

イオンクロマトグラフ (IA-300)

操作手順書

横浜国立大学機器分析評価センター

作成日	2026年3月 10日	
手順書 No.	IC-3	
作成	承認	

目次

1. 準備.....	2
2. サンプルの用意	10
3. 校正または測定	12
4. 終了操作	16

【著作権・免責】

本マニュアルの著作権は、『横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター』に帰属します。

- 本マニュアルの**印刷およびダウンロード**につきましては、当該設備の利用者および利用予定者に限り認めます。**オンライン上での閲覧**についての制限はございません。
- 登録から抹消された利用者は、印刷またはダウンロードしたファイルを破棄してください。
- 著作権および免責につきましては、こちらの URL (https://www.iac.ynu.ac.jp/site_policy) にて詳細が記載されています。

1. 準備

- 1.1. パソコンを使ってクロマトグラフのデータを取り出す場合は、RS-232C ケーブルが繋がっている必要がある。 ケーブルの取り付け、取り外しは、必ず本体電源を OFF の状態で行う必要があるので、外れていたら先に行っておくこと。また、ケーブルが繋がっていた場合でも、ここでパソコンを起動しておく。



- 1.2. パネルの **POWER** キーの LED が点灯していることを確認し、**POWER** キーを **長押し** して電源を入れる（起動すると音が鳴る）。点灯していない場合は、背面の電源スイッチやコンセントを確認する。



1.3. 溶離液を用意する。

* 溶離液が無くなったら追加するが、以下の点に注意すること。

- 1) 配管に空気や汚れが入らないように溶離液にチューブが浸してあるが、長期間(最長1カ月)が経った溶離液は劣化しているのを捨てること(また、陰イオン用溶離液は日持ちしないので、別途説明する方法で要事調製すること)。また、廃液の分別は溶離液によって異なるので、メーカーの SDS (Safety Data Sheet) を確認して捨てること。

- 2) 溶離液は、測定モードの違いによって複数の種類がある。誤ったものを使うとカラムが壊れてしまうので、**絶対に間違えないこと**。また、2種類の溶離液を**誤って混ぜたりしないこと**。
- 3) 容器サイズは本体用（2L または 1L）と詰め替え用（5L）があるが、本体に設置するのは2L または 1L のものを使うこと。一度容器から出したものは劣化が進んでいるので、5L 容器に戻さないこと。
- 4) 溶離液の使用量は、[流量 mL/min] × [時間 min] で計算できるので、必要量以上になるように用意しておく。
- 5) **溶離液は使用する前に脱気する必要がある**。容器を密閉しないように注意して、容器ごと超音波洗浄器で 10 分くらい超音波をかける。気泡が消えない場合は、更に 10 分ごとに追加で行う。冬場などに温度差が激しいと気泡が出やすいので、エアコンの使用などについても注意するとよい。

陽イオンモード（PCI-322）： 1 価、2 価イオン測定

溶離液は購入したものを使う。前述した通り、そのまま使用できる 2L（143H061）と、詰め替え用の 5L（143H062）の規格がある。

陰イオンモード（PCI-205）： サプレッサーあり

溶離液・除去液の 2 種類が必要。溶離液（炭酸ナトリウム溶液）が 3～4 日しか日持ちしないので、自身が調製したものを使う。調製方法は別紙マニュアルを参照すること。

- 1.4. 溶離液を採取する配管が、溶液にしっかり浸かっていることを確認する（浮いていると空気が入ってしまい、装置が停止することがある）。

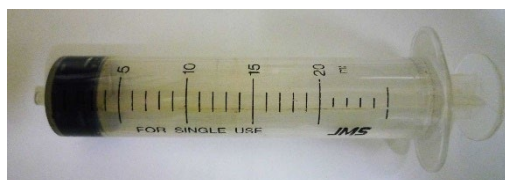
また、タンクに接続する黒い押しネジが緩んでいると、チューブが抜けてしまうことがあるので、軽く引っ張って抜けないか確認しておく。

1.5. 配管に空気が入っていた場合や、溶離液を交換した場合は、ドレンバルブから空気抜きを行う。

1) 本体左側の側面にある取手を持って、前面カバーを手前に開ける。

2) カバー内にあるドレンバルブ（黒）の先端を手で反時計方向に回して軽く開ける（**緩めるだけでよい**）。圧力がかかっていたときは、溶離液が少し飛び出すこともあるので注意すること。

2) エア抜き治具（20mL シリンジ）の先端を、ドレンバルブの横から出ているシリンジ受けに差し込む。



3) 外筒をしっかり手で押さえ、やや強めに押し子を引く。このとき、配管の様子を観察しておくとうい。気泡が流れる様子を見ながら、配管を軽く指で弾くなどして、気泡をしっかり抜くこと。

4) エア抜き治具を外し、本体のドレンバルブ（黒）を手で時計回りに回して閉める。閉め忘れると漏れるので注意！

5) 吸い取った溶離液は捨てる。また、エア抜き治具を純水で洗浄しておく。



本体の前面カバーを開けたところ

1.6. パソコンを使ってクロマトグラフのデータを取り出す場合は、測定する前に予め設定を行っておく必要がある。以下、3.1.1～の作業は、クロマトグラフデータを受信しない場合は行わなくてよい。

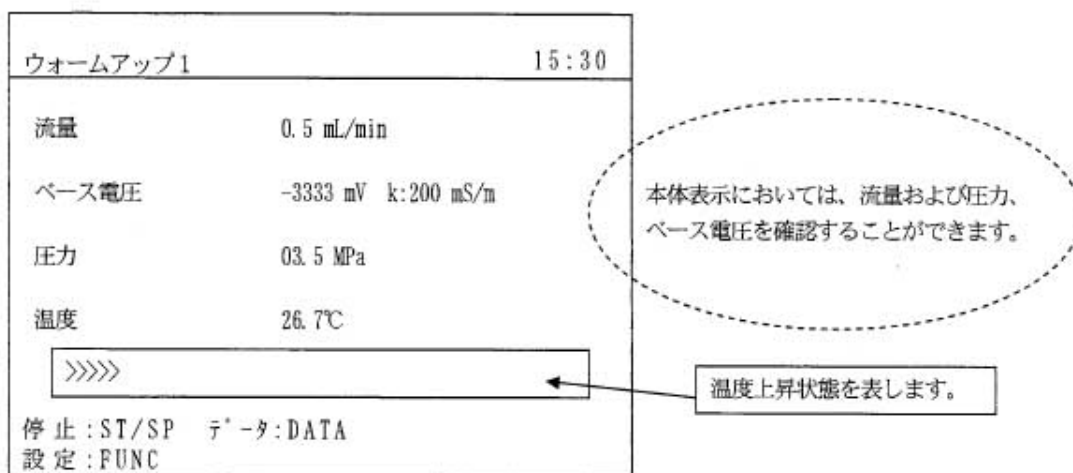
* 定量結果の数値だけであれば、後で吸い出すことは可能。

1.6.1. GP-LOG システムを起動する。

1.6.2. メニューバーの【設定】－【使用機器】を開き、プルダウンメニューの一番下の「etc.」を選択する。

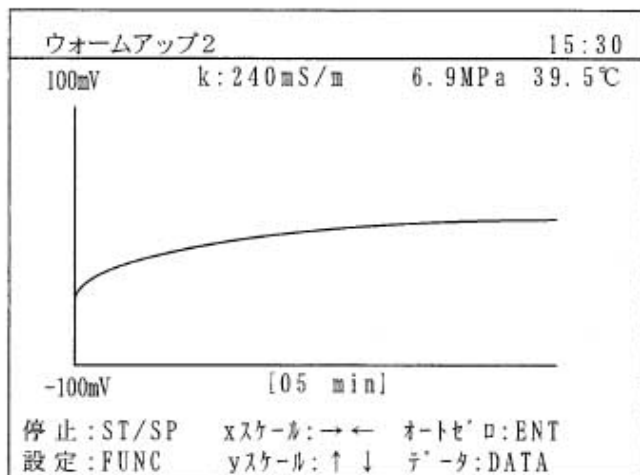
1.6.3. 収録条件を「受信専用」に選択する。

- 1.6.4. **スタート** ボタンをクリックする (ボタンが**ストップ** になる)。
- 1.6.5. 以下、スタンバイやウォームアップの作業をすると「CD 状態番号 (03～05)」の履歴が出るようになる。出ない場合は通信不良の可能性があるので原因を確かめる。
- 1.7. 本体の表示が [スタンバイ] モードになっていることを確認し、**START/STOP** キーを 1 秒程度長押ししてから離す。
- * **START/STOP** キーは、一度押すとピッと鳴るが、更に 1 秒ほど押し続けるともう一度ピッと鳴り、送液がスタートする。
- 1.8. [ウォームアップ 1] の表示になるので、温度のゲージ >>>> が右端まで来るまで待つ。



- * ここで流量、圧力、温度、ベース電圧に異常があれば、**START/STOP** キーを押して停止するとともに、担当者に相談すること。
- * カラムオーブンのカバーが外れていると温度が上がらないので、必ず取り付けること。

1.9. 温度が安定すると [ウォームアップ2] の表示になり、リアルタイムで電圧がモニタされる。終了するまで10~60分程度待つ。



特別な機能
 ウォームアップ2においては、CALキーを長押しすることで測定できますに状態遷移させることができます。
 メンテナンス等においてカラムの分離状態等の簡単な確認を行う際にご使用ください。
 この機能を通常動作時に使用しないでください。使用した場合は結果に
**** warning WARMUP2 ****
 が印字されます。

- * 60分経ってもベースラインが安定せずに上下している場合や、圧力が一定にならずに不安定な場合は、担当者に相談すること。
- * 基本的に画面の中央にベースラインがあるが、画面外に曲線が出てしまったときは、**ENTER**キーを音が鳴るまで1秒程度長押しし、オートゼロを行う。
- * 気泡が入ると、ポンプ圧が下がって停止することがある。その場合は、溶離液の脱気や、配管のエア抜き操作をやり直すこと。

1.10. ウォームアップが完了すると、音が鳴って [測定できます] のモードに変わる。

- * この状態は溶離液が流れ続けている（消費し続けている）ので、なるべく放置しないように注意する。室内で待機しているか、または10分おきなど定期的に確認するとよい。なお、クールダウン操作を行って送液を停止すると、ウォームアップからやり直しになるので、予め試料の準備を済ませた上で、予定を立てて準備すること（試料については次章参照）。

1.11. 再校正を行って本体に校正結果を保存する場合は、**CAL**キーを長押しして、

校正モードに変更する。校正しない場合はそのままよい。

- * 同じ条件（イオンモード、流量など）の校正データが存在しない場合は、強制的に CAL モードに変わる。警告が表示されて、通常の測定はできないので、必ず校正試薬で測定する。
- * 校正を行うと、各イオンのピークが検出される保持時間の情報などが補正される。装置が安定しないまま行くと誤った結果になることがあるので、十分に安定化させてから行うこと（一度、校正溶液で仮測定をするとよいかもしれない）。
- * 校正モードをキャンセルするときは、再度 CAL キーを長押しすれば戻る。ただし、校正データが存在しない場合は、強制的に校正モードになって戻れないようになっている。

2. サンプルの用意

以下、測定サンプルの調製に関する注意事項をまとめる。このマニュアルに記載できない内容もあるので、不明な点があれば担当者に相談すること。

2.1. 【容器】 容器は、10～100mL 程度の大きさのポリ製容器が扱いやすい。材質は、ポリエチレンやテフロン（やや高い）などが使用できる。イオンが溶出しやすいため、金属やガラス容器は推奨されない。

例) プラ容器： LDPE、HDPE、PC

テフロン容器： TFE、FEP、PFA

ガラス容器： 硬質ガラス、石英ガラス

洗浄は、界面活性剤や酸を使って洗浄することがあるが、イオンが残留しないように注意が必要である。最終的には超純水で洗浄するが、乾燥はさせずに濡れたまま使用した方が清浄であるとされている。

2.2. 【試薬】 使用する試薬は、純正品や適切なものを用いること。グレードは HPLC 用（LC-MS 用でも可）またはイオンクロマトグラフ用の純度のものが望ましい。水は純水以上の純度とし、超純水（電気抵抗率では 18M $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上）の使用が望ましい。

2.3. 【前処理①】 試料溶液は、必ず水溶液にしなければならない。沈殿があるような試料や、有機溶剤を直接導入することはできない。水溶液にできないものは、酸分解などの前処理をする必要がある。

2.4. 【前処理②】 粒子状の物質が混入しているとカラムが詰まってしまうため、溶液は事前に 0.45 μm 以下のフィルターでろ過して試料とすること。微生物も除去する場合（保存する場合）は、0.2 μm 以下のフィルターが良い。

2.5. 【濃度】 使用できる濃度は、モード、イオン、サンプルループの容量によって異なる。適切な範囲となるように希釈するなどして調製すること。

モード	イオン	20 μ L ループ	200 μ L ループ
PCI-322 (1,2 価陽イオン)	Li	0.05~10 mg/L	0.005~1 mg/L
	Na, NH ₄ , Mg	0.25~50 mg/L	0.025~5 mg/L
	K, Ca	0.5~100 mg/L	0.05~10 mg/L
PCI-211 (ノンサプレッサ 陰イオン)	F,Cl,NO ₂ ,Br,NO ₃	0.5~50 mg/L	0.05~5 mg/L
	SO ₄	1~100 mg/L	0.1~10 mg/L
	PO ₄	2.5~100 mg/L	0.25~10 mg/L
PCI-205 (サプレッサ 陰イオン)	F,Cl,NO ₂ ,Br,NO ₃	0.05~50 mg/L	
	SO ₄	0.1~100 mg/L	
	PO ₄	0.25~100 mg/L	

* NH₄ や NO₃ などは、濃度換算に注意すること。たとえば、NO₃ であれば、硝酸イオン (NO₃⁻) 濃度か、または硝酸態窒素 (NO₃⁻-N) の濃度かで表記が変わってくる。換算表は以下の通りである。

1 NH ₄ ⁺ = 1.288 NH ₄ ⁺ -N	1 NH ₄ ⁺ -N = 0.776 NH ₄ ⁺
1 NO ₂ ⁻ = 3.284 NO ₂ ⁻ -N	1 NO ₂ ⁻ -N = 0.304 NO ₂ ⁻
1 NO ₃ ⁻ = 4.427 NO ₃ ⁻ -N	1 NO ₃ ⁻ -N = 0.226 NO ₃ ⁻
1 PO ₄ ³⁻ = 3.066 PO ₄ ³⁻ -P	1 PO ₄ ³⁻ -P = 0.326 PO ₄ ³⁻

2.6. 【保存期限】 試料や溶離液は希釈した水溶液であり、養分となるものも入っていることがあるので、非常に劣化が早い。できるだけ調製してから日を置かずに測定することが望ましい。溶離液は、開封後からバクテリア等が繁殖し始めるため、小まめに交換すること。

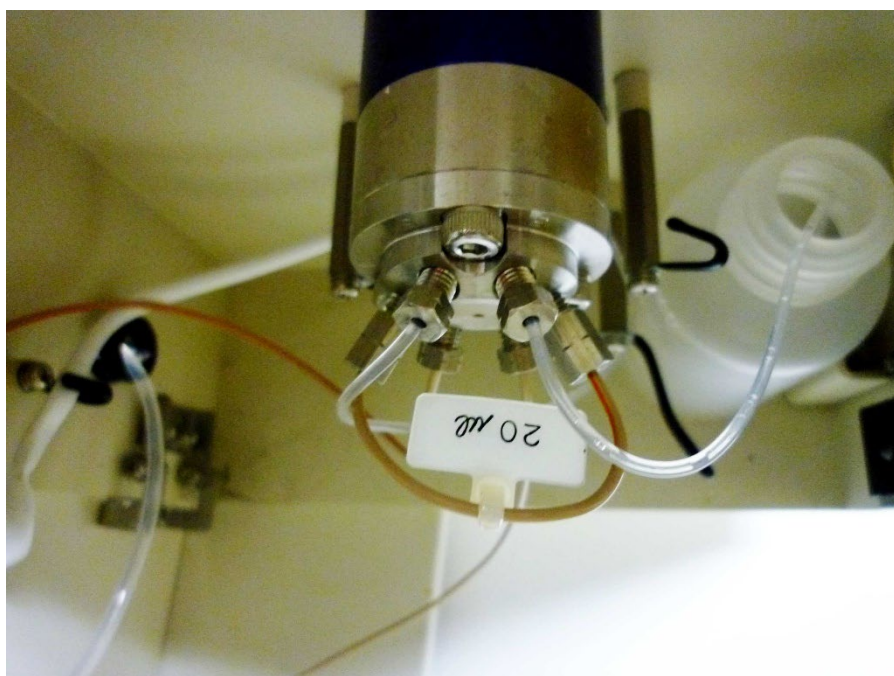
3. 校正または測定

以下、校正または測定の操作について説明するが、どちらも溶液の注入作業は同じ手順であり、あわせて説明する。校正の ON/OFF の切替えは、前項を参照すること。

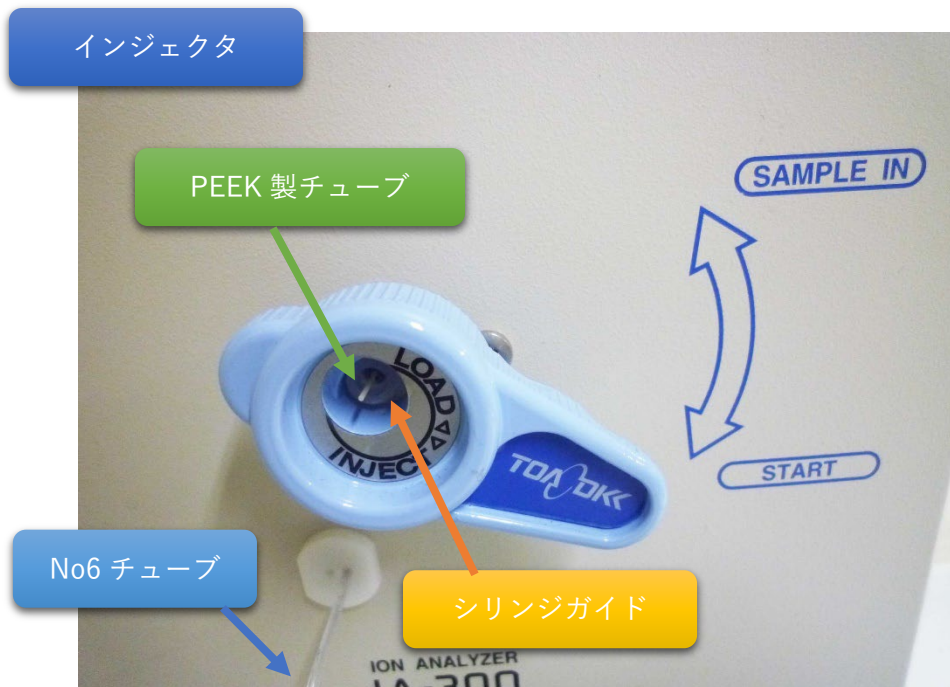
3.1. パソコンを使ってクロマトグラフのデータを取り出す場合は、GP-LOG システム画面の「スタート」ボタンが押された状態にする（「ストップ」に変わる）。

3.2. 測定したい溶液（校正液、ブランク溶媒、試料溶液など）のボトルを用意しておく。100mL 程度の大きさのポリ製容器が扱いやすい。

- * 校正液は、サンプルループ（カバーを開けたところにあるインジェクタ背面に繋がっているチューブのこと）の容量 [20 μ L または 200 μ L] によって種類が異なる。容量の合ったものを使うこと。



- 3.3. インジェクタのレバーが **START** (右下向き) になっていることを確認する (ここではまだ動かさない)。



- 3.4. ディスポーザブルシリンジ (1mL) の先端に専用の白いインジェクターガイドを刺し込む。

- * 予め、インジェクタの方に白いインジェクターガイドを刺し込んでおいてもよい。



- 3.5. ディスポーザブルシリンジのプランジャを押し込んだ状態 (空気を抜いた状態) にして、インジェクタ中央部 (インジェクタポート) に刺し込む。インジェクターガイドをポートに付けていない場合は、インジェクタの中から出ている細い PEEK 製チューブ (シリンジ針) を、ディスポーザブルシリンジの先端に入れて、奥のシリンジガイドまで押し込むようにする。

- * 以降、ディスポーザブルシリンジをインジェクタに刺し込むときは、同様の手順で行う。

- 3.6. シリンジから手を離さないようにして、インジェクタのレバーを**素早く** **SAMPLE IN** (右上向き) に変える。レバーの切替えが遅すぎると、圧力が上昇してエラーになるので注意。
- 3.7. No6 チューブ (採液用チューブ) の先端がボトルに浸かっていた場合は、取り出して宙に浮かせた状態にする。その後、ディスポーザブルシリンジのプランジャをゆっくり引いて、空気を吸引する。
- * 一つ前の測定で濃い濃度のサンプルを入れてしまった場合は、ここで空気を吸引する前に純水を何度か吸うことで、チューブ内を洗浄することができる。
- 3.8. No6 チューブに付いた水滴があれば落としておく。測定したい溶液のボトルを用意し、No6 チューブの先端を浸ける。その後、ディスポーザブルシリンジのプランジャをゆっくり引いて、溶液を吸引する。このとき、内部に空気が残らないように十分に引いておく。
- * **シリンジから手を離したり、チューブの先端が溶液から浮いたりすると、空気が入って結果がおかしくなるので注意すること。**
- 3.9. シリンジから手を離したり、プランジャを押したりしないようにして、インジェクタのレバーを**素早く** **START** (右下向き) に変える。これで、自動的に測定がスタートする。
- 3.10. ディスポーザブルシリンジのプランジャを **START** 状態で押し込むと、本体の前面カバーの裏にある廃液ボトルに排出される。その後はシリンジを引き抜いてよい。純水でインジェクタポートを洗浄する場合は、シリンジに吸引してから、ポートに刺し込んで吐出させる。

- * 試料は容器から直接吸い上げているため、ディスプレイシリンジは、ある程度、再利用ができる（1日分など）。

3.11. 次の測定をしないときは、純水を入れたボトルに No6 チューブを浸しておく。

- * 最後の測定が終わった後や、濃い濃度のサンプルを注入した後は、ブランク測定として純水の測定を確認に行っておくと良い。
- * 純水は、ICP 室（208 号室）の製造装置が使用できる。詳しくは担当者に相談すること。

3.12. 測定が終わるまで、約 15 分（モードによっては 10～18 分）待つ。以下、次の試料があれば、本章の最初から繰り返し行う。

- * GP-LOG システムでクロマトグラフを取り込んでいた場合は、1 回の測定が終わったら、**ストップ** ボタンをクリックし、**保存** ボタンで CSV データを保存する。
- * CAL キーを押して校正モードにしていた場合は、ここで本体に保存するかしないか決められる。保存する場合は **ENTER** キーを押すが、10 件までしか保存できないので、管理者に確認して必要なものだけ保存すること。データの詳しい管理や操作については、据付マニュアルの 9 章「メモリデータ」 を参照すること。

4. 終了操作

- 4.1. すべての測定が終わったら、純水をサンプルとしてブランク測定を行う(チューブを洗浄するため)。
- 4.2. ブランク測定が終わったら、前面カバーの裏に設置している廃液ボトルを取り外し、中身を溶離液の廃液タンクに捨てる。



- 4.3. **START/STOP** キーを長押しする。クールダウンが開始され、20 分ほどで自動的に終了する。
 - * クールダウン後にスイッチを切る必要はない。
 - * **POWER** スイッチは押さないこと！ 急に止めるとカラムの劣化や装置不具合の原因となる。
- 4.4. 使用簿に記録を残す。
- 4.5. 予約時間が大幅に (1 時間以上程度) 余ったら、大学連携研究設備ネットワークにログインし、予約時間終了の変更を行う (現在時刻の直後あたりに終了時間を設定する)。また、小時間余ったときは、利用報告の機能により申告する。

- 4.6. テーブル等を汚していたら、掃除等をして後片付けする。使用済みキムワイプ、手袋等のゴミは、(溶剤等で濡れていなければ)廊下にゴミ箱があるので、そちらに捨てる。
- 4.7. 使用日以降に次回の予定がない場合(次の利用者が誰もいない場合)は、管理者にその旨を連絡し、指示を仰ぐこと。
- * 長期間放置すると、装置や部品が劣化してしまう。配管を溶離液に漬けたまま、1カ月以上放置しないように注意すること。特に夏季は注意する。
 - * 1週間以上使用する予定がない場合は、溶離液のボトルからチューブとキャップを取り外し、純水で洗った後、専用の空容器に接続しておく。代わりに溶離液のボトルはキャップを閉めておく。