

# **Agilent 7697A**

## **ヘッドスペースサンブラ**

**据付および最初のスタート  
アップ**



**Agilent Technologies**

# ご注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

本書または本書の一部は、米国および国際的な著作権に関する法律の定めるとおり、いかなる形式またはいかなる手段によっても（電子的な保管や検索または外国語への翻訳を含めて）、Agilent Technologies, Inc. による事前の契約および書面による同意なしに複製することを禁じられています。

## マニュアル番号

G4556-96013

## エディション

第 1 版 2011 年 1 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

## 保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、適用法が許容する最大限の範囲において、Agilent はこのマニュアルおよびこのマニュアルに記載されているすべての情報に関し、商品性や特定用途への適合性についての黙示保証など、明示または黙示を問わず、一切の保証はいたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または行使に関連して生じた過失、あるいは付随的損害または間接的損害に対し、責任を負わないものとします。このマニュアルに記載されている要素に関して保証条件付きの書面による合意が Agilent とお客様との間に別途にあり、その内容がここに記載されている条件と矛盾する場合、別途に合意された保証条件が優先されるものとします。

## 安全にご使用いただくために

### 注意

注意記号は、危険であることを示しています。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。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、注意記号を無視して先に進まないでください。

### 警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

# 目次

## 1 据付

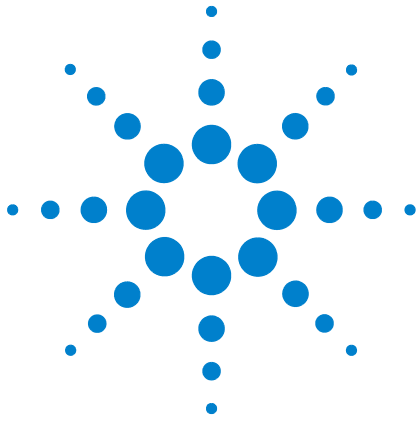
始める前に	6
据付に必要な工具	6
据付に必要な人員	6
機器の付属部品	7
サイト準備を確認する	8
GC およびデータシステムを準備する	8
ヘッドスペースサンプラをGCに接続する方法を決定する	9
HS チェックアウトに必要な GC 部品を取り付ける	11
ヘッドスペースサンプラを点検する	13
ヘッドスペースサンプラを設置台に置く	14
コンフィグレーションプラグを取り付ける	16
使用可能な電源コンフィグレーションを確認する	16
コンフィグレーションプラグを取り付ける	17
バイアルトレイを取り付ける (111 バイアルモデルのみ)	21
ケーブルを接続する	26
Agilent GC のケーブル図	27
その他のシステム	28
ガス供給を接続する	30
バイアル加圧ガスを接続する	31
キャリアガスを接続する (GC 注入口キャリアガスコントロールを使用)	32
トランスファラインを GC に接続する	35
トランスファラインにフューズドシリカ配管を取り付ける	35
トランスファラインのサポートブラケットを取り付ける	45
カバーを取り付ける	47
ヘッドスペースサンプラをオンにする	48
IP アドレスを設定する	49
LAN アドレスをキーボードで設定するには	49
DHCP サーバーを使用するには	49
ヘッドスペースサンプラをコンフィグレーションする	50

## 2 初めての起動

必要な工具と器材	52
HS にチェックアウトメソッドを読み込む	53
最初の接続を作成する	55
チェックアウトメソッドパラメータを設定する	56
Agilent データシステムを使用する場合	56
チェックアウトメソッド GC パラメータ	56
チェックアウトサンプルを準備する	59
チェックアウトサンプルを分析する	60
結果を比較する	62
メソッド準備（オプション）	65

### A Swagelok の継ぎ手を作成する

Swagelok の継ぎ手を作成する	68
Swagelok T 字管を使用する	71



# 1 据付

始める前に	6
ヘッドスペースサンプラを点検する	13
ヘッドスペースサンプラを設置台に置く	14
コンフィグレーションプラグを取り付ける	16
バイアルトレイを取り付ける（111 バイアルモデルのみ）	21
ケーブルを接続する	26
ガス供給を接続する	30
トランスファラインを GC に接続する	35
ヘッドスペースサンプラをオンにする	48
IP アドレスを設定する	49
ヘッドスペースサンプラをコンフィグレーションする	50

本ガイドでは、Agilent 7697A ヘッドスペースサンプラ（HS）の据付方法について説明します。本ガイドでは、GC および関連するデータシステムが、適切に据付およびコンフィグレーションされ、動作していることを前提としています。

この章では、機器の開梱と据付を行うステップを説明します。次の章では、初めて HS を開始し、適切に動作していることを確認する方法を説明します。



## 始める前に

ヘッドスペースサンプラ（HS）を据え付ける前に、以下の情報を確認します。

### 据付に必要な工具

据付には次の工具と部品が必要です。

表 1 据付用工具および部品

工具	Agilent 部品番号	用途
<b>必須</b>		
T-20 トルクスドライバ	5182-3465	トランスファラインの取り付け
オープンエンドスパナ：		ガス接続、サンプルループ、トランスファライン用の Swagelok フィッティング
・ 7/16 インチ（2 本）	8710-0972	
・ 5/16 インチ	8710-0510	
配管カッター	8710-1709	1/8 インチのガス供給配管の切断
精密配管カッター	5190-1442	1/16 インチステンレス製配管の切断
<b>付属</b>		
1/4 インチ x 3/16 インチスパナ	8710-2618	トランスファラインの取り付け
カラムウェハカッター	5181-7487	トランスファラインの取り付け

その他必要な部品とツールは、新しい機器に付属しています。

### 据付に必要な人員

機器には大きな重量があります。機器を持ち上げたり、移動したりする際には 2 人必要です。

## 機器の付属部品

ヘッドスペースサンブラは、通常の据付とチェックアウトに適した消耗品とハードウェアが付属しています。次の表 2 を参照してください。

表 2 ヘッドスペースサンブラ付属部品

説明	部品番号	数量	用途
スパナ、オープンエンド、3/16 インチ x 1/4 インチ	8710-2618	1	トランスファラインの接続。
LAN ケーブル	8121-0940	1	通信。
ケーブル、APG リモート、9M/9M	G1530-60930	1	通信。
平底ヘッドスペースバイアル、20 mL、100/pk	5182-0837	1	チェックアウト。
クリップキャップ、ヘッドスペース、アルミニウム製、PTFE/Si セプタム、20 mm、100/pk	5183-4477		チェックアウト。
20 mm キャップ用エルゴノミクスマニュアルクリンパ	5040-4669		チェックアウト。
リークテストキット	G4556-67010	1	
<b>バイアル加圧接続キット</b>			
配管、吸引後、1650 mm	1530-2239	1	HS バイアル圧力フィッティングとガス供給の接続。
ナット、ステンレス製、1/16 インチ配管	0100-0053	1	吸引後配管の 1/16 インチ端と HS バイアル圧力フィッティングの接続。
フェラルセット、ステンレス製、1/16 インチ配管	0100-1490	1	
ナットおよびフェラルセット、1/8 インチ Swagelok、ステンレス製	5181-7482	1	配管の 1/8 インチ端とガス供給の接続。
<b>トランスファライン接続キット</b>			
ヒューズドシリカ、不活性、内径 0.530 mm x 長さ 5 m	160-2535-5	1	トランスファライン。
フィッティング、内部レデューサ、1/16 インチ ~ 1/32 インチ	0100-2594	1	トランスファラインの接続。
フェラル、ポリアミドグラファイト 1/32 インチ	0100-2595	1	トランスファラインの接続。
トランスファラインサポートアセンブリ	G3504-60620	1	GC 注入口のトランスファラインのサポート。ブラケット、クランプ、刻み付きつまみねじで構成。
配管、吸引後、1650 mm	1530-2239	1	HS キャリアフィッティングと、GC 注入口フローモジュールからのガス供給の接続。

表2 ヘッドスペースサンブラ付属部品（続き）

説明	部品番号	数量	用途
ユニオン SS 1/16 インチ配管	0100-0124	1	吸引後配管の 1/16 インチ端と GC 注入口キャリアライン開口端の接続。
カラムウェハカッター	5181-7487	1	フューズドシリカトランスファラインのトリム。
キャップ、1/16 インチ、ステンレス製	0100-0050	1	SSL または MMI 注入口キャリア配管の切断端のキャップ。
ナットおよびフェラルセット、1/8 インチ Swagelok、ステンレス製	5181-7482	1	吸引後配管の 1/8 インチ端と HS の接続。
ナット、ステンレス製、1/16 インチ配管	0100-0053	1	SSL または MMI 注入口キャリア配管の切断端のキャップ。
フェラルセット、ステンレス製、1/16 インチ配管	0100-1490	1	
トランスファライン用セプタムリテナナット	G3452-60835	1	GC SSL または MMI 注入口のトランスファラインのサポート
ライナー、ダイレクトコネク、内径 2 mm、不活性	5181-8818	1	チェックアウト用 GC SSL または MM 注入口ライナー
O-リング、2-010、フッ素ゴム、5/pk	5188-6405	1	GC SSL または MM 注入口ライナー O-リング。
セプタム、11 mm 低ブリード、5/pk	5182-3413	1	GC SSL または MM 注入口セプタム（チェックアウト用）

## サイト準備を確認する

サイト準備マニュアルに従ってサイトが準備されているかどうかを確認します。十分な設置スペース、電源コンセント、サブライ、ガス、トラップ、必要なアクセサリなどが使用できる必要があります。

## GC およびデータシステムを準備する

ガスクロマトグラフをまだ取り付けていない場合は取り付け、そのパフォーマンスを確認してから、HS の据付を開始します。

- GC を据え付けます。
- データシステムを据え付けます。
- GC とデータシステムのパフォーマンスを確認します。
- GC のすべての加熱部を安全な取扱い温度まで冷却します（特にカラムオープンと注入口）。HS の据付には、キャリアガスを止めることが必要です（高温のカラムを破損する場合があります）。HS の据付では GC 注入口に触れる必要があります（高温でやけどの原因になる場合があります）。
- 追加 HS コントロールソフトウェアをご購入の場合は、データシステムの据付後にインストールします。



## ヘッドスペースサンブラを GC に接続する方法を決定する

ヘッドスペースサンブラを GC に接続する方法は、以下によって決まります。

- GC モデル
- GC 注入口タイプ
- オプションの HS アクセサリ
- これと同じ GC 注入口を他の注入タイプでも使用する必要があるかどうか (ALS またはマニュアル、など)

表 3 を参照してください。ご使用のハードウェアやニーズに最適な接続を決定します。

**表 3** サポートされているヘッドスペースサンブラと GC 間の接続およびコントロールモード

注入口タイプ	GC モデル	接続タイプ	対応 HS キャリア モード	コメント
<b>推奨コンフィグレーション</b>				
スプリット / スプリット レス、マル チモード	7890, 7820, 6890, 6850, 5975T	セプタムヘッドを 通るトランスファ ライン	<ul style="list-style-type: none"> <li>• GC コントロー ルキャリア流量</li> <li>• GC + HS (追加) *</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 標準コンフィグレーション。</li> <li>• オートサンブラまたはマニュアル注入の ために切断可能。</li> <li>• キャリア流量の GC コントロールを使用 し、HS 以外の注入で HS をオンにする必 要がある。</li> <li>• 頻繁なカラム変更に対応。</li> </ul> <p>オプションハードウェア：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• G4562A キャリアガス EPC モジュールア クセサリ。</li> <li>• ヘッドスペース用 G3521A 7890A S/SL MMI ウェルドメント (7890A、5975T 専用)。</li> </ul>
スプリット / スプリット レス、マル チモード	7890	G3520A トランス ファラインイン ターフェースアク セサリ	GC コントロール キャリア流量	<ul style="list-style-type: none"> <li>• ハードウェアを変更せずに、HS と ALS を交互に使用できる。</li> <li>• トランスファラインがセプタムを迂回す るため、分析間の二次汚染が減少する。</li> <li>• 低温箇所を低減し、高質量アルケン (C40) などの検体を使用するサンプルの パフォーマンスを改善する設計。</li> <li>• 幅広い分析に最高のパフォーマンスを提供。</li> <li>• 頻繁なカラム変更に対応。</li> <li>• 漏れの可能性の低減。</li> <li>• キャリア流量の GC コントロールを使用 し、HS 以外の注入で HS をオンにする必 要がある。</li> </ul> <p>必要なハードウェア：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• G3520A トランスファラインインター フェースアクセサリ。</li> <li>• 1/16 インチステンレス製配管。</li> </ul> <p>オプションハードウェア：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• G4562A キャリアガス EPC モジュールア クセサリ。</li> </ul>

\* G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリが必要

表3 サポートされているヘッドスペースサンブラと GC 間の接続およびコントロールモード（続き）

注入口タイプ	GC モデル	接続タイプ	対応 HS キャリア モード	コメント
ボラタイル インター フェース	7890, 6890	ボラタイルイン ターフェースにト ランスファライン を直接接続。	GC コントロール キャリア流量	<ul style="list-style-type: none"> <li>追加流量のサポートなし。</li> <li>高感度。</li> <li>少量の注入が可能。</li> <li>最も不活性。</li> <li>頻繁なカラム変更には推奨しない。</li> <li>ALS またはマニュアル注入をサポートしない。</li> </ul> 必要なハードウェア： <ul style="list-style-type: none"> <li>張力緩和アダプタ。</li> </ul>
<b>オプションコンフィグレーション</b>				
スプリット / スプリット レス、マル チモード	7890, 7820, 6890, 6850, 5975T	セプタムヘッドを 通るトランスファ ライン	<ul style="list-style-type: none"> <li>HS コントロール キャリア流量*</li> <li>GC + HS（追加）*</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>オートサンブラまたはマニュアル注入のために切断可能。</li> <li>キャリア流量コントロールは GC を使用したコントロールほど強力ではない。</li> </ul> 必要なハードウェア： <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリ。</li> </ul>
ページ付き パッキド	7890, 7820, 6890, 6850	セプタムヘッドを 通るトランスファ ライン	GC + HS（追加）*	<b>HS でのページ付きパッキド注入口の使用は推奨されていません。</b> トランスファラインを通る流量は高くする必要があり、それによってピークが広がります。使用する場合は、ページ付きパッキド注入口からの少量の流量のみを設定します（注入口セプタムをスweepするため）。HS 追加流量を使用して、メインカラム流量を提供します。 <ul style="list-style-type: none"> <li>頻繁なカラム変更に対応。</li> <li>オートサンブラまたはマニュアル注入のために切断可能。</li> <li>複数の流量で実験し、分析を最適化する必要がある。</li> </ul> 必要なハードウェア： <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリ。</li> </ul>

\* G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリが必要

表 3 サポートされているヘッドスペースサンブラと GC 間の接続およびコントロールモード（続き）

注入口タイプ	GC モデル	接続タイプ	対応 HS キャリア モード	コメント
クールオン カラム	7890, 6890, 6850	セプタムヘッドを 通るトランスファ ライン	GC コントロール キャリア流量	<p><b>HS でのクールオンカラム注入口の使用は推奨されていません。</b> 大部分の検体では、代わりに SSL や MMI を使用して、HS 6 ポートバルブへのトランスファラインを通るカラムを分析します（トランスファラインに 530 μm を超えるカラムを使用することは推奨されていません。それ以上の内径のカラムは、この用途ではサポートされていません）。カラムを直接 HS サンプリングバルブに接続する場合、ほとんどの検体に向けたスプリット流量を小さくして、注入口からのセプタムのスweepを少量にし、HS がほとんどの流量を提供するようにします（0.1 : 1 など）。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ トランスファラインを通る流量は大きくする必要があり、それによってピークが広がる。</li> <li>・ 頻繁なカラム変更に対応。</li> <li>・ 取り外してオートサンブラまたはマニュアル注入に対応することができるが、ALS の再調整や注入口ハードウェアの変更が必要になることがある。</li> <li>・ 複数の流量で実験し、分析を最適化する必要がある。</li> <li>・ クールオンカラム注入口を使用して、トランスファラインをカラムに接合することは推奨しない。</li> </ul> <p>必要なハードウェア：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリ。</li> <li>・ トランスファラインのサイズに合わせたクールオンカラム注入口ハードウェア。</li> </ul>
Agilent 以外	Agilent 以外	ユーザーが接続方 法を決定	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ GC + HS（追加）*</li> <li>・ HS コントロールキャリア流量</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 最適なモードを決定し、同様の Agilent ハードウェアに基づくケースを使用。</li> </ul> <p>必要なハードウェア：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリ。</li> </ul>

\* G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリが必要

## HS チェックアウトに必要な GC 部品を取り付ける

HS チェックアウトには、表 4 に記載された GC 部品が必要です。HS の据付前にそれらを取り付けてください。詳しくは、GC ユーザーマニュアルを参照してください。

表 4 HS パフォーマンス確認に必要な GC 部品

説明	部品番号
<b>GC チェックアウトカラム :</b>	
7890, 7820, 6890:	19091J-413
6850:	19091J-413E
<b>MS または MSD をご使用の場合 :</b>	
7890, 7820, 6890:	19091S-433
6850:	19091S-433E
5975T:	G3900-63001
ヘリウムキャリアガス	
スプリット / スプリットレスまたはマルチモード注入口用	
ライナー	5181-8818*
ライナー O- リング	5188-6405*
<b>FID または NPD を使用する場合</b>	
メークアップガス	窒素またはヘリウム
<b>μECD を使用する場合</b>	
メークアップガス	窒素またはアルゴン / メタン
* HS に付属。	

必要に応じて、カラムおよびその他の品目をコンフィグレーションします。

## ヘッドスペースサンプラを点検する

### 警告

機器には大きな重量があります。機器の取り扱いには細心の注意を払い、部品の持ち上げは2人で行ってください。1人で持ち上げると、怪我を負う可能性があります。

ヘッドスペースサンプラ（HS）の輸送用コンテナを確認します。

- 1 輸送用コンテナに損傷がないかどうか確認します。コンテナに損傷がある場合、または圧力を受けた形跡がある場合は、運送業者とお近くの弊社営業所の双方にお知らせください。

運送業者が検査できるよう、届いた荷物はすべてそのままにしておきます。

- 2 届いた品目を梱包明細書と照合します。不明な点がある場合は、すぐにお近くの弊社営業所までご連絡ください。

輸送用コンテナは、内容に不足がないことを確認し、機器パフォーマンスを検証するまで保管します。

## ヘッドスペースサンプラを設置台に置く

HS では、その重量および併せて使用するその他の機器の重量を支えることのできる設置台が必要です。その領域には、冷却を妨げ、機器上部に手が届きにくくなるような障害物がかからないようにします。

### 警告

**機器には大きな重量があります。機器の取り扱いには細心の注意を払い、部品の持ち上げは2人で行ってください。1人で持ち上げると、怪我を負う可能性があります。**

- 1 輸送用ボックスから HS を取り出します。
  - 慎重に機器の周辺から梱包用フォームを取り除きます。フォームはトランスファラインも固定しています。
- 2 HS を設置台に置きます。ガスと電源が使用できることを確認します。その他必要な機器を HS のそばに配置します。**GC の右側のみに取り付けます。**
- 3 キャップと梱包を外します。

ユニット背面のガス注入口とベントフィッティングに、保護キャップが付いています。

トランスファラインを機器に固定する出荷用テープを外します。

12 バイアルモデルでは、トレイカバーを持ち上げてトレイから梱包剤を取り除きます。



**注意**

トレイガントリはフォーム梱包剤のみで固定されています。慎重にトレイを開梱してください。トレイを持ち上げるとガントリが動くようになります。

---

**4** トレイを購入された場合は開梱します。

トレイの出荷用テープとパッキンネジを確認し、取り外します。パッキンネジには、識別用の付箋が付いています。テープまたはパッキンネジを取り外します。

## コンフィグレーションプラグを取り付ける

使用する前に、HS の電源コンフィグレーションを設定します。

### 使用可能な電源コンフィグレーションを確認する

- 1 ヘッドスペースサンプラに付属するコンフィグレーションプラグを見つけます。コンフィグレーションプラグのラベルに記載された電圧と、設置場所の電源電圧を比較します (100 VAC をご使用の日本のお客様の場合、ユニットは 120 VAC で外部 100 V/200 V 昇圧器が付属しています)。表 5 を参照してください。

**表 5** ヘッドスペースサンプラの電源コンフィグレーションプラグ

部品番号	電圧	色
G4556-60390	120 VAC	茶
G4556-60400	200 VAC	赤
G4556-60410	220 VAC	オレンジ
G4556-60420	230 VAC	黄
G4556-60430	240 VAC	バイオレット

- 2 ヘッドスペースサンプラに付属する電源コードを見つけます。電源コードの対応地域と電圧が適切であることを確認します。

### 警告

主電源電圧の測定では、危険な電流に触れる場合があります。このステップは、訓練を受けた技術者のみが行うようにしてください。

電源コンセントの電圧を測定し、表 6 に記載されている許容要件を満たすことを確認します。



表 6 消費電力

製品	電源電圧 (VAC)	周波数 (Hz)	最大消費電力 (VA)	定格電流 (amps)	電源出力定格電流
111 バイアルモデル	100*/120 単相 (-10% / +10%)	50/60	850	6.2	10 アンペア、専用
111 バイアルモデル	200/220/230/240 単相 / スプリットフェーズ (-10% / +10%)	50/60	850	3.8/3.4/3.3/3.1	10 アンペア、専用
12 バイアルモデル	100*/120 単相 (-10% / +10%)	50/60	850	6.2	10 アンペア、専用
12 バイアルモデル	200/220/230/240 単相 / スプリットフェーズ (-10% / +10%)	50/60	850	3.8/3.4/3.3/3.1	10 アンペア、専用

\*100 V 電源（日本）でご使用のユーザーは、100 V/120 V 昇圧器付きの 120 V US 電源オプションが提供されます。

## コンフィグレーションプラグを取り付ける

以下の手順でコンフィグレーションプラグを取り付けます。

### 警告

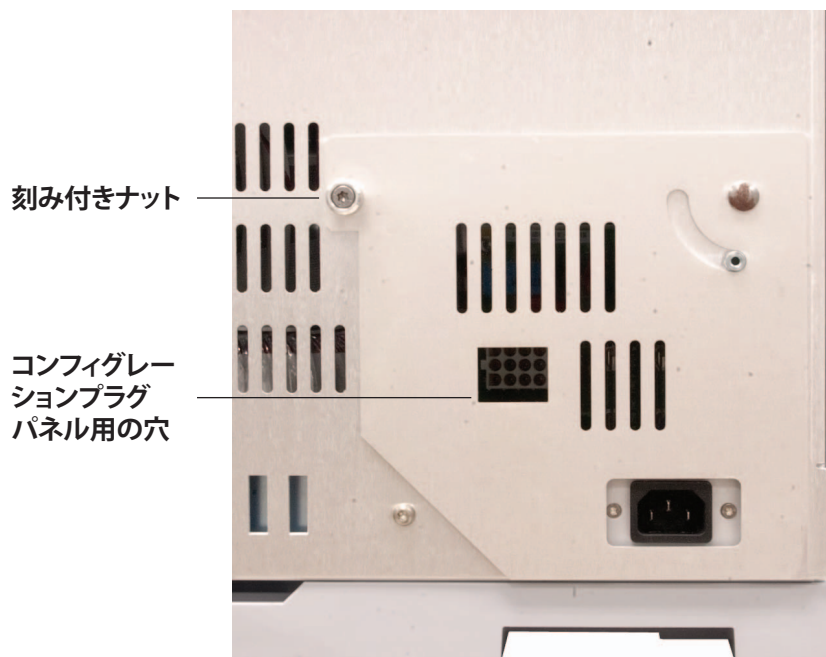
この手順は、Agilent の訓練を受けた技術者のみが行うようにしてください。

### 注意

コンポーネントは静電気によって損傷することがあります。この手順を行う際には、必ず GC シャーシに接地されている ESD ストラップを着用してください。

## 1 据付

- 1 HS の背面右下隅にある AC ボードのカバープレートの位置を確認します。



- 2 カバープレートの T-20 トルクスネジを緩め、カバープレートを回して AC ボードが見えるようにします。



- 3 コンフィグレーションプラグを AC ボードに取り付けます (コネクタ P4)。図 1 を参照してください。

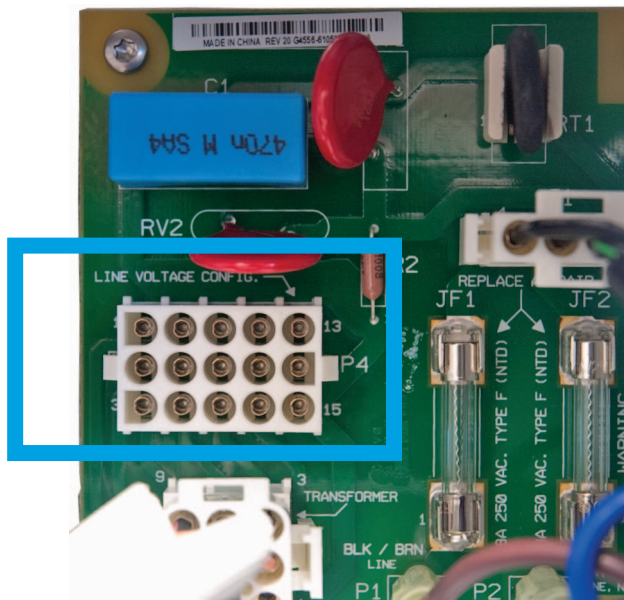


図 1 AC ボードの拡大図

- 4 プラグが見えなくなるまでカバープレートを回転させます。ネジを再度取り付けて、固定します。定格電力ラベルがカバープレート越しに見えます。

プレートが閉じない場合は、コンフィグレーションプラグを確認します。

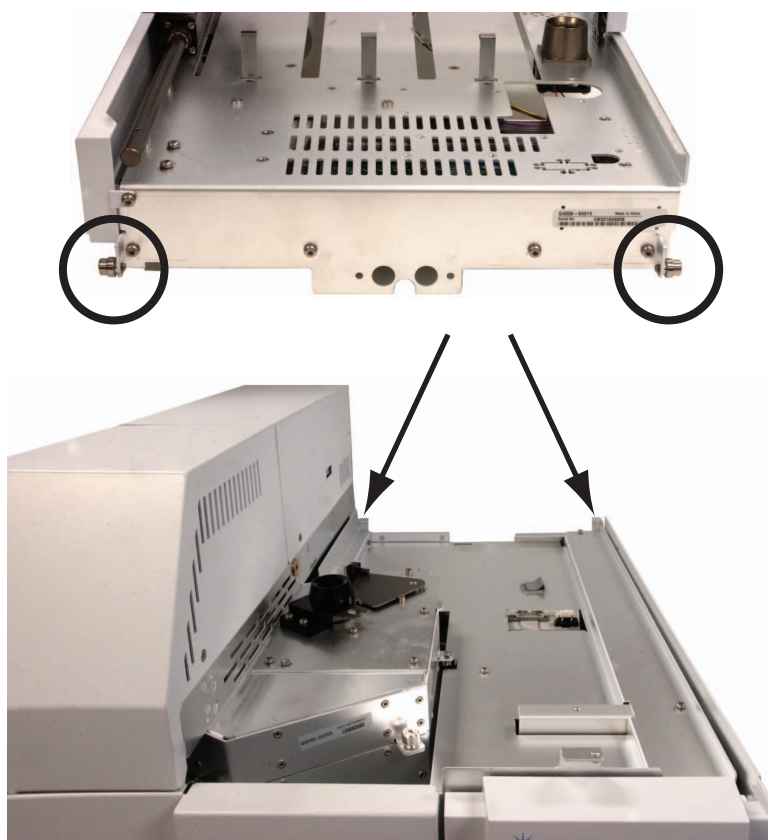


## 1 据付

## バイアルトレイを取り付ける（111 バイアルモデルのみ）

111 バイアル 7697A ヘッドスペースサンプラモデルを購入されていない場合は、次のセクションに進みます。

ヘッドスペースサンプラトレイは、機器の右上に取り付けます。トレイ背面の2本のローラーを、HS シャーシ上部の取り付けクリップにスライドさせます。



## 1 据付

- 1 トレイを持ち上げてヘッドスペースサンプラのシャーシに載せ、トレイ背面の 2 本のローラーが HS シャーシの上に乗るようにし、トレイ前面がシャーシの数センチ上に来るようにします。



- 2 ローラーがシャーシのクリップにかみ合うまで、トレイを後退させます。図 2 を参照してください。

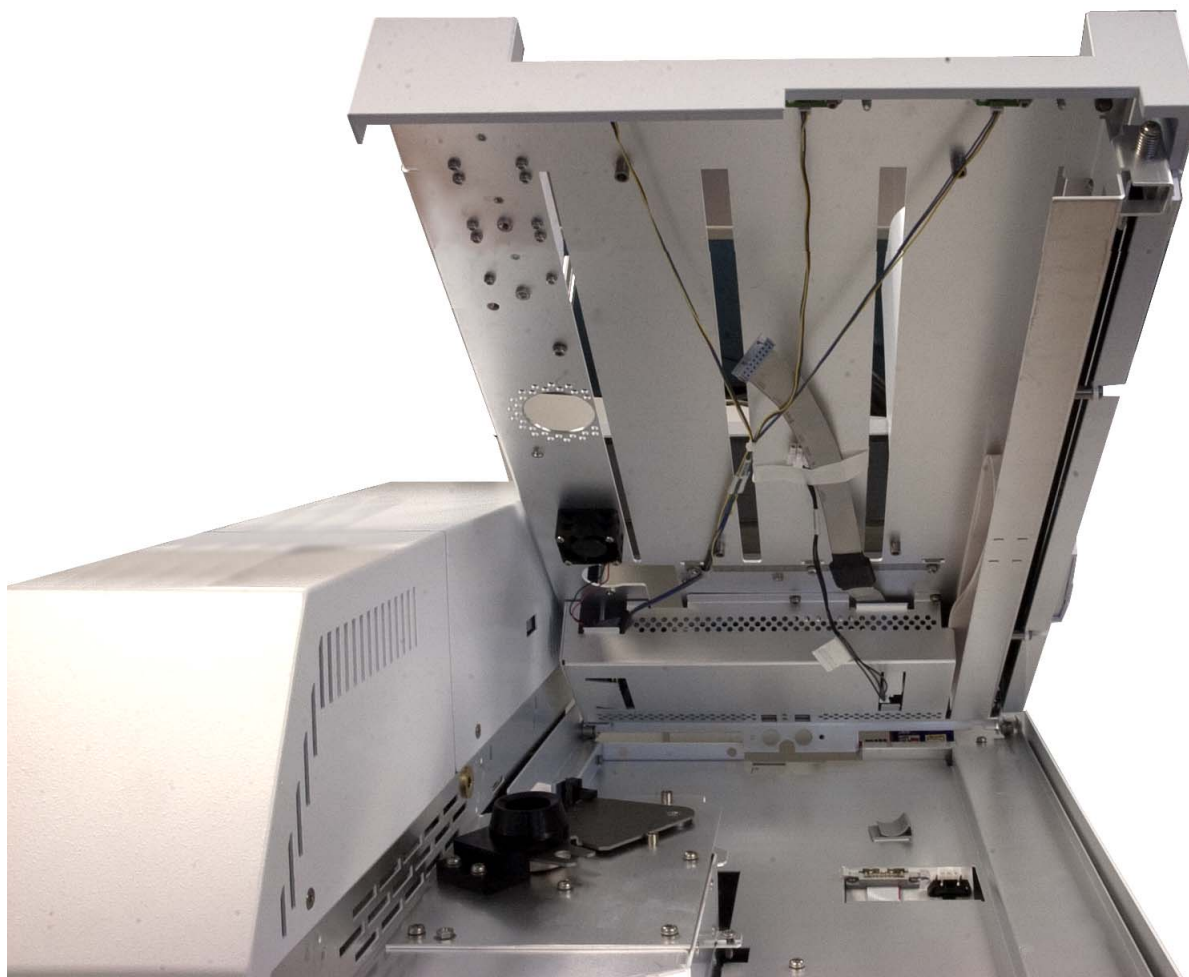


図2 トレイの設置

- 3 トレイコントロールケーブルをシャーシのコネクタに接続します。図 3 を参照してください。コントロールケーブルをシャーシのプラスチック製クリップに通します。
- ケーブルから出荷用テープを慎重に取り外します。
  - 終了すると、ケーブルがクリップに通っていることを確認します。





図3 ケーブルの接続と配線

- 4 トレイ前面をゆっくりと下ろします。バイアルオープンのアクセススルーホールをバイアルアクセスポートの縁に合わせます。トレイ前面を機器前面に合わせます。トレイは、機器シャーシに対して水平である必要があります。





- 5 必要であれば、トレイ背面に向かってガントリを静かにスライドさせます。



- 6 3つのバイアルラックをトレイに取り付けます。



## ケーブルを接続する

- 1 電源ケーブルを接続します。図 4 を参照してください。

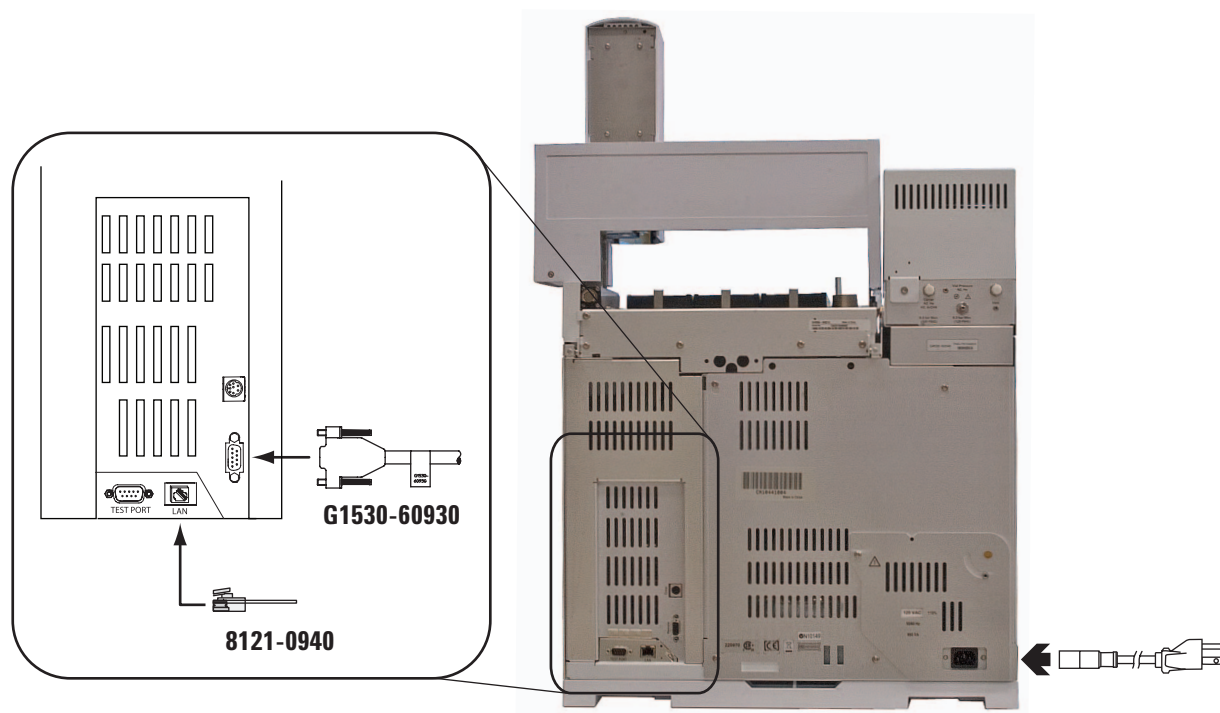


図 4 背面パネルの接続

- 2 LAN ケーブルを接続します。図 4 を参照してください。
- 3 APG リモートケーブルを接続します。図 4 から図 7 を参照してください。

## Agilent GC のケーブル図

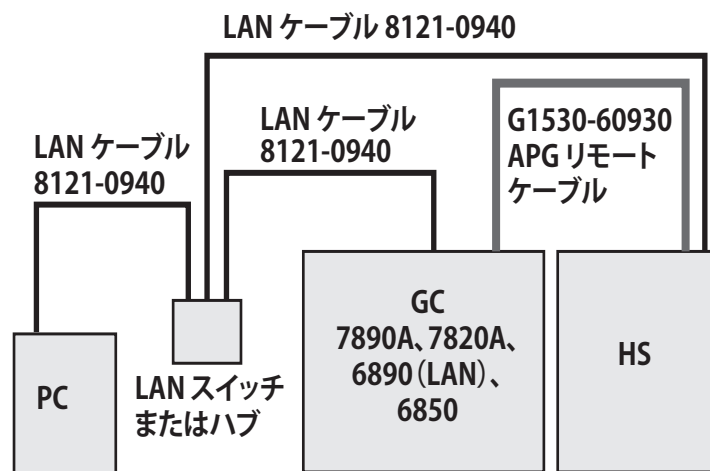


図 5 HS-GC (LAN)-PC

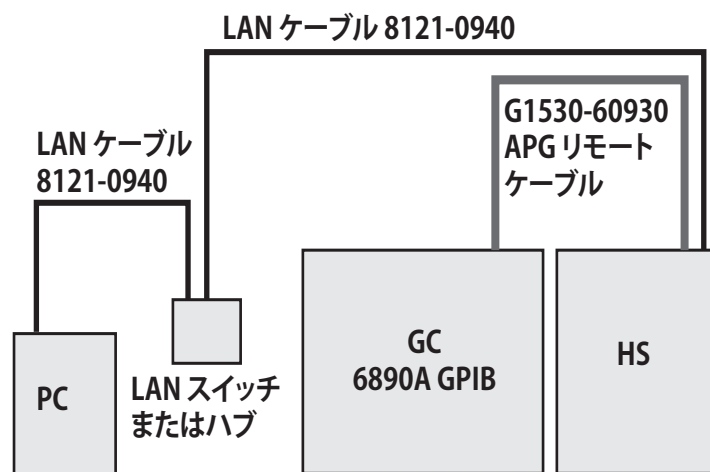


図 6 HS-GC (GPIB)-PC

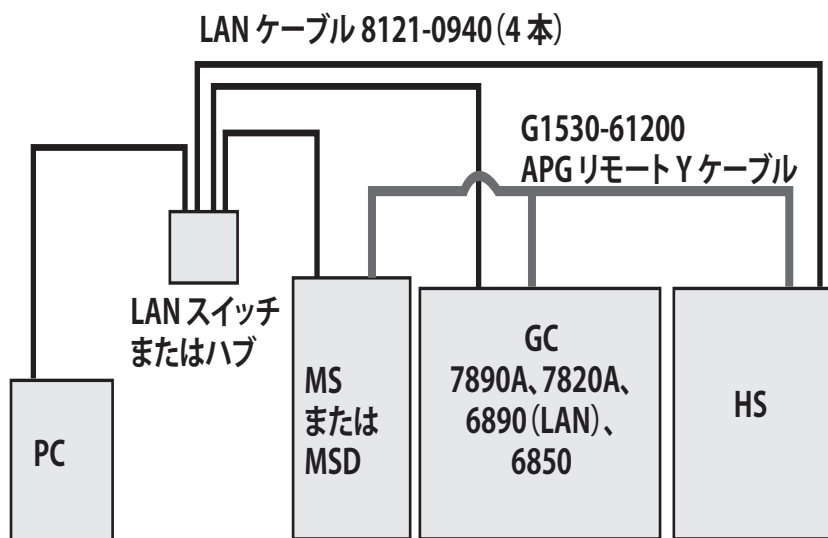


図 7 HS-GC (LAN) -PC-MS (または MSD)

## その他のシステム

Agilent 汎用リモート開始 / 停止ケーブル (G1530-60560) を使用して、Agilent 製品および非 Agilent 製品を同期します。図 8 および 図 9 を参照してください。

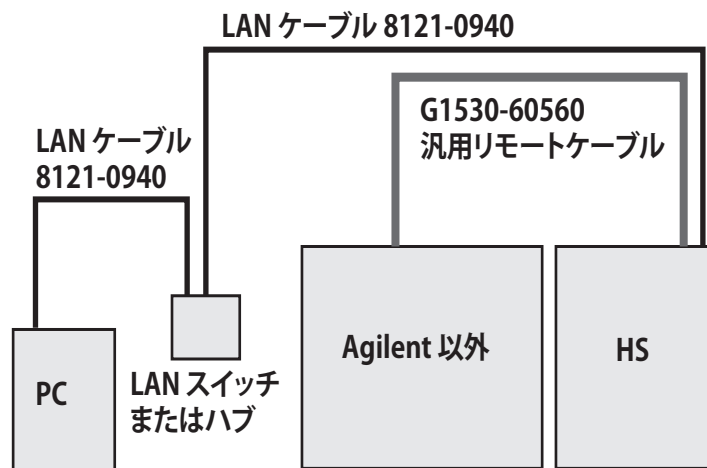


図 8 HS-GC (LAN) -PC-MS (または MSD)

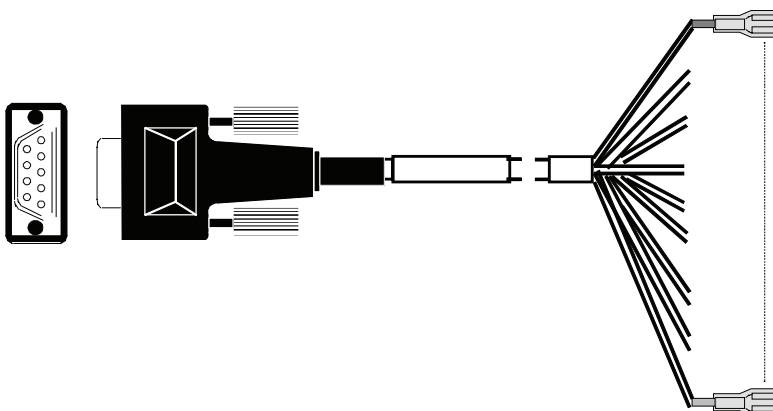


図 9 汎用リモート開始 / 停止ケーブル（Agilent 製品と非 Agilent 製品）

表 7 ケーブルの色とシグナル（汎用リモート開始 / 停止ケーブル）

ワイヤーの色	シグナル名
黒	アース
白	準備（low true）
赤	開始（low true）
グリーン	中継開始
茶	中継開始
青	未使用
オレンジ	準備完了（high true）
黄	停止（low true）
バイオレット	未使用

非 Agilent 製品への接続時に互換性を確保するには、シグナルレベル、ドライバとレシーバの回路、およびタイミングを詳しく知る必要があります。

## ガス供給を接続する

### 注記

Agilent では、バイアル加圧およびキャリアガスフィッティング周辺のシャットオフバルブ（付属品外）取り付けを推奨します。バルブを使用すると、トラブルシューティング時や非アクティブ時に HS を迅速に切り離すことができます。

Agilent では、[図 10](#) に示すように機器のガスを配管するハードウェアを提供しています。この例では、HS は注入口セプタム経由で 7890A GC に接続しています。GC がキャリアガスをコントロールします。バイアル加圧ガスはキャリアガスとは異なる配管に接続されています。

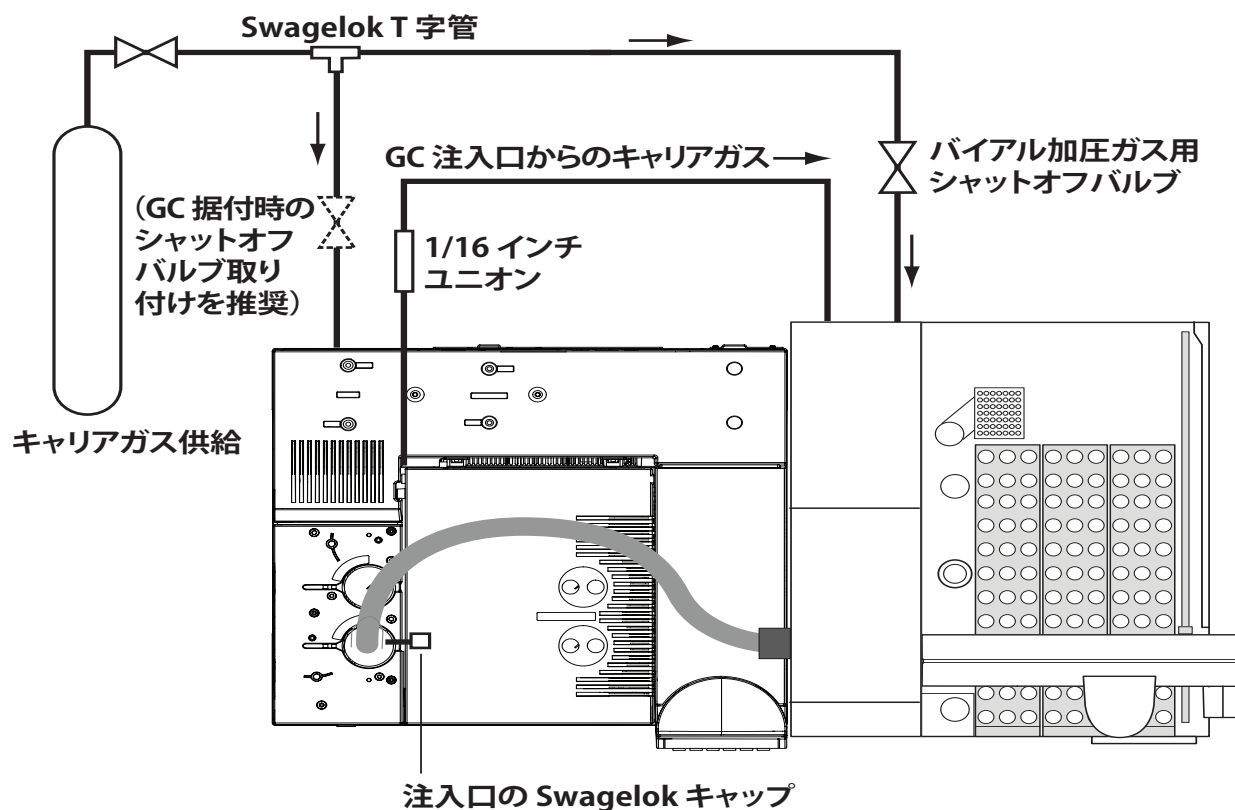


図 10 標準的な配管コンフィグレーション

HS で使用可能なガスタイプの概要については、[表 8](#) を参照してください。

表 8 HS で使用可能なガスタイプ

ガスタイプ	バイアル加圧	キャリア
ヘリウム	あり	あり
窒素	あり	あり
水素	なし	あり
アルゴン (5%) / メタン (95%)	なし	あり

### 注記

次の手順では、標準コンフィグレーションを想定しています。注入口 EPC モジュールを使用する GC キャリアガスコントロールで、[図 10](#) のとおりに配管します。また、GC がすでに配管され動作しており、GC がヘリウムキャリアガスを配管していることを前提にしています。

別の設定を行っている場合は、それに応じてガスを接続してください。

## バイアル加圧ガスを接続する

必要な材料：

- 1/8 インチ Swagelok ナットおよびフェラルセット、ステンレス製
- 1/16 インチ Swagelok ナットおよびフェラルセット
- 1/16 ～ 1/8 インチステンレス製フレア配管、長さ 1650 mm

必要なツール：

- 7/16 インチオープンエンドスパナ
- 5/16 インチオープンエンドスパナ
- 精密配管カッター

Swagelok の継ぎ手の詳細については、「[Swagelok の継ぎ手を作成する](#)」を参照してください。

### 警告

バイアル加圧ガスにはヘリウムまたは窒素のみを使用します。バイアル加圧には決して可燃性ガスを使用しないでください。バイアル加圧に可燃性ガスを使用すると、爆発の危険性があります。

- 1 バイアル加圧ガス供給をオフにします。
- 2 1/8 インチ Swagelok ナットおよびフェラルを使用して、1/8 インチのステンレス製配管のフレア側をガス供給に接続します。

- 3 1/16 インチナットおよびフェラルを使用して、1/16 インチのステンレス製配管の端を HS 背面の**バイアル加圧**フィッティングに接続します。
- 4 バイアル加圧ガス供給をオンにして、供給元圧を 410 kPa (60 psi) に設定します。
- 5 すべての外部フィッティングに漏れがないか調べます。リークを修正してから続行します。

## キャリアガスを接続する (GC 注入口キャリアガスコントロールを使用)

必要な材料：

- 1/16 インチ Swagelok ユニオン、ステンレス製
- 1/16 インチ Swagelok キャップ、ステンレス製
- 1/8 インチ Swagelok ナットおよびフェラルセット、ステンレス製
- 1/16 インチ Swagelok ナットおよびフェラルセット、ステンレス製
- 1/16 ～ 1/8 インチステンレス製フレア配管、長さ 1650 mm

必要なツール：

- 7/16 インチオープンエンドスパナ
- 1/4 インチオープンエンドスパナ
- 精密配管カッター

開始する前に、GC オープンが冷却されていることを確認します。GC キャリアガス流量を停止する必要があります。GC キャリアガス流量を停止すると、高熱のカラムが破損することがあります。

### 注記

次の手順では、マルチモードまたはスプリット / スプリットレス注入口を使用する 7890A GC を想定しています。その他の機器タイプも同様です。

### 注記

この手順では、HS をキャリアガスストリームにマニュアルで接続することを想定しています。ヘッドスペース用 G3521A、7890A S/SL MMI ウェルドメントアクセサリを購入された場合は、一部のステップをスキップできます。次を参照してください。この手順では他のアクセサリまたは注入口タイプを使用した据付については説明していません。

- 1 オンになっている場合は、キャリアガス供給をオフにします。
- 2 ALS インジェクタおよび GC 検出器カバーを GC から取り外します。

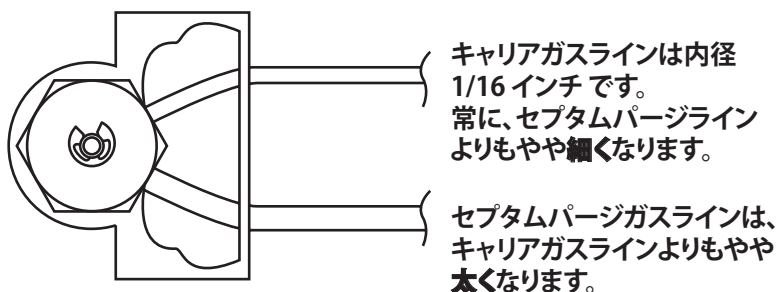


- 3 GC 空気圧カバーを取り外します（ベントラインを取り外す必要があります）。

#### 注記

ヘッドスペース用 G3521A 7890A S/SL MMI ウェルドメントを購入されている場合は、ここで取り付けます。ステップ 4 はスキップします。

- 4 注入口キャリアガス配管に接続します。
  - a 注入口キャリアガスラインの位置を確認します。注入口キャリアガスラインは 1/16 インチのステンレス製配管で、注入口 EPC モジュールと注入口を結び、通常はオープン上部の注入口キャリアカバーの横にあります。スプリット / スプリットレスおよびマルチモード注入口では、ステンレス製セプタムパージベントラインもあります。セプタムパージベントラインはキャリアガスラインより直径が大きく、EPC モジュール上のセプタムパージベントにつながります。



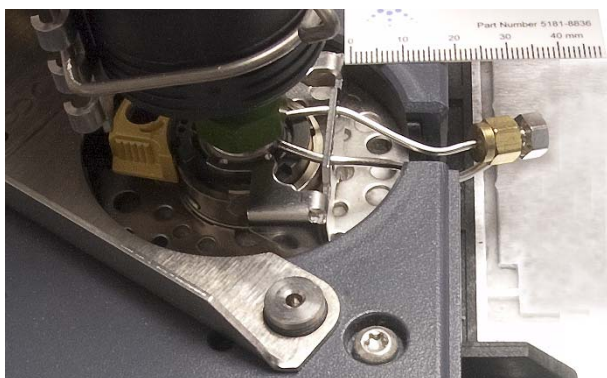
この例は 7890A マルチモード注入口です。他の注入口でも同様です。

- b 精密配管カッターを使用して、注入口につながるキャリアガスラインをセプタムヘッドから約 3 ～ 5 cm の所で切断します。

#### 注意

配管はできるだけ切口が正方形になるように切断します。配管がねじれないよう気をつけます。配管が変形しないようにしてください。切り口が斜めにならないようにします。

- c 出荷キットに含まれている 1/16 インチ Swagelok ナット、フェラル、キャップアセンブリを使用して、セプタムヘッドに注入口キャリアラインを差し込みます。



- 5 1/16 インチユニオンのオス側を、注入口 EPC モジュールからのキャリアガス配管のもう一方の端に取り付けます。

注記

完了すると、プラグからキャップを外し、さらに配管の両端を接続して、元のキャリア流量パスを再び組み立てられるようになります。

- 6 1/16 インチ Swagelok ユニオンの残りの半分を使用して、キャリアガス配管を [ステップ 5](#) で用意した EPC モジュールから、ステンレス製配管の小さいフレア（1/16 インチ）の側に接続します。
- 7 1/8 インチ Swagelok ナットおよびフェラルを使用して、ステンレス製配管の大きいフレアの側を HS の **キャリア** フィッティングに接続します。
- 8 キャリアガス供給をオンにします。供給圧力を 550 kPa (80 psi) に設定します
- 9 すべての外部フィッティングに漏れがないか調べます。リークを修正してから続行します。

## トランスファラインを GC に接続する

### 注記

この手順は、スプリット / スプリットレス、マルチモード、またはパージ付きパックド注入口の使用を前提にしています。別の注入口タイプを使用している場合は、『メンテナンス』マニュアルを参照してください。

この手順では、機器に付属しているフューズドシリカトランスファラインの据付について説明します。これ以外のトランスファラインを購入された場合は、次の 530  $\mu\text{m}$  ラインの代わりに、購入したトランスファラインを据え付けることができます。部品番号と手順については、『メンテナンス』マニュアルを参照してください。

必要な材料：

- 1/16 インチ内部レデュースユニオン
- 530  $\mu\text{m}$  フューズドシリカカラム
- 11 mm セプタム
- セプタムナットアダプタ (G3452-60835)

必要な工具：

- 3/16 インチオープンエンドスパナ
- 1/4 インチオープンエンドスパナ
- カラムウェハカッター

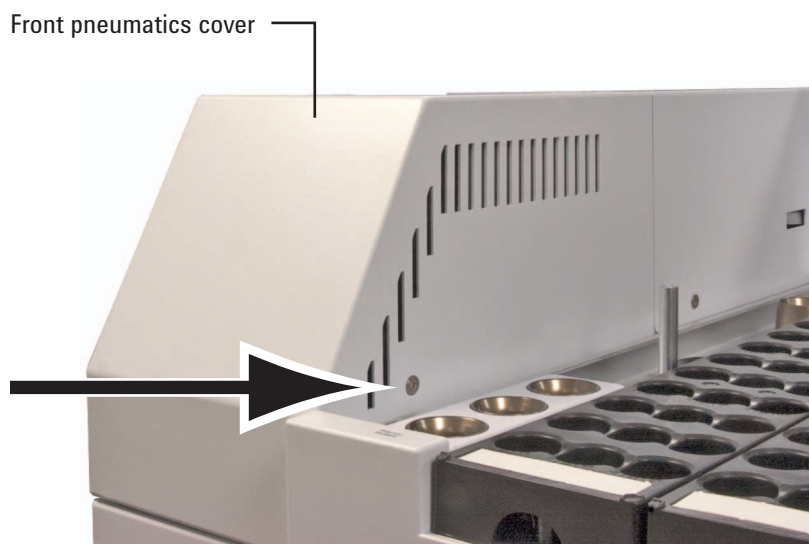
## トランスファラインにフューズドシリカ配管を取り付ける

### 注意

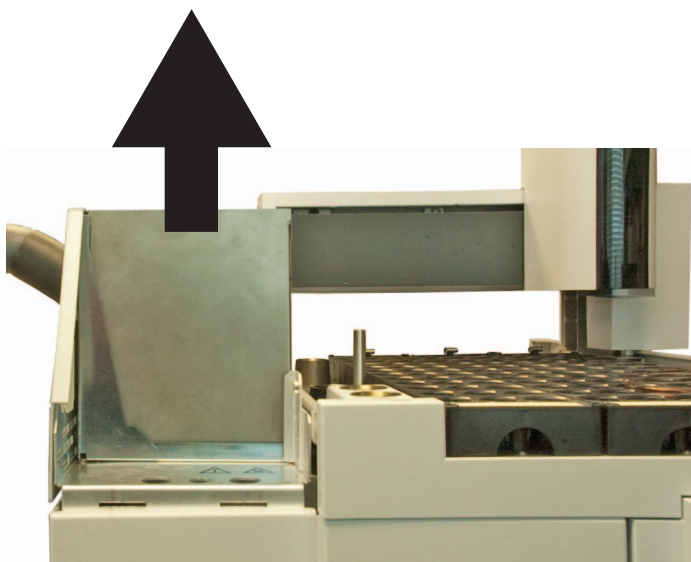
清潔なリントフリー手袋を着用して、汚れや皮脂による部品の汚染を防ぎます。

## 1 据付

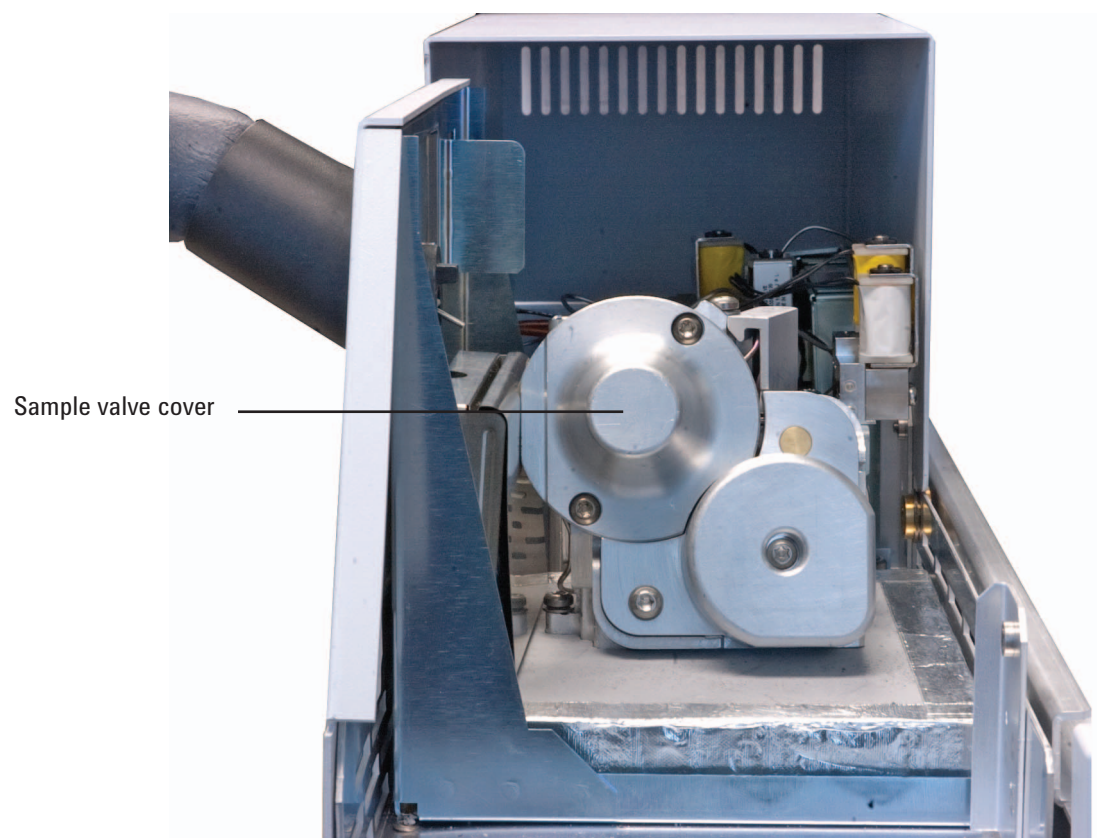
- 1 フロント空気圧カバーを取り外します。
  - a カバーを固定している T-20 ネジを取り外します。



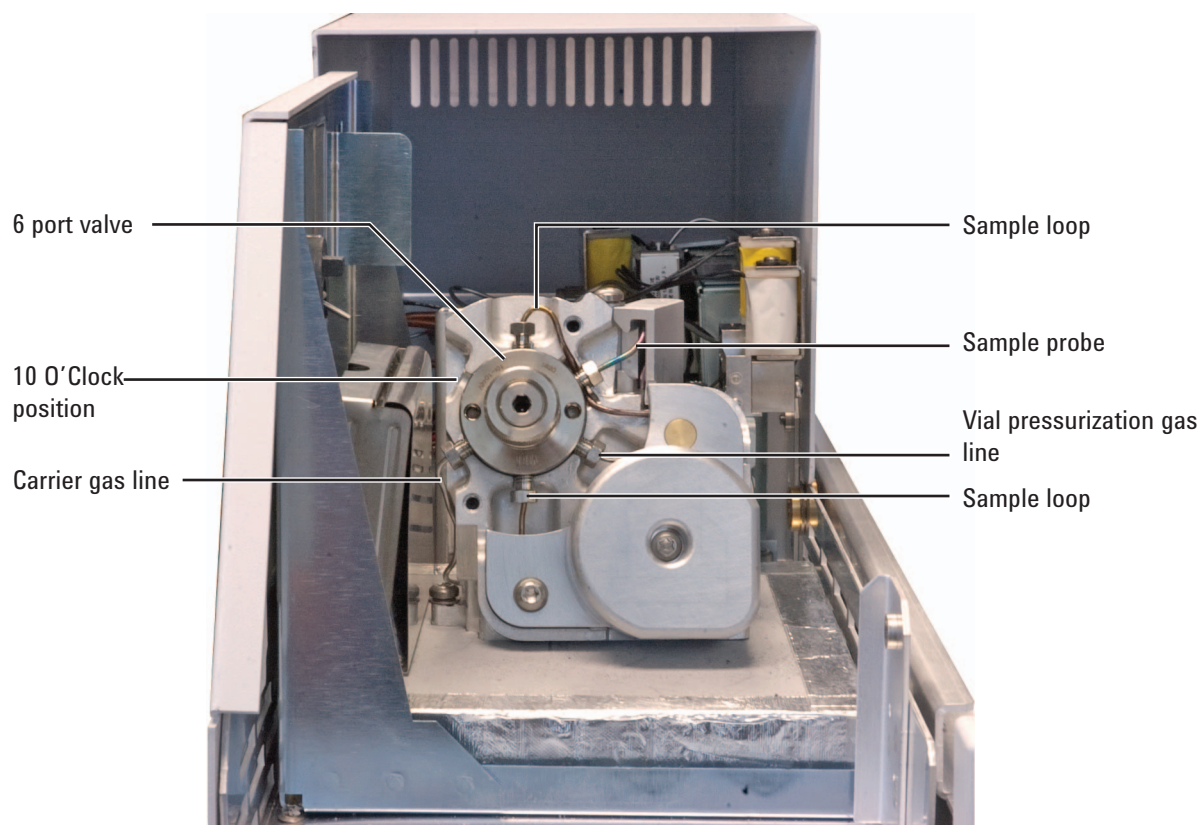
- b シャーシからカバーを抜き取り、持ち上げて外します。
- 2 加熱部カバーを HS からまっすぐに持ち上げます。



- 3 サンプルバルブカバーを固定している T-20 トルクスネジ 2 個を取り外してサンプルバルブカバーを取り外します。



- 4 下記に示すように、トランスファラインをバルブポートの 10 時の位置に取り付けます (バルブポート 3)。1/16 インチプラグを取り外します。後の使用に備えて、プラグを保管します。



- 5 HS 出荷用キットに入っていた 1/16 インチ内部レデューサをもう一度組み立てます。

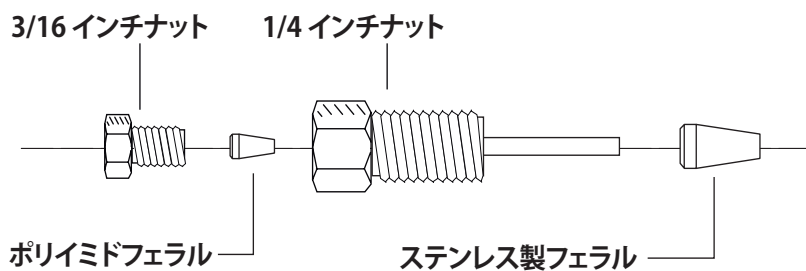


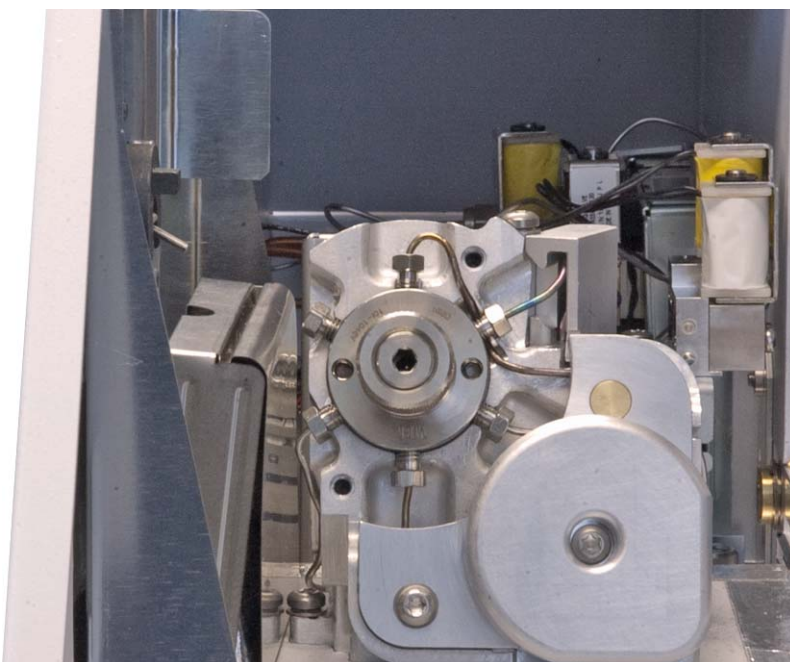
図 11 内部レデューサの部品



**警告**

ガラスまたはフューズドシリカキャピラリカラムの取り扱い、切断、または取り付けを行う場合、保護めがねを着用して飛散する断片から目を保護してください。刺し傷を防ぐため、カラムの扱いには注意してください。

- 6 ステンレス製フェラルをレデューサの 1/16 インチ配管側にスライドさせ、さらにオープンバルブポートに取り付けます (10 時の位置)。手で締めてから、さらに 1/4 回転します。

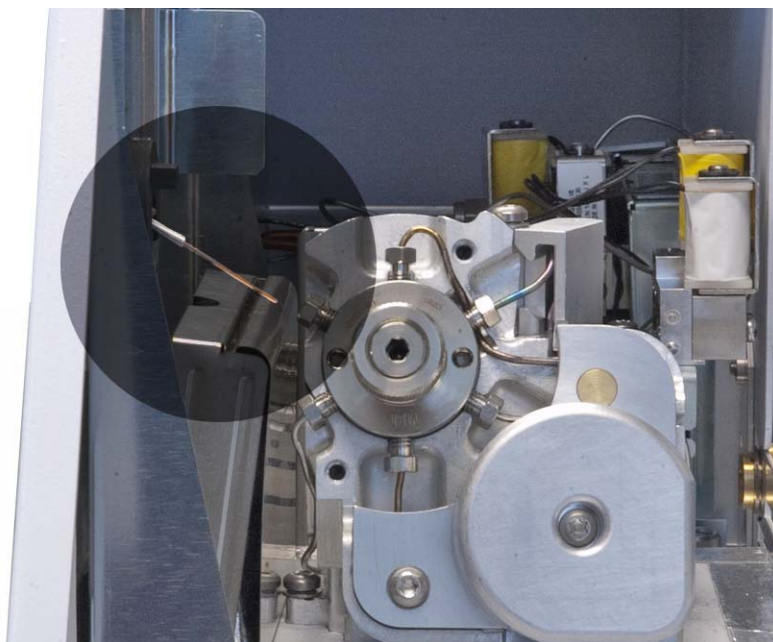


- 7 トランスファラインから保護キャップを取り外します。

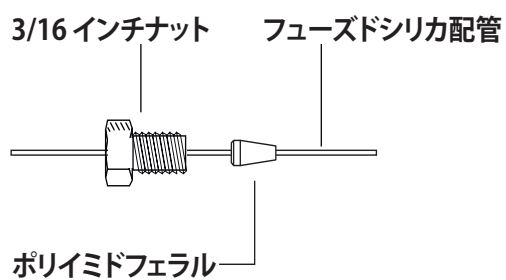


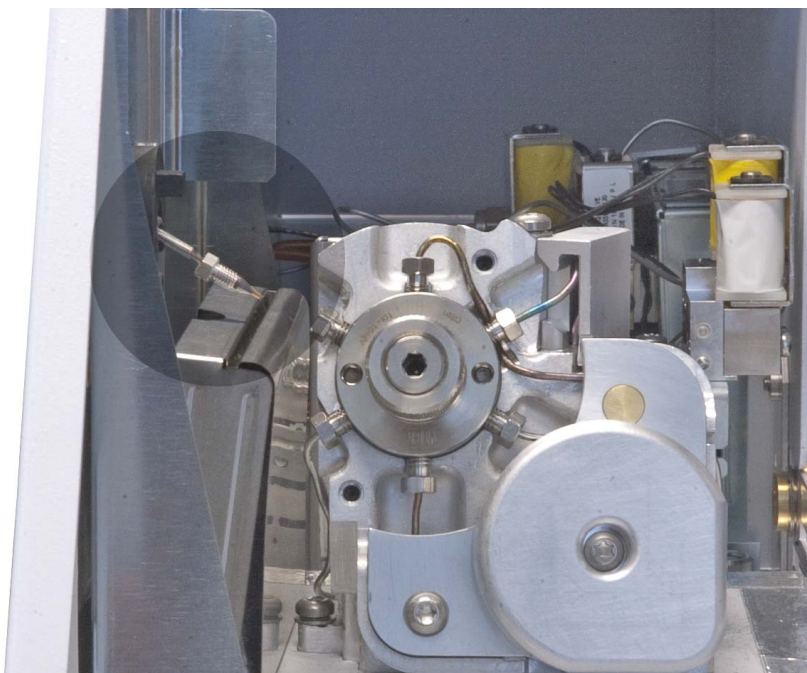
- 8 530  $\mu\text{m}$  液相なし不活性フューズドシリカ配管を約 1 m 伸ばします。GC に接続する開口端（6 ポートバルブ近くの端ではない）が 6 ポートバルブ近くに出てくるまで、配管をトランスファラインに静かに通します。





- 9 HS の端でフューズドシリカ配管を慎重に持ち、軽く押したり引いたりして、トランスファラインの中で破損していないことを確認します。フューズドシリカは前後に動くはずです。
- 10 以下の図のように、3/16 インチナットとポリイミドフェラルをフューズドシリカ配管に通して組み立てます。





- 11 カラムカッターを使用して、フューズドシリカの先端から約 1 cm 切り取ります。

注記

フューズドシリカカラムを切断する方法についての詳細は、HS メンテナンスマニュアルまたは GC メンテナンスマニュアルを参照してください。

- 12 フューズドシリカを内部レデューサに挿し込み、3/16 インチナットを緩く取り付けます。まだ締めないでください。
- 13 フューズドシリカ配管を内部レデューサの底面に達するまで静かにスライドさせます。3/16 インチナットを手で締め、さらに 1/4 回転します。トランスファラインを静かに引っ張り、接続をテストします。トランスファラインが、新しいフィッティングから外れないようにします。図 12 を参照してください。

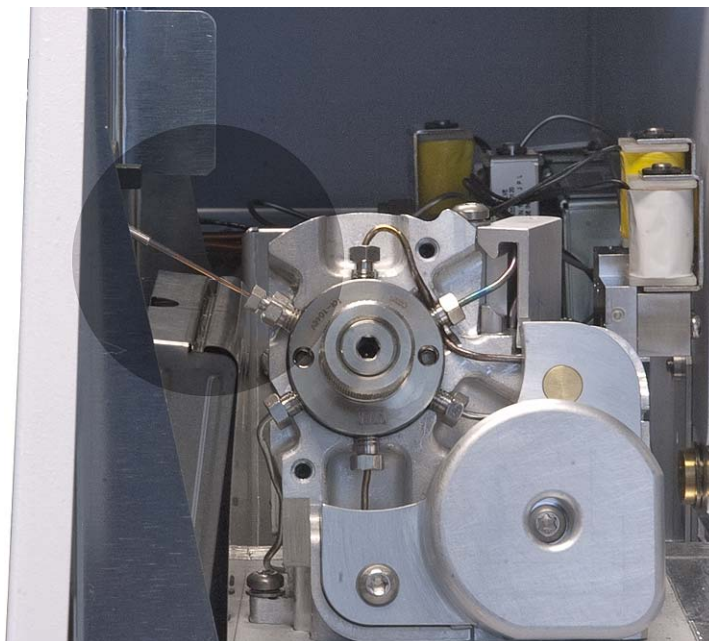
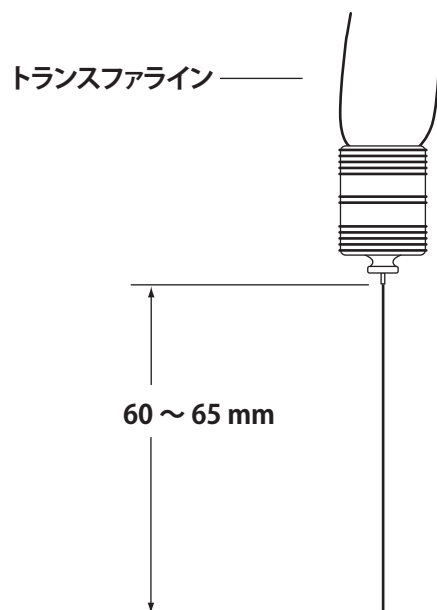


図 12 6ポートバルブに取り付けられたトランスファライン

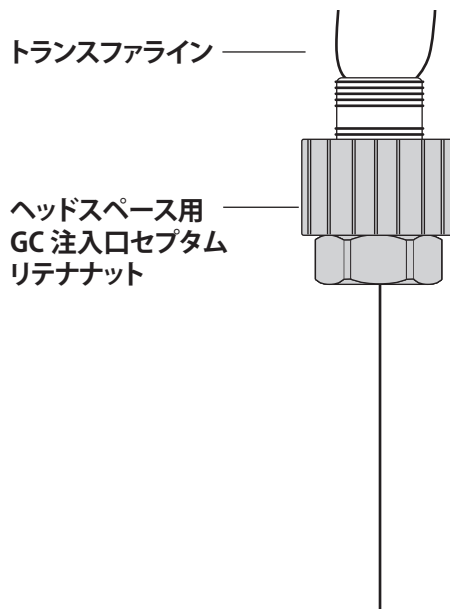
- 14 トランスファラインから 60 ～ 65 mm 出るように、フューズドシリカ配管の GC 注入口側の端を切り取ります。



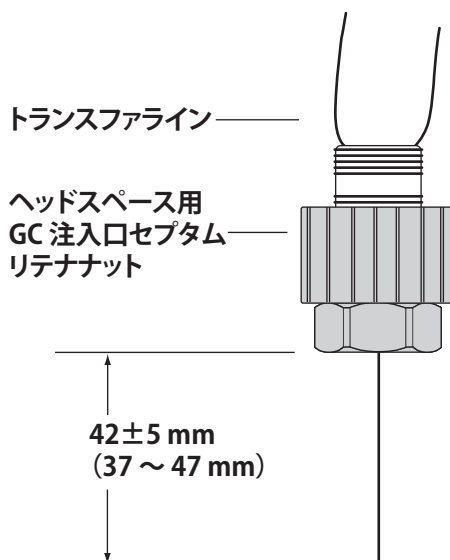
**警告**

加熱された GC オーブンや注入口、検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあります。高温になっている場合は耐熱手袋を着用して手を保護してください。

- 15 GC 注入口セプタムリテナナットを取り外します（手順については、GC メンテナンスマニュアルを参照してください）。
- 16 新しいセプタム（出荷キットに付属）を、HS に付属するセプタムリテナナットに取り付けます。
- 17 以下のように、フューズドシリカをトランスファラインからセプタムに通します。セプタムリテナナットを、そのままトランスファラインの端に触れるまで押し上げます。



- 18 最終的に  $42 \pm 5$  mm の長さ（セプタムリテナナットの一番下から測定）にフューズドシリカを切り取ります。



**注意**

フューズドシリカをまっすぐに GC 注入口に取り付けます。セプタムリテナナットは、注入口に簡単に通るはずですが、

- 19 セプタムリテナナットとトランスファラインを GC に慎重に取り付けます。フューズドシリカカラムは壊れやすいため、注意してください。GC 注入口上でセプタムリテナナットを手で締めます。

次のステップに向けて、セプタムリテナナットでトランスファラインをまっすぐに支えます。

## トランスファラインのサポートブラケットを取り付ける

以下のように、トランスファラインのサポートブラケットを取り付けます。このブラケットは、すべてのコンフィグレーションおよびすべての Agilent 注入口タイプと GC で使用します。

- 1 必要に応じて、トランスファライン横にある取り付け用の穴から既存の ALS ポストを取り外します。
- 2 トランスファラインサポートブラケットを注入口キャリアカバーに取り付けます。サポートブラケットの位置を特定する穴を、注入口 ALS インジェクタポストの穴、および取り付け用突起に合わせます。以下の図を参照してください。

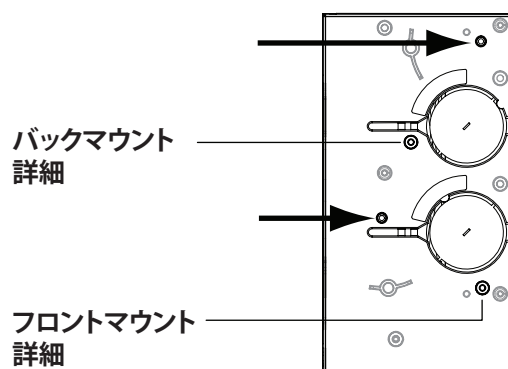


図 13 サポートブラケットの取り付け位置（7890A 注入口 キャリアカバー）

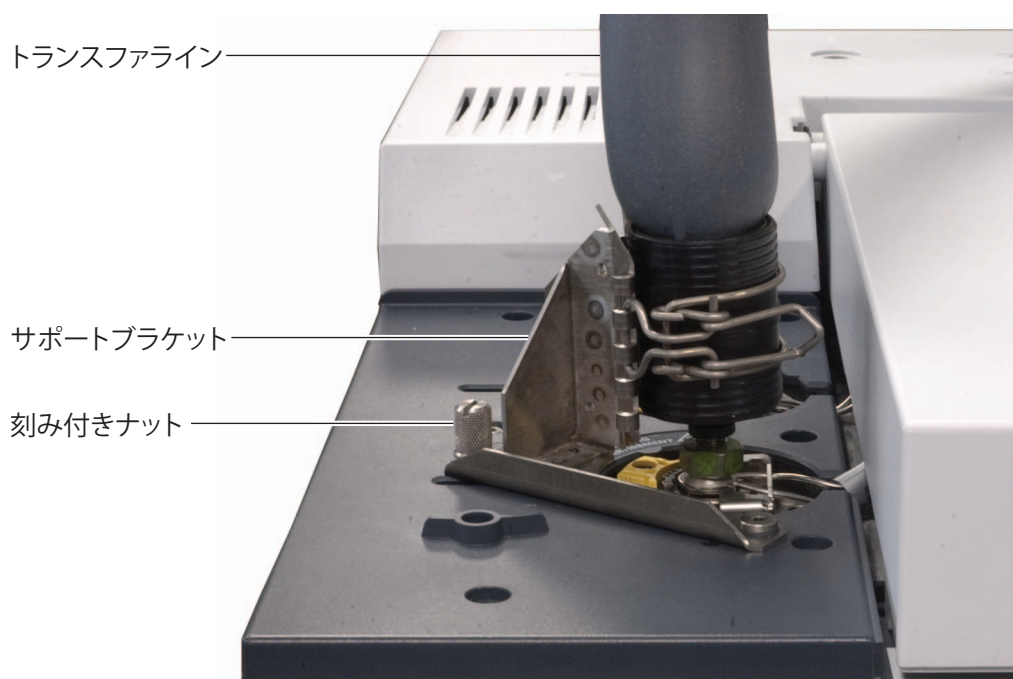


図 14 7890A 注入口に取り付けたトランスファライン

- 3 HS 出荷キットトランスファラインサポートアセンブリに付属の刻み付きつまみねじを見つけます。
- 4 刻み付きつまみねじを、トランスファラインサポートブラケットを通して注入口カバーに取り付けます。
- 5 クランプをブラケットに取り付けます。クランプを調整して、GC 上のできるだけ高い位置でトランスファラインを支えるようにします（図 14 を参照）。

## カバーを取り付ける

トランスファラインを取り付けた後、カバーを再度取り付けます。

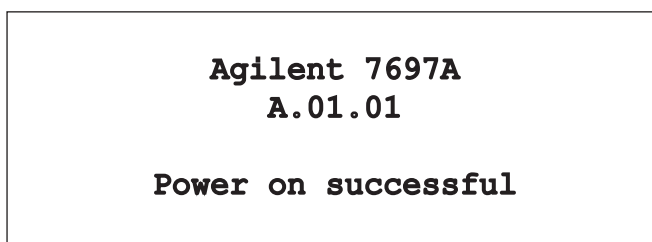
- 1 トランスファラインがカバーのスロットに通るように、サンプルバルブカバーをサンプルバルブ上の所定の位置に慎重に合わせます。T-20 ネジ 2 個で固定します。
- 2 ゆっくりと、加熱部カバーをバルブとトランスファライン上に下げます。カバーのスロットが、フューズドシリカトランスファラインとヒーターケーブル（6 ポートバルブ背面）の上になるように揃え、部品を損傷しないようにします。
- 3 フロント空気圧カバーを取り付け、T-20 ネジで固定します。

## ヘッドスペースサンプラをオンにする

- 1 ガス供給をオンにします。
- 2 ヘッドスペースサンプラをオンにします。



電源を入れた後、以下のような画面が表示されます。



ガスと HS がオンになり、バイアル加圧ガスが HS サンプリングシステムのパーズを開始します。



## IP アドレスを設定する

ネットワーク (LAN) を動作させるには、HS に IP アドレスが必要です。通常は、HS キーボードで IP アドレスを入力します。LAN 管理者にお問い合わせください。

### LAN アドレスをキーボードで設定するには

- 1 **[Option]** を押します。**[Communications (通信)]** までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 2 **[IP]** までスクロールします。HS の IP アドレスの数字を入力し (区切り記号はドット)、**[Enter]** を押します。機器の電源を入れ直しを求めるメッセージが表示されます。電源は入れ直さずに、**[Clear]** を押します。
- 3 **[GW (ゲートウェイ)]** までスクロールします。ゲートウェイ番号を入力して、**[Enter]** を押します。機器の電源の入れ直しを求めるメッセージが表示されます。電源は入れ直さずに、**[Clear]** を押します。
- 4 **[SM (サブネットマスク)]** までスクロールし、**[Mode/Type]** を押します。リストをスクロールして適切なサブネットマスクを選択し、**[Enter]** を押します。機器の電源の入れ直しを求めるメッセージが表示されます。電源は入れ直さずに、**[Clear]** を押します。
- 5 **[Reboot instrument (機器の再起動)]** までスクロールします。**[On/Yes]**、**[On/Yes]** と押して機器の電源を入れ直し、LAN 設定値を適用させます。

### DHCP サーバーを使用するには

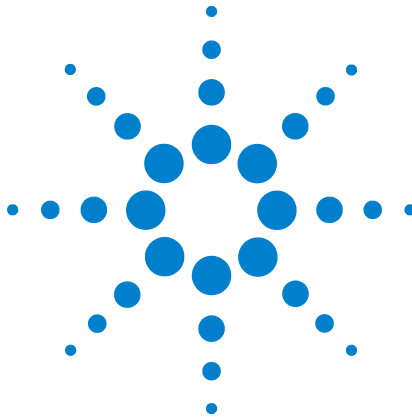
Agilent データシステムには DHCP をサポートしないものがあります。

- 1 **[Option]** を押します。**[Communications (通信)]** までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 2 **[Enable DHCP (DHCP を有効にする)]** までスクロールし、**[On/Yes]** を押します。プロンプトが表示されたら、機器をオフにしてからもう一度オンにします。

## ヘッドスペースサンプラをコンフィグレーションする

次に、ガスタイプ、バイアルサイズ、サンプルループサイズ、およびその他の重要情報を説明する詳細を入力します。

- 1 **[Config]** を押します。
- 2 ↑↓を使用して **[Vial Gas type]** までスクロールし、**[Mode/Type]** を押します。
- 3 ↑↓を使用してリストからバイアル加圧ガスタイプを選択し、さらに **[Enter]** を押します。
- 4 **[Loop Volume (ループ容積) (mL)]** までスクロールします。**[Mode/Type]** を押します。サンプルループ容積 (単位は mL) に **[1.0]** を選択し、さらに **[Enter]** を押します (すべてのヘッドスペースサンプラは出荷時に 1 mL サンプルループが取り付けられています)。
- 5 オプションの G4562A キャリアガス EPC モジュールアクセサリを注文した場合は、**[Carrier (キャリア)]** までスクロールします。**[Mode/Type]** を押します。チェックアウトの適切なコントロールモードを選択します。
  - HS がすべてのキャリアガスを GC に提供する場合は、**[GC Control (GC コントロール)]** を選択します (キャリアガスを GC に配管していない場合など)。
  - GC が自身のキャリアガス流量を引き続き提供する場合は、**[GC + HS Control (GC + HS コントロール)]** を選択します。この場合は、HS が注入時に十分な追加キャリアガス流量を提供して、チェックアウトサンプルを GC 注入口に押し出します。
- 6 **[APG polarity (APG 極性)]** までスクロールします。必要に応じて、**[Mode/Type]** を押して変更します。
  - Agilent GC では、**[Active high (高活性)]** を使用します。
  - Agilent GC 以外を使用する場合は、GC マニュアルを参照してください。



## 2 初めての起動

- HS にチェックアウトメソッドを読み込む 53
- 最初の接続を作成する 55
- チェックアウトメソッドパラメータを設定する 56
- Agilent データシステムを使用する場合 56
- チェックアウトメソッド GC パラメータ 56
- チェックアウトサンプルを準備する 59
- チェックアウトサンプルを分析する 60
- 結果を比較する 62
- メソッド準備（オプション） 65

このセクションでは、初めて Agilent 7697A ヘッドスペースサンプラ を起動し、そのパフォーマンスを確認する方法について説明します。また、フロントパネルと Agilent データシステムの双方を使用して動作を開始する方法を説明します。Agilent ChemStation バージョン B.04.03 ソフトウェアを取り上げていますが、説明は一般にすべての Agilent データシステムに当てはまります。データシステムのヘルプを参照してください。

ご自身の設定に当てはまるセクションを実行してください。



### 必要な工具と器材

必要な材料：

- ヘッドスペースのチェックアウトサンプル、5182-9733
- 平底ヘッドスペースバイアル、20 mL
- クリンプキャップ、ヘッドスペース、20 mm セプタム

必要なツール：

- 20 mm キャップ用エルゴノミクスマニュアルクリンパ
- 鉗子またはピンセット

チェックアウトサンプルキット（部品番号 5182-9733）には、5 mL のサンプルおよび 5  $\mu$ L マイクロピペット 1 箱が含まれています。

サンプルの組成は以下の通りです。

- $9.59 \pm 0.05\%$  n- ノナン (w/w)
- $0.348 \pm 0.002\%$  1,2- ジクロロベンゼン (w/w)
- $0.322 \pm 0.002\%$  ニトロベンゼン (w/w)
- $0.241 \pm 0.001\%$  tert- ブチルジスルフィド (w/w)

ドデカンマトリックス。

## HS にチェックアウトメソッドを読み込む

HS フロントパネルを使用して、チェックアウトメソッドを読み込みます。

- 1 **[Load] [Method]** を押します。
- 2 **[Checkout (チェックアウト)]** までスクロールし、それを選択してから、**[Enter]** を押します。

チェックアウトメソッドが読み込まれます。HS は初期状態への加熱、および流量調整を開始します。

フロントパネルに **[Ready (レディ)]** が表示されたら、チェックアウトサンプルの実行前に、HS サンプラを 25 ～ 30 分間安定させる必要があります。このホールド時間により、確実に熱が安定し、残留水蒸気またはその他の汚染物質がシステムからスweepされます。

参考のために、ヘッドスペースサンプラのチェックアウト設定値とコンフィグレーションを表 9 に示します。

**表 9 ヘッドスペースチェックアウトパラメータ**

コンフィグレーション	
バイアルガスタイプ	ヘリウム
ループ容積 (mL)	5
拡張ファンクション	
抽出モード	シングル
パージ流量	100.0
パージ時間	1.000
温度	
オープン	100.0 °C
ループ / バルブ	110 °C
トランスファライン	115 °C
時間	
GC サイクルタイム	4 min (FID、NPD) 5 min (μECD) 6.5 min (MS、MSD)
バイアル平衡化時間	7 min
圧力平衡化時間	0.15 min
注入時間	0.5 min
バイアル	

**表 9** ヘッドスペースチェックアウトパラメータ ( 続き )

充填モード	指定圧力まで一定流量
充填圧力	103.4 kPa ( 15 psi )
充填流量	50 mL/min
ループ充填モード	デフォルト
抽出後のベント	あり
バイアルサイズ	20 mL
攪拌	オフ

## 最初の接続を作成する

Agilent データシステムをご使用の場合は、このステップを実行します。HS をスタンドアローンモードで動作する場合は、このセクションをスキップします。

- 1 GC のオンラインセッションを開きます。
- 2 GC セッションが開くと、機器コンフィグレーションのプロンプトが表示されます。**[はい]** を選択します。機器コンフィグレーションユーティリティが開きます。  
  
プロンプトが表示されない場合は、**[機器]** メニューからユーティリティを開きます。
- 3 左のペインで、**7697** 機器をダブルクリックします。機器のアイコンが右側のリストに移動します。
- 4 **[コンフィグレーション]** をクリックします。開いたダイアログで、以下を入力します：
  - **[接続情報]** グループで、**[機器名]** を入力し、さらに機器の IP アドレスまたはホスト名を入力します。
  - **[機器ライセンス]** フィールドにライセンスキーを入力します。機器の**バージョン情報**（機器のシリアル番号、ファームウェアバージョン、ソフトウェアバージョンなど）が表示されます。
  - 必要に応じて**注記**を入力します。

## チェックアウトメソッドパラメータを設定する

次に、残りのチェックアウトパラメータを設定します。

### Agilent データシステムを使用する場合

Agilent データシステムを使用する場合は、現在の HS パラメータをデータシステムメソッドにアップロードします。ChemStation では、[メソッドおよびランコントロール] ビューを選択します。

- 1 [機器] > [Agilent 7697A からメソッドをアップロードする] を選択します。
- 2 新しい名前を使用してメソッドを保存します。
- 3 [機器] > [パラメータ編集] を選択して、次のセクションに記載された GC パラメータを入力します。

メソッドを GC に適用し、保存します。

### チェックアウトメソッド GC パラメータ

データシステム（使用する場合）または GC に、キーパッドを使用して以下の GC 設定値を入力します。

#### 注記

表に 7890A GC の設定を示します。その他の GC タイプも同様の設定を使用します。

表 10 GC チェックアウトメソッド

<b>オープン</b>	
初期温度	100 °C
初期時間	4.00 min
速度	0 (オフ)
平衡化時間	1.00 min
分析時間	4.00 min
<b>注入口（マルチモード、ボラタイルインターフェース、またはスプリット / スプリットレス）</b>	
モード	スプリット
初期温度	250 °C (オン)
圧力	134.4 kPa (19.5 psi)
スプリット比	20:1
スプリット流量	80 mL/min



表 10 GC チェックアウトメソッド（続き）

合計流量	87 mL/min
ガスセーバー	オフ
<b>カラム</b>	
モード	コンスタントフロー
初期フロー	4.0 mL/min
初期圧力	134.4 kPa (19.5 psi)
平均速度	60 cm/s
<b>検出器パラメータ - FID</b>	
温度	300 °C
水素（燃料）流量	30 mL/min
エア流量	400 mL/min
メイクアップモード	コンスタントメイクアップ
メイクアップ流量	25 mL/min
<b>検出器パラメータ - NPD</b>	
温度	300 °C
水素（燃料）流量	2.0 mL/min
エア流量	60 mL/min
メイクアップモード	コンスタントメイクアップ
メイクアップ流量	8 mL/min
<b>検出器パラメータ - <math>\mu</math>ECD</b>	
温度	250 °C
メイクアップモード	コンスタントメイクアップ
メイクアップ流量	30 mL/min
<b>MS または MSD</b>	
溶媒待ち時間	3 min
分析時間	6.5 min
GC サイクルタイムのヘッドス ペースイベント時間	7 min
スキャン範囲	45 ~ 300
使用するメソッド	Atune ファイル
注入口の圧力	82.8 kPa (12 psi)
カラム流量	1.1 mL/min

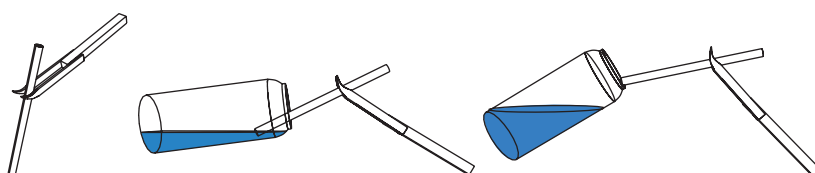
**表 10** GC チェックアウトメソッド（続き）

スプリット比	80:1
注入ソース	ヘッドスペースサンプラ (フロント)
注入量	5 $\mu$ L

## チェックアウトサンプルを準備する

機器が平衡化する間に、チェックアウトサンプルを準備します。チェックアウトメソッドには、20  $\mu\text{L}$  ヘッドスペースバイアルに入れたサンプル 5  $\mu\text{L}$  が必要です。

- 1 チェックアウトサンプルアンブルの上部を折ります。内容物をスクリーキャップボトルに移します。
- 2 キャピラリピペット 1 本を用意します。
- 3 清潔なピンセットでピペットをつかみます。チェックアウトサンプルボトルとピペットをなるべく水平にして、ピペットの先をサンプルに浸します。図 15 を参照してください。



(1)つかむ

(2)充填する

(3)拭う

図 15 ピペットの充填

- 4 毛管作用により、ピペットが満たされます。完全に充填されたら、サンプルからピペットを抜きます。バイアルの縁でピペット先端の液を払い、外側の水滴を取り除きます。
- 5 充填されたピペットを 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れます。バイアルにクリンプキャップをします。
- 6 チェックアウトサンプルバイアルにふたをします。

## チェックアウトサンプルを分析する

HS を 25 ～ 30 分間レディにした後、HS はパージされ、十分に安定してチェックアウトサンプルを分析できるようになります。

1 チェックアウトサンプルを HS に装填します。

111 バイアルモデルの場合：

- a **[Tray Park/Carousel Advance]** を押してトレイを「パーク」させます（バイアルラックに簡単に手が届くよう、ガントリを待機ポジションに移動します）。
- b キャップを付けたサンプルバイアルをポジション 1 に配置します。

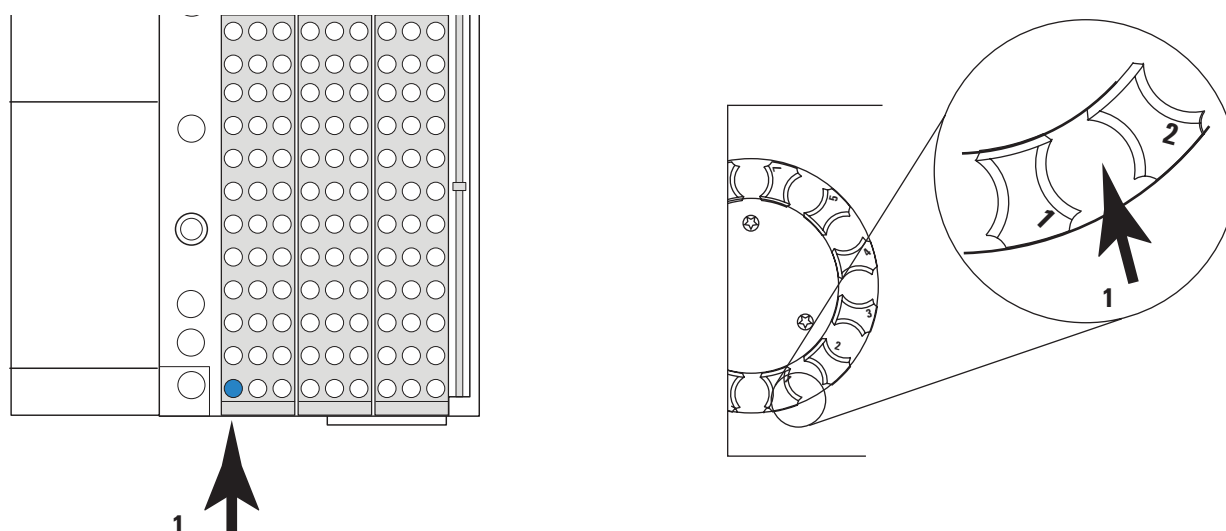


図 16 トレイバイアル位置 1

- c **[Tray Park/Carousel Advance]** を押して、使用するトレイを準備します。

12 バイアルモデルの場合：

- a トレイカバーを開きます。各バイアル位置の左側のラベルが、その位置の番号を表します。図 16 および図 17 を参照してください。
- b バイアル位置 1 が使用できない場合は、**[Tray Park/Carousel Advance]** を押してトレイを回転します。
- c キャップを付けたサンプルバイアルをポジション 1 に配置します。



図 17 トレイカバーを開く

2 サンプル分析を開始します。

Agilent データシステムを使用する場合：

- a 注入ソースを HS に設定します。
- b チェックアウトメソッドを使用して、1 ラインシーケンスを作成し、チェックアウトサンプル（バイアル 1）を一回実行します。
- c 適切なシグナル出力がレポートの一部になるように、レポートを設定します。
- d シーケンスを開始します。

HS スタンドアローンを使用する場合：

- a **[Sequence] [Load/Append]** を押します。これでシーケンスの最初のラインが作成されます。デフォルトの新しいシーケンスラインは、現在のメソッド、バイアル範囲 1 ~ 1、および各バイアルにつき 1 注入を選択することに注意してください。シーケンスが完了します。
- b GC がレディになったら、HS キーボードで **[Start]** を押します。

## 結果を比較する

分析が完了したら、出力クロマトグラムを以下の例と比較します。正しく据え付けられ、適切に動作していれば、出力クロマトグラムはこの例と同様になります。

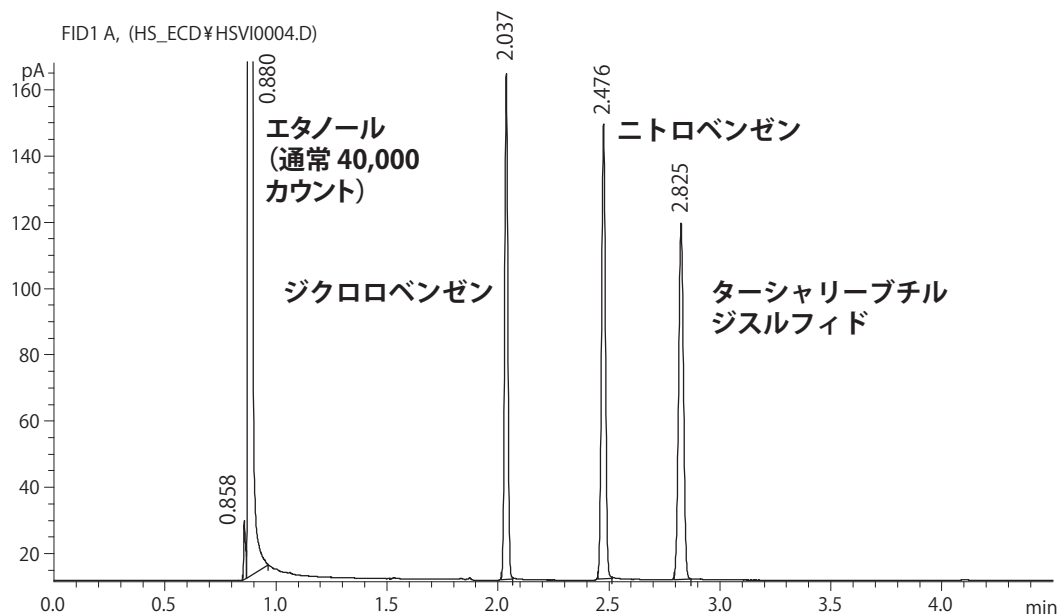


図 18 FID チェックアウトクロマトグラム

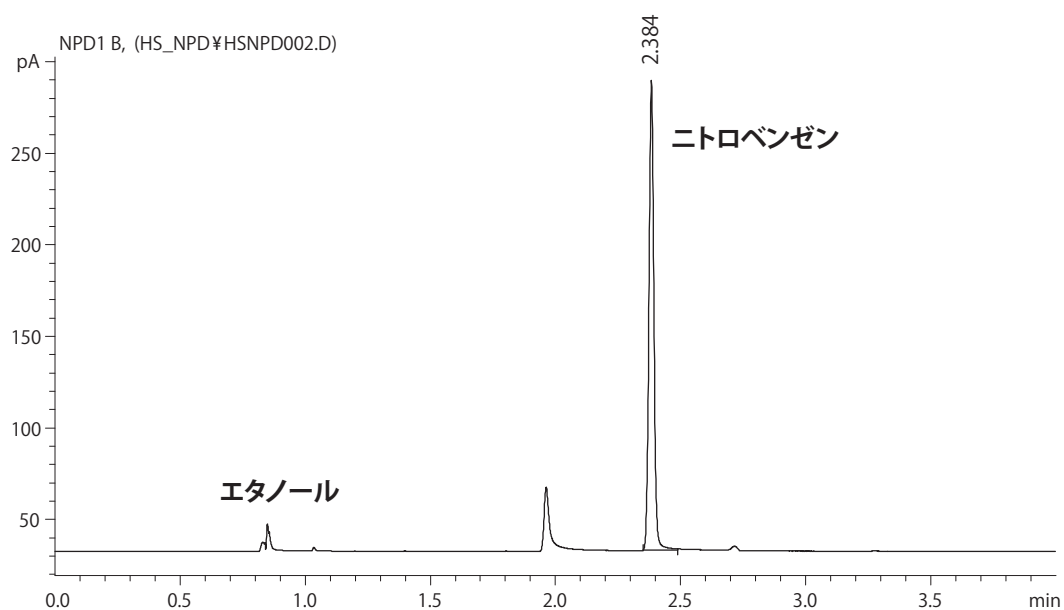
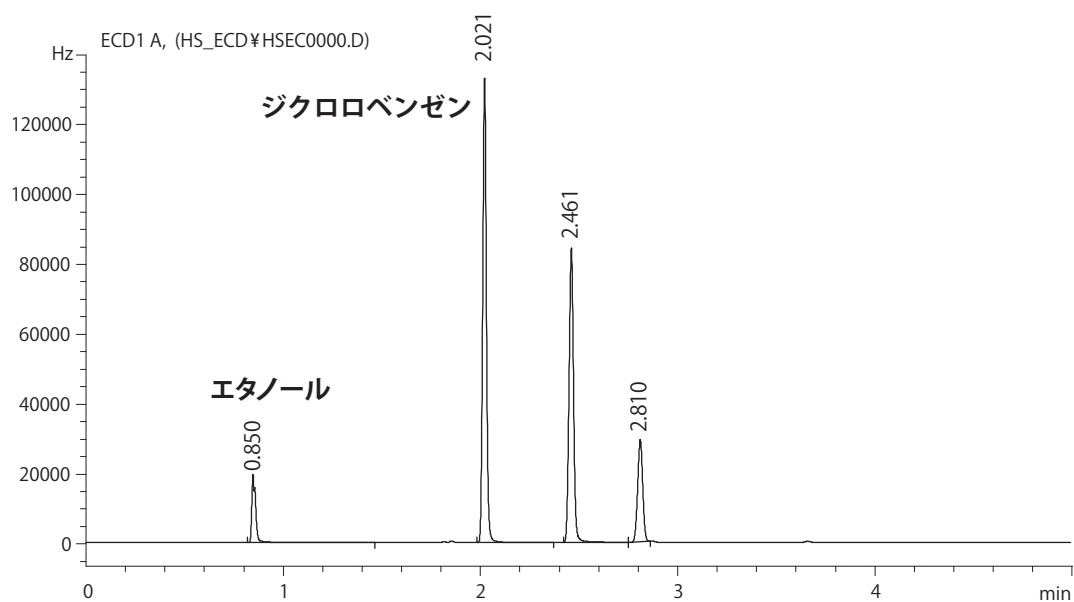


図 19 NPD チェックアウトクロマトグラム

図 20  $\mu$ ECD チェックアウトクロマトグラム

## 2 初めての起動

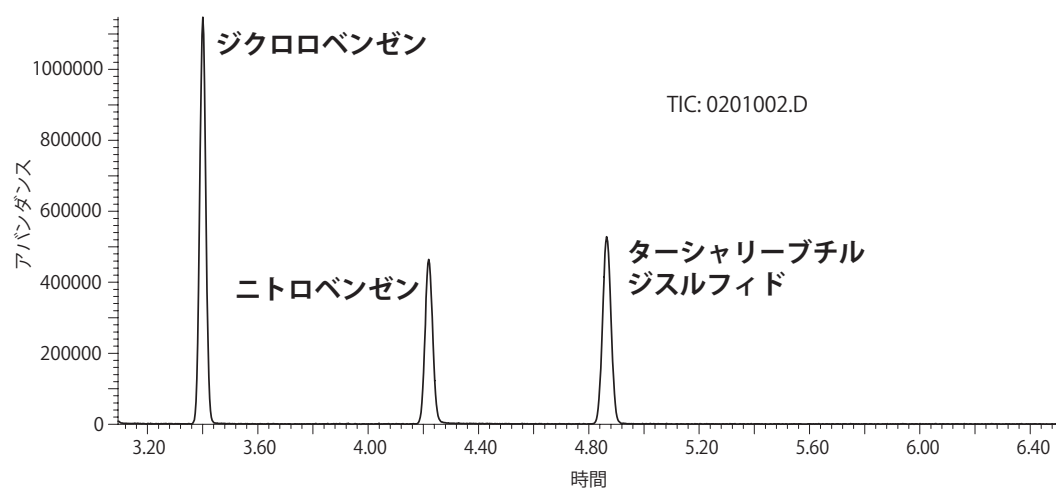


図 21 MS および MSD チェックアウトクロマトグラム

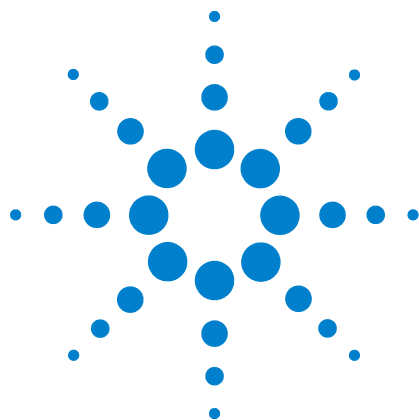


## メソッド準備（オプション）

これで据付は完了です。ただし、オプションのサンプルループをお買い上げの場合は、続行する前にここで取り付けを行います。詳細については、『メンテナンス』ガイドを参照してください。

メソッドのバイアル圧力とキャリアガス圧力についても検討してください。ガス供給は、必要な最大圧力（温度プログラミング中のバイアル加圧または GC カラムキャリア流量用）より少なくとも 138 kPa（20 psi）高く、828 kPa（120 psi）の最大入力圧力未満の範囲で供給されるよう設定してください。

## 2 初めての起動



Agilent 7697A ヘッドスペースサンブラ  
据付および最初のスタートアップ

## A Swagelok の継ぎ手を作成する

Swagelok の継ぎ手を作成する 68

Swagelok T 字管を使用する 71

ガス供給配管は、Swagelok フィッティングを使用して取り付け  
ます。Swagelok の継ぎ手に不慣れな場合は、以下の手順を確認  
してください。



## Swagelok の継ぎ手を作成する

### 目的

リークがなく、フィッティングを破損せずに取り外しできる配管接続を行います。

### 必要な材料：

- 1/8 インチ（1/4 インチを使用している場合は 1/4 インチ）のコンディショニング済み銅管
- 1/8 インチ（1/4 インチを使用している場合は 1/4 インチ）の Swagelok ナット
- フロントフェラルおよびバックフェラル
- 7/16 インチ（1/8 インチナット用）または 9/16 インチ（1/4 インチナット用）スパナ 2 本

- 1 図 22 に従って、Swagelok ナット、バックフェラル、およびフロントフェラルを配管に通します。

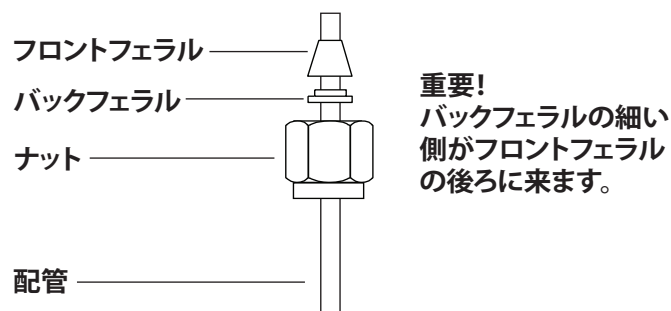


図 22 Swagelok ナットおよびフェラル

- 2 ステンレス製のプラグまたは同様のフィッティングをベンチバイス（万力）に固定します。

### 注意

ナットを最初に締めるときには、別のステンレス製フィッティングをベンチバイスにはさんで使用します。注入口または検出器のフィッティングを使用しないでください。フェラルを正しくセットするには強い力が必要であり、注入口や検出器のフィッティングを損傷すると多額の修理費が発生します。

- 3 配管をステンレス製のプラグに押し込みます（図 23 を参照）。

- 4 フロントフェラルがプラグに接触していることを確認します。Swagelok ナットをフェラルの上にスライドし、プラグにねじ込みます。

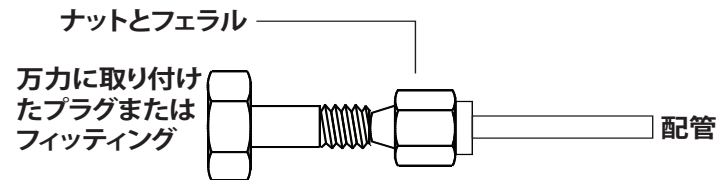


図 23 フィッティングの組み立て

- 5 配管を完全にプラグに押し込んでから、約 1～2 mm 引き出します (図 24 を参照)。

6

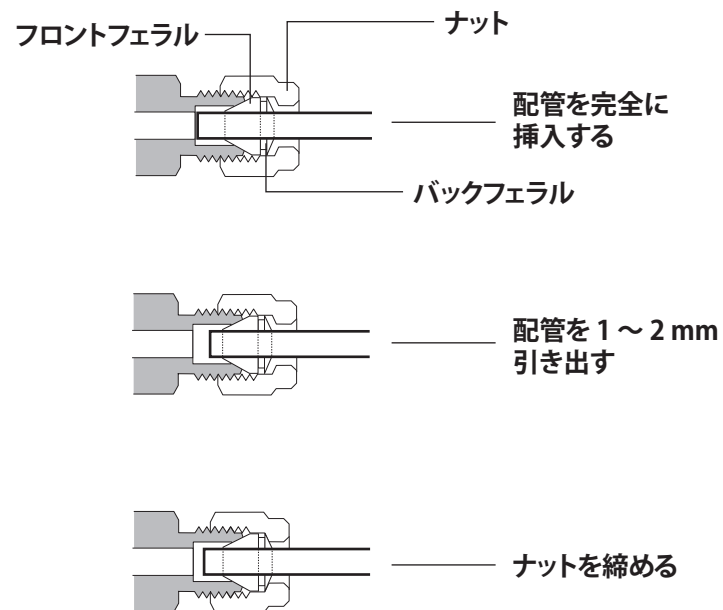


図 24 配管の挿入

- 7 ナットを手で締めます。  
8 鉛筆でナットに線を引きます (図 25 を参照)。

## A Swagelok の継ぎ手を作成する

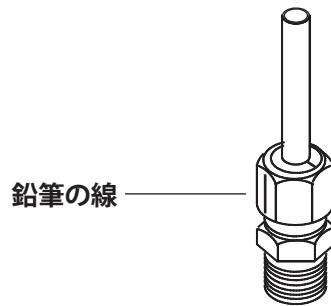


図 25 フィッティングのマーキング

- 9 1/8 インチ Swagelok フィッティングでは、スパナ 2 本を使用して、フィッティングを 3/4 回転締めます (図 26 を参照)。

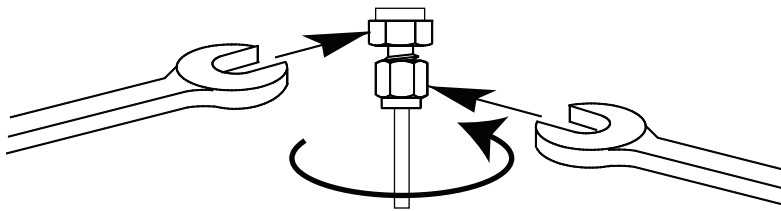


図 26 最終の締め付け

- 10 フィッティングからプラグを取り外します。ナットとフェラルを使用して他のフィッティングに配管を接続するには、ナットを手で締め、さらにスパナで 3/4 (1/8 インチフィッティング) 回転締めます。
- 11 図 27 には、正しくねじ込まれた継ぎ手と正しくねじ込まれていない継ぎ手の両方が示されています。正しくねじ込まれたフィッティングの配管の端は、破損しておらずまたフェラルの動作を妨げないことに注意してください。

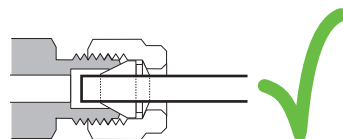
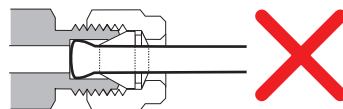


図 27 完成したフィッティング

## Swagelok T 字管を使用する

単一の供給元から複数の供給先にガスを供給するには、Swagelok の T 字管を使用します。

### 注記

バルブアクチュエータの空気を水素炎イオン化検出器の空気と共用しないでください。バルブの動作により検出器シグナルが大幅に乱れる原因になります。

必要な材料：

- 1/8 インチのコンディショニング済み銅管
- 配管カッター
- 1/8 インチ Swagelok ナットとフロントフェラルおよびバックフェラル
- 1/8 インチ Swagelok T 字管
- 7/16 インチスパナ 2 本
- 1/8 インチ Swagelok キャップ（オプション）

- 1 配管の T 字管を取り付ける場所を切断します。配管と T 字管を Swagelok フィッティングで接続します。図 28 を参照してください。

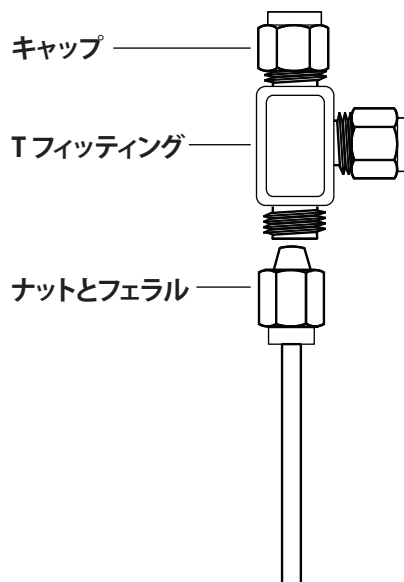


図 28 Swagelok T 字管

- 2 T 字管から機器フィッティングまでの距離を測定します。T 字管の開口部に Swagelok フィッティングで銅管を取り付けます。

## A Swagelok の継ぎ手を作成する