

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	2021年1月 20日	
手順書 No.	IC-1	
作成	承認	

目次

1. 準備.....	2
2. サンプルの用意	9
3. 校正または測定	11
4. 終了操作	15

【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。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詰め替え用タンクから追加するが、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で捨てること。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。
- 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。

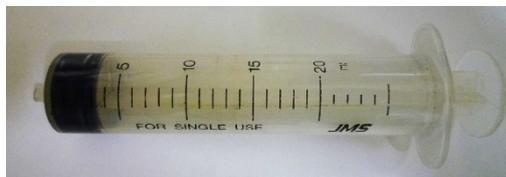
- 1.4. 溶離液を採取する配管が、溶液にしっかり浸かっていることを確認する（浮いていると空気が入ってしまい、装置が停止することがある）。

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っ手を持って、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、ドレンバルブの穴の部分に差し込む。



- 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いよい。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）を手で反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。

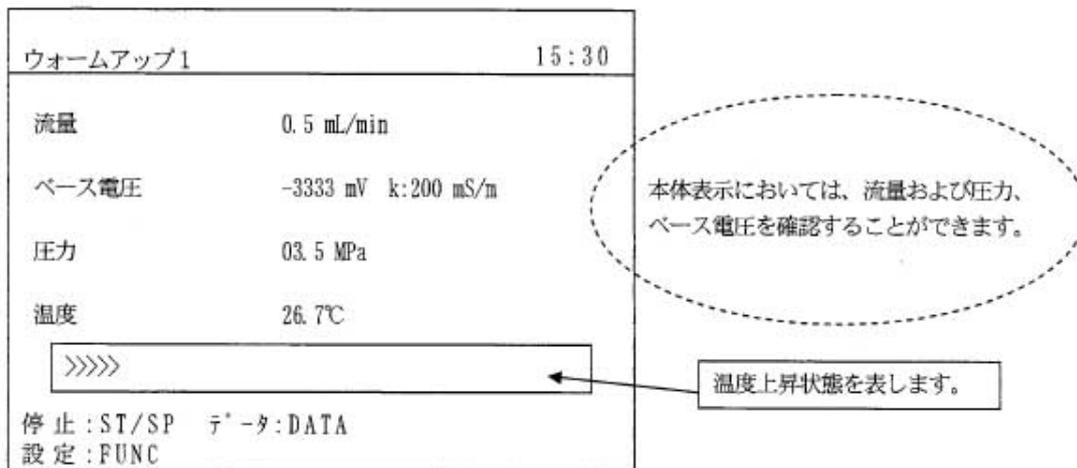
1.6.4. スタート ボタンをクリックする（ボタンが ストップ に変わる）。

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。
- * カラムオープ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 10~40 分程度待つ。



- * 40 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。

- * 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、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	Li	0.05~10 mg/L	0.005~1 mg/L
(1,2 価陽イオン)	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	F,Cl,NO ₂ ,Br,NO ₃	0.5~50 mg/L	0.05~5 mg/L
(ノンサプレッサ 陰イオン)	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	F,Cl,NO ₂ ,Br,NO ₃	0.05~50 mg/L	
(サプレッサ 陰イオン)	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。

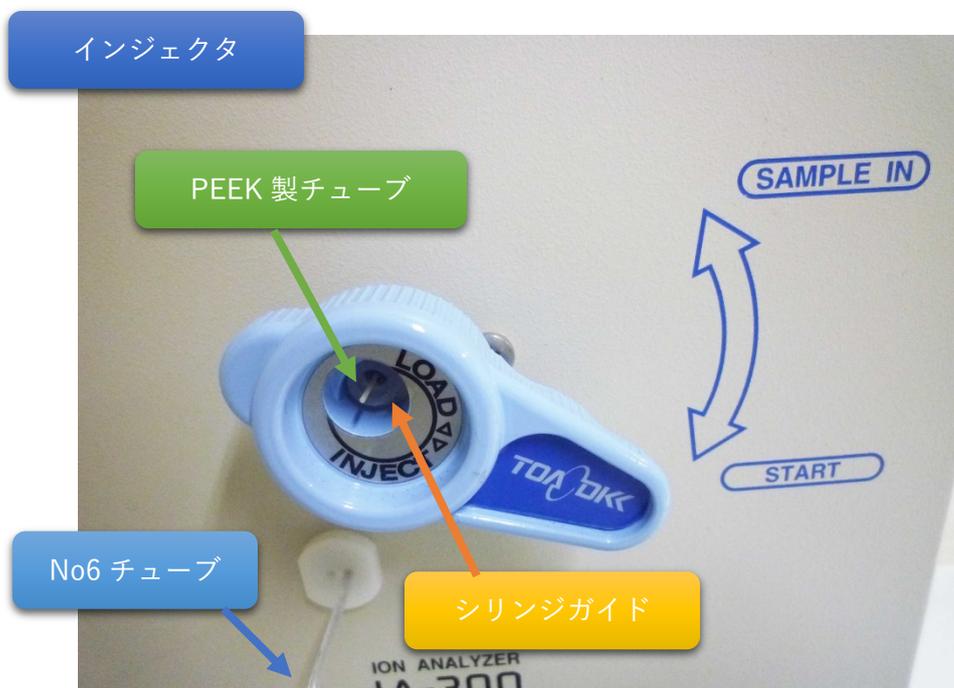
3.1. パソコンを使ってクロマトグラフのデータを取り出す場合は、GP-LOG システム画面の **スタート** ボタンが押された状態にする (**ストップ** に変わる)。

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。
- 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タンクに排出される。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、ディスポーザブルシリンジは、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、**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。

4.2. 使用簿に記録を残す。

4.3. 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。

4.4. 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。

4.5. 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 か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。