

簡易マニュアル編

目 次

簡易マニュアル編

基本的な起動手順と注意点	1
GC-2010/2010 Plus、GC-2025 のスプリット分析 (FID)	2
GC-2010/2010 Plus、GC-2025 のスプリットレス分析 (FID)	5
GC-2014 のパックドカラムによる分析 (FID)	8
GC-2014 のパックドカラムによる分析 (TCD)	10
GC-2014 のスプリット分析 (FID)	12
GC-2014 のスプリットレス分析 (FID)	15
GC-14B (GC-14A) のパックドカラム恒温分析 (FID)	18
GC-14B (GC-14A) のパックドカラム昇温分析 (FID)	19
GC-14B (GC-14A) のパックドカラム恒温分析 (TCD)	20
GC-14B (GC-14A) のパックドカラム昇温分析 (TCD)	21
GC-14B (GC-14A) のスプリット分析 (FID)	22
GC-14B (GC-14A) のスプリットレス分析 (FID)	26
GC-17A のスプリット分析 (w-FID)	30
GC-17A のスプリットレス分析 (w-FID)	32
GC-17A のワイドボア全量導入分析 (w-FID、SPL/WBI 切り替えユニット付)	34
GC-18A のスプリット分析 (FID)	36
GC-18A のスプリットレス分析 (FID)	38
GC-18A のワイドボア全量導入分析	40
GC-1700 のスプリット分析 (w-FID)	42
GC-1700 のスプリットレス分析 (w-FID)	45
AOC-20i を用いた測定	48

基本的な起動手順と注意点

GC の基本的な起動手順は以下のようになります。

起動手順

1. 分析目的に応じたカラムを接続する。
2. キャリアガスを流す。（カラム内の空気をキャリアガスで置換する^{注1)}。）
3. 注入口と検出器の温度を上げる^{注2)}。
4. カラムの温度を上げる。
5. 検出器ガスの設定を行う。
6. FID の点火、TCD の電流設定など、検出器の設定を行う。
7. キャリアガスの微調整を行う^{注3)}
8. データ処理（or レコーダ）上でベースラインの安定を待ち^{注4)}、分析を行う。

注1) カラムの保護：カラム内の空気をキャリアガスで完全に置換した後、カラムの温度を上げてください。
液相の酸化によるカラムの劣化を防止します。

注2) 検出器の保護：検出器→カラムの順に温度を上げることにより、カラムから溶出した成分が検出器内で凝縮し、検出器を汚染することを防ぎます。

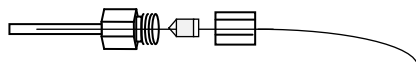
注3) 平均線速度、スプリット比の調整：キャピラリカラムを用いた分析ではキャリアガスの微調整が必要な場合があります。

注4) エージング：昇温分析を行う場合やベースラインがなかなか安定しない場合はカラムの温度を上げて、汚れ（前回分析の残渣など）をカラムから追い出します。

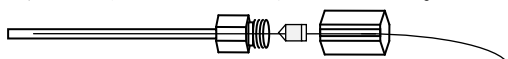
GC-2010/2010 Plus、GC-2025 のスプリット分析 (FID)


(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。^{注1)}
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
5. 汚れていた場合は清浄なものに交換する。(O-リング^{注3)}は破損、変形のない限り、再使用可能です。)
6. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻しナットを締める。
7. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注4)}。
8. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
9. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットや INJ 用ナットを使用してセットする^{注5)}。
10. カラムをカラムハンガーにのせる。
11. カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 34mm) を注入口に INJ 用ナットを用いて取付ける^{注5)}。



12. カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 69mm) を検出器に割りナットを用いて取付ける^{注5)}。



13. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
14. 本体の正面右下のメインスイッチを ON にする。
15. Line 構成の確認
 - ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
 - ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注6)}。
16. キャリアガス流量条件の設定^{注7)}
 - ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
 - ② カラムを交換した場合は、**PF1**:カラムを押し、内径、長さ、膜厚を入力する。
 - ③ Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
 - ④ カラム入口圧、線速度、カラム流量のいずれか、スプリット比、全流量のどちらかをテンキーより入力する。
 - ⑤ **▼** を押し注入モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて SPLIT を選択する。
 - ⑥ **▼** を押し制御モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて選択する^{注8)}。
 - ⑦ トグルキー 、**PF3**:ページを順に押し、ページ流量 (3~15mL/min) を入力する。

STOP DIAG SYSTEM

分析条件設定		READY
LINE 1	FILE 0: FILE	
カラム		
温度 (°C)	60.0	60.0
フロー		
入口圧 (kPa)	130.9	130.9
カラム流量	0.75	0.75
スプリット比	50.0	50.0
注入モード	SPLIT	
酸化室 SPL1		
温度 (°C)	150.0	150.0
検出器 FID1		
温度 (°C)	150.0	150.0

ファイル Line構成 表示項目

PF1 PF2 PF3 

分析条件設定画面


Flow CAR1		READY
SPL1	LINE 1	On
入口圧 (kPa)	130.9	130.9
カラム流量	0.75	0.75
線速度	25.0	25.0
スプリット比	50.0	50.0
全流量	43.9	43.9
注入モード	SPLIT	
制御モード	線速度	
キャリアガスの種類	He	

カラム Gas Saver On/Off

PF1 PF2 PF3 

流量設定画面

例：線速度:25cm/sec、スプリット比 1:50 を入力する場合

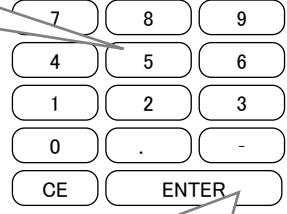
-  を 2 回押し線速度にカーソルを合わせる。
- テンキーにて **2**、**5** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。
- カーソルがスプリット比にしていることを確認する。
- テンキーにて **5**、**0** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。

1.カーソルキー
カーソルを上下左右に動かします。


2.テンキー
数値を入力します。

3.エンターキー
入力を確定します。


数値入力方法








17. 注入口温度、カラム初期温度、検出器温度の設定

- ① **SET** を押し設定画面を表示する。
- ②  を押しカーソルを動かし、注入口温度、カラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注9)}。
- ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する。

18. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② Off の場合は、 を用いて On にする。
- ③ **PF2**: 検出器 Gas を押す。
- ④ H2:40mL/min、MakeUp:30mL/min、Air:400mL/min に設定する^{注10)}。
- ⑤ Off の場合は、**PF3**: On/Off を押し On にする。
- ⑥ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ (信号アッテネーション) を設定する^{注11)}。

19. GC 始動

- ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
- ②  を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにて 5min に設定する^{注12)}。
- ③ 検出器制御が Off の場合、 を押ししてカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ④ 自動点火が Off の場合、 を押ししてカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ⑤ クリーンアップが Off になっていることを確認する^{注13)}。
- ⑥ **PF1**: GC 始動を押し、GC を始動する。

20. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**: 拡大や **2**: 縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**: Zero 補正を押す。

カラム		READY
カラム	FILE	0: FILE
温度モニタ(°C)		43.9
温度プログラム計(min)		0.00
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)		
初期	-----	50.0 0.00
1段	END	
カーソルをあわせ昇温速度を入力		
平衡化時間(min)		3.0
行削除	行挿入	Fan Off

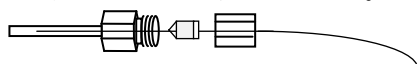
昇温プログラムの設定

- 注1) インサートにはスプリット用とスプリットレス/WBI用の2種類があります。スプリット用ガラスインサートを使用してください。
- 注2) シリカウールの位置や量は、面積値の再現性に重要な影響を与えます。ガラスインサート内にシリカウール10mgをガラスインサートの上端からシリカウールの上端が25mmの位置に12mm程度の幅でつめてください。化合物の分解や吸着が問題になる場合は、不活性化処理されたガラスインサート、シリカウールをご使用ください。
- 注3) Oリングには通常の分析で使用するフッ素ゴムOリングと、耐熱性にすぐれたグラファイトOリングがあります。フッ素ゴムOリングは注入口温度350℃以上で長時間使用すると耐熱性が落ちますので、1週間を目安に交換してください。
- 注4) 注入口セプタムは注入回数100回を目安に交換してください。
- 注5) グラファイト固定具は、注入口用(34mm)、FID用(69mm)、TCD用(50mm)、FPD用(82mm)、FTD用(69mm)、ECD用(37mm)があります。カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約1~2秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。
キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。
- 注6) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。▼を押し設定したいユニットにカーソルを合わせ、▶を押しLine1~4のいずれ(通常はLine1)に接続するか選択し、**ENTER**を押し確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。
- 注7) 入口圧、カラム流量、線速度は比例関係にあり、GC-2010/2010 Plus、GC-2025ではカラムの内径・長さを元に入口圧からカラム流量、線速度を算出します。圧力とカラム流量と線速度のうち、いずれか1つを設定してください。キャリアガスがHeの場合、線速度モードにて線速度20cm/sec~40cm/secの範囲での分析をお勧めします。また、カラム流量、スプリット流量(カラム流量×スプリット比)、セプタムパージ流量の和が全流量となります。スプリット比を入力すると全流量が決定します。全流量が30mL/min以上になるようにスプリット比を設定してください。
- 注8) キャリアガスの制御モードには圧力を一定にする圧力モードと、線速度が一定になるように圧力を制御する線速度モードがあります。昇温分析ではカラム理論段数変動しにくい線速度モードをお勧めします。
- 注9) 検出器の温度はカラム温度(昇温時は最終温度)より高く設定してください。
- 注10) 水素や空気の流量は電子制御されています。点火動作を行うまで水素、空気は流れません。
- 注11) C-R7A/7A plus、C-R8Aを使用する場合は、GC標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GCアナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。
C-R7A/7A plus、C-R8A以外のクロマトパックを使用する場合は、GC標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GCアナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴の範囲で信号レンジの調整が可能です。
- 注12) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。長いキャピラリカラムを使用する場合や、耐熱温度の低いカラムを使用する場合はスタートタイムを長めに設定してください。
- 注13) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

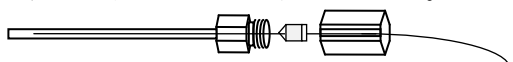
GC-2010/2010 Plus、GC-2025 のスプリットレス分析 (FID)


(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。^{注1)}
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
5. 汚れていた場合は清浄なものに交換する。(O-リング^{注3)}は破損、変形のない限り、再使用可能です。)
6. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻しナットを締める。
7. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注4)}。
8. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締めそこから約 1/2 回転戻す。
9. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットや INJ 用ナットを使用してセットする^{注5)}。
10. カラムをカラムハンガーにのせる。
11. カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 34mm) を注入口に INJ 用ナットを用いて取付ける^{注5)}。




12. カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 69mm) を検出器に割りナットを用いて取付ける^{注5)}。




13. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
14. 本体の正面右下のメインスイッチを ON にする。
15. Line 構成の確認
 - ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
 - ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注6)}。
16. キャリアガス流量条件の設定^{注7)}
 - ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
 - ② カラムを交換した場合は、**PF1**:カラムを押し、テンキーより、内径、長さ、膜厚を入力する。
 - ③ Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
 - ④ カラム入口圧、線速度、カラム流量のいずれか、スプリット比、全流量のどちらかをテンキーより入力する。
 - ⑤ **▽** を押し注入モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて **SPLITLESS** を選択し、サンプリング時間を入力する。
 - ⑥ **▽** を押し制御モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて選択する^{注8)}。
 - ⑦ トグルキー 、**PF3**:ページを順に押し、ページ流量 (3~15mL/min) を入力する。


分析条件設定		READY
LINE 1	FILE 0: FILE	
カラム		
温度 (°C)	60.0	60.0
フロー		
入口圧 (kPa)	130.9	130.9
カラム流量	0.75	0.75
スプリット比	50.0	50.0
注入モード	SPLIT	
酸化室 SPL1		
温度 (°C)	150.0	150.0
検出器 FID1		
温度 (°C)	150.0	150.0

PF1 PF2 PF3 

分析条件設定画面

Flow CAR1	実測値	設定値
SPL1 LINE 1		On
入口圧 (kPa)	180.9	180.9
カラム流量	1.30	1.30
線速度	40.0	40.0
スプリット比	50.0	50.0
全流量	74.3	74.3
注入モード	SPLITLESS	
サンプリング時間 (min)	1.00	
制御モード	線速度	
キャリアガスの種類	He	

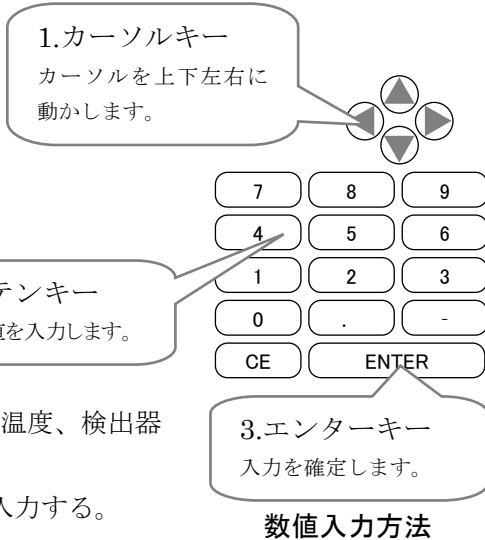
トグルキー 

PF1 PF2 PF3 

流量設定画面

例：線速度:40cm/sec、全流量 50mL/min、サンプリング時間 1min を入力する場合

- を押し、線速度にカーソルを合わせる。
- テンキーにて **4**、**0** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。
- カーソルが全流量にあっていることを確認する。
- テンキーにて **5**、**0** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。
- を押し、サンプリング時間にカーソルをあわせる。
- テンキーにて **1** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。



17. 注入口温度、カラム初期温度、検出器温度の設定

- ① **SET** を押し設定画面を表示する。
- ② を押しカーソルを動かし、注入口温度、カラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注9)}。
- ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する。

18. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② Off の場合は、 を用いて On にする。
- ③ **PF2**:検出器 Gas を押す。
- ④ H2:40mL/min、MakeUp:30mL/min、Air:400mL/min に設定する^{注10)}。
- ⑤ Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
- ⑥ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ (信号アッテネーション) を設定する^{注11)}

19. GC 始動

- ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
- ② を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにて **5min** に設定する^{注12)}。
- ③ 検出器制御が Off の場合、 を押しカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ④ 自動点火が Off の場合、 を押しカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ⑤ クリーンアップが Off になっていることを確認する^{注13)}。
- ⑥ **PF1**:GC 始動を押し、GC を始動する。

20. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**:拡大や **2**:縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**:Zero 補正を押す。

カラム		READY
カラム	FILE 0: FILE	
温度モニタ(°C)		43.9
温度プログラム計(min)		0.00
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)		
初期	-----	50.0 0.00
1段	END	
カーソルをあわせ昇温速度を入力		
平衡化時間(min)		3.0
行削除	行挿入	Fan Off

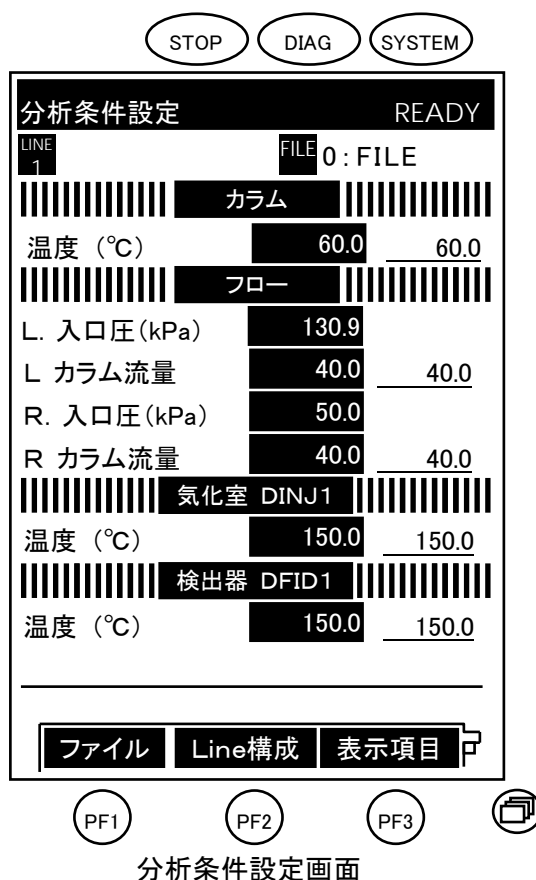
昇温プログラムの設定

- 注1) ガラスインサートにはスプリット用とスプリットレス/WBI用の2種類があります。スプリットレス用ガラスインサートを使用してください。
- 注2) シリカウールの位置や量は、面積値の再現性に重要な影響を与えます。ガラスインサート内にシリカウール約2mgをガラスインサートの上端からシリカウールの上端が25mmの位置に5mm程度の幅でつめてください。化合物の分解や吸着が問題になる場合は、不活性化処理されたガラスインサート、シリカウールをご使用ください。試料によってはシリカウールをインサートのできるだけ下の方にセットすると、感度等が向上する場合があります。
- 注3) O-リングには通常の分析で使用するフッ素ゴムO-リングと、耐熱性にすぐれたグラファイトO-リングがあります。フッ素ゴムO-リングは注入口温度350℃以上で長時間使用すると耐熱性が落ちますので、1週間を目安に交換してください。
- 注4) 注入口セプタムは注入回数100回を目安に交換してください。
- 注5) グラファイト固定具は、注入口用(34mm)、FID用(69mm)、TCD用(50mm)、FPD用(82mm)、FTD用(69mm)、ECD用(37mm)があります。カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約1~2秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。
- 注6) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。●を押して設定したいユニットにカーソルを合わせ、▶を押してLine1~4のいずれ(通常はLine1)に接続するか選択し、**ENTER**を押して確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。
- 注7) 入口圧、カラム流量、線速度は比例関係にあり、GC-2010/2010 Plus、GC-2025ではカラムの内径・長さを元に入口圧からカラム流量、線速度を算出します。圧力とカラム流量と線速度のうち、いずれか1つを設定してください。キャリアガスがHeの場合、線速度モードにて線速度30cm/sec~60cm/secの範囲での分析をお勧めします。また、カラム流量、スプリット流量(カラム流量×スプリット比)、セプタムパージ流量の和が全流量となります。全流量が30mL/min以上に設定してください。
- 高圧注入法**・・・高圧注入法を用いると、サンプルの気化体積が小さくなり、サンプルが注入口からカラムへ速やかに移行するため、回収率が向上する場合があります。
- FLOW**を押して流量設定画面を表示します。
- トグルキーを数回押し、画面下部に[Advanced]を探し、**PF1**: Advancedを押します。
- ▶を押して、高圧注入モードを[自動]にあわせ**ENTER**を押して確定します。
- 高圧注入時の圧力(250~350kPa)、高圧注入の時間(約1分:サンプリングタイムにあわせる)を設定します。
- 注8) キャリアガスの制御モードには圧力を一定にする圧力モードと、線速度が一定になるように圧力を制御する線速度モードがあります。昇温分析ではカラム理論段数に変動しにくい線速度モードをお勧めします。
- 注9) 検出器の温度はカラム温度(昇温時は最終温度)より高く設定してください。
- 注10) 水素や空気の流量は電子制御されています。点火動作を行うまで水素、空気は流れません。
- 注11) C-R7A/7A plus、C-R8Aを使用する場合は、GC標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GCアナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。
- C-R7A/7A plus、C-R8A以外のクロマトパックを使用する場合は、GC標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GCアナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴の範囲で信号レンジの調整が可能です。
- 注12) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。長いキャピラリカラムを使用する場合や、耐熱温度の低いカラムを使用する場合はスタートタイムを長めに設定してください。
- 注13) 昇温分析を行う場合は、分析前に試料を注入せずに一度昇温し、妨害成分の追い出しを行ってください。

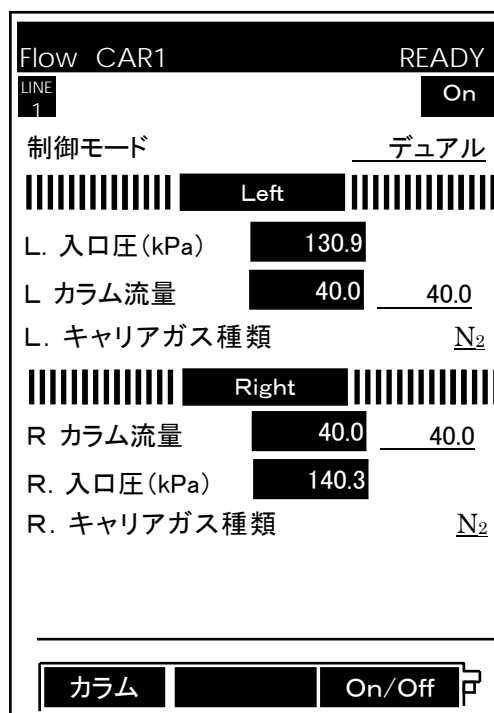
GC-2014 のパックドカラムによる分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注1)}。
3. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
4. カラムをセットする。
5. キャリアガスの元栓を開く。
6. 本体の右側面下のメインスイッチを ON にする。
7. Line 構成の確認
 - ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
 - ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注2)}。
8. キャリアガス流量条件の設定
 - ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
 - ② Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
 - ③ 制御モード^{注3)} を、**▶** を用いて選択する。
 - ④ カラム流量をテンキーより入力する。
9. 注入口温度、カラム初期温度、検出器温度の設定
 - ① **SET** を押し設定画面を表示する。
 - ② **▼** を押しカーソルを動かし、注入口温度、カラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注4)}。
 - ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する^{注5)}。
10. GC 始動
 - ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
 - ② **▼** を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにて 5min に設定する^{注6)}。
 - ③ 検出器制御が Off の場合、**▼** を押ししてカーソルを動かし、**▶** を押し ON に設定する。
 - ④ 自動点火が Off の場合、**▼** を押ししてカーソルを動かし、**▶** を押し ON に設定する。
 - ⑤ クリーンアップが Off になっていることを確認する。
 - ⑥ **PF1**:GC 始動を押し、GC を始動する。
 - ⑦ 石鹼水をカラム接続部に塗り、キャリアガスの漏れをチェックする。






分析条件設定画面



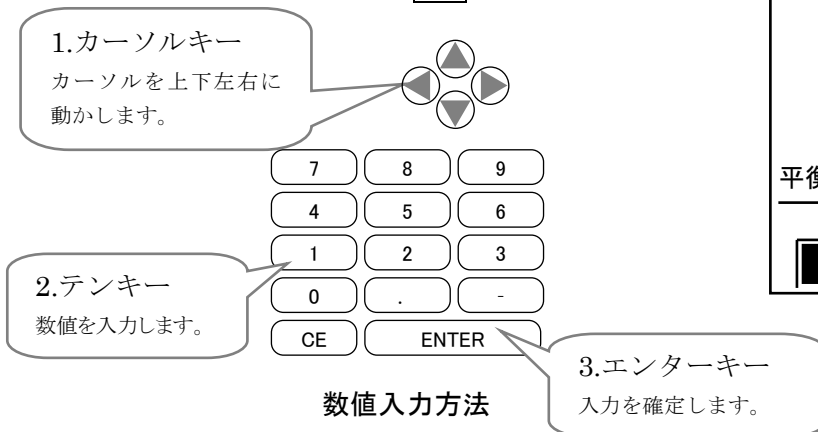
キャリアガス設定画面

11. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② Off の場合は、 を用いて On にする。
- ③ 信号極性を、 を用いて選択にする。
- ④ 制御モードを、 を用いて選択する。
- ⑤ H₂:55kPa、Air:40kPa に設定する^{注7)}。
- ⑥ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ (信号アッテネーション) を設定する^{注8)}。



12. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**:拡大や **2**:縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**:Zero 補正を押す。








カラム		READY
カラム	FILE	0: FILE
温度モニタ(°C)		43.9
温度プログラム計 (min)		0.00
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)		
初期	-----	50.0 0.00
1段	END	
カーソルをあわせ昇温速度を入力		
平衡化時間(min)		3.0
行削除 行挿入 Fan Off		

昇温プログラムの設定

- 注1) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。
- 注2) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。 を押し設定したいユニットにカーソルを合わせ、 を押し Line1~4 のいずれ (通常は Line1) に接続するか選択し、**ENTER** を押し確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。
- 注3) デュアルバックド INJ の両方の流路にカラムを接続しているときは、制御モードでデュアルを選択し、両方の流量を設定してください。シングルの設定では、一方のカラムにキャリアガスが流れないため、カラムが劣化する可能性があります。
- 注4) 検出器の温度はカラム温度 (昇温時は最終温度) より高く設定してください。
- 注5) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。
- 注6) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。
- 注7) APC や供給ガス遮断電磁弁ユニットがついている場合、点火動作を行うまで水素は流れません。
- 注8) C-R7A/7A plus、C-R8A を使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。C-R7A/7A plus、C-R8A 以外のクロマトバックを使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴の範囲で信号レンジの調整が可能です。


GC-2014 のパックドカラムによる分析 (TCD)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注1)}。
3. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
4. カラムをセットする。
5. キャリアガスの元栓を開く。
6. 本体の右側面下のメインスイッチを ON にする。
7. Line 構成の確認
 - ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
 - ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注2)}。
8. キャリアガス流量条件の設定
 - ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
 - ② Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
 - ③ 制御モード^{注3)} を、 を用いて選択する。
 - ④ カラム流量をテンキーより入力する。
9. 注入口温度、カラム初期温度、検出器温度の設定
 - ① **SET** を押し設定画面を表示する。
 - ②  を押しカーソルを動かし、注入口温度、カラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注4)}。
 - ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する^{注5)}。
10. GC 始動
 - ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
 - ②  を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにて 5min に設定する^{注6)}。
 - ③ 検出器制御が On の場合、 を押しカーソルを動かし  を押し Off に設定する^{注7)}。
 - ④ クリーンアップが Off になっていることを確認する。
 - ⑤ **PF1**:GC 始動を押し、GC を始動する。
 - ⑥ 石鹼水をカラム接続部に塗り、キャリアガスの漏れをチェックし、TCD VENT で流量を確認する。

STOP DIAG SYSTEM

分析条件設定		READY
LINE 1	FILE 0: FILE	
カラム	温度 (°C) 60.0 60.0	
フロー	L. 入口圧 (kPa) 130.9	
	L カラム流量 40.0 40.0	
	R. 入口圧 (kPa) 50.0	
	R カラム流量 40.0 40.0	
気化室 DINJ1	温度 (°C) 150.0 150.0	
検出器 DFID1	温度 (°C) 150.0 150.0	
	温度 (°C) 150.0 150.0	
ファイル Line 構成 表示項目		

PF1 PF2 PF3 

分析条件設定画面

カラム		READY
カラム	FILE 0: FILE	
温度モニタ(°C)	43.9	
温度プログラム計 (min)	0.00	
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)		
初期	-----	50.0 0.00
1段	-----	END
カーソルをあわせ昇温速度を入力		
平衡化時間 (min)	3.0	
行削除 行挿入 Fan Off		

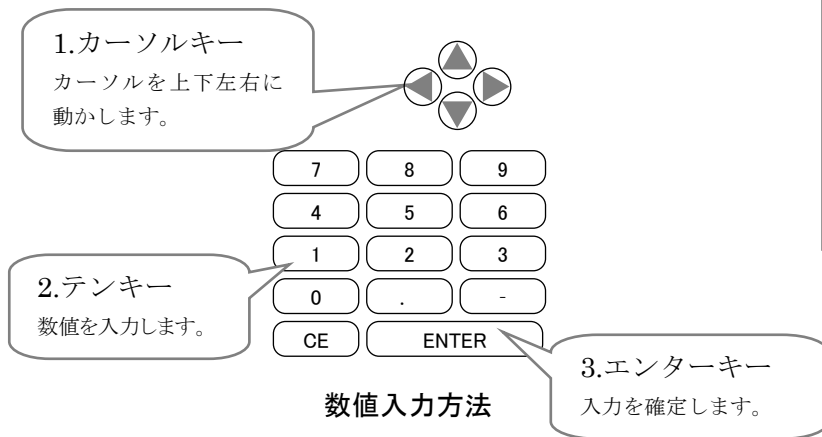
昇温プログラムの設定

11. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② **▶** を用いて検出器制御を **On** にする。
- ③ 信号極性を、**◀▶** を用いて選択する。
- ④ 検出器電流値を設定する^{注8)}。
- ⑤ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ（信号アッテネーション）を設定する^{注9)}。

12. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**:拡大や **2**:縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**:Zero 補正を押す。



Flow CAR1		READY
LINE 1		On
制御モード		デュアル
Left		
L. 入口圧 (kPa)	130.9	
L. カラム流量	40.0	40.0
L. キャリアガス種類		N2
Right		
R. 入口圧 (kPa)	140.3	
R. カラム流量	40.0	40.0
R. キャリアガス種類		N
カラム		On/Off

キャリアガス設定画面

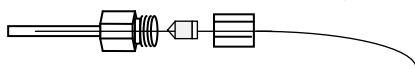
- 注1) 注入口セブタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。
- 注2) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。**◀▶** を押し設定したいユニットにカーソルを合わせ、**▶** を押し Line1~4 のいずれ（通常は Line1）に接続するか選択し、**ENTER** を押し確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。
- 注3) デュアルバックド INJ の両方の流路にカラムを接続しているときは、制御モードでデュアルを選択し、両方の流量を設定してください。シングルの設定では、一方のカラムにキャリアガスが流れないため、カラムが劣化する可能性があります。
- 注4) TCD 検出器には 2 箇所温度設定が必要です。2 箇所とも同じ温度を設定してください。検出器の温度はカラム温度（昇温時は最終温度）より高く設定してください。
- 注5) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。
- 注6) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。
- 注7) 検出器にガスが流れていない状態で、フィラメント電流が流れるとフィラメントが断線する場合があります。
- 注8) フィラメント電流は、キャリアガス種類と検出器温度により設定上限値が異なります。
- 注9) C-R7A/7A plus、C-R8A を使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴ の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。C-R7A/7A plus、C-R8A 以外のクロマトパックを使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴ の範囲で信号レンジの調整が可能です。

GC-2014 のスプリット分析 (FID)

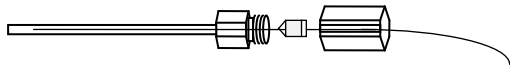
(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。^{注1)}
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
5. 汚れていた場合は清浄なものに交換する。(O-リング^{注3)}は破損、変形のない限り、再使用可能です。)
6. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻しナットを締める。
7. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注4)}。
8. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
9. 検出器側にキャピラリアダプタを取り付け、スパナで締め付ける。^{注5)}
10. カラムをセットする。

- ① カラムをカラムハンガーにのせる。
- ② カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 34mm) を注入口に INJ 用ナットを用いて取付ける^{注6)}。



- ③ カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 99mm) を検出器に割りナットを用いて取付ける^{注6)}。



11. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
12. 本体の右側面下のメインスイッチを ON にする。
13. Line 構成の確認

- ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
- ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注7)}。

14. キャリアガス流量条件の設定^{注8)}

- ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
- ② カラムを交換した場合は、**PF1**:カラムを押し、内径、長さ、膜厚を入力する。
- ③ Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
- ④ カラム入口圧、線速度、カラム流量のいずれか、スプリット比、全流量のどちらかをテンキーより入力する。
- ⑤ **▼** を押し注入モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて SPLIT を選択する。
- ⑥ **▼** を押し制御モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて選択する^{注9)}。



分析条件設定		READY
LINE 1	FILE 0: FILE	
カラム		
温度 (°C)	60.0	60.0
フロー		
入口圧 (kPa)	130.9	130.9
カラム流量	0.75	0.75
スプリット比	50.0	50.0
注入モード	SPLIT	
気化室 SPL1		
温度 (°C)	150.0	150.0
検出器 FID1		
温度 (°C)	150.0	150.0



分析条件設定画面


FLOW CAR1	READY
SPL1 LINE 1	On
入口圧 (kPa)	130.9 130.9
カラム流量	0.75 0.75
線速度	25.0 25.0
スプリット比	50.0 50.0
全流量	43.9 43.9
注入モード	SPLIT
制御モード	線速度
キャリアガスの種類	He




流量設定画面

- ⑦ トグルキー 、**PF3**:ページを順に押し、ページ流量 (3~15mL/min) を入力する。






例:線速度:25cm/sec、スプリット比 1:50 を入力する場合

-  を 2 回押し線速度にカーソルを合わせる。
- テンキーにて **2**、**5** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。
- カーソルがスプリット比にあっていることを確認する。
- テンキーにて **5**、**0** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。



15. 注入口温度、コラム初期温度、検出器温度の設定

- ① **SET** を押し設定画面を表示する。
- ②  を押しカーソルを動かし、注入口温度、コラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注10)}。
- ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する。

16. GC 始動

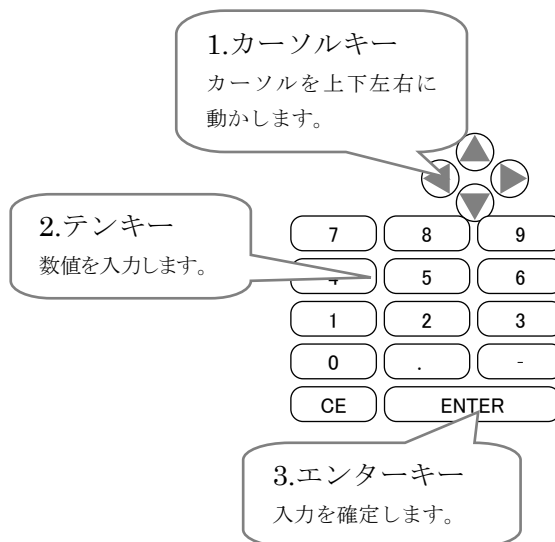
- ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
- ②  を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにてを 5min に設定する^{注11)}。
- ③ 検出器制御が Off の場合、 を押ししてカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ④ 自動点火が Off の場合、 を押ししてカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ⑤ クリーンアップが Off になっていることを確認する^{注12)}。
- ⑥ **PF1**:GC 始動を押し、GC を始動する。

17. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② Off の場合は、 を用いて On にする。
- ③ 制御モードを、 を用いて選択する。
- ④ H₂:55kPa、Air:40kPa、MakeUp:75kPa (N₂)、80kPa (He) に設定する^{注13)}。
- ⑤ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ (信号アッテネーション) を設定する^{注14)}。

18. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**:拡大や **2**:縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**:Zero 補正を押す。



数値入力方法

カラム		READY
カラム	FILE	0: FILE
温度モニタ(°C)		43.9
温度プログラム計(min)		0.00
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)		
初期	-----	50.0 0.00
1段	END	
カーソルをあわせ昇温速度を入力		
平衡化時間(min)		3.0
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> 行削除 行挿入 Fan Off </div>		

昇温プログラムの設定

注1) インサートにはスプリット用とスプリットレス/WBI用の2種類があります。スプリット用ガラスインサートを使用してください。

注2) シリカウールの位置や量は、面積値の再現性に重要な影響を与えます。ガラスインサート内にシリカウール10mgをガラスインサートの上端からシリカウールの上端が20mmの位置に12mm程度の幅でつめてください。化合物の分解や吸着が問題になる場合は、不活性化処理されたガラスインサート、シリカウールをご使用ください。

注3) O-リングには通常の分析で使用するフッ素ゴムO-リングと、耐熱性にすぐれたグラファイトO-リングがあります。フッ素ゴムO-リングは注入口温度350°C以上で長時間使用すると耐熱性が落ちますので、1週間を目安に交換してください。

注4) 注入口セプタムは注入回数100回を目安に交換してください。

注5) キャピラリアダプタにはメイクアップ分岐管有り、無しの2種類があります。

バックドカラム、キャピラリカラムを併用できる構成の装置

(メイクアップ分岐管有りのキャピラリアダプタを用いる。)

FID ではキャピラリ分析時に使用しないバックド用の AFC をメイクアップガス供給に用います。この際デュアル AFC の設定をメイクアップ使用モードに切り替える必要があります。

GC 本体の [FUNC] キーを押して Function 画面を表示させ、「6. 環境設定」を選びます。環境設定画面で「9. その他の環境設定」を選ぶと右の画面が表示されます。

▼キーでカーソルを「DAFC ユニット」に合わせ、[DAFC] → [AMC.LR]に変更します。

再度バックド分析を行う際、そのままではバックド用注入ユニットを分析ラインに入れることが出来ません。必ず DAFC ユニットの設定を逆の手順で[AMC.LR] → [DAFC]に戻した後、分析ラインに注入ユニットとして選択してください。

キャピラリ専用モデルもしくはメイクアップガス専用圧力計の追加されている装置

(メイクアップ分岐管なしのキャピラリアダプタを用いる。)

メイクアップガスは調圧器のつまみをまわして設定します。

注6) グラファイト固定具は、注入用：34mm、FID/FTD-2014 用：99mm (金属キャピラリカラムを用いる場合は2~3mm 短くしてください。)、FTD-2014c 用：69mm (金属キャピラリカラムを用いる場合は2~3mm 短くしてください。)、FPD 用：120mm、ECD 用：75mm が有ります。メイクアップ配管有りタイプのアダプタを使用している場合、FID/FTD-2014 用ではカラム差込長さを 99mm から 112mm に変更するとピーク形状等が良くなる場合があります。

カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。

注7) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。▼を押して設定したいユニットにカーソルを合わせ、▶を押して Line1~4 のいずれ (通常は Line1) に接続するか選択し、**ENTER**を押して確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。

注8) 入口圧、カラム流量、線速度は比例関係にあり、GC-2014 ではカラムの内径・長さを元に入力圧からカラム流量、線速度を算出します。圧力とカラム流量と線速度のうち、いずれかを設定してください。キャリアガスが He の場合、線速度モードにて線速度 20cm/sec~40cm/sec の範囲での分析をお勧めします。また、カラム流量、スプリット流量 (カラム流量×スプリット比)、セプタムパージ流量の和が全流量となります。スプリット比を入力すると全流量が決定します。全流量が 30mL/min 以上になるようにスプリット比を設定してください。

注9) キャリアガスの制御モードには圧力を一定にする圧力モードと、線速度が一定になるように圧力を制御する線速度モードがあります。昇温分析ではカラム理論段数変動しにくい線速度モードをお勧めします。

注10) 検出器の温度はカラム温度 (昇温時は最終温度) より高く設定してください。

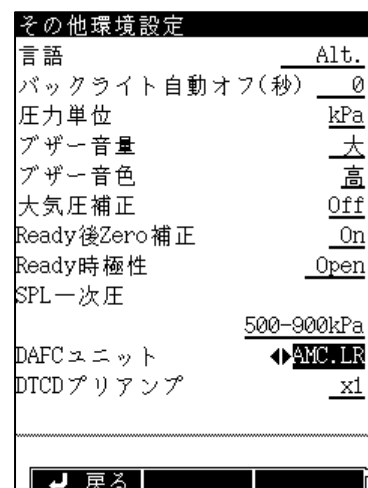
注11) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。

注12) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注13) APC や供給ガス遮断電磁弁ユニットがついている場合、点火動作を行うまで水素は流れません。

注14) C-R7A/7A plus、C-R8A を使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。

C-R7A/7A plus、C-R8A 以外のクロマトバックを使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴の範囲で信号レンジの調整が可能です。

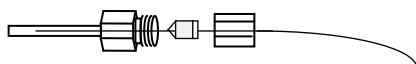


GC-2014 のスプリットレス分析 (FID)

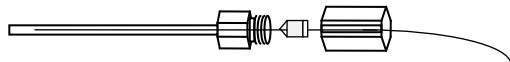
(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが GC アンプ部 (背面端子) とデータ処理装置に繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。^{注1)}
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
5. 汚れていた場合は清浄なものに交換する。(O-リング^{注3)}は破損、変形のない限り、再使用可能です。)
6. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻しナットを締める。
7. 注入口セプタムの劣化状態を確認する^{注4)}。
8. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
9. 検出器側にキャピラリアダプタを取り付け、スパナで締め付ける。^{注5)}
10. カラムをセットする。

- ① カラムをカラムハンガーにのせる。
- ② カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 34mm) を注入口に INJ 用ナットを用いて取付ける^{注6)}。



- ③ カラム (グラファイトフェルール先端からカラムの先端まで 99mm) を検出器に割りナットを用いて取付ける^{注6)}。



11. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
12. 本体の右側面下のメインスイッチを ON にする。
13. Line 構成の確認
 - ① **SET** を押し、分析条件設定画面を表示する。
 - ② 必要な注入口や検出器が表示されない場合は、**PF2**:line 構成を押し装置構成を変更する^{注7)}。
14. キャリアガス流量条件の設定^{注8)}
 - ① **FLOW** を押し流量設定画面を表示する。
 - ② カラムを交換した場合は、**PF1**:カラムを押し、内径、長さ、膜厚を入力する。
 - ③ Off の場合は、**PF3**:On/Off を押し On にする。
 - ④ カラム入口圧、線速度、カラム流量のいずれか、スプリット比、全流量のどちらかをテンキーより入力する。
 - ⑤ **▼** を押し注入モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて SPLITLESS を選択し、サンプリング時間を入力する。
 - ⑥ **▼** を押し制御モードにカーソルを合わせ、**▶** を用いて選択する^{注9)}。

STOP DIAG SYSTEM

分析条件設定 READY

LINE 1 FILE 0: FILE

カラム

温度 (°C) 60.0 60.0

フロー

入口圧 (kPa) 130.9 130.9

カラム流量 0.75 0.75

スプリット比 50.0 50.0

注入モード SPLIT

気化室 SPL1

温度 (°C) 150.0 150.0

検出器 FID1

温度 (°C) 150.0 150.0

ファイル Line 構成 表示項目

PF1 PF2 PF3

分析条件設定画面

FLOW CAR1 READY

SPL1 LINE 1 On

実測値

入口圧 (kPa) 130.9 130.9

カラム流量 0.75 0.75

線速度 25.0 25.0

スプリット比 50.0 50.0

全流量 43.9 43.9

注入モード SPLIT

制御モード 設定値 線速度


キャリアガスの種類 He

トグルキー


カラム GasSaver On/Off

PF1 PF2 PF3

流量設定画面

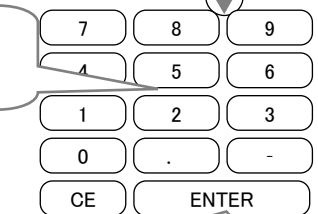
- ⑦ トグルキー 、**PF3**: パージを順に押し、パージ流量(3~15mL/min)を入力する。

例: 線速度:25cm/sec、スプリット比 1:50 を入力する場合

-  を 2 回押し線速度にカーソルを合わせる。
- テンキーにて **2**、**5** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。
- カーソルがスプリット比にあっていることを確認する。
- テンキーにて **5**、**0** を入力する。
- **ENTER** を押し、入力を確定する。


1.カーソルキー
カーソルを上下左右に動かします。

2.テンキー
数値を入力します。








3.エンターキー
入力を確定します。

15. 注入口温度、カラム初期温度、検出器温度の設定



- ① **SET** を押し設定画面を表示する。
- ②  を押しカーソルを動かし、注入口温度、カラム初期温度、検出器温度をテンキーより入力する^{注10)}。
- ③ 昇温分析を行う場合は、**COL** を押し昇温プログラムを入力する。

16. GC 始動

- ① **SYSTEM** を押し GC 始動手順を表示する。
- ②  を押しカーソルをスタートタイムにあわせ、テンキーにてを 5min に設定する^{注11)}。
- ③ 検出器制御が Off の場合、 を押してカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ④ 自動点火が Off の場合、 を押してカーソルを動かし、 を押し ON に設定する。
- ⑤ クリーンアップが Off になっていることを確認する^{注12)}。
- ⑥ **PF1**:GC 始動を押し、GC を始動する。

数値入力方法

17. 検出器の設定

- ① **DET** を押し、検出器設定画面を表示する。
- ② Off の場合は、 を用いて On にする。
- ③ 制御モードを、 を用いて選択する。
- ④ H₂:55kPa、Air:40kPa、MakeUp:75kPa (N₂)、80kPa (He) に設定する^{注13)}。
- ⑤ アナログにて信号を出力する場合は、信号種類、信号レンジ(信号アッテネーション)を設定する^{注14)}。

18. ベースラインの確認

- ① **MONIT** を押し、モニタ画面を表示する。
- ② **8**:拡大や **2**:縮小を押し、表示感度を調整する。
- ③ ベースラインが安定した後、**PF3**:Zero 補正を押し。

カラム	READY
カラム	FILE 0: FILE
温度モニタ(°C)	43.9
温度プログラム計(min)	0.00
速度(°C/min) 温度(°C) 時間(min)	
初期	----- 50.0 0.00
1段	----- END -----
カーソルをあわせ昇温速度を入力	
平衡化時間(min)	3.0
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> 行削除 行挿入 Fan Off </div>	

昇温プログラムの設定

注1) インサートにはスプリット用とスプリットレス/WBI用の2種類があります。スプリットレス/WBI用ガラスインサートを使用してください。

注2) シリカウールの位置や量は、面積値の再現性に重要な影響を与えます。ガラスインサート内にシリカウール 2mg をガラスインサートの上端からシリカウールの上端が 25mm の位置に 5mm 程度の幅でつめてください。化合物の分解や吸着が問題になる場合は、不活性化処理されたガラスインサート、シリカウールをご使用ください。

注3) O-リングには通常の分析で使用使用するフッ素ゴム O-リングと、耐熱性にすぐれたグラファイト O-リングがあります。フッ素ゴム O-リングは注入口温度 350°C 以上で長時間使用すると耐熱性が落ちますので、1 週間を目安に交換してください。

注4) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

注5) キャピラリアダプタにはメイクアップ分岐管有り、無しの2種類があります。

バックドカラム、キャピラリカラムを併用できる構成の装置

(メイクアップ分岐管有りのキャピラリアダプタを用いる。)

FID ではキャピラリ分析時に使用しないバックド用の AFC をメイクアップガス供給に用います。この際デュアル AFC の設定をメイクアップ使用モードに切り替える必要があります。

GC 本体の [FUNC] キーを押して Function 画面を表示させ、「6. 環境設定」を選びます。環境設定画面で「9. その他の環境設定」を選ぶと右の画面が表示されます。

▼キーでカーソルを「DAFC ユニット」に合わせ、[DAFC] → [AMC.LR]に変更します。

再度バックド分析を行う際、そのままではバックド用注入ユニットを分析ラインに入れることが出来ません。必ず DAFC ユニットの設定を逆の手順で[AMC.LR] →

[DAFC]に戻した後、分析ラインに注入ユニットとして選択してください。

キャピラリ専用モデルもしくはメイクアップガス専用圧力計の追加されている装置

(メイクアップ分岐管なしのキャピラリアダプタを用いる。)

メイクアップガスは調圧器のつまみをまわして設定します。

注6) グラファイト固定具は、注入用：34mm、FID/FTD-2014 用：99mm（金属キャピラリカラムを用いる場合は2~3mm 短くしてください。）、FTD-2014c 用：69mm（金属キャピラリカラムを用いる場合は2~3mm 短くしてください。）、FPD 用：120mm、ECD 用：75mm が有ります。メイクアップ配管有りタイプのアダプタを使用している場合、FID/FTD-2014 用には、カラム差込長さを 99mm から 112mm に変更すると、ピーク形状等が良くなる場合があります。

カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。

注7) ライン構成の設定画面には、据え付けられているユニットがすべて表示されています。▼を押して設定したいユニットにカーソルを合わせ、▶を押して Line1~4 のいずれ（通常は Line1）に接続するか選択し、[ENTER]を押して確定してください。注入口、オプションはひとつのラインにひとつしか設定できません。

注8) 入口圧、カラム流量、線速度は比例関係にあり、GC-2014 ではカラムの内径・長さを元に入力圧からカラム流量、線速度を算出します。圧力とカラム流量と線速度のうち、いずれかを設定してください。キャリアガスが He の場合、線速度モードにて線速度 30cm/sec~60cm/sec の範囲での分析をお勧めします。また、カラム流量、スプリット流量（カラム流量×スプリット比）、セプタムパージ流量の和が全流量となります。スプリット比を入力すると全流量が決定します。全流量が 30mL/min 以上になるようにスプリット比を設定してください。

注9) キャリアガスの制御モードには圧力を一定にする圧力モードと、線速度が一定になるように圧力を制御する線速度モードがあります。昇温分析ではカラム理論段数変動しにくい線速度モードをお勧めします。

注10) 検出器の温度はカラム温度（昇温時は最終温度）より高く設定してください。

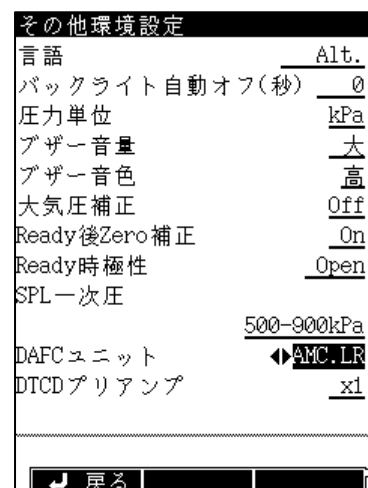
注11) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。スタートタイムを設定し、キャリアガスでカラム内を置換してからカラム温度を上げてください。

注12) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注13) APC や供給ガス遮断電磁弁ユニットがついている場合、点火動作を行うまで水素は流れません。

注14) C-R7A/7A plus、C-R8A を使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとワイドレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をワイドレンジに設定してください。×1~×2⁻⁴の範囲で信号アッテネーションの調整が可能です。

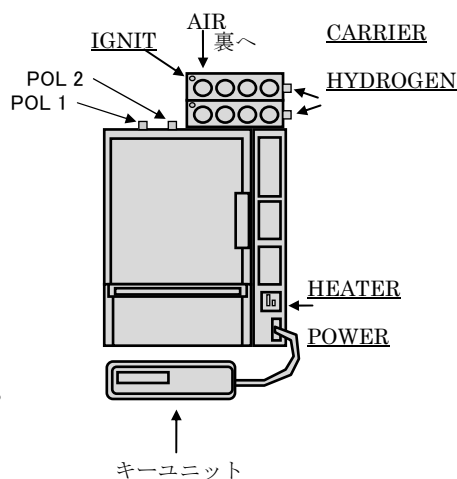
C-R7A/7A plus、C-R8A 以外のクロマトバックを使用する場合は、GC 標準付属のケーブルを接続するとリニアレンジと認識されますので、GC アナログ信号出力をリニアレンジに設定してください。×1~×10⁻⁴の範囲で信号レンジの調整が可能です。



GC-14B (GC-14A) のパックドカラム恒温分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. クロマトパックの電源を入れる。
3. 分析に適したカラムを取付ける。
4. キャリアガスの元栓を開く。
5. キャリアガスの一次圧 (600kPa) を確認し、キャリアガスの流量 (40~50mL/min) を調整する。
6. 石鹸水をカラム接続部に塗り、キャリアガスの漏れをチェックする。
7. 漏れがなければ、約 10 分間放置する^{注1)}。
8. 正面の扉を閉め、GC の **POWER** スイッチを ON にする。
9. 緑色の **HEATER** スイッチを ON にする。
10. FID のスイッチを ON にする。
11. キーユニットから注入口の温度を設定する。(例: 200°C)
INJ、**2**、**0**、**0**、**ENT**
12. 検出器の温度を設定する。(例: 220°C)
DET.T、**2**、**2**、**0**、**ENT**
13. 最初はカラム温度を低くしておく^{注2)}。
COL、**INIT TEMP**、**0**、**ENT**
14. 初期状態解除のためキーユニットの **START** を一度だけ押す。
15. 注入口の温度をモニターする。
MONIT、**INJ**
16. 検出器の温度をモニターし、カラムの分析温度以上になるまで放置する^{注2)}。
MONIT、**DET.T**
17. カラムの分析温度を設定する。(例: 50°C)
COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
18. 水素、空気の元栓を開く。
19. 水素、空気のガス圧とともに 50~60kPa に調整する。
20. 圧力計の隣にある **IGNIT** を押しながら^{注3)}、専用ライターを用い FID に水素炎を点火する。
21. 測定感度を変更する。
RANGE、**0~3** (入力値が低いほど、高感度)、**ENT**
22. 分析に使用するカラム (検出器) を指定する。
POL、**1** (装置に向かって左側のカラム) **ENT** (装置に向かって右側のカラムの場合は、**2**)
23. ベースラインが安定した後 GC 本体のゼロ調整ツマミにて検出器のゼロ点調整を行う。
(データ処理装置のゼロ補正を解除し、ベースラインを 0~1000 μ V にセットする。)



注1) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させると、カラムの液相が酸化され劣化を早めることがあります。

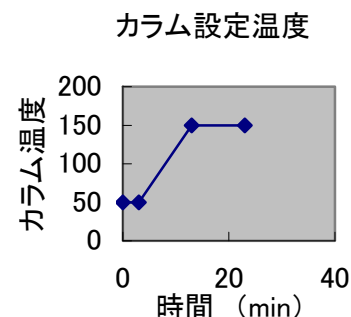
注2) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に蓄積し、ノイズが増えることがあります。

注3) **IGNIT** を押し続けている間は、空気の流量が点火しやすい流量まで下がります。

GC-14B (GC-14A) のパックドカラム昇温分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

- 1.~7.は、恒温分析編と同じ操作
8. 正面の扉を閉め、GC の **POWER** スイッチを ON にする。
9. 緑色の **HEATER** スイッチを ON にする。
10. FID のスイッチを ON にする。
11. キーユニットから注入口の温度を設定する。(例：200℃)
INJ、**2**、**0**、**0**、**ENT**
12. 検出器の温度を設定する。(例：220℃)
DET.T、**2**、**2**、**0**、**ENT**
13. 最初はカラム温度を低くしておく^{注2)}。
COL、**INIT TEMP**、**0**、**ENT**
14. 初期状態解除のためキーユニットの **START** を一度だけ押す。
15. 注入口の温度をモニタする。
MONIT、**INJ**
16. 検出器の温度をモニタし、カラム昇温プログラムの最終温度以上になるまで放置^{注2)} する。
MONIT、**DET.T**
17. カラムの温度を分析の最終温度に設定する^{注4)}。(例：150℃)
COL、**INIT TEMP**、**1**、**5**、**0**、**ENT**
18. ベースラインが安定したら、カラム昇温プログラムを入力する。
例：初期温度 50℃ (3min)、昇温速度 10℃/min、最終温度 150℃ (10min)
 - **COL**、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
 - **COL**、**INIT TIME**、**3**、**ENT**
 - **COL**、**PROG RATE**、**1**、**0**、**ENT**
 - **COL**、**FINAL TEMP**、**1**、**5**、**0**、**ENT**
 - **COL**、**FINAL TIME**、**1**、**0**、**ENT**
19. 水素、空気の元栓を開く。
20. 水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する。
21. 圧力計の隣にある **IGNIT** を押しながら^{注3)}、専用ライターを用い FID に水素炎を点火する。
22. 測定感度を変更する。
RANGE、**0** ~ **3** (入力値が低いほど、高感度)、**ENT**
23. 分析に使用するカラム (検出器) を指定する。
POL、**1** (装置に向かって左側のカラム) **ENT** (装置に向かって右側のカラムの場合は、**2**)
24. ベースラインが安定した後 GC 本体のゼロ調整ツマミにて検出器のゼロ点調整を行う。
(データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μ V にセットする。)

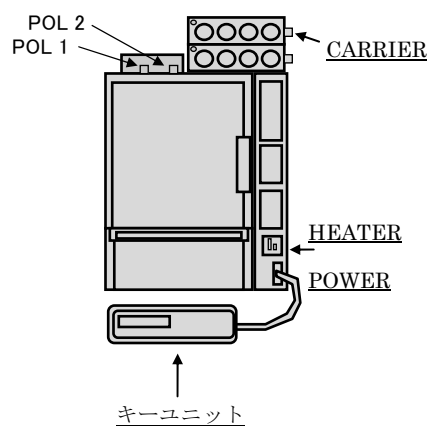


注4) カラムを昇温すると、カラム内の残留成分が溶出することがあります。あらかじめカラム温度を上げ、カラム内の残留成分を溶出させます。

GC-14B (GC-14A) のパックドカラム恒温分析 (TCD)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコードが TCD のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. クロマトパックの電源を入れる。
3. 分析に適したカラムを取付ける。
4. キャリアガスの元栓を開く。
5. キャリアガスの一次圧 (600kPa) を確認し、キャリアガスの流量 (40~50mL/min) を調整する。
6. 石鹼水をカラム接続部に塗り、キャリアガスの漏れをチェックする。
7. TCD VENT で流量を確認し、漏れがなければ、約 10 分間放置する^{注1)}。
8. 正面の扉を閉め、GC の **POWER** スイッチを ON にする。
9. 緑色の **HEATER** スイッチを ON にする。
10. TCD のスイッチを ON にする。
11. 分析に使用する検出器を指定する。
DET、**4**、**ENT**^{注2)}
12. 検出器の電流値が 0mA であることを確認
CURR、**ENT**
13. キーユニットから注入口の温度を設定する。(例: 200°C)
INJ、**2**、**0**、**0**、**ENT**
14. 検出器の温度を設定する。(例: 220°C)
SIFT DOWN、**DET.T (TCD.T)**、**2**、**2**、**0**、**ENT**
DET.T、**2**、**2**、**0**、**ENT**
15. 最初はカラム温度を低くしておく^{注3)}。
COL、**INIT TEMP**、**0**、**ENT**
16. 初期状態解除のためキーユニットの **START** を一度だけ押す。
17. 注入口の温度をモニタする。
MONIT、**INJ**
18. 検出器の温度をモニタし、カラムの分析温度以上になるまで放置^{注3)}。
MONIT、**SIFT DOWN**、**DET.T (TCD.T)**
19. カラムの分析温度を設定する。(例: 50°C)
COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
20. 検出器の電流値を設定する。(例: 30mA)
CURR、**3**、**0**、**ENT**
21. 分析に使用するカラム (検出器) を指定する。
POL、**1** (装置に向かって左側のカラム) **ENT** (装置に向かって右側のカラムの場合は、**2**)
22. ベースラインが安定した後 GC 本体のゼロ調整ツマミにて検出器のゼロ点調整を行う。
(データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μ V にセットする。)



注1) カラム内に空気が残っている状態で、カラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され劣化を早めることがあります。

注2) **4**は TCD として与えられた検出器の認識番号を示します。

注3) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムの溶出成分が検出器に凝縮しノイズが増えることがあります。

GC-14B (GC-14A) のパックドカラム昇温分析 (TCD)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1.~15.は、恒温分析編と同じ操作

16. 初期状態解除のためキーユニットの **START** を一度だけ押す。

17. 注入口の温度をモニタする。

MONIT、**INJ**

18. 検出器の温度をモニタし、カラム昇温プログラムの最終温度以上になるまで放置する。

MONIT、**SIFT DOWN**、**DET.T (TCD.T)**

19. カラムの温度を分析の最終温度に保つ^{注4)}。(例：150°C)

COL、**INIT TEMP**、**1**、**5**、**0**、**ENT**

20. ベースラインが安定したら、カラム昇温プログラムを入力する。

例：初期温度 50°C (3min)、昇温速度 10°C/min、
最終温度 150°C (10min)

- **COL**、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
- **COL**、**INIT TIME**、**3**、**ENT**
- **COL**、**PROG RATE**、**1**、**0**、**ENT**
- **COL**、**FINAL TEMP**、**1**、**5**、**0**、**ENT**
- **COL**、**FINAL TIME**、**1**、**0**、**ENT**

21. 検出器の電流値を設定する。^{注5)}(例：30mA)

CURR、**3**、**0**、**ENT**

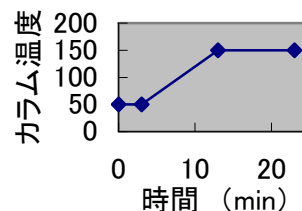
22. 分析に使用するカラム (検出器) を指定する。

POL、**1** (装置に向かって左側のカラム) **ENT** (装置に向かって右側のカラムの場合は、**2**)

23. ベースラインが安定した後 GC 本体のゼロ調整ツマミにて検出器のゼロ点調整を行う。

(データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μ V にセットする。)

カラム温度設定



注4) カラムを昇温すると、カラム内の残留成分が溶出することがあります。

あらかじめカラム温度を上げ、カラム内の残留成分を溶出させます。

注5) 高電流を設定すると高感度になりますが、フィラメントの消耗は激しくなります。

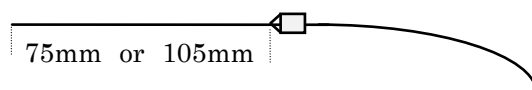
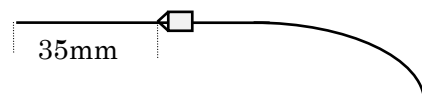
規定電流内の分析に差し支えのない低電流でご使用ください。

GC-14B (GC-14A) のスプリット分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. カラムの取り付け

1. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
2. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。(スプリット用とスプリットレス用等有)
3. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注1)}。
汚れていた場合は清浄なものに交換する。(グラファイトフェルールは再使用可^{注2)})
4. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻し、しっかりとナットを締める。(この締めが緩いとガス漏れを生じる)
5. 注入口セプタムの劣化状態を確認し、劣化がある場合は交換する。(100回の注入を目安に交換)
6. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
7. これから使用する検出器に付属の検出器アダプタが接続されていることを確認する。
8. カラムの入口側、出口側の約 60cm (約一巻き分) をホルダーからほどいておく。
9. カラムにカラムハンガーをセットし、カラムハンガーをオープンに固定する。
10. グラファイトフェルールの芯棒を抜き、カラムに通す。^{注2)}
11. カラムの先端部の約 1cm をカラムカッターで直角にカットする。^{注3)}
12. グラファイトフェルールからカラムを数 cm 出した状態で、注入口、検出器側に付属の割ナットを用いて取付ける。手で一杯まで締め付けた後、スパナで 3/4 回転増し締めし、グラファイトフェルールをカラムに固定する。
13. 割ナットを緩めカラムを取り外し、注入口側のグラファイトフェルール先端からカラム先端までの長さを 35mm に調整する。
14. カラムを注入口側に付属の割ナットを用いて取付ける。
手で一杯まで締め付けた後、スパナで 1/4 回転増し締めする。
15. カラムの入口圧を所定の圧力に設定する。^{注4)}
16. カラム出口側を溶媒ビンにつけ、キャリアガスがカラムに流れていることを確認する。
17. 検出器側のグラファイトフェルール先端からカラム先端までの長さを、75mm (通常ノズル) または 105mm (キャピラリノズル) に調整する。
18. カラム出口側を付属の割ナットを用いて取付ける。手で一杯まで締め付けた後、スパナで 1/4 回転増し締めする。
19. 正面の扉を閉め、GC の **POWER** スイッチを ON にする。
20. 緑色の **HEATER** スイッチを ON し、FID アンプのスイッチの ON を確認する。



2. 注入口、検出器の温度設定

21. キーユニットから注入口の温度設定をする^{注5)}。(例：250℃)

SIFT DOWN、**INJ (AUX2)**、**2**、**5**、**0**、**ENT**

22. 検出器の温度設定をする。(例：280℃)

DET.T、**2**、**8**、**0**、**ENT**

23. 最初はカラム温度を低く設定しておく^{注6)}。

COL、**INIT TEMP**、**0**、**ENT**

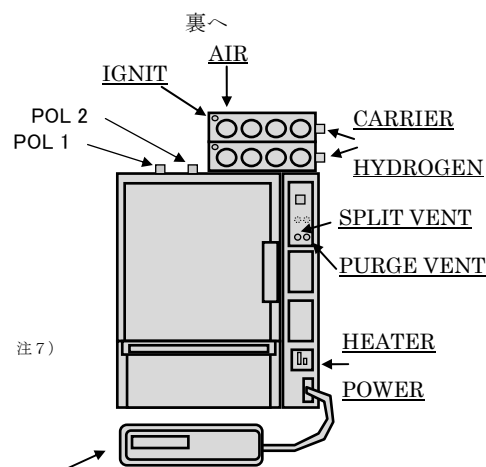
24. 初期状態解除のためキーユニットの**START**を一度だけ押す。
2回以上押した場合は、**STOP**を押す。

25. 注入口の温度をモニタする^{注5)}。

MONIT、**SIFT DOWN**、**INJ (AUX2)**

26. 検出器の温度をモニタし、検出器の設定温度になるまで待つ。^{注7)}

MONIT、**DET.T**



3. カラムの昇温プログラムの設定

(例：50℃ (1分保持) —10℃/分—250℃ (5分保持))

27. カラムの初期温度を設定する。(例：50℃)

COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**

28. カラムの初期温度 保持時間を設定する。(例：1分)

COL、**INIT TIME**、**1**、**ENT**

29. カラムの昇温レートを設定する。(例：10℃/分)

COL、**PROG RATE**、**1**、**0**、**ENT**

30. カラムの最終温度を設定する。(例：250℃)

COL、**FINAL TEMP**、**2**、**5**、**0**、**ENT**

31. カラムの最終温度 保持時間を設定する。(例：5分)

COL、**FINAL TIME**、**5**、**ENT**

4. FID 検出器の条件設定

32. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する。

33. メイクアップガスの流量を 30~60mL/min になるよう調整する。^{注8)}

34. 圧力コントローラーの左上にある **IGNIT** を押しながら^{注9)}、専用ライターを用い FID に点火する。

35. 測定感度を変更する。(例：10¹)

RANGE、**1** (0~2、入力値が低いほど、高感度)、**ENT**

36. 分析に使用している FID 検出器を指定する。

POL、**1** (装置正面向かって右側の FID 検出器の場合は、**2**を入力)、**ENT**

5. キャリアガス流量、スプリット比の設定

37. ベースラインが安定した後、メタンガス、都市ガス、100円ライターのガス等の数 μL をGCに注入し、保持時間を測定後、キャリアガスの線速度を計算する^{注10)}。
38. 線速度が25~50cm/sec程度であることを確認する。線速度が25~50cm/secからはずれている場合、カラム入口圧（キャリアガスの2次圧）を変え、37.の操作からやり直す。
39. カラム流量を計算する^{注11)}。
40. **SPLIT VENT**に流量計を接続する。ニードルバルブを回し、スプリット流量を所定の流量に調整する^{注12)}。
(1:50に設定する場合は、スプリット流量を、カラム流量の50倍に設定)
41. **PURGE VENT**に流量計を接続する。ニードルバルブを回し、セプタムパージ流量を10~15mL/minに調整する。

6. カラムエージング、分析準備

42. カラムの初期温度をこれから使用する最高温度に設定する。(例: 250°C)
COL、**INIT TEMP**、**2**、**5**、**0**、**ENT**
43. ベースラインが安定後、カラムの初期温度を分析初期温度に設定する。(例: 50°C)
COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
44. ベースラインが安定後、GC本体FIDアンプのZEROツマミを回し、データ処理装置上で、ベースラインが0 μV 付近になるよう調整する。
45. 試料をGCに注入し、分析を開始する。

注1) スプリットインサート上端から約25mm (AOC-20iの場合: 25mm、AOC-17の場合: 23mm、AOC-14の場合: 20mm)の位置にシリカウール上端がくるようにセットします。シリカウールの量は3~10mg程度です。シラン処理済みインサート、シラン処理済みシリカウールの使用をおすすめします。

注2) 新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナー等で1~2秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注3) キャピラリー専用のカッター (部品番号 221-50595-91) 等でないと、切断面がきれいになりません。

注4) 0.25mm \times 30mのカラムは100~150kPa、0.32mm \times 30mのカラムは60~100kPaに設定します。

注5) キャピラリー専用モデル (GC-14BPFsc) では注入口の温調は**INJ**にて行います。**SIFT DOWN**は使用しません。

注6) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。

注7) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが増加する可能性があります。

注8) メイクアップガスを、供給するコントローラーを確認します。定圧制御の場合 (GC-14BPFsc等キャピラリー専用機の場合) は75kPa程度に設定します。定流量制御の場合はローターメーターや流量計にて30~50mL/minに流量を設定します。

注9) **IGNIT**を押している間は、空気の流量が点火しやすい流量まで下がります。

注10) $\text{線速度 (cm/sec)} = (\text{カラム長さ (m)} \times 100) / (\text{保持時間 (min)} \times 60)$

ただし、カラム、カラム温度によってはメタン等の低級炭化水素も保持することがあります。

注11) カラムの入口圧力、流量、スプリット比の目安を下表に示します。

スプリット分析にて流量条件設定の目安 (30m のカラムにて線速度を 25~50cm/sec に設定する場合)

カラム内径	圧力 (kPa)	カラム流量 (mL/min)	スプリット比
0.25mm	100~150kPa	1.2~2.5mL/min	1:30~100
0.32mm	60~100kPa	2~4mL/min	1:15~30
0.53mm	25~40kPa	5~10mL/min	1:2~10

カラムの入口圧力とカラム流量、平均線速度は比例関係にあります。

カラム流量を知る必要がある場合は下の式から計算します。

$$\text{カラム流量 (mL/min)} = 3.14 \times (\text{カラム内径 (mm)} / 2)^2 \times \text{カラム長さ (m)} / \text{保持時間 (min)} / J$$

ただし、

$$J (\text{圧力勾配補正係数}) = 1.5 \times (P2-1) / (P3-1) 、 P=1+\text{カラム入口圧 (kPa)} / \text{カラム出口圧 (kPa)、例 101.3kPa}$$

注12) スプリット流量を測定するためには流量計が必要です。デジタル式流量計が便利です (別売り)。

$$\text{スプリット比} = \text{カラム流量 (mL/min)} : \text{スプリット流量 (mL/min)}$$

スプリット比が小さいほど (スプリット流量が少ないほど) 高感度になります。

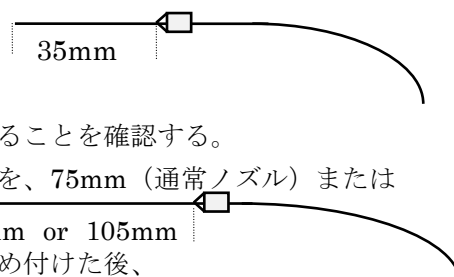
ただし、カラム流量+スプリット流量が 30mL/min 以上になるように調整してください。

GC-14B (GC-14A) のスプリットレス分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. カラムの取り付け

1. 注入口上部のナットを専用スパナにて外し、ガラスインサートを取り出す。
2. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。(スプリット用とスプリットレス用等が有)
3. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注1)}。
汚れていた場合は清浄なものに交換する。(グラファイトフェルールは再使用可^{注2)})
4. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻し、しっかりとナットを締める。(この締めが緩いとガス漏れを生じる)
5. 注入口セプタムの劣化状態を確認し、劣化がある場合は交換する。(100回の注入を目安に交換)
6. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを手で目一杯締め、そこから約1/2回転戻す。
7. これから使用する検出器に付属の検出器アダプタが接続されていることを確認する。
8. カラムの入口側、出口側の約60cm(約一巻き分)をホルダーからほどいておく。
9. カラムにカラムハンガーをセットし、カラムハンガーをオープンに固定する。
10. グラファイトフェルールの芯棒を抜き、カラムに通す。^{注2)}
11. カラムの先端部の約1cmをカラムカッターで直角にカットする。^{注3)}
12. グラファイトフェルールからカラムを数cm出した状態で、注入口、検出器側に付属の割ナットを用いて取付ける。手で一杯まで締め付けた後、スパナで3/4回転増し締めし、グラファイトフェルールをカラムに固定する。
13. 割ナットを緩めカラムを取り外し、注入口側のグラファイトフェルール先端からカラム先端までの長さを35mmに調整する。
14. カラムを注入口側に付属の割ナットを用いて取付ける。
手で一杯まで締め付けた後、スパナで1/4回転増し締めする。
15. カラムの入口圧を所定の圧力に設定する。^{注4)}
16. カラム出口側を溶媒ビンにつけ、キャリアガスがカラムに流れていることを確認する。
17. 検出器側のグラファイトフェルール先端からカラム先端までの長さを、75mm(通常ノズル)または105mm(キャピラリノズル)に調整する。
18. カラム出口側を付属の割ナットを用いて取付ける。手で一杯まで締め付けた後、スパナで1/4回転増し締めする。
19. 正面の扉を閉め、GCの**POWER**スイッチをONにする。
20. 緑色の**HEATER**スイッチをONし、FIDアンプのスイッチのONを確認する。



2. 注入口、検出器の温度設定

21. キーユニットから注入口の温度設定をする^{注5)}。(例：250℃)

SIFT DOWN、**INJ (AUX2)**、**2**、**5**、**0**、**ENT**

22. 検出器の温度設定をする。(例：280℃)

DET.T、**2**、**8**、**0**、**ENT**

23. 最初はカラム温度を低く設定しておく^{注6)}。

COL、**INIT TEMP**、**0**、**ENT**

24. 初期状態解除のためキーユニットの**START**を一度だけ押す。

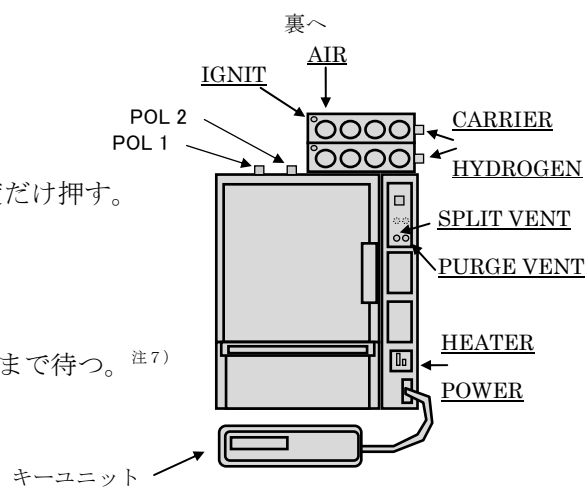
2回以上押した場合は、**STOP**を押す。

25. 注入口の温度をモニタする。

MONIT、**SIFT DOWN**、**INJ (AUX2)**

26. 検出器の温度をモニタし、検出器の設定温度になるまで待つ。^{注7)}

MONIT、**DET.T**



3. カラムの昇温プログラムの設定

(例：50℃ (1分保持) —10℃/分—250℃ (5分保持))

27. カラムの初期温度を設定する。(例：50℃)

COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**

28. カラムの初期温度 保持時間を設定する。(例：1分)

COL、**INIT TIME**、**1**、**ENT**

29. カラムの昇温レートを設定する。(例：10℃/分)

COL、**PROG RATE**、**1**、**0**、**ENT**

30. カラムの最終温度を設定する。(例：250℃)

COL、**FINAL TEMP**、**2**、**5**、**0**、**ENT**

31. カラムの最終温度 保持時間を設定する。(例：5分)

COL、**FINAL TIME**、**5**、**ENT**

4. FID 検出器の条件設定

32. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する。

33. メイクアップガスの流量を 30~60mL/min になるよう調整する。^{注8)}

34. 圧力コントローラーの左上にある **IGNIT** を押しながら^{注9)}、専用ライターを用い FID に点火する。

35. 測定感度を変更する。(例：10¹)

RANGE、**1** (0~2、入力値が低いほど、高感度)、**ENT**

36. 分析に使用している FID 検出器を指定する。(シングル FID の場合は POL=1 のみ)

POL、**1** (装置正面向かって右側の FID 検出器の場合は、**2**を入力)、**ENT**

5. キャリアガス流量、スプリット比の設定

37. ベースラインが安定した後、メタンガス、都市ガス、100円ライターのガス等の数 μL をGCに注入し、保持時間を測定後、キャリアガスの線速度を計算する^{注10)}。
38. 線速度が40~70cm/sec程度(スプリット法より通常、高線速度で分析)であることを確認する。線速度が適切でない場合、カラム入口圧(キャリアガスの2次圧)を変え、37.の操作からやり直す。
39. カラム流量を計算する^{注11)}。
40. **SPLIT VENT**に流量計を接続する。ニードルバルブを回し、スプリット流量を約30~60mL/minに調整する^{注12)}。
41. **PURGE VENT**に流量計を接続する。ニードルバルブを回し、セプタムパージ流量を10~30mL/minに調整する。

6. カラムエージング、分析準備

42. カラムの初期温度をこれから使用する最高温度に設定する。(例: 250°C)
COL、**INIT TEMP**、**2**、**5**、**0**、**ENT**
43. ベースラインが安定後、カラムの初期温度を分析初期温度に設定する。(例: 50°C)
COL、**INIT TEMP**、**5**、**0**、**ENT**
44. ベースラインが安定後、GC本体FIDアンプのZEROツマミを回し、データ処理装置上で、ベースラインが0 μV 付近になるよう調整する。

7. スプリットレス用イベントプログラムの作成 (マニュアル注入の場合)

(例: 分析開始1分後にスプリットベントを開ける)

45. **SIFT DOWN**、**7 (PROG)**
46. **SIFT DOWN**、**4 (DEL)**^{注13)}
47. **1**、**ENT**
48. **SIFT DOWN**、**8 (EVENT)**、**-**、**9**、**1**、**ENT**
49. **SIFT DOWN**、**- (ESCP)**
50. 試料注入前にスプリットベントを閉じる^{注14)}。
SIFT DOWN、**8 (EVENT)**、**9**、**1**、**ENT**
51. 試料をGCに注入し、本体の**START**を押し分析を開始する。

- 注1) スプリットインサート上端から約 25mm (AOC-20i の場合 : 25mm、AOC-17 の場合 : 23mm、AOC-14 の場合 : 20mm) の位置にシリカウール上端がくるようにセットします。シリカウールの量はスプリット分析より減らします。シラン処理済みインサート、シラン処理済みシリカウールの使用をおすすめします。
- 注2) 新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナー等で 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。
- 注3) キャピラリー専用のカッター (部品番号 221-50595-91) 等でないと、切断面がきれいになりません。
- 注4) 0.25mm×30m のカラムは 120~170kPa、0.32mm×30m のカラムは 80~120kPa に設定します。
- 注5) キャピラリー専用モデル (GC-14BPFsc) では注入口の温調は **INJ** にて行います。**SIFT DOWN** は使用しません。
- 注6) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。
- 注7) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが増加する可能性があります。
- 注8) メイクアップガスを、供給するコントローラーを確認します。定圧制御の場合 (14BPFsc 等キャピラリー専用機の場合) は 75kPa 程度に設定します。定流量制御の場合はローターメーターや流量計にて 30~50mL/min に流量設定します。
- 注9) **IGNIT** を押している間は、空気の流量が点火しやすい流量まで下がります。
- 注10) $\text{線速度 (cm/sec)} = (\text{カラム長さ (m)} \times 100) / (\text{保持時間 (min)} \times 60)$
ただし、カラム、カラム温度によってはメタン等の低級炭化水素も保持することがあります。
- 注11) カラムの入口圧力、流量、スプリット比の目安を下表に示します。

スプリットレス分析にて流量条件設定の目安 (30m のカラムにて線速度を 40~70cm/sec に設定する場合)

カラム内径	圧力	カラム流量	スプリット流量	サンプリングタイム
0.25 mm	120~170 kPa	2~3 mL/min	30~50 mL/min	1~2 min
0.32 mm	80~120 kPa	3~5 mL/min	30~50 mL/min	0.5~1 min
0.53 mm	30~50 kPa	7~10 mL/min	30~50 mL/min	0.3~1 min

カラムの入口圧力とカラム流量、平均線速度は比例関係にあります。

カラム流量を知る必要がある場合は下の式から計算します。

$$\text{カラム流量 (mL/min)} = 3.14 \times (\text{カラム内径 (mm)} / 2)^2 \times \text{カラム長さ (m)} / \text{保持時間 (min)} / J$$

ただし、

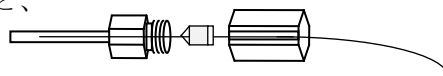
$$J (\text{圧力勾配補正係数}) = 1.5 \times (P2-1) / (P3-1) \text{、} P=1+\text{カラム入口圧 (kPa)} / \text{カラム出口圧 (kPa)} \text{、例 } 101.3\text{kPa}$$

- 注12) スプリット流量を測定するためには流量計が必要です。デジタル式流量計が便利です (別売り)。
スプリットレス法ではスプリット比を正確に測定する必要はありません。サンプリングタイム終了後にスプリット弁とよりガスを流し、インサートやカラム接続部に滞留している試料を排出します。スプリット流量は感度と関係がありません。
- 注13) この操作は、以前に作成されていたタイムプログラムを消去する作業です。この操作をしても、「TIME ?」と表示されない場合は、その他のタイムプログラムがまだ残っています。「TIME ?」の表示が出るまで繰り返し[SHIFT DOWN]、[4 (DEL)]を押し、その他の不必要なタイムプログラムを消去してください。
- 注14) 必ず注入前にこの操作を行ってください。注入後にスプリットベントを閉じて間にも合いません。

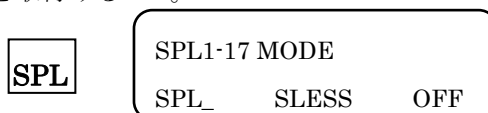
GC-17A のスプリット分析 (w-FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口のセプタム、ガラスインサート、シリカウールが正常なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。



3. クロマトパックの電源を入れる。
4. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注3)}。
5. カラムをキャピラリーホルダにてガスクロマトグラフに取付ける。
6. カラムの注入口側 (グラファイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注4)}。



7. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
8. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
9. キーボードより試料注入方法がスプリット分析に設定されていることを確認する。

SPL、(モードの選択は **ENTER** キーを押す。)

10. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW、**ON**、**ENTER**、**△**

11. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注5)}。(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0、**.**、**2**、**5**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**▽**

12. 分析条件に従って、圧力値と全流量を入力する^{注5)}。

1、**5**、**0**、**ENTER**、**5**、**0**、**ENTER**

13. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

14. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

15. カラムの設定温度を 0 にする^{注6)}。

COL、**0**、**ENTER**

16. GC-17A のヒーターを起動する。

SYSTEM

17. 圧力と全流量を確認する。(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT、**△**

18. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注4)}。

19. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注6)}。

MONIT、**△**

20. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注7)}。(例: 200°C)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

21. 検出器を ON にする^{注8)}。

DET#、**ON**、**ENTER**

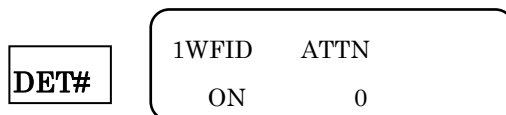
22. 測定感度を変更する。(例: 0)

0 (0~4、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**

23. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧とともに 50~60kPa に調整する^{注9)}。

流量設定の目安 カラム長さ 30m にて線速度 25~50cm/sec

カラム内径	圧力	カラム流量	スプリット比
0.25 mm	100~150 kPa	1.2~2.5 mL/min	1:30~100
0.32 mm	60~100 kPa	2~4 mL/min	1:15~30
0.53 mm	25~40 kPa	5~8 mL/min	1:2~10



24. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する。

25. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

26. ベースラインの安定を待つ。

27. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**
1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

28. PURGE VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注11)}。

29. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽** (データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

30. スプリット比を設定する^{注5)}。(例：1 : 100)

FLOW1、**▽**、**ENTER**、**ENTER**、**1**、**0**、**0**、**ENTER**

COL	COL	ACT	SET	
	N.RDY	200	200	
PROG	INIT	TEMP	TIME	
		60	2.0	
▽	1	RATE	TEMP	TIM
		10.0	200	2

注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。w-FID 用をお使いください。

注2) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合：21mm、AOC-17 の場合：18mm、AOC-14 の場合：15mm) の位置に 10mm 幅程度で、あまりきつくない程度にセットしてください。シリカウールの量は 3~10mg 程度です。

注3) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用してください。

注4) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリーカラムはキャピラリー専用カッターを用いて切断してください。

注5) GC-17A ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、スプリット比、線速度を算出します。このとき圧力とカラム流量と線速度は連動します。全流量とスプリット比は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれか 1 つと、全流量とスプリット比のいずれか 1 つを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した 2 つの数値が優先されて制御されます。

スプリット比はカラムの分析初期温度入力後に入力してください。カラムのモニタ温度に関わらず、カラム設定温度においてスプリット比は制御されます。

全流量は 30mL/min を超えるよう設定してください。ピークの形状が悪くなる可能性があります。

注6) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。また、カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。

注7) 昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注8) 画面表示 (表示:検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

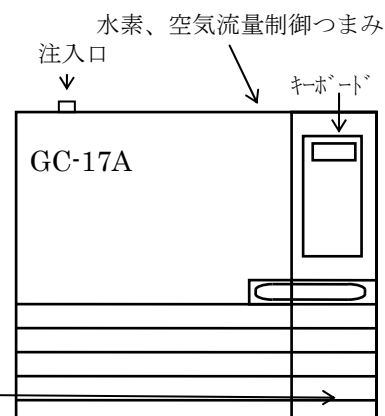
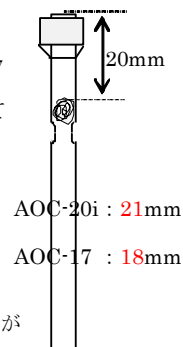
注9) APC (オプション) により水素や空気の流量は電子制御することができます。

注10) 流量計は別売りです。

工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。

セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法 (例：30kPa、2mL/min)

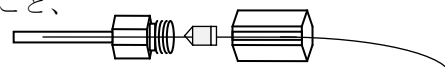
FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**ESC**



GC-17A のスプリットレス分析 (w-FID)

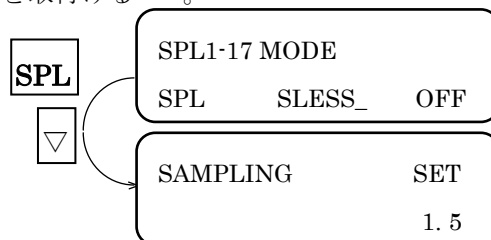
(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口のセプタム、ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。



3. クロマトパックの電源を入れる。
4. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注3)}。
5. カラムをキャピラリホルダにてガスクロマトグラフに取付ける。
6. カラムの注入口側 (グラファイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注4)}。

7. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
8. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
9. キーボードより試料注入方法がスプリットレス分析になっていることを確認する。



10. **SPL**、(モードの選択は **ENTER** キーを押す。)、**▽**
10. サンプルングタイムを入力する。(例: 1.5 分)

1、**.**、**5**、**ENTER**

11. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW1、**ON**、**ENTER**、**△**

12. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注5)}。

(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0、**.**、**2**、**5**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**▽**

13. 分析条件に従って、圧力値と全流量を入力する^{注5)}。

1、**5**、**0**、**ENTER**、**5**、**0**、**ENTER**

14. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

15. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

16. カラムの設定温度を 0 にする^{注6)}。

COL、**0**、**ENTER**

17. GC-17A のヒーターを起動する。

SYSTEM

18. 圧力と全流量を確認する。

(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT、**△**

19. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注4)}。

20. 注入口、検出器の温度をモニタし設定温度になるまで待つ^{注6)}。

MONIT、**△**

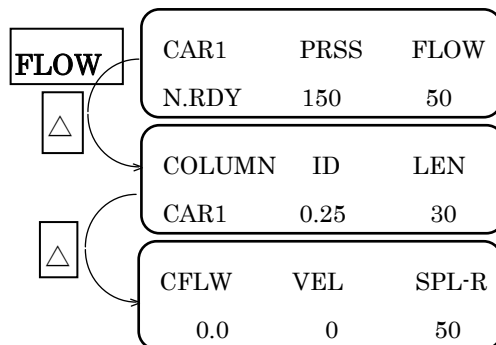
21. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注7)}。

(例: 200°C)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

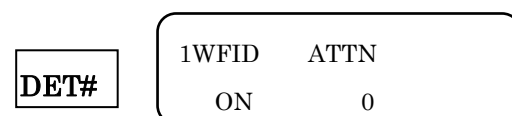
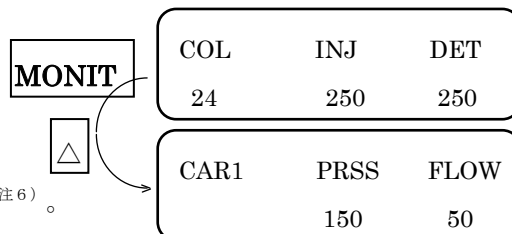
22. 検出器を ON にする^{注8)}。

DET#、**ON**、**ENTER**



流量設定の目安 カラム長さ 30m にて線速度 40~70cm/sec

カラム内径	圧力	カラム流量	サンプルングタイム
0.25 mm	120~170 kPa	2~3 mL/min	1~1.5 min
0.32 mm	80~120 kPa	3~5 mL/min	1 min
0.53 mm	30~50 kPa	7~10 mL/min	0.5~1 min



23. 測定感度を変更する。(例：0)

0 (0~4、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**

24. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気の高圧をともに 50~60kPa に調整する^{注9)}。

25. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する。

26. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

27. ベースラインの安定を待つ。

28. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

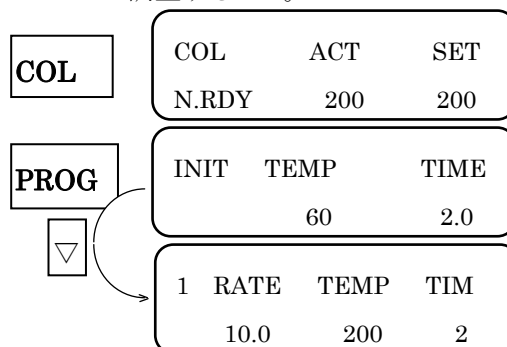
COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**

1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

29. PURGE VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注11)}。

30. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽** (データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)



注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。w-FID 用をお使いください。

注2) 注入ロセプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合：21mm、AOC-17 の場合：18mm、AOC-14 の場合：15mm) の位置に、向こうが透けて見える程度にセットしてください。

注3) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェールを固着させます。新品のグラファイトフェールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注4) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリーカラムはキャピラリー専用カッターを用いて切断してください。

注5) GC-17A ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、スプリット比、線速度を算出します。このとき圧力とカラム流量と線速度は連動します。全流量とスプリット比は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれか 1 つと、全流量とスプリット比のいずれか 1 つを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した 2 つの数値が優先されて制御されます。全流量は 50mL/min に設定してください。

注6) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。

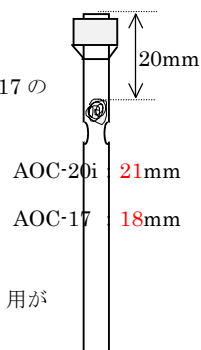
注7) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注8) 画面表示 (表示:検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

注9) APC (オプション) により水素や空気の流量は電子制御することができます。

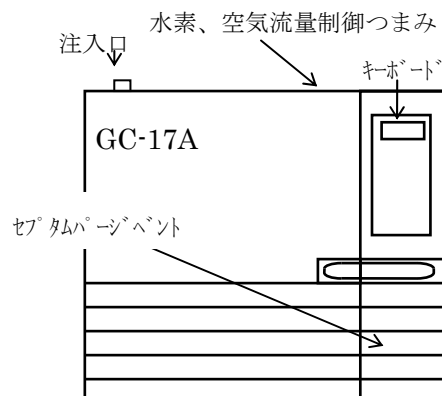
注10) 流量計は別売りです。

注11) 工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。



セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法 (例：30kPa、2mL/min)

FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**ESC**



GC-17A のワイドボア全量導入分析 (w-FID、SPL/WBI 切り替えユニット付)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. キャリアガスの流路が DRI (WBI) になっていることを確認する^{注2)}。
3. 注入口のセプタム、ガラスインサートの汚れ、テーパ部分のカラム固着物の有無を確認する^{注3)}。
4. クロマトパックの電源を入れる。
5. 成形治具と割ナットを使用し、分析に適したカラムにグラフィイトフェルールを固着させる^{注4)}。
6. カラムをキャピラリーホルダにはめ込みガスクロマトグラフに取付ける。
7. カラムの注入口側を取付ける^{注5)}。
8. キャリアガス (通常ヘリウム) の元栓を開く。
9. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
10. キーボードより試料注入方法が OFF に設定する。

SPL	SPL1-17 MODE		
	SPL	SLESS	OFF_
11. キャリアガスが流量制御になっていることを確認する。

FUNC	PMODE / FMODE		
	CAR1	P	F_
12. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FUNC	3	ENTER	(P-圧力制御になっている場合は ENTER)	ESC
-------------	----------	--------------	---------------------------------	------------
13. 分析条件に従って、全流量を入力する^{注6)}。

FLOW	CAR1F	ACT	SET
	N.RDY	10	20
14. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ	2	5	0	ENTER
------------	----------	----------	----------	--------------
15. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET	2	5	0	ENTER
------------	----------	----------	----------	--------------
16. カラムの設定温度を 0 にする^{注7)}。

COL	0	ENTER
------------	----------	--------------
17. GC-17A のヒーターを起動する。

SYSTEM

18. 圧力と全流量を確認する。(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT	COL	INJ	DET
	24	250	250

	CAR1	PRSS	FLOW
		20	20


19. カラムの出口側 (グラフィイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注4)}。
20. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注7)}。

MONIT	△
--------------	----------
21. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注8)}。(例: 200°C)

COL	2	0	0	ENTER
------------	----------	----------	----------	--------------
22. 検出器を ON にする^{注9)}。

DET#	ON	ENTER
-------------	-----------	--------------
23. 測定感度を変更する。(例: 0)

0	ENTER	(0~4、入力値が低いほど、高感度)
----------	--------------	--------------------

DET#	1WFID	ATTN
	ON	0
24. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する^{注10)}。
25. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する^{注10)}。
26. FID の水素炎を点火する。

IGNIT	ON	ENTER
--------------	-----------	--------------
27. ベースラインの安定を待つ。

28. カラムの昇温プログラムを入力する。

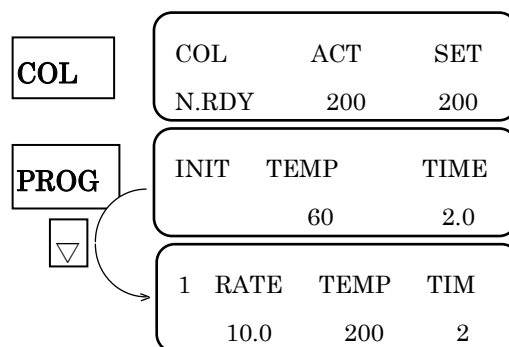
(例：60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**
1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

29. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽** (データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

30. PURGE VENT に流量計^{注11)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注12)}。



注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。w-FID 用をお使いください。

注2) 注入口が 2 種類以上あり流量制御部 (AFC) が 1 つしかない場合は注入口を選択してください。AFC が 2 つ以上付いている場合には取扱説明書を参照ください。

注3) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

テーパ部にカラムの固着物がある場合は細いピアノ線等で取り除くか、インサートを交換してください。残査のある試料の場合はシリカウールをインサート下部テーパ部直前の位置に 5~10mm 幅程度で、あまりきつくない程度にセットしてください。

注4) **内径 0.53mm のキャピラリカラムを使用してください。** 内径の細かいカラムはこの注入方法では使用できません。グラフアイト固定具は FID 用、SPL 注入口用 (SPL 注入口付モデルのみ) が有り、カラムの両端にグラフアイトフェルール (G-0.8) を固着させます。強く締めすぎるとキャピラリカラムが折れる可能性があります。FID 側はグラフアイト固定具により適切な長さにあわせることができます。注入口側は固定具では長さをきめられません。キャピラリカラムは専用カッターを用いて切断してください。

新品のグラフアイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注5) カラム先端から 2cm 程度の位置にグラフアイトフェルールをあわせた後カラムを差込、カラム先端をガラスインサートに軽く押しつけながら、グラフアイトフェルールを押し上げセットします。あまり強く押しつけますとカラムの先端がかけ、ピーク形状が悪くなる可能性があります。

注6) 圧力とカラム流量と線速度は連動します。“全流量=カラム流量+セプタムパージ流量” ほとんどの場合、全流量は 10mL/min を超えるよう設定します。全流量があまり少ないとピークの形状が悪くなる可能性があります。

注7) 検出器の温度が上昇する前にカラム温度を上昇させるとカラムの溶出成分が検出器に凝縮しノイズが高くなる可能性があります。

注8) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注9) 画面表示 (表示:検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

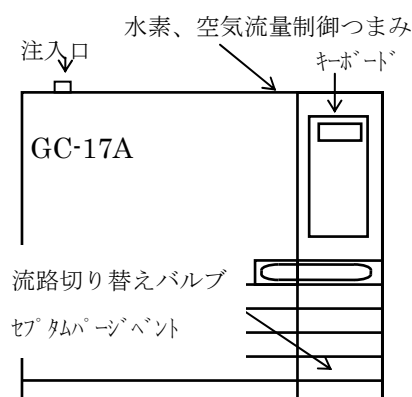
注10) APC (オプション) で水素や空気の流量は電子制御することができます。

注11) 流量計は別売りです。

注12) 工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。
 全量注入法では通常カラム入口圧 30~50kPa になりますのでピークがテーリングする等の問題が生じた場合セプタムパージ流量を再設定することをお勧めします。
 詳細は取扱説明書をご参照ください。

セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法 (例：30kPa、2mL/min)

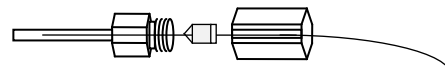
FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**ESC**



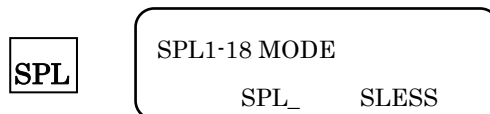
GC-18A のスプリット分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口のセプタム、ガラスインサート、シリカウールが正常なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。



3. クロマトパックの電源を入れる。
4. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注3)}。
5. カラムをキャピラリホルダにてガスクロマトグラフに取付ける。
6. カラムの注入口側 (グラファイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注4)}。
7. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
8. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
9. キーボードより試料注入方法がスプリット分析に設定されていることを確認する。



SPL, (モードの選択は **ENTER** キーを押す。)

10. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW1, **ON**, **ENTER**, **△**

11. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注5)}。

(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0, **.**, **2**, **5**, **ENTER**, **3**, **0**, **ENTER**, **▽**

12. 分析条件に従って、圧力値を入力する^{注5)}。

1, **5**, **0**, **ENTER**

13. 入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

14. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

15. カラムの設定温度を 0 にする^{注6)}。

COL, **0**, **ENTER**

16. GC-18A のヒーターを起動する。

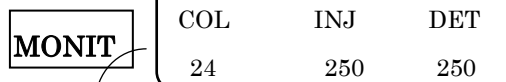
SYSTEM

17. 圧力を確認する。(圧力が上がっている

ことを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

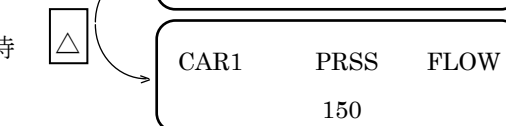
MONIT, **△**

18. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注4)}。



19. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注6)}。

MONIT, **△**



20. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注7)}。(例: 200°C)

COL, **2**, **0**, **0**, **ENTER**

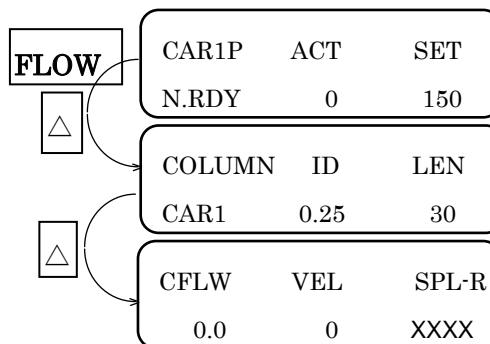
21. 検出器を ON にする^{注8)}。

DET#, **ON**, **ENTER**



22. 測定感度を変更する。(例: 0)

0 (0~3、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**



流量設定の目安 カラム長さ 30m にて線速度 25~50cm/sec

カラム内径	圧力	カラム流量	スプリット比
0.25 mm	100~150 kPa	1.2~2.5 mL/min	1:30~100
0.32 mm	60~100 kPa	2~4 mL/min	1:15~30
0.53 mm	25~40 kPa	5~8 mL/min	1:2~10

23. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する^{注9)}。

24. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する^{注9)}。

25. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

26. ベースラインの安定を待つ。

27. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**

1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

28. PURGE VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注11)}。

29. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽** (データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

30. SPLIT VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、スプリット比を設定する^{注5)}。

COL	COL	ACT	SET	
	N.RDY	200	200	
PROG	INIT	TEMP	TIME	
		60	2.0	
▽	1	RATE	TEMP	TIM
		10.0	200	2

注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。FID 用をお使いください。

注2) 注入ロセプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合：21mm、AOC-17 の場合：18mm、AOC-14 の場合：15mm) の位置に 10mm 幅程度で、あまりきつくない程度にセットしてください。

シリカウールの量は 3~10mg 程度です。

注3) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグランドを減少させた後に使用します。

注4) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。

注5) GC-18A ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、線速度を算出します。このとき圧力とカラム流量と線速度は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれかのいずれかを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した数値が優先されて制御されます。

スプリット比はカラム温度が分析初期温度になった後設定してください。

全流量は 30mL/min を超えるよう設定してください。ピークの形状が悪くなる可能性があります。

注6) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグランドノイズが高くなる可能性があります。

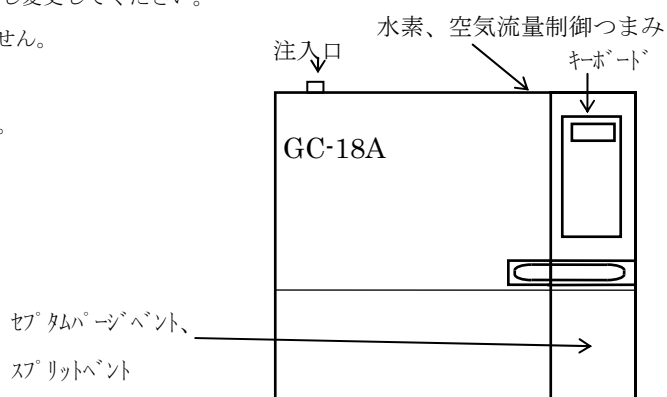
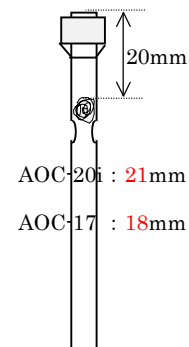
注7) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします

注8) 画面表示 (表示:検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

注9) 水素、空気、メイクアップガスの流量は電子制御できません。

注10) 流量計は別売りです。

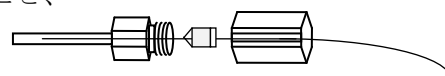
注11) 工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。



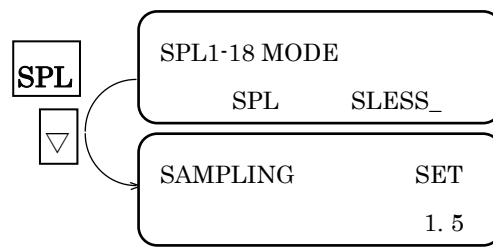
GC-18A のスプリットレス分析 (FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口のセプタム、ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。



3. クロマトパックの電源を入れる。
4. 分析に適したカラムにグラフアイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注3)}。
5. カラムをキャピラリホルダにてガスクロマトグラフに取付ける。
6. カラムの注入口側 (グラフアイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注4)}。



7. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
8. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
9. キーボードより試料注入方法がスプリットレス分析になっていることを確認する。

SPL, (モードの選択は **ENTER** キーを押す。)、**▽**

10. サンプリングタイムを入力する。(例: 1.5 分)

1、**.**、**5**、**ENTER**

11. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW、**ON**、**ENTER**、**△**

12. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注5)}。

(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0、**.**、**2**、**5**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**▽**

13. 分析条件に従って、圧力値を入力する^{注5)}。

1、**5**、**0**、**ENTER**

14. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

15. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

16. カラムの設定温度を 0 にする^{注6)}。

COL、**0**、**ENTER**

17. GC-18A のヒーターを起動する。

SYSTEM

18. 圧力を確認する。(圧力が上がって

いることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT、**△**

19. カラムの出口側 (グラフアイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注4)}。

20. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注6)}。

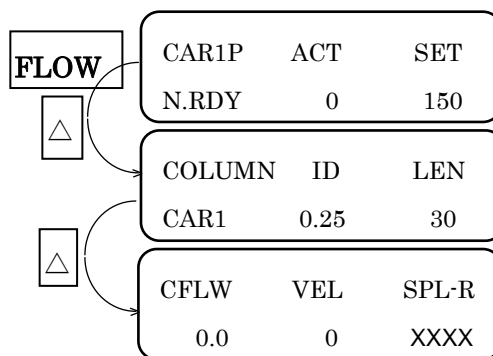
MONIT、**△**

21. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注7)}。(例: 200°C)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

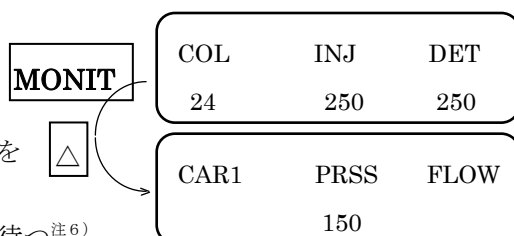
22. 検出器を ON にする^{注8)}。

DET#、**ON**、**ENTER**

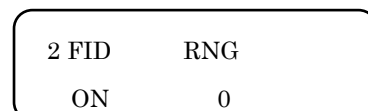


流量設定の目安 カラム長さ 30m にて線速度 40~70cm/sec

カラム内径	圧力	カラム流量	サンプリングタイム
0.25 mm	120~170 kPa	2~3 mL/min	1~1.5 min
0.32 mm	80~120 kPa	3~5 mL/min	1 min
0.53 mm	30~50 kPa	7~10 mL/min	0.5~1 min



DET#



23. 測定感度を変更する。(例：0)

0 (0~3、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**

24. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気の高圧をともに 50~60kPa に調整する^{注9)}。

25. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する^{注9)}。

26. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

27. ベースラインの安定を待つ。

28. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**

1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

29. PURGE VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注11)}。

30. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽** (データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

31. SPLIT VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、スプリット流量を 50mL/min に設定する。

COL	COL	ACT	SET
	N.RDY	200	200
PROG	INIT	TEMP	TIME
		60	2.0
▽	1	RATE	TEMP
		10.0	200
		TIM	
			2

注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。FID 用をお使いください。

注2) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合：21mm、AOC-17 の場合：18mm、AOC-14 の場合：15mm) の位置に、向こうが透けて見える程度にセットしてください。

注3) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注4) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。

注5) GC-18A ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、線速度を算出します。圧力とカラム流量と線速度は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれかを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した数値が優先されて制御されます。

注6) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。

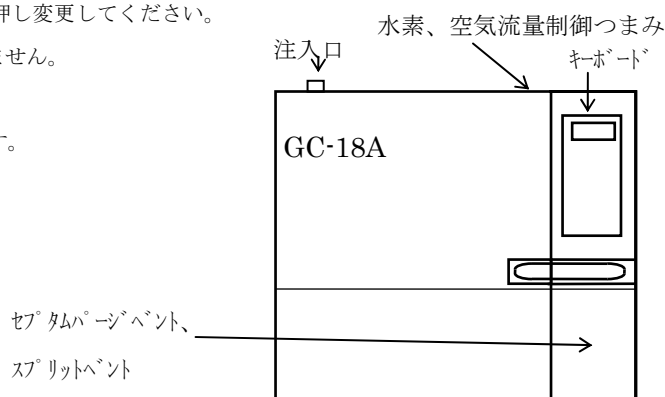
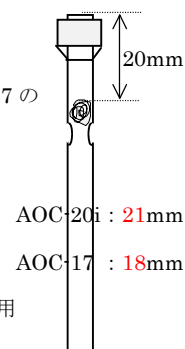
注7) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注8) 画面表示 (表示:検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

注9) 水素や空気、メイクアップガスの流量は電子制御できません。

注10) 流量計は別売りです。

注11) 工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。



GC-18A のワイドボア全量導入分析

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口のセプタム、ガラスインサートの汚れ、テーパ部のカラム固着物の有無を確認する^{注2)}。
3. クロマトパックの電源を入れる。
4. 成形治具と割ナットを使用し、分析に適したカラムにグラファイトフェルールを固着させる^{注3)}。
5. カラムをキャピラリホルダにはめ込みガスクロマトグラフに取付ける。
6. カラムの注入口側を取付ける^{注4)}。
7. キャリアガス (通常ヘリウム) の元栓を開く。
8. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
9. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW1、**ON**、**ENTER**

10. 分析条件に従って、全流量を入力する^{注5)}。

2、**0**、**ENTER**

FLOW	CAR1F	ACT	SET
	N.RDY	10	20

11. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

12. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET、**2**、**5**、**0**、**ENTER**

MONIT	COL	INJ	DET
	24	250	250
△	CAR1	PRSS	FLOW
		20	20

13. カラムの設定温度を 0 にする^{注6)}。

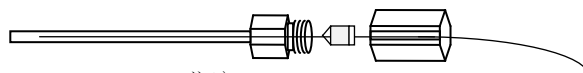
COL、**0**、**ENTER**

14. GC-18A のヒーターを起動する。

SYSTEM

15. 全流量を確認する。(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT、△



16. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注3)}。

17. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注6)}。

MONIT、△

18. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注7)}。(例: 200°C)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

19. 検出器を ON にする^{注8)}。

DET#、**ON**、**ENTER**

DET#	1WFID	ATTN
	ON	0

20. 測定感度を変更する。(例: 0)

0、**ENTER** (0~3、入力値が低いほど、高感度)

21. 水素、空気の元栓を開き、水素、空気のガス圧をともに 50~60kPa に調整する^{注9)}。

22. メイクアップガスの圧力を 75kPa に調整する^{注9)}。

23. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

24. ベースラインの安定を待つ。

25. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例: 60°C (2min) - 10°C/min - 200°C (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**
1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

COL	COL	ACT	SET
	N.RDY	200	200
PROG	INIT	TEMP	TIME
		60	2.0
▽	1	RATE	TEMP
		10.0	200
			TIM
			2

26. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。
ZERO、**△**、または **▽**（データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μ V にセットする。）
27. PURGE VENT に流量計^{注10)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注11)}。

注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。FID 用をお使いください。

注2) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

テーパ部にカラムの固着物がある場合は細いピアノ線等で取り除くか、インサートを交換してください。残渣のある試料の場合はシリカカウルをインサート下部のテーパ部直前の位置に 5~10mm 幅程度で、あまりきつくない程度にセットしてください。

注3) **内径 0.53mm のキャピラリカラムを使用してください。**内径の細いカラムはこの注入方法では使用できません。

グラファイト固定具は FID 用、SPL 注入口用（SPL 注入口付モデルのみ）が有り、カラムの両端にグラファイトフェルール（G-0.8）を固着させます。強く締めすぎるとキャピラリカラムが折れる可能性があります。

FID 側はグラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。

注入口側は固定具では長さをきめられません。キャピラリカラムは専用カッターを用いて切断してください。

新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注4) カラム先端から 2cm 程度の位置にグラファイトフェルールをあわせた後カラムを差込、カラム先端をガラスインサートに軽く押しつけながら、グラファイトフェルールを押し上げセットします。あまり強く押しつけるとカラムの先端がかけピーク形状が悪くなる可能性があります。

注5) “全流量=カラム流量+セプタムパージ流量” ほとんどの場合、全流量は 10mL/min を超えるよう設定します。全流量があまり少ないとピークの形状が悪くなる可能性があります。

注6) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。

注7) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注8) 画面表示（表示:検出器）が異なる場合には **△**（**▽**）を押し変更してください。

注9) 水素や空気、メイクアップガスの流量は電子制御できません。

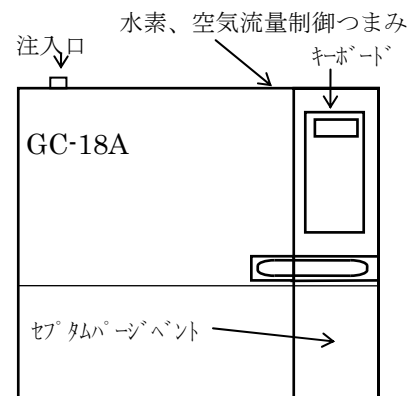
注10) 流量計は別売りです。

注11) 工場出荷時には 100kPa、3mL/min に設定されています。全量注入法では通常カラム入口圧 30~50kPa になりますので、ピークがテーリングする等の問題が生じた場合セプタムパージ流量を再設定することをお勧めします。詳細は取扱説明書をご参照ください。



セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法（例：30kPa、2mL/min）

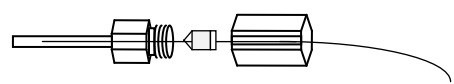
FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**3**、**0**、**ENTER**、**ESC**



GC-1700 のスプリット分析 (w-FID)

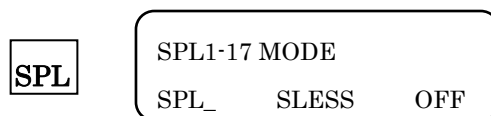
(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)} が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。(スプリット用とスプリットレス用等有)
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
汚れていた場合は清浄なものに交換する。(グラファイトフェルールは再使用可)
5. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻し、しっかりとナットを締める。(この締めが緩いとガス漏れを生じる)
6. 注入口セプタムの劣化状態を確認し、劣化がある場合は交換する^{注3)}。
7. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
8. クロマトパックの電源を入れる。
9. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注4)}。
10. カラムをガスクロマトグラフに取付ける。
11. カラムの注入口側 (グラファイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注5)}。



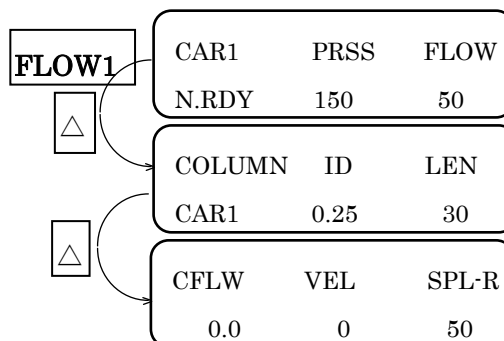
12. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
13. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
14. キーボードより試料注入方法がスプリット分析に設定されていることを確認する。

SPL, (モードの選択は **ENTER** キーを押す。)



15. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW1, **ON**, **ENTER**, **△**



16. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注6)}。

(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0, **.**, **2**, **5**, **ENTER**, **3**, **0**, **ENTER**, **▽**

17. 分析条件に従って、圧力値と全流量を入力する^{注6)}。

1, **5**, **0**, **ENTER**, **5**, **0**, **ENTER**

18. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

19. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

20. カラムの設定温度を 0 にする^{注7)}。

COL, **0**, **ENTER**

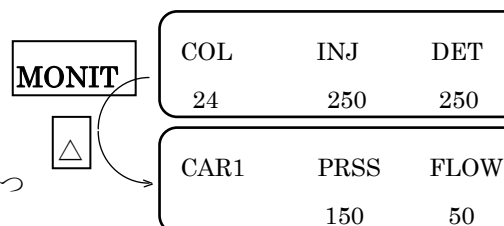
21. GC-1700 のヒーターを起動する。

SYSTEM

22. 圧力と全流量を確認する。(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

MONIT, **△**

23. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注5)}。



24. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注7)}。

MONIT, **△**

流量設定の目安 カラム長さ 30m

カラム内径	圧力	カラム流量	スプリット比
0.25 mm	100~150 kPa	1.2~2.5 mL/min	1:30~100
0.32 mm	60~100 kPa	2~4 mL/min	1:15~30
0.53 mm	25~40 kPa	5~8 mL/min	1:2~10

25. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注8)}。(例：200℃)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

26. 検出器を ON にする^{注9)}。

DET#、**ON**、**ENTER**

DET#

1WFID	ATTN	
ON	0	

27. 測定感度を変更する。(例：0)

0 (0~4、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**

28. 水素、空気の元栓を開く。

FLOW2

H2-1P	ACT	SET
N.RDY	0	60

29. 水素のガス圧を 50~60kPa に設定する^{注10)}。(例：60kPa)

FLOW2、**ON**、**ENTER**、**6**、**0**、**ENTER**、**△**

△

AIR-1P	ACT	SET
N.RDY	0	60

30. 空気のガス圧を 50~60kPa に設定する^{注10)}。(例：60kPa)

ON、**ENTER**、**6**、**0**、**ENTER**

31. メイクアップガスの圧力を 75kPa に設定する。

FLOW3、**ON**、**ENTER**、**7**、**5**、**ENTER**

FLOW3

MUP-1P	ACT	SET
N.RDY	0	75

32. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

33. ベースラインが安定するまで待つ。

34. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60℃ (2min) - 10℃/min - 200℃ (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**
1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

COL

COL	ACT	SET
N.RDY	200	200

PROG

INIT	TEMP	TIME
	60	2.0

35. PURGE VENT に流量計^{注11)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注12)}。

▽

1	RATE	TEMP	TIM
	10.0	200	2

36. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽**

(データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

37. スプリット比を設定する^{注6)}。(例：1：100)

FLOW1、**▽**、**ENTER**、**ENTER**、**1**、**0**、**0**、**ENTER**

注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。w-FID 用をお使いください。

注2) ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合: 21mm、AOC-17 の場合: 18mm、AOC-14 の場合: 15mm) の位置に 10mm 幅程度で、あまりきつくない程度にセットしてください。シリカウールの量は 3~10mg 程度です。

注3) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。

注4) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。

注5) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。

注6) GC-1700 ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、スプリット比、線速度を算出します。このとき圧力とカラム流量と線速度は連動します。全流量とスプリット比は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれかと、全流量とスプリット比のいずれかを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した 2 つの数値が優先されて制御されます。**スプリット比はカラムの分析初期温度入力後に入力してください。**カラムのモニタ温度に関わらず、カラム設定温度においてスプリット比は制御されます。

全流量は 30mL/min を超えるよう設定してください。ピークの形状が悪くなる可能性があります。

注7) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。

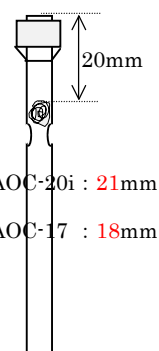
注8) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。

注9) 画面表示 (表示: 検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。

注10) 水素や空気の流量は電子制御されます。点火動作を行うまで水素、空気は流れません。

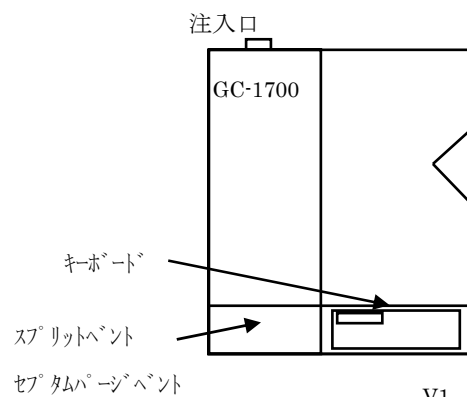
注11) 流量計は別売りです。

注12) 工場出荷時には 3mL/min に設定されています。



セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法 (例: 2mL/min)

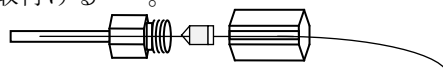
FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**



GC-1700 のスプリットレス分析 (w-FID)

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. シグナルコード^{注1)}が FID のアンプ部 (背面に端子) とクロマトパックに繋がれていることを確認する。
2. 注入口上部のナットを専用スパナにて取り外し、ガラスインサートを取り出す。
3. 注入口のガラスインサートの種類を確認する。(スプリット用とスプリットレス用等有)
4. ガラスインサート、シリカウールが清浄なこと、およびシリカウールの位置を確認する^{注2)}。
汚れていた場合は清浄なものに交換する。(グラファイトフェルールは再使用可)
5. ガラスインサートとシリカウールの確認後、ガラスインサートを注入口に戻し、しっかりとナットを締める。(この締めが緩いとガス漏れを生じる)
6. 注入口セプタムの劣化状態を確認し、劣化がある場合は交換する^{注3)}。
7. セプタム、ニードルガイドの順にはめ、注入口セプタム押さえのナットをしめる。このときは、ナットを目一杯締め、そこから約 1/2 回転戻す。
8. クロマトパックの電源を入れる。
9. 分析に適したカラムにグラファイトフェルールを成形治具と割ナットを使用してセットする^{注4)}。
10. カラムをガスクロマトグラフに取付ける。
11. カラムの注入口側 (グラファイトフェルールから 34mm) を取付ける^{注5)}。



12. キャリアガス (ヘリウムが望ましい) の元栓を開く。
13. 本体の左側面のメインスイッチを ON にする。
14. キーボードより試料注入方法がスプリットレス分析に設定されていることを確認する。

SPL, (モードの選択は **ENTER** キーを押す。)

15. サンプリングタイムを入力する。(例: 1.5 分)

1, **.**, **5**, **ENTER**

16. キーボードより流量制御が ON になっていることを確認する。OFF であれば ON に設定する。

FLOW1, **ON**, **ENTER**, **△**

17. セットしたカラムの内径と長さを入力する^{注6)}。

(例: カラム 内径 0.25mm、長さ 30m)

0, **.**, **2**, **5**, **ENTER**, **3**, **0**, **ENTER**, **▽**

18. 分析条件に従って、圧力値と全流量を入力する^{注6)}。

1, **5**, **0**, **ENTER**, **5**, **0**, **ENTER**

19. 注入口の温度を設定する。(例: 250°C)

INJ, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

20. 検出器の温度を設定する。(例: 250°C)

DET, **2**, **5**, **0**, **ENTER**

21. カラムの設定温度を 0 にする^{注7)}。

COL, **0**, **ENTER**

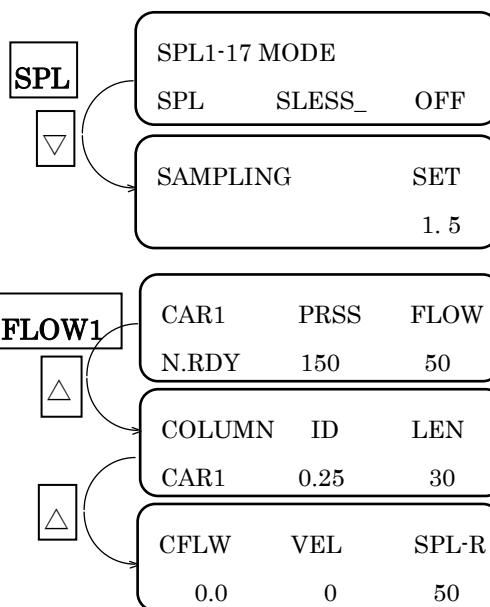
22. GC-1700 のヒーターを起動する。

SYSTEM

23. 圧力と全流量を確認する。(圧力が上がっていることを確認後、カラムの出口側をアセトン等の溶媒につけ、ガスが流れていることを確認する。)

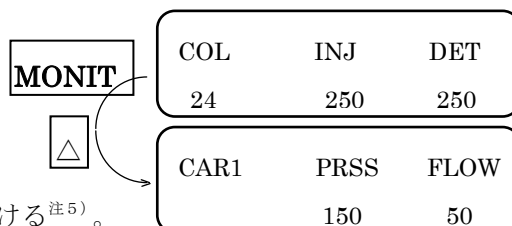
MONIT, **△**

24. カラムの出口側 (グラファイトフェルールから 69mm) を取付ける^{注5)}。



流量設定の目安 カラム長さ 30m

カラム内径	圧力	カラム流量	サンプリングタイム
0.25 mm	120~170 kPa	2~3 mL/min	1~1.5 min
0.32 mm	80~120 kPa	3~5 mL/min	1 min
0.53 mm	30~50 kPa	7~10 mL/min	0.5~1 min



25. 注入口、検出器の温度をモニタし、設定温度になるまで待つ^{注7)}。

MONIT、**△**

26. カラムをエージングするため昇温分析の最終温度に設定する^{注8)}。(例：200℃)

COL、**2**、**0**、**0**、**ENTER**

27. 検出器を ON にする^{注9)}。

DET#、**ON**、**ENTER**

DET#	1WFID	ATTN	
	ON	0	

28. 測定感度を変更する。(例：0)

0 (0~4、入力値が低いほど、高感度)、**ENTER**

FLOW2	H2-1P	ACT	SET
	N.RDY	0	60

29. 水素、空気の元栓を開く。

30. 水素のガス圧を 50~60kPa に設定する^{注10)}。(例：60kPa)

FLOW2、**ON**、**ENTER**、**6**、**0**、**ENTER**、**△**

△	AIR-1P	ACT	SET
	N.RDY	0	60

31. 空気のガス圧を 50~60kPa に設定する^{注10)}。(例：60kPa)

ON、**ENTER**、**6**、**0**、**ENTER**

FLOW3	MUP-1P	ACT	SET
	N.RDY	0	75

32. メイクアップガスの圧力を 75kPa に設定する。

FLOW3、**ON**、**ENTER**、**7**、**5**、**ENTER**

33. FID の水素炎を点火する。

IGNIT、**ON**、**ENTER**

34. ベースラインが安定するまで待つ。

35. カラムの昇温プログラムを入力する。

(例：60℃ (2min) - 10℃/min - 200℃ (2min))

COL、**PROG**、**6**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**、**▽**
1、**0**、**ENTER**、**2**、**0**、**0**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

COL	COL	ACT	SET
	N.RDY	200	200

PROG	INIT	TEMP	TIME
		60	2.0

36. PURGE VENT に流量計^{注11)}をつなぎ、セプタムパージ流量が 1~5mL/min になっていることを確認する^{注12)}。

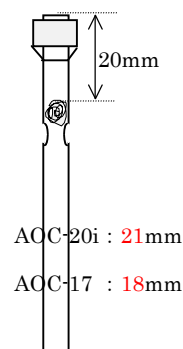
37. ベースラインが安定した後 GC 本体より検出器のゼロ点調整を行う。

ZERO、**△**、または **▽**

▽	1	RATE	TEMP	TIM
		10.0	200	2

(データ処理装置のゼロ補正を解除しベースラインを 0~1000 μV にセットする。)

- 注1) シグナルコードには w-FID 用と FID 用の 2 種類があります。w-FID 用をお使いください。
- 注2) ガラスインサート内にシリカウールを、インサート上部から約 20mm (AOC-20i の場合: 21mm、AOC-17 の場合: 18mm、AOC-14 の場合: 15mm) の位置にむこうが透けて見える程度にセットしてください。
- 注3) 注入口セプタムは注入回数 100 回を目安に交換してください。
- 注4) グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有り、カラムの両端にグラファイトフェルールを固着させます。新品のグラファイトフェルールは、あらかじめバーナーで約 1~2 秒間赤熱させ、バックグラウンドを減少させた後に使用します。
- 注5) グラファイト固定具により適切な長さにあわせることができます。グラファイト固定具は注入口用、FID 用が有ります。キャピラリカラムはキャピラリ専用カッターを用いて切断してください。
- 注6) GC-1700 ではカラムの内径・長さを元にカラム流量、スプリット比、線速度を算出します。このとき圧力とカラム流量と線速度は連動します。全流量とスプリット比は連動します。したがって圧力、カラム流量、線速度のいずれか 1 つと、全流量とスプリット比のいずれか 1 つを決定すると流量設定が終了します。このとき最後に入力した 2 つの数値が優先されて制御されます。全流量は 50mL/min に設定してください。
- 注7) 検出器の温度を上昇させる前にカラム温度を上昇させると、カラムからの溶出成分が検出器に凝縮しバックグラウンドノイズが高くなる可能性があります。
- 注8) カラム内に空気が残っている状態でカラム温度を上昇させるとカラムの液相が酸化され、劣化を早めることがあります。昇温分析を行う場合は分析前にカラムを一度エージングすることをお勧めします。
- 注9) 画面表示 (表示: 検出器) が異なる場合には△ (▽) を押し変更してください。
- 注10) 水素や空気、メイクアップガスの流量は電子制御されます。点火動作を行うまで水素、空気は流れません。
- 注11) 流量計は別売りです。
- 注12) 工場出荷時には 3mL/min に設定されています。



セプタムパージ流量を本体に記憶させる方法 (例: 2mL/min)

FUNC、**6**、**ENTER**、**2**、**ENTER**

AOC-20i を用いた測定

(詳細は取扱説明書をご覧ください)

1. GC の電源を入れる。(GC 設定の詳細は該当装置の取扱説明書、簡易マニュアルを参照ください)
2. 試料ビン (1.5mL 用) の約半分以上分まで試料を入れ、セプタムをキャップでしめ付け固定し、ターレットにセットする。^{注1, 2)}
3. 溶媒ビン (4mL 用) のくびれ部分まで新しい溶媒を入れ、セプタムをキャップでしめ付け固定し、ターレットにセットする。
4. 廃液ビンは使用毎に空にし、セプタムを新品に交換してターレットにセットする。
5. ターレットをモーターの歯車と噛み合うところまで差し込む。
6. 電源を入れる。^{注3)}
7. オートインジェクタのドアを開け、**STOP** ボタンを押す。
8. ローレットねじ (黒いねじ) をゆるめてシリンジを取り外し、プランジャーの動きがスムーズであるか確認する。(シリンジの取り外しの詳細は取扱説明書 2-2 マイクロシリンジの取り付け取り外しを参照してください)
9. シリンジ取り付け後、**RESET** ボタンを押し、プランジャー駆動部をホームポジションに移動させる。
10. プランジャーが最下部まで下がっていることを確認し (0 μ L の位置)、プランジャーホルダーの凸部を軽く押し下げながらローレットねじを回し、プランジャーホルダーを固定した後、オートインジェクタのドアを閉める。
11. 試料洗浄回数の確認 (例: 3 回)
SAMPLE WASH ボタンを押し、ディスプレイの表示値が **003** であることを確認する^{注4)}。
12. 溶媒洗浄回数確認 (例: 5 回)
SOLVENT WASH ボタンを押し、ディスプレイの表示値が **005** であることを確認する^{注4)}。
13. 試料注入回数確認 (例: 5 回)
NUMBER OF INJECTION ボタンを押し、ディスプレイの表示値が **005** であることを確認する^{注4)}。
14. 試料注入量の設定 (例: 1.0 μ L)
SAMPLE SIZE ボタンを押し、ディスプレイの表示値が **01.0** であることを確認する^{注5)}。
15. 注入前のシリンジ溶媒洗浄の確認 (例: 5 回)
 - ① **FUNCTION** ボタンを押し、ディスプレイに **F01** を表示させ^{注6)}、**ENTER** を押す。
 - ② ディスプレイ表示が **005** であることを確認する^{注4)}。
16. その他の FUNCTION 設定が変更されている可能性がある場合は、設定値を確認後、初期値に変更する^{注7)}。
17. **START** ボタンを押すと、試料注入が開始される。

注1) 試料ビンのポジションには図 1 のように 1~6 の番号が割り当てられています。これらのポジションのうちどこかに試料ビン
をセットすると、そのビンは自動的に検出され、右端から順に試料が注入されます。







注2) セプタムは、取り付けの向きに注意してください。テフロン面 (色の濃い面) を下にしてください (テフロン面が溶液に触
れる側に設置します)。

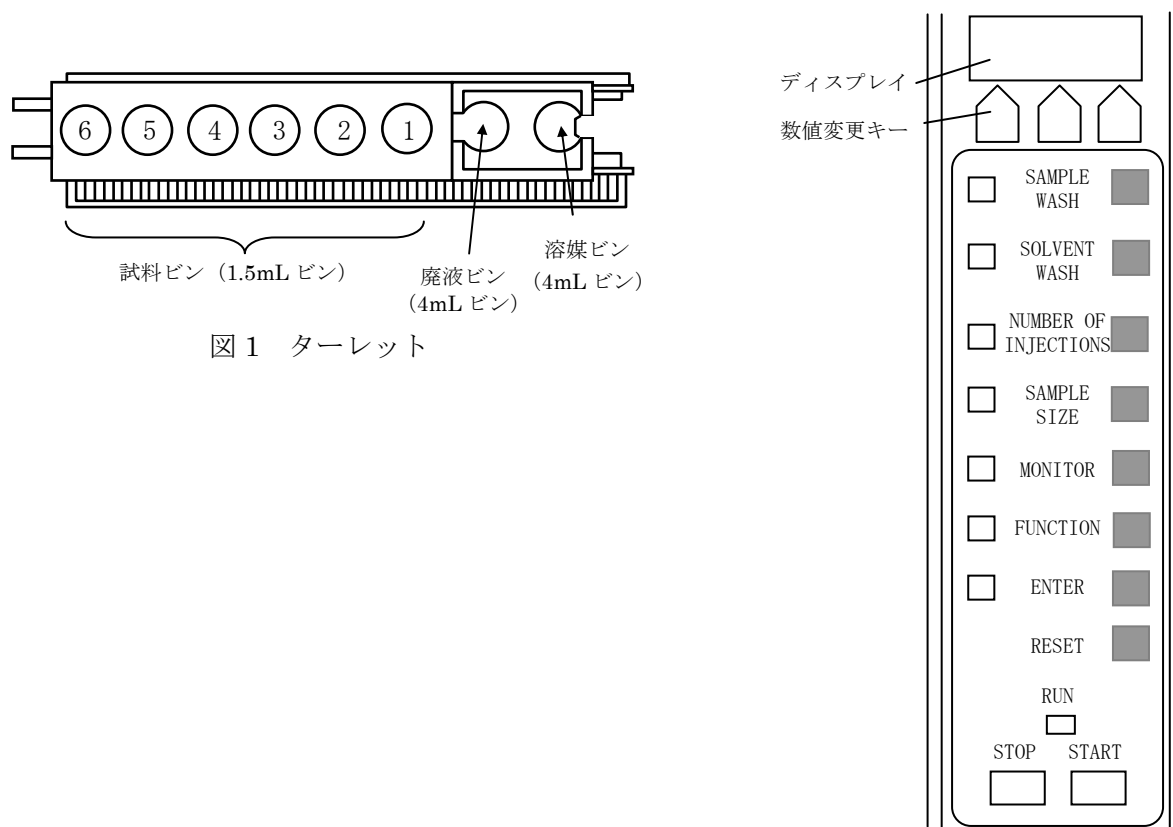
1.5mL パイアルの場合、底から 3.5mm 以上の液量があれば試料注入可能です。

液面上部の空間が多いと、低沸点成分が揮発する場合がありますので注意してください。

セプタムはキャップ (白色) をしっかりと締め付け固定してください。セプタムは使い捨てです。

注3) 電源投入時ディスプレイ表示に -11 と表示された場合は、オートインジェクタが正しく設置されていません。

- 注4) ボタン左側のランプが緑色に点灯して、ディスプレイに現在の設定値が表示されます。
設定値を変更する場合は数値変更キーの右端  ボタンを 1 回押すと、設定回数が 1 回増加します。中央  ボタンにより設定回数が 10 回増加します。
数値を減少させるキーはありません。数値を誤った場合はボタンを押し続けると最小値に戻りますので目的の値まで再度キーを押し続けてください。設定値を変更した後、**ENTER** ボタンを押すと設定値が認識されます。
- 注5) ボタン左側のランプが緑色に点灯して、ディスプレイに現在の設定値が表示されます。設定値を変更する場合は数値変更キーの右端  ボタンを 1 回押すと、設定注入量が $0.1 \mu\text{L}$ 増加します。中央  ボタンにより設定注入量が $1.0 \mu\text{L}$ 増加します。
数値を減少させるキーはありません。数値を誤った場合はボタンを押し続けると最小値に戻りますので目的の値まで再度キーを押し続けてください。設定値を変更した後、**ENTER** ボタンを押すと設定値が認識されます。設定値を変更した後 **ENTER** ボタンを押すと設定値が認識されます。
- 注6) ディスプレイに現在の FUNCTION NO.が表示されます。FUNCTION NO.を変更する場合は、数値変更キーの右端  ボタンを 1 回押すと、一の位が増加し、中央  ボタンにより十の位が増加します。
数値を減少させるキーはありません。数値を誤った場合はボタンを押し続けると最小値に戻りますので目的の値まで再度キーを押し続けてください。設定値を変更した後、**ENTER** ボタンを押すと設定値が認識されます。
- 注7) このマニュアルでは試料バイアル瓶：1.5mL、シリンジ：10 μL を使用し、オートサンプラは使用せず、ショートターレットを使用する場合について示しています。
ロングターレットを使用する場合は、FUNCTION NO.93 の設定値を **01** にします。



本書の全部あるいは一部を断わりなく転載または複写（コピー）することは、著作権・出版権の侵害となる場合がありますのでご注意ください。
