

EAI

## CE-440F 有機微量元素分析装置

CHN/O/S Elemental Analyzer

# 操作説明書

(簡易マニュアル)



 **Systems  
Engineering**

株式会社 システムズエンジニアリング

## 目次

1. はじめに.....	4
1-1 まえがき.....	4
1-2 安全についてのまとめ.....	4
1-3 測定原理.....	5
2. CE-440 操作手順.....	7
2-1 ヘリウムガスの確認.....	7
2-2 酸素ガスの確認.....	7
2-3 検出器通電確認.....	7
2-4 スタンバイモードの解除.....	7
2-5 電気炉温度設定の確認.....	8
2-6 装置の状態確認.....	8
2-7 自動モードの確認.....	9
2-8 パラメータの確認.....	9
2-9 ブランク測定.....	9
2-10 測定.....	12
2-11 終了.....	19
2-12 常時通電.....	19
3. SSI (Single Sample Using HA) モードの使い方.....	20
3-1 自動モードの変更.....	20
3-2 パラメータの確認.....	20
3-3 測定.....	21
3-4 連続測定時の割り込みと途中追加.....	25
4. 測定データのエキスポートとプリントについて.....	27
4-1 測定データのエキスポート.....	29
4-2 プリント.....	31
5. 電源投入手順.....	32
5-1 ヘリウムガスが供給された状態での確実に数分間程度の電源 OFF の場合.....	32

5-2	ヘリウムガスが供給された状態で、数分間以上、数日程度までの電源 OFF の場合.....	32
5-3	ヘリウムガス供給がストップした（配管等は接続されたままポンペを締めた）数日程度の電源 OFF の場合 .....	34
5-4	ヘリウムガス供給がストップした（配管等は接続されたままポンペを締めた）数日以上の電源 OFF の場合 .....	35
5-5	電源 OFF で、配管類も取り外した場合 .....	37
6.	ガスポンペ交換手順 .....	38
6-1	ヘリウムガスポンペの交換 .....	38
6-2	酸素ポンペの交換 .....	41
6-3	電源を落としてポンペを交換した場合.....	44
7.	CHN 測定用各種管類の交換手順 .....	47
7-1	還元管の交換.....	48
7-2	燃焼管の交換 .....	51
7-3	還元管と燃焼管の同時交換 .....	54
7-4	CO <sub>2</sub> トラップ管の交換 .....	55
7-5	水分トラップ管の交換 .....	57
7-6	スクラバー管の交換.....	59

## 1. はじめに

### 1-1 まえがき

本操作説明書は CE-440 有機微量元素分析装置の操作方法について、日常の CHN 測定における一般的な内容だけを抜粋して解説いたします。CHN 測定の詳しい内容、酸素分析、硫黄分析、メンテナンス方法等については別冊の取扱説明書をご参照いただけますようお願い申し上げます。

ご不明な点や記載事項についての質問、あるいはトラブル対応等については、以下にお問い合わせください。

### 株式会社システムズエンジニアリング

#### 本社

〒113-0021 東京都文京区本駒込 2-29-24  
パシフィックスクエア千石 9F  
TEL: 03-3946-4993 FAX: 03-3946-4983

#### 西日本営業所

523-0893 滋賀県近江八幡市桜宮町 294  
YP1 ビル 4F  
TEL: 0748-31-3942 FAX: 0748-31-3943

#### メール

info@systems-eng.co.jp

#### Web サイト

<http://www.systems-eng.co.jp>

### 1-2 安全についてのまとめ

事故を未然に防止するため、本文中の安全に関する警告及び注意事項は、必ず順守してください。

**「危険」:** これを守らない場合、死亡事故、重大なけが、装置の損傷が起こることを示します。

**「警告」:** これを守らない場合、死亡事故、重大なけが、装置の損傷が起こりうることを示します。

**「注意」:** これを守らない場合、軽いけが、装置の損傷が起こることを示します。

**「注」:** 危険性とは関係のない使用上の重要な指示です。これを守らない場合、装置の損傷や測定上の問題を生じます。

### 「危険」: 設置環境についての注意

CE-440 は防爆構造ではありません。設置場所の近くを可燃性ガス雰囲気等で爆発の危険性がある環境にしないでください。そのような環境になると爆発及び火災等の重大災害を誘発します。

### 「警告」: 取り扱い上の注意

CE-440 には高温の電気炉及びコイルヒーターが使用されており、火傷防止用の保護カバーが付属しています。カバー内の電気炉本体やコイルヒーターに直接触れると火傷しますので、測定中は必ず保護カバーをおろして使用してください。装置内部には電気回路がありますので、通電中に触ると感電します。通電中は本体カバーを外さないでください。

装置には各種の試薬が使用されています。試薬の取扱いは説明書記載の注意事項を順守してください。順守しない場合、薬害や環境汚染等を生じます。

### 「注意」: 電源再投入時の注意

CE-440 には検出器を損傷から保護するため検出器安全回路が組み込まれています。検出器内に空気(酸素)が混入した状態で検出器のフィラメントに電気が流れるとフィラメントが焼き切れます。キャリアーガスのヘリウム中に空気等が混入し、対になったフィラメントの電圧に 450mV 以上の不均衡が生じると安全回路が作動し自動的に電源を落とします。またシステム電源投入時にも検出器には同時に電気が流れないようにしています。検出器に電気を流すには装置本体前面にある検出器リセットボタンを押さなければなりません。リセットボタンを押す前に必ずヘリウムガスだけでブランク測定を数回行ってください。

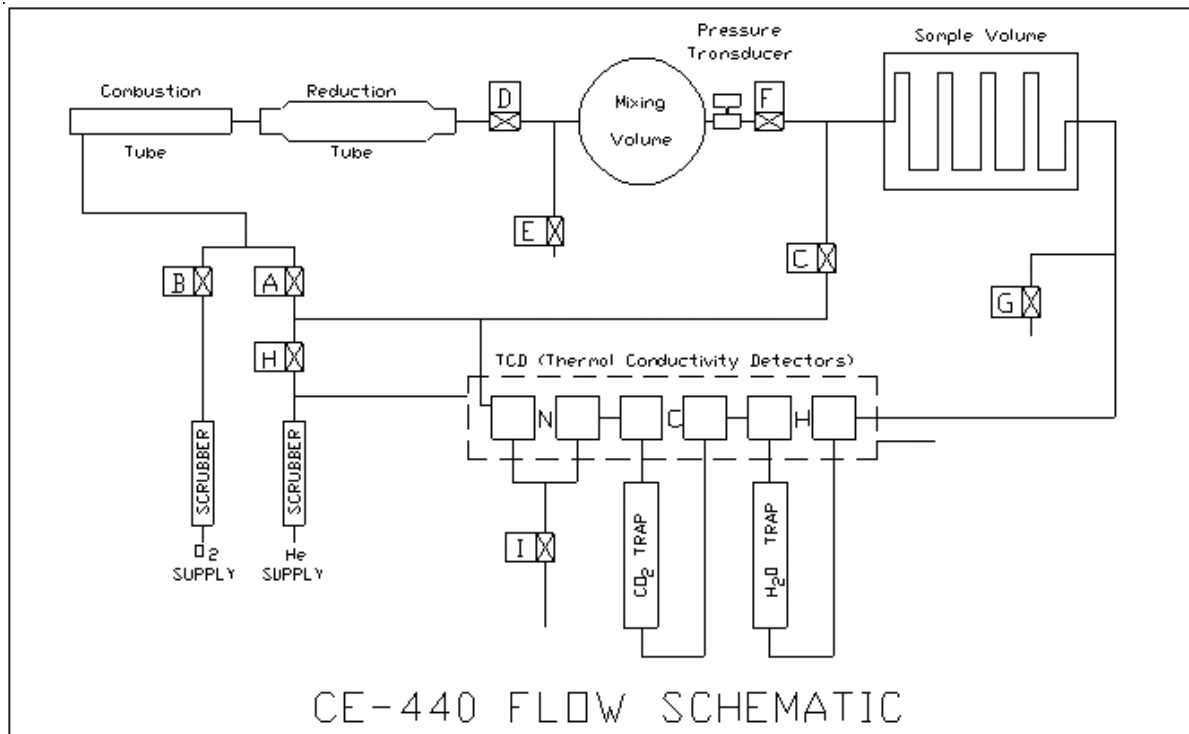
### 「注」: 常時電源 ON の推奨

通常は装置の状態を安定させ、消耗品の劣化を防ぐため、常時通電されることを推奨します。

## 1-3 測定原理

CE-440 は有機・無機化合物中の炭素、水素、窒素の含有量を測定します。秤量された試料は静的な純酸素雰囲気中で燃焼されます。通常は 1-3mg 程度の試料量ですが、炭素含有量の低いものは最大で 500mg(手動モード)まで燃焼させることが出来ます。酸素と硫黄は変換キットを使用して別に測定します。

装置内燃焼系と検出器ユニットの模式図を以下に示します。ヘリウムガスをキャリアーとパージ用として使用します。A から G のソレノイドバルブにより燃焼ガスが制御されます。H と I のバルブはリークテストとメンテナンス用です。



試料を入れた容器は手動または自動で横型燃焼管 (Combustion Tube) へ導入され、純酸素雰囲気中で完全燃焼されます。燃焼温度はスズカプセルを使用すると発熱反応により  $1800^{\circ}\text{C}$  以上となります。燃焼ガスは管内に充填されているタングステン酸銀／酸化マグネシウム／酸化銀等の試薬各層を通り、ハロゲン、イオウ、リン等が取り除かれ  $\text{CO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{N}_2$  及び窒素酸化物となります。さらに還元管 (Reduction Tube) を通過することで、窒素酸化物は  $\text{N}_2$  に還元され、余分な酸素が取り除かれます。

その後、燃焼ガスは Mixing Volume へ送られ恒温恒圧 ( $80^{\circ}\text{C}$ 、2 気圧) 下で均一化されます。一定時間経過後に Sample Volume を通過させて常圧に戻します。そして 3 組 6 対の熱伝導度検出器 (TCD Detector) に送り込まれ、最初に  $\text{H}_2\text{O}$  が TRAP で除去されて、その差が水素量として検出され、次に  $\text{CO}_2$  が TRAP で除去されて、その差が炭素量として検出されます。最後に残った  $\text{N}_2$  がヘリウムリファレンスとの差で窒素量として検出されます。

## 2. CE-440 操作手順

※通常は装置の状態を安定させ消耗品の劣化を防ぐため、**電源は常時 ON** のままです。  
(もし電源が OFF の場合は「電源投入手順」に従って投入してください。)

### 2-1 ヘリウムガスの確認

**ヘリウムガス**の残量と供給圧を確認します。(ストップバルブは通常 OPEN のままです。)

- ① 高圧側のポンベ圧が **2MPa** 以上あるか確認してください。(2MPa 以下の場合はポンベを交換してください。「6.ガスポンベ交換手順」に従ってください。)
- ② 低圧側の供給圧が **0.12±0.01MPa** になっているか？(圧が変わっていたら圧力調整ハンドルを回して指定の圧に調整します。)

### 2-2 酸素ガスの確認

**酸素ガス**の残量と供給圧を確認します。(ストップバルブは通常 OPEN のままです。)

- ① 高圧側のポンベ圧が **2MPa** 以上あるか確認してください。(2MPa 以下の場合はポンベを交換してください。「6.ガスポンベ交換手順」に従ってください。)
- ② 低圧側の供給圧が **0.14±0.01MPa** になっているか確認してください。(圧が変わっていたら圧力調整ハンドルを回して指定の圧に調整します。)

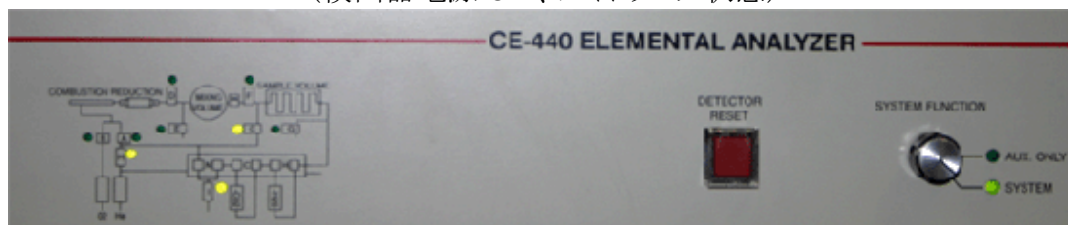
### 2-3 検出器通電確認

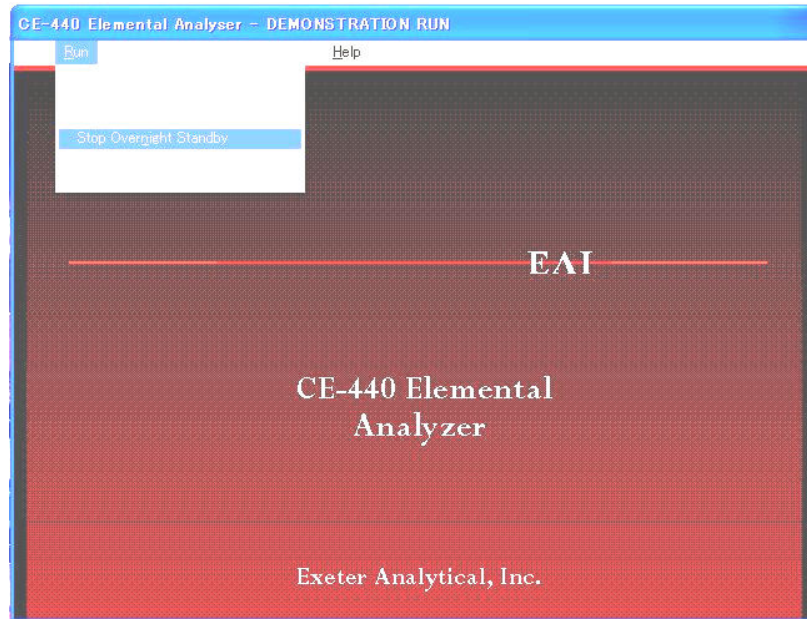
検出器リセット (DETECTOR RESET) ボタンが**消灯**していることを確認してください。  
(**点灯**している場合は「電源投入手順」に従ってください。)

### 2-4 スタンバイモードの解除

PC モニターに CE-440 ソフトウェアのメイン画面が表示されていますので、「Run」→「Stop Overnight Standby」をクリックして通常のアイドリング状態に戻します。装置前面のフローダイアグラムで H、C、I のバルブランプが点灯しているか確認してください。(スタンバイモードでは I バブルが消灯します。)

(検出器電源 ON、アイドリング状態)





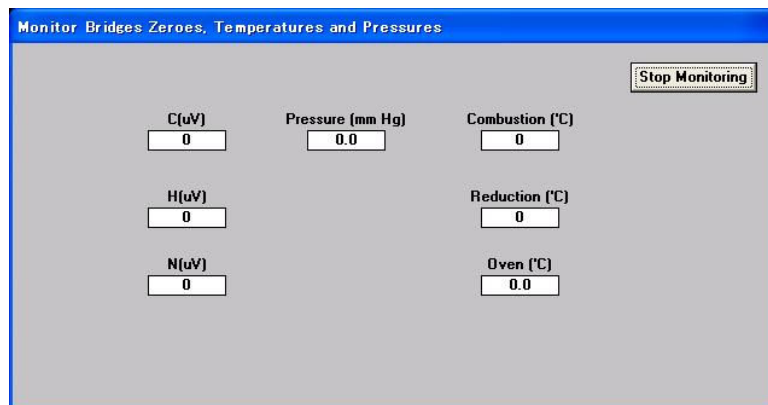
## 2-5 電気炉温度設定の確認

装置前面の燃焼炉 (**COMBUSTION**) の温度設定が「**980°C**」、還元炉 (**REDUCTION**) の温度設定が「**620°C**」になっているかします。(装置未使用時は電気炉の温度を下げられます。)

電気炉の温度を下げていた場合は、それぞれの温度設定を上記に戻します。設定温度に上昇するまで数十分かかります。昇温中はそれぞれオレンジの「**STANDBY**」ランプが点灯し、設定温度になると緑色の「**READY**」ランプが点灯します。(もし赤色の「**CHECK**」ランプが点滅していたら弊社までご一報願います。)

## 2-6 装置の状態確認

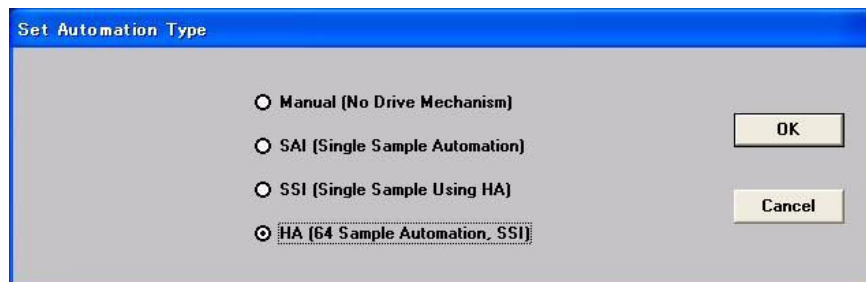
装置の状態は、メイン画面から「**Service**」→「**Bridges**」をクリックすると、三つ (C、H、N) の検出器の電圧、装置圧力、それから三つの温度 (燃焼炉、還元炉、オーブン) がモニターできます。





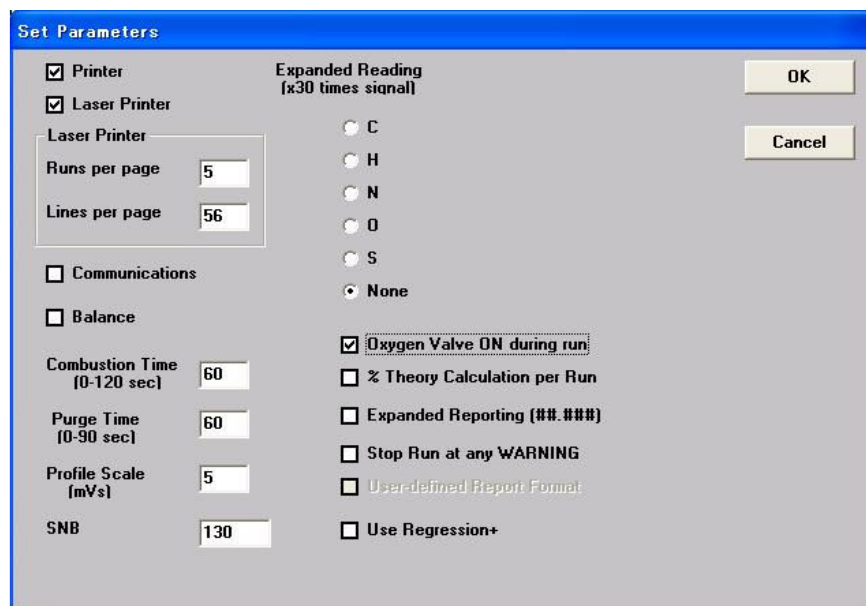
## 2-7 自動モードの確認

自動測定モードの確認をするため、「Customize」→「Set Automation Type」をクリックします。以下の画面が表示されますので、「HA (64 Sample Automation, SSD)」が選択されているかを確認して、OK をクリックします。(もし他が選択されていたら「HA (64 Sample Automation, SSD)」を選択して OK をクリックします。)



## 2-8 パラメータの確認

次に測定条件の設定を確認するため、「Customize」→「Set Parameters」をクリックします。以下の画面が表示されますので、画面通りの設定になっていることを確認したら OK をクリックします。(もし設定が異なっていたら以下の画面の通りにしてください。)



※プリンターの設定はそれぞれのメーカー及び機種により異なります。

## 2-9 ブランク測定

パラメータの確認が終わったら、ブランク測定を行います。

- ① メインメニューから「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックすると、「Is this a new run?」と聞いてきますので、「Yes」(または「はい」)をクリックします。
- ② 「Carbon,Hydrogen,Nitrogen Run」という以下の画面が現れますので、「Enter Data」ボタンをクリックします。

Carbon, Hydrogen, Nitrogen Run

Enter the Ks and blanks automatically? Enter Data

Message text for run series

Cancel

Delay Start of Run ?  No  Yes

- ③ 以下のような画面が現れますので、「Weight」欄で Enter キーまたは Tab キーを押すと自動的に「0.0」と入力され、「ID」の欄でもう一度いずれかのキーを押すと自動的に「blank」と入力され、「Sealed」の欄がハイライトされますので「No」のままもう一度いずれかのキーを押します。同じことを2回繰り返してください。以下の画面のように3行入力されましたら、「Start Run」をクリックします。

**「注」:** もし数日以上測定していなかった場合は、ブランク測定の回数を増やしてください。(5回以上にすることをお勧めします。)

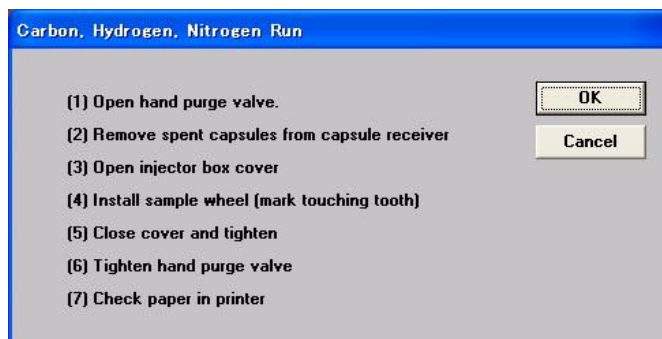
Carbon, Hydrogen, Nitrogen Run

Samples to run - 3

Run	Counter	Weight	ID	Sealed
1	123	0.0	blank	No
2	124	0.0	blank	No
3	125	0.0	blank	No
4	126			
5	127			
6	128			
7	129			
8	130			
9	131			
10	132			
11	133			
12	134			
13	135			
14	136			
15	137			
16	138			
17	139			
18	140			
19	141			
20	142			

Start Run  
Cancel  
Insert Row  
Delete Row

④ 以下の画面が表示されますが、何もしないでそのまま「OK」をクリックします。



**「注」:** もしハンドパージバルブ、カプセルレシーバー、インジェクターボックス、あるいは SSI プラグ等のいずれかが開いていると強制パージが出来ずエラーメッセージが表示されることがあります。念のためそれぞれがすべて締められているか確認することをお勧めします。

⑤ 3 分間の強制パージ後、自動的にブランク測定が始まります。以下のような画面が表示され測定の進行状況が画面上でも確認できます。

He Scrub	O2 Scrub	C-Trap	H-Trap	Comb-Tube	Red-Tube	Oxygen
138	138	138	138	138	138	ON

Counter	139
Run	1
Weight	0
ID	blank
Sealed	No
BC	171
BH	932
BN	20
KC	21.92
KH	68.49
KN	7.97
PT	60
CT	60

Elapsed Time	Comb. Temp	Red. Temp	Oven Temp	Pressure
00:00	IC	IC	IC	-22 mmHg

- ⑥ ブランク測定が終了すると、結果が画面に表示されますので、BC=、BH=、BN=の値をそれぞれ確認してください。

**「注」:ブランク規定値**

**BC が 200 カウント以下**

**BH が 1000 カウント以下**

**BN が 200 カウント以下**

で**安定していれば**正常ですので、試料の測定に進みます。

もし 3 回目のブランク値が規定値より高い場合や安定していない場合は、もう一度①の手順からブランク測定を再度行ってください。それでも値が規定値以下にならない場合は、弊社までご連絡ください。

**「注」:フィルタイムの規定値**

またフィルタイム(FT)の値が **30-40**の間になっているかも確認してください。

**FT が 30 よりも低い場合はヘリウムの供給圧を少し下げてください。**

**FT が 40 より高い場合はヘリウムの供給圧を少し上げてみてください。**

## 2-10 測定

- (1) まずキャリブレーション用の標準試料(アセトアニリド)の秤量をします。通常は捨て焼き用に 2 個、キャリブレーション用に 2 個で、合計 4 個を約 2mg ずつ秤量します。(±20%程度なら問題ありません。)

試料容器には 4mm または 2.9mm 径のスズカプセルを使用します。また、秤量後のスズカプセルは上部をピンセット等で軽く閉じて平らにします。そしてニッケル製のスリーブに入れます。この時に平らにした口の部分がスリーブの内径(5mm)いっぱいまで広がって、引っ掛かるようにしてください。

2.9mm のスムーズスズカプセルはオプションのシーラーを使用して、1 段締めにするとうちょうどスリーブの内径いっぱいになりますので便利です。(但し 2 段締めして完全に密閉しないように注意してください。「揮発性液体試料のシール方法」もご参照ください。)

5mm 以上の径のカプセルも使用可能ですが、その場合は適切に折りたたんでニッケルスリーブにピッタリと入るようにしてください。

**「注」:** 数日以上測定していなかった場合は、捨て焼きを数回増やしてください。

- (2) 次に測定試料の秤量をしてください。(試料量は 2mg 前後で、同一試料を繰り返し測定する場合はそれぞれの秤量値が±20%以内に収まるようにすることをお勧めします。)また、通常 1 回の連続測定では 59 検体(最大 64 検体)までです。  
測定試料の容器はキャリブレーション用の標準試料やブランク測定時の空カプセルと同じものを使用して、上記の通りニッケル製のスリーブに入れます。

- (3) 試料測定を開始します。

- (4) メインメニューから「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックすると、「Is this a new run?」と聞いてきますので、「Yes」(または「はい」)をクリックします。
- (5) 「Carbon,Hydrogen,Nitrogen Run」という以下の画面が現れますので、「Enter Data」ボタンをクリックします。「Message text for run series」のテキストボックスに今回の連続測定全体についての名称も入力できますので必要あれば入力します。

- (6) 「Sample to run - xx」という以下のような画面が現れますので、連続測定する試料情報を入力します。

Run	Counter	Weight	ID	Sealed
1	129	2000.0	cond	No
2	130	0.0	blank	No
3	131	2000.0	cond	No
4	132	2012.0	STD1	No
5	133	1997.0	STD1	No
6	134	2023.0	sample1	No
7	135	2017.0	sample2	No
8	136	2009.0	sample3	No
9	137	1994.0	sample4	No
10	138	0.0		No
11	139			
12	140			
13	141			
14	142			
15	143			
16	144			
17	145			
18	146			
19	147			
20	148			

- (7) 「Run」の 1 行目は、標準試料での捨て焼きですので「Weight」欄に 2000.0(μg 単位、実際の秤量値でも結構です)、「ID」の欄に「cond」(捨て焼き:conditioner の略)と入力します。「Sealed」の欄は「No」にします。
- (8) 「Run」の 2 行目は、カプセルブランクを測定します。空のスズカプセルをニッケルスリーブに入れたものを測定します。このカプセルブランクが検量線用のブランク値として採用されます。「Weight」欄で Enter キーまたは Tab キーを押すと自動的に「0.0」と入力され、「ID」の欄でもう一度いずれかのキーを押すと自動的に「blank」と入力され、「Sealed」の欄でも同様にキーを押すと自動的に「No」と入力されます。
- (9) 「Run」の 3 行目は、再度捨て焼きをします。キャリブレーション時のブランク測定の後には必ず捨て焼きを行います。「Run」の 1 行目と同じ入力を行います。
- (10) 「Run」4 行目と 5 行目は、標準試料を測定してキャリブレーションを行います。「Weight」欄にはそれぞれの秤量値を正確に入力します。「ID」の欄には 4 行目も 5 行目も同じく必ず「STD1」と入力してください。(ソフトウェアにアセトアニリドの既知の濃度が予め STD1 として入力してあります。)  
「Sealed」の欄は「No」にします。

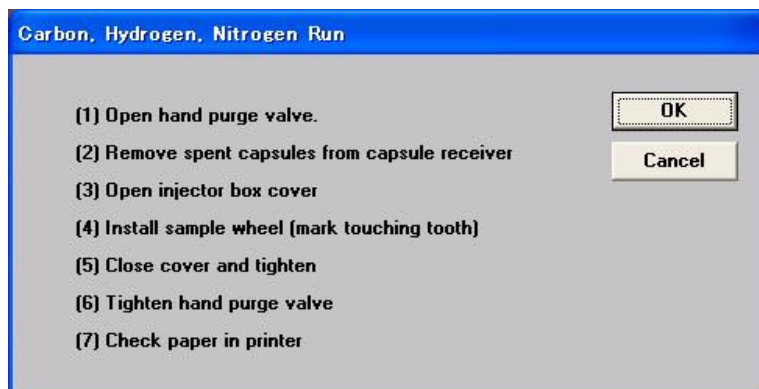
**【注】: 標準試料の「ID」は繰り返し回数にかかわらず必ず「STD1」と入力してください。**  
CE-440 のソフトウェアには予め以下の 5 種類の標準試料の値が登録されています。

ID	標準試料名	炭素 Carbon	水素 Hydrogen	窒素 Nitrogen	酸素 Oxygen	硫黄 Sulfur
STD1	アセトアニリド Acetanilide	71.09%	6.71%	10.36%	11.84%	
STD2	安息香酸 Benzoic acid	68.85%	4.95%		26.20%	
STD3	s-ベンジルチウロニウム クロリド s-Benzylthiuronium chloride	47.40%	5.47%	13.82%		15.82%
STD4	シスチン Cystine	29.99%	5.03%	11.66%	26.63%	26.68%
STD5	ステアリン酸 Stearic acid	75.99%	12.79%		11.22%	

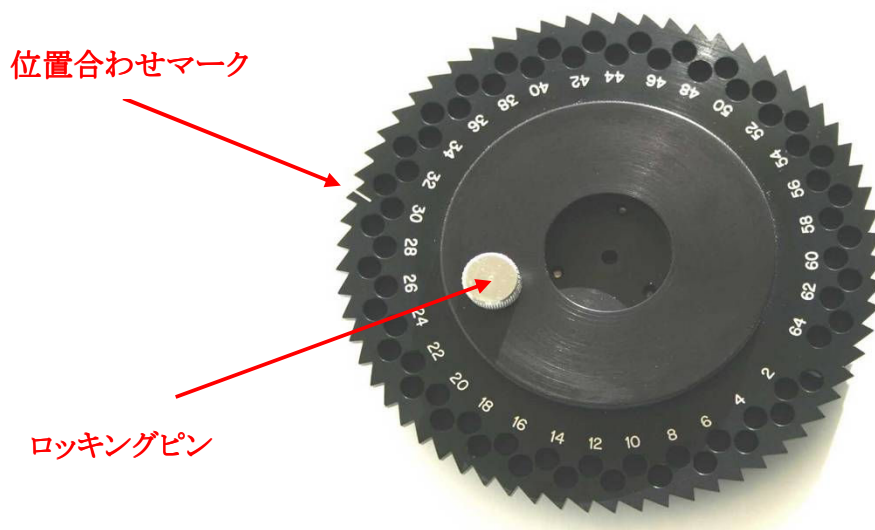
標準試料は測定試料の組成や分子構造と近いものを選択することをお勧めします。  
標準試料を変更した場合は必ず「ID」も変更してください。  
尚、上記以外の標準試料を使うこともできます。詳しくは取扱説明書をご参照ください。



- (11) 「Run」6 行目以降は、測定する試料の秤量値を正確に入力します。「ID」の欄には試料名等を任意の英数文字で入力してください。「Sealed」の欄は「No」にします。測定する試料の重量入力が終わりましたら「Start Run」ボタンをクリックします。以下の画面が表示されます。

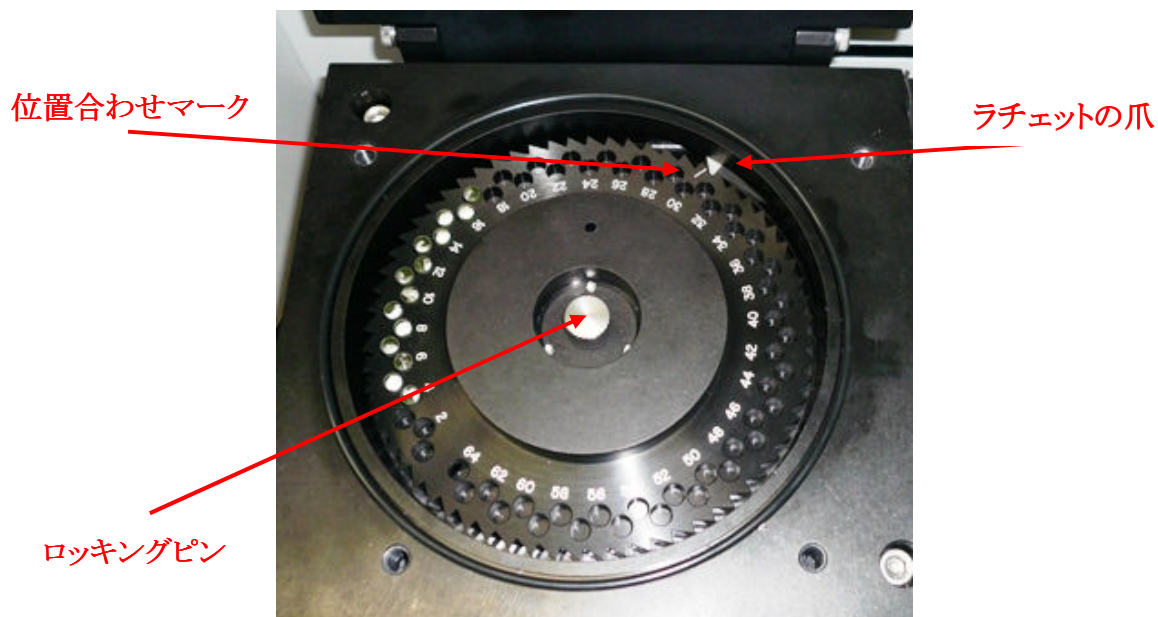


- ① **ハンドパーズバルブ**を緩めてインジェクターボックス内の He ガス圧を下げます。
- ② **カプセル受容器**を開けて前回測定時のニッケルスリーブと燃焼残渣等を取り除きます。蓋を元通り取り付けて 2 ヶ所のネジを締めます。
- ③ **インジェクターボックス**のカバーを開けます。**サンプルホイール**を取り出して直ぐに**カバー**を閉じます。  
**ロッキングピン**を以下の写真の位置にある穴に差し込み、ホイール部を手でまわしてロック位置を探しロックします。(ゼロ位置合わせとなります。)



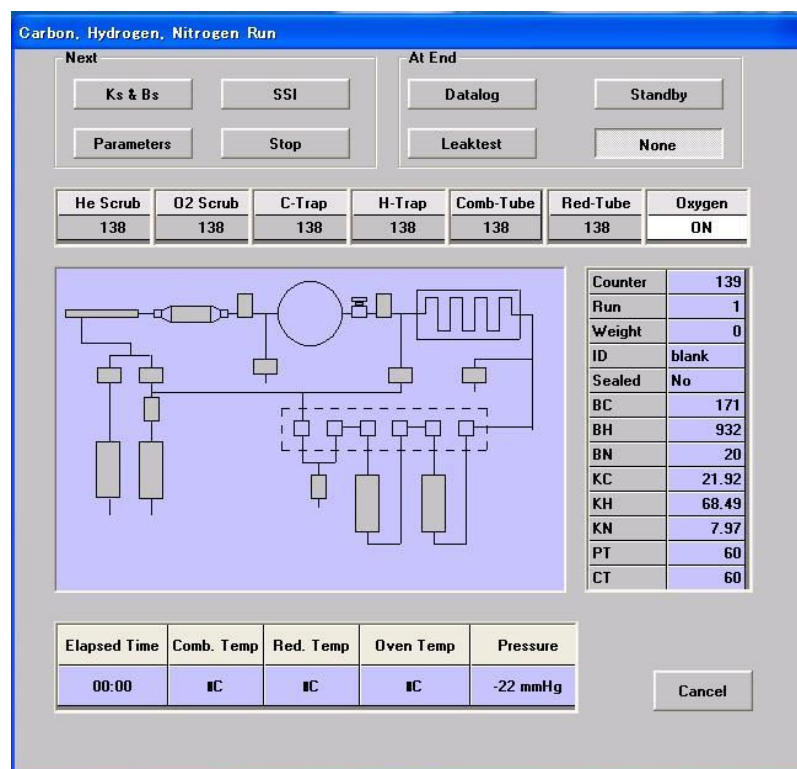
次に「Sample to run - xx」で入力した通りの順番で測定試料をホイールの穴に並べます。(必ずスズカプセル等の試料容器をニッケル製のスリーブに入れてから、ホイールの穴にセットしてください。)

- ④ 並べ終わったら挿入部のカバーを開けてサンプルホイールを取り付けます。取り付ける際に位置合わせマークが挿入部のラチェットの爪の左側になるようにします。(この位置以外ではきちんとはまらないようになっています。)最後にロッキングピンを中央の穴に戻します。またカバーのOリングが汚れていないか、溝にきちんとはまっているかも確認してください。



- ⑤ 挿入部のカバーと閉じて 4 ヶ所のネジを締めます。均等になるように交互に少しずつ締めてください。
- ⑥ ハンドパーズバルブを締めます。
- ⑦ プリンターに用紙があるか確認します。
- (12) 「OK」をクリックすると、3 分間の強制パージ後にフローダイアグラムのある以下のような画面が表示され、測定が始まります。





測定結果は画面上に表示され、パラメータ設定画面で設定した回数毎にプリンターからも出力されます。

全測定が終了すると、装置はアイドル状態となります。

### 一般的な測定の順番

- ① 捨て焼き (cond)
- ② カプセルブランク (blank) : キャリブレーション用ブランク (空のカプセル)
- ③ 捨て焼き (cond)
- ④ 標準試料 (STD1) : キャリブレーション用
- ⑤ 標準試料 (STD1) : キャリブレーション用
- ⑥ 以降、測定試料

\* 連続して 10 回以上の測定をする場合は、標準試料 (STD1) の測定を 10 回毎に入れると感度の確認と補正ができます。

**【注】:** 数日以上測定していなかった場合は、最初の捨て焼きを数回増やしてください。(3 回以上をお勧めします。)

**【注】:** 連続測定の最後を STD1 とブランクで終了させると、直線回帰プログラムの利用が可能となります。詳しくは「取扱説明書」をご参照ください。

**【注】:** 液体試料をシールする場合や窒素含有量の少ない試料を測定する場合以下の手順をご参照ください。

### ●揮発性液体(または吸湿性)試料のシール方法

- ・オプションのシーラーを使います。



- ・試料容器は必ず P/N:6703-0418 の 6x2.9mm スズカプセル(スムーズ)をご使用ください。
- ・シーラー中央部のカプセル用の穴に天秤でゼロ合わせしたスズカプセルを置きます。
- ・シリンジ等で液体試料をカプセルに注入し、直にシーラーのハンドルを左側に 2 段倒して完全に密封します。
- ・カプセル上部のシールした部分が取れないように注意して、秤量しニッケルスリーブに入れます。
- \* キャリブレーションに使用する **blank と標準試料も必ずシールしてください。**

### ●窒素含有量の少ない試料を測定する場合

測定試料の組成や分子構造に近い標準試料を採用することをお勧めしますが、窒素含有量の少ない標準試料の入手が困難な場合は、**安息香酸(Benzoic Acid)**を標準的なアセトアニリドの窒素blankの補正に利用します。以下の通りの測定順番でキャリブレーションしてください。

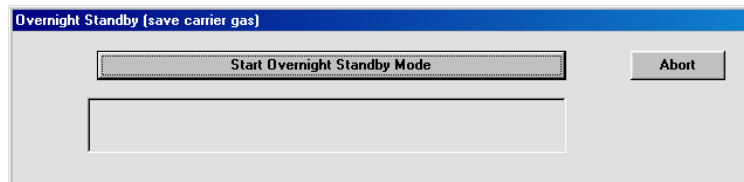
- ① 捨て焼き(cond) : アセトアニリド
- ② 捨て焼き(cond) : アセトアニリド
- ③ カプセルblank(blank) : キャリブレーション用blank(空のカプセル)
- ④ オーガニックblank(blank) : カプセルに**安息香酸**を入れる
- ⑤ 標準試料(STD1) : キャリブレーション用(アセトアニリド)
- ⑥ 標準試料(STD1) : キャリブレーション用(アセトアニリド)
- ⑦ 以降、測定試料

\* 通常のカプセルblankの BC と BH を採用し、BN だけはオーガニックblankとして安息香酸の BN が採用されるます。(オーガニックblankの BC と BH はblank採用の閾値よりも高くなるので更新されず、BN だけが更新されます。)

\* 窒素を含まない試料の場合は安息香酸を標準試料とし、Kファクターの ID を、「STD2」へ変更してください。

## 2-11 終了

その日の作業を終了する場合は、メイン画面で、「Run」→「Overnight Standby」をクリックすると以下が表示されますので、「Start Overnight Standby Mode」ボタンをクリックします。



スタンバイモードになると、装置前面のフローダイアグラムの I バルブが消灯し、サンプルボリュームから検出器間をヘリウムガスで満たされた状態で密閉されます。ヘリウムガスを節約できます。

## 2-12 常時通電

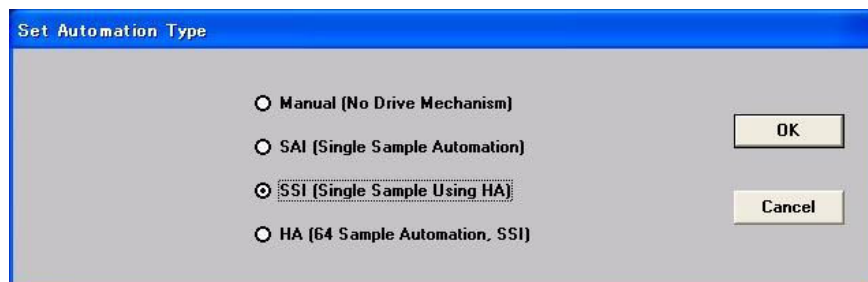
通常は装置の状態を安定させておくため、CE-440 本体、CE-490 インターフェース、及び PC はそのまま電源を入れた状態にしておいてください。

### 3. SSI (Single Sample Using HA) モードの使い方

64試料連続自動測定装置、HA (Horizontal Automation) が設置された状態でも、サンプルホイールを使用せず1回毎手動で試料を追加することができます。

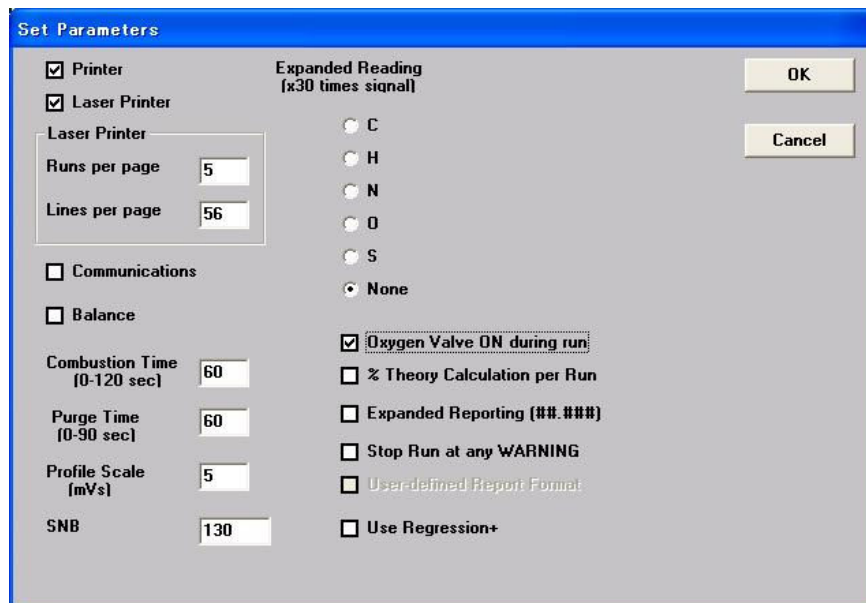
#### 3-1 自動モードの変更

メインメニューの「Customize」→「Set Automation Type」をクリックします。以下の画面が表示されますので、「SSI (Single Sample Using HA)」を選択して、OK をクリックします。



#### 3-2 パラメータの確認

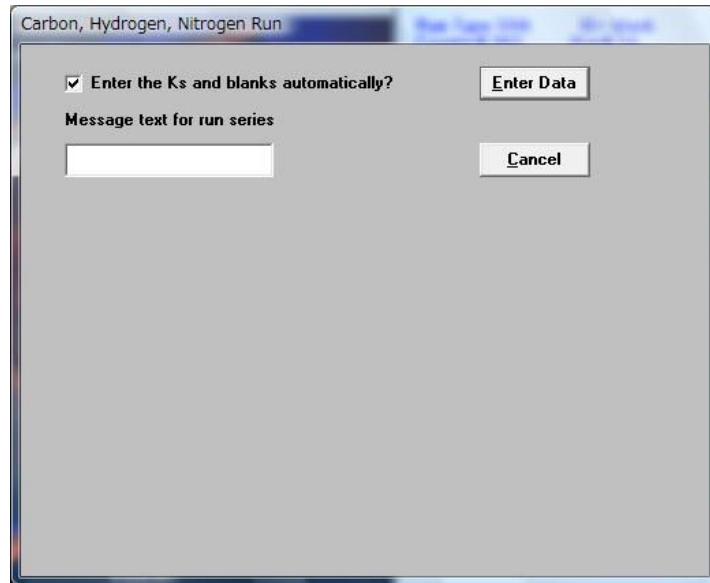
測定条件の設定を確認するため、「Customize」→「Set Parameters」をクリックします。以下の画面が表示されますので、画面通りの設定になっていることを確認したら OK をクリックします。(もし設定が異なっていたら以下の画面の通りにしてください。)



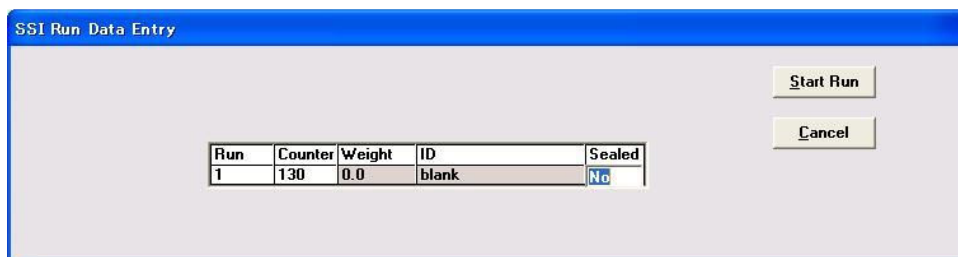
**「注」:** 目的に応じて測定条件の変更も可能ですが、変更された項目は自動的に保存されますので、次回通常測定をする前に必ず上記画面の通りの標準設定に再度変更し直すことを忘れないようにしてください。

### 3-3 測定

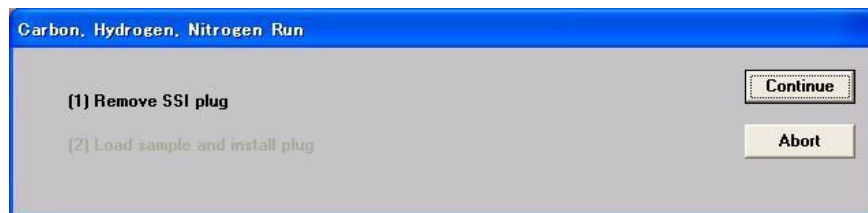
通常のブランク測定または試料測定を行う場合と同じ手順ですが、メインメニューから「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックすると、以下の画面が表示されますので、「Enter Data」ボタンをクリックします。「Message text for run series」のテキストボックスに今回の測定、または SSI モードで続けて測定する場合の全体の名称を任意に入力できますので、必要に応じて入力してください。



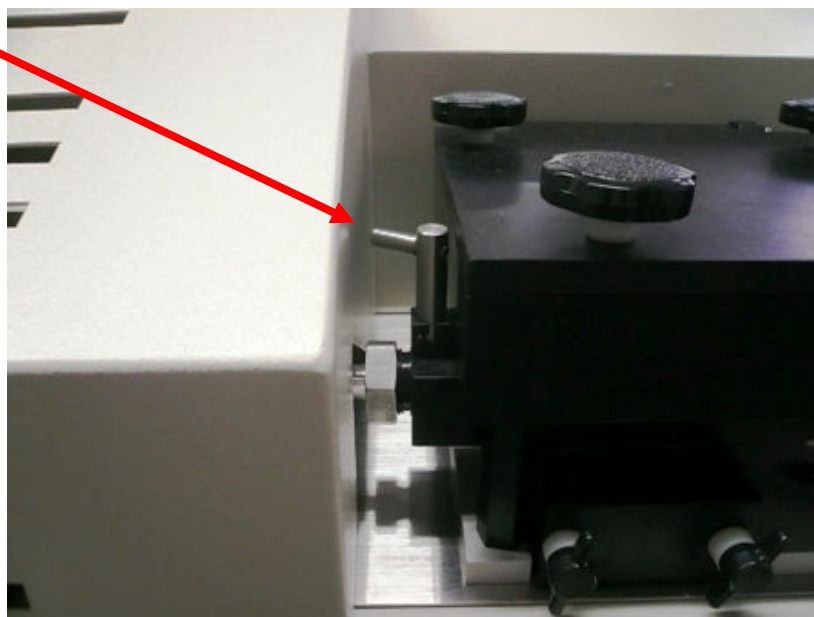
「Enter Data」をクリックすると以下の通り、1 試料だけの重量入力画面が表示されますので、試料重量、ID 名、密閉の有無を入力してください。



入力が終わりましたら「Start Run」をクリックします。すると以下の画面が表示されますので、「SSI plug」を取り外します。



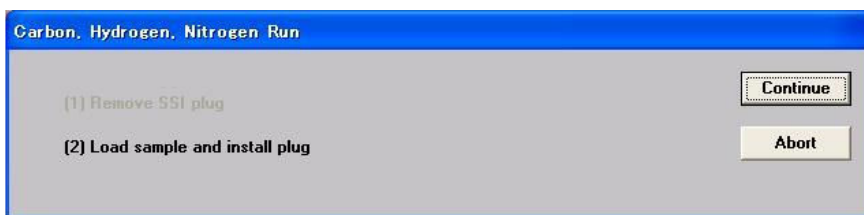
「SSI plug」は以下の写真で矢印が示す部分です。



「SSI plug」を少し左に回して上に引き上げます。



「SSI plug」を取り外したら、「Continue」をクリックします。すると以下の画面が表示されます。



スズカプセルを入れたニッケルスリーブをピンセットでつまんで、上記写真の試料挿入口に落とします。

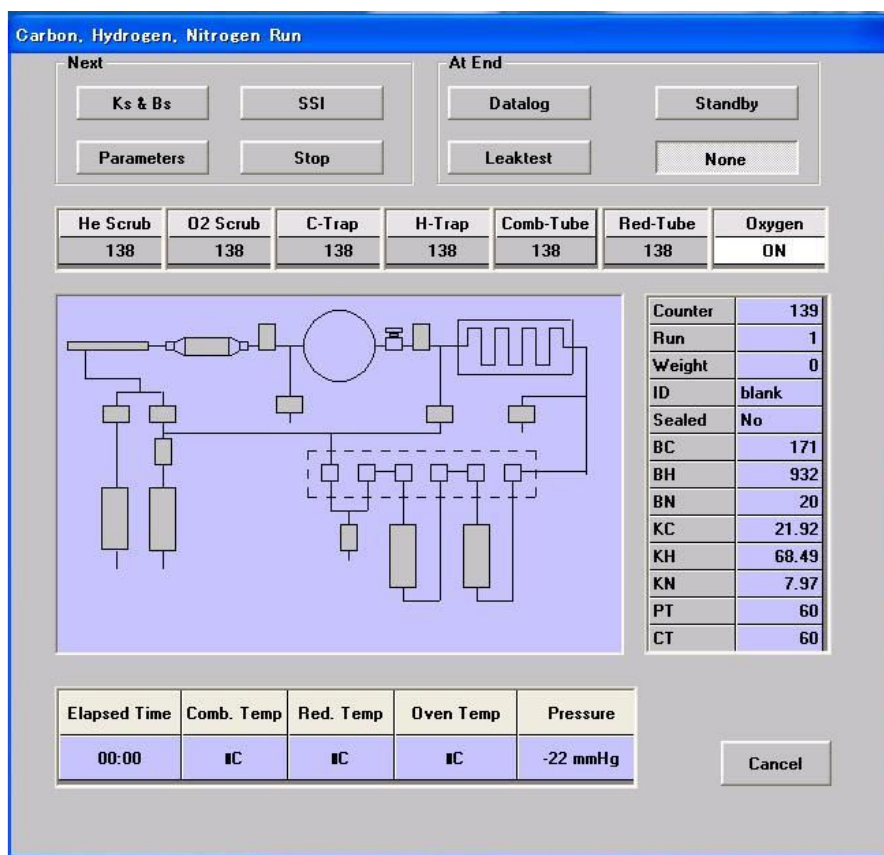
**【注】** ニッケルスリーブが一番下の石英ラドルまで落ちているか必ず目視で確認してください。変形したスリーブの場合、途中で引っかかってラドルまで落ちていないことがあります。また落ちたスリーブがラドルの上で横に倒れているかも確認してください。スリーブの向きは左右どちらでも構いません。スリーブが立ったままでもラドルにちゃんとのっっていれば問題はありませんが、目視では確認し難いので念のため横に倒しておくことをお勧めします。

試料の挿入が終了したら、「SSI plug」を元に戻します。「SSI plug」のツマミ部分を左側にして前後のツメを挿入口の溝に合わせてまっすぐ下に止まるまで押し込んで、最後に右側(時計回り)に止まるまで回して締めます。必ずきちんと締まっているか確認してください。

次に「Continue」をクリックすると、通常の連続測定と同じ以下の画面が表示され測定が始まります。

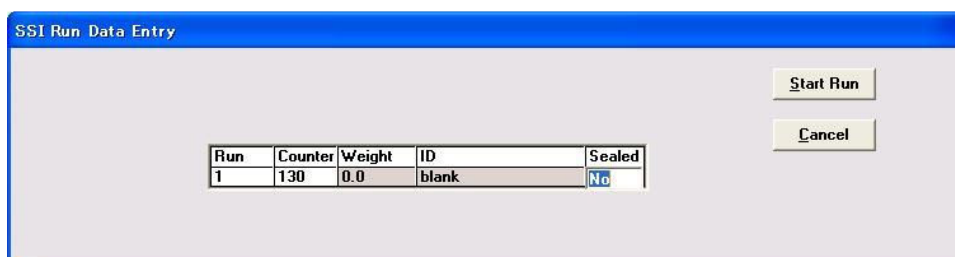
SSI モードでの測定時間は、その都度燃焼系全体をパージするため、通常の連続測定時の 1 回の時間よりも約 1 分間長くなります。





測定が終了すると測定結果が画面に表示され、パラメータ設定画面で設定した回数毎にプリンターからも出力されます。

続いて画面上に以下の重量入力画面が表示されて待機状態となります。



同じ手順で1試料毎の測定を繰り返して行うことができます。

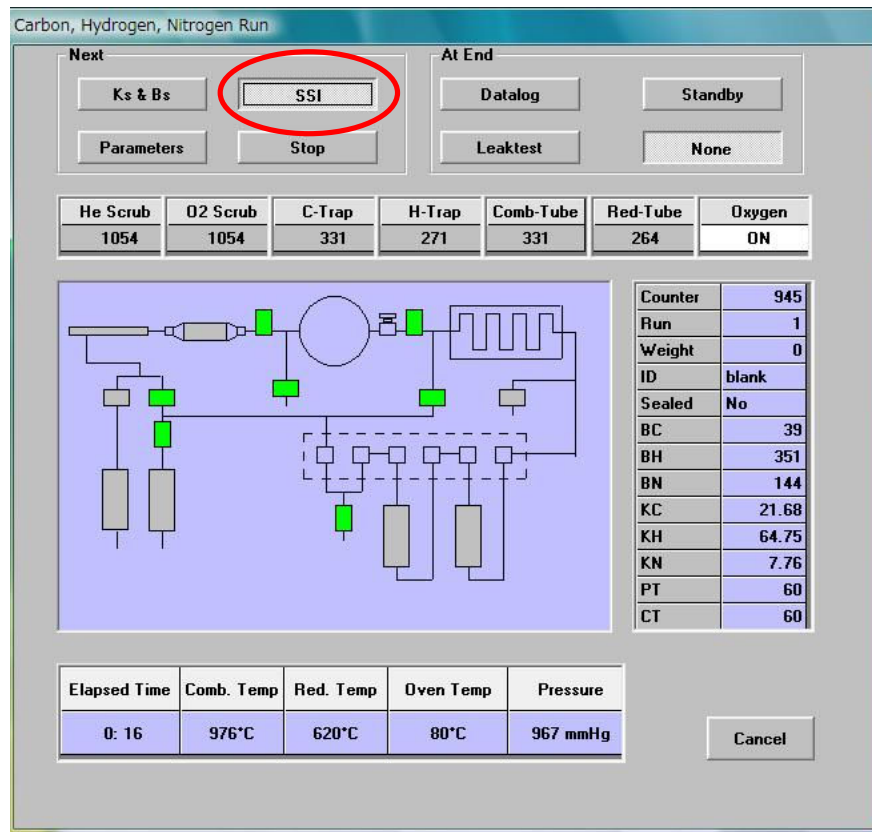
Cancel をクリックするとメインメニューに戻ります。



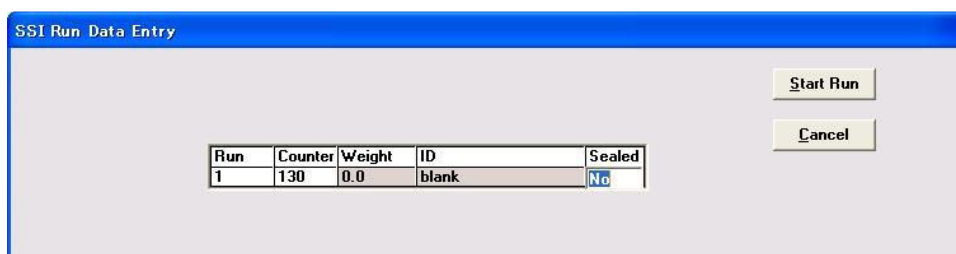
### 3-4 連続測定時の割り込みと途中追加

通常の連続測定中に途中で1試料ずつ割り込みしたり、連続測定終了後にサンプルホイールを使用しないで SSI 試料挿入口から1試料ずつ任意の試料数を追加したりすることもできます。

次に割り込みしたい測定中または連続測定最後の測定中に、表示画面左上の「Next」ボックス内の「SSI」ボタンをクリックして押した状態にすると、次の測定が1回だけ SSI モードになります。



現在の測定が終了すると、以下のような 1 試料だけの入力画面が表示されますので、割り込み追加する試料の重量、ID 名、密閉の有無を入力してください。



後は「3-3 測定」に記載の SSI 測定手順に従って測定してください。

続けて SSI モードで測定する場合は、測定中に再度画面左上の「SSI」ボタンをクリックして押した状態にしておいてください。さらに連続して SSI モードを追加するには毎回同様に「SSI」ボタンをクリックしなければなりません。

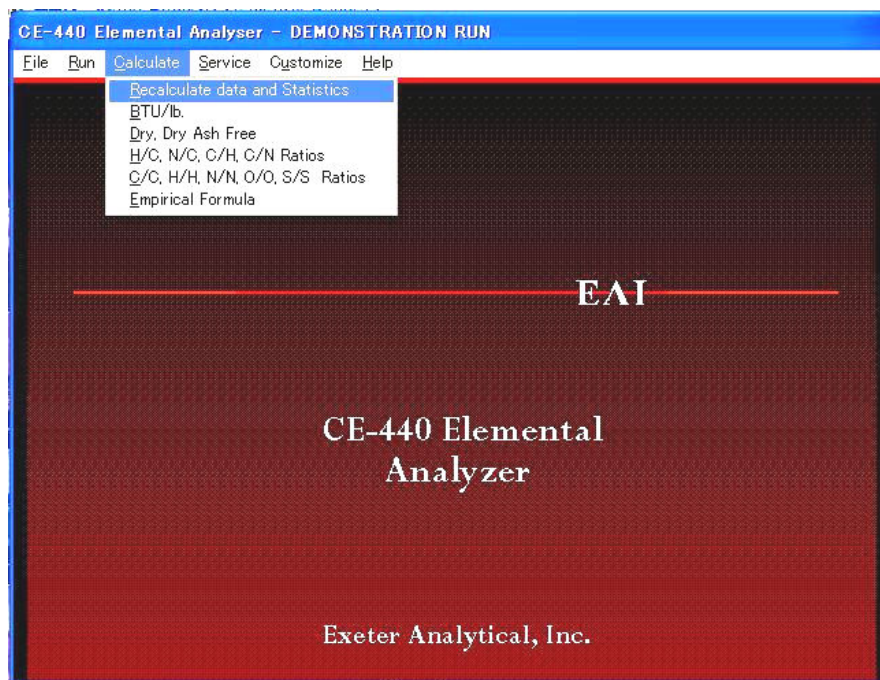
測定中に「SSI」ボタンを押さなければ連続測定中は割り込んだ後のサンプルホイールの試料から連続測定が再開します。

連続測定の最後に SSI モードを追加した場合は測定が終了すれば通常のアイドリングモードになります。

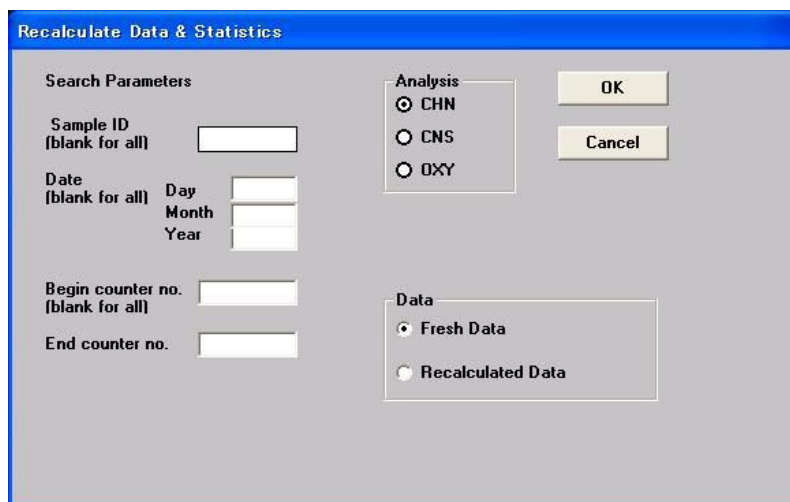
#### 4. 測定データのエクスポートとプリントについて

測定したデータを後から必要なデータだけをプリントしたり、テキスト形式や CSV 形式のファイルにエクスポートして他の PC で利用したりすることができます。

測定後に必要なデータだけを CE-440 ソフトウェアのデータベースから選択して表示させるには、メインメニューの Calculate(計算)から、サブメニューの Recalculate data and Statistics(再計算と統計)を選択します。



以下の画面が表示されます。



表示させたいデータの検索条件を入力します。指定可能な条件は以下の通りです。条件は単独でも複数でも任意に設定可能です。条件を設定しないで検索すると全データが選択されます。

- **Sample ID (blank for all)**: 測定時に入力したサンプルの ID を入力します。何も入力せずblankのままにすると全データが検索対象となります。
- **Date (blank for all)**: Day(日)、Month(月)、Year(年)のそれぞれのボックスに入力してください。何も入力せずblankのままにすると全データが検索対象となります。
- **Begin Counter no. (blank for all)**: 表示させたいデータのカウンター番号の開始番号を入力します。何も入力せずblankのままにすると全データが検索対象となります。
- **End Counter no.**: 表示させたいデータのカウンター番号の最後の番号を入力します。何も入力せずblankのままにすると最後に測定された最新データまでが検索対象となります。尚、開始番号がblankですと最後の番号だけ指定しても無効になります。
- **Analysis**: CHN、CNS、O のいずれかの測定モードを選択できます。
- **Data**: Fresh Data (生データ) または Recalculated Data (再計算データ) のいずれかを選択できます。

検索条件の入力が済んだら、OK をクリックします。以下のような検索結果画面が表示されます。

Recalculate Data & Statistics

There are 7 runs that meet the following criteria -

ID	All	Search
Date	Thursday, September 18, 2008	
to	Thursday, September 18, 2008	Results
From Run	73 to 79	Cancel
Analysis	Carbon,Hydrogen,Nitrogen	

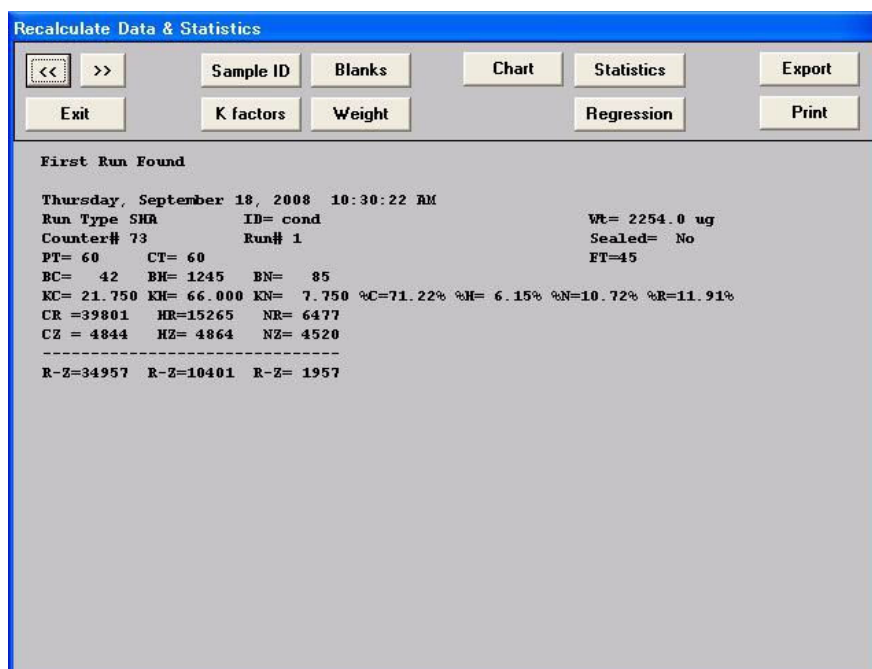
この例では 7 つのデータが検索されました。

もしさらに条件を絞りたい場合は、**Search** をクリックしてください。検索条件の追加が可能です。

この検索結果でよければ、**Results** をクリックします。検索されたデータが一つずつ画面に表示されます。

**Cancel** をクリックするとメインメニュー画面に戻ります。

検索されたデータは以下のように表示されます。



「>>」をクリックすれば次のデータが表示されます。「<<」をクリックすれば前のデータに戻ります。Exit をクリックすればメインメニューに戻ります。

Sample ID、Blanks、K factors、Weight をクリックすれば、それぞれを変更することが可能です。Chart、Statistics、Regression をクリックすれば、それぞれの処理が可能です。これら機能の詳細については取扱説明書のセクション6:計算メニューをご参照願います。

#### 4-1 測定データのエクスポート

検索されたデータは、現在画面に表示されているデータだけか、あるいは検索されたすべてのデータかを選択して、CSV ファイル（マイクロソフト社エクセル等の表計算ソフトで編集可能）またはテキスト形式にエクスポートできます。Export をクリックすると以下のような画面が表示されます。



- ① Alternative Exports の **Export as CSV (e.g. for Excel)** と、Option の **Current Record** を選択して **Continue** をクリックすると、現在画面に表示されているデータだけが CSV ファイルとしてエクスポートされます。次に以下のような画面が表示されますので、ファイル名を入力して **OK** をクリックします。

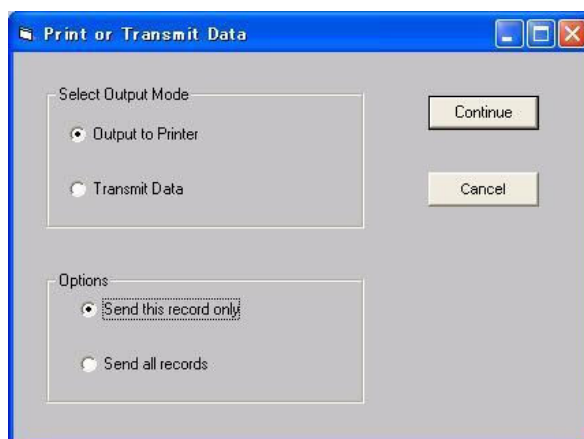


ファイルは CE-440 のソフトウェアがインストールされているディレクトリ (X:¥440W95) 中の **Exportdata** というフォルダ内に保存されます。

- ② Alternative Exports の **Export as CSV (e.g. for Excel)** と、Option の **All Records** を選択して **Continue** をクリックすると、検索されたデータすべてが CSV ファイルとしてエクスポートされます。
- ③ Alternative Exports の **Export as Displayed on Screen** と、Option の **Current Record** を選択して **Continue** をクリックすると、現在画面に表示されているデータだけがテキスト形式のファイルとしてエクスポートされます。
- ④ Alternative Exports の **Export as Displayed on Screen** と、Option の **All Records** を選択して **Continue** をクリックすると、検索されたデータすべてがテキスト形式のファイルとしてエクスポートされます。

## 4-2 プリント

検索されたデータは、現在画面に表示されているデータだけか、あるいは検索されたすべてのデータかを選択して、プリントできます。**Print** をクリックすると以下のような画面が表示されます。



Select Output Mode の **Output to Printer** を選択し、Options の Send this record only を選択して Continue をクリックすると、現在画面に表示されているデータが印刷されます。Options で **Send all records** を選択すれば検索されたデータすべてが印刷されます。

※Select Output Mode の Transmit Data を選択すると、コンピューターのシリアルポートからデータを転送することができますが、ご利用される場合は別途ご相談ください。



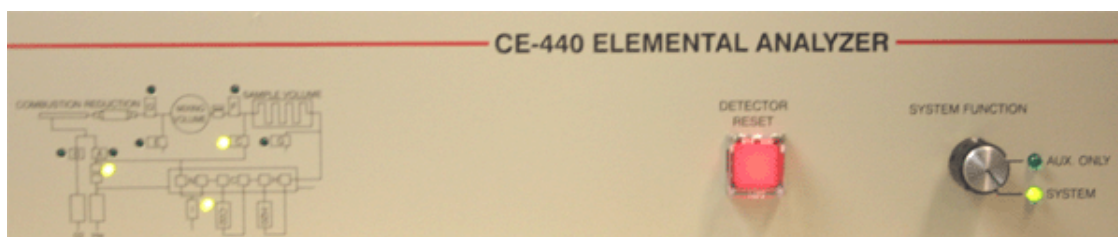
## 5. 電源投入手順

長期間装置を使用しないため電源を落とした場合、または停電等で装置の電源が落ちた場合は、以下の手順で電源を投入してください。

本装置には高価な検出器を予期せぬトラブルから守るために、検出器安全回路が組み込まれています。一旦本体の電源が OFF になると、再度本体の電源スイッチ (SYSTEM FUNCTION) を「SYSTEM」にして ON にしても、検出器だけには電気が流れません。

また電源 ON のアイドルやスタンバイ状態でも、窒素検出用の二つのブリッジの電圧差が 450mV 以上になった場合も、自動的に検出器安全回路が作動して検出器の電源を落とします。ヘリウムキャリアー中に空気や酸素が混入したり、ガス漏れやガス枯渇時に検出器内に酸素が混入してブリッジのフィラメントが焼き切れるのを防ぎます。

検出器安全回路が作動した後、あるいは電源を再投入 (SYSTEM FUNCTION スイッチを SYSTEM に) すると、装置本体前面の DEDECTOR RESET ボタンが **赤く点灯** します。このボタンを押すことで検出器に再通電することができます。再通電されるとボタンは消灯します。



DEDECTOR RESET ボタンを押して検出器に再通電する際は、必ず以下のいずれかの手順に従ってください。

### 5-1 ヘリウムガスが供給された状態での確実に数分間程度の電源 OFF の場合

装置の電源を再投入したら、DEDECTOR RESET ボタンが赤く点灯しますので、特に何もせずスイッチカバーを開けてそのままボタンを押してください。ボタンはゆっくり 1 秒間押し続けてから離してください。すぐに離すと消灯しない場合があります。

### 5-2 ヘリウムガスが供給された状態で、数分間以上、数日程度までの電源 OFF の場合

装置の電源を投入したら、DEDECTOR RESET ボタンを押す前に、必ず以下の手順に従ってヘリウムガスだけの**ブランク測定**を 3 回実施してください。

- ① メインメニューから「Customize」→「Set Parameters」をクリックし、パラメータの設定画面で、Oxygen Valve ON during run のチェックを外し、Combustion Time を 0 に変更し、Purge Time が 60 になっていることを確認します。



**Set Parameters**

Printer

Laser Printer

Laser Printer

Runs per page: 5

Lines per page: 56

Communications

Balance

Combustion Time (0-120 sec): 0

Purge Time (0-90 sec): 60

Profile Scale (mVs): 5

SNB: 130

Expanded Reading (x30 times signal)

C

H

N

O

S

None

Oxygen Valve ON during run

% Theory Calculation per Run

Expanded Reporting (###.###)

Stop Run at any WARNING

User-defined Report Format

Use Regression+

OK

Cancel

- ② 「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックし、「Sample to run -」の画面でブランク測定を 3 回入力してください。

**Carbon, Hydrogen, Nitrogen Run**

Samples to run - 3

Start Run

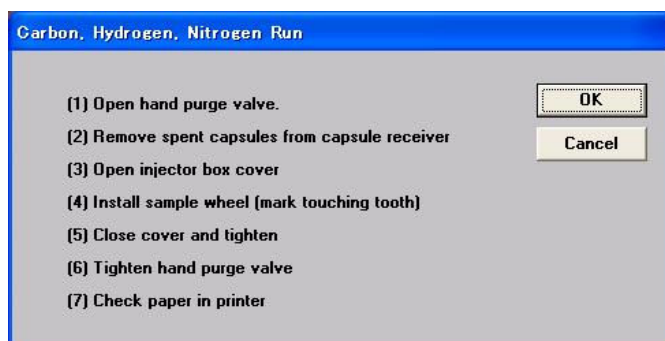
Cancel

Insert Row

Delete Row

Run	Counter	Weight	ID	Sealed
1	123	0.0	blank	No
2	124	0.0	blank	No
3	125	0.0	blank	No
4	126			
5	127			
6	128			
7	129			
8	130			
9	131			
10	132			
11	133			
12	134			
13	135			
14	136			
15	137			
16	138			
17	139			
18	140			
19	141			
20	142			

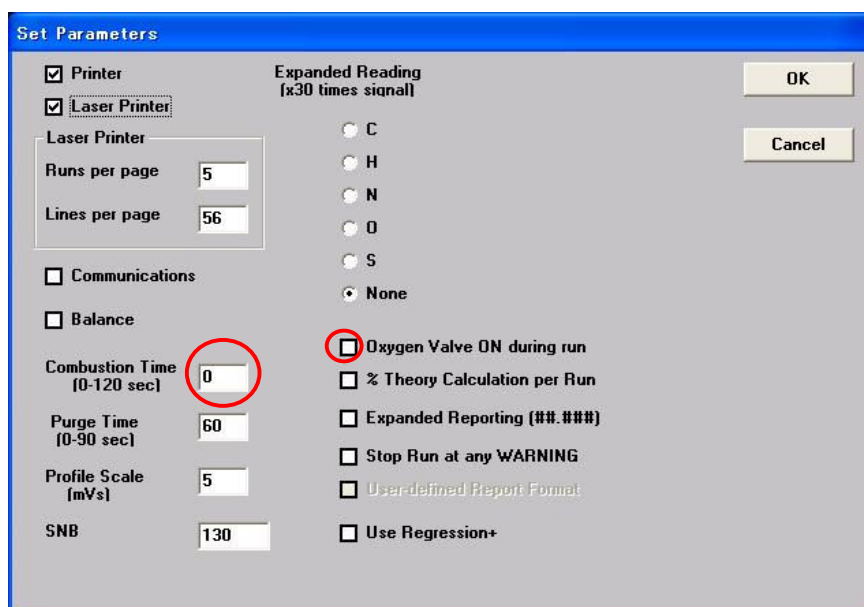
- ③ 「Start Run」をクリックすると、以下が現れますので、なにもせずそのまま「OK」をクリックすれば、3 分間の強制ページ後自動的に 3 回のヘリウムブランク測定が実施されます。



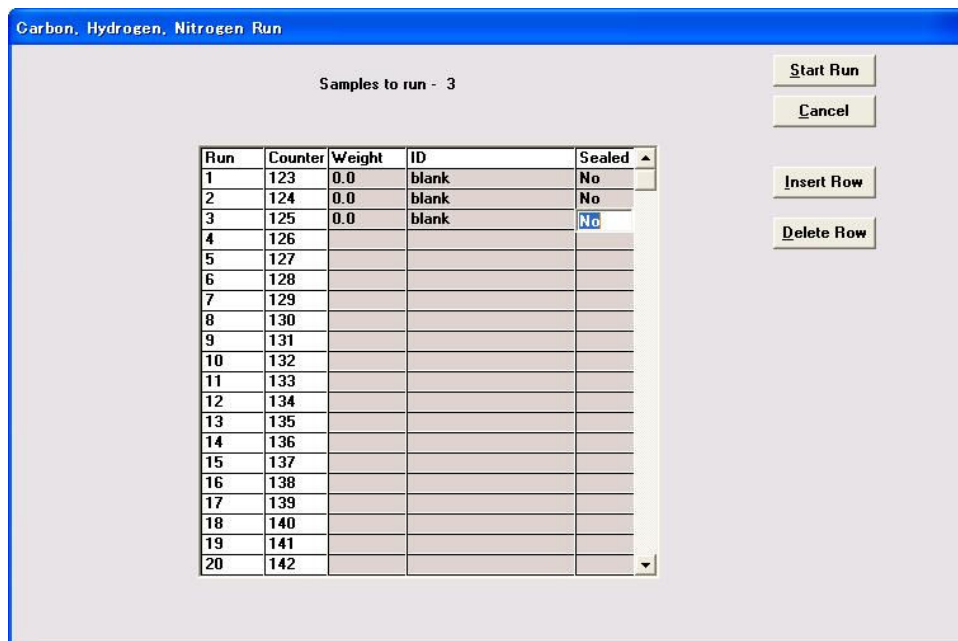
- ④ ブランク測定が終了したら、DEDECTOR RESET ボタンのスイッチカバーを開けてボタンを押してください。ボタンはゆっくり 1 秒間押し続けてから離してください。すぐに離すと消灯しない場合があります。

### 5-3 ヘリウムガス供給がストップした(配管等は接続されたままポンペを締めた)数日程度の電源 OFF の場合

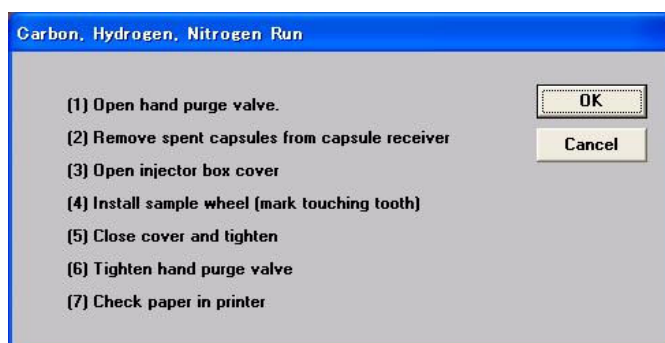
- ① まずヘリウムガスのポンペを開き、低圧側の供給圧を  $0.12 \pm 0.01 \text{MPa}$  に調整して、ストップバルブを開けます。装置を立ち上げてアイドリング状態(H、C、Iバルブのランプが点灯している状態)であることを確認して、そのまま **30分放置**してください。
- ② 次にヘリウムガスだけのブランク測定を 3 回実施してください。メインメニューから「Customize」→「Set Parameters」をクリックし、パラメータの設定画面で、Oxygen Valve ON during run のチェックを外し、Combustion Time を 0 に変更し、Purge Time が 60 になっていることを確認します。



- ③ 「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックし、「Sample to run -」の画面でブランク測定を 3 回入力してください。



- ④ 「Start Run」をクリックすると、以下が現れますので、なにもせずそのまま「OK」をクリックすれば、3分間の強制パージ後自動的に3回のヘリウムブランク測定が実施されます。



- ⑤ ブランク測定が終了したら、DEDECTOR RESET ボタンのスイッチカバーを開けてボタンを押してください。ボタンはゆっくり1秒間押し続けてから離してください。すぐに離すと消灯しない場合があります。

#### 5-4 ヘリウムガス供給がストップした(配管等は接続されたままポンペを締めた)数日以上電源OFFの場合

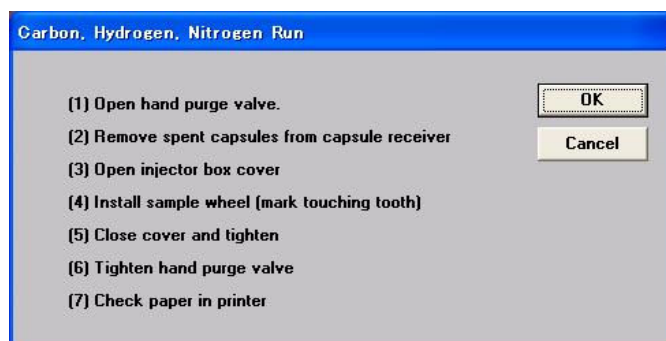
- ① まずヘリウムガスのポンペを開き、低圧側の供給圧を  $0.12 \pm 0.01 \text{MPa}$  に調整して、ストップバルブを開けます。装置を立ち上げてアイドリング状態(H、C、Iバルブのランプが点灯している状態)であることを確認して、そのまま **2時間放置** してください。
- ② 次にヘリウムガスだけのブランク測定を3回実施してください。メインメニューから「Customize」→「Set Parameters」をクリックし、パラメータの設定画面で、Oxygen Valve

ON during run のチェックを外し、Combustion Time を 0 に変更し、Purge Time が 60 になっていることを確認します。

- ③ 「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックし、「Sample to run -」の画面でブランク測定を 3 回入力してください。

Run	Counter	Weight	ID	Sealed
1	123	0.0	blank	No
2	124	0.0	blank	No
3	125	0.0	blank	No
4	126			
5	127			
6	128			
7	129			
8	130			
9	131			
10	132			
11	133			
12	134			
13	135			
14	136			
15	137			
16	138			
17	139			
18	140			
19	141			
20	142			

- ④ 「Start Run」をクリックすると、以下が現れますので、なにもせずそのまま「OK」をクリックすれば、3 分間の強制ページ後自動的に 3 回のヘリウムブランク測定が実施されます。



- ⑤ ブランク測定が終了したら、DEDECTOR RESET ボタンのスイッチカバーを開けてボタンを押してください。ボタンはゆっくり 1 秒間押し続けてから離してください。すぐに離すと消灯しない場合があります。

#### 5-5 電源 OFF で、配管類も取り外した場合

装置の据え付けや移設時と同様に、すべての石英管類(燃焼管、還元管、トラップ管、スクラバー管等)の交換が必要になる場合がありますので、まず弊社までご一報ください。

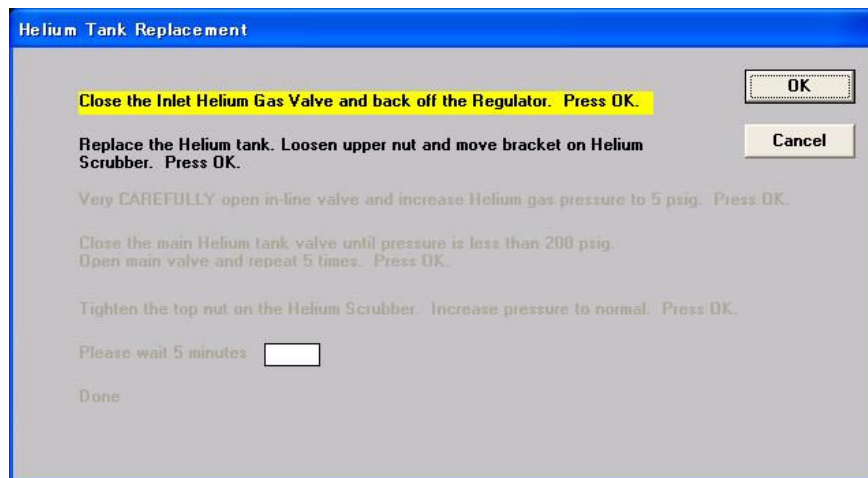
**※本装置は検出器が安定して測定が可能な状態になるまでに、本体電源投入後約 4 時間(検出器通電後は約 2 時間)以上必要です。電源が落ちていた場合は測定前日に装置を立ち上げてアイドル状態にしておくことをお勧めします。**

## 6. ガスボンベ交換手順

ヘリウムと酸素のガスボンベの交換は以下の手順で行ってください。

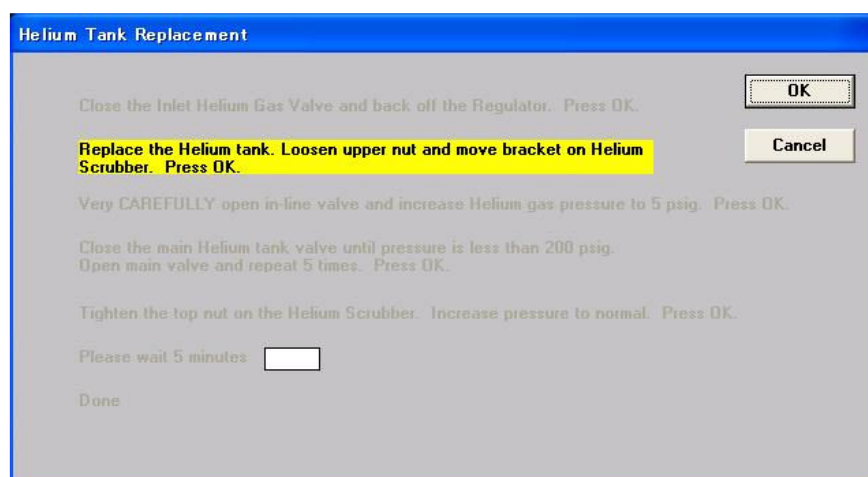
### 6-1 ヘリウムガスボンベの交換

- ① メイン画面から「Service」→「Tube Replacement」→「Helium Tank Replacement」を選択します。以下の画面が表示されます。(Cバルブ以外の全てのバルブが閉じて外気の侵入を防ぎます。)



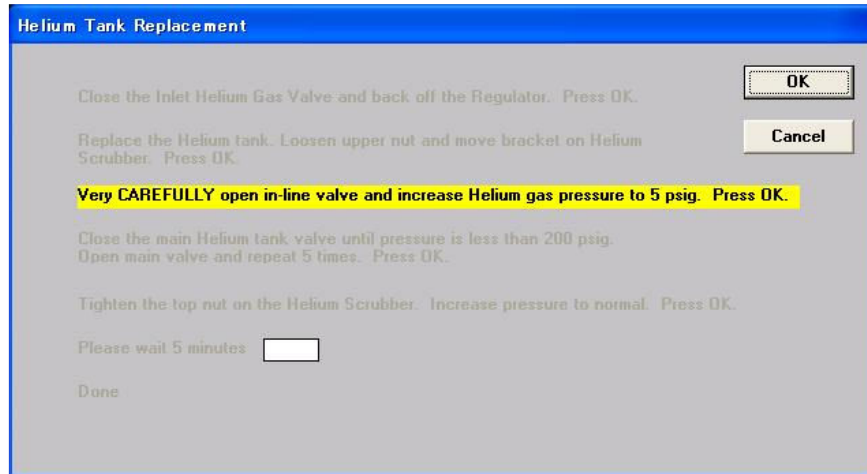
ヘリウムボンベのバルブを締めて、減圧器を取り外します。作業が終わったら OK をクリックします。

- ② 次に以下の画面になりますので、



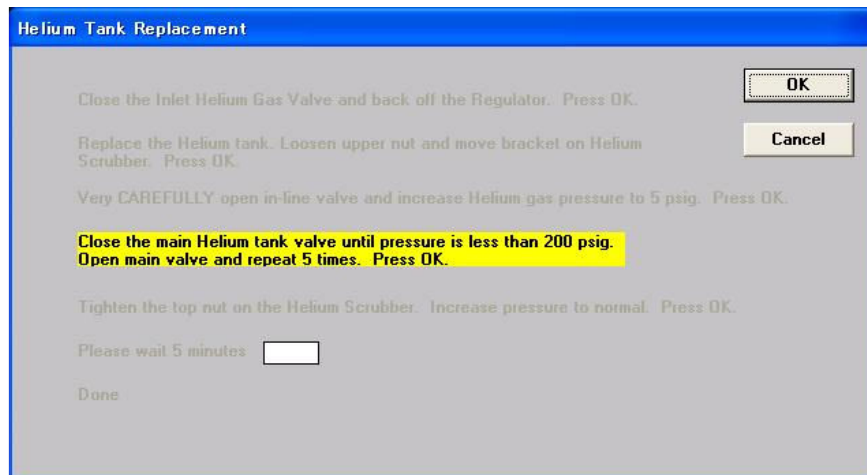
ヘリウムポンベを交換し、減圧器を取り付けます。そして CE-440 本体左側のカバー内にあるヘリウムスクラバーの上部のナットを緩め、ブラケット金具の蝶ネジも緩めて上方向に持ち上げてスクラバー管上部に少し隙間を作ります。作業が終わったら OK をクリックします。

③ 次に以下の画面となりますので、



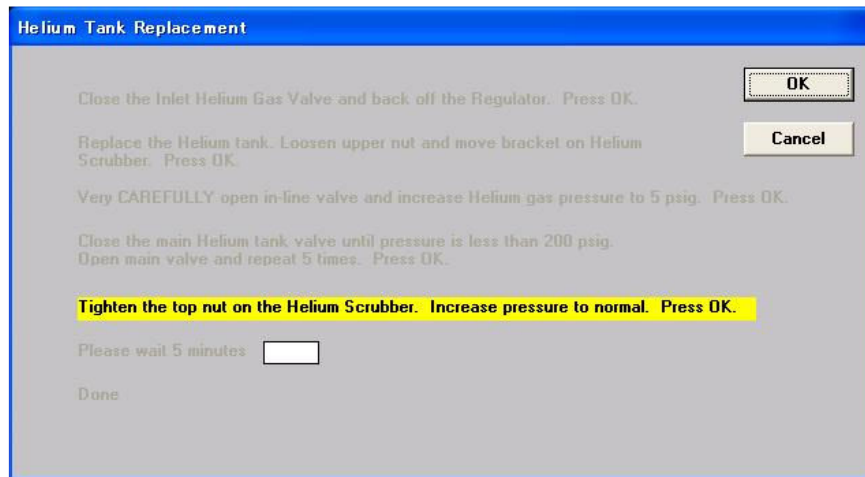
注意しながらヘリウムポンベのバルブを開けます。減圧器の低圧側の供給圧を 5psig (0.034MPa) に調整し、OK をクリックします。

④ 次に以下の画面となりますので、



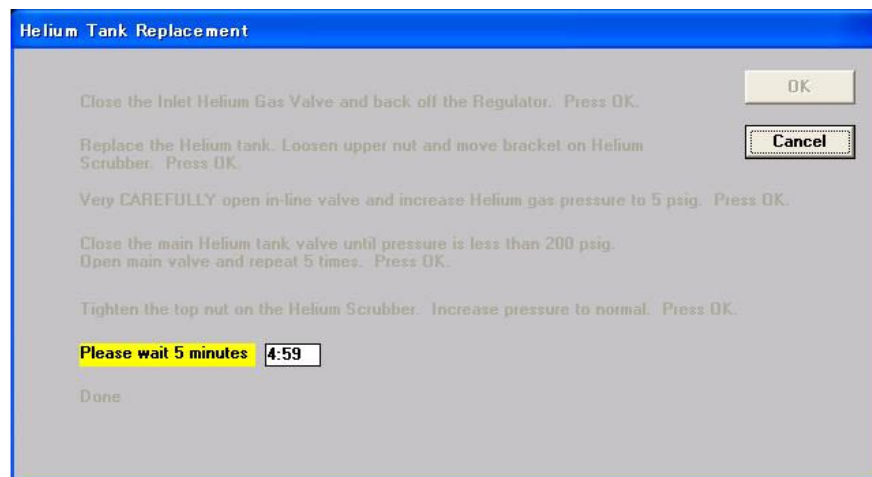
ヘリウムポンベのバルブを締めて、減圧器の高圧側の圧力を 200psig(1.4MPa)程度まで下げます。圧力が下がったらバルブを開け高圧側の圧力を上げます。再度バルブを締めて圧を下げます。この動作を 5 回繰り返します。終わったら OK をクリックします。

⑤ 次に以下の画面となりますので、



ヘリウムスクラバーのブラケット金具を下げてスクラバー管のナットを締め、ブラケット金具の蝶ネジを締めて元に戻します。その後減圧器の圧力調整ハンドルで低圧側を通常の0.12MPaの供給圧に戻し、OKをクリックします。

⑥ すると以下の画面になりますので、5分間待ちます。

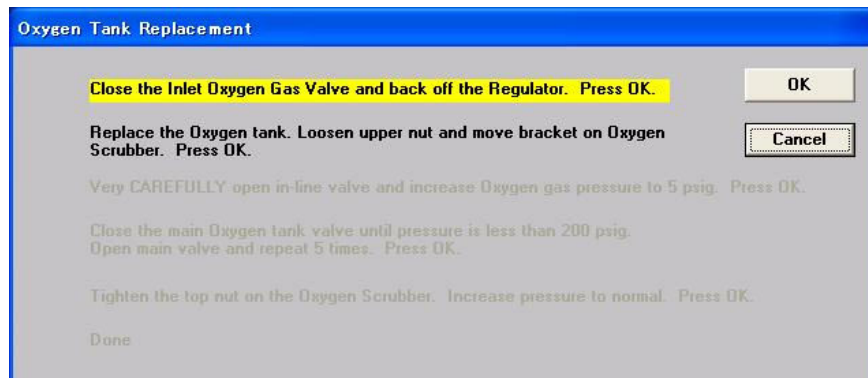


Done がハイライトされたら、OK をクリックすれば終了します。



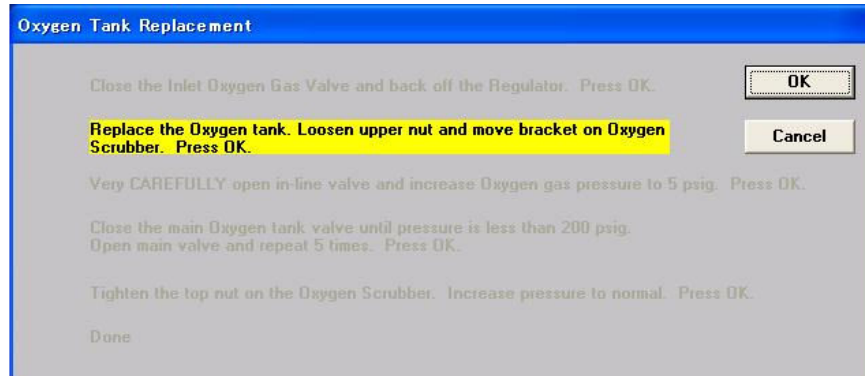
## 6-2 酸素ポンベの交換

- ① メイン画面から「Service」→「Tube Replacement」→「Oxygen Tank Replacement」を選択します。以下の画面が表示されます。(Cバルブ以外の全てのバルブが閉じて外気の侵入を防ぎます。)



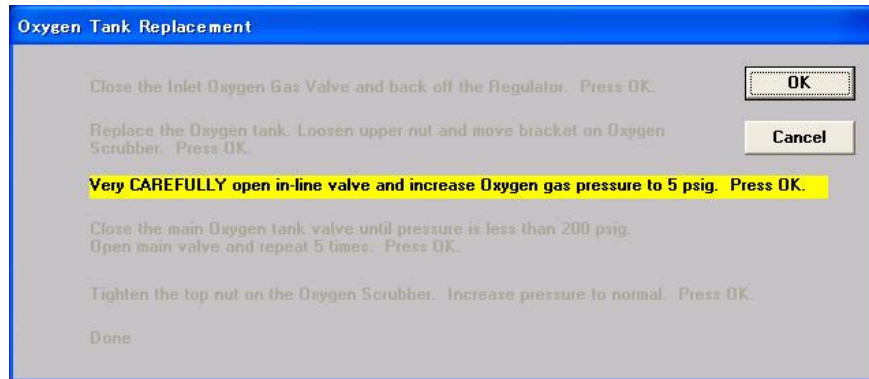
酸素ポンベのバルブを締めて、減圧器を取り外します。作業が終わったら OK をクリックします。

- ② 次に以下の画面になりますので、



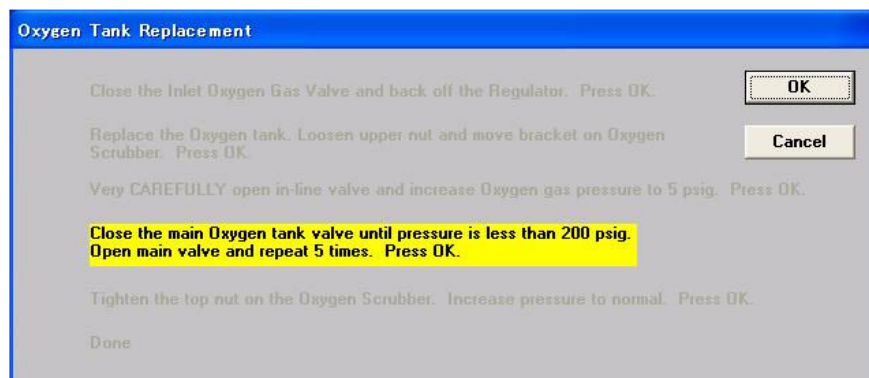
酸素ポンベを交換し、減圧器を取り付けます。そして CE-440 本体左側のカバー内にある酸素スクラバーの上部のナットを緩め、ブラケット金具の蝶ネジも緩めて上方向に持ち上げてスクラバー管上部に少し隙間を作ります。作業が終わったら OK をクリックします。

③ 次に以下の画面になりますので、



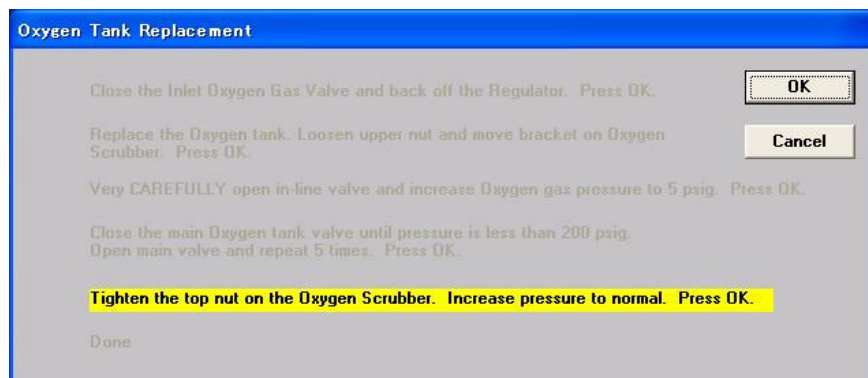
注意しながら酸素ポンベのバルブを開けます。減圧器の低圧側の供給圧を 5psig (**0.034MPa**)に調整し、OK をクリックします。

④ 次に以下の画面になりますので、



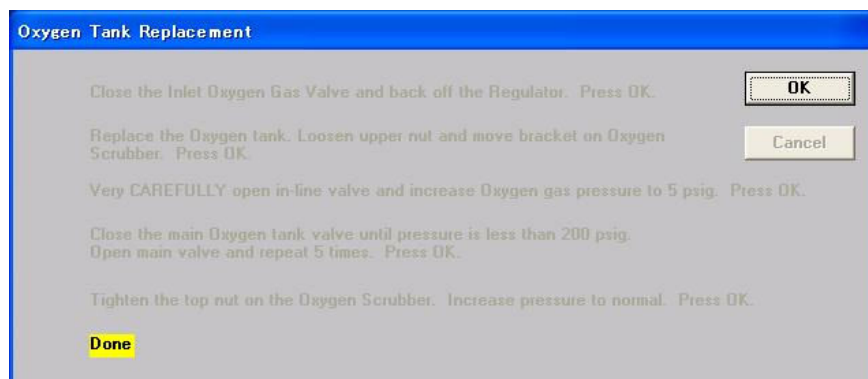
酸素ポンベのバルブを締めて、減圧器の高圧側の圧力を 200psig (1.4MPa)程度まで下げます。圧力が下がったらバルブを開け高圧側の圧力を上げます。再度バルブを締めて圧を下げます。この動作を 5 回繰り返します。終わったら OK をクリックします。

⑤ 次に以下の画面になりますので、



酸素スクラバーのブラケット金具を下げてスクラバー管のナットを締め、ブラケット金具の蝶ネジを締めて元に戻します。その後減圧器の圧力調整ハンドルで低圧側を通常の0.14MPaの供給圧に戻し、OKをクリックします。

⑥ Done がハイライトされますので、OK をクリックすれば終了します。

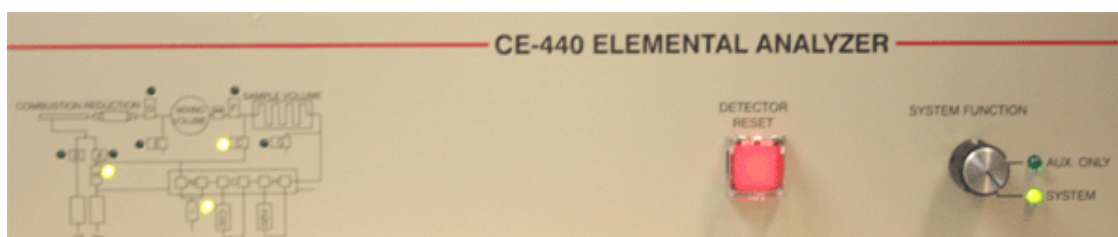


### 6-3 電源を落としてポンペを交換した場合

- ① 必ず上記1. 及び2. のヘリウム及び酸素ポンペの交換手順と同様の作業を行い、減圧器と配管をパージします。
- ② 次に以下の手順でポンペ交換後の立ち上げを行ってください。

本装置には高価な検出器を予期せぬトラブルから守るために、検出器安全回路が組み込まれています。一旦本体の電源が OFF になると、再度本体の電源スイッチ (SYSTEM FUNCTION) を「SYSTEM」にして ON にしても、検出器だけには電気が流れません。

電源を投入 (SYSTEM FUNCTION スイッチを SYSTEM に) すると、装置本体前面の DEDECTOR RESET ボタンが **赤く点灯** します。このボタンを押すことで検出器に再通電することができ、再通電されるとボタンは消灯しますが、ボタンを押す前に **必ず以下の手順に従ってください。**



- ③ ヘリウムガスのポンペを開き、低圧側の供給圧を  $0.12 \pm 0.01 \text{MPa}$  に調整して、ストップバルブを開けます。装置を立ち上げてアイドリング状態 (H、C、I バルブのランプが点灯している状態) であることを確認して、そのまま **30 分以上放置** してください。
- ④ 次にヘリウムガスだけのブランク測定を 3 回実施してください。メインメニューから「Customize」→「Set Parameters」をクリックし、パラメータの設定画面で、Oxygen Valve ON during run のチェックを外し、Combustion Time を 0 に変更し、Purge Time が 60 になっていることを確認します。

**Set Parameters**

Printer

Laser Printer

Laser Printer

Runs per page: 5

Lines per page: 56

Communications

Balance

Combustion Time (0-120 sec): 0

Purge Time (0-90 sec): 60

Profile Scale (mVs): 5

SNB: 130

Expanded Reading (x30 times signal)

C

H

N

O

S

None

Oxygen Valve ON during run

% Theory Calculation per Run

Expanded Reporting (###.###)

Stop Run at any WARNING

User-defined Report Format

Use Regression+

OK

Cancel

- ⑤ 「Run」→「Carbon,Hydrogen,Nitrogen」をクリックし、「Sample to run -」の画面でブランク測定を3回入力してください。

**Carbon, Hydrogen, Nitrogen Run**

Samples to run - 3

Start Run

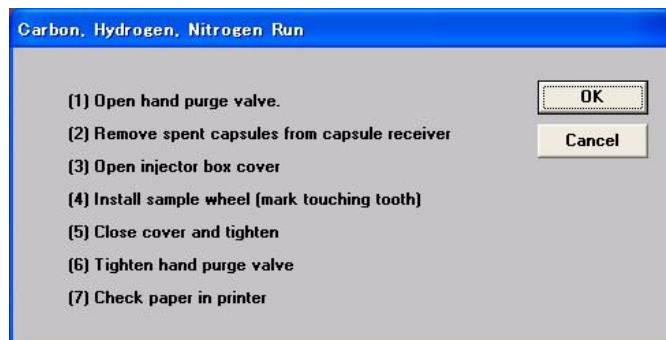
Cancel

Insert Row

Delete Row

Run	Counter	Weight	ID	Sealed
1	123	0.0	blank	No
2	124	0.0	blank	No
3	125	0.0	blank	No
4	126			
5	127			
6	128			
7	129			
8	130			
9	131			
10	132			
11	133			
12	134			
13	135			
14	136			
15	137			
16	138			
17	139			
18	140			
19	141			
20	142			

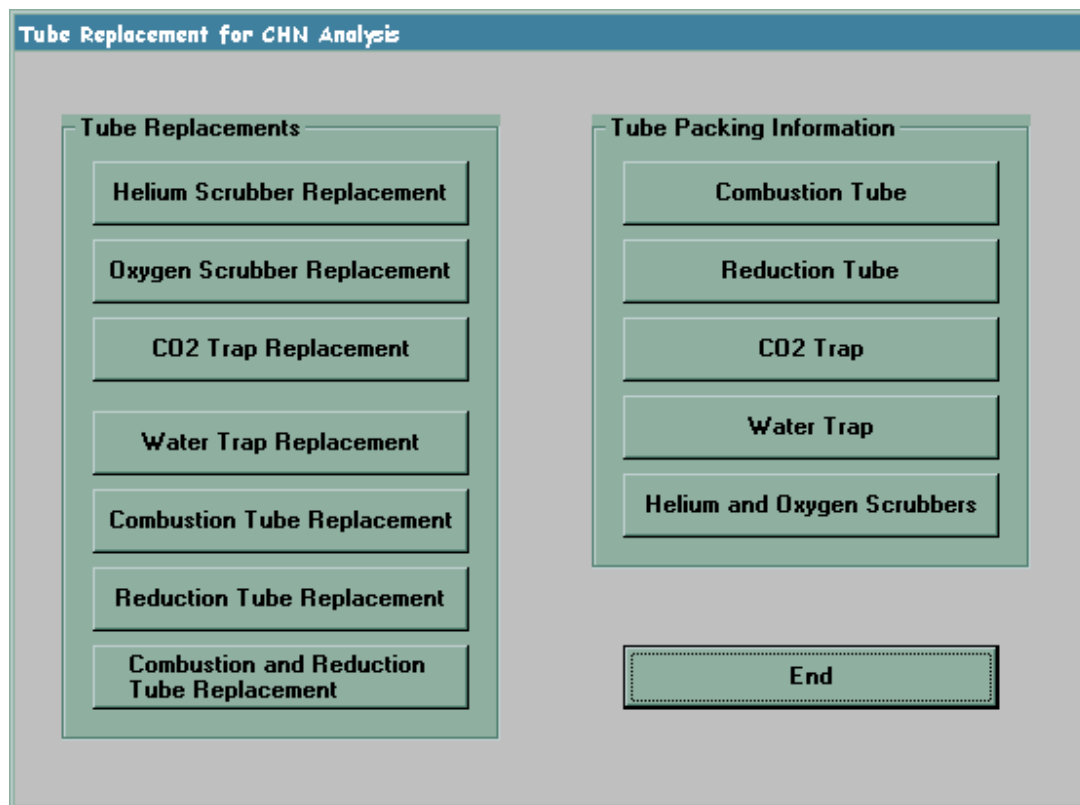
- ⑥ 「Start Run」をクリックすると、以下が現れますので、なにもせずそのまま「OK」をクリックすれば、3分間の強制パージ後自動的に3回のヘリウムブランク測定が実施されます。



- ⑦ ブランク測定が終了したら、DEDECTOR RESET ボタンのスイッチカバーを開けてボタンを押してください。ボタンはゆっくり 1 秒間押し続けてから離してください。すぐに離すと消灯しない場合があります。
- ⑧ 検出器ユニット及びオーブンの温度が所定の温度まで上昇し、オープン内の雰囲気安定し、検出器が安定するまでには電源投入後 4 時間以上必要です。
- ⑨ 検出器が安定したら、酸素ガスを流してブランク測定を行い装置の燃焼系内の状態を確認します。「CE-440 操作手順書」の 10.ブランク測定の項をご参照願います。
- ⑩ ブランク値と FT を確認し問題なければ、通常の測定が可能となります。

## 7. CHN 測定用各種管類の交換手順

CHN 測定で交換が必要な各種管類の交換手順と試薬類の充填方法は以下の画面で該当するボタンをクリックし表示される画面に記載された手順または充填例に従ってください。メイン画面から「Service」→「Tube Replacement」→「CHN Analysis」を選択します。以下の画面が表示されます。End ボタンをクリックすればメイン画面に戻ります。



### Tube Replacements (各種管類の交換手順)

- Helium Scrubber Replacement (ヘリウム・スクラバー管の交換)
- Oxygen Scrubber Replacement (酸素スクラバー管の交換)
- CO2 Trap Replacement (二酸化炭素トラップ管の交換)
- Water Trap Replacement (水分トラップ管の交換)
- Combustion Tube Replacement (燃焼管の交換)
- Reduction Tube Replacement (還元管の交換)
- Combustion and Reduction Tube Replacement (燃焼管と還元管の同時交換)

### Tube Packing Information (各種管類の充填例)

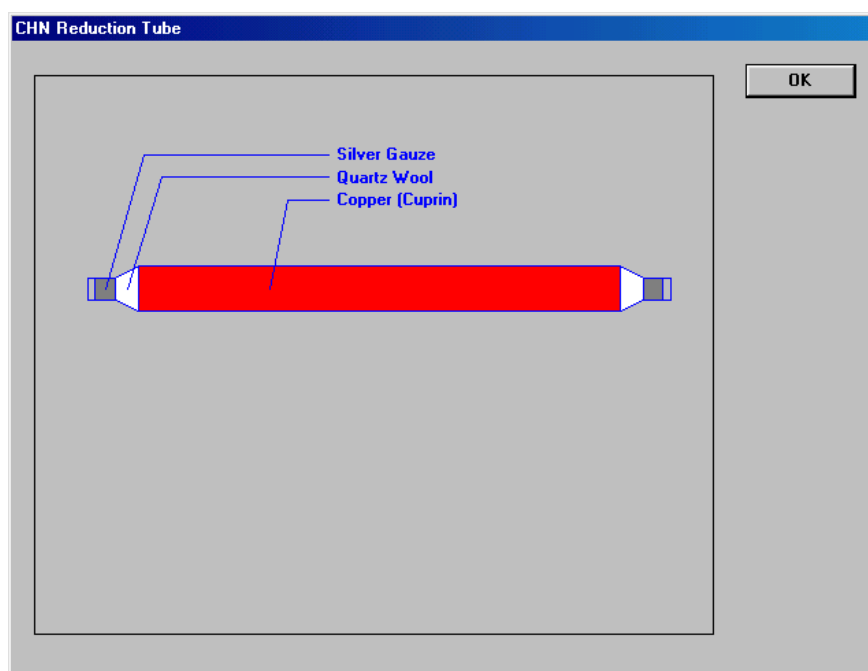
- Combustion Tube (燃焼管)
- Reduction Tube (還元管)
- CO2 Trap (二酸化炭素トラップ管)
- Water Trap (水分トラップ管)
- Helium and Oxygen Scrubber (ヘリウム及び酸素スクラバー管)



**「警告」:** 還元管及び燃焼管を交換する際は事前に電気炉の温度を室温程度まで下げておいてください。  
温度が高いまま還元管または燃焼管に触ると火傷します。

## 7-1 還元管の交換

まず Tube Packing Information から Reduction Tube ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



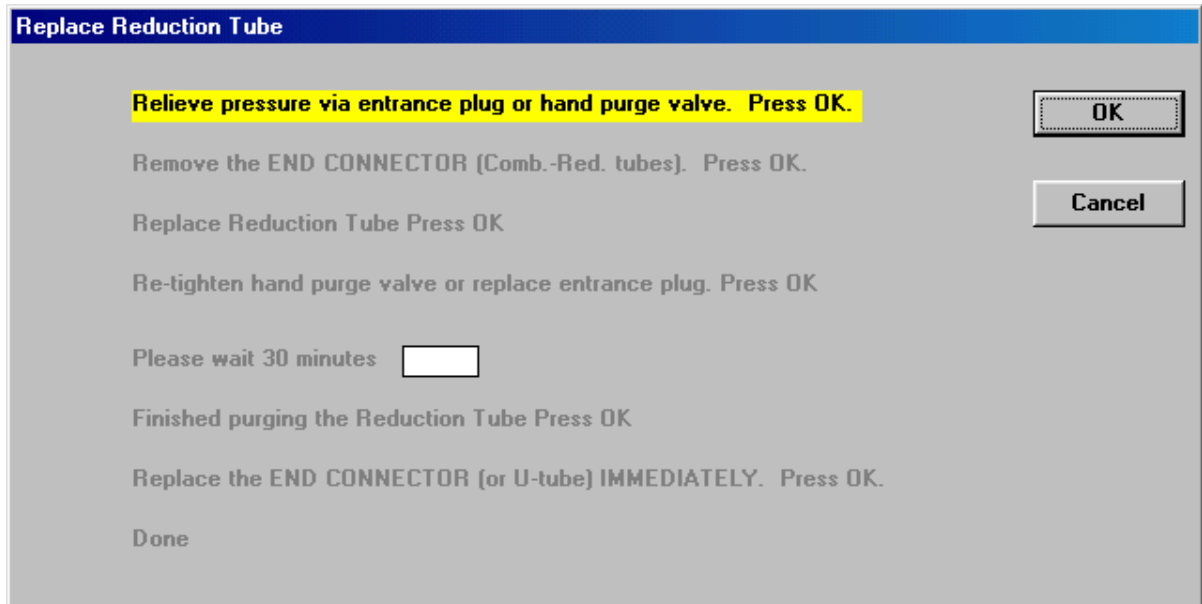
- 充填棒を使って還元管 (0240-1573) のどちらかの細くなる部分に石英綿 (0240-1118) を 15mm 程度詰めます。石英綿を袋からピンセットで少しずつ摘み取り取る際や還元管に詰める際に細かな塵が出ますので、保護メガネ、マスク、手袋を着用してください。

**「注」:** 試薬や石英綿を充填する際は、保護メガネ、マスク、手袋を着用してください。

- 石英綿を詰めた方を下にして反対側の口が上になるように立てて、そこに付属のプラスチックロートを差し込みます。
- 還元銅線状 (0240-1362) をロートから少しずつ還元管に入れます。3cm 程度入れたら石英管をゴム棒等の弾力性のあるもので軽く叩いて隙間を減らします。数回叩いたら還元管を手で回して反対側も数回叩いてください。
- 上記作業を数回繰り返して還元管が細くなる部分まで還元銅を詰めます。
- 還元管が細くなる部分に石英綿を 15mm 程度詰めます。
- 最後に銀網 (0240-0092B) を半幅にカットしたものを丸めて両端の細くなった部分に詰めます。(銀網は変色していなければ使用中のものをそのまま再利用できます。)

還元管の充填が終了したら OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

次に Tube Replacements から Reduction Tube Replacement ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



画面に記載された作業を上から順番に一行ずつ行い、その都度 OK ボタンをクリックします。OK ボタンをクリックすると黄色のマーカール一行ずつ下に移動して次の作業内容をハイライトします。

- (Relieve pressure via entrance plug or hand purge valve. Press OK.) エントランスプラグ (試料挿入口) を外して燃焼系内のヘリウム圧を下げます。(オートサンプラーの場合はハンドパーズバルブを緩めます。) 終了したら OK ボタンをクリックします。

**「警告」:** 還元管及び燃焼管を交換する際は事前に電気炉の温度を室温程度まで下げておいてください。  
温度が高いまま還元管または燃焼管に触ると火傷します。

- (Remove the END CONNECTOR [Comb.-Red. tubes]. Press OK.) まずはエンドコネクタ (燃焼管と還元管を繋いでいる金具) を押さえているブラケットを外します。次にエンドコネクタを外します。専用の配管レンチを 2 本使用してエンドコネクタの配管付根に強い力が掛からないように注意してください。終了したら OK ボタンをクリックします。所定のバルブが自動的に開いてヘリウムガスが流れ、装置内への外気の流入を防ぎます。
- (Replace Reduction Tube Press OK) 還元管出口側 (右側) のナットを専用の配管レンチを使って緩めます。ナットを完全に外さなくても緩めるだけで還元管は抜けます。使用済みの還元管を電気炉から抜き取ります。抜き取った還元管から両端の銀網をピンセット等で取り出して、変色していなければ新しい還元銅を詰めた管の両端に詰め直します。新しい還元管を還元炉に挿入します。右側のナット部に挿入し、挿入したら一旦抜いて Oリングがきちんと嵌っているか目視で確認します。再度ナットを手できつく締めます。終了したら OK ボタンをクリックします。

**「注」:** 還元管の両端で使用していたリングに破損がないか確認してください。  
破損していたら新しいリングに交換してください。  
エンドコネクターについていた燃焼管側のリングも同様です。  
再利用する場合はリングの内側を清掃しシリコングリスを少々塗ってください。

**「注」:** 還元管出口側(右側)及びエンドコネクター燃焼管側で使用していた  
フィルターディスクに破損がないか確認してください。  
破損や汚れがあれば新しいものと交換してください。

- (Re-tighten hand purge valve or replace entrance plug. Press OK) エントランスプラグを取り付けます。(オートサンプラーの場合はハンドパージバルブを締めます。)終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Please wait 30 minutes) 新しい還元管をヘリウムガスで 30 分間パージします。画面に時間のカウントダウンが表示されます。終了すると自動的に一行下がハイライトされます。
- (Finished purging the Reduction Tube Press OK) この行がハイライトされていたら OK ボタンをクリックします。所定のバルブが閉じてヘリウムガスでのパージが終了します。
- (Replace the END CONNECTER [or U-tube] IMMEDIATELY. Press OK.) 外気の流入を防ぐためエンドコネクターを急いで取り付けます。まずは還元管側のナットを手できつく締めます。次に燃焼管側のナットを手できつくしめます。この際にエンドコネクターを強く押すと燃焼管が押し込まれることがあるので注意してください。専用の配管レンチを 2 本使って両方のナットを増し締めします。エンドコネクター・ブラケットを取り付けます。終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Done) もう一度 OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

この手順通りに作業を完了させると、メンテナンススケジュールの交換日が自動的に更新され、カウンターもゼロに戻ります。

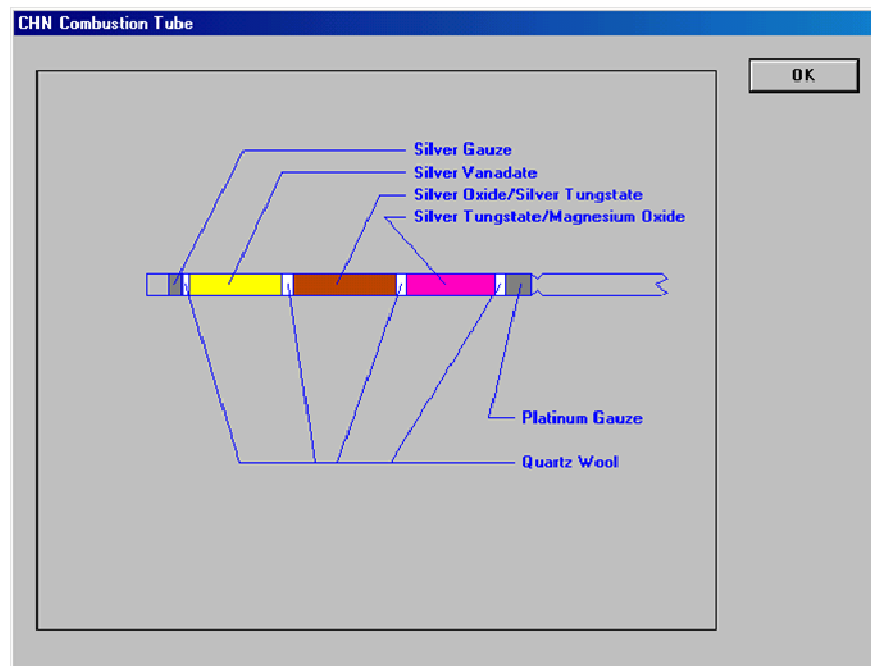
還元管は通常 300 回～400 回で交換しますが、測定条件やサンプルの組成によって変化します。初めの数回は早めに還元銅の消耗(酸化)状態を目視確認されることをお勧めします。

**「注」:** 還元管を交換したら、燃焼管／還元管エリアのリークテストを実施することをお勧めします。

**「注」:** 還元管を交換したら、数回のブランクとコンディショナー測定を実施することをお勧めします。

## 7-2 燃焼管の交換

まず Tube Packing Information から Combustion Tube ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



- 新しい燃焼管（自動モード用:6703-0514、手動モード用:0240-1225）、石英綿 (0240-1118)、白金網 (0240-1147B)、タングステン酸銀／酸化マグネシウム (0240-1344C)、酸化銀／タングステン酸銀 (0240-0113)、バナジン酸銀 (0240-1117C)、銀網 (0240-0092B) を用意します。

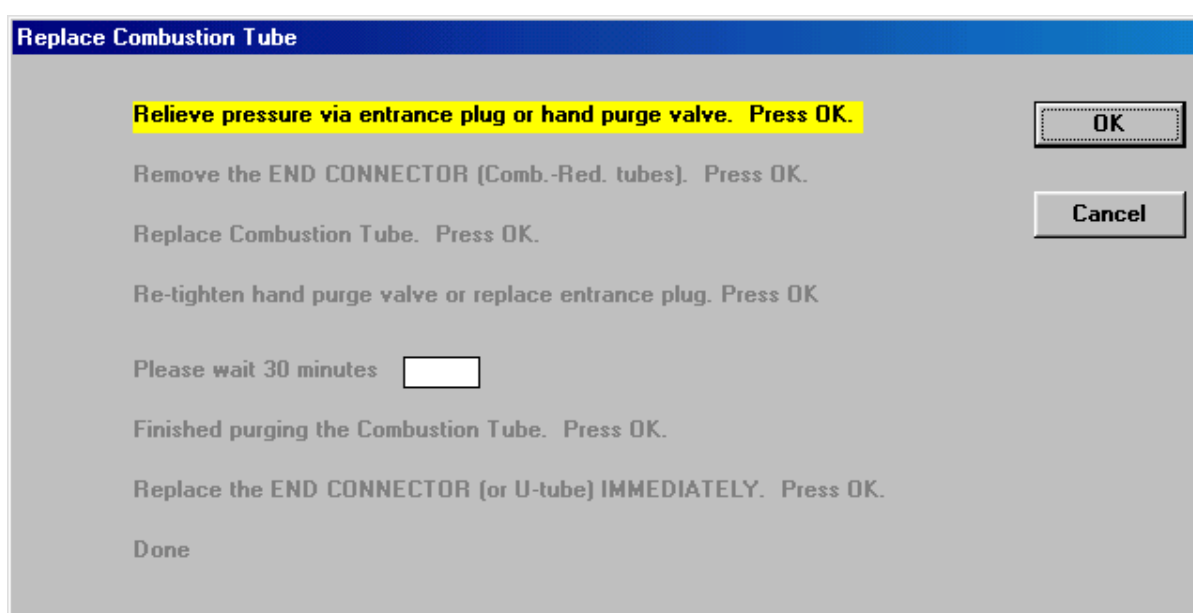
**「注」:** 燃焼管用の試薬や石英綿を充填する際は、保護メガネ、マスク、手袋を着用してください。

- 新しい燃焼管には括れから短い方に各燃焼試薬を充填する位置の目印が付けられています。
- まず白金網を丸めて、括れから短い方の口から挿入して括れの所まで充填棒で押し込みます。(白金網は再利用可能です。使用済み白金網は希硝酸溶液で洗浄後、ガスバーナーで赤熱させます。)次に石英綿を数 mm 詰めます。
- タングステン酸銀／酸化マグネシウムを括れから 2 本目の線まで約 4cm 程度詰めます。試薬を詰める際は指で燃焼管を軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を数 mm 詰めます。
- 酸化銀／タングステン酸銀を括れから 3 本目の線まで約 5cm 程度詰めます。軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を数 mm 詰めます。
- バナジン酸銀を括れから 4 本目 (一番端) の線まで約 5cm 詰めます。軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を数 mm 詰めます。
- 最後に銀網を丸めて詰めます。燃焼管の端に約 1cm 以上の空間があるか確認してください。銀網がエンドコネクタースタット内の Oリングの位置にあると発熱により Oリングを劣化させます。銀網は半幅にカットして利用しても結構です。またこの銀網は汚れてなければそのまま再利用可能です。

**「注」:** バナジン酸銀がハロゲンの吸収により消耗すると、銀網が変色します。  
塩素の場合は灰色に、臭素の場合は茶色に、ヨウ素の場合は紫色に変色します。  
変色したら燃焼管を交換してください。  
また、変色した銀網はガスバーナーで溶けないように注意しながら熱すれば再利用可能です。

燃焼管の充填が終了したら OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

次に Tube Replacements から Combustion Tube Replacement ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



画面に記載された作業を上から順番に一行ずつ行い、その都度 OK ボタンをクリックします。OK ボタンをクリックすると黄色のマーカールが一行ずつ下に移動して次の作業内容をハイライトします。

- (Relieve pressure via entrance plug or hand purge valve. Press OK.) エントランスプラグ(試料挿入口)を外して燃焼系内のヘリウム圧を下げます。(オートサンプラーの場合はハンドパーズバルブを緩めます。)終了したら OK ボタンをクリックします。

**「警告」:** 還元管及び燃焼管を交換する際は事前に電気炉の温度を室温程度まで下げておいてください。  
温度が高いまま還元管または燃焼管に触ると火傷します。

- (Remove the END CONNECTOR [Comb.-Red. tubes]. Press OK.) まずはエンドコネクタ（燃焼管と還元管を繋いでいる金具）を押さえているブラケットを外します。次にエンドコネクタを外します。専用の配管レンチを 2 本使用してエンドコネクタの配管付根に強い力が掛からないように注意してください。終了したら OK ボタンをクリックします。所定のバルブが自動的に開いてヘリウムガスが流れ、装置内への外気の流入を防ぎます。
- (Replace Combustion Tube Press OK) 燃焼管入口側（右側）のナットを専用の配管レンチを使って緩めます。ナットを完全に外さなくても緩めるだけで燃焼管は抜けます。使用済みの燃焼管を電気炉から抜き取ります。新しい燃焼管を燃焼炉に挿入します。右側のナット部に挿入し、挿入したら一旦抜いてリングがきちんとはまっているか目視で確認します。再度ナットを手できつく締めます。終了したら OK ボタンをクリックします。

**「注」:** 燃焼管の両端で使用していたリングに破損や汚れがないか確認してください。破損していたら新しいリングに交換してください。エンドコネクタについていた還元管側のリングも同様です。再利用する場合はリングの内側を清掃しシリコングリスを少々塗ってください。

**「注」:** エンドコネクタ燃焼管出口側で使用していたフィルターディスクに破損がないか確認してください。破損や汚れがあれば新しいものと交換してください。

- (Re-tighten hand purge valve or replace entrance plug. Press OK) エントランスプラグを取り付けます。（オートサンプラーの場合はハンドパー JBバルブを締めます。）終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Please wait 30 minutes) 新しい燃焼管をヘリウムガスで 30 分間パージします。画面に時間のカウントダウンが表示されます。終了すると自動的に一行下がハイライトされます。
- (Finished purging the Reduction Tube Press OK) この行がハイライトされていたら OK ボタンをクリックします。所定のバルブが閉じてヘリウムガスでのパージが終了します。
- (Replace the END CONNECTER [or U-tube] IMMEDIATELY. Press OK.) 外気の流入を防ぐためエンドコネクタを急いで取り付けます。まずは還元管側のナットを手できつく締めます。次に燃焼管側のナットを手できつくしめます。この際にエンドコネクタを強く押すと燃焼管が押し込まれることがあるので注意してください。専用の配管レンチを 2 本使って両方のナットを増し締めします。エンドコネクタ・ブラケットを取り付けます。終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Done) もう一度 OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

この手順通りに作業を完了させると、メンテナンススケジュールの交換日が自動的に更新され、カウンターもゼロに戻ります。

燃焼管は通常 800 回～1000 回で交換しますが、測定条件やサンプルの組成によって変化します。

**「注」:** 燃焼管を交換したら、燃焼管／還元管エリアのリークテストを実施することをお勧めします。

**「注」:** 燃焼管を交換したら、数回のブランクとコンディショナー測定を実施することをお勧めします。

### 7-3 還元管と燃焼管の同時交換

還元管と燃焼管を同時に交換する場合は、Tube Replacements から Combustion and Reduction Tube Replacement ボタンをクリックします。以下の画面が表示されますので、還元管と燃焼管の単独交換と同じ作業を行います。(それぞれ新しい管に交換する作業の行のところが 2 本同時になるだけです。)

**Replace Combustion and Reduction Tubes**

**Relieve pressure via entrance plug or hand purge valve. Press OK.**

Remove the END CONNECTOR (Comb.-Red. tubes). Press OK.

Replace Combustion and Reduction Tubes. Press OK.

Re-tighten hand purge valve or replace entrance plug. Press OK

Please wait 30 minutes

Finished purging the Combustion and Reduction Tubes. Press OK.

Replace the END CONNECTOR (or U-tube) IMMEDIATELY. Press OK.

Done

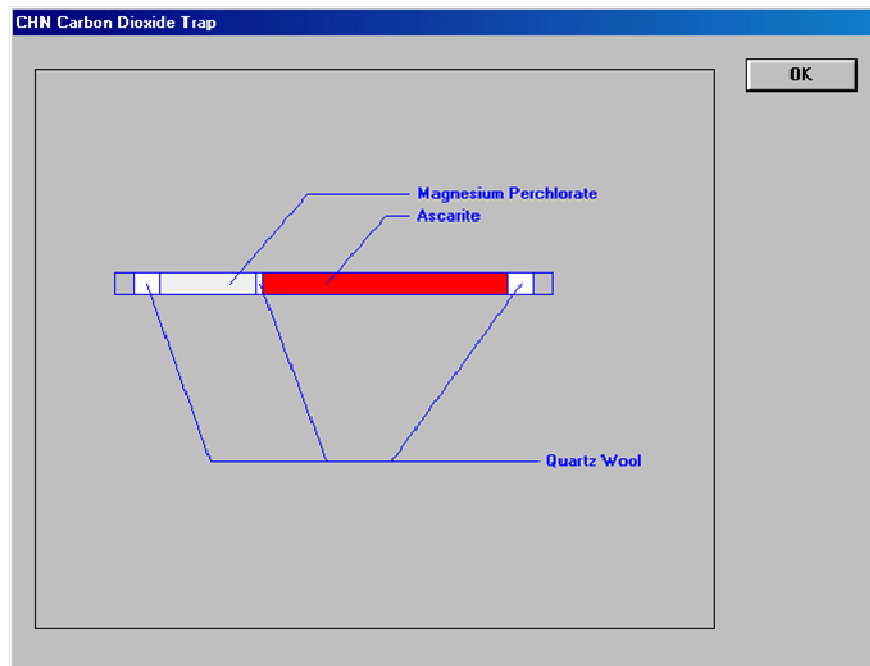
OK

Cancel



#### 7-4 CO<sub>2</sub>トラップ管の交換

まず Tube Packing Information から CO<sub>2</sub> Trap ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



- 炭酸ガス吸収剤(ソーダタルク粒状)と水分吸収剤(過塩素酸マグネシウム/アンヒドロン)は、キシダ化学株式会社の有機元素分析用試薬をお使いください。

200-70804 ソーダタルク(粒状)1.6~3.4mm(6~10mesh)50g ¥3,200

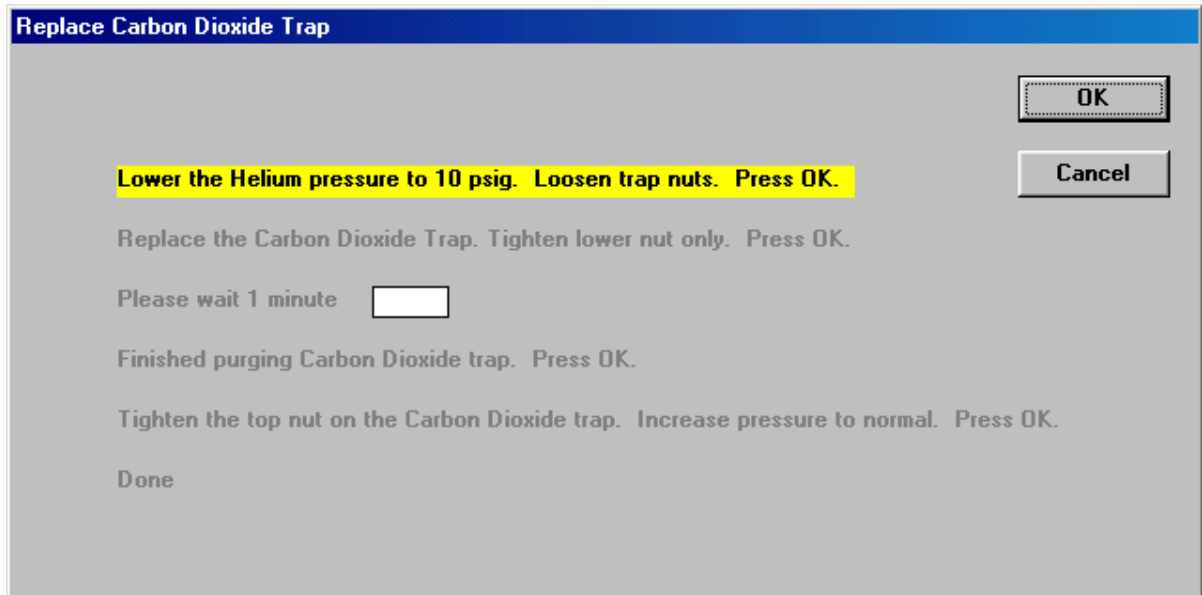
200-91804 過塩素酸マグネシウム(アンヒドロン)(青色)0.7~1.7mm(10~24mesh) 50g ¥3,800

**「注」:** 試薬や石英綿を充填する際は、保護メガネ、マスク、手袋を着用してください。

- 挿入棒を使ってトラップ管(0240-1217)に石英綿(0240-1118)を詰めます。管の端に1cm以上の空間ができるようにして5mm以上詰めます。
- ロートを使ってソーダタルクを約12cm詰めます。管を軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を数mm詰めます。
- ロートを使って過塩素酸マグネシウムを約5cm詰めます。管を軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を5mm以上詰めます。管の端に1cm以上の空間ができるようにしてください。

CO<sub>2</sub>トラップ管の充填が終わったら、OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

次に Tube Replacements から CO2 Trap Replacement ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



画面に記載された作業を上から順番に一行ずつ行い、その都度 OK ボタンをクリックします。OK ボタンをクリックすると黄色のマーカーが一行ずつ下に移動して次の作業内容をハイライトします。

- (Lower the Helium pressure to 10 psig. Loosen trap nuts. Press OK.)ヘリウムガスの出口側圧力を 0.07MPa まで下げます。トラップ管のナットを緩めます。ブラケット金具の蝶ネジも緩めます。終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Replace the Carbon Dioxide Trap. Tighten lower nut only. Press OK.)ブラケット金具を上にと持ち上げて、CO2トラップ管を抜き取ります。両端のナット、ワッシャー、Oリングを取り外します。新しい CO2トラップ管の両端にナット、ワッシャー、Oリングを取り付けます。Oリングに破損や変形がないか確認してください。破損や変形していたら新しいOリングと交換してください。また石英綿等がOリングの内側に挟まれるとリークの原因になりますので、Oリングの内側をきれいにしてシリコングリスを少量塗ります。また入口／出口金具内のフィルターディスクに汚れや破損がないか、またきちんと金具内に収まっているかも確認してください。汚れや破損があれば新しいフィルターディスクと交換してください。ブラケット金具をそっと持ち上げて、新しい CO2トラップ管を取り付けます。CO2トラップ管の上下の向きに注意してください。ソーダタルクが詰まっている方が上向きです。下側のナットだけ締めたら OK ボタンをクリックします。
- (Please wait 1 minute)新しい CO2トラップ管をヘリウムガスで1分間パージします。終了すると自動的に一行下がハイライトされます。
- (Finished purging Carbon Dioxide trap. Press OK.)この行がハイライトされていたら OK ボタンをクリックします。

- (Tighten the top nut on the Carbon Dioxide trap. Increase pressure to normal. Press OK.) CO2 トラップ管の上側のナットを締めて、ブラケット金具の蝶ネジも締めます。専用の配管レンチで増し締めします。ヘリウムガスの出口側圧力を通常の 0.12MPa に戻します。終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Done)もう一度 OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

この手順通りに作業を完了させると、メンテナンススケジュールの交換日が自動的に更新され、カウンタもゼロに戻ります。

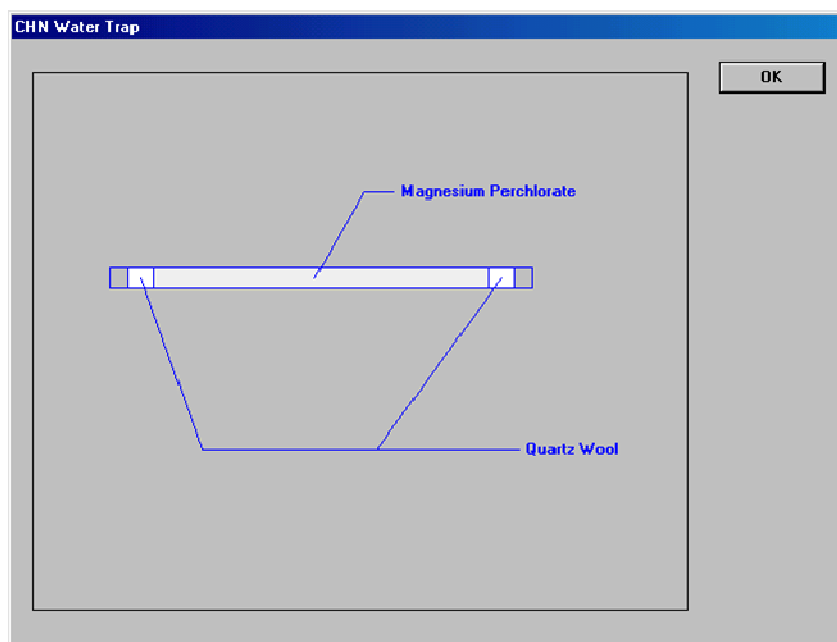
「注」：        **トラップ管を交換したら、検出器エリアのリークテストを実施することをお勧めします。**

「注」：        **CO2トラップ管は通常 500 回程度で交換します。定期的にソーダタルクの変色を目視確認してください。80%以上が白っぽくなっていたら交換してください。**

「注」：        **トラップ管は再利用可能です。メタノールで洗浄して、マuffle 炉で 150℃で 30 分間乾燥させます。  
(トラップ管はパイレックス製ですので、ガスバーナーで焼かないでください。)**

#### 7-5 水分トラップ管の交換

まず Tube Packing Information から Water Trap ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



- 水分吸収剤(過塩素酸マグネシウム/アンヒドロン)は、キシダ化学株式会社の有機元素分析用試薬をお使いください。

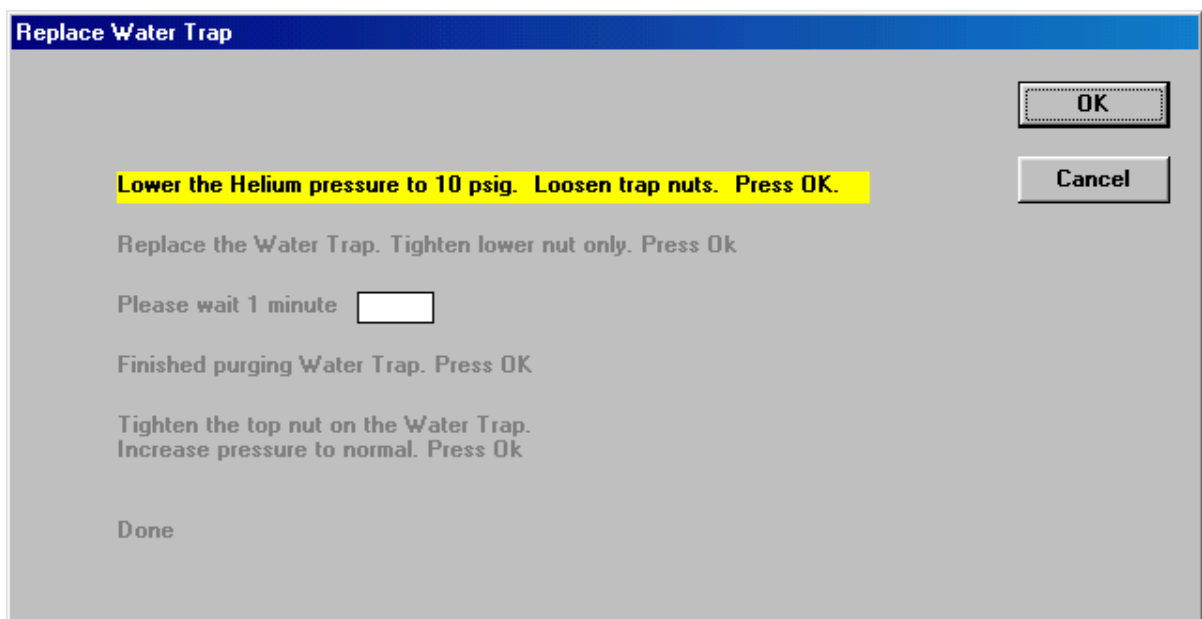
200-91804 過塩素酸マグネシウム(アンヒドロン)(青色)0.7~1.7mm(10~24mesh) 50g ¥3,800

「注」: **試薬や石英綿を充填する際は、保護メガネ、マスク、手袋を着用してください。**

- 挿入棒を使ってトラップ管(0240-1217)に石英綿(0240-1118)を詰めます。管の端に1cm以上の空間ができるようにして5mm以上詰めます。
- ロートを使って過塩素酸マグネシウムを約17cm詰めます。管を軽く叩いて隙間を減らします。石英綿を5mm以上詰めます。管の端に1cm以上の空間ができるようにしてください。

水分トラップ管の充填が終わったら、OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

次に Tube Replacements から Water Trap Replacement ボタンをクリックすると以下の画面が表示されます。



画面に記載された作業を上から順番に一行ずつ行い、その都度 OK ボタンをクリックします。OK ボタンをクリックすると黄色のマーカール一行ずつ下に移動して次の作業内容をハイライトします。

- (Lower the Helium pressure to 10 psig. Loosen trap nuts. Press OK.)ヘリウムガスの出口側圧力を 0.07MPa まで下げます。トラップ管のナットを緩めます。ブラケット金具の蝶ネジも緩めます。終了したら OK ボタンをクリックします。

- (Replace the Water Trap. Tighten lower nut only. Press OK.) ブラケット金具を上にと持ち上げて、水分トラップ管を抜き取ります。両端のナット、ワッシャー、Oリングを取り外します。新しい水分トラップ管の両端にナット、ワッシャー、Oリングを取り付けます。Oリングに破損や変形がないか確認してください。破損や変形していたら新しいOリングと交換してください。また石英綿等がOリングの内側に挟まれるとリークの原因になりますので、Oリングの内側をきれいにしてシリコングリスを少量塗ります。また入口／出口金具内のフィルターディスクに汚れや破損がないか、またきちんと金具内に収まっているかも確認してください。汚れや破損があれば新しいフィルターディスクと交換してください。ブラケット金具をそっと持ち上げて、新しい水分トラップ管を取り付けます。下側のナットだけ締めたら OK ボタンをクリックします。
- (Please wait 1 minute) 新しい水分トラップ管をヘリウムガスで 1 分間パージします。終了すると自動的に一行下がハイライトされます。
- (Finished purging Water trap. Press OK.) この行がハイライトされていたら OK ボタンをクリックします。
- (Tighten the top nut on the Water trap. Increase pressure to normal. Press OK.) 水分トラップ管の上側のナットを締めて、ブラケット金具の蝶ネジも締めます。専用の配管レンチで増し締めします。ヘリウムガスの出口側圧力を通常の 0.12MPa に戻します。終了したら OK ボタンをクリックします。
- (Done) もう一度 OK ボタンをクリックすれば Tube Replacement for CHN Analysis の画面に戻ります。

この手順通りに作業を完了させると、メンテナンススケジュールの交換日が自動的に更新され、カウンターもゼロに戻ります。

「注」：            **トラップ管を交換したら、検出器エリアのリークテストを実施することをお勧めします。**

「注」：            **水分トラップ管は通常 1000 回程度で交換します。定期的に過塩素酸マグネシウムの変色を目視確認してください。80%以上がピンク色になっていたら交換してください。**

「注」：            **トラップ管は再利用可能です。メタノールで洗浄して、マッフル炉で 150°C で 30 分間乾燥させます。  
(トラップ管はパイレックス製ですので、ガスバーナーで焼かないでください。)**

## 7-6 スクラバー管の交換

日本国内で 99.995% 以上の高純度ヘリウムガス及び酸素ガスをお使いの場合は、通常スクラバー管を交換する必要はありません。ヘリウムスクラバー管に充填されているソーダタルクが白く変色していても交換する必要はありません。スクラバー管はガス中のゴミや水分を除去するためのフィルターです。もし過塩素酸マグネシウムが水分を吸収して変色しているようでしたら、弊社までご連絡願います。