを確認します。

12 障害とエラー





13 トラブルシューティング

現象:変動 252

現象:汚染またはゴーストピーク 254

現象:予測より小さい/大きいピーク 256

現象: サンプルキャリーオーバー 258 現象: シグナルなし/ピークなし 259

シリンジに関する問題の修正 260

サンプルバイアル供給に関する問題の修正 261

この章では、サンプラを円滑に操作し続けるうえで役立つ情報を示します。

クロマトグラムが満足のいくものでない場合は、何らかの問題があることが明らかです。この章を参考にして、問題に考えられる原因を特定し、問題の解決策が示されている場合は、それに従ってください。

この章で扱う内容は、サンプラに関連した問題だけです。ただし、ここで説明する現象の中には、ガスクロマトグラフの温度やガス供給の安定性などの他の要因に関連しているものも少なくありません。

問題を解決できない場合は、Agilent の点検/修理サービスを受けてください。

現象:変動

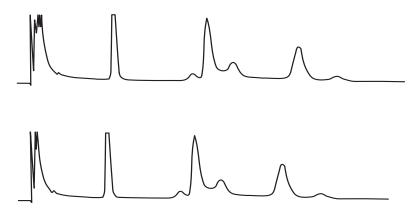


図79 リテンションタイムまたは面積に再現性がない

表 21 変動の問題

考えられる原因	処置
注入口セプタムに漏れがある。	セプタムに漏れがある場合は、セプタムを交換します。交換したセプタムの注入回数が 200 回未満であった場合は、耐用期間が終了する前にセプタムに不具合が生じるのを防ぐため、以下の問題がないかどうかをチェックしてください。 ・ セプタムリテナナットをきつく締めすぎている。 ・ シリンジニードルがまっすぐでない。 ・ シリンジが正しく取り付けられていない。
シリンジが磨耗しているか、 汚れている。	シリンジが汚れて見えるか、プランジャの動きが悪 い場合は、シリンジを適切な溶媒で洗浄するか、シ リンジ製造元の洗浄手順に従います。
サンプル量が少なすぎるか、 多すぎる。	サンプルレベルをチェックします。サンプルバイアルが正しく充填されていないと、蒸発や汚染による影響が分析に及ぶ可能性があります。サンプルレベルはバイアル容量の約半分に保ちます。173ページの「サンプルバイアルの充填」を参照してください。

表 21 変動の問題 (続き)

考えられる原因	処置
バイアルキャップが緩んで いる。	バイアルキャップをチェックします。バイアルのクリンプキャップを手で回すことができる場合は、キャップが緩すぎることを意味します。キャップが緩いと、サンプルの気化によって濃度が時間とともに変化する可能性があります。174ページの「サンプルバイアルのキャップの取り付け」を参照してください。スクリューキャップを十分に締めておかないと、ミキサー内で緩んだり、外れてしまう場合があります。
サンプルが安定していない。	サンプルの安定性をチェックします。一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。不安定なサンプルの変化を抑えるには、以下に示すいくつかの方法があります。 ・ バイアルラックを使用してサンプルを冷却します。 ・ 茶色のサンプルバイアルを使用します。 ・ 保護された環境でサンプルを保管します。
サンプルサイズが変動する。	新しいシリンジを取り付けます。サンプルサイズが変動する場合は、シリンジが精密でないか、プランジャが磨耗していることが考えられます。変動は、交換型ニードルを持つシリンジを使用するときに、デッドボリュームまたはニードル間の差異が原因となって起こる可能性があります。
ニードルに気泡がある。	ニードル内に気泡がある場合は、可変速度を使用してサンプル吸引速度を遅くし、気泡の形成を回避します。146ページの「インジェクタに関するパラメータの設定」を参照してください。これによって問題が解決されず、サンプルが粘性である場合は、以下を試してください。 ・ 粘性遅延時間を長くします。 ・ バイアルラックを使用してサンプルを温めます。 ・ 粘性の低い適切な溶媒でサンプルを希釈します。

現象:汚染またはゴーストピーク

表 22 汚染またはゴーストピークの問題

	711 - 7 - 7 - 7 - 7 - 7 - 7 - 7 - 7 - 7		
考えられる原因	処置		
バイアルキャップセプタムが 溶媒に溶ける。 セプタム素材の小片がサンプ ルに溶媒すると、ゴースト ピークが現れる場合がありま す。ゴーストピークの有無を 調べるには、ブランクランを 何度か実行してください。	 以下を行います。 バイアルセプタムが平らであることを確認します。バイアルセプタムが平らでないと、ニードルによる芯抜けが起こり、サンプル内に小片が落ちる可能性が高くなります。174ページの「サンプルバイアルのキャップの取り付け」を参照してください。 ニードルをチェックします。シリンジニードルにバリがあると、セプタムが削られ、その小片が押し出されて、サンプルに混入する可能性があります。 バイアルセプタムをチェックします。バイアルセプタムの耐性が使用中の溶媒に対して不十分な場合は、より耐性の強いタイプを試してください。 		
サンプルバイアルが汚染して いる。	ゴーストピークは、サンプルバイアルの汚染によって引き起こされる場合があります。新しいバイアルまたは清潔なバイアルを試して、ゴーストピークが消えるかどうかを確かめます。新しいバイアルは汚染のない場所に保管してください。		
注入口セプタム揮発性物質を 放出している。	少量のアルミ箔で注入口セプタムを裏打ちした状態で、ブランクランを何度か実行します。汚染ピークが消える場合は、セプタムがピークの原因であることが考えられます。通常使用しているセプタムを別のタイプと交換してみてください。		
カラムが汚染している。 残留物を含む分子量の大きい サンプルを使用すると、 シリンジ、注入ロライナー、 またはカラムの最初の5~ 10cm 程度が汚染する可能性が あります。	以下を行います。		

表 22 汚染またはゴーストピークの問題 (続き)

考えられる原因	処置
サンプルが安定していない。	一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。 サンプルの安定性をチェックします。 変化を抑えるには、以下に示すいくつかの方法があ ります。 ・ トレイ四分円を使用してサンプルを冷却します。 ・ 茶色のサンプルバイアルを使用します。 ・ 保護された環境でサンプルを保管します。

現象:予測より小さい/大きいピーク

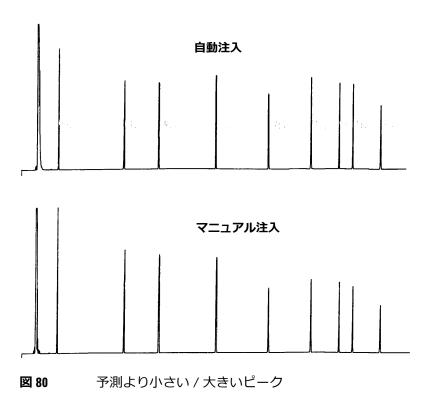


表 23 ピークサイズの問題

考えられる原因	処置
ニードル分留のないクロマト グラムとニードル分留のある クロマトグラムを比較して いる。	注入モードをチェックします。通常の注入モードの サンプラでは、高速注入を使用して代表量のサンプ ルが供給されます。高速注入では、ニードル分留が 抑制されます。マニュアル注入または低速の自動注 入機器を使った場合のクロマトグラムでは、高分子 量物質より低分子量物質のレベルが高くなります。 これは、分子量の大きい物質より揮発性物質の方が 速くニードルから放出されるからです。
パックド注入口と 530μm カラ ムを使用している。	注入口をチェックします。パックド注入口のある キャプラリカラムには、サンプル分離特性が内在し ています。
GC システムに漏れがある。	セプタムを交換し、フィッティングに漏れがないかどうかをチェックします。漏れのあるセプタムの注入回数が 200 回未満である場合は、今後、耐用期間が終了する前にセプタムに不具合が生じるのを防ぐため、以下を確認してください。 ・ セプタムリテナナットをきつく締めすぎていない。 ・ シリンジニードルがまっすぐになっている。 ・ シリンジが正しく取り付けられている。
サンプルが安定していない。	 一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。 サンプルの安定性をチェックします。変化を抑えるには、以下に示すいくつかの方法があります。 ・ バイアルラックを使用してサンプルを冷却します。 ・ 茶色のサンプルバイアルを使用します。 ・ 保護された環境でサンプルを保管します。
バイアルキャップが緩んで いる。	バイアルキャップをチェックします。バイアルキャップが緩いと、軽量物質がサンプルから選択的に失われる原因となります。キャップが簡単に回転する場合は、キャップが正しく取り付けられていないことを意味します。174ページの「サンプルバイアルのキャップの取り付け」を参照してください。

現象: サンプルキャリーオーバー

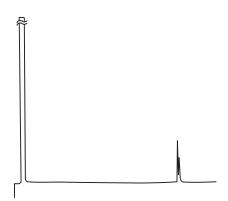


図81 キャリーオーバーピークを示すブランクラン

表 24 キャリーオーバーの問題

考えられる原因	処置
洗浄の回数またはタイプが不 十分である。	サンプル洗浄と溶媒洗浄の回数に関するランパラメータをチェックします。必要な洗浄回数は利用目的によって異なります。126ページの「サンプルキャリーオーバー」を参照してください。
溶媒が足りない。	溶媒ボトルをチェックします。溶媒レベルが 2.5mL 未満の場合は、シリンジが溶媒に届きません。残った溶媒を 4 ~ 4.5mL の新鮮な溶媒と交換します。 176 ページの「溶媒ボトルと廃液ボトルの準備」を参照してください。 廃液ボトルをチェックします。廃液レベルがボトルのネック付近にある場合は、ボトルを空のボトルと交換します。
シリンジが磨耗しているか、 汚れている。	シリンジが汚れて見えるか、プランジャの動きが悪 い場合は、シリンジを適切な溶媒で洗浄するか、シ リンジ製造元の洗浄手順に従います。シリンジが磨 耗して見える場合は、シリンジを交換します。

表 24 キャリーオーバーの問題 (続き)

考えられる原因	処置
サンプルが(バイアル間で)	この状況では、サンプル洗浄と溶媒洗浄によってシ
混和できないタイプである。	リンジを正しくすすげない場合があります。洗浄サイクルの回数を増加するか、さまざまなサンプルタイプをすすげる溶媒を使用してください。

現象:シグナルなし/ピークなし

表 25 シグナル / ピークの問題

考えられる原因	処置
シリンジプランジャが正常に機能しない。	シリンジプランジャがプランジャネジでしっかりと 固定されていることを確認します。プランジャネジ が緩んでいる場合は、ネジを締めます。162 ページの 「シリンジを取り付ける」を参照してください。 シリンジニードルが詰まっていないかどうかを チェックします。シリンジが詰まっている場合は、 シリンジを交換または洗浄します。
バイアルのサンプルレベルが 低すぎる。	バイアルにサンプルがないか、少量しかないと、 ニードルがサンプルに届かない可能性があります。 173ページの「サンプルバイアルの充填」を参照して ください。 または、メソッドを編集して、ニードルのサンプ リング深さを調整します。146ページの「インジェク タに関するパラメータの設定」のサンプリングオフ セットを参照してください。
サンプルが粘性である。	サンプルが粘性の場合は、以下を試してください。 ・ 粘性遅延時間を長くします。 ・ バイアルラックを使用してサンプルを温めます。 ・ 粘性の低い適切な溶媒でサンプルを希釈します。

シリンジに関する問題の修正

警告

インジェクタのトラブルシューティングを行う際は、シリンジニードルに 手を近づけないでください。ニードルは鋭利であり、有害な化学物質が付 着している可能性があります。

シリンジニードルが曲がる原因はいくつかあります。ニードルが曲がっている ことに気づいたら、交換部品を取り付ける前に、以下の点をチェックして ください。

- ✓ シリンジはシリンジキャリッジに正しく取り付けられていますか。
- ▼ 正しいタイプのシリンジを使用していますか。シリンジバレルとニードルを 組み合わせた長さが約 126.5mm になっていますか。詳細については、 158 ページの「シリンジの選択」を参照してください。
- ✓ ニードルサポートフットは清潔ですか。残留物またはセプタムの沈殿物をすべて取り除きます。詳細については、204 ページの「定期メンテナンス」を参照してください。
- ✓ クールオンカラム注入を実行する場合は、シリンジに適合したインサートが クールオンカラム注入口に取り付けられていますか。詳細については、 216 ページの「クールオンカラム注入への適合」を参照してください。
- ✔ GC セプタムナットをきつく締めすぎていませんか。詳細については、GC の操作マニュアルを参照してください。
- ✔ クリンプキャップのセプタムがサンプルバイアルの中心にきていますか。詳細については、174 ページの「サンプルバイアルのキャップの取り付け」を参照してください。
- ✓ サンプルバイアル、マイクロバイアルインサート、バイアルキャップセプタムの各内径が 5mm 以上ありますか。詳細については、170 ページの「サンプルバイアルの準備」を参照してください。

サンプルバイアル供給に関する問題の修正

不適切に処理されたサンプルバイアルがある場合は、以下の点をチェックして ください。

- ✓ バイアルキャップは正しく取り付けられていますか。
- ✓ クリンプキャップ(特にサンプルバイアルのネックの近く)に折れ目やしわ。 がありませんか。詳細については、170 ページの「サンプルバイアルの準 備」を参照してください。
- ✓ サンプルバイアルにラベルを使用している場合、ラベルのサイズは正しいで すか。詳細については、172 ページの「サンプルバイアルのラベル付け」 を参照してください。
- ✔ サンプルバイアルにラベルを使用している場合、ラベルはグリッパのじゃま になっていませんか。詳細については、172 ページの「サンプルバイアル のラベル付けしを参照してください。
- ✓ サンプルトレイアームまたはインジェクタタレットの動きを妨げる障害物は ありませんか。障害物がある場合は、すべて取り除いてください。
- ✔ バイアルラックとタレットは正常な状態ですか。 サンプルポジションに残留 物がある場合は、すべて取り除きます。
- ✓ サンプルバイアルの底部がタレットの上部と接触していますか。ALS システ ムを較正するには、233 ページの「ALS システムのキャリブレーション L を参照してください。
- ✓ サンプルバイアルを上げ下げしたときに、バイアルの側面がタレットホール の側面と接触しますか。ALSシステムを較正するには、233ページの「ALS システムのキャリブレーション」を参照してください。

13 トラブルシューティング



この章では、7693A ALS システム向け交換部品の一覧を示します。最新の交換部品およびファームウェアについては、Agilent の Web サイト (www.agilent.com/chem) も参照してください。

G4516A ALS インターフェイスボード(6890 Plus GC のみ)

268

270

14 交換部品

G4513A インジェクタ

表 26 と図 82 に、G4513A インジェクタモジュール向け交換部品の一覧と図を示します。

表 26 G4513A インジェクタの交換部品

項目	内容	部品番号	数量 / アセンブリ
1	移送タレット	G4513-67730	1
2	スタンドアローンタレット	G4513-40532	1
3	ニードルサポートインサート - 標準	G4513-40525	1
4	ニードルサポートインサート - COC	G4513-40529	1
5	デュアルパーキングポスト	05890-61525	1
6	インジェクタ取り付けポスト	G4513-20561	1
7	インジェクタモジュール(新 / 交換)	G4513A	1
8	通信ケーブル	G4514-60610	1



図 82 G4513A インジェクタの交換部品

G4514A サンプルトレイ

表 27 と図 83 に、G4514A サンプルトレイ向け交換部品の一覧と図を示します。

表 27 G4514A サンプルトレイの交換部品

項目	内容	部品番号	数量 / アセンブリ
1	バイアルラック	G4514-63010	3
2	Lキートルクス T-20	8710-2430	1
3	Lキートルクス T-30	G4514-80524	1
4	トレイブラケット断熱ワッ シャ	G4514-20529	1
5	M4 × 33.3 ネジ	0515-0437	1
6	M6×25 ネジ	0515-0192	3
7	グリッパフィンガーキャップ	G4514-60710	16
8	M4 × 0.7 ネジ	1390-1024	4
9	キャリブレーションバイアル	G4514-40588	1
10	取り付けブラケット	G4514- 63000	1
11	バーコードリーダー / ミキ サー / ヒーター	G4515A	1
12	ALS メインケーブルアセンブリ	G4514-60610	1
13	バイアルラックラベルキット	G4525-60701	3
NS	加熱冷却プレート	G4522A	1
NS	バイアルラック 3 個セット (4 色ラベルタグ 12 個付き)	G4525A	1



図83 G4514A サンプルトレイの交換部品

14 交換部品

G4517A ALS コントローラ (6890A GC のみ)

表 28 と図 84 に、G4517A ALS コントローラ (6890A GC のみ) 向け交換部 品の一覧と図を示します。

警告

内部ヒューズやバッテリを交換する際は、サービスエンジニアが危険な高電圧にさらされたり、コントローラが破損したりする恐れがあります。このマニュアルでは、交換方法については説明しません。点検や修理は、Agilent のトレーニングを受けた認定エンジニアに依頼してください。

表 28 G4517A ALS コントローラの交換部品

項目	内容	部品番号	数量 / アセンブリ
1	G4517A コントローラ(新)	G4516-64000	
2	ヒューズ、2 A 250 VAC		
NS	ヒューズ、電源 PCA		
NS	フューズ、ALS コントローラ PCA		
NS	バッテリ、3 V 0.5 A、リチウムイ オン		

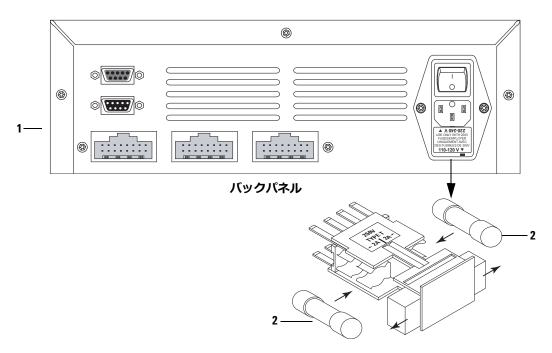


図84 G4517A ALS コントローラの交換部品

14 交換部品

G4516A ALS インターフェイスボード(6890 Plus GC のみ)

表 29 G4516A ALS インターフェイスボードの交換部品

項目	内容	部品番号	数量 / アセンブリ
NS	ALS インターフェイスボードコント ローラ	G4517-64000	1