

送液

缶出しクロロホルム(エタノールを含む)をろ紙でろ過してガロンビンに移す。

準備

1. MAIN POWER、レコーダーのスイッチを ON

2. 送液の空気抜き

CONTROL MODE (Fig. 1) をパージに切り替え、ドレインバルブ (Fig. 2) を手で緩める(全開)。

PUMP を ON にし、排出口 a から出てくる液に気泡がなくなるまで放置。(約 1分)

PUMP を OFF にし、ドレインバルブを手でしめる。

CONTROL MODE を FLOW にする。PUMP を ON にする (pressure 20-26 くらい)。

3. レコーダーのペン位置の確認

レコーダーのスイッチ (Fig. 3) は普段 OFF SUP, MEAS の方向に倒して使う。CHECK の時と MEAS の時のペンの位置を切り替えた時に同じ位置にペンがあるか確認する。(ちなみに 1 が RI、2 が UV)

調整法

ZERO ADJUST ダイヤル (Fig. 4, 5) を回して調整する(レコーダーは MEAS の状態)。

大きい数字でまずあわせる (RI: RANGE = 256, UV: ABSORBANCE = 2)。

小さい数字でも合うようにしていく。30~60 分くらい放置して安定するまで待つ。

4. INJECT の掃除

試料注入口 (Fig. 6) に 5 mL の送液を洗浄用のシリンジのセット (Fig. 7) を用いて投入する。(コックは INJECT の状態。3 回。久しぶりに使う時は LOAD に切り替えてサンプルループの掃除を行う。)

5. RI のリファレンスの PURGE を行う。(1 回で約 1 分かかる。安定するまで。)

6. これで準備 O.K.

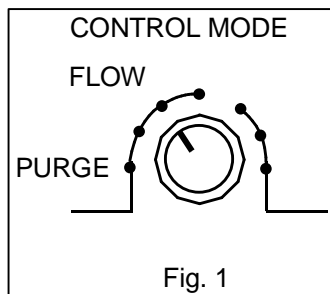


Fig. 1

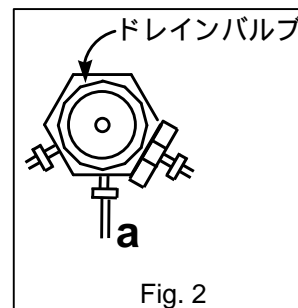


Fig. 2

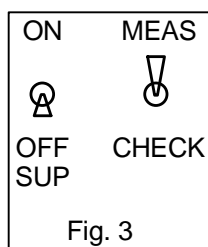


Fig. 3

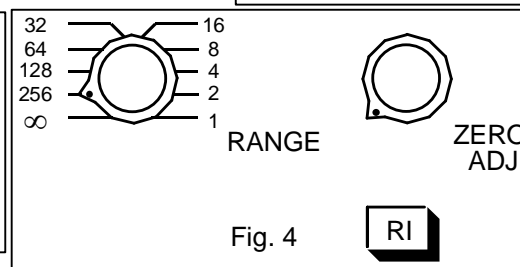


Fig. 4

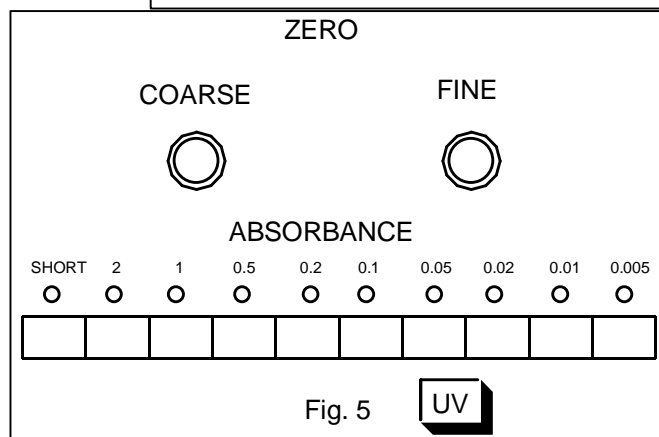


Fig. 5

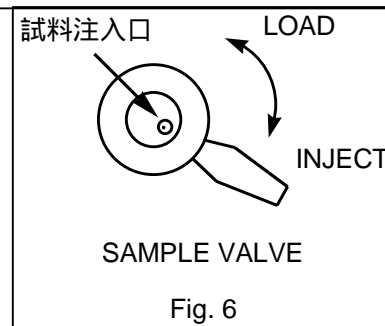


Fig. 6

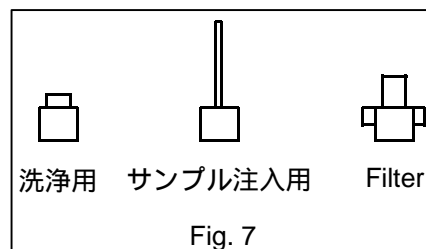
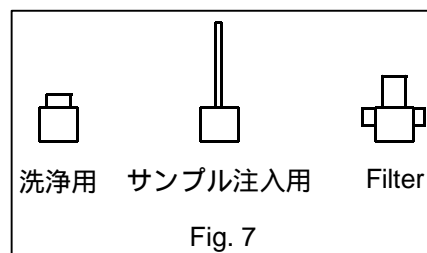


Fig. 7

試料作成

- ろ過した缶出しクロロホルムを用意する。
- 最大で 10% のクロロホルム溶液 5 mL (貴重試料の場合は 3.5 mL) を調整する。
(例：0.5 g の試料を 5 mL のクロロホルムに溶かす。)
- 作成した試料を使い捨てフィルターをついた専用のシリンジで吸い取り、サンプル注入用の針に換えてから空気を抜く (Fig. 7)。(シリンジは一気に引いて空気が入らないようにしないとかたくなる。)
- これで準備 O.K.



試料投入

- SAMPLE VALVE は通常 INJECT の状態 (Fig. 6)。
- 試料の入ったシリンジを投入口に奥まで入れる。
- コックを LOAD にすばやく切り替える(空気が入らないように)。
- 試料をシリンジで押し込む。
- サイホンの中の液が落ちた時にコックを INJECT にすばやく切り替える。
- シリンジを抜く。

(リサイクルする時はリサイクル側にスイッチを倒す。)

*空気が入ったら圧が上がり、PUMP がとまる。落ち着いて且つすばやく PUMP ON にすべし。

分取等

- スイッチ (Fig. 8) を COLLECT、Fr.C に倒すと Fr.C 出口から液が出てくる。

いらぬものは早めにとっておくと分離が楽。

(例：1 週目は様子見。2 週目で簡単に取れるごみを取る。

X 週目で欲しいものを分ける。)

終了

- COLLECT - SIPHON で 1 サイクル回してカラムを洗う。
- レコーダーのスイッチ OFF とペンの片付け。
- PUMP, MAIN POWER OFF

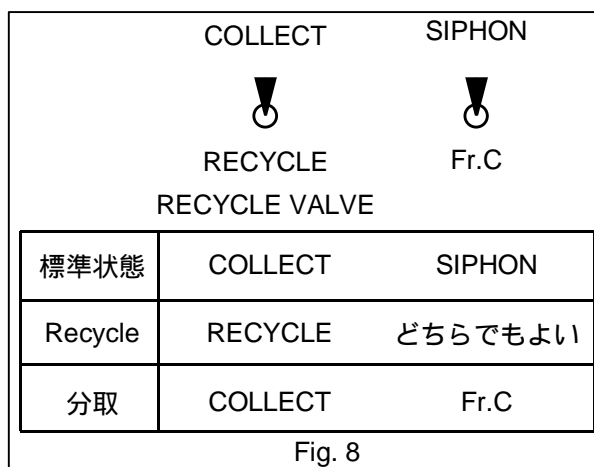


Fig. 8

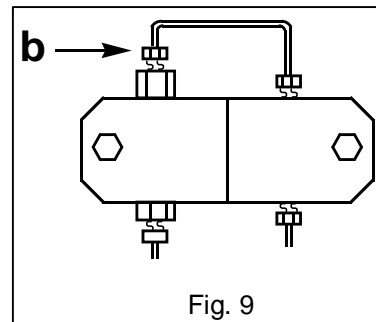
参考

通常のポンプ圧	約 21 kg/cm ²
サイホンがいっぱいになるまでの時間	約 80 秒 (5 mL)
RI と Fr.C 出口のタイムラグ	約 20 秒

トラブルと対処

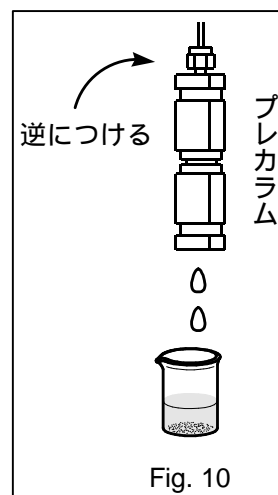
ポンプが送液を吸わない ポンプに送液を満たす

1. ボルト b (Fig. 9) をレンチ緩めるとガロン瓶から送液が流れてくる。
2. あふれたら、ボルト b を締め、PUMP を ON にする。



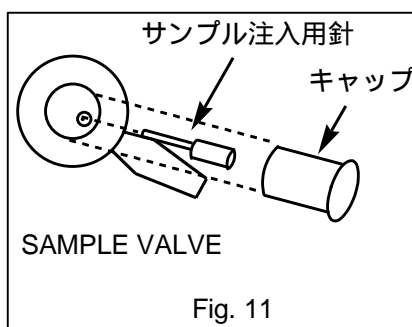
ポンプ圧が 25 付近まで上がり、下がらない プレカラムの掃除

1. PUMP を OFF にし、プレカラムをレンチではずし逆につける (Fig. 10)。(液が出て行く方向はつけない。)
2. PUMP を ON にし、しばらくクロロホルムを流し、ビーカーで受ける。(汚い時は色がついた液が出たりする。)
3. 元通りにつける。



しばらく使わない時

SAMPLE VALVE にサンプル注入用針を注入口に刺し、キャップをする (Fig. 11)。



文責 齋藤隆博
題字 監修 安田先生 2005/08/23
修正 梶岡 2008/04/25