

Agilent G1888 Network Headspace Sampler

ユーザー情報



Agilent Technologies

注意事項

© Agilent Technologies, Inc. 2004

アメリカ合衆国著作権法および国際著作権法に定められているとおり、本書のいかなる部分も、Agilent Technologies, Inc. による事前の合意および書面による承諾なしに、いかなる形態であれ、いかなる方法によっても（電子記憶装置および検索、または外国語への翻訳を含む）複製することはできません。

マニュアル製品番号

G1888-97012

版

第1版（2004年3月）

Printed in USA

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

商標

Swagelok® は Swagelok Company の登録商標です。

Microsoft® および Windows® は Microsoft Corporation の登録商標です。

保証

本書の内容は「現状のまま」提供され、今後予告なしに変更されることがあります。さらに、Agilent は、適用法上許容される最大限において、明示的または黙示的にかかわらず、本書および本書に含まれるあらゆる内容についていかなる保証（商品性および特定の目的のための適合性に関する黙示の保障を含む）も与えるものではありません。Agilent は、本書および本書に含まれるあらゆる内容の支給、使用、または実施に関連して生じた付随的損害、派生的損害または間接的損害を含めいかなる損害についても、責任を負いかねますのでご了承ください。Agilent とユーザー間に、本書の内容を対象とした保証条件に関する別個の契約書があり、上記の条件と異なる場合、別途定めた契約書の条件を適用します。

安全上の注意事項

注意

注意に関する記載事項は、危険を表します。正確に実行または順守しないと、製品の損傷や重要なデータの消失を引き起こす恐れがある操作手順や実行方法などに対して注意を促します。当該状況を把握し、対処するまで、注意に関する記載事項を無視して続行しないでください。

警告

警告に関する記載事項は、危険を表します。正確に実行しない、または順守しないと、けがや生命の危険を引き起こす恐れがある操作手順や実行方法などに対して注意を促します。示された状態を完全に理解し、対処するまで、警告に関する記載事項を無視して続行しないでください。

本書の概要

本書は以下の 10 章およびインデックスから構成されています。

1 はじめに

本書の目的と概要が記載されています。また、対象読者および本書で使用される表記規則について説明します。

2 ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介

ヘッドスペースの原理および操作の概要が記載されています。また、装置の構成および運転モードについて説明します。

3 キーパッド

キーパッド、各キーコントロールの機能、および各機能の設定値の入力方法についての説明が記載されています。

4 拡張機能

Adv Fctn メニューで操作する拡張機能、それらの機能の設定値の編集方法、およびその画面表示などが記載されています。

5 サンプルの作成

サンプルバイアルの充填と封入、サンプルトレイへの搭載、およびチェックアウト サンプルの流入など、分析用サンプルの作成について記載されています。

6 メソッドの入力

メソッド設定値の変更、メソッドの保存と呼び出し、およびメソッドの連結などを含めた、メソッドの設定手順が記載されています。

7 メソッド作成

測定の感度、精度、正確さに影響するパラメータの変更方法が記載されています。

8 サンプルの分析

サンプルを処理するための Headspace Sampler の操作方法が記載されています。

9 本装置のメンテナンス

サンプルループ、トランスファライン、ニードル、バルブ、および EPROM の交換などのメンテナンス手順が記載されています。

10 トラブルシューティングとエラーメッセージ

クロマトグラフィーの不具合および装置の障害について、その原因と対処方法が記載されています。

目次

1 はじめに

本書について	14
画像による補足説明	14
対象ユーザー	15
表記規則	16
安全上の重要な警告事項	17
本装置内部の多くの部分には高電圧がかかっています	17
装置の電子部品にとって静電気放電はきわめて危険です	17
多くの部品が高温となっています	18
ガス	18
一般的な警告事項	18
「安全および規制に関する認可」(Safety and Regulatory Certifications)	20
通知	20
記号	21
電磁適合性	21
「ドイツ連邦共和国での騒音放出認可」(Sound Emission Certification for Federal Republic of Germany)	22
フューズ	23
クリーニング	23
本製品のリサイクル	23

2 ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介

ヘッドスペース分析の概要	26
G1888 Network Headspace Sampler	28
オープン	30

加熱ゾーン	31
バイアルトレイ	31
サンプル採取システム	31
トランスファライン	31
キーパッドとディスプレイ	32
空圧	32
作動原理	34
基本作動	34
電源投入時診断	35
スタンバイ状態	36
バイアル加圧	37
サンプルループ充填	38
ループ平衡	39
サンプル注入	39
サイクル終了およびバイアル回収	40
動作モード	41
標準ヘッドスペース採取	41
複数バイアル穿刺による複数ヘッドスペース採取	43

3 キーパッド

機能へのアクセス方法	48
設定値の編集	48
キーパッド	49
各キーとその機能	50
[Enter]	50
[Clear]	50
数字キーパッド	50
[Tray Advance]	50
[Start/Stop] キー	51
[Active Method] キー	52
[Zone Temps]	52

[Event Times]	54
[Vial Parameters]	57
[Menu] キー	58
[Load Method]	59
[Store Method]	60
[Chain Methods]	61
[Pressures]	62

4 拡張機能

拡張機能の使用法	64
拡張機能の一覧	65
拡張機能の説明	67
[Stabilize Time]	67
[ParameterIncrement]	68
[Vial number and location]	70
[Keyboard Lock]	71
Manual Operation	72
[Pressure Units]	73
[Stored Method]	74
[Multiple Headspace Extraction]	75
[Check for Ready]	76
[Reset]	78
[Valve Count]	79
[Vial Size]	80
[Zone Calibration]	81
[LAN Configuration]	82
[MAC Address]	83
[Enable RS232]	83
ベントバルブのクリーニング	84
リークテスト	86
[Diagnostic]	87

5 サンプルの作成

- サンプルの作成 90
- サンプルトレイのロード 92

6 メソッドの入力

- メソッドの入力 94
 - メソッドの作成方法 94
 - ゾーン温度の入力 95
 - イベント時間の設定 97
 - バイアルパラメータの設定 100
- メソッドの保存とロード 102
 - メソッドの保存 102
 - メソッドのロード 103
- メソッドの連結 104
 - メソッドチェーンのアクティブ化 104
 - メソッドチェーンの非アクティブ化 105
- メソッドチェーンの MHE での使用 106

7 メソッド作成

- メソッド作成 108
- オープン温度変更 110
- イベント時間変更 111
 - バイアル平衡時間 111
 - ループ充填時間 111
- マトリクス効果 113
- サンプルループ変更 114
- サンプルサイズ 115
- バイアル加圧と時間 116
 - バイアル加圧 116

バイアル加圧時間	116
搬送ガスフローの最適化	117

8 サンプルの分析

サンプルの分析	120
条件の設定	121
流量	121
MPCを使用して搬送ガスの流量を設定する	122
MPCを使用してバイアル加圧のガス圧を設定する	123
EPCを使用して搬送ガスの流量を設定する	123
EPCを使用してバイアル加圧流量を設定する	124

9 本装置のメンテナンス

メンテナンス スケジュール	126
共通交換部品および消耗品	127
ループ カバーの取り外し	130
サンプルプローブの交換	132
サンプルループの交換	134
チューブ アセンブリの交換	136
調整の点検	139
トレイチェーン張力の点検	139
ポジション1のセンサ位置の点検	140
トレイ/シャッターモーターグループの調整の点検	140
カルーセルの調整	142
リークテスト一般情報	144
リークテスト	148
必須工具	148
設定	148

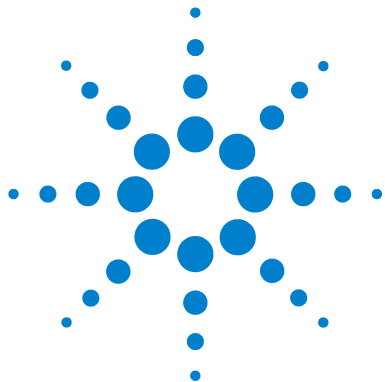
障害テストの実行	149
減圧テスト	150
[Zone Calibration]	156
推奨工具	157
手順	157
フューズの位置	160

10 トラブルシューティングとエラー メッセージ

エラーの表	165
クロマトグラフの結果	168
ピークなしまたは感度の低下	168
滞留時間の再現性の劣化	169
領域数の再現性の劣化	170
空气中または溶剤ブランク中のキャリーオーバー	171
望ましくないバックグラウンド ノイズまたはピーク	172
バイアルの処理	173
バイアルが降りない	173
すべてのバイアルが除去される	173
210トレイが遅すぎるエラー (Tray too slow error)	173
211トレイ モーター エンコーダ エラー (Tray motor encoder error)	173
212トレイ ポジション 1 エラー (Tray position 1 error)	174
220 シャッター エラー (Shutter error)	174
230トレイ リフター エラー (Tray lifter error)	174
240 サンプル プロブ リフター エラー (Sample probe lifter error)	175
250 カルーセル エラー (Carousel error)	175
260 6 ポート バルブ エラー (6-port valve error)	175
オーブン内にバイアルが見つからない (Vial not found in oven)	176

トレイがいっぱいです！ (Tray full!)	176
バイアルデリバリ エラーからの回復	177
高温になる部分の温度	178
絶縁またはショート	178
高温になる部分が室温と同等または室温前後である	178
高温になる部分の温度が安定しない	178
温度エラーによる分析の中断	178
圧力値	179
作動中 GC が動作不能になる	179
GC の圧力値と Headspace Sampler の圧力値が一致しない	179
圧力が通常の作動圧力以下である	179
GC Start または GC Ready との同期 :GC が起動しない	180
PC と Headspace Sampler 間の通信	181
内部通信シリアル I/O エラー	182
メモリおよびプロセッサのエラー	183
空白表示	184
電源を入れても応答しない	185
アクティブ メモリ内のメソッド消失	186

索引



1 はじめに

本書について	14
画像による補足説明	14
対象ユーザー	15
表記規則	16
安全上の重要な警告事項	17
本装置内部の多くの部分には高電圧がかかっています	17
装置の電子部品にとって静電気放電はきわめて危険です	17
多くの部品が高温となっています	18
ガス	18
一般的な警告事項	18
「安全および規制に関する認可」(Safety and Regulatory Certifications)	20
通知	20
記号	21
電磁適合性	21
「ドイツ連邦共和国での騒音放出認可」(Sound Emission Certification for Federal Republic of Germany)	22
フューズ	23
クリーニング	23
本製品のリサイクル	23

この章では本書について概説し、安全対策について説明します。



本書について

『G1888 Network Headspace Sampler User Information』マニュアルは、G1888 Network Headspace Sampler の使用方法を示したものです。本書を参照することで、メソッドの作成、本装置を使用しての分析、本装置のメンテナンスおよびトラブルシューティングに必要な全ての基本情報を得ることができます。サイトの準備に必要な要件およびチェックアウトの手順については『G1888 Network Headspace Sampler Site Preparation and Installation Manual』を参照してください。

画像による補足説明

本書にこのアイコンが示されている箇所ではこのアイコンをクリックすると、特定の手順についての映像による補足説明を見ることができます。



対象ユーザー

本書は、ユーザーがガス クロマトグラフィーの基礎を理解していることを前提に書かれています。本文中にはヘッドスペース理論についての内容も若干含まれていますが、G1888 Network Headspace Sampler の操作、メンテナンス、トラブルシューティングに関する情報が主に記載されています。

本書では、Headspace Sampler のスタンドアロン・モードでの使用方法が説明されています。しかし、その多くの手順が、Agilent Chemstation 等の Agilent の統合データシステムを使用して Headspace Sampler を操作する場合にも、共通して使用されます。

表記規則

本書では以下の表記規則を使用します。

- 1 大括弧 { } は、特定の情報で置き換わる一般名を囲む際に使用されます。たとえば、{setpoint} では、「setpoint」に置き換えて適切な数値が入力されることを意味します。
- 2 太字のテキストは、その名前のキーが押されることを示します。注意をして正しく情報を入力してください。たとえば、キーの順序が「Menu ,.,1,Enter」の場合、[Menu] キー、[.] キー、[1] キー、[Enter] キーの順に入力します。間のコンマ (「,」) は、入力しません。また、コンマ キーは、サンプラーのキーパッドには存在しません。
- 3 テキストの書体が Courier のメッセージは、サンプラーの画面に表示されることを示します。

安全上の重要な警告事項

次に進む前に、Headspace Sampler を使用するときには必ず念頭に置くべき安全上の重要な警告事項を以下に記載します。

本装置内部の多くの部分には高電圧がかかっています

本装置が電源に接続されている時、スイッチが入っていない場合も以下の部分には高電圧がかかっている恐れがあります。

- 本装置の電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源、および AC 電源から電源スイッチまでの配線

電源スイッチが入っている場合には、以下の部分には高電圧がかかっている恐れがあります。

- 装置内のすべての電子基板
- これらの電子基板に接続されている内部配線やケーブル
- オープンなどのヒーター用のワイヤー

警告

このような部分はすべてカバーで覆われ、保護されています。適切にカバーで覆われている場合には、誤って高電圧に触れることはまずありません。特に指示のない限り、加熱部の電源を切らずにカバーを絶対に外さないでください。

警告

電源コードの絶縁体が擦り切れていたり磨耗している場合は、必ず交換してください。その場合、Agilent のサービス担当までご連絡ください。

装置の電子部品にとって静電気放電はきわめて危険です

静電気放電によって装置内のプリント (PC) 基板が破損する恐れがあります。やむを得ない場合を除き、どの基板にも触れないでください。基板に触れる必要がある場合には、接地リストストラップを着用したり、その他の静電気防止策を講じてください。電子装置のカバーを取り外すときには接地リストストラップを必ず着用してください。

多くの部品が高温となっています

本装置の多くの部分は高温で作動しており、重度の火傷を負う危険があります。このように高温となる部分には以下などがあります。

- カルーセルとその内容物
- サンプルプローブ / ループアセンブリ

本装置のこれらの部分を必ず室温まで冷ましてから、作業に取りかかってください。高温となる部分の温度を最初に室温に設定しておくこと、温度が速く低下します。設定温度に到達したら、その部分の電源を切ります。高温になっている部分のメンテナンスが必要な場合は、レンチを使用するか手袋を着用してください。可能な場合には、本装置のメンテナンスを行う部分の温度を下げた後から、作業してください。

警告

装置の背後で作業する場合は注意が必要です。冷却中にこの装置から排出される高温のガスによって火傷する恐れがあります。

ガス

- 可燃性のキャリアガスは使用しないでください。
- Headspace Sampler 内では水素をキャリアガスとして使用しないでください。水素は作動中または待機中のガス抜きによって爆発する危険があります。
- 圧縮ガスを使用する際は保護メガネを着用し、目を怪我しないようにしてください。
- 圧縮ガスのボンベはすべて固定構造物や常設壁にしっかりと取り付けてください。
- 圧縮ガスの保管および取り扱い、該当する安全規定に従って行ってください。
- GC オープンの排気孔など高温の空気が流れる場所にガスボンベを置かないでください。

一般的な警告事項

- 補給ライン、取付具、空圧配管系に漏れはないかを定期的にチェックし、危険な状態にならないようにしてください。

- 漏れの検出に溶液を使用する場合は、主電源スイッチを切ったうえ主電源コードを抜き、感電しないようにしてください。導線に溶液をこぼさないように注意してください。

「安全および規制に関する認可」 (Safety and Regulatory Certifications)

Headspace Sampler は、以下の安全基準に準拠しています。

- Canadian Standards Association (CSA):C22.2 No. 1010.1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL):UL 61010A-1
- International Electrotechnical Commission (IEC):61010-1
- EuroNorm (EN):61010-1

本装置は、電磁適合性 (Electromagnetic Compatibility: EMC) および無線周波妨害 (Radio Frequency Interference: RFI) に関する次の規制を遵守しています。

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

この ISM 装置は、Canadian ICES-001 に準拠しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMBÑ001 du Canada.



本装置は、ISO 9001 に登録されている品質システムに基づき設計、製造されています。

通知

Agilent Technologies Headspace Sampler は、次の IEC (International Electro-technical Commission) の等級に対応しています。Safety Class I、Transient Overvoltage Category II、Pollution Degree 2

本装置は公認の安全基準に準拠して設計、試験されています。また、本装置は室内での使用を目的として設計されています。メーカーが定めた以外の方法で本装置を使用した場合、十分な保護機能が提供できなくなる恐れがあります。Agilent Headspace Sampler の安全保護機能が損なわれた場合は、すべての電源から本装置を外し、本装置が偶発的に作動しないようにしてください。

修理については、資格を保有するサービスマンにご連絡ください。代替部品を使用したり、不当な改造を本装置に行ったりすると、お客様に危害が及ぶ恐れがあります。

記号

本装置の操作、点検、修理を行っている間は、本書に記載されている警告および本装置上に表示されている警告を必ず守ってください。これらの注意事項を守らないと、設計上の安全基準を侵害したり本装置の用途に反することになります。お客様がこれらの要件に従わなかった場合、Agilent Technologies は一切責任を負いません。

詳細については、添付の注意事項を参照してください。



高温となる表面を示しています。



高電圧を示しています。



アース端子（接地）を示しています。



爆発の危険性を示しています。



静電気放電の危険性を示しています。



電磁適合性

本装置は、CISPR 11 の諸要件に準拠しています。運用には以下の2つの条件を満たすことが必要です。

- 1 本装置によって有害な干渉が発生しないこと。
- 2 本装置は受信したいかなる干渉（好ましくない動作を引き起こすものも含む）にも対応できること。

本装置によってラジオの受信またはテレビの視聴に有害な干渉が発生したかどうかは本装置の電源をオン・オフすることで確認できます。このような干渉が発生した場合は以下の対処法をいくつか試してください。

- 1 ラジオまたはアンテナの位置を変える。
- 2 本装置をラジオまたはテレビから離す。
- 3 本装置のプラグを別のコンセントに差し込み、テレビまたはラジオとは違う電気回路を使用する。
- 4 すべての周辺機器も認定装置であることを確認する。
- 5 適切なケーブルを使用して本装置と周辺機器が接続されていることを確認する。
- 6 設備ディーラー、Agilent Technologies またはベテラン技術者に相談し、支援を求める。
- 7 Agilent Technologies からの許可を特に受けずに変更を加えたり改造を行うと、本装置を使用するユーザーの権限が無効になることがあります。

「ドイツ連邦共和国での騒音放出認可」(Sound Emission Certification for Federal Republic of Germany)

音圧

DIN-EN 27779 準拠音圧 $L_p < 70 \text{ dB(A)}$
(型式試験)

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 70 \text{ dB(A)}$ nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

フューズ

正しく動作させるために必要なフューズの一覧表示を表 1 に示します。Agilent のサービスマン以外はこれらのフューズに触れないでください。

表 1 フューズ

フューズ記号	場所	フューズの定格および種類
F2、F3	電気系モジュール	10A 250V、ガラス管
F3	トランス近接端子	8A 250V、ガラス管
F3、F4	配電盤	6A 125V、ガラス管
F1	配電盤	1A 250V、ガラス管

クリーニング

本体をクリーニングするには電源を切り、糸くずの出ない布を湿らせて拭いてください。

本製品のリサイクル

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



2 ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介

ヘッドスペース分析の概要	26
G1888 Network Headspace Sampler	28
オープン	30
加熱ゾーン	31
バイアルトレイ	31
サンプル採取システム	31
トランスファライン	31
キーパッドとディスプレイ	32
作動原理	34
空圧	32
基本作動	34
電源投入時診断	35
スタンバイ状態	36
バイアル加圧	37
サンプルループ充填	38
ループ平衡	39
サンプル注入	39
動作モード	41
サイクル終了およびバイアル回収	40
標準ヘッドスペース採取	41
複数バイアル穿刺による複数ヘッドスペース採取	43

この章では、ヘッドスペース分析理論およびその用途について簡単に説明します。また、G1888 Network Headspace Sampler の部品および動作モードについて説明します。



ヘッドスペース分析の概要



この新しい Headspace Sampler は、液体または固体のサンプルに含まれる揮発性物質と半揮発性物質をガス クロマトグラフ (GC) に注入するためのツールです。この分析手法は、「静的ヘッドスペース ガス クロマトグラフィー」と呼ばれています。「ヘッドスペース」とは、密封されたバイアルに入れた液体または固体のサンプルの上部の空間をいいます。「静的」とは、バイアルのヘッドスペースに含まれる揮発性物質が、液体または固体のサンプルに含まれる同一化合物と平衡していることをいいます。

この装置は、再生可能量のヘッドスペースを採取して、ガス クロマトグラフ (GC) に流入している搬送ガスに注入します。食品、梱包、医薬品、土壌、水は、しばしば品質基準や規制を満たしているかどうか確認するために検査が行われます。香水や消費財は、成分を確認するために、ヘッドスペースを利用して分析を行います。科学捜査研究室では、運転手が飲酒運転をしていないかどうか確認するために、ヘッドスペースを利用して血中エタノールの濃度を測定します。

サンプルが気体ヘッドスペースを形成し易いかどうかは、サンプルの「分配係数」によって異なります。詳細については、[107 ページのメソッド作成](#)を参照してください。プログラムされている加熱時間を過ぎたら、ヘッドスペース ガスをバイアルから採取し、GC に注入して分析します。

バイアルからヘッドスペース ガスを採取する方法には、単一ヘッドスペース採取および複数ヘッドスペース採取 (MHE) の 2 つがあります。単一ヘッドスペース採取では、1 つのサンプルバイアルからガスのサンプルを 1 回のみ採取します。単一ヘッドスペース採取が標準のメソッドです。このメソッドは、揮発性のサンプル、またはマトリクス効果がないか、マトリクス効果が少ないサンプルに利用します。数量分析は、適切な内部標準量または外部標準量を利用して行います。

MHE は、校正基準の作成に困難がともなうヘッドスペース サンプル (固体サンプルなど)、または揮発性の高い化合物が溶けている液体 (この場合、蒸発による損失のため通常の注入メソッドが困難) に利用します。MHE では、それぞれのバイアルからヘッドスペース サンプルを採取します。採取を行っても、気相およびサンプルに含まれる揮発性化合物の比率は変わりませんが、濃度はそのたびに薄くなります。目的の化合物の数量デー

ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介

タを得るために、ピーク面積と採取回数の関係を示すログが作成されます。

MHE は、校正ツールとしてよく利用されます。あるサンプルマトリックスのピーク面積と濃度の関係が決まれば、単一採取により、同じようなマトリックスを使ってサンプルの数量測定を行うことができます。

G1888 Network Headspace Sampler

G1888 Network Headspace Sampler には、オペレータが介入することなく 70 サンプルまで連続して分析を行う自動化メソッドが用意されています。サンプラーのマイクロプロセッサは、オペレータがプログラムした値に従って、分析 1 回ごとに費やす時間を最適化します。メソッドは 4 つまで保存でき、一連のサンプルの分析に使用します。

この Headspace Sampler では、複数セプタム穿刺による複数ヘッドスペース採取 (MHE) も実行可能です。この場合、1 つのサンプルから最高 100 回まで採取を行うことができます。MHE は、最適化ルーチンを自動化するために利用することもできます。

CONC(濃縮)モードと呼ばれる、別の MHE メソッドもあります。CONC モードでは、トレース分析のために、カラムの先端部分にサンプルを濃縮することができます。

Headspace Sampler の外観については、[図 1](#) および [図 2](#) を参照してください。

ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介



図 1 G1888 Network Headspace Sampler の外観 (前面)

ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介



図 2 G1888 NetworkHeadspace Sampler の外観 (後面)

Headspace Sampler は以下の部品から構成されています。

オープン

オープンには、容量 10 mL または 20 mL のサンプルバイアルを 12 個まで保持できる、円形のアルミニウム製サンプル カルーセルが備わっています。抵抗バンド ヒーターがオープンを加熱します。カルーセルの中心にあるモーター駆動式のファンは、温度を一定かつ均一に保つために空気を循環させます。カルーセルは、ヘッドスペースに成分が早く溶出するよう、2 種類の速度で攪拌することができます。メカニカル ロッドは、採取時にバイアルをオープンの位置まで降ろしたり、ニードルの位置まで持ち上げたりします。

加熱ゾーン

加熱ゾーンには、バイアル オープン、ループ、トランスファ ラインの3つがあります。それぞれの加熱ゾーンは、特定の温度に設定することも、スイッチを切ることもできます。

バイアル オープンとは、熱処理および化学処理による安定化の際にバイアルを加熱する場所のことです。温度は、40 °Cから230 °Cまでの範囲に設定します。この時点では、まだニードルはセプタムに貫通していません。

ループ ゾーンでは、上部チャンバ、バルブ、サンプルループの温度が制御されます。ループの温度は、45 °Cから250 °Cまでの範囲に設定します。動作時には通常、バイアルの温度よりも10 °Cから15 °C高くループの温度を保ちます。

トランスファ ラインの温度は、50 °Cから250 °Cまでの範囲になります。

バイアルトレイ

オープンの左にあるユニットの上には、70 サンプルのバイアルトレイが配置されています。トレイは、1本のフレキシブルベルト、およびバイアルコンパートメント間の仕切りから構成されています。この Headspace Sampler の正面にあるキーパッドは、ヘッドスペースバイアルがきちんとトレイに収まるよう、トレイの回転を制御します。トレイは、前方向にも後方向にも移動することができます。

サンプル採取システム

主な構成部品としては、不活性ステンレス製のバイアルサンプルループ (内径 0.5mm)、6ポートバルブ、不活性ステンレス製のバルブサンプルループ、2台の小型ソレノイドバルブ、不活性ステンレス製のチューブを挙げることができます。

トランスファ ライン

トランスファ ラインは、Headspace Sampler から GC に延びています。トランスファ ラインの長さは85cmで、材質は不活性ステンレスです。トランスファ ラインは、250 °Cまで加熱できます。GCの注入口セプタムを介して容易にインタフェースできるよう、脱着可能なニードルが用意されています。

キーパッドとディスプレイ

Headspace Sampler には、19 キーのエラストマ キーパッドとグラフィック LCD ディスプレイが備わっています。GC または ChemStation によって EPC が制御される以外は、サンプラーの機能はすべてキーパッドによって制御されます。

空圧

Headspace Sampler では、搬送ガス フローおよびバイラル加圧用フローの 2 つのフローパスを利用します。GC 搬送ガス フロー制御のためにマニュアル流量コントローラ、またバイラル加圧制御のためにマニュアル調整器がそれぞれ用意されています。マニュアル流量コントローラおよびマニュアル圧力調整器は、Headspace Sampler がマニュアル圧力制御 (MPC) に設定されているときに使用します。

Headspace Sampler が電子圧力制御 (EPC) に設定されている場合は、GC が流量制御と圧力制御すべてを行います。

ふたの下にあるスイッチを使用して、フローモードを EPC と MPC のいずれかに設定します (図 3)。搬送ガスとバイラル加圧ガスは、必ずしも同じフローモードに設定する必要はありません。

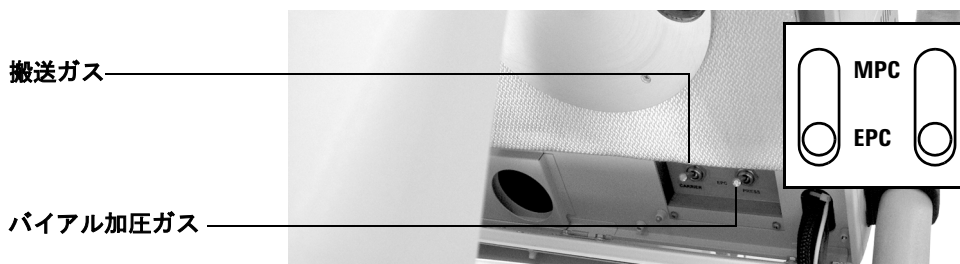


図 3 EPC/MPC トグルスイッチ

空圧ユニットの後ろ側には、バイラル圧力ラインと搬送ガスラインの接続用に、Swagelok 社製の 1/8 インチのバルクヘッド継手が 4 つ付属しています。このうちの 2 つは MPC 用、もう 2 つは EPC 用になります。

空圧システムの図面については、図 4 および図 5 を参照してください。わかりやすいように、2 つの図面に分けています。

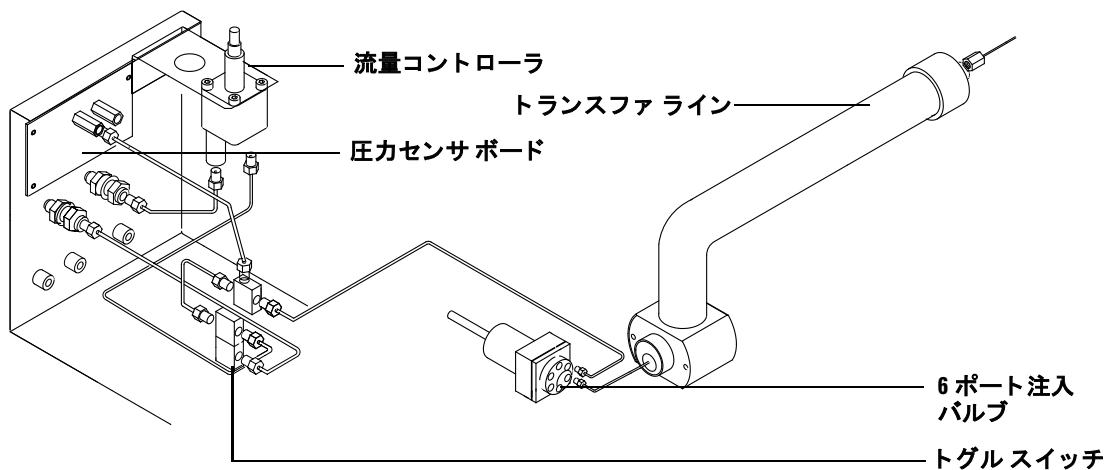


図4 Headspace Sampler の搬送ガス空圧システム

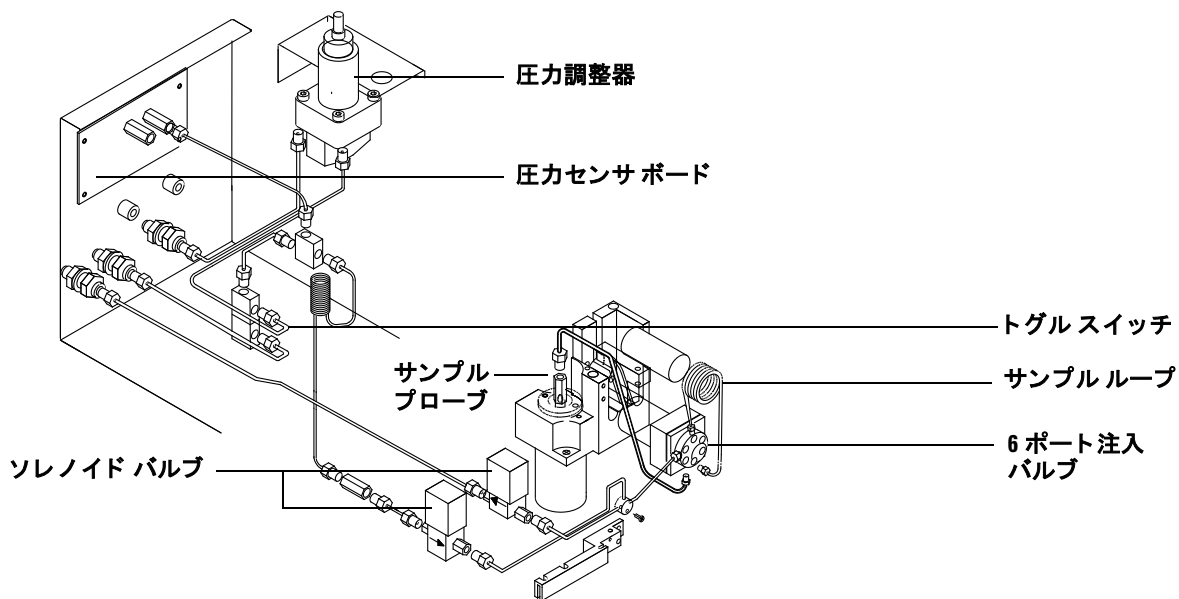


図5 Headspace Sampler のバイアル加圧ガス空圧システム

作動原理

基本作動

装置のスイッチを入れると、サンプラーは最初のバイアルを所定位置に移動します。このときは、バイアルがオープンに配置されることはありません。オープン、サンプルループ、トランスファラインは、設定値に達するまで加熱されます。オープン、サンプルループ、トランスファラインが設定値に達するまでは、「準備ができていません」(Not Ready) と画面に表示されます。装置の準備ができていないのに Start/Stop ボタンを押すと、「準備が完了するまでお待ちください」(Waiting for Ready) と画面に表示されます。設定値に達すると、画面表示が「準備完了」(Ready) に変わり、最初のバイアルがオープンに配置されます。

電源投入時診断

装置の電源を入れるか、リセットすると (78 ページを参照)、装置が正しく動作していることを確認するため、一連の点検が実行されます。図 6 に、始動診断画面を示します。

Firmware rev.:A.01.01	
ROM check:	OK
RAM check:	OK
Serial#: IT00410010	
Sample Valve:	OK
Vent Valve:	OK
Press Valve:	OK
Lifter Tray:	OK
Lifter Sampling:	OK
Shutter:	OK
Tray	OK
Carousel	OK
Oven Sensor	OK
Loop Sensor	OK
Trans.Line sensor:	OK
LAN interface:	OK
Vial press. sensor:	OK
Carrier press. sens.:	OK

図 6 始動診断

これ以外のメッセージが表示されることもあります。これ以外のメッセージを受信した場合は、163 ページのトラブルシューティングとエラーメッセージを参照してください。

スタンバイ状態



スタンバイのときは、加圧バルブが開きます。サンプルバルブ、サンプルループ、サンプルニードルには、補助ガスが勢いよく流入します。搬送ガスは、サンプルバルブを通して GC 注入ポートに流入します。図 7 を参照してください。

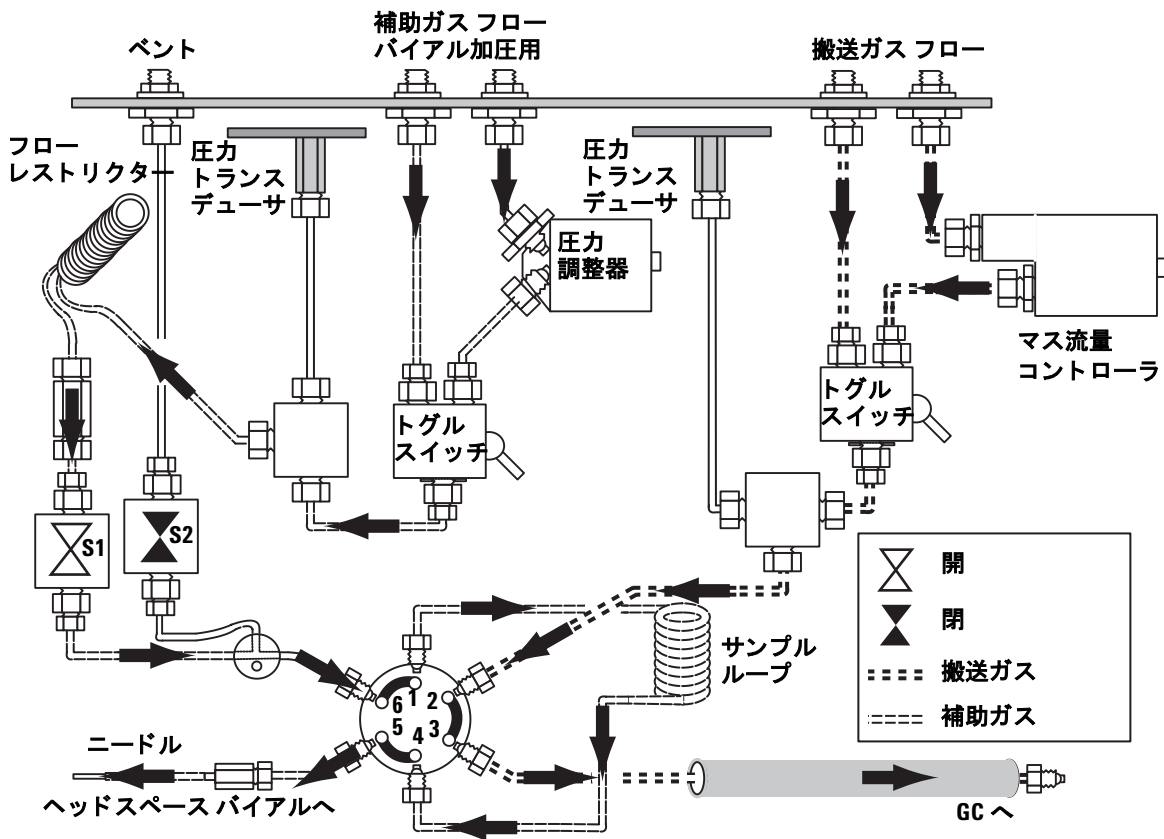


図 7 スタンバイ状態。S1 は開。

バイアル加圧

バイアル平衡時間が過ぎると、攪拌が停止し、サンプルプローブと一直線上の位置までバイアルが移動し、メカニカルロードがサンプルプローブの位置までバイアルを持ち上げます。加圧バルブが閉じます。サンプルプローブがバイアルのセプタムを貫通します。加圧バルブが開き、加圧時間だけガスがバイアルに流入します。続けて、バルブが元通りに閉じます。図 8 を参照してください。

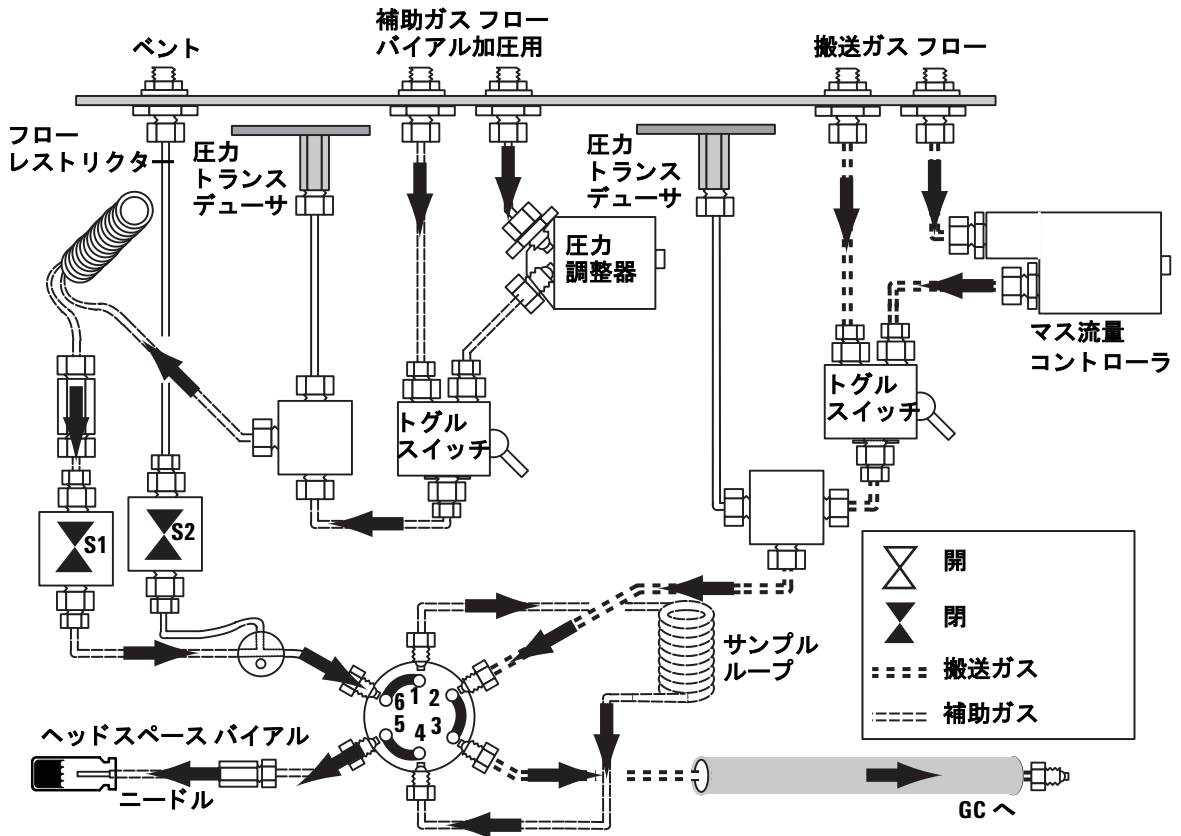


図 8 バイアル加圧。S1 は閉 (バイアルはニードルの位置まで上昇)。

サンプル ループ 充填

ベントバルブが開き、ヘッドスペースガスがサンプルループに充填されます。続けて、ヘッドスペースガスが排出口を通して大気中に排出されます。ループ充填時間が短いと(2~5秒)、ループ圧はバイアル圧と等しいままになり、注入される検体が増えます。ループ充填時間が長いと(10~15秒)、ループ圧は大気圧と等しくなります。図9を参照してください。

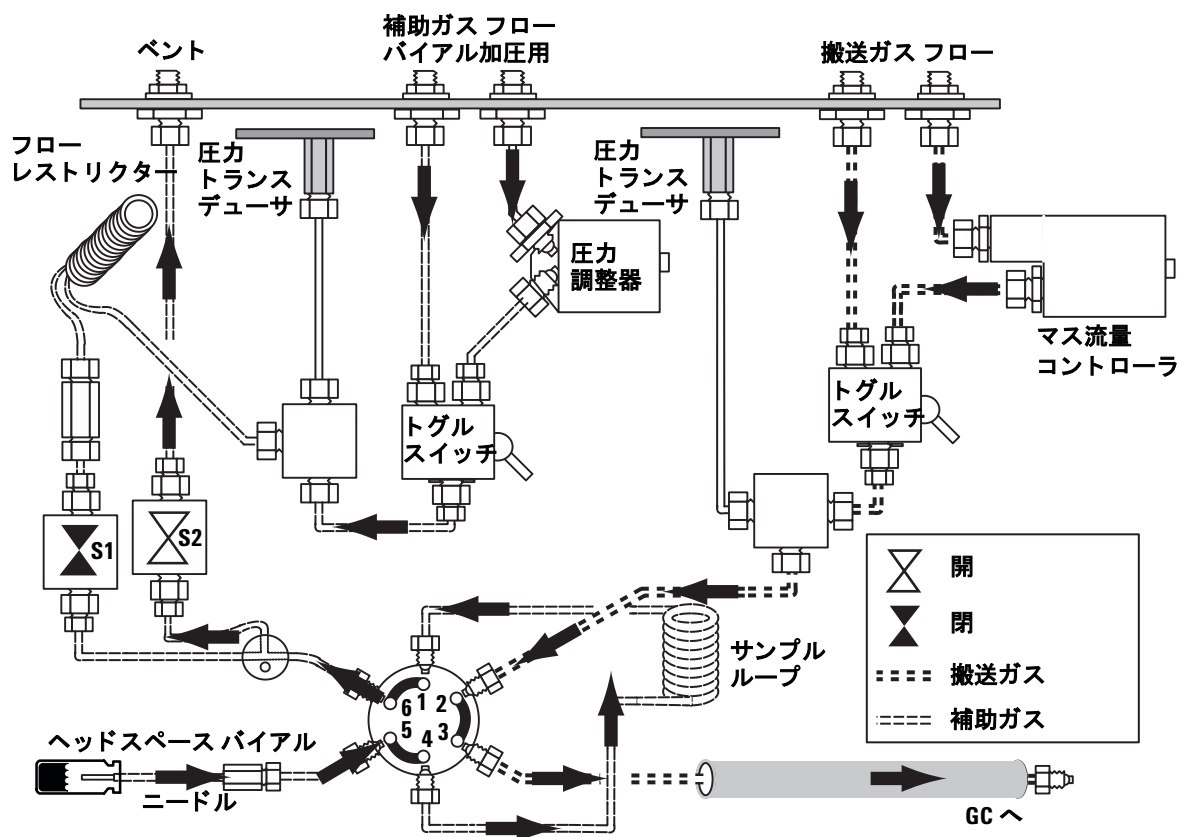


図9 ループ充填。S1は閉。S2は開で、ループを充填。

ループ平衡

この設定値に指定されている時間だけ、圧力バルブとベントバルブが両方とも閉じます。

サンプル注入

サンプルバルブは、搬送ガスフローと一直線上の位置までサンプルループを移動します。搬送ガスは、サンプルループおよびトランスファラインを通して GC 注入口に流入します。これにより、サンプルはすべて GC に排出されます。図 10 を参照してください。

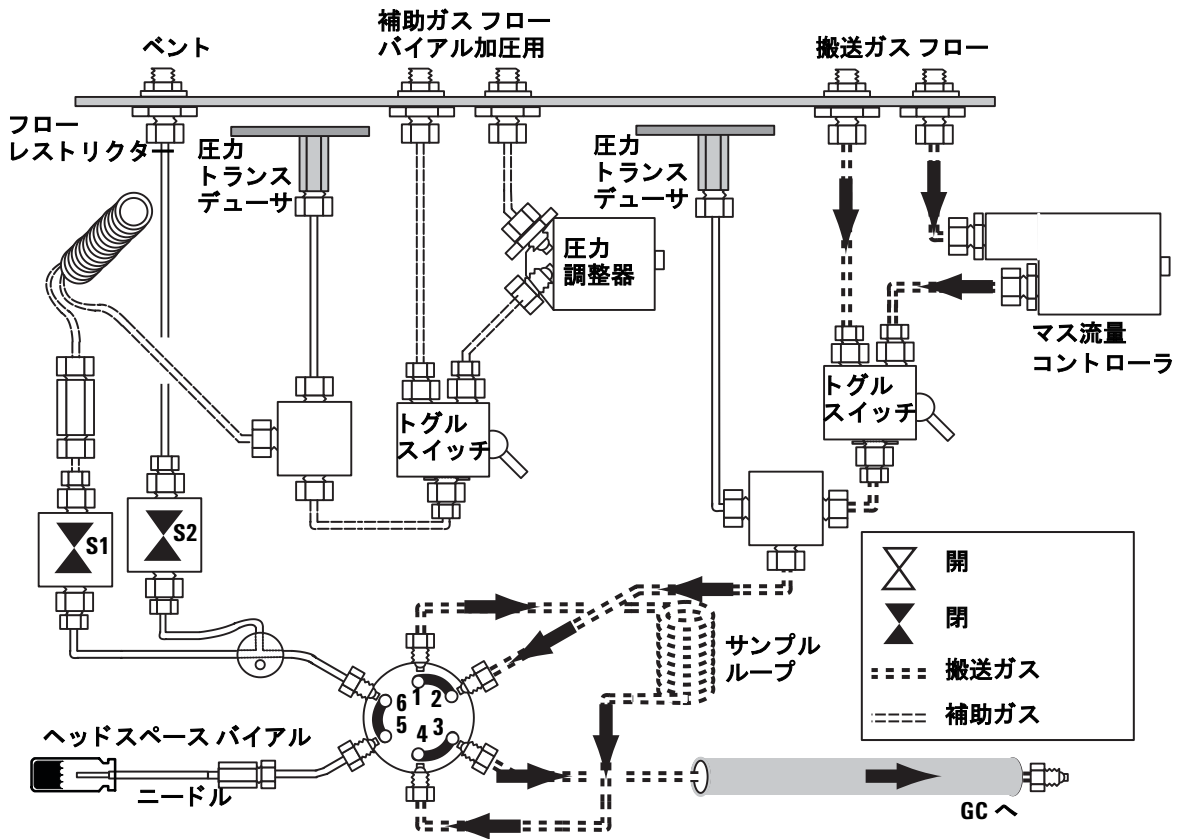


図 10 注入。S1 と S2 は閉。

サイクル終了およびバイアル回収

サンプルバイアルが下に降ろされて、カールセルに収められます。カールセルが回転し、リフトがバイアルをトレイに戻します。ベントバルブが開き、ベントラインをパージします。

Headspace Sampler は、スタンバイ設定に戻ります。図 11 を参照してください。S2 のベント時間は、既定では 30 秒です。ベント時間の調節については、84 ページのベントバルブのクリーニングを参照してください。

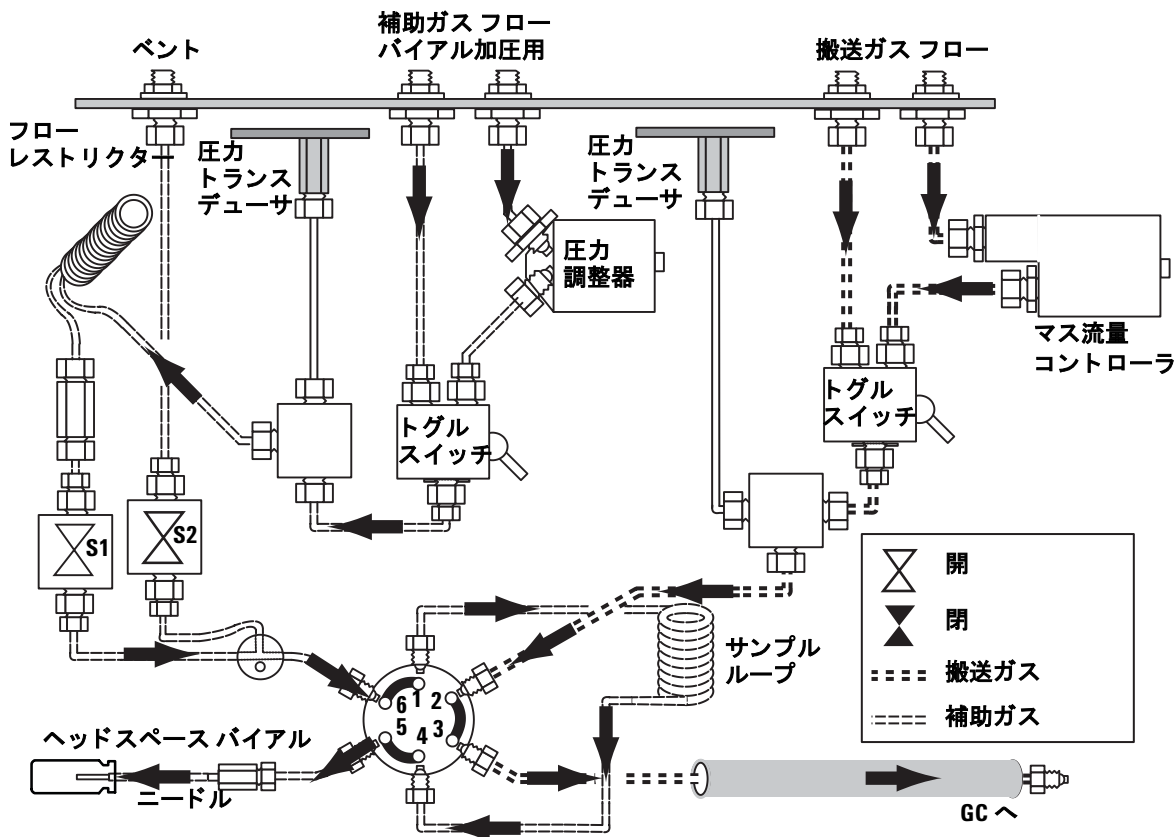


図 11 パージ。S1 は開。S2 は 30 秒間だけ開。

動作モード

G1888 Network Headspace Sampler には、標準ヘッドスペース採取および複数ヘッドスペース採取という 2 つの動作モードがあります。

標準ヘッドスペース採取

標準ヘッドスペース採取モードでは、1 つのバイアルから 1 回採取を行います。GC 注入口にサンプルが注入されると、GC の分析が始まります。ガス クロマトグラフ分析時における培養間隔を一定に保つために、バイアルは 1 つずつオープンに移され、サンプル採取後に 1 つずつ回収されます。オープンには、同時に複数のバイアルを配置することもできます。Headspace Sampler では、イベント時間と GC サイクルタイムを分析し、処理時間全体が最適化されるようバイアルの配送と回収の時間を調節します。このモードでは、バイアルの攪拌が可能です。

GC 分析サイクルタイムとは、注入が行われてから、次の注入の準備が整うまでの時間のことです。場合によっては、データ処理時間が含まれることもあります。

ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介

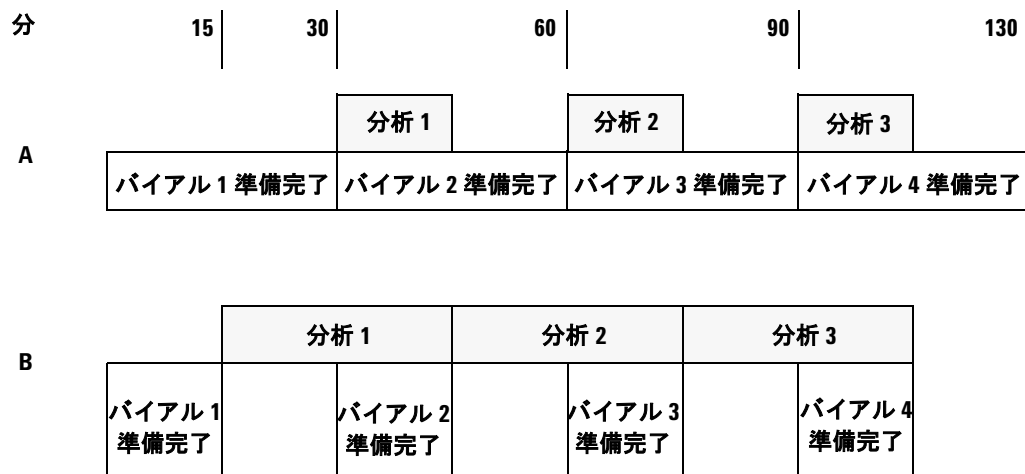


図 12 装置の同期

図 12 には、加熱済みで注入の準備ができたバイアルがあるかどうか、また次の注入に対する GC 側の準備ができていないかどうかを、この装置が同期する方法が示されています。ここでは、次の 2 つのケースについて見てみます。

- 状況 A: 準備時間が合計で 30 分、分析サイクルタイムが 15 分
- 状況 B: 準備時間が合計で 15 分、分析サイクルタイムが 30 分

イベントの順序

イベントの順序は、通常は次の通りになります。

- 1 スタンバイ状態。Headspace Sampler は、前回のメソッドの設定値のままになっています。
- 2 メソッドをロードします。
- 3 オープン平衡時間だけ、システムが待機します。
- 4 分析 / メソッドが始まります。最初のバイアルがオープンに移動します。
- 5 攪拌の設定がされている場合は、カルーセルは事前に設定されている時間だけ攪拌を行います。
- 6 オープンは、バイアル平衡時間だけバイアルを加熱します。
- 7 バイアルに加圧ガスが充填されます。
- 8 バイアルからサンプルが採取されます。サンプルループが充填されます。
- 9 サンプルループが平衡します。
- 10 ヘッドスペース注入が行われ、GC が始動します。
- 11 バイアルがカルーセルに戻ります。
- 12 バイアルがトレイに戻ります。

複数バイアル穿刺による複数ヘッドスペース採取

MHE モードでは、1 つのバイアルから最高 100 回まで採取を行うことができます。複数バイアル穿刺では、1 回の採取が終わるとバイアルからニードルが抜かれ、バイアルはオープンの元の位置に戻ります。バイアルの攪拌は可能です。

増分パラメータ (拡張機能 2) がオンになっていると、MHE を実行することはできません。

MHE では、次つの 2 つケースが考えられます。

- GC サイクル タイムがバイアル平衡時間よりも長い。

バイアル平衡時間を過ぎていれば、最初の採取が始まります。サイクルタイム間隔に基づいて、採取が続けて行われます。

たとえば、バイアル平衡時間 = 5.0 分およびサイクル タイム = 10.0 分の場合は、最初の採取は 5 分、2 回目はその 10 分後 (概算で累計 15 分)、3 回目はそのまた 10 分後 (累計 25 分) と続きます。

- GC サイクル タイムがバイアル平衡時間よりも短い。

バイアル平衡時間を過ぎると、最初の採取が始まります。バイアル平衡時間の間隔に基づいて、採取が続けて行われます。

たとえば、バイアル平衡時間 = 8.0 分およびサイクル タイム = 5.0 分の場合は、最初の採取は 8 分、2 回目はその 8 分後 (累計 16 分)、3 回目はそのまた 8 分後 (累計 24 分) と続きます。

複数バイアル穿刺による MHE を行うときは、次のイベントが発生します。

- 1 複数採取メソッドがロードされます。
- 2 バイアルがオープンに配置されます。
- 3 バイアル平衡時間だけバイアルが加熱されます。
- 4 イベント時間に従ってバイアルからサンプルが採取されます。
- 5 GC が始動します。
- 6 オープン カルーセルのスロットにバイアルが戻されます。
- 7 次の加熱が始まります。
- 8 イベント時間に従ってバイアルからサンプルが採取されます。
- 9 GC が始動します。
- 10 バイアルがオープンに戻されます。
- 11 手順 7 から繰り返します。(1 つのバイアルの最高採取回数まで)
- 12 バイアルがトレイに戻されます。

複数ヘッドスペース採取 : 標準

MHE モードでは、1つのバイアルから複数回サンプルを採取します。バイアルからの採取が終わるごとに、GC は開始信号を受信します。詳細については、75 ページの [\[Multiple Headspace Extraction\]](#) を参照してください。数量化作業用の、ログ（面積）と採取回数との関係を示す正確なグラフを得るには、通常は1つのバイアルから4回採取を行えば充分です。ただし、これは温度と平衡時間が適切に設定されている場合に限りです。

複数ヘッドスペース採取 : CONC モード

MHE モードでは、1つのバイアルから複数回サンプルを採取し、GC カラムの先端部分または GC 注入口の低温トラップにおいて検体を濃縮します。バイアルからの採取がすべて終わると、GC は開始信号を受信します。詳細については、75 ページの [\[Multiple Headspace Extraction\]](#) を参照してください。感度を向上させるには、この手法が役立ちます。

ヘッドスペースおよび G1888 Network Headspace Sampler の紹介



3 キーパッド

機能へのアクセス方法	48
設定値の編集	48
キーパッド	49
各キーとその機能	50
[Enter]	50
[Clear]	50
数字キーパッド	50
[Tray Advance]	50
[Start/Stop] キー	51
[Active Method] キー	52
[Zone Temps]	52
[Event Times]	54
[Vial Parameters]	57
[Menu] キー	58
[Load Method]	59
[Store Method]	60
[Chain Methods]	61
[Pressures]	62

この章では、それぞれのキーとそのキーに関連付けられた機能について説明します。



機能へのアクセス方法

装置の前面にあるキーパッドと画面を使用すると、すべての設定の表示と変更が行えます。**[Menu]**、**[Active Method]**、**[Tray Advance]**を一度押すと、そのキーに関連付けられたパラメータのメニューが表示されます。上下のカーソルキーを使用すると、制御に使用できるメニュー項目間をスクロールできます。ディスプレイには、ハイライトされたパラメータの設定値の現在の値が表示されます。

設定値の編集

設定値の編集は、次の手順で行います。

- 1 パラメータへ移動します。
- 2 数字キーパッドを使用して、新しい値を入力します。
- 3 **[Enter]**を押して、アクティブメソッドの新しい値を確定します。

新しい値が許容範囲を超えている場合は、サンプラーは許容範囲を示すメッセージを表示します。数字以外のキーを押して、エラーメッセージを消します。

[Clear]を押すと、どのメニューからでも、最上位レベルの表示に戻ります。

キーとその機能のクイックリファレンスについては、[表 2](#)を参照してください。

キーパッド

下の表 2 では、Headspace Sampler のすべてのキーとその機能の要約をリストしています。詳細については、50 ページの各キーとその機能を参照してください。

図 13 では、キーパッドのレイアウトを示します。

表 2 キーと機能のクイック リファレンス

キー名	定義 / 機能
[Start/Stop]	実行の開始、停止、リセットを行う
[Active Method]	メソッド パラメータ編集用メニューを表示する
[Menu]	メイン メニューを表示して拡張機能にアクセスし、メソッドのロード、保存、チェインを行う
[Tray Advance]	トレイを 1 ポジション移動する
カーソルキー	メニュー オプション間の移動に使用する
[Clear]	キーボード入力をキャンセルする。メニューの最上位レベルを表示する
[Enter]	現在のメソッドにキーボード入力を追加するか、ハイライトしたセレクションを実行する



図 13 キーパッド

各キーとその機能

[Enter]

このキーは、設定値に数値を入力した後、使用します。**[Enter]**を押して、変更をアクティブ メソッドに組み込みます。**[Enter]**キーはハイライトされたメニュー項目も選択します。

[Clear]

編集中に **[Clear]** キーを押すと、以前の設定値に戻ります。また、**[Clear]** キーを使用すると、上位メニュー レベルの表示に戻ります。最上位レベルのメニューに戻るには、**[Clear]** キーを二度以上押さなければならない場合もあります。

数字キーパッド

数字キーは、Headspace Sampler の変数条件の設定値を入力する場合に使用されます。小数点キーはメニューのショートカットに使用されます。

[Tray Advance]

このキーを押すと、**[Tray Advance]** 画面が表示され、トレイを手作業で配置できます。**[Tray Advance]** 画面で各カーソル キーを押すと、トレイを 1 ポジション各方向に移動します。キーパッドを使用して、1 ~ 70 の数値を入力して、**[Enter]** を押すと、指定したトレイ ポジションに直接移動します。

[Advance Tray]、{ ポジション +7 }、**[Enter]** を押すと、サンプルトレイの最前部にあるローディング ポジションに移動します。たとえば、67 を入力すると、トレイ ポジション 60 が装置の正面になります。ポジション 70 の後はポジション 1 が来ることに注意してください。たとえば、5 を入力すると、ポジション 68 が装置の正面になります。

[Start/Stop] キー

このキーを押すと、実行が開始または停止します。実行を開始するには、一度押します。実行を停止するには、もう一度押します。ディスプレイには、次のように表示されます。

PRESS STOP TO CONFIRM

このように確認することで、意図しない中断を防ぎます。停止するには、もう一度押します。実行を継続するには、**[Clear]**を押します。

- 実行中にサンプラーが停止した場合は、オープン内のバイアルは自動的にサンプルトレイに戻ります。このメソッドは、再開できません。最後にサンプル採取を行ったバイアルから分析を継続するには、メソッドを変更すれば、正しいバイアルから開始できます。

[Active Method] キー

[Active Method] キーを押して、次のメニューを表示します。

Zone Temps Event Times Vial Parameters	ACTIVE METHOD
---	----------------------

- [Zone Temps] の詳細については、[52 ページ](#)を参照してください。
- [Event Times] の詳細については、[54 ページ](#)を参照してください。
- [Vial Parameters] の詳細については、[57 ページ](#)を参照してください。

[Zone Temps]

	ACT	SET	ZONE TEMPS
Oven (°C)	50	50	New value:
Loop (°C)	60	60	
Tr.Line (°C)	70	70	

説明

[Zone Temps] は、サンプラー内の高温部分の温度値を設定します。

手順

カーソル キーを使用して、[OVEN]、[LOOP]、[TR. LINE] (トランスファ ライン) をスクロールし、温度の値を設定します。数

字キーパッドを使用して、新しい値を入力します。**[Enter]** を押して、値を設定します。温度の許容範囲については、表 3 を参照してください。

表 3 ゾーン温度の範囲

高温となる部分	設定値の許容範囲	デフォルト値 (°C)
オープン	40 ~ 230 °Cの範囲、1 °C単位で増加 *	50
Loop	45 ~ 250 °Cの範囲、1 °C単位で増加	60
Tr. Line	50 ~ 250 °Cの範囲、1 °C単位で増加	70

* オープンの最低温度は、40 °Cまたは外気温度より 10 °C高い温度のいずれか高いほうです。

設定値 0 を入力すると、ゾーンがオフになります。Headspace Sampler は、[OFF] を表示します。

一般的な規則として、結露を防ぐため、ループとトランスファラインはオープン温度よりも高く設定する必要があります。ループ温度は、オープンより 10 ~ 15 °C高く設定し、トランスファラインはオープンよりも 20 ~ 25 °C高く設定します。

注意

オープン温度は、バイアル内の溶媒の沸点よりも 10 °C以上低い温度でなければなりません。この温度を超えると、キャップやセプタムから漏れたり、飛び出したりする場合があります。バイアル加圧ラインも汚染される可能性があります。

[Event Times]

	SET.	ADV.FUNCTION
GC Cycle Time (min)	25.0	New Setpoint: 27.0
Vial Eq.Time (min)	15.0	
Pressuriz Time (min)	0.20 ↓	

	SET. ↑	ADV.FUNCTION
Loop Fill Time (min)	0.15	New Setpoint: 0.08
Loop Eq.Time (min)	0.05	
Inject Time (min)	0.30	

説明

[Active Method] メニューから [Event Times] を選択して、各種メソッドパラメータの期間を指定します。

GC Cycle Time GC 全体の実行を完了するために必要な時間です。これは、GC ランタイムと GC 平衡時間（GC の前面パネルに表示）と必要な推定冷却時間（必要な場合）の総計です。GC サイクルタイムは、GC が「レディ」になるために十分な時間である必要があります。Headspace Sampler は、この時間を利用して、サンプルを効率的にオープンに導入し、GC がレディになる前にサンプルに注入されないようにします。

Vial Eq.Time (バイアル平衡時間) サンプルを加熱するためにバイアルをオープンに入れる時間の長さです。サンプルの種類、サンプルの量、分析のパーティション係数によって、時間の長さは変わります。多くの場合、バイアル平衡時間は、バイアル内が平衡に達するために十分な時間が必要です。

Pressuriz.Time (加圧時間) バイアル加圧ガスがサンプルバイアルに導入され、バイアル内の圧力がさらに増すまでにかかる時間です。

Loop Fill Time ヘッドスペース/バイアル加圧ガスの混合物がサンプルループを通過して、ベントに出るまでにかかる時間です。これにより、サンプルループを正確な量のヘッドスペースガスで満たします。

Loop Eq.Time (ループ平衡時間) ベントバルブが閉じた後、サンプルループ内の検体が温度の高いループと平衡し、ループ内の圧力と流れが安定化するまでの時間です。

Inject Time サンプルループのガスがGCに注入される時間です。この時間は、サンプルの転送を完了させるために十分な時間でなければなりません。この時間が短すぎると、すべてのサンプルが転送されるわけではないため、分析の感度が低下します。転送時間が必要な時間より長くても、問題はありません。実際に必要な時間の長さは、搬送ガスの流量とサンプルループの大きさによって決まります。

手順

カーソルキーを使用して、イベント時間の一覧内をスクロールします。数字キーパッドを使用して、新しい時間の値を入力します。**[Enter]**を押して、値を設定します。設定値の範囲については、表4を参照してください。各イベントの説明については、54ページを参照してください。

表4 イベント時間の設定値

イベント	設定値の許容範囲 (分単位の増分)	デフォルト値 (分)
GC Cycle Time	1.0 ~ 999.9 の間で 0.1 単位	25
Vial Eq. Time	0 ~ 999.9 の間で 0.1 単位	15
Pressuriz. Time	0 ~ 99.99 の間で 0.01 単位	0.20
Loop Fill Time	0 ~ 99.99 の間で 0.01 単位	0.20
Loop Eq. Time	0 ~ 99.99 の間で 0.01 単位	0.05
Inject Time	0 ~ 99.99 の間で 0.01 単位	1.00

[Vial Parameters]

	SET	VIAL PARAM.
First Vial	1	Not Ready
Last Vial	22	
Shake	Off	

説明

[Active Method] メニューから [Vial Parameters] を選択して、メソッド中に分析されるバイアルを指定し、Shake 機能にアクセスします。

[First Vial] 現在のメソッドで分析される最初のバイアル (1 ~ 70) を指定します。

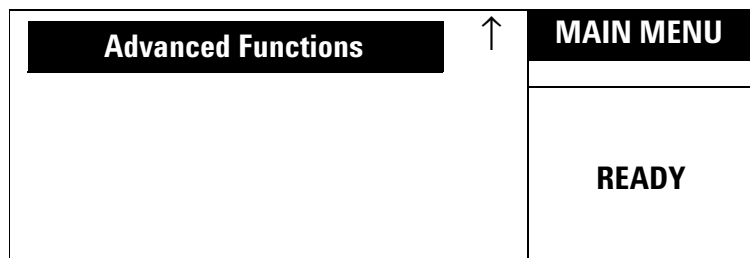
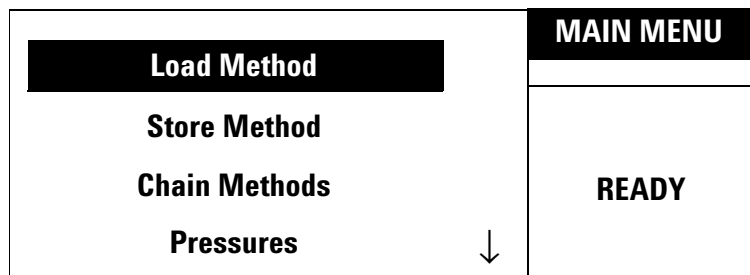
[Last Vial] 現在のメソッドで分析される最後のバイアル (1 ~ 70) を指定します。最後のバイアル番号は、最初のバイアル番号よりも大きい数値でなければなりません。そうでなければ、Headspace Sampler はエラー メッセージを表示するので、バイアル番号を再度入力する必要があります。

[Shake] [Shake] は、バイアル平衡中におけるオープン カルーセルの攪拌レベルを指定します。バイアルをシェイクすることで、必要なバイアル平衡時間を短縮できます。

振動設定には、off、low、high の 3 種類があります。カーソルキーを使用して、必要なレベルを指定し、[Enter] を押します。ほとんどのアプリケーションで設定は、Low で十分です。

[Menu] キー

[Menu] キーを押して、次の画面を表示します。



- [Load Method] の詳細については、[59 ページ](#)を参照してください。
- [Store Method] の詳細については、[60 ページ](#)を参照してください。
- [Chain Method] の詳細については、[61 ページ](#)を参照してください。
- [Pressures] の詳細については、[62 ページ](#)を参照してください。
- [Advanced Functions] の詳細については、[64 ページ](#)を参照してください。

[Load Method]

Load Method	MAIN MENU
Store Method	
Chain Methods	Load Method
Pressures	[1-4]
↓	

説明

[Load Method] は、4つの保存されたメソッドから1つを取り出し、現在の分析で使用するアクティブなメモリにロードします。メソッドをロードすると、アクティブなメモリに現在ロードされているメソッドを上書きするので、注意してください。

手順

数字キーパッドを使用して、1～4の数字を入力します。
[Enter] キーを押して、その数字に保存されているメソッドをロードします。

[Store Method]

Load Method	STORE METHOD
Store Method	
Chain Methods	
Pressures	
	Store Method [1-4] <input type="text"/>

説明

[Store Method] は、現在のメソッドを 4 つのメソッド保存領域の 1 つに保存します。

手順

数字キーパッドを使用して、1～4 の数字を入力します。

[Enter] キーを押して、その保存領域にメソッドを保存します。

注意

メソッドを保存すると、いままでその領域に保存されていたメソッドを上書きします。上書きが行われる際に警告メッセージは、表示されません。

[Chain Methods]

Load Method	<div style="background-color: black; color: white; padding: 2px; font-weight: bold;">CHAIN METHOD</div> <hr/> <p style="font-weight: bold;">Actual Chain: 1 + 3</p>
Store Method	
Chain Methods	
Pressures	

↓

説明

[Chain Methods] は 2 ～ 4 つのメソッドを連続して使用し、トレイ内のサンプルのグループを分析します。[Parameter Increment] が有効ならば、[Chain Methods] は無効です。メソッドをチェインすると、アクティブなメモリに現在ロードされているメソッドを上書きするので、注意してください。

手順

数字キーパッドを使用して、1 ～ 4 の数字を 2 ～ 4 個入力します。[Enter] を押して、メソッドを一緒にチェインします。

数字キーパッド上の [0] を入力して、チェインを無効にします。

メソッドは自由に組み合わせることができます。次に組み合わせの例を示します。

1+1+1+1

1+2+3+4

4+2+3+2

2+1

3+1+2

[Pressures]

この画面では、キャリア ガスまたはバイアル加圧ガスの圧力を表示します。キャリア ガスの圧力は、流量コントローラの出口で測定されます。バイアル加圧は、インラインレストリクターの前にある圧力調整器の出口で測定されます。空圧システムのダイアグラムと圧力センサー基板については、[32 ページ](#)を参照してください。

この画面は読み取り専用表示です。カーソル キーを使用して、ディスプレイをスクロールし、キャリア ガスからバイアル加圧ガスに移動します。変換器の最大圧力は、100 psig です。

	ACT.	PRESSURES
Carr. (PSI)	7.0	
Vial (PSI)	8.3	

4 拡張機能

拡張機能の使用法	64
拡張機能の一覧	65
拡張機能の説明	67
[Stabilize Time]	67
[ParameterIncrement]	68
[Vial number and location]	70
[Keyboard Lock]	71
Manual Operation	72
[Pressure Units]	73
[Stored Method]	74
[Multiple Headspace Extraction]	75
[Check for Ready]	76
[Reset]	78
[Valve Count]	79
[Vial Size]	80
[Zone Calibration]	81
[LAN Configuration]	82
[MAC Address]	83
[Enable RS232]	83
ベントバルブのクリーニング	84
リークテスト	86
[Diagnostic]	87

この章では、Advanced Function メニューで制御される個別の機能について説明します。ここでは、これらの機能の表示、値の範囲、および設定値の編集方法について説明します。



拡張機能の使用法

拡張機能の設定値や表示にアクセスするには、次のように行います。

- 1 **[Menu]** キーを押します。
- 2 Menu 項目 [Advanced Functions] までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 3 使用する機能までスクロールして **[Enter]** を押すか、キーパッドの対応するメニュー番号を押します。メニュー番号が 9 よりも大きい場合、小数点を押した後にメニュー番号の 2 桁目を押します。たとえば、メニュー項目 12 を選択するには、**.2** と押します。
- 4 拡張機能の中には、**[Zone Calibration]** などの副次機能を含むものもあります。その場合は、使用する副次機能までスクロールして、**[Enter]** を押します。

[Clear] を押すと、どのメニューからでも、上位レベルの表示に戻ります。

拡張機能のクイック リファレンスについては、[表 5](#) を参照してください。詳細については、[67 ページの拡張機能の説明](#)を参照してください。

拡張機能の一覧

表 5 拡張機能のクイック リファレンス

表示	定義 / 機能	メニュー選択キー	ページ
STABILIZE TIME	オープンが初期設定値へ到達してから最初のバイアルがローディングされるまでの待ち時間を設定する。	1	67
PARAM.INCREMENT	オープン温度を段階的に上昇させるか、後続のバイアルに対する平衡時間を決める。	2	68
VIAL NO. AND LOC.	各オープン カルーセルの位置におけるバイアル番号を表示する。バイアル番号は、バイアルの本来のトレイ ポジションに相当する。	3	70
KEYBOARD LOCK	ナビゲーションとメソッドのスタート / ストップを除く、すべてのキーボード機能を無効にする。	4	71
MANUAL OPERATION	すべてのモーター、リフタ、トレイ、シャッターなどを手動で動かし、Headspace Sampler のすべてのバルブを手動で開閉できるようにする。	5	72
PRESSURE UNITS	圧力単位を変更する。	6	73
STORED METHOD	5つのプリセット メソッドの1つをロードする。	7	74
MULTI.HS EXTR.	複数ヘッドスペース採取に対し、パラメータを設定する。	8	75
CHECK FOR READY	注入前に GC からのレディ信号を探すかどうかを HS に通知する。	9	76
RESET	リセットを選択するとサンプラーが何を実行していても中止し、そのスタートアップルーチンを再起動する。バイアルはトレイに戻る。	., 0	78
VALVE COUNT	この機能を使用すると、サンプル注入バルブのバルブ サイクル数の表示とリセットが行える。	., 1	79

表 5 拡張機能のクイック リファレンス (続き)

VIAL SIZE	10-mL または 20-mL バイアルを選択する。	., 2	80
ZONE CALIBRATION	オープンのカスタム温度のオフセットとサンプルループの高温部分を作成する。	., 3	81
LAN CONFIGURATION	IP アドレス、サブネット マスク、およびゲートウェイを設定する。	., 4	82
MAC ADDRESS	MAC アドレスを表示する。	., 5	83
ENABLE RS-232	Headspace Sampler を RS-232 モードまたは LAN モードに設定する。RS232 から LAN に切り替える場合は、電源を入れなおす必要がある。	., 6	83
PURGE VALVES	ラインを一掃するために加圧ガスをベントから送出する。	., 7	84
LEAK TEST	リーク テストを開始する。	., 8	86
DIAGNOSTIC	ファームウェア リビジョン、RAM/ROM ステータス、およびシリアル番号を表示する。	., 9	87

拡張機能の説明

[Stabilize Time]

説明

この拡張機能は、オープンが初期設定値に到達した後、バイアルがオープンにロードされる前に平衡に達するまでの時間の長さを変更します。[Stabilize Time] を選択すると、次が表示されます。

	SET	ADV.FUNC.
Stab.Time (min)	0.0	READY

手順

キーパッドの数値を入力して、[Enter] を押すと、その値が設定されます。

デフォルトは、1分です。値の許容範囲は、0.0～99.9分です。

[ParameterIncrement]

		PARAM INCR.
	SET	
Oven Temp Step (°C)	0	
Vial Eq Step	0.0	READY

説明

[Parameter Increment] は、サンプル採取した後続の各バイアルに対し、バイアル平衡時間やオープン温度を自動的にステップ状に上昇させるメソッド開発ツールです。

パラメータが増加している間、各バイアルはサンプル採取され、カルーセルに戻されます。次のバイアルの値に増加するまでの GC サイクルタイムの間、サンプラーは、NOT READY を表示します。Vial Temp が増加すると、新しい設定値に達するまで画面上には WAITING FOR READY と表示されます。

両方の画面のデフォルト値は、0.0 です。これはパラメータの増分がオフであるということです。2つのパラメータは互いに排反です。一方に0でない数値が入力されたら、他方には自動的に0が入ります。

Oven Temp Step [Oven Temp Step] に値を入力すると、バイアル平衡中に Vial Temperature が上昇します。現在のメソッドにある2番目以降のバイアルではさらに上昇します。

たとえば、オープン温度ステップに4°Cを入力し、オープン温度100°Cのメソッドを実行します。最初のバイアルは、オープン温度100°Cで、2番目のバイアルはオープン温度104°C、3番目のオープン温度は108°Cになります。

値の範囲は、0 ~ 99°Cです。

Vial Eq Step Vial Eq [Step] 増分に値を入力すると、安定時間が長くなります。現在のメソッドにおける 2 番目以降の各バイアルではさらに長くなります。

値の範囲は、0.0 ～ 99.9 分です。

手順

有効にすると、カーソルキーを使用して、オープン温度および安定時間ステップ増分にスクロールします。

数字キーパッドを使用して増分を変更し、**[Enter]** を押して、変更した値を設定します。

- 最大バイアル温度とサンプル内の溶媒の沸点との差が 10 °C 以下にならないようにしてください。
- **Vial Temp Incr** 機能は、ヘッドスペースバイアル温度のみを上げるものです。ループとトランスファライン温度は本来の設定値のままです。プログラムで設定されたバイアルの最高温度よりも高くなるように、ループおよびトランスファラインの温度を設定してください。使用しているトランスファライン上の最高温度に注意してください。
- **Vial Temp Incr** 機能か、**Vial Equilibration Incr** 機能に 0 以外の値が設定されている場合、**Chain** メソッドは使用できません。
- オープン温度のステップとバイアルの個数の組み合わせがオープン温度の最大許容温度を超えて設定された場合（たとえば、オープン温度が 155 °C、10 バイアル）、**HS** は警告メッセージを表示します。実行しても、オープン温度が 230 °C に達したときに分析は停止します。

[Vial number and location]

						VIAL IN LOC.
#01	#02	#03	#04	#05	#06	
5	0	0	0	0	10	
<hr/>						READY
#07	#08	#09	#10	#11	#12	
0	0	0	0	0	0	

説明

バイアル番号と位置は、オープンカルーセルにおけるバイアルの位置を表示します。バイアル番号は、バイアルの元のトレイポジションに完全に対応しています。たとえば、バイアル 1 はトレイポジション 1 のバイアルに対応しています。

画面左側の最初の数値は、最初のオープンカルーセルポジションです。画面右側の最後の数値は、6番目のオープンカルーセルポジションです。この例では、バイアル番号 5 はオープンカルーセルポジション 1 で、バイアル番号 10 はオープンカルーセルポジション 6 です。これは読み取り専用表示です。編集はできません。

[Keyboard Lock]

説明

この拡張機能は、数字キーパッドと [Enter] キーからの入力を無効にします。これらのキーは、ナビゲーションおよびメソッドの開始で使用できます。[Keyboard Lock] を選択すると、画面のトップレベルに小さなグラフィックスが表示されます。

1. Stabilize Time 2. Param Increment 3. Vial No. and Loc. 4. Keyboard Lock	ADV.FUNCTION
	LOCKED
	UNLOCKED

↓

手順

キーボードをロックするには、カーソルキーを使用して、[LOCKED] までスクロールし、[Enter] を押します。

[UNLOCKED] までスクロールして、[Enter] を押し、キーボードをアンロックします。

Manual Operation

Carousel	1	Tray	1
Lifter Tray	Down	Sample V.	Off
Lifter Sam.	Down	Press V.	On
Shutter	Closed	Vent V.	Off

説明

この拡張機能は、バイアル カルーセル、バイアルトレイ、シャッター、および両方のバイアル リフトが故障していないか手作業で確認するものです。この拡張機能が動作しない場合は、[163 ページのトラブルシューティングとエラー メッセージ](#)を参照した後、Agilent サービスにご連絡ください。

Manual Operation を使用した後、モーターは、デフォルトの状態にリセットされません。リセット機能を使用して、モーターをデフォルトの状態に復元してください。[78 ページ](#)を参照してください。

手順

カーソル キーを使用して、項目メニューをスクロールします。

[Carousel] と [Tray] [1] を押すと、時計回りに 1 ポジション回転します。**[0]** を押すと、反時計回りに 1 ポジション回転します。

[Lifter Tray] と [Lifter Sam.] [1] を押すと、リフトが上昇します。**[0]** を押すと、リフトが下降します。画面には、バイアル サイズに対してリフトがどれだけ上昇したかが表示されます。シャッターが閉じていると、Lifter Tray は上昇できないことに注意してください。

[Shutter] [1] を押すと、シャッターが半分開きます。画面には、[midway] と表示されます。もう一度 [1] を押すと、シャッターが全開します。画面には、[open] と表示されます。[0] を押すと、シャッターが半分閉じ、もう一度 [0] を押すと、シャッターは完全に閉じます。Lifter Tray が上昇しているとシャッターが閉じないことに注意してください。

[Sample V]、[Press V]、および [Vent V] [1] を押すと、バルブがオンになります。[0] を押すと、バルブがオフになります。

[Pressure Units]

5. Manual Operation 6. Pressure Units 7. Stored Methods 8. Multi.HS EXTR.	↑	ADV.FUNCT.
		(KPA)
		(PSI)
	↓	(BAR)

説明

この拡張機能は、圧力単位の表示を、psi、kPa、bar の間で変更できます。

手順

Psi は、HS の起動時のデフォルトの圧力単位です。カーソルキーを使用して、kPa または bar にスクロールします。単位がディスプレイに表示されたら、それらはアクティブです。

[Stored Method]

Default	↓	STORED METH.
Checkout OQ/PV-GC MeOH in H2O		READY

説明

[Stored Method] 画面を使用して、5つのプリセット メソッドの1つをロードします。各メソッドに保存されたパラメータについては、表 6 を参照してください。

表 6 Stored Methods

	パラメータ	Default	Checkout	OQ/PV-GC	MeOH in H ₂ O	OQ/PV-MSD
加熱部 (°C)	オープン	50	100	100	60	100
	ループ	60	110	110	110	150
	Tr. Line	70	115	115	120	180
平衡時間 (分)	GC サイクル タイム	25.0	5.5	2.0	2.0	6.0
	バイアル平衡時間	15.0	7.0	7.0	1.5	5.0
	加圧時間	0.20	0.08	0.08	0.20	0.1
	ループ充填時間	0.20	0.5	0.5	0.20	0.5
	ループ平衡時間	0.05	0.05	0.05	0.05	0.1
	注入時間	1.0	1.0	0.2	0.25	1.0
	バイアル パラメータ	最初のバイアル	1	1	1	1
最後のバイアル		10	1	8	1	9
シェイク		オフ	オフ	オフ	オフ	オフ
バイアル サイズ		20 mL	20 mL	20 mL	20 mL	20 mL
拡張機能		複数の抽出	オフ	オフ	オフ	オン
	バイアルごとの注入	1	1	1	20	1

手順

カーソルキーを使用して、スクロールし、5つの保存されたデフォルトのメソッドから1つを選択します。[Enter]キーを押して、メソッドをロードします。

[Multiple Headspace Extraction]

	SET	MULTI EXTR.
Multi HS Extr.	OFF	OFF
		ON
		CONC

説明

複数ヘッドスペース採取（MHE）は、同じバイアルを繰り返してサンプル採取する場合に使用します。バイアルはそれぞれを抽出する際に、サンプル採取プローブに載せられ、サンプルが採取され、プローブから降ろされます。Headspace Sampler で利用可能な MHE は、2種類あります。

- MHE に「ON」が設定されている場合は、HS はそれぞれが抽出された後、GC へ開始の信号を送信します。
- MHE に「CONC」が設定されている場合は、HS は最後の抽出の後、GC へ開始の信号を送信します。

注記

[Parameter Increment] がオンの場合、MHE は使用できません。68 ページを参照してください。

手順

カーソルキーを使って、右側のメニュー項目を選択します。

[OFF] [Enter] を押して、MHE をオフにします。

[ON] および [CONC] [Enter] を押して、MHE をオンにします。キーパッドを使用して、バイアルごとの抽出数を入力します。許容範囲は、抽出数 2 ~ 100 です。

[Check for Ready]

<p>9. Check For Ready</p> <p>10. Reset</p> <p>11. Valve Count</p> <p>12. Vial Size</p>	↑	ADV.FUNCT.
		No Check
	↓	APG Wait 5890 Wait

<p>9. Check For Ready</p> <p>10. Reset</p> <p>11. Valve Count</p> <p>12. Vial Size</p>	↑	ADV.FUNCT.
		APG Abort ↑
	↓	5890 Abort

説明

ハードウェアによる接続が GC と Headspace Sampler 間のリモートスタート ケーブルに組み込まれています。この拡張機能を使用して、GC レディ信号を待つか、シーケンスを中断するか、GC レディ信号を待たずに続行します。

[Check For Ready] がアクティブな場合、サンプラーは注入を行う前に GC からのレディ信号が存在することを点検します。GC レディ信号が検出されなければ、サンプラーはモードに従い、待機、中止、継続のいずれかを行います。

次のモードが利用できます。

[No Check] HS は、GC がレディ状態かどうかに関わらず注入します。

[5890 Wait] HS は、5890 GC のレディ信号を待ってから、シーケンスを開始します。Headspace Sampler の Sample Equilibration Time は無視されます。このシーケンスは、GC の準備状況により制御されます。このモードは、一定の加熱時間に達したときに、GC サイクルタイムが完了していなければ、当初の加熱時間を変更します。

[APG Wait] HS は、6850/6890/6820 GC のレディ信号を待ってから、シーケンスを開始します。Headspace Sampler の Sample Equilibration Time は無視されます。このシーケンスは、GC の準備状況により制御されます。このモードは、一定の加熱時間に達したときに、GC サイクルタイムが完了していなければ、当初の加熱時間を変更します。

[5890 Abort] 注入が行われるときに 5890 GC がレディでなければ、このシーケンスは、中止します。バイアルはすべてトレイに戻り、HS には GC NOT READY メッセージが表示されます。これは、5890 GC ユーザー用の推奨設定です。

[APG Abort] 注入が行われるときに 6850/6890/6820 GC がレディ状態でなければ、このシーケンスは、中止されます。バイアルはすべてトレイに戻り、HS には GC NOT READY メッセージが表示されます。これは、6850、6890、または 6820 GC ユーザー対象の推奨設定です。

手順

カーソル キーを使用して、表示画面の右側のセクションで、目的のモードをハイライトします。[Enter] を押して、ハイライトしたモードを選択します。

[Reset]

<p>Reset HSS now?</p> <p>Yes No</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px 15px;">Enter</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px 15px;">Clear</div> </div>		ADV.FUNCT.
		READY

説明

リセットを選択すると、サンプラーが何を実行中であっても中止し、そのスタートアップルーチンを再起動します。詳細については、[35 ページの電源投入時診断](#)を参照してください。

注記：

- このメソッドのすべての設定値に到達するまで、本装置は Not Ready のままです。
- リセット前に使用中の最後のメソッドが引き続き有効になります。
- リセットの後、Headspace Sampler はバイアルをオープンカルーセルから取り出す必要があるかどうかを問い合わせます。「yes」を選択すると、Headspace Sampler はバイアルをトレイに戻します。「no」を選択すると、バイアルがオープンに残っていたら、手作業で取り出します。

[Valve Count]

ACT		VALVE COUNT
Valve Count	18155	
Reset Counter		READY

説明

[Valve Count] は、サンプル採取バルブが作動した回数を表示します。Agilent サービスマンが [Valve Count] を見て、サンプラーの使用の程度が分かることもあります。バルブはカウンタが増える前にオンまたはオフのいずれかに移動する必要があります。

手順

カウンタをリセットするには、カーソルキーを使用して、[Reset Counter] をハイライトします。[Enter] を押します。次の画面が表示されます。

Reset Valve Count Counter?		VALVE COUNT..
Yes	No	
<input type="button" value="Enter"/>	<input type="button" value="Clear"/>	READY

[Enter] を押して、カウンタをリセットするか、[Clear] して、以前の画面に戻ります。

[Vial Size]

<p>9. Check For Ready</p> <p>10. Reset</p> <p>11. Valve Count</p> <p>12. Vial Size</p>	↑	ADV.FUNCT.
		10 ml
		20 ml
	↓	

説明

この拡張機能は、10-mL バイアルまたは 20-mL バイアルを使用するように HS を設定します。HS は、10-mL バイアルと 20-mL バイアルを同じメソッドで一緒に使用することはできません。

手順

カーソルキーを使って適切な [Vial Size] を選択し、[Enter] を押します。

[Zone Calibration]

Oven Calibration	ZONES CALIB.
Reset Oven Defaults	
Loop Calibration	
Reset Loop Defaults	READY

説明

[Zones Calibration] 画面は、Headspace Sampler のカスタム温度のオフセットを作成します。較正は、この画面で出荷時のデフォルトに復元できます。

このメニューの選択肢に [Reset Oven Defaults] と [Reset Loop Defaults] が表示されるのはカスタム オフセットが存在するときだけです。

較正手順の詳細については、[156 ページ](#)の [Zone Calibration] を参照してください。

[LAN Configuration]

			LAN Config.
		SET	
IP Address	100.10.100.	33	Ready
Sub Mask	255.255.255.	0	
Gateway	130.10.250.	1	

説明

この拡張機能は、Headspace Sampler を LAN で使用するように設定する場合に使用します。

手順

カーソルキーを使用して、IP アドレス、サブネット マスク、およびゲートウェイの数値の間を移動します。

数字キーパッドのキーを押して、数値を入力すると、画面上でハイライトされた値が変わります。**[Enter]** を押して、数値を受け入れるか、**[Clear]** を押してキャンセルします。

数値を入力すると、ハイライト部分は次の値に自動的に移動します。

LAN 上で Headspace Sampler を使用する前に Enable RS232 をオフにする必要があります。詳細については、83 ページの [\[Enable RS232\]](#) を参照してください。

Headspace Sampler は、RS232 から LAN に切り替えたときに LAN 接続をアクティブにするためにリセットされる必要があります。

[MAC Address]

<p style="text-align: right;">ACT</p> <p>MAC Address 00:20:4A:32:10:3B</p>	MAC Address
	Running

説明

[MAC Address] は読み取り専用表示です。

[Enable RS232]

<p>13. Zones Calibration</p> <p>14. LAN Configuration</p> <p>15. MAC Address</p> <p style="background-color: black; color: white; text-align: center;">16. Enable RS232</p>	↑	ADV.FUNCTION
		Yes
	↓	No

説明

この拡張機能は、Headspace Sampler の RS232 ポートを有効にします。RS232 ポートを無効にして、LAN ポートを有効にします。

手順

カーソルキーを使用して、「Yes」を選択し、RS232 を有効にするか、「No」を選択して RS232 を無効にして LAN ポートを有効にします。

ベントバルブのクリーニング

V2 Sequence Purge	Vent Purge
V2 Standby Purge	Not Ready

	ACT	SET	PURGE VALVES
Timer (min)	0.0	1	RUNNING
Start purging			

説明

[V2 Sequence Purge] この拡張機能は、各バイアル注入の後、V2 ベントバルブが開いている時間を設定します。デフォルト値は、30 秒です。

[V2 Standby Purge] この拡張機能は、ベントバルブを開き、加圧ガスがベントを通過できるようにします。この機能を使用すると、必要であれば、メソッドを実行する前に、Headspace Sampler の配管から不要な資材の痕跡を取り除くことができます。

手順

[V2 Sequence Purge] カーソルキーを使用して、[V2 Sequence Purge] を選択して、**[Enter]** を押します。キーパッドを使用して、時間の値を入力します。**[Enter]** を押します。

[V2 Standby Purge] カーソルキーを使用して、[V2 Standby Purge] を選択して、**[Enter]** を押します。キーパッドを使用して、1 ~ 999 分の間の時間の値を入力します。**[Enter]** を押します。

この値は、SET カラムに表示されます。ACT カラムは、残りが何分であるかのカウントダウンをリアルタイムで開始します。タイマが 0 になると、このプロセスは自動的に終了します。

リークテスト

説明

リークテストは、次を確認します。

- ループ充填によるフローパスにおける障害
- キャリアフローパスにおけるリーク
- バイアル加圧流路におけるリーク
- 6ポート サンプル採取バルブに渡るリーク

症状 障害に関連した症状には次があります。

- ピークがない
- 感度の低下

障害は、通常、ソレノイド ベントバルブ シールの盛り上がりやベント チューブの残留物などにより発生します。

リークに関連した症状には次があります。

- 検出器のノイズ増大
- 感度の低下

トランスファライン、外部の配管、およびサンプルプローブユニオンの接続部で最も多くリークが発生します。

リークテストの手順については、[148 ページのリークテスト](#)を参照してください。

[Diagnostic]

Firmware rev.:A.01.01		DIAGNOSTIC
ROM check: OK		
ROM check: OK		HSS FAULT HARDWARE ERROR
Serial#:US0000LP22	↓	

Firmware rev.:A.01.01		DIAGNOSTIC
ROM check: OK		
ROM check: OK		RUNNING
Serial#:IT004410010	↓	

Sample Valve: FAIL	↑	DIAGNOSTIC
Vent Valve: OK		
Press Valve: OK		RUNNING
Lifter Tray: OK		
Lifter Sampling: OK	↓	

Shutter:	OK	↑	DIAGNOSTIC
Tray	OK		
Carousel	OK		
Oven Sensor	OK		
Loop Sensor	OK		↓
			RUNNING

Trans.Line sensor:	OK	↑	DIAGNOSTIC
LAN interface:	OK		
Vial press. sensor:	OK		
Carrier press. sens.:	OK		
			RUNNING

説明

この診断画面は、パワーオンシステム診断メッセージを表示する読み出し専用ディスプレイです。



5 サンプルの作成

サンプルの作成	90
サンプルトレイのロード	92

本章では、分析を行う際のサンプルの作成に必要な手順である、サンプルバイアルへのサンプルの注入、サンプルバイアルの密封、サンプルトレイのロードについて、それぞれ説明します。



サンプルの作成

ヘッドスペースの採取に使用されるサンプルを、ガラス製バイアルに入れます。サンプルの入ったバイアルを、Headspace Sampler トレイに設置します。サンプルはサンプルバイアルの 3/4 まで注入することが可能ですが、通常は半分程まで注入するようにしてください。こうすることで、サンプルプローブが採取時に直接、固体または液体のサンプルに触れるのを防ぐことができます。

G1888 Network Headspace Sampler では、10-mL または 20-mL サンプルバイアルを使用できます。本装置では一度に 1 バイアルサイズのみ処理が可能です。バイアルサイズの変更について詳しくは [80 ページ](#)の [Vial Size] を参照してください。

バイアルはしっかりと密封して、ヘッドスペース内のガスが加圧中に漏れないようにします。クリンプ キャップ バイアルには、20-mm キャップ使用のヘッドスペースバイアル密封用のクリンパ (Agilent パーツ番号 9301-0720) を使用してください。ネジキャップバイアル (Agilent パーツ番号 5188-2759) およびネジトップバイアル (Agilent パーツ番号 5188-2753) も販売しております。[127 ページ](#)の消耗品のリストを参照してください。

注記

バイアルのキャップが正しく取り付けられていないと、セプタムへの穿刺中にジャムがおこる原因となることがあります。

次の操作を行い、サンプル採取に備えてバイアルを準備してください。

- 1 セプタムを、テフロン加工の面がバイアルに向き合うように、バイアルキャップ内に置きます。その際に、セプタムを汚さないよう注意します。
- 2 キャップを上下逆にしてテーブルに置きます。
- 3 サンプルをバイアル内に注入します。通常、サンプルの量はバイアルの 50% 未満にする必要がありますが、バイアルの中には 75% まで注入可能なものもあります。
- 4 バイアルの口にセプタムとキャップを一緒に置きます。
- 5 キャップとバイアルの上にクリンパを被せます。[図 14](#) を参照してください。

- 6 ゆっくりと一定の圧力をかけながら、クリンパの取っ手を強く握り締めて、バイアルを密閉します。
- 7 クリンパを外します。
- 8 バイアルおよびキャップを 90 度回し、再びクリンパで密閉します。
- 9 バイアル上のキャップを手で少しひねってみて、完全に密封されていることを確認します。その際、キャップを回すのが難しく感じられるか、または不可能でなくてはなりません。キャップが容易に回るようなら、クリンパで再度キャップの密閉を行ってください。その際に、必要に応じてクリンパの調節を行ってください。
- 10 バイアルからキャップを取り外すには、20-mm キャップが取り付けられたバイアル用のデキャッパ (パート番号 5181-1214) を使用してください。

注記

バイアルにはラボ内の空気が含まれますが、その空気が室内に存在する溶剤や、エアコンからリークするフロンで汚染されている可能性があります。これらの汚染が検査結果に悪影響を及ぼす場合、キャップの取り付けおよび密閉の前にアルゴンを使用してバイアルの消毒を行ってください。

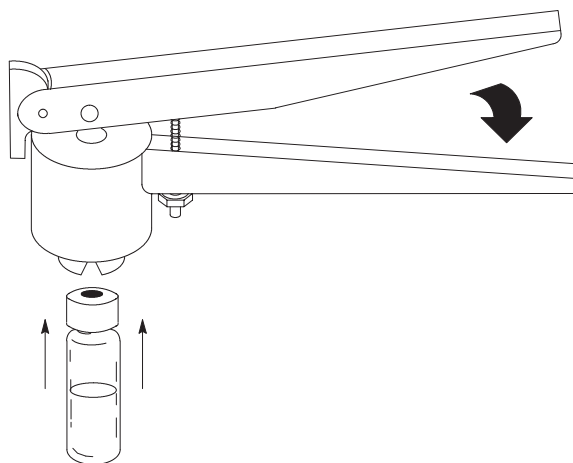


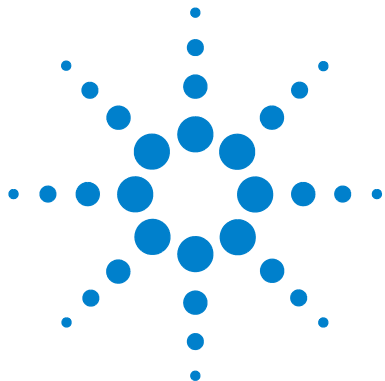
図 14 キャップを正しく取り付けるためのクリンパとバイアルの位置

サンプルトレイのロード

[アドバンストレイ]、{ポジション+7}、を押した後、[Enter] キーを押してロードする位置をサンプルトレイの真正面に移動します。

カーソルキーで操作することによって、アドバンストレイにバイアルが1つずつ加えられていき、最終的に全てのサンプルがトレイにロードされます。

10-mL バイアルと 20-m バイアルは1つのトレイに混在できません。



6 メソッドの入力

メソッドの入力	94
メソッドの作成方法	94
ゾーン温度の入力	95
イベント時間の設定	97
バイアルパラメータの設定	100
メソッドの保存とロード	102
メソッドの保存	102
メソッドのロード	103
メソッドの連結	104
メソッドチェーンのアクティブ化	104
メソッドチェーンの非アクティブ化	105
メソッドチェーンのMHEでの使用	106

本章では、メソッドの保存、ロード、連結を含むメソッドの入力方法について、詳しく説明します。



メソッドの入力

メソッドの作成方法

キーパッドを使用して Headspace Sampler のメソッドを作成するには、以下のメニュー画面で各設定温度の値を入力します。

- ゾーン温度 (Zone Temps): [95 ページ](#)参照
- イベント時間 (Event Times): [97 ページ](#)参照
- バイアルパラメータ (Vial Parameters): [100 ページ](#)参照

以上のそれぞれの画面で、各種設定値を指定します。設定値に値を入力するには、カーソルキーを使用して入力する設定値までスクロールし、数値キーパッドを使用して値を入力します。その後、**[Enter]** キーを押します。入力された値が許容範囲に存在しない場合は、サンプル×にその許容範囲を示すメッセージが表示されます。その場合は、数値キー以外の任意のキーを押すことで、エラーメッセージを削除することができます。

[Clear] キーを押して、設定値に誤って入力した文字を削除することができます。値を入力中でない場合は、**[Clear]** キーを押すと、最初の画面に戻ります。

通気バルブパージ時間を指定することも可能です。通気パージ時間を増加することで、混入物を減少できる場合があります。詳細は [84 ページ](#)の**バルブのクリーニング**を参照してください。

各設定値の設定が終わったら、4つのうちの1つの保存場所にメソッドを保存します。メソッドの保存について詳しくは、[102 ページ](#)を参照してください。バイアルのサイズはメソッドの一部として保存されないことに注意してください。

サンプルを採取するには、サンプルトレイの適切な場所にバイアルを置いてから、**[Start]** キーを押します。

ゾーン温度の入力

[ZONE TEMPS] 画面を使用して、オープン温度、ループ温度、トランスファライン温度のそれぞれの値を入力することができます。

[ZONE TEMPS] 画面にナビゲートします。

[Active Method] キーを押します。[Active Method] メニューより [Zone Temps] を選択します。その結果、サンプラ×には次のように表示されます。

	ACT	SET	ZONE TEMPS
Oven (°C)	50	50	New value:
Loop (°C)	60	60	
Tr. Line (°C)	70	70	

ゾーン温度についてさらに詳しい説明は [52 ページ](#) の [Zone Temps] を参照してください。

オープンゾーン温度の設定

カーソルキーを使用して、[Oven (°C)] をハイライトします。設定するオープン温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 40 ~ 230 °C で、1 °C 単位で入力できます。

注意

オープン温度は、バイアル内の溶剤の沸点より 10 °C 低い温度を上回らないようにする必要があります。それ以上になると、キャップやセプタムからリークが生じたり、キャップやセプタムが飛んで外れる場合があります。また、バイアル圧カラインが汚染される恐れもあります。

注記

サンプラーでの温度の入力は 0 °C から 39 °C までの間で可能ですが、最低オープン温度は 40 °C または外気より 15 °C 高い温度のいずれか高い方になります。

サンプルループゾーン温度の設定

カーソルキーを使用して [Loop (°C)] をハイライトします。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 45 ~ 250 °C で、1 °C 単位で入力できます。

トランスファラインゾーン温度の設定

カーソルキーを使用して、[Tr. Line (°C)] を選択します。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 50 ~ 250 °C で、1 °C 単位で入力できます。

注記

凝結を防ぐためには、通常、ループライン温度とトランスファライン温度を、それぞれオープン温度より高く設定する必要があります。ループ温度はオープン温度より 15 °C 高く、また、トランスファライン温度はオープン温度より 25 °C 高く設定してください。

イベント時間の設定

[EVENT TIMES] 画面では、バイアルからのサンプル搾取の流れを構成する時限イベントの値を、分単位で入力することができます。イベントには以下のものがあります。

- GC サイクル タイム (GC Cycle Time)
- バイアル平衡時間 (Vial Equilibration Time)
- 加圧時間 (Pressurization Time)
- ループ充填時間 (Loop Fill Time)
- ループ平衡時間 (Loop Equilibration Time)
- 注入時間 (Inject Time)

これらの値は、Headspace Sampler が稼動中であっても画面上で確認および変更を行うことができます。変更された値は、次のバイアル分析時に有効になります。サンプルを採取中のバイアルに対しての値は変更できません。該当する値のキーは変更できないよう、ロックされます。

[EVENT TIMES] 画面にナビゲートします。

[Active Method] キーを押します。[Active Method] メニューより [Event Times] を選択します。その結果、サンプルラ×には次のように表示されます。

	SET.	EVENT TIMES
GC Cycle Time (min)	25.0	New Setpoint: 27.0
Vial Eq. Time (min)	15.0	
Pressuriz. Time (min)	0.20	

	SET.	EVENT TIMES
Loop Fill Time (min)	0.15	New Setpoint: 0.08
Loop Eq. Time (min)	0.05	
Inject Time (min)	0.30	

イベント時間についてさらに詳しい説明は、54 ページの [Event Times] を参照してください。

GC サイクル タイムの設定

GC サイクル タイムでは、GC 全体を実行するのに必要な時間を指定します。この値は、GC ラン タイム、GC 平衡時間 (GC フロントパネル上に表示) および必要に応じてクールダウン タイムを合計したものです。

カーソル キーを使用して、[GC Cycle Time (min)] をハイライトします。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 1.0 ~ 999.9 分で、0.1 分単位で入力できます。CG サイクル タイムは 2.5 分以上に設定することをお勧めします。

バイアル 平衡時間の設定

バイアル平衡時間では、バイアルがオープン過熱時にヘッドスペース ガスを生成する際に必要とする時間を指定します。

カーソル キーを使用して [Vial Eq] を選択します。時間 (分) 設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

シェイクが有効になっている場合は、液体サンプルについてのバイアル平衡時間を短縮することができます。[Vial Parameters] を参照してください。

この値の許容範囲は 0 ~ 999.9 分で、0.1 分単位で入力できます。

加圧時間の設定

加圧時間では、バイアル加圧ガスをサンプル バイアルに注入してバイアル内の圧力を高めるのに必要な時間を指定します。

カーソル キーを使用して、[Pressuriz. Time (min)] をハイライトします。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 0 ~ 99.99 分で、0.01 分単位で入力できます。

ループ充填時間の設定

ループ充填時間では、ヘッドスペース / バイアル加圧ガスの混合物がサンプルループを通過して、ベントまで送られるのにかかる時間を指定します。この時間で、サンプルループがヘッドスペースガスでちょうど充填されます。

カーソルキーを使用して [Loop Fill Time (min)] をハイライトします。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 0 ~ 99.99 分で、0.01 分単位で入力できます。

ループ平衡時間の設定

ループ平衡時間では、ベントバルブが閉じてからループ内が平衡されるまでの時間を指定します。ベントバルブが閉まると、サンプルループ内の検体がより高いループ温度と平衡化し、ループ内の圧力と流れが安定します。

カーソルキーを使用して [Vial Eq] を選択します。時間 (分) 設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 0 ~ 99.99 分で、0.01 分単位で入力できます。

注入時間の設定

注入時間では、サンプルバルブが開き、サンプルループのガスが GC に流れ込む時間を指定します。

カーソルキーを使用して [Inject Time (min)] をハイライトします。設定する温度の値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は 0 ~ 99.99 分で、0.01 分単位で入力できます。

バイアルパラメータの設定

[VIAL PARAM] 画面では、メソッドで使用されるサンプルトレイの場所を選択、また、バイアルシェイクの有効または無効を指定することができます。設定値には以下のものがあります。

- 最初のバイアル (First vial)
- 最後のバイアル (Last vial)
- Shake

[VIAL PARAM.] 画面にナビゲートします。

[Active Method] キーを押します。次に、[Active Method] メニューより [Vial Param.] を選択します。その結果、サンプルラ×には次のように表示されます。

	SET	VIAL PARAM.
First Vial	1	READY
Last Vial	22	
Shake	Off	

バイアルパラメータについてさらに詳しくは、[57 ページの \[Vial Parameters\]](#) を参照してください。

[First Vial] の設定

[First Vial] を設定することで、そのメソッドで分析される最初のバイアルの場所を指定することができます。

カーソルキーを使用して [First vial] をハイライトします。設定する値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は、1 ~ 70 です。

[Last Vial] の設定

[Last Vial] を設定することで、そのメソッドで分析される最後のバイアルの場所を指定することができます。

カーソルキーを使用して [Last Vial] をハイライトします。設定する値を入力し、[Enter] キーを押します。

この値の許容範囲は、1 ~ 70 です。[Last Vial] の値は、[First Vial] の値以上である必要があります。[Last Vial] の値が [First Vial] の値より小さい場合、エラーメッセージが表示され、[Last Vial] の場所を再入力する必要があります。

シェイクの設定

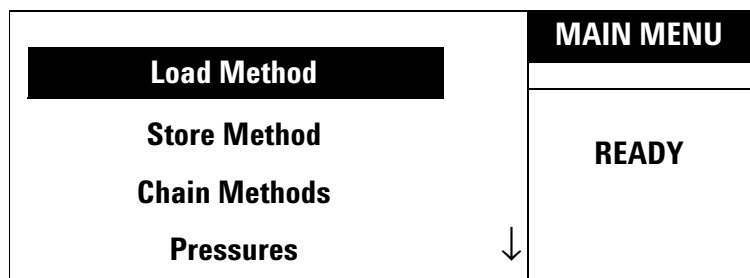
シェイクを設定することで、バイアル平衡処理時におけるオープン カラーセルの攪拌レベルを指定できます。シェイクの設定には次の3つのレベルがあります。下から、オフ、低、高の順になります。設定するには、カーソルキーでレベルを選択し、[Enter] キーを押します。

メソッドの保存とロード

メソッドの保存

[Store Method] を使用すると、現在メモリ内に存在するメソッドを4つのうちの1つの保存場所に保存することにより、将来再び使用できるようになります。現在使用中のメソッドを保存するには、以下の手順に従ってください。

- 1 **[Menu]** キーを押します。この結果、次の画面が表示されます。



- 2 カーソルキーを使用して、[Store Method] をハイライトします。
- 3 数値キーパッドを使用して1～4の中から保存場所を選択し、**[Enter]** キーを押します。

指定された保存場所に、現在使用中のメソッドが保存されます。保存されたメソッドには次のパラメータがあります。

- ゾーン温度 (Zone Temps)
- イベント時間 (Event Times)
- バイアルパラメータ (Vial Parameters)
- オープン安定化時間の拡張機能 (The advanced functions for Oven Stabilization Time)
- 圧力ユニットの拡張機能 (The advanced functions for Pressure Units)
- 複数ヘッドスペース採取に関する拡張機能 (The advanced functions for Multiple Headspace Extraction)

注意

選択した場所にすでに別のメソッドが存在する場合、保存するメソッドによって上書きされます。上書きの際、警告メッセージは表示されません。

注記

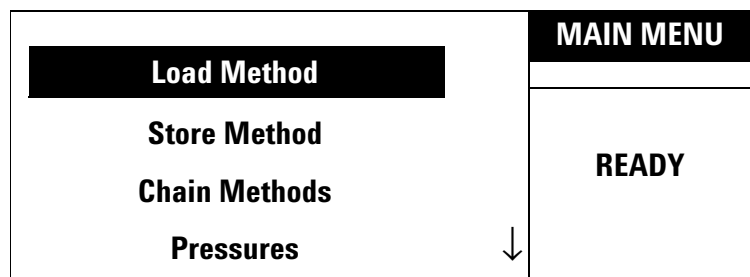
バッテリー バックアップ RAM の障害後、始めて Headspace Sampler に電源を入れる場合、デフォルトのメソッド (74 ページを参照) が4つのメソッドの保存場所全てに読み込まれます。

メソッドのロード

[Load Method] 機能を使用すると、メモリに保存されているメソッドをロードし、実行中の分析に使用できます。[Load Method] でロードできるのは、ユーザー定義のメソッドのみです。出荷時の初期設定メソッドは5つありますが、そのうち1つをロードする場合は 74 ページの [Stored Method] を参照してください。

メソッドのロードは以下の手順で行ってください。

- 1 [Menu] キーを押します。この結果、次の画面が表示されます。



- 2 カーソル キーを使用して、[Load Method] をハイライトします。
- 3 数値キーパッドを使用して、1～4の中から保存場所を選択し、[Enter] キーを押します。

これにより、選択された場所に保存されているメソッドが使用可能になります。

メソッドの連結

[Chain Methods] を使用すると、4 つの保存されたメソッドのうち 2 つ以上を連続して使用でき、複数のサンプルを実行することができます。これにより、若干の自動化が可能になります。チェーン (または順序) が設定され、サンプルがロードされると、その設定順序に従ってユーザーの介入なしにメソッドが実行されます。メソッドの連結は、また、MHE を実行する方法の 1 つとしても使用されます。

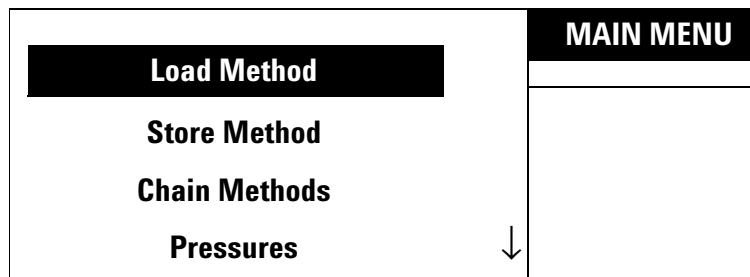
注記

[Parameter Increment] がアクティブになっている場合、[Chain Methods] は非アクティブになります。[Chain Methods] 機能を使用するには、[Parameter Increment] を無効にしてください。

メソッド チェインのアクティブ化

メソッド チェインをアクティブにするには、次の操作を行います。

- 1 **[Menu]** キーを押します。この結果、次の画面が表示されます。



- 2 カーソル キーを使用して、[Chain Method] をハイライトします。**[Enter]** キーを押します。
- 3 実行する順に、メソッドの番号を最大 4 つまで入力します。入力の際は、メソッド番号を 1 ~ 4 から選択します。
- 4 **[Enter]** キーを押すと、そのチェーンがアクティブになります。チェーンがアクティブになった際、メッセージ等、特に通知はありません。

このメソッド チェインを確認するには、[Chain Methods] を再度ハイライトし [Enter] キーを押します。これにより、現在の連結順序が表示されます。たとえば、メソッドが 1、2、3 の順に連結されている場合、以下のように表示されます。

```
Actual chain  
1+2+3
```

メソッドは表示の左から右の順に実行されます。このメソッドの順序は、編集されるか、または新たなメソッドがロードされるまでアクティブです。

メソッド チェインの非アクティブ化

メソッド チェインを非アクティブにするには、次の操作を行います。

- 1 [Chain Methods] をハイライトします。この結果、以下のように表示されます。

```
Actual chain  
#+#+#+##
```

上記の「#」の部分はメソッド番号を示します。

- 2 [0] キー、[Enter] キーの順に押します。この結果、以下のように表示されます。

```
Actual chain  
Chain off
```

メソッド チェインの MHE での使用

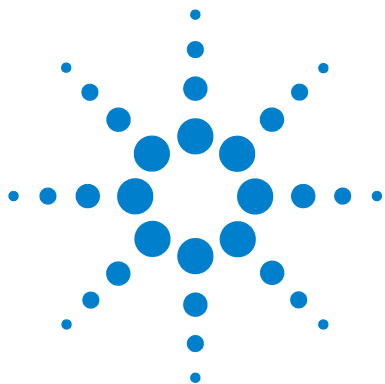
チェイン メソッドを使用すると、複数の穿刺および各採取において一定な平衡時間を保ちながら、MHE を実行することができます。

以下の操作を行って、MHE を実行します。

- 1 実行するメソッドに使用される、ゾーン温度、イベント時間、バイアルパラメータの各パラメータをそれぞれ入力します。[94 ページ](#)を参照してください。
- 2 メソッドを4つの保存場所の1つに保存します。[102 ページ](#)を参照してください。
- 3 次に、以下を押してください。

Chain Methods {X + X + X + X}

上の「X」の部分は、メソッドの保存場所を示します。



7 メソッド作成

メソッド作成	108
オープン温度変更	110
イベント時間変更	111
バイアル平衡時間	111
ループ充填時間	111
マトリクス効果	113
サンプルループ変更	114
サンプルサイズ	115
バイアル加圧と時間	116
バイアル加圧	116
バイアル加圧時間	116
搬送ガスフローの最適化	117

この章では、メソッド作成の背景にある原理について説明します。



メソッド作成

この章では、分析の感度、精度、正確さに影響を及ぼす、さまざまなパラメータについて説明します。

物質が気相に混入する傾向は、分配係数 K によって表されます。ここでは、 C_c は凝結相 (サンプルマトリクス) における検体の濃度、および C_g は気相 (ヘッドスペース) における検体の濃度を示します。分配係数 K は、マトリクスに対する、検体の溶解度に関係しています。たとえば、水にそれほど溶けないベンゼンの分配係数 K は約 7 で、水によく溶けるエタノールの分配係数 K は 7,000 になります。 K の値が大きいということは、それだけ検体がマトリクスから遊離してヘッドスペースに混入することが困難なことを意味します。粒子係数の詳細については、[図 15](#) を参照してください。

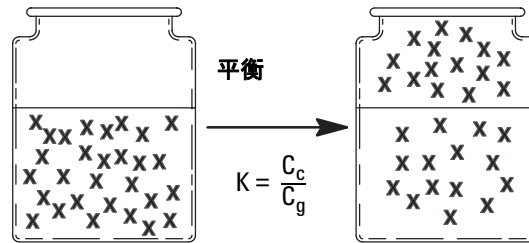


図 15 分配係数の説明図

また、 K は次の方程式に示されているように、温度によって大きく変化します。

$$\frac{dK}{dT} = \frac{1}{T^2}$$

K の値を小さくすると、ヘッドスペース分析の感度が向上します。次の操作を行うと、K の値を減少させることができます。

- 1 NaCl または Na_2SO_4 などの無機塩をマトリクス（水様液のサンプル）に添加する。
- 2 別の液体をマトリクスに添加する。
- 3 温度を上げる。

オープン温度変更

オープンの温度は、ヘッドスペース ガスに混入する検体の濃度に大きな影響を及ぼすことがあります。通常は、オープンの温度が上がるにつれて、サンプルからヘッドスペースに混入するガスの量は増加し、その結果バイアルの圧力が上昇し、GC に流入する検体が増えます。これにより、検体の感度が向上します。

オープンの温度を選択するときは、次の点に注意してください。

- ヘッドスペース バイアルを加圧しすぎると、危険ことがあります。
- 安定性に劣る化合物は、高温では劣化することがあります。

オープンの温度が少しずつ上がるよう Headspace Sampler にプログラムする方法には、次の2つがあります。

- チェイン メソッド (104 ページの [メソッドの連結](#) を参照) を使用し、チェインの各メソッドのオープン設定温度を上げます。
- 増分パラメータ (68 ページの [\[ParameterIncrement\]](#) を参照) を使用します。

注記

特別な場合を除き、オープンの温度は、サンプルに含まれる溶剤の沸点の 10 °C 以内には設定しないでください。

ループとトランスファ ラインの温度は、プログラムされている順にオープンが達する最高温度よりも高く設定してください。

イベント時間変更

バイアル平衡時間

サンプルバイアルがオープンの中にとどまる時間に応じて、ヘッドスペースガスに含まれる検体の量、および平衡の有無が決まります。Headspace Sampler では、平衡に到達しているかどうか調べるために一連のサンプルを分析するようプログラムすることができます。

平衡に達しているかどうか調べるには、チェインメソッド (104 ページのメソッドの連結を参照) を使用してチェインの各メソッドのバイアル平衡時間を長くするか、増分パラメータ (68 ページの [ParameterIncrement] を参照) を使用して各サンプルのバイアル平衡時間を長くします。続けて、特定のピークのピーク面積と平衡時間の関係をプロットします。システムは、曲線が平らになると平衡状態になります。図 16 を参照してください。

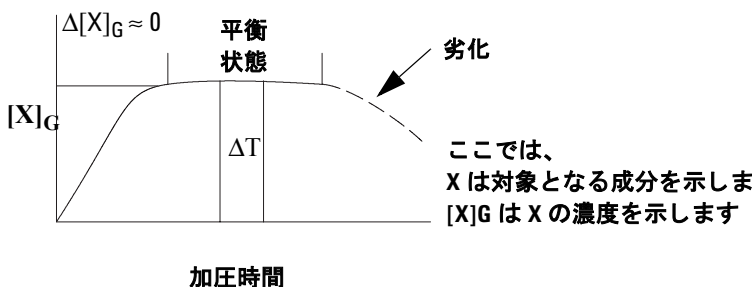


図 16 平衡カーブ

ループ充填時間

通常は、ループ充填時間を 10 秒に設定します。

ループ充填時間が非常に短いと (1 秒または 2 秒)、ヘッドスペース分析の感度が向上することがあります。ヘッドスペースガスはサンプルループをパージしますが、ベントバルブは、サンプルバイアルが大気圧まで降下する前に閉じます。サンプルループは、バイアルの高い圧力と同じ圧力に保たれます。ルー

メソッド作成

ブ圧の方が高いので、検体の濃度が濃くなり、その結果 GC に注入されるサンプルの量が増加します。制限チューブ 1 本を Headspace Sampler の後ろ側の「vent」と表示されている Swagelok 社製継手に取り付けると、感度を向上させることができます。

マトリクス効果

サンプルマトリクスの成分は、ヘッドスペースに混入する検体の量に影響を及ぼすことがあります。水溶性のサンプルに無機塩を添加すると、サンプルマトリクスにサンプルが溶けにくくなるので、ヘッドスペースに含まれる有機分子の濃度が上昇し、この結果感度が向上します。非水溶性であっても、水と混和するシステムでは、サンプルを水で希釈します。これにより、サンプルに含まれるほとんどの有機分子の溶解度が低下し、ヘッドスペースに含まれる有機分子の濃度が上昇します。

外部標準量を作成するときには、マトリクス効果が重要になります。標準量中のマトリクスの成分は、サンプルの成分と似かよったものでなければならず、そうでない場合は、正確さが損なわれます。標準量に対するマトリクスの効果は、標準添加メソッドを使用するか、MHEにより結果を数量化することによって、補正することができます。

サンプルループ変更

容量 1 mL のサンプルループで通常は十分なものの、トレース分析ではサンプル注入量を増やすことが必要になることもあります。容量 3 mL のサンプルループも用意されています。[132 ページのサンプルプローブの交換](#)を参照してください。

注記

サンプル注入量が多くなると、特に毛管カラムではピークの幅が広がることがあります。通常は、搬送ガスの流量を増やすことが必要になります。

サンプルサイズ

サンプルサイズが大きくなると、感度が向上することがあります。ピーク面積は、たいていはサンプルバイアルに含まれるガスと凝結相の相対量によって大きく影響されます。サンプルサイズが大きくなると、それともなってピーク面積も大きくなる場合があります。感度が問題とならない場合は、サンプルは少ない方が必要とされる平衡時間が短くなるので、その方が好ましいです。

バイアル加圧と時間

サンプラーが始動すると最初のバイアルがオープンに移され、平衡時間が始まります。必要とされる平衡時間を短くするには、オープンの中でバイアルを攪拌します。57 ページの [Vial Parameters] を参照してください。

バイアル加圧

液体 (水溶性など) サンプルの多くでは、バルブ ループの充填にはバイアルの圧力だけで充分で、これ以上圧力を加える必要はありません。サンプル (ドライプラスチックなど) によっては、十分なヘッド圧が生じないことがあります。また、このメソッドではヘッド圧を高くする必要があります。

通常、バルブ ループを充填するには、バイアルは 1.5 ~ 2 気圧あれば充分です。現場の時間条件と温度条件の下で実際のバイアル圧の測定に使用するために、ニードルに取り付ける圧力計を製作または購入することもできます。圧力を測定すると、ループを正しく充填するには圧力が不足していることがわかった場合は、メソッド バイアル加圧の設定値を少し高くします (10 ~ 15psi など)。

注意

圧力設定が低すぎると、バイアル加圧フロー パスが汚染されることがあります。

バイアル加圧の選択を最適化するには、さまざまな圧力の下でバイアルを分析し、ピーク面積とバイアル加圧の関係から最適な条件を判断します。

注記

最適化が有効なのは、特定のオープン温度で特定のサンプルを分析する場合のみです。

バイアル加圧時間

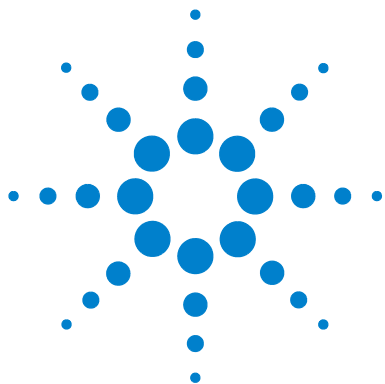
バイアル加圧時間は、通常は 10 秒から 30 秒までの範囲になります。

搬送ガス フローの最適化

Headspace Sampler の搬送ガスの流量は、ヘッドスペース サンプルがサンプル ループから GC に、ピーク幅が広がることなくすべて流入するよう、十分な量を設定してください。たとえば、バックされた GC カラムで、ピーク幅が 15 秒間の場合は、容量 1 mL のループの流量は 6 mL/分以上になります。これにより、10 秒でループの中身が排出されます。

注記

ECD や TCD などの検出器は、検出器の流量が少なくなると感度が向上します。



8 サンプルの分析

サンプルの分析 120

条件の設定 121

流量 121

MPC を使用して搬送ガスの流量を設定する 122

MPC を使用してバイアル加圧のガス圧を設定する 123

EPC を使用して搬送ガスの流量を設定する 123

EPC を使用してバイアル加圧流量を設定する 124

この章では、サンプルを分析する手順について説明します。



サンプルの分析

サンプルの分析は次の手順で行います。

- 1 すべての分析に対して十分なガスが供給できることを確認します。
- 2 Headspace Sampler に流量および圧力を設定します。121 ページを参照してください。
- 3 GC の条件を設定します。GC の操作マニュアルを参照してください。
- 4 メソッドをロードするか、またはメソッドを連結します。103 ページのメソッドのロード、または 104 ページのメソッドチェーンのアクティブ化を参照してください。
- 5 サンプルを作成します。90 ページのサンプルの作成を参照してください。
- 6 トレイにサンプルを乗せます。92 ページを参照してください。
- 7 GC および HS が作動可能になったら **[Start]** を押します。

条件の設定

流量

Headspace Sampler には 2 種類の流量制御方法があります。Headspace Sampler は、機械式空気圧制御を行う MPC モードで使用できます。また、EPC 制御機能を備えた GC とともに使用することもできます。EPC と MPC では、流量設定の手順が異なります。

フローシステムの詳細については GC の操作マニュアルを参照してください。Headspace Sampler の圧力調整器と流量コントローラの位置については図 17 を参照して下さい。

Headspace Sampler のふたの底面にある EPC/MPC トグルスイッチが正しい流量モードに設定されているのを確認してから先に進みます。MPC および EPC の流量制御と圧力制御は、どの組み合わせでも使用できます。詳細については Headspace Sampler のインストールマニュアルを参照して下さい。



図 17 流量コントローラと圧力調整器の位置

MPC を使用して搬送ガスの流量を設定する

搬送ガスの流量を次のように設定します。

- 1 メソッドごとに示されている GC パラメータを設定します。1:1 のスプリット比を使用します。
- 2 スプリット流量を 4mL/ 分に設定します。GC トータルフローは、11 mL/ 分になります。
- 3 **[Menu]** を押して、メニューから **[Pressure]** を選択します。カーソルキーを使って Carr. (PSI) までスクロールします。実際の搬送ガス圧がウィンドウの右側に表示されます。[62 ページ](#)を参照してください。
- 4 電子流量計を GC スプリット ベントに接続します。スプリット ベントからの流量がカラムに必要な流量と同じになるまでヘッドスペースの搬送ガスの流量を増やします。スプリット比は 1:1 です。この流量はカラム流量と同じです。[図 18](#)を参照してください。流量計を取り外します。

GC 圧とヘッドスペース圧は同じでなければならないことに注意してください。ヘッドスペース圧を記録し、後のチェックアウト分析の設定に使用します。

注意

Headspace Sampler の流量を増やすと、注入口の流量計算が不正確になります。増やした流量および圧力が注入口の限界を超えると、GC が「Not Ready」になる場合があります。

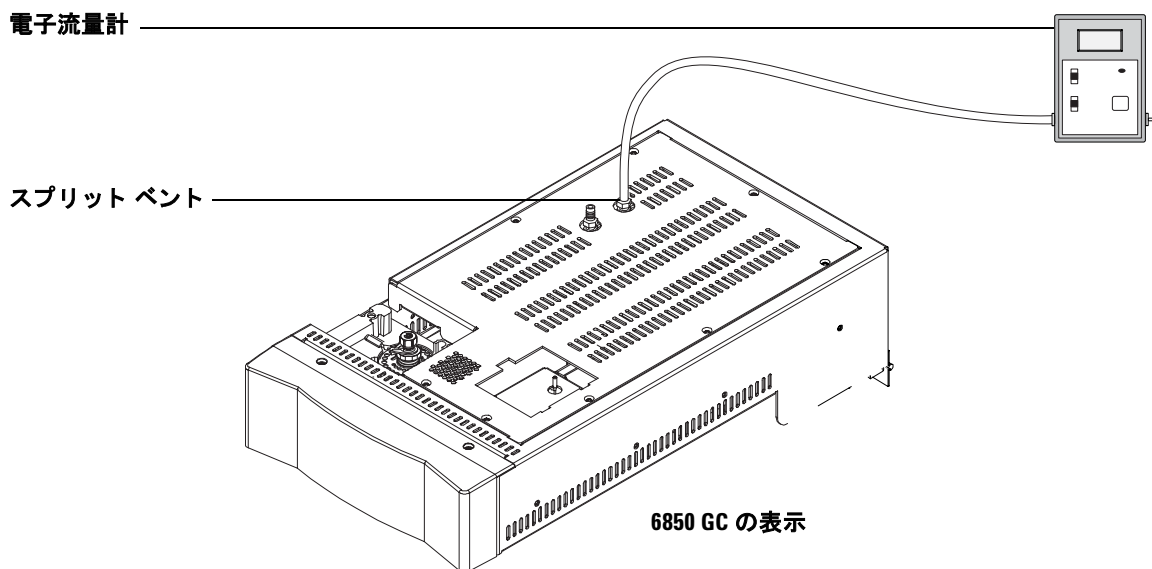


図 18 スプリット ベント流量を測定する

MPC を使用してバイアル加圧のガス圧を設定する

圧力調整器を使用してバイアル加圧に使用するガス圧を制御します。図 17 を参照してください。

バイアル加圧ガスはバイアル内の圧力よりも高く設定し、逆流によってバイアル加圧フローパスが汚染されるのを防ぎます。通常、10 ~ 20 spi の設定で十分です。

実際の圧力値を表示するには、[Menu] を押して、メニューから [Pressure] を選択します。圧力がウィンドウの右側に表示されます。62 ページを参照してください。

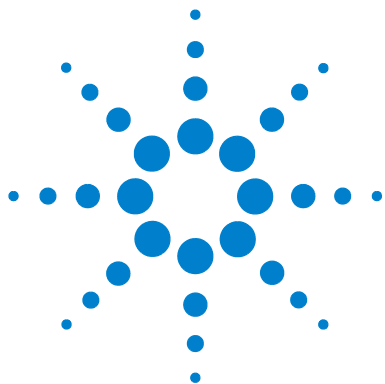
EPC を使用して搬送ガスの流量を設定する

GC または GC データシステムを使用して搬送ガスの流量を直接設定します。6890 GC を使用する場合は、補助 EPC モジュールが必要です。

EPC を使用してバイアル加圧流量を設定する

GC 内の適切な Aux チャンネルを使用してバイアル加圧を直接設定します。Aux チャンネル 3、4、5 が最も一般的です。

バイアル加圧ガスはバイアル内の圧力よりも高く設定し、逆流によってバイアル加圧フローパスが汚染されるのを防ぎます。通常、10 ~ 20 spi の設定で十分です。



9

本装置のメンテナンス

メンテナンス スケジュール	126
共通交換部品および消耗品	127
ループ カバーの取り外し	130
サンプルプローブの交換	132
サンプル ループの交換	134
チューブ アセンブリの交換	136
調整の点検	139
トレイチェーン張力の点検	139
ポジション1のセンサ位置の点検	140
トレイ/シャッター モーター グループの調整の点検	140
カルーセルの調整	142
リークテスト一般情報	144
リークテスト	148
必須工具	148
設定	148
障害テストの実行	149
減圧テスト	150
[Zone Calibration]	156
手順	157
フューズの位置	160

この章では、本装置のメンテナンス手順について説明します。



メンテナンス スケジュール

表 8 は不定期の修繕維持作業を軽減する、定期メンテナンス作業の一覧です。本装置をメンテナンスする適切な間隔は、サンプルマトリクス、溶剤、温度およびサンプル量によって大きく異なります。表 7 を使い、適切なユーザー タイプを判断してください。

表 7 一般的なユーザー タイプ

1日あたりのサンプル	沸点の低い溶剤 (水、食物、匂いの分析など)	沸点の高い溶剤 (OVI、血液、アルコールなどの分析)
≤ 70	ユーザー タイプ 1	ユーザー タイプ 3
> 70	ユーザー タイプ 2	ユーザー タイプ 4

表 8 推奨するメンテナンス スケジュール

メンテナンス作業	ユーザー タイプ 1	ユーザー タイプ 2	ユーザー タイプ 3	ユーザー タイプ 4
サンプルプローブの交換	6ヶ月ごと	3ヶ月ごと	3ヶ月ごと	毎月
蒸気によるクリーニング	6ヶ月ごと	3ヶ月ごと	3ヶ月ごと	毎月
ループおよび非アクティブチューブの交換	定期メンテナンス (PM) に併せて	定期メンテナンス (PM) に併せて	定期メンテナンス (PM) に併せて	6ヶ月ごと
トレイ張力および配置調整の点検	12ヶ月ごと	6ヶ月ごと	12ヶ月ごと	6ヶ月ごと
ヘッドスペースおよび注入口に対する定期メンテナンス (PM)	36ヶ月ごと	12ヶ月ごと	12ヶ月ごと	--
ヘッドスペースの拡張 PM	60ヶ月ごと	36ヶ月ごと	24ヶ月ごと	12ヶ月ごと

共通交換部品および消耗品

表 9 は共通に使用する部品のリストです。また、消耗品および供給品の Agilent カタログもご覧ください。

表 9 共通交換部品および消耗品

説明	コメント / 用途	部品番号
工具		
20-mm デキャッパ		5181-1214
20-mm クリンパ		9301-0720
7 × 8mm レンチ、2 本セット		1340407010
8 × 10mm レンチ、2 本セット		1340408000
6 × 7mm レンチ、2 本セット		1340406000
3 mm Hex L 型レンチ		1341203000
2.5mm Hex L 型レンチ		1341002500
リークテストキット	トランスファラインおよび他の接続部の覆い用	G1888-60701
バイアルキット		
20-mL の平底 Headspace クリップトップバイアル、銀アルミ製 (Silver Aluminum) の安全機能付き 1 ピース クリップキャップ、成形 PTFE/ ブチル セプタム、100/pk	多目的	5182-0839
20-mL の平底 Headspace クリップトップバイアル、銀アルミ製 (Silver Aluminum) の安全機能付き 1 ピース クリップキャップ、成形 PTFE/ シリコン セプタム、100/pk	セプタムの温度範囲を広げるには、さらに高い感度が必要。	5182-0840
20-mL の平底 Headspace ネジキャップバイアル、無色、100/pk		5188-2753
20-mL の平底 Headspace ネジキャップバイアル、琥珀色、100/pk		5188-2754

本装置のメンテナンス

表 9 共通交換部品および消耗品 (続き)

説明	コメント / 用途	部品番号
ネジトップ キャップ、PTFE/ シリコン セ ブタ、100/pk		5188-2759
サンプル ループ		
1-mL 非アクティブ鋼		2321700003
3-mL 非アクティブ鋼		2321700004
プローブ / ユニオン		
非アクティブ サンプル プローブ	非アクティブ鋼	2322700011
M6 ユニオン	プラス	2302533140
ゼロ デッド ボリューム ユニオン	非アクティブ鋼	2307230001
ユニオン		2307232901
トランスファ ラインのニードルおよびユ ニオン		
スプリット / スプリットレス注入口用の トランスファ ライン ニードル (od 0.5)	非アクティブ鋼	2322590004
スプリット / スプリットレス注入口用の トランスファ ライン ニードル (od 0.7)	非アクティブ鋼	2322590005
張力緩和セプタム ネジ		6410090050
チューブ		
チューブ、6 ポート バルブのソレノイド	非アクティブ鋼	0410105017
チューブ、6 ポート バルブのサンプル プ ローブ	非アクティブ鋼	1300502506
マニュアル		
サービス CD-ROM		G1888-90008

表 9 共通交換部品および消耗品（続き）

説明	コメント / 用途	部品番号
『Network Headspace Sampler User Information』 CD-ROM		G1888-90010
設置現場の作成および設置		
操作		
標準		
ヘッドスペース 0Q/PV 標準キット		5182-9733
1 mL の標準アンプル 1 本		
1 pkg の 5-ml マイクロピペット		
材料安全性データシート (Material Safety Data Sheet)		
分析証明書 (Certificate of Analysis)		
定期メンテナンス (PM) キット		
1 mL ループ添付の G1888A PM キット		G18888-60702
3 mL ループ添付の G1888A 定期メンテナンス (PM) キット		G18888-60703
拡張版 G1888A 定期メンテナンス (PM) キット		G18888-60704

ループ カバーの取り外し

ユーザーがメンテナンスできる多くの部品がよく見えるように、ループ カバーを取り外します。表 10 の手順に従います。

表 10 ループ カバーの取り外し

手順	作業	注記
1 空圧カバーを開けます。	<ul style="list-style-type: none">a サンプラーのふたを上げます。b プラスドライバーを使い、以下に示すサンプラーカバーの前面にある2つのネジを緩めます。c サンプラーのふたを下げます。d 空圧カバーを上げます。	

ネジ

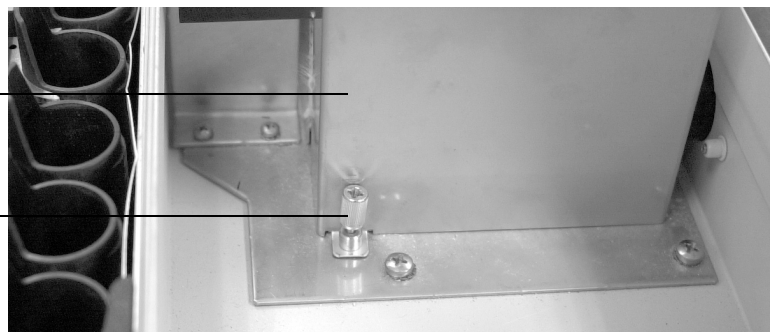


表 10 ループカバーの取り外し（続き）

手順	作業	注記
2 ループカバーを取り外します。	a ループカバーの2つのネジを緩めます。 b ループカバーを取り外します。	

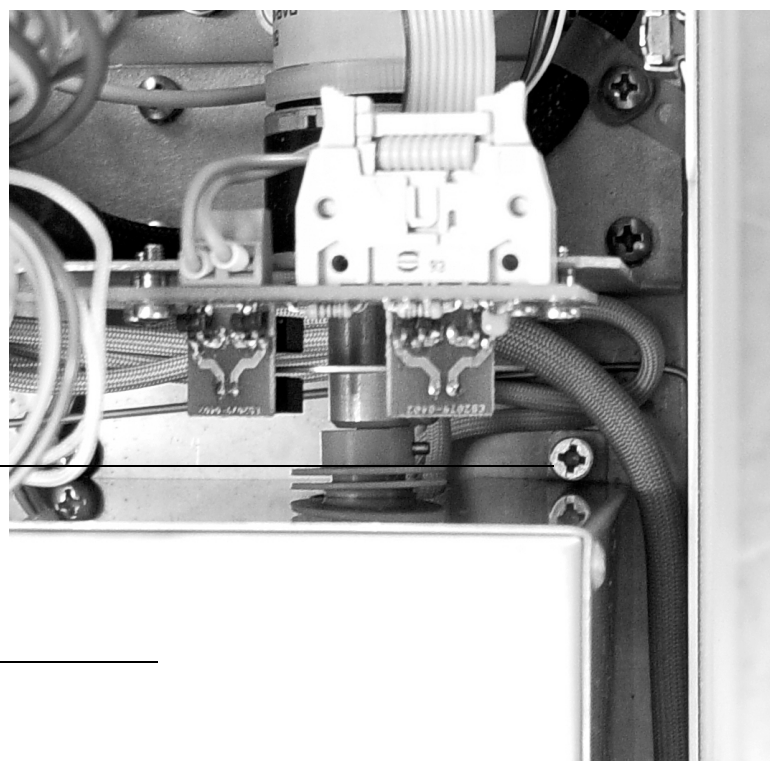
ループカバー(前面)

ネジのカバー



ネジのカバー

ループカバー(上部)



サンプルプローブの交換

表 11 の手順に従い、サンプルプローブを交換します。

表 11 サンプルプローブの交換

手順	作業	注記
1	ループカバーを取り外します。 130 ページ の手順に従います。	
2	サンプルプローブをカバーするヒーターブロックを取り外します。	<p>a 以下に示すプラスのネジを緩めます。</p> <p>b ヒーターブロックを持ち上げて取り出します。</p>

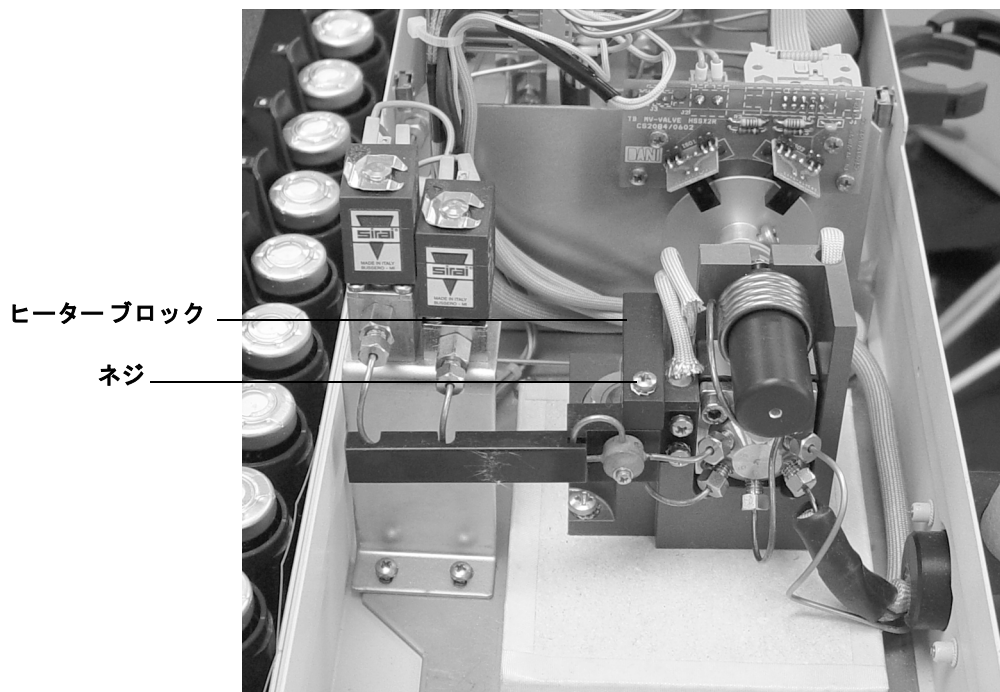
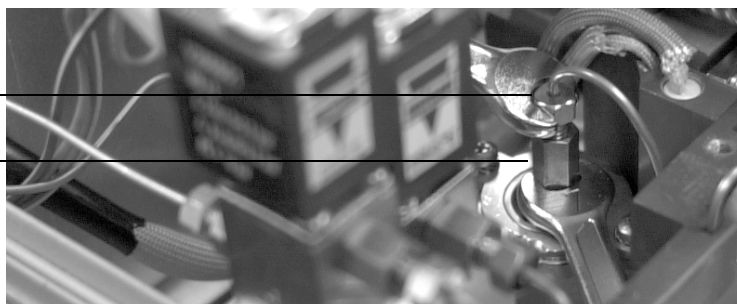


表 11 サンプルプローブの交換（続き）

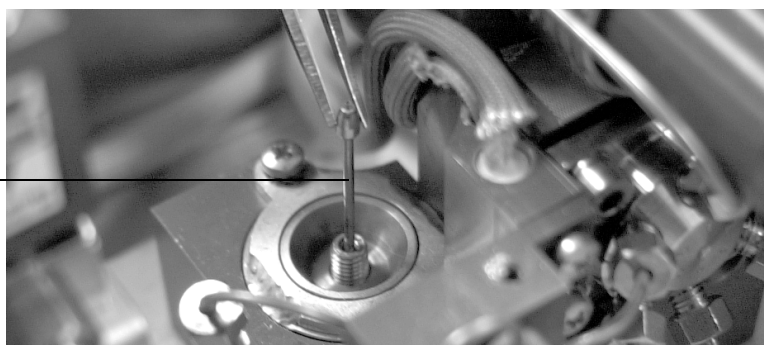
手順	作業	注記
3 サンプルプローブから配管を外します。	<p>a 7-mmレンチでゼロデッドポリリュームユニオンを支持して、別の7-mmレンチでナットを外します。</p> <p>b 6ポートバルブのポート5の接続部を緩めます。サンプルプローブからチューブを持ち上げて回転させて取り外します。</p> <p>c ゼロデッドポリリュームユニオンを緩めて取り外します。下記の図を参照します。</p>	作業をするときにはチューブを折り曲げてはいけません。塗装が剥がれて使用不能になります。

六角ナット
ゼロデッドポリリューム
ユニオン



- 4 サンプルプローブを取り外します。
- ・ サンプルプローブをピンセットでつまみ、装置から取り外します。

サンプルプローブ



- 5 新しいサンプルプローブを差し込み、前と逆の手順で作業を行い Headspace Sampler を組み立てます。
- ・ 各フィッティングを締めてリークテストを実施してから、絶縁体およびカバーを元に戻します。

サンプルループの交換

表 12 の手順に従い、サンプルループを交換します。

表 12 サンプルループの交換

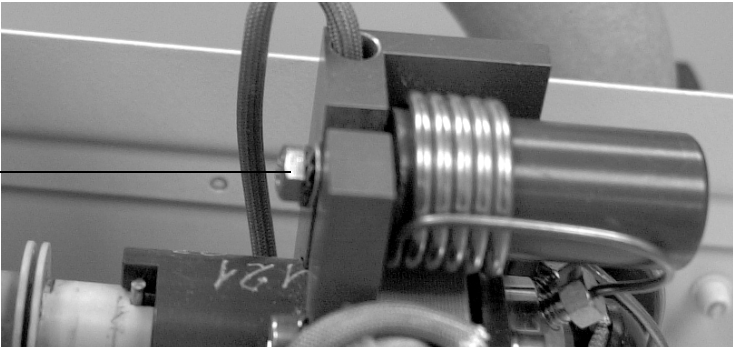
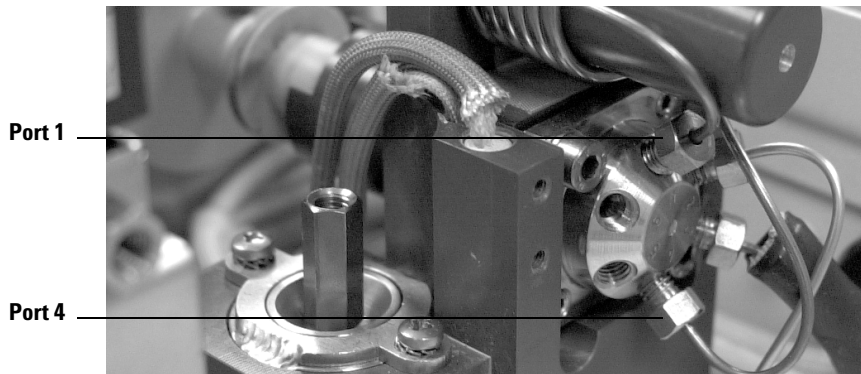
手順	作業	注記
1	ループカバーを取り外します。 130 ページ の手順に従います。	
2	マニーホールド本体についているループマンドレルの背部を支えるボルトを緩めます。	・ 7-mm レンチを使い、以下に示すボルトを緩めます。
		
3	6ポートバルブから配管を外します。	・ 7-mm レンチを使い、6ポートバルブのポート1および4にサンプルループを接続している2つのナットを緩めます。下記の図を参照します。

表 12 サンプルループの交換（続き）

手順	作業	注記
<p>4 サンプルループを交換します。</p> <p>5 前と逆の手順で作業を行い、Headspace Sampler を組み立てます。</p>	<p>a マンドレルからループをずらして取り外します。</p> <p>b 新しいサンプルループをマンドレルにはめ込みます。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ 非アクティブ サンプルループを取り付ける場合、取り付け時にループを曲げないように注意します。塗装が剥がれて使用不能になります。 ・ フィッティングのリークテストを実施してから、絶縁体およびマニーホルドのカバーを元に戻します。



チューブ アセンブリの交換

表 13 の手順に従い、チューブ アセンブリを交換します。

表 13 チューブ アセンブリの交換

手順	作業	注記
1 ループ カバーを取り外します。 130 ページの手順に従います。		
2 サンプルプローブおよび チューブアセンブリを覆う ヒーターブロックを取り外し ます。	a 以下に示すプラスのネジを緩めま す。 b ヒーターブロックを持ち上げて 取り出します。	

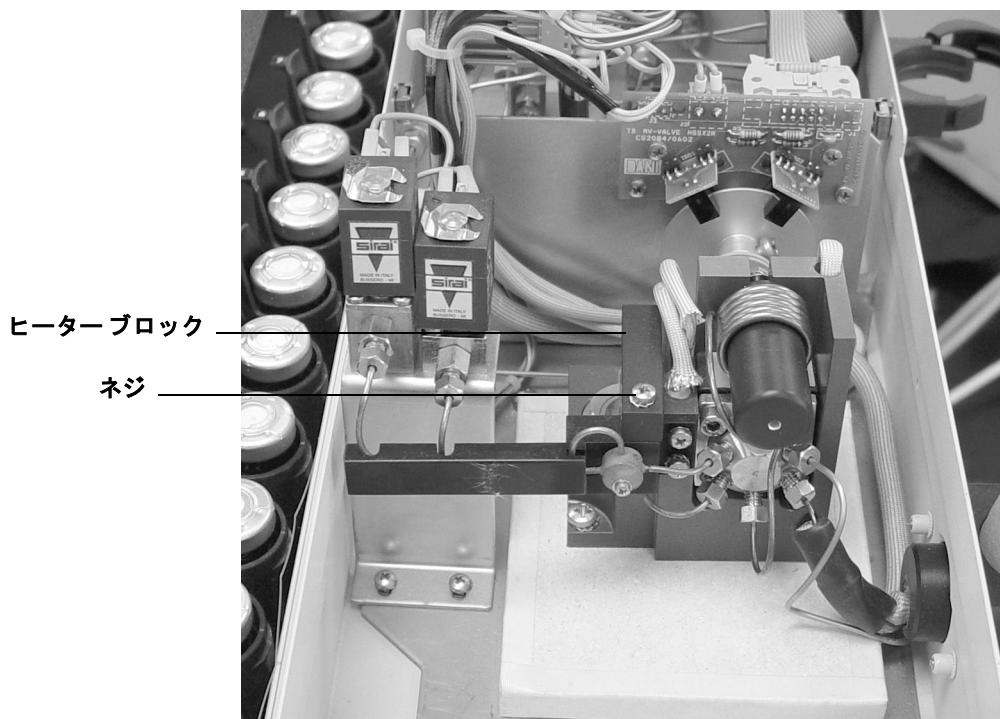
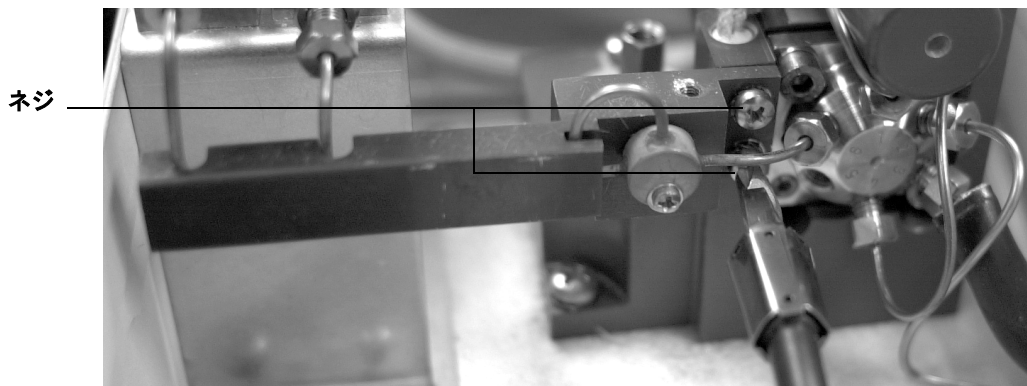


表 13 チューブ アセンブリの交換（続き）

手順	作業	注記
3	2つのネジを取り外します。	・ 以下に示すプラスのネジを取り外します。



- 4 配管を外します。
- a ソレノイドバルブを外します。
8-mm レンチを使いソレノイドフィッティングの接続部を固定し、7-mm レンチでチューブ上の接続部を回転させます。
 - b 6ポートバルブのポート6からフィッティングを外します。
7-mm レンチを使用します。



本装置のメンテナンス

表 13 チューブ アセンブリの交換（続き）

手順	作業	注記
5 チューブ アセンブリを交換します。	<ul style="list-style-type: none">古いアセンブリを取り去り、Headspace Sampler に新しいアセンブリを取り付けます。	取り付け時にチューブを曲げないように注意します。塗装が剥がれて使用不能になります。
6 前と逆の手順で作業を行い、Headspace Sampler を組み立てます。		<ul style="list-style-type: none">フィッティングのリークテストを実施してから、絶縁体およびマニーホルドのカバーを元に戻します。

調整の点検

バイアルの配送を確実にを行うには以下の重要な調整項目が関係します。

- トレイチェーン張力
- トレイポジション1のセンサの調整
- トレイあるいはシャッターのモーターグループの調整
- カルーセルの調整
- シャッターの調整

以下の手順で調整に関する問題点を点検します。

トレイチェーン張力の点検

十分な張力がトレイにかけられていないと、チェーンリンクが蝶番の周囲で回転してしまい、バイアルの配送中にバイアルがシャッター孔の中心に合わなくなります。この結果、「Vial Not Dropped」エラーが発生します。

下記の目視点検を行い、チェーン張力を確認します。

- 1 チェーンを左側のスタンド オフに押し当てます。
- 2 チェーンの手応えがあり、トレイを離した後に元に戻ることを確認します。

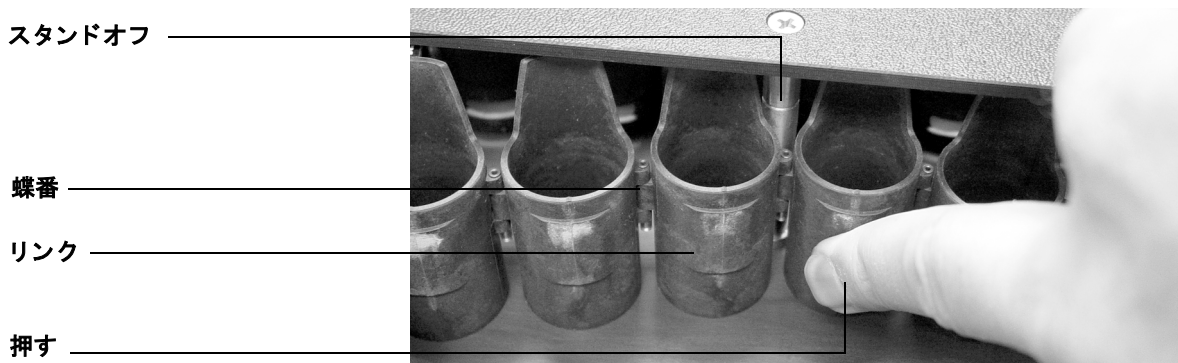


図 19 トレイチェーンの調整

チェーンの張力が適切でない場合、Agilent サービスにご連絡ください。

ポジション 1 のセンサ位置の点検

ポジション 1 のセンサの位置が調整されていないと、チェーンはオープン リフト ホールにぴったり合っていません。この結果、「Vial Not Dropped」エラーが発生します。以下の目視点検を行います。

- 1 [tray advance] (50 ページを参照) を使い、チェーンをポジション 35 に移動させてポジション 1 に戻します。
- 2 『Manual Operation』の拡張機能を使い (72 ページを参照)、トレイをホームポジションに戻します。[Menu] を押し、[Advanced Functions] を選択します。キーパッド上で、5 および [Enter] を押します。[Tray] にスクロールします。キーパッドの 5 を押します。
- 3 トレイチェーンリンクの細部がトレイの壁のくぼみにぴったり合っているかどうか確認します。図 20 を参照してください。整列していない場合は Agilent のサービス担当にご連絡ください。

チェーンリンクの詳細

壁のくぼみ

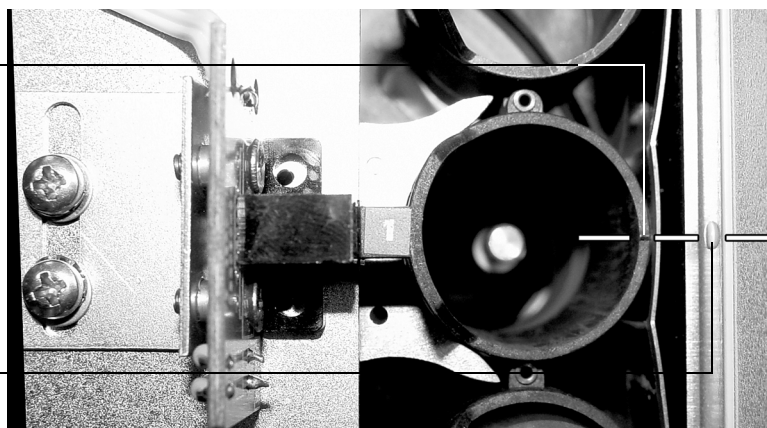


図 20 トレイチェーンの調整

トレイ / シャッター モーター グループの調整の点検

トレイあるいはシャッターのモーターグループが調整がされていないと、チェーンあるいはシャッターホールは、ふたの穴の中心に位置しないことがあります。図 21 を参照してください。この結果、「Vial Not Dropped」エラーが発生します。このグループが右に寄りすぎている場合は、シャッターは適切に回転しません。この結果、通常シャッターエラーになります。下記の目視点検を行い、調整の確認を行います。

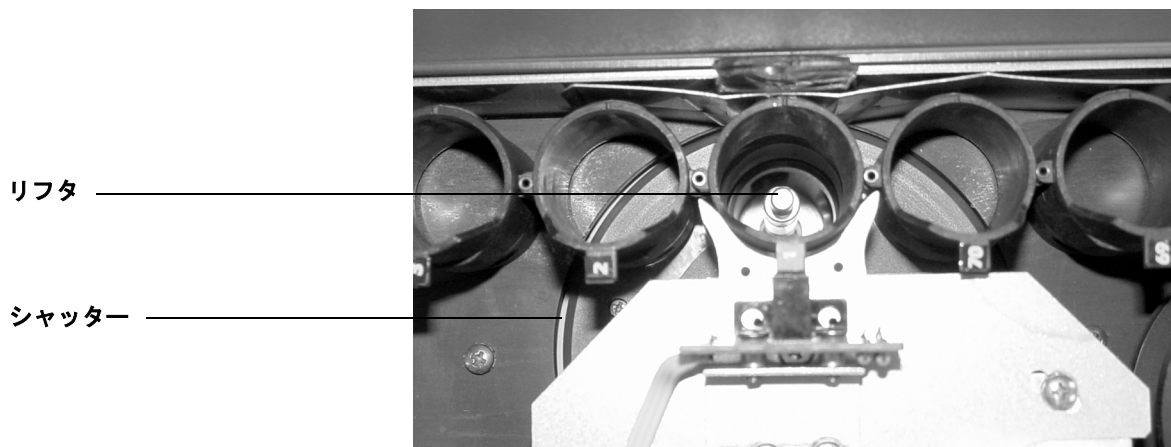


図 21 モーターグループの調整

- 1 シャッターがトレイベースの縁に触れていないか、目視で点検します。図 22 を参照してください。

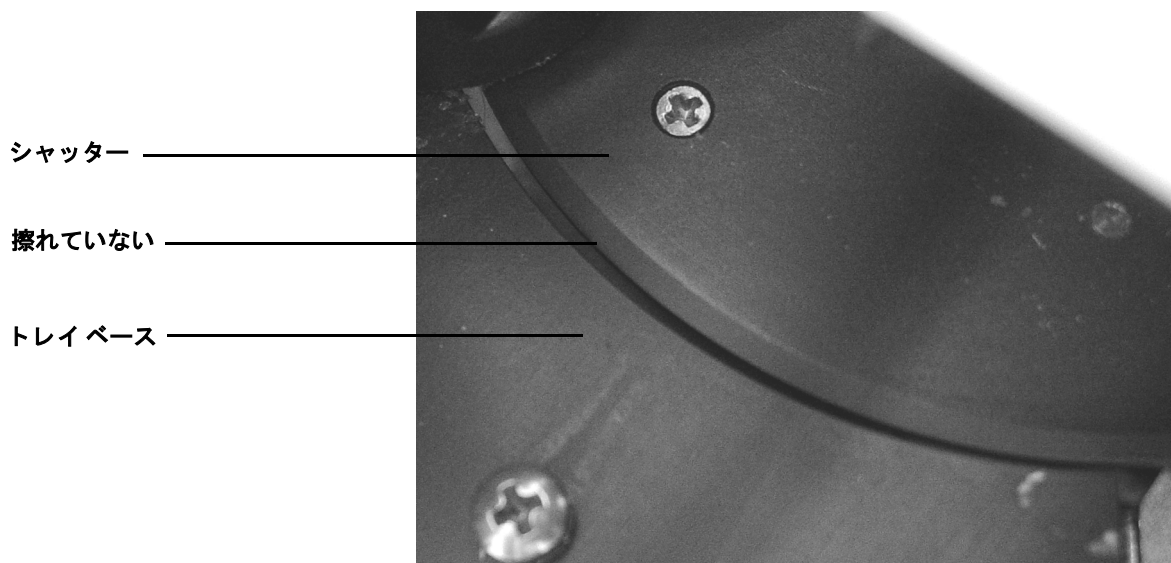


図 22 シャッターの調整

- 2 装置の電源を入れます。自己診断結果を確認し、シャッターのカチッという音が出ているか調べます。
- 3 『Manual Operation』の拡張機能5を使い(72 ページを参照)、シャッターの調整を点検します。カーソルキーで [Shutter] にスクロールします。1 キーを使いシャッターを中間および開ポジションに移動させます。0 キーを使いシャッターを中間および閉ポジションに戻します。

シャッターが適切に調整されていない場合、Agilent サービスにご連絡ください。

カルーセルの調整

カルーセルが正しく調整されていないと、ふたの穴はカルーセルにある円筒型のバイアルホルダに合っていません。図 23 を参照してください。この結果、「Vial Not Dropped」エラーが発生します。数ミリメートルを超えるずれがある場合、リフタに対するカルーセルの穴は正しく調整されていません。その結果、リフタのエラーになります。

警告

オープン、カルーセルおよびオープンのふたの表面が熱くてやけどをすることがあります。作業をする前に、オープンおよびループの温度をオフにします。オープンが自然に冷めて室温と同じになるまで待ちます。

以下の目視点検を行います。

- 1 ふたの開閉。
- 2 1つの小さなくぼみでマークされた、カルーセルのポジション1の位置を確認します。
- 3 『Manual Operation』の拡張機能を使い(72 ページを参照)、カルーセルをホームポジションに戻します。[Menu] を押し、[Advanced Functions] を選択します。キーボード上で、5 および [Enter] を押します。[Carousel] にスクロールします。キーボード上の 1 を押し、時計回りにカルーセルのポジションを1つ移動します。0 を押して反時計回りにカルーセルの位置を1つ移動します。
- 4 [Shutter1] にスクロールします。1 を押してシャッターを開きます。

- 5 [Lifter tray] にスクロールします。1 を押してリフタを押し上げます。
- 6 リフタがカルーセルの穴の中央にあるか確認します。
- 7 [Advanced Function 10] を使用してサンプラーをリセットするか、あるいはサンプラーの電源をいったん切って再投入します。

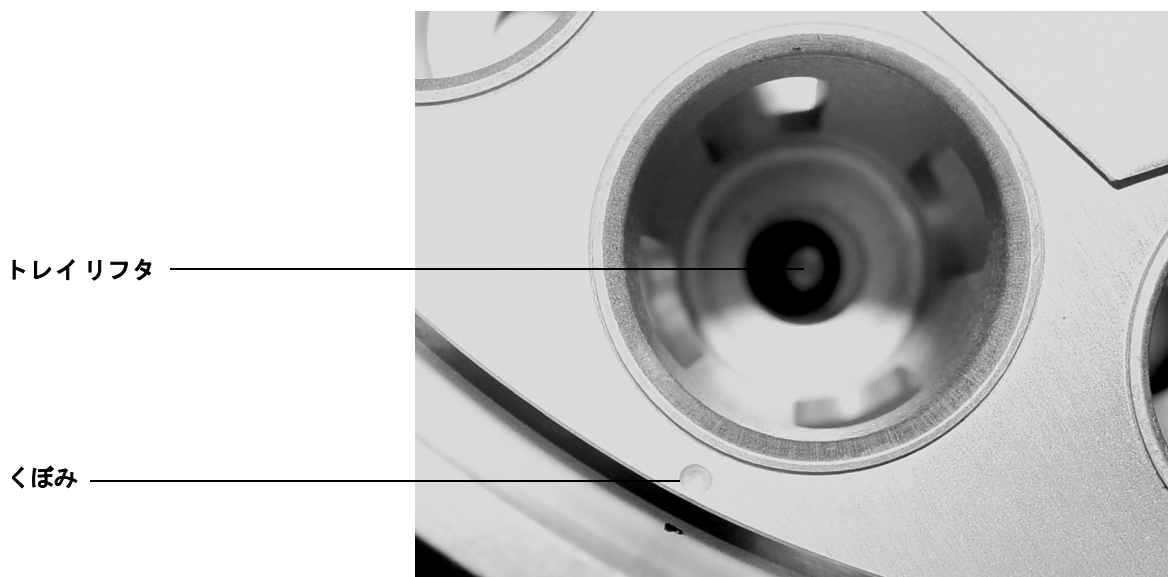


図 23 カルーセルの調整

エレベータ ロッドおよび軸受筒が、円筒型のカルーセルにある穴にぴったり合っていない場合、Agilent サービスにご連絡ください。

リークテスト一般情報

図 24 および図 25 を参照し、EPC および MPC のデッドスペースを設置する際に使用するフローパスを図示します。

クロマトグラフで感度が低下するような症状は、リークおよび障害の原因となります。以下の一連のテストを使用して Headspace Sampler のリークおよび障害を確認します。GC 注入口のリークがないか確認した後、Headspace Sampler のリークを点検します。

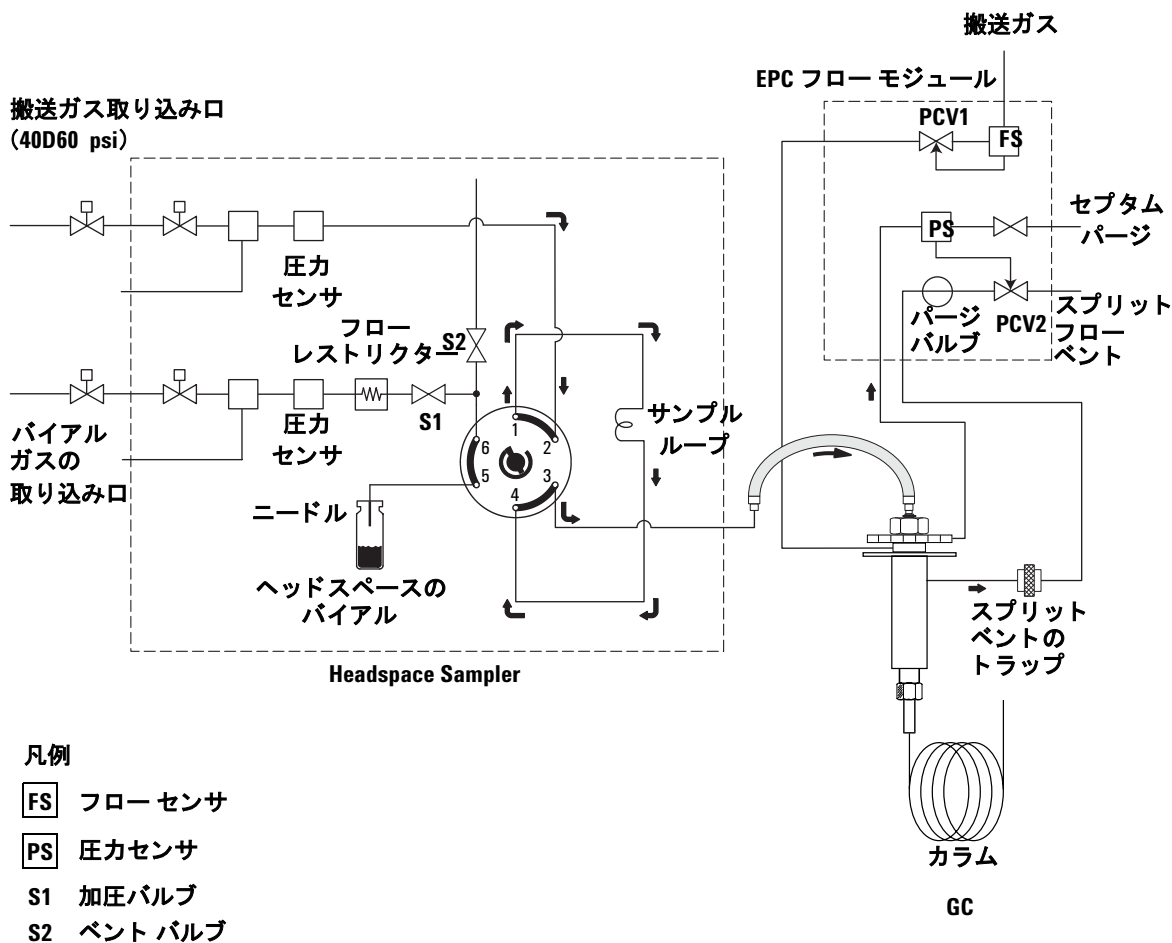
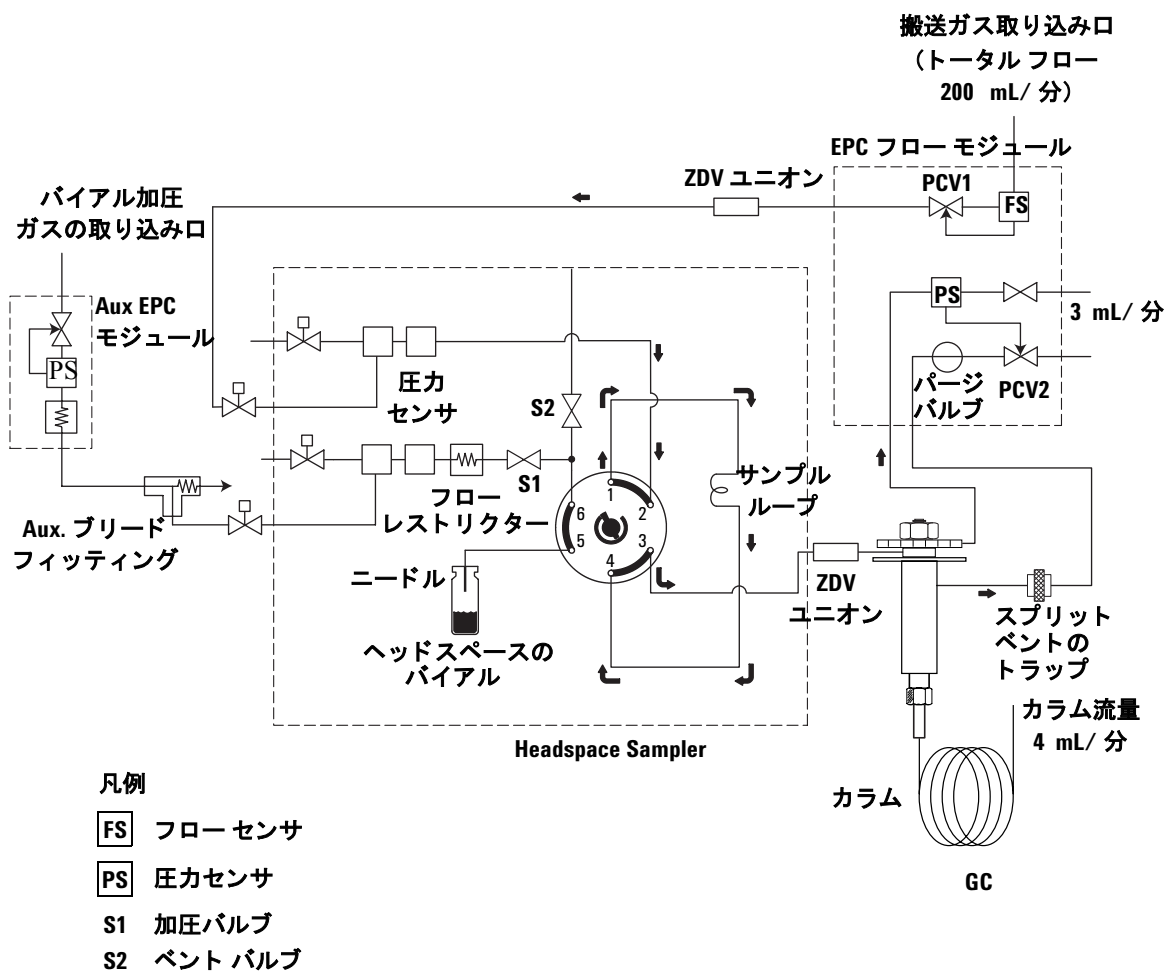


図 24 GC 設置の MPC G1888 用フローパス

本装置のメンテナンス



事前テスト前のフローパス

図 25 GC 設置の EPC G1888 用フローパス

メンテナンスおよび修理後には、いったん取り外してから再接続したフィッティング箇所での多くのリークが検出されます。その箇所は次のとおりです。

- ニードル、セプタム、ゼロ デッド ボリューム ユニオンおよびボラタイル注入口などの注入口に接続するトランスファライン
- 6 ポートのサンプルプローブへの接続部
- サンプルプローブの上のゼロ デッド ボリューム ユニオン

残余溶剤および侵襲性溶剤は、6 ポートバルブとベントチューブおよびソレノイドベントバルブにおける障害の原因となる事例があります。

リークテスト

リークテストでは以下の点検を行います

- ループの充填に関係したフローパスでの障害
- 搬送ガスフローパスでのリーク
- 加圧フローパスでのリーク
- 6ポートのサンプルバルブでのリーク

一般にリークの多くは、トランスファライン、外部配管、サンプルプローブのユニオンの接続部で発生します。

必須工具

- ビーカーの水
- 20-mL キャップバイアル
- リークテストキット G1888-60701
- 7 × 8mm レンチ
- CD-ROM に入っている『Advanced Function 5』の診断ツールを使うと、このテストを容易に行うことができます。

設定

- 1 1/8 インチ od の配管を Swagelok 接続部のベントに取り付けます。指で接続部を締め付けます。
- 2 ビーカーの水にチューブの自由端を入れます。
- 3 必要な場合、ガスの元栓と搬送ガスおよびバイアル加圧ガス用のバルクヘッドのフィッティング間に、シャットオフバルブを取り付けます。バルクヘッドのフィッティングおよびガスの元栓の間に、Headspace Sampler の裏側のバルブを取り付けます。
- 4 EPC の設定するため、シャットオフバルブを接続する T フィッティングを搬送ガスおよびバイアル加圧ガスの注入口に取り付けます。
- 5 圧力の単位を PSI に変更してください。この設定をすると kPa または Bar より分解度が上がります。73 ページを参照してください。

- 6 ソース圧力を 30 PSI に設定します。
- 7 GC 注入口からトランスファ ラインを切り離します。トランスファ ラインのニードルが使用されている場合、セプタムと一緒に端を抜きます。ニードルがない場合、ユニオンおよびプラグと一緒に端を抜きます。
- 8 トレイのポジション 1 に空の 20-mL キャップ バイアルを取り付けます。Headspace Sampler が 20-mL バイアル用に設定されているか確認します。80 ページを参照してください。
- 9 アルミニウム リーク テスト用バイアルをトレイのポジション 2 に取り付けます。ラベル OG1888O を表側にして、バイアルの端を取り付けます。
- 10 **[Menu]** キーを押します。[Advanced Functions] を選択します。メニューの項目 18 [Leak Test] を選択し、**[Enter]** を押します。再度 **[Enter]** を押してテストを開始します。

障害テストの実行

Headspace Sampler はトレイのポジション 1 のバイアルをオープンのカレーセルに装填し、サンプルプローブの上に持ち上げます。バイアルは本テストの間、プローブ上に維持されます。

- 1 加圧バルブを開き、0.2 分間バイアルを加圧します。0.2 分間加圧した後、加圧バルブを閉じます。ベントバルブを 0.3 分間開きます。ベントの中の空気は、サンプルバルブの 1、3、5 および 6 のポートを通ります。

ビーカーの水を確認します。バルブに問題がなければチューブから水の中に泡が現れます。ゆっくりと泡が破裂して 4 ~ 5 秒後に止まるのが通常の反応です。

- 2 加圧バルブを開き、0.2 分間バイアルを加圧します。0.2 分間加圧した後、加圧バルブを閉じます。ベントバルブを 0.3 分間開きます。ベントの中の空気は、サンプルバルブの 5 および 6 のポートを通ります。

本装置は 6 ポートバルブを注入口の側に切り替えます。ビーカーの水を確認します。バルブに問題がなければチューブから水の中に泡が現れます。ゆっくりと泡が破裂して 3 ~ 4 秒後に止まるのが通常の反応です。

- 3 障害テストの最後に、空のガラス製バイアルをトレイのポジション 1 に戻します。Headspace Sampler はバイアルをスタン

バイモードに設定し、トレイのポジション 2 からアルミニウム リーク テスト用バイアルを装着します。

泡がでない場合、あるいはゆっくり泡が流れる場合は、Agilent のサービス担当にご連絡ください。Headspace Sampler では、以下の問題が発生する場合があります。

- ベント フロー パスの詰まりまたは異物混入
- バルブの詰まりまたは異物混入
- ベント フロー パスのリーク

減圧テスト

概要

減圧テストはそれぞれ 4 つの手順で行われます。

- 1 マニュアル空圧コントロールとフローレストリクターとの圧力が均等になるように、十分に時間をかけてフローパスを加圧します。
- 2 フローパスを閉じます。
- 3 5 分間圧力を監視します。
- 4 結果を点検します。5 分間以上での減圧が 2 psi を超えないようにします。

減圧テストは通常 2 回実施されます。

- 1 回は、バイアル加圧のフローパスでサンプルループを用いて実施します (スタンバイモード)。
- もう 1 回は、搬送ガスフローパスでサンプルループを用いて実施します。

オプションで、6 ポートバルブのリークを点検する減圧テストがあります。このオプションのテストには、さらに 4 回の減圧テストが必要です。

減圧テストパート 1 スタンバイ モード

1 番目の減圧テストは、スタンバイ モードでリークの点検を行います。以下の手順で減圧テストを実行します。

- 1 少なくとも 5 分間フロー パスを加圧します。
- 2 本装置の背面のシャットオフ バルブを締めます。
- 3 表 14 を印字します。時間およびバルブの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 14 減圧テストパート 1

	最終時間	初期時間	差異
時間			5 分
フロー パス	初期圧	最終圧	
搬送ガス			
バイアル 加圧			

- 4 5 分間置きます。表 14 に最終時間および圧力の値を記録します。

5 分間以上で 2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。トランスファ ラインでリークが発生していないことを確認します。

- 搬送ガス フロー パスで発生するリークは、6 ポート バルブのポート 2 あるいは 3 で発生している可能性を示しています。
- バイアル加圧 フローパスで発生するリークは、6 ポート バルブのポート 1、4、5 あるいは 6 で発生している可能性を示しています。

すべてを修理してからリーク テストを継続してください。いったんすべてのフィッティングを締めてから、減圧テストを再開します。それでも減圧テストでリークが発生する場合、あるいは修理やリーク箇所が発見できない場合は、Agilent のサービス担当にご連絡ください。

減圧テストパート 26 ポートバルブのスタンバイモード (オプション)

このセクションは、2つの減圧テストから構成されています。本テストでは、スタンバイモードで6ポートバルブの内部のクロスリークを点検します。このセクションを読み飛ばす場合は、[減圧テストパート 3 インジェクトモード](#)に進みます。

- 1 トランスファラインの搬送ガスの接続部を緩めるか切り離します。搬送ガス (PSI) の値は、1分以内にほぼ 0 PSI に低下します。
- 2 [表 15](#) を印字します。時間およびバイアルの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 15 減圧テストパート 2A

	最終時間	初期時間	差異
時間			5分
フローパス	初期圧	最終圧	
バイアル加圧			

- 3 5分間置きます。[表 15](#) に最終時間および圧力の値を記録します。5分間以上で 2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。リークが発生した場合、Agilent のサービス担当までご連絡ください。リークが発生しない場合は、[手順 4](#)に進みます。
- 4 トランスファラインの搬送ガスの接続部を締めるか再度接続します。シャットオフバルブを開き、搬送ガスフローパスを加圧します。搬送ガス (PSI) は 1分以内に再度圧力をかける必要があります。
- 5 ふたを開けます。サンプルプローブはリークテストのバイアルから離れます。バイアル (PSI) は 1分以内にほぼ 0 psi に減圧する必要があります。
- 6 本装置の背面にある搬送ガスのシャットオフバルブを締めます。
- 7 [表 16](#) を印字します。時間およびバルブの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 16 減圧テストパート 2B

	最終時間	初期時間	差異
時間			5 分
フローパス	初期圧	最終圧	
搬送ガス			

8 5分間置きます。表 16 に最終時間および圧力の値を記録します。注意してサンプラーのふたを閉じ、サンプルプローブをリークテストのバイアルに入れます。

5分間以上で 2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。リークが発生した場合、Agilent のサービス担当までご連絡ください。すべてを修理してからリークテストを継続してください。

減圧テストパート 3 インジェクト モード

この減圧テストは、インジェクト モードでリークの点検を行います。以下の手順で減圧テストを実行します。

- 1 Headspace Sampler の背面のシャットオフバルブを開きます。
- 2 加圧してフローパスの圧力が均等になるまで 5 分待ちます。
- 3 Headspace Sampler の背面のシャットオフバルブを閉めます。
- 4 表 17 を印字します。時間およびバルブの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 17 減圧テストパート 3

	最終時間	初期時間	差異
時間			5 分
フローパス	初期圧	最終圧	
搬送ガス			
バイアル 加圧			

- 5 5分間置きます。表 17 に最終時間および圧力の値を記録します。

5分間以上で2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。トランスファ ラインでリークが発生していないことを確認します。

- 搬送ガスのフローパスで発生するリークは、6 ポートバルブのポート 1、2、3 あるいは 4 で発生している可能性を示しています。
- バイアル加圧 フローパスで発生するリークは、6 ポートバルブのポート 5 あるいは 6 で発生している可能性を示しています。

すべてを修理してからリークテストを継続してください。いったんすべてのフィッティングを締めてから、減圧テストを再開します。それでも減圧テストでリークが発生する場合、あるいは修理やリーク箇所が発見できない場合は、Agilent のサービス担当にご連絡ください。リークテストの最後に6 ポートバルブのオプションの点検を行う場合は、パート 4 に進みます。行わない場合は [Clear] を押してリークテストを終了します。

減圧テストパート 46 ポートバルブのインジェクトモード (オプション)

このセクションは、2つの減圧テストから構成されています。本テストでは、インジェクトモードで6 ポートバルブの内部のクロスリークを点検します。このセクションはオプションです。

- 1 トランスファ ラインの搬送ガスの接続部を緩めるか切り離します。搬送ガス (PSI) は1分以内ほぼ0 psi に降下します。
- 2 表 18 を印字します。時間およびバルブの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 18 減圧テストパート 4A

	最終時間	初期時間	差異
時間			5分
フローパス	初期圧	最終圧	
バイアル加圧			

- 3 5分間置きます。表 18 に最終時間および圧力の値を記録します。5分間以上で 2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。リークが発生した場合、Agilent のサービス担当までご連絡ください。リークが発生しない場合は、手順 4 に進みます。
- 4 トランスファ ラインの搬送ガスの接続部を締めるか再度接続します。シャットオフバルブを開き、搬送ガス フローパスを加圧します。搬送ガス (PSI) は 1 分以内に再度圧力を加える必要があります。
- 5 ふたを開けます。サンプルプローブはリークテストのバイアルから離れます。バイアル (PSI) は 1 分以内にほぼ 0 PSI に低下します。
- 6 Headspace Sampler の背面にある搬送ガスのシャットオフバルブを締めます。
- 7 表 19 を印字します。時間およびバルブの初期圧の値をテーブルに記入します。

表 19 減圧テストパート 4B

	最終時間	初期時間	差異
時間			5分
フローパス	初期圧	最終圧	
搬送ガス			

- 8 5分間置きます。表 19 に最終時間および圧力の値を記録します。注意してサンプラーのふたを閉じ、サンプルプローブをリークテストのバイアルに入れます。

5分間以上で 2 psi を超える減圧がある場合、リークが発生しています。リークが発生した場合、Agilent のサービス担当までご連絡ください。

[Clear] を押してリークテストを終了します。

[Zone Calibration]

[Zone Calibration] を使用してカスタム温度オフセットを作成します。多くの場合、カスタム オフセットは必要ありません。しかし、以下の状況では有効となることがあります。

- ラボ内の温度が Headspace Sampler の推奨動作温度の範囲にない状況。
- Headspace Sampler の温度設定を最大値または最小値にする必要がある状況。
- 特定のサンプル マトリクスおよび平衡時間で、オープンの温度またはループの温度あるいはその両方に対して、一層の正確さが求められる状況。

較正プロセスの完了に数日かかることがあります。顧客による補正が一度完了すると、メインプロセッサ PCA のメモリ内にカスタム オフセットが保管されます。PCA が機能しないと、カスタム オフセットによる補正は記憶できません。対策として以下のことを実行します。

- 較正中に測定された温度の控えを取っておき、メインプロセッサ PCA が機能しない場合の再入力に備えます。
- Agilent のサービス担当に診断ユーティリティでカスタム設定データをバックアップしてもらいます。

表 20 を印字して、ゾーン較正データの記録に使用します。

表 20 ゾーン較正データ

オープンの設定値	オープンの測定値	ループの設定値	ループの測定値
50 °C		65 °C	
80 °C		95 °C	
110 °C		125 °C	
140 °C		165 °C	
170 °C		185 °C	
200 °C		215 °C	
230 °C		245 °C	
230 °C		245 °C	

推奨工具

ゾーン較正の手順を完全に実施するには、表 21 に載せた道具が必要です。

表 21 推奨工具

数量	説明	注記
1	20-mL サンプルバイアルおよびキャップ	バイアルの部品番号 5182-0837、キャップおよびセプタムの部品番号 5183-4477 を推奨。
1	No.1 プラス ネジドライバー	ループの高温部分の手入れに使用。
1	高温用テープ	オープンからプローブのリードを保護するために使用。
1	タイマ	設定値と測定値の間の平衡時間を記録するために使用。
1	デジタル温度計	± 0.2 °C の精度で、2 つの入力ができる温度計を推奨。
2	タイプ K の熱伝対ビード プローブ	± 1.1 °C の精度で、0 °C から 260 °C まで測定可能。

手順

この手順は 3 つの作業から構成されます。

- 1 測定温度の収集。
- 2 測定値を Headspace Sampler に入力します。
- 3 カスタムオフセットを保存します。

表 22 の手順に従います。

表 22 測定温度の収集

手順	作業	注記
1 バイアルを準備します。	<p>a 20-mL バイアルに 10 mL のドライ サンドを満たします。</p> <p>b バイアルにふた (90 ページを参照) をして、セプタムの中央の小さな穴を押し込みます。</p> <p>c 穴を通して砂の中に K タイプのプローブを押し入れます。プローブがバイアルの壁に触れていないことを確認します。</p>	
2 [Zones Calibration] 画面から較正プロセスを開始します。	<p>a 「Advanced Function 13」にナビゲートします。81 ページを参照してください。</p> <p>b カーソルキーを使って、[Zones Calibration] 画面で [Oven Calibration] をハイライトします。[Enter] を押します。</p>	
3 温度プローブを取り付けます。	<p>a Headspace Sampler のふたを持ち上げ、温度プローブでカルセルのポジション 1 にバイアルを取り付けます。</p> <p>b サンプルループを覆うマニーホールドのカバーを取り除きます。130 ページを参照してください。</p> <p>c サンプルループを支持するヒーターブロックの穴に、K タイプの 2 番目のプローブを取り付けます。下図を参照してください。</p> <p>d マニーホールドのカバーを交換してネジで締めます。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ 締め付けないために、サンプルループのプローブループをトランスファラインに沿って通します。 ・ 穴の裏側にプローブを押し付けて、サンプルループのヒーターブロックに押し込みます。

ここに温度プローブを取り付けます。

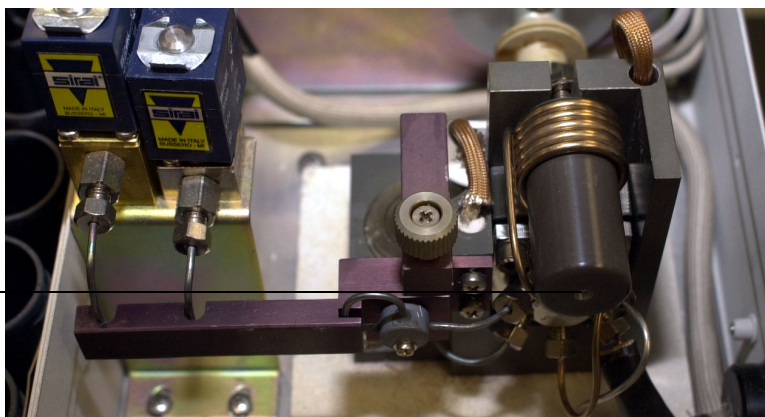


表 22 測定温度の収集（続き）

手順	作業	注記
4 較正 プロセスを開始します。	<p>a K タイプのプローブをデジタル温度計に取り付けます。</p> <p>b Headspace Sampler の [Enter] を押して続行します。</p>	
5 温度を記録します。	<p>a 1 時間経つと Headspace Sampler が前述の設定値に達します。</p> <p>b デジタル温度計が示す温度を記録します。</p> <p>c 下矢印キーを押して次ぎの温度設定値に移動します。各設定値を記録するまで繰り返します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • さらに低い設定温度での測定を繰り返すには、設定温度が画面に表示されるまで上矢印キーを押します。オープンのふたを開き冷却します。 • 表 20 に温度を記録します。
6 測定温度を入力します。	<p>a Headspace Sampler は設定温度を示す表を表示します。キーパッドを使い、各設定温度欄に測定値を入力します。</p> <p>b 下矢印キーを押して、次ぎの設定温度に移動します。各測定値を入力するまで繰り返します。</p>	
7 オフセットを計算します。	<p>a 14 の各温度設定値を入力した後、HS は「カスタム温度オフセット処理の準備ができましたか」(Ready to process custom temperature offset?) と尋ねてきます。</p> <p>b 実行する場合は [Enter] を押します。戻る場合は [Clear] を押します。</p>	

フューズの位置

フューズの位置と部品番号は下の図 26 および表 23 を参照してください。

警告

フューズの交換は、資格を保有するサービスマン以外は実施しないでください。

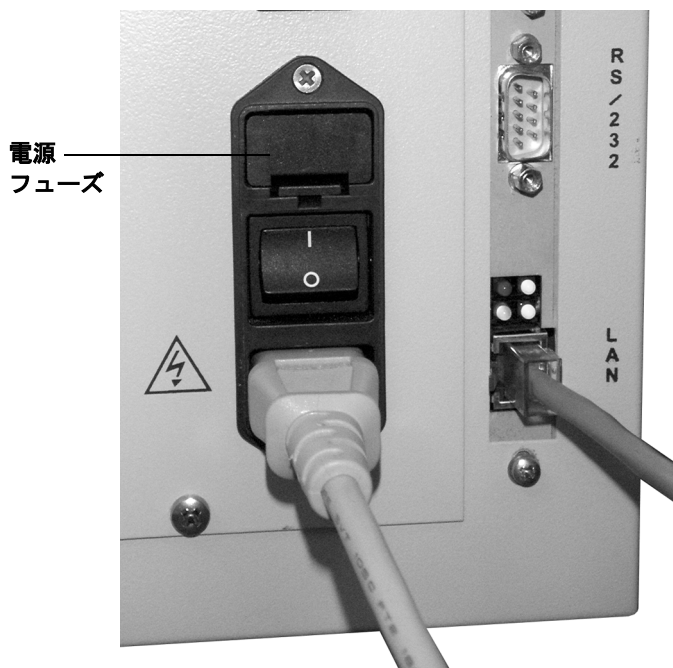
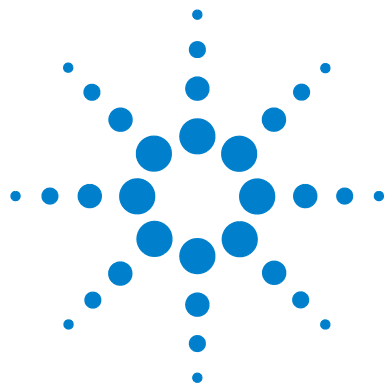


図 26 電源のフューズの位置

表 23 フューズ

フューズ記号	場所	フューズの定格および種類
F2、F3	電気系モジュール	10A 250V、ガラス管
F3	トランス近接端子	8A 250V、ガラス管
F3、F4	配電盤	6A 125V、ガラス管
F1	配電盤	1A 250V、ガラス管



10

トラブルシューティングとエラーメッセージ

- エラーの表 165
- クロマトグラフの結果 168
 - ピークなしまたは感度の低下 168
 - 滞留時間の再現性の劣化 169
 - 領域数の再現性の劣化 170
 - 空気中または溶剤ブランク中のキャリーオーバー 171
 - 望ましくないバックグラウンド ノイズまたはピーク 172
- バイアルの処理 173
 - バイアルが降りない 173
 - すべてのバイアルが除去される 173
 - 210 トレイが遅すぎるエラー (Tray too slow error) 173
 - 211 トレイ モーター エンコーダ エラー (Tray motor encoder error) 173
 - 212 トレイ ポジション 1 エラー (Tray position 1 error) 174
 - 220 シャッター エラー (Shutter error) 174
 - 230 トレイ リフター エラー (Tray lifter error) 174
 - 240 サンプルプローブ リフター エラー (Sample probe lifter error) 175
 - 250 カルーセル エラー (Carousel error) 175
 - 260 6 ポート バルブ エラー (6-port valve error) 175
 - オーブン内にバイアルが見つからない (Vial not found in oven) 176
 - トレイがいっぱいです! (Tray full!) 176
 - バイアルデリバリ エラーからの回復 177
- 高温になる部分の温度 178
 - 絶縁またはショート 178
 - 高温になる部分が室温と同等または室温前後である 178



トラブルシューティングとエラー メッセージ

- 高温になる部分の温度が安定しない 178
- 温度エラーによる分析の中断 178
- 圧力値 179
 - 作動中 GC が動作不能になる 179
 - GC の圧力値と Headspace Sampler の圧力値が一致しない 179
 - 圧力が通常の作動圧力以下である 179
- GC Start または GC Ready との同期 :GC が起動しない 180
- PC と Headspace Sampler 間の通信 181
- 内部通信シリアル I/O エラー 182
- メモリおよびプロセッサのエラー 183
- 空白表示 184
- 電源を入れても応答しない 185
- アクティブ メモリ内のメソッド消失 186

この章では、Headspace Sampler の操作中に発生する大部分の問題を解決する方法を説明します。

エラーの表

表 24 には発生する可能性のあるさまざまなエラーが記載されています。問題の解決方法については、表の右側に表示されているページに進んでください。診断エラー メッセージには、OK、LOCK、FAIL の値があります。FAIL エラーは、そのコンポーネントにトラブルシューティングが必要なことを示します。

表 24 エラーのリスト

症状の種類	所見 / エラー メッセージ	ページ
クロマトグラフの結果	ピークなし	168
	感度の低下	168
	滞留時間の再現性の劣化	169
	領域数の再現性の劣化	170
	空気中または溶剤ブランク中のキャリーオーバー	171
	望ましくないバックグラウンド ノイズまたはピーク	172
	バイアルの処理	バイアルが降りない
すべてのバイアルが除去される		173
210 トレイが遅すぎるエラー (Tray too slow error)		173
211 トレイ モーター エンコーダ エラー (Tray motor encoder error)		173
212 トレイ ポジション 1 エラー (Tray position 1 error)		174
220 シャッター エラー (Shutter error)		174
230 トレイ リフター エラー (Tray lifter error)		174
240 サンプルプローブ リフター エラー (Sample probe lifter error)		175
250 カルーセル エラー (Carousel error)		175
260 6 ポートバルブ エラー (6-port valve error)		175
オーブン内にバイアルが見つからない (Vial not found in oven)		176
トレイがいっぱいです! (Tray full!)		176

表 24 エラーのリスト (続き)

症状の種類	所見 / エラー メッセージ	ページ
高温になる部分の温度	温度の実測値が「絶縁」を示唆している	178
	温度の実測値が「ショート」を示唆している	178
	高温になる部分が室温と同等または室温前後である	178
	高温になる部分の温度が安定しない	178
	分析が中断されたオープン温度エラー	178
	分析が中断されたループ温度エラー	178
	分析が中断されたトランスファ ライン温度エラー	178
圧力値	作動中 GC が動作不能になる	179
	GC の圧力値と Headspace Sampler の圧力値が一致しない	179
	圧力が通常の作動圧力以下である	179
GC Start または GC Ready との同期	GC が起動しない	180
PC との通信	ラン メソッドまたはシーケンスがサンプラーを起動しない	181
	Headspace Sampler を ping できない	181
内部通信	510 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182
	520 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182
	530 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182
	540 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182
	550 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182
	560 シリアル I/O エラー (Serial I/O error)	182

表 24 エラーのリスト (続き)

症状の種類	所見 / エラー メッセージ	ページ
メモリおよびプロセッサの エラー	600-605 メモリ エラー	183
空白表示	ディスプレイ点灯、電源オン時にセルフテストなし、ファン作動	184
装置停止	サンプラーの電源を入れても応答しない	185
アクティブ メモリ内のメ ソッド消失	新しいメソッドをロード、またはメソッドを連結したらアクティ ブ メモリ内のメソッドが消失した	185

クロマトグラフの結果

ピークなしまたは感度の低下

サンプルが GC 検出器に届かない場合、ピークが現れません。次の一般的な部分を点検して問題を特定します。

GC

まず、GC が正常に動作することを確認します。可能な場合は、自動リキッド サンプラー (ALS) を注入口の上に取り付け、続けて内部基準量または校正標準量を注入口に直接注入します。ピークが現れた場合、GC に問題はありません。

Headspace Sampler のガス源

ガス源にガスが不足している、または誤った圧力に設定されている場合があります。次のガスの設定を点検します。

- MPC 搬送ガスおよびバイアル加圧ガスに 60 ~ 80psi を使用している。
- EPC バイアル加圧ガスの平衡後のサンプル バイアル内の圧力以上の圧力を使用している (通常 10 ~ 20psi)。
- EPC 搬送ガスに注入口圧力設定を使用している。

サンプル バイアル

サンプル バイアルを調べて、ひびや密閉の不備がないか点検します。

Headspace Sampler の内部フロー パス

Headspace Sampler フロー パスの次の部分を点検します。

- バイアル加圧用のソース ガスが正しいバルクヘッド フィッティングに接続されている。たとえば、バイアル加圧ガスを EPC モードで流す場合、MPC 注入口には接続しません。

- 搬送ガス用のソース ガスが正しいバルクヘッド フィッティングに接続されている。たとえば、搬送ガスを EPC モードで流す場合、MPC 注入口には接続しません。GC が EPC モードのときに Headspace Sampler から注入口への流量がない場合、通常注入口シャットダウン エラーが発生します。
- バイアル加圧ガスおよび搬送ガスの空圧トグル スイッチが正しく設定されている。たとえば、Headspace Sampler を EPC 搬送ガス モードで使用する場合、搬送ガス トグル スイッチは EPC に設定します。32 ページの空圧を参照してください。GC が EPC モードのときに Headspace から注入口への流量がない場合、通常注入口シャットダウン エラーが発生します。
- Headspace Sampler から GC 注入口へ搬送ガスが流れていることを確認します。MPC の場合、搬送ガスの圧力はサンプラーの流量の大部分が注入口に向かうように設定されています。
- サンプル ループを満たすためのフロー パスを妨げる障害物がないかどうか点検します。フロー パスはサンプル プローブから始まり、バルクヘッド フィッティングに通じます。148 ページのリーク テストを参照してください。
- キャリア フロー パスにリークがないか点検します。フロー パスはサンプル プローブから始まり、GC 注入口まで続きます。148 ページのリーク テストを参照してください。

滞留時間の再現性の劣化

滞留時間の再現性の劣化は、サンプルが GC 検出器に到達するまでの時間を変更することによって生じます。GC および Headspace Sampler のフロー パスを点検します。

キャリア フロー パスにリークや障害物がないか点検します。フロー パスはサンプル プローブから始まり、GC 注入口まで続きます。148 ページのリーク テストを参照してください。

領域数の再現性の劣化

領域数の再現性の劣化は、GC 検出器に到達するサンプルの量を変更することによって生じます。次の一般的な部分を点検します。

サンプルバイアル

低い領域数を示すサンプルを含むバイアルを点検します。ひび、密封の不備、キャップのゆるみがないか探します。

GC

- GC が正常に動作することを確認します。可能な場合は、ALS を注入口の上に取り付け、続けて内部基準量または較正標準量を注入口に直接注入します。領域数の再現性を確認します。
- [Check for Ready] が「5890 Wait」または「APG Wait」に設定されている場合、バイアル平衡時間が変わることがあります。GC Cycle Time を長くするか、別の [Check for Ready] 設定を選択します。

サンプルバイアルの平衡

- 平衡温度または平衡時間が適切に選択されているか。最高の再現性を得るには、サンプルおよびバイアルのヘッドスペース内の検体が静的平衡に達する必要があります。平衡時間を長くする (55 ページを参照してください) か、オープンの高温になる部分の温度を高くします (52 ページを参照してください)。
- サンプルが液体の場合は、振ることによって平衡を促進してください。57 ページを参照してください。

サンプルの作成

サンプル作成の手法に不統一がないこと、およびバイアルのキャップが閉まっていることを確認します。

空気中または溶剤ブランク中のキャリーオーバー

理論上は、サンプル分析後のブランクを含む分析では、ラボの空気またはサンプルバイアル内に閉じ込められた溶剤からの検体がない限り、クロマトグラムのピークがありません。キャリーオーバーは、サンプルがフローパスに凝結したり、サンプルの注入時に完全に排出されず、一部が閉じ込められた場合に発生します。ヘッドスペースをブランクにして、これらの検体がわずかでも存在しないか確かめます。

一連の溶剤ブランク中のキャリーオーバーの量が、一回の流入ごとに 5 から 10 の係数の範囲で減少する場合、キャリーオーバーの原因は、おそらくサンプルが完全に排出されなかった部分にあります。次を確認します。

- GC 注入口から、注入口付近の残留物を一掃するだけの十分な流量がある。
- GC 注入口へのトランスファライン接続を点検します。

一連の溶剤ブランクのキャリーオーバーの量が一回の流入ごとに減少しない場合、キャリーオーバーの原因はおそらくフローパスや注入口内に吸着または凝結した検体にあります。次を点検します。

- 高温になる部分の温度が適切に設定されている。[52 ページ](#)を参照してください。
- バイアル加圧圧力または加圧時間が適切に選択されている。[57 ページ](#)を参照してください。
- フローパスまたは GC 注入口が汚染されていないか。
- 適切な注入口が選択されている。

望ましくないバックグラウンド ノイズまたはピーク

原理的には、サンプルを含む分析の場合、クロマトグラムに認識されないピークはありません。望ましくないピークまたはゴースト ピークは、サンプルバイアルまたはフロー パスに不明のものがある場合に発生します。

GC が正常に動作することを確認します。可能な場合は、ALS を注入口の上に取り付け、続けて内部基準量または較正標準量を注入口に直接注入します。認識されないピークがない場合、GC に問題はありません。

Headspace Sampler で次を点検します。

- サンプルの作成材料および作成方法において汚染の可能性がないか。
- キャリア フロー パスにリークや障害物がないか点検します。フロー パスはサンプルプローブから始まり、GC 注入口まで続きます。148 ページのリーク テストを参照してください。
- Possible contamination in lab air. 窒素またはアルゴンでバイアルヘッドスペースをパージ後、標準量を流します。

バイアルの処理

バイアルが降りない

このエラーは、バイアルがトレイからカルーセルに降りない場合に発生します。トレイリフターがバイアルを降ろした後、センサーがバイアルを確認します。次を点検した後、Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

- トレイベルトの張力。139 ページを参照してください。
- トレイポジション 1 の調整。140 ページを参照してください。
- カルーセルの調整。142 ページを参照してください。
- 障害物またはほこり

177 ページのバイアルデリバリエラーからの回復を参照してください。

すべてのバイアルが除去される

このエラーは、バイアル処理エラーの後、またはストップボタンが押された後にサンプラーがバイアルを回復する際に発生します。このメッセージは、サンプラーが予定外のカルーセル位置にバイアルを検出したことを示します。177 ページのバイアルデリバリエラーからの回復を参照してください。

210 トレイが遅すぎるエラー (Tray too slow error)

このエラーは、トレイモーターエンコーダが障害物を感知した場合に発生します。トレイチェーンを点検して、障害物を取り除いてください。177 ページのバイアルデリバリエラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

211 トレイモーターエンコーダエラー (Tray motor encoder error)

このエラーはトレイモーターエンコーダが応答しない場合に発生します。177 ページのバイアルデリバリエラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

212 トレイ ポジション 1 エラー (Tray position 1 error)

このエラーは、検出を数回試みた後にトレイ ポジション 1 のセンサーが検出できない場合に発生します。

- トレイ チェインの張力を点検します。139 ページを参照してください。
- トレイ ポジション 1 の調整を点検します。140 ページを参照してください。

177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

220 シャッター エラー (Shutter error)

このエラーは、シャッター ステップ モーターが障害物を感知した、またはホーム ポジションを検出できない場合に発生します。シャッター部分の障害物およびトレイ シャッター グループの調整を点検します。177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

230 トレイ リフター エラー (Tray lifter error)

このエラーは、トレイ リフター モーター エンコーダが障害物を感知した、またはホーム ポジションを検出できない場合に発生します。

- リフターを点検して、障害物を取り除いてください。
- カルセルの調整を点検します。142 ページを参照してください。

177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

240 サンプル プローブ リフター エラー (Sample probe lifter error)

このエラーは、サンプラー リフター モーター エンコーダが障害物を感知した、またはホーム ポジションを検出できない場合に発生します。

- リフターを点検して、障害物を取り除いてください。
- バイアルの容量が正しく設定されていることを確認します。[80 ページ](#)の Advanced Function 12 を参照してください。
- カルーセルの調整を点検します。[142 ページ](#)を参照してください。

[177 ページ](#)のバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

250 カルーセル エラー (Carousel error)

このエラーは、カルーセル モーター エンコーダが障害物を感知した、またはホーム ポジションを検出できない場合に発生します。

- カルーセルを点検して、障害物を取り除いてください。
- カルーセルの調整を点検します。[142 ページ](#)を参照してください。

[177 ページ](#)のバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

260 6 ポート バルブ エラー (6-port valve error)

このエラーは、6 ポート バルブ モーター エンコーダが障害物を感知した、またはホーム ポジションを検出できない場合に発生します。

- バルブ モーターの結合部を点検して、障害物を取り除いてください。
- ループの高温になる部分の絶縁カバーの裏面に摩擦がないか点検します。

177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。Agilent のサービス担当にエラー番号とエラー名をご連絡ください。

オープン内にバイアルが見つからない (Vial not found in oven)

このエラーは、バイアル処理エラーの後、またはストップ ボタンが押された後にサンプラーがバイアルを回復する際に発生します。このメッセージは、サンプラーがカルーセル内の予定位置にバイアルを検出できなかったことを示します。177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。

トレイがいっぱいです! (Tray full!)

このエラーは、バイアル処理エラーの後、またはストップ ボタンが押された後にサンプラーがバイアルを回復する際に発生します。このメッセージは、トレイがいっぱいでカルーセル内のバイアルを点検できないことを示します。トレイからバイアルを1つ注意深く取り出し、Headspace Sampler を Advanced Function 10 でリセットするか (78 ページを参照してください)、電源スイッチを切ってからすぐに入れなおします。177 ページのバイアル デリバリ エラーからの回復を参照してください。

バイアル デリバリ エラーからの回復

バイアル デリバリ エラーから回復するには、次の手順を実行します。

警告

オープン、カールセル、オープンのふたは高温になっている場合があります。火傷をする恐れがあります。作業を開始する前に、オープンおよびループの温度をオフにします。オープンが室温に冷めるまで待ちます。オープンが冷めていてもバイアルはまだ熱い場合があるので注意してください。

- 1 Headspace Sampler のふたを開けます。
- 2 バイアル デリバリ エラーの原因となったバイアルを取り除きます。
- 3 必要に応じて、オープン内に残っているバイアルを取り除きます。Headspace Sampler が自動的にバイアルを除去するよりも手作業で取り除いたほうがはるかに速いのですが、バイアルが熱かったり、手の届かないところにある場合があります。
- 4 バイアル デリバリ エラーの考えられる原因を調べます。いずれかの部分に調整誤差がある場合、Headspace Sampler の自動バイアル リカバリ ルーチンに再び同じエラーが発生することがあります。139 ページの調整の点検を参照してください。
- 5 Headspace Sampler を Advanced Function 10 でリセットするか (78 ページを参照してください)、電源スイッチを切ってからすぐに入れなおします。
- 6 Headspace Sampler でバイアルをオープンから自動的に回復するかどうか選択します。手順 3 でバイアルを手作業で取り除く場合は、[Clear] を押して自動バイアル回復を取り消します。また、手順 4 で解決できなかった調整誤差がある場合にも [Clear] を押します。

高温になる部分の温度

絶縁またはショート

高温になる部分の温度のエラーは、電氣的な問題または絶縁体の問題が原因で発生することがあります。

温度の実測値が「絶縁」または「ショート」を示唆している場合は、その部分の温度センサーが切断されているか、故障しています。Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

高温になる部分が室温と同等または室温前後である

温度の実測値が室温前後の場合、次を点検します。

- その部分の設定値が「0」またはオフになっている。[52 ページ](#)を参照してください。
- 高温になる部分のフューズが飛んでいる。Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

高温になる部分の温度が安定しない

実際のオーブンの温度の上がり方が遅い、または設定温度に達しない場合は、次を確認します。

- オーブンのふたが閉じており、ラッチがロックされている。
- ループの高温になる部分のカバーが空圧コンパートメントの基部と同一平面上にある。
- ライン電圧セレクターが正しく設定されている。たとえば、コンセントの電圧が 90 ~ 132VAC の場合、ライン電圧セレクター スイッチは 115VAC に設定されています。

温度エラーによる分析の中断

作動中に実際の温度が $\pm 4^{\circ}\text{C}$ の範囲を超えた場合、本装置では分析が中断され、エラー メッセージが表示されます。この場合、次を確認します。

- オーブンのふたが閉じていて、ラッチがロックされている。
- ループの高温になる部分のカバーが空圧コンパートメントの基部と同一平面上にある。
- Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

圧力値

作動中 GC が動作不能になる

バイアルへの加圧に補助 EPC を使用する場合、サンプルの抽出中に GC が 10 ～ 20 秒間動作不能になるのは正常です。補助 EPC モジュールからシャットオフバルブへの配管は、1/16 インチ OD の配管です。シャットオフバルブからの配管は、約 6 インチの 1/8 インチ OD の銅管です。1/8 インチの配管が長すぎる場合、問題が発生することがあります。

GC の圧力値と Headspace Sampler の圧力値が一致しない

Headspace Sampler の圧力値は、GC の圧力値とわずかに異なります。これらの装置は別の種類のセンサーを使用しており、それぞれのセンサーは異なるプロセスによって較正されています。圧力値が大きく異なる場合は、リークや障害がないか点検します。148 ページの [リークテスト](#) を参照してください。

圧力が通常の作動圧力以下である

圧力が通常の作動圧力以下の場合は、次を点検します。

- ガス源（タンク、ジェネレータ、マニーホールド）の圧力を点検します。たとえば、タンクの圧力が低い場合があります。
- Headspace Sampler 背面のシャットオフバルブがオンになっていることを確認します。
- ガス源と GC（EPC）または Headspace Sampler（MPC）のバルクヘッドフィッティング間にリークがないか点検します。
- Headspace Sampler に大きな障害やリークがないか点検します。148 ページの [リークテスト](#) を参照してください。

GC Start または GC Ready との同期 :GC が起動しない

Headspace Sampler が GC を起動しない場合、次を点検します。

- リモート スタート / ストップ ケーブルの接続
- [\[Check for Ready\]](#) 設定、Advanced Function 9

PC と Headspace Sampler 間の通信

この種類の問題は、コンピュータと Headspace Sampler 間の通信の断絶によって発生します。コンピュータとサンプラー間のケーブル接続を点検します。

次の Headspace Sampler の LAN 接続との設定を確認します。

- Headspace Sampler とコンピュータのネットワークアドレスに互換性がある。たとえば、IP アドレスが同一ネットワーク上で互換性がある。
- Enable RS-232 の設定がオフになっている。83 ページの Advanced Function 16 を参照してください。
- LAN アドレスが正しい。82 ページの Advanced Function 14 を参照してください。IP アドレスの変更を有効にするには、Headspace Sampler をリセットするか、電源スイッチを切ってからすぐに入れなおします。
- PC のコマンド ウィンドウから ping コマンドを使用して接続をテストします。

次の Headspace Sampler の RS-232 との接続を確認します。

- コンピュータのポート設定が正しい。ビット / 秒 :9600; データビット :8; パリティ :なし ; ストップビット :1; 流量制御 :ハードウェア。
- Enable RS-232 の設定がオンになっている。83 ページの Advanced Function 16 を参照してください。

内部通信シリアル I/O エラー

これらのエラーは、メインプロセッサ PCA と周辺 PCA 間の通信不良を示しています。Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

メモリおよびプロセッサのエラー

これらのエラーは、ファームウェアの不良またはメイン プロセッサ PCA の障害によって発生します。Agilent のサービス担当にお問い合わせください。

空白表示

空白表示は、ファームウェアのアップデートが中断された場合、または不完全な場合に発生します。本装置のファンが作動し、セルフテストが実行されず、ディスプレイは点灯しますが何も表示されません。Agilent のサービス担当に問い合わせ、「ブルー スクリーンからの回復」手順を実行してください。

電源を入れても応答しない

この現象は、壁コンセントからのライン電圧が本装置の内部電源に達しない場合に発生します。次を点検します。

- Headspace Sampler ライン モジュールのフューズが切れているか、飛んでいる。
- 電源セレクター スイッチの設定をチェックします。スイッチの設定が 115VAC でライン電圧が 220 ~ 260VAC の場合、フューズが飛びます。
- 電源コードが接続されていない。
- 電源スイッチがオフになっている。
- コンセントからライン電圧が得られない。

アクティブ メモリ内のメソッド消失

アクティブ メモリ内のメソッドは、新しいメソッドのロード時またはメソッドの連結時に保存されません。アクティブ メモリ内のメソッドの上書き前に警告メッセージは表示されません。これはエラーではありません。メソッドの消失を避けるため、アクティブ メモリ内のメソッドを4つのストレージ ロケーションの1つに保存してから、新しいメソッドをロード、または連結してください。[60 ページ](#)を参照してください。

索引

C

- [Chain methods], 61
- Chain メソッド
 - パラメータの増分, 69
- [Check for Ready]
 - 拡張機能, 76
- [Clear], 50
- Clear
 - キーパッド, 49
 - 設定値の編集, 48, 94
 - ナビゲーション, 64

D

- Diagnostic
 - 拡張機能, 87

E

- [Enable RS232]
 - 拡張機能, 83
- [Enter] キー, 50
- [Event times], 54

G

- GC cycle time
 - 説明, 54
- GC サイクル タイム
 - イベント時間の設定, 98
 - 標準ヘッドスペース採取, 41

I

- Inject time
 - 説明, 55

L

- [LAN Configuration]
 - 拡張機能, 82
- Leak Test
 - 拡張機能, 86
- [Load method], 59
- Loop fill time
 - 説明, 55

M

- [MAC Address]
 - 拡張機能, 83
- Manual Operation
 - 拡張機能, 72
- Methods
 - 拡張機能の保存されたメソッド, 74
- Multiple Headspace Extraction
 - 拡張機能, 75

O

- On/Off スイッチ
 - 位置, 30

P

- Parameter Increment
 - 拡張機能, 68
- [Pressure Units]
 - 拡張機能, 73

R

- Reset
 - 拡張機能, 78

S

- Stabilize Time
 - 拡張機能, 67
- [Store method], 60
- Stored Method
 - 拡張機能, 74

T

- Times
 - GC Cycle Time, 54
 - Inject time, 55
 - 設定値の入力, 54

V

- [Valve Count]
 - 拡張機能, 79
- Vent Valve Purging
 - 拡張機能, 84
- Vial number and location
 - 拡張機能, 70
- [Vial Size]
 - 拡張機能, 80

Z

- [Zone Calibration]
 - 拡張機能, 81

あ

- 圧力
 - EPC を使用してバイアル加圧を設定する, 124
 - MPC を使用してバイアル加圧を設定する, 123
 - バイアル加圧, 116
 - 表示, 62

索引

安全対策, 20
イベント時間
 イベント時間の設定, 97
 イベント時間変更, 111
 標準ヘッドスペース採取, 41
オープン
 温度の入力, 52
 説明, 30
オープン温度
 設定, 95
オン / オフ スイッチ
 安全対策, 17, 19
温度
 値の入力, 52

か

加圧時間
 イベント時間の設定, 98
拡張機能
 Check for ready, 76
 Diagnostic, 87
 [Enable RS232], 83
 [LAN Configuration], 82
 Leak test, 86
 [MAC Address], 83
 Manual Operation, 72
 Multiple headspace extraction, 75
 Parameter increment, 68
 Pressure Units, 73
 [Reset], 78
 Stabilize Time, 67
 [Stored Method], 74
 Valve count, 79
 Vent valve purging, 84
 Vial number and location, 70
 Vial size, 80
 Zone calibration, 81
 一覧, 65
 使用法, 64
 説明, 67
 複数ヘッドスペース採取, 43
 メソッドの保存, 102
加熱ゾーン
 説明, 31

カルーセル, 30
 Manual operation, 72
 Shake, 57
 安全対策, 18
 イベント順序, 43
 サイクル終了, 40
 シェイク, 101
 調整, 142
 バイアル番号と位置, 70
 パラメータの増分, 68
 リセット, 78

概要

G1888 Network Headspace
 Sampler, 28

キー操作

[Active method] キー, 52
[Clear], 50
[Enter], 50
[Menu] キー, 58
[Start/Stop], 51
[Tray advance], 50
数字キーパッド, 50

キーパッド

説明, 49

機械式圧力制御

搬送ガスの流量, 123
流量の設定, 121

キャリアガス

圧力, 62

キャリアガス

安全対策, 18
フロー最適化, 117

空圧

説明, 32

減圧テスト, 150

交換部品

共通, 127

さ

サイクル終了, 40
作動原理, 34
サンプラーループ
 充填, 38

サンプル

作成, 90
 注入, 39
 分析, 120
サンプルトレイ
 [Tray advance], 50
サンプル採取システム
 説明, 31
サンプル注入
 空圧, 39
サンプルトレイ
 ロード, 92
サンプルブロープ
 交換, 132
サンプルループ
 交換, 134
サンプルループ充填
 空圧, 38
シャッター
 調整, 140
障害テスト, 149
消耗品, 127
時間
 Loop fill time, 55
 加圧時間, 55
 バイアル平衡, 55
 ループ平衡時間, 55
スケジュール
 メンテナンス, 126
スタンバイ状態
 空圧, 36
設定値
 編集, 48
 メソッドの作成, 94
ゾーン較正, 156

た

対象ユーザー, 15
チェイン メソッド, 104
 イベント時間変更, 111
 オープン温度変更, 110
 複数ヘッドスペース採取, 106
チューブアセンブリ
 交換, 136

注入
 イベント順序, 43
 空圧図面, 39
 注入時間
 イベント時間の設定, 99
 調整, 139
 カルーセル, 142
 シャッター, 140
 トレイチェーン張力, 139
 ポジション1のセンサ, 140
 データの入力
 設定値の編集, 48
 デフォルトのメソッド, 74
 電源スイッチ
 安全対策, 17, 19
 位置, 30
 電源投入時
 診断, 35
 電子圧力制御
 空圧, 32
 バイアル加圧ガス流量, 124
 トランスファライン
 温度の入力, 52
 温度の設定, 96
 説明, 31
 トレイチェーン張力, 139

は
 搬送ガス
 EPCを使用して流量を設定する, 123
 MPCを使用して搬送ガスの流量を設定する, 122
 空圧概要, 32
 サンプル注入, 39
 スタンバイ状態, 36
 搬送ガスポートの位置, 30
 ヘッドスペース概要, 26
 リークテスト, 152
 バイアル
 キャップの取り付け, 90
 キャップの取り外し, 90
 クランプ, 90
 作成, 90

バイアル加圧, 116
 空圧, 37
 バイアル加圧時間, 116
 バイアル回収, 40
 バイアルトレイ
 説明, 31
 バイアルパラメータ
 設定, 100
 バイアル平衡時間
 イベント時間変更, 111
 表記規則, 16
 複数ヘッドスペース採取
 CONCモード, 45
 概要, 26, 28
 検体濃縮, 45
 標準, 45
 複数バイアル穿刺, 43
 マトリクス効果, 113
 メソッドの連結, 104, 106
 フューズ, 23
 フューズの位置, 160
 部品
 消耗品, 127
 分配係数
 説明, 108
 方程式, 108
 平衡
 バイアル平衡時間, 111
 ヘッドスペース概要, 26
 平衡時間
 イベント時間の設定, 98
 ヘッドスペース分析
 概要, 26
 補助ガス
 スタンバイ状態, 36
 ポジション1のセンサ
 調整, 140

ま
 マトリクス効果, 113
 ヘッドスペース分析概要, 26

メソッド
 Chain, 61
 入力, 94
 保存, 60, 102
 連結, 104
 ロード, 103, 59
 メソッド最適化
 イベント時間変更, 111
 オープン温度変更, 110
 サンプルサイズ, 115
 サンプルループ変更, 114
 搬送ガスフロー, 117
 バイアル加圧と時間, 116
 メンテナンス
 スケジュール, 126

ら

リークテスト
 一般情報, 144
 手順, 148
 流量
 EPCを使用して搬送ガスの流量およびバイアル加圧ガスの流量を設定する, 123
 MPCを使用して搬送ガスの流量を設定する, 122
 キャリアガスフロー最適化, 117
 条件の設定, 121
 ループ温度
 設定, 31, 53, 96
 ループ充填時間
 最適化, 111
 設定, 99
 ループ平衡時間
 イベント時間の設定, 99
 説明, 55
 ループカバー
 取り外し, 130



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.
Printed in USA, March 2004



G1888-97012