



Agilent 7820A

ガスクロマトグラフ

トラブルシューティング



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2009

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G4350-96015

エディション

第1版 2009年3月

Printed in China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.

412 Ying Lun Road

Waigaoqiao Free Trade Zone

Shanghai 200131 P.R. China

日本語版における特記事項

本マニュアルには μ ECD および NPD についての内容が記載されていますが、日本ではこれらの検出器オプションを販売しておりません。

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

安全上の注意

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

目次

1 コンセプトと通常の作業

コンセプト	8
このマニュアルを使用したトラブルシューティング	8
ソフトウェアキーパッド	8
[Status (ステータス)] キー	8
コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ	9
カラムのコンフィグレーション	9
オートサンブラのコンフィグレーション	9
ガスのコンフィグレーション	9
ランログ、メンテナンスログ、イベントログの表示	10
修理の問い合わせをする前に	11

2 ALS および検出器の現象

プランジャエラー	14
注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる	15
FID が点火しない	16
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	17
FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食	18
NPD のオフセット調整中にエラーが発生する	19

3 クロマトグラムに関する現象

リテンションタイムの再現性が悪い	22
ピーク面積の再現性が悪い	23
汚染またはキャリーオーバー	24
汚染源の特定	24
考えられる原因（注入口と検出器のすべての組み合わせ）の確認	24
予想よりもピークが大きい	25
ピークが表示されない / ピークがない	26
オープンの温度プログラム時のベースライン上昇	27
ピークの分離度が悪い	28
ピークのテーリング	29
NPD	29
ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化	30
注入口がスプリットモードの場合（任意の検出器）	30

注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器）	30
注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない	31
ピークのリーディング	32
うねり、ドリフト、ベースラインスパイク等の検出器ノイズ	33
ベースラインのノイズ	33
ベースラインのうねりとドリフト	34
ベースラインスパイク	34
ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下）	36
分析時に FID フレームが消え、再点火する	37
FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった	38
NPD 溶媒クエンチング	39
NPD の感度が低い	40
NPD ベースラインシグナルが 8,000,000 カウント以上ある	41
NPD のオフセット調整が正しく機能しない	42
NPD の選択性が悪い	43
TCD でマイナスピークが表示される	44
TCD ベースラインに振幅ノイズテールリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ）	45
TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある	46

4 GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない	48
流量がレディにならない	49
オープン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い	50
オープン温度が上がらない	51
温度がレディにならない	52
流量または圧力を設定できない	53
ガスが設定圧力または設定流量に達しない	54
ガスが設定圧力または設定流量を超える	55
注入口の圧力または流量が変動する	56
スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する	57
カラム流量の実測値が表示流量と異なる	58
FID が点火しない	59
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	60

5 シャットダウンに関する現象

カラムのシャットダウン	64
水素のシャットダウン	65
加熱部シャットダウン	67

6 GC の電源オンおよび通信に関する現象

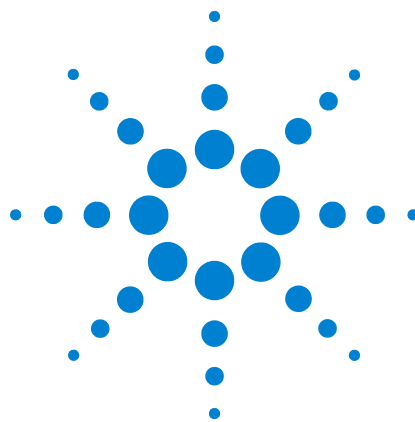
GC がオンにならない	70
GC がオンになっても、起動中に停止する (セルフテスト時)	71
PC が GC と通信できない	72

7 リーク検査

リーク検査のヒント	74
外部にリークがないか調べる	75
GC にリークがないか調べる	76

8 トラブルシューティング作業

カラム流量の測定	78
FID、TCD、 μ ECD のカラム流量の測定	78
NPD カラム流量の測定	80
スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定	82
検出器流量の測定	83
FID、TCD、 μ ECD 流量の測定	83
NPD 流量の測定	85
GC セルフテストの実行	87
FID 点火オフセットの調整	88
FID フレーム点火の確認	89
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認	90
FID オフセット値の測定	91
FID ベースラインシグナルの測定	92
NPD オフセット値の測定	93
NPD ビードの点火の確認	94



1 コンセプトと通常の作業

コンセプト	8
コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ	9
ランログ、メンテナンスログ、イベントログの表示	10
修理の問い合わせをする前に	11



コンセプト

このマニュアルには現象の一覧と、GC ハードウェアまたはクロマトグラムのシグナルに関連するエラー、GC Not Ready (ノットレディ) のメッセージ、およびその他の共通の問題に直面したときに行う作業が記載されています。

それぞれのセクションには問題についての説明と、ユーザーによるトラブルシューティング用に、考えられる原因の一覧が記載されています。これらのリストは、新しいメソッドの構築に使用することを目的としたものではありません。メソッドが正しく動作するという仮定の下でトラブルシューティングを進めます。

このマニュアルには、修理の問い合わせをする前に必要な情報だけでなく、共通のトラブルシューティング作業についても記載されています。

このマニュアルを使用したトラブルシューティング

トラブルシューティングに対する通常のアプローチとして以下の手順を実行します。

- 1 問題となっている現象を観察します。
- 2 目次または検索ツールを使用して、このマニュアルに記載されている現象を探します。現象の原因リストを検証します。
- 3 現象が解決されるまで原因をひとつひとつ調べるか、または原因リストを絞り込むテストを行います。

ソフトウェアキーパッド

問題をトラブルシューティングする場合、GC で使用できるすべての情報にアクセスするにはソフトウェアキーパッドを起動します。特に指定のない限り、このマニュアルに記載される手順において、GC の設定や GC の情報にアクセスする方法について説明している箇所では、ソフトウェアキーパッド (リモートコントロール) を使用することが前提となっています。

[Status (ステータス)] キー

トラブルシューティング情報を使用するときは、ソフトウェアキーパッドの [Status (ステータス)] キーと [Info (情報)] キーも使用してください。これらのキーを押すと、GC とそのコンポーネントのステータスに関する有益な追加情報が表示されます。

コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ

GC のコンフィグレーション可能な項目の中には、常に最新の状態に保たなければならないものがあります。これを怠ると、感度が低下し、クロマトグラムに不具合が発生し、安全上の問題につながることがあります。

カラムのコンフィグレーション

カラムを切り取ったり、交換したりした場合は、必ず GC 再コンフィグレーションします。また、カラムのタイプ、長さ、内径、および膜厚がデータシステムに正しく反映されていることを確認します。GC はこのデータに基づいて流量を計算します。カラムに変更があった後で GC を更新しないと、流量の誤り、スプリット比率の変更や誤り、リテンションタイムの変動、およびピークの移動の原因になります。

オートサンプラのコンフィグレーション

オートサンプラ (ALS) が正しく動作するよう、オートサンプラのコンフィグレーションを常に最新の状態に保ちます。常に最新の状態に保たねばならない ALS の項目には、取り付けたシリンジのサイズ、および溶媒ボトルと廃液ボトルの使用方法があります。

ガスのコンフィグレーション

警告

水素を使用するときは、必ず GC を適切にコンフィグレーションします。水素の漏れは素早く、空気中や GC オープン中に大量に放出されると安全上の問題が発生します。

ガスタイプを変更したら、必ず GC 再コンフィグレーションします。実際に配管されているガス以外のガスに合わせて GC をコンフィグレーションしたままにすると、流量に誤りが生じます。

ランログ、メンテナンスログ、イベントログの表示

GC には内部イベントログがあり、それぞれのログの記録上限は 250 エントリです。これらのログは、問題をトラブルシューティングするために使用されます（特に画面にメッセージが表示されなくなったとき）。

ログを利用する場合は、**[Logs (ログ)]** を押して目的のログに切り替えます。画面には、ログに記録されているエントリ数が表示されます。リストをスクロールします。

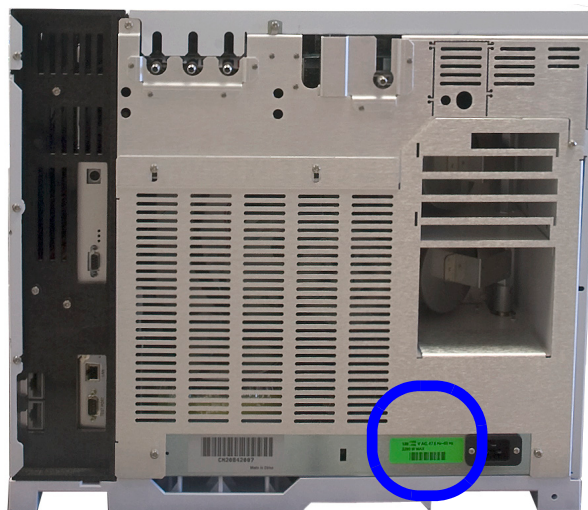
ランログ 分析のたびに、計画されたメソッドからの逸脱がランログに記録されます。このログは、分析が始まるたびに上書きされます。ランログの情報は、医薬品安全性試験実施基準（GLP）に使用することができ、また Agilent データシステムにアップロードすることができます。ランログにエントリが記録されている場合は、ソフトウェアキーパッドの **Run Log (ランログ)** ステータスライトが点灯します。

イベントログ イベントログには、シャットダウン、警告、エラー、および GC 操作時に発生する GC 変化（分析開始、分析停止など）などのイベントが記録されます。イベントログにこれ以上記録できなくなると、最も古いエントリから上書きされます。

修理の問い合わせをする前に

修理の問い合わせをする前に、以下の情報を収集してください。

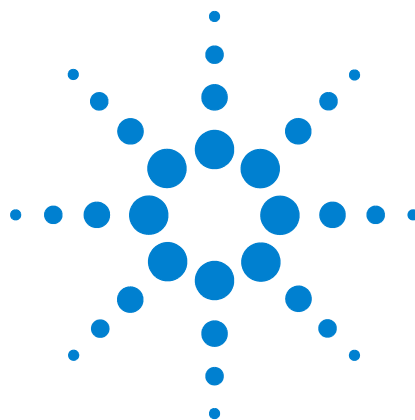
- 現象
- 問題の内容
- 取り付けられているハードウェア、およびエラー発生時のパラメータ / コンフィグレーション（サンプル、供給ガスタイプ、ガス流量、取り付けられている検出器 / 注入口など）
- GC の画面に表示されるメッセージ
- トラブルシューティングテストの実行結果
- 機器の詳細（以下の情報を取得してください）
 - GC のシリアル番号。GC の右下にあるステッカーに記載されています。
 - GC のファームウェアリビジョン（**[Status（ステータス）]** を押し、次に **[Clear]** を押します）
 - 電源コンフィグレーション（GC 電源ケーブルの左側にある GC の背面パネルのラベルに記載）



- **[Status（ステータス）]** キーを押すと、前の **Error（エラー）**、**Not Ready（ノットレディ）**、および **Shutdown（シャットダウン）** メッセージが表示されます。

サービス / サポートの電話番号については、担当の販売店までお問い合わせください。

1 コンセプトと通常の作業



2 ALS および検出器の現象

プランジャエラー	14
注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる	15
FID が点火しない	16



プランジャエラー

ALS にフロントプランジャまたはバックプランジャエラーが出た場合は、以下の可能性がないか確認します。

- シリンジプランジャが引っかかっている、またはプランジャキャリアにしっかりと取り付けられていない。

注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる

警告

インジェクタのトラブルシューティング時は、シリンジニードルに手を近づけないでください。ニードルは鋭利で、危険な化学物質が付着していることがあります。

詳細については、以下の ALS マニュアルを参照してください。

7693A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス

- GC セプタムナットが締め過ぎていることを確認します。
- シリンジがシリンジキャリッジに正しく取り付けられていることを確認します。
- ニードルサポートとニードルガイドが清潔なことを確認します。残留物やセプタムの断片があれば取り除きます。
- 適切なシリンジを使用していることを確認します。シリンジバレルとニードルの長さは合わせて約 126.5 mm でなければなりません。

FID が点火しない

- Lit Offset (Lit オフセット) が 2.0 pA 以下であることを確認します。
- 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯することを確認します (「[点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認](#)」を参照してください)。
- ジェットまたはその一部が詰まっているか調べます。
- FID の流量を確認します。水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります (「[検出器流量の測定](#)」を参照してください)。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって (特に FID のカラムフィッティングに) 漏れがないか詳細に調べます。
- カラムの流量を確認します。
- FID カラムフィッティングに漏れがないか調べます。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します (>150 °C)。

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない

警告

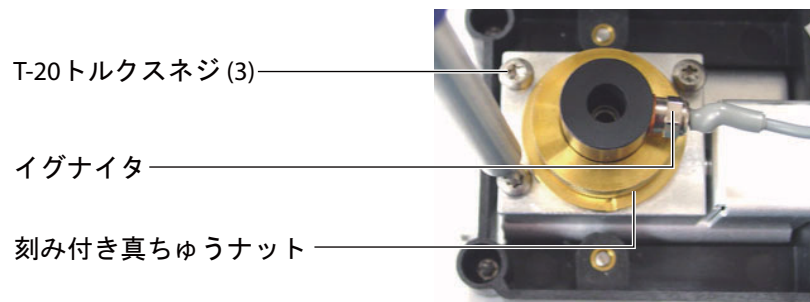
この作業を行っている間は、顔や手を **FID** 上部から十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、**FID** フレームは見えません。

- 1 検出器の上部カバーを取り外します。
- 2 **FID** フレームを**オン**にします。
- 3 **FID** 上部よりイグナイタプラグを観察します。点火シーケンスではイグナイタが点灯しなければなりません。

上記テストに不合格だった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します。
- 検出器の温度が 150 °C より低く設定されています。Agilent では、300 °C 以上で **FID** を動作させることを推奨しています。
- イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
 - イグナイタは **FID** キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていなければなりません。
 - コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていなければなりません。
 - **FID** キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていなければなりません。

これらの部品が腐食したり酸化した場合は、**FID** メンテナンスを行います。



FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食

Agilent では、FID のメンテナンス時に、イグナイタグロープラグに腐食がないか検査することを推奨しています。

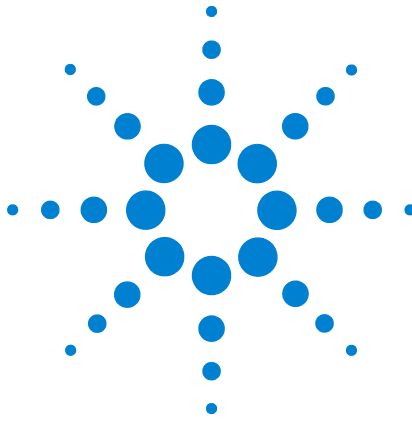
FID の燃焼プロセスにより水滴が溜まります。この水滴と塩素系溶媒あるいはサンプルのために腐食が起き、感度が失われます。

腐食を防ぐには、検出器の温度を 300 °C 以上にします。

NPD のオフセット調整中にエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。
- 検出器の実際の流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて[交換](#)します。
- 流量設定が正しいことを確認します。
- システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

2 ALS および検出器の現象



3

クロマトグラムに関する現象

リテンションタイムの再現性が悪い	22
ピーク面積の再現性が悪い	23
汚染またはキャリーオーバー	24
予想よりもピークが大きい	25
ピークが表示されない / ピークがない	26
オープンの温度プログラム時のベースライン上昇	27
ピークの分離度が悪い	28
ピークのテーリング	29
ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化	31
注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない	32
ピークのリーディング	33
うねり、ドリフト、ベースラインスパイク等の検出器ノイズ	34
ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下）	37
分析時に FID フレームが消え、再点火する	38
FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった	39
NPD 溶媒クエンチング	40
NPD の感度が低い	41
NPD ベースラインシグナルが 8,000,000 カウント以上ある	42
NPD のオフセット調整が正しく機能しない	43
NPD の選択性が悪い	44
TCD でマイナスピークが表示される	45
TCD ベースラインに振幅ノイズテーリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ）	46
TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある	47



リテンションタイムの再現性が悪い

- セプタムを交換します。
- 注入口、ライナー（該当する場合）、およびカラムの接続部分に漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- キャリアガスの供給圧力が十分か調べます。GC 供給される圧力は最終オープン温度で必要となる注入口最大圧力よりも 10 psi (40 kPa) 以上高くなければなりません。
- 既知の標準サンプルを使用して問題を確認します。
- 注入されるサンプルに適したタイプのライナーを使用していることを確認します。
- これが最初の分析かどうか調べます（GC が安定した状態で分析を開始したかを確認します）。
- FID または NPD を使用しており、リテンションタイムが長くなった（ドリフト）場合は、ジェットに汚染がないか調べます。

ピーク面積の再現性が悪い

- ALS シリンジの動作を確認します。
- シリンジを交換します。
- 注入口、ライナー（該当する場合）、およびカラムの接続部分に漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- バイアルのサンプル量を確認します。
- 既知の標準サンプルを使用して問題を確認します。
- これが最初の分析かどうか調べます（GC が安定した状態で分析を開始したかを確認します）。

汚染またはキャリーオーバー

シグナルに汚染や予期しないピークがある場合は、以下の手順を実行します。

汚染源の特定

- 1 新しく、高純度の溶媒を使用して溶媒ブランクランを実行します。汚染が消えたら、問題はサンプルまたは溶媒のいずれかに関するものである可能性があります。
- 2 ブランクランを実行します（インジェクタからシリンジを取り外し、分析を開始します）。汚染が消えたら、問題はシリンジにあります。
- 3 検出器からカラムを取り外し、検出器フィッティングをキャップで閉じます。もう一度ブランクランを実行します。汚染が消えたら、問題は注入口またはカラムにあります。汚染が残ったら、問題は検出器にあります。

考えられる原因（注入口と検出器のすべての組み合わせ）の確認

- セプタムの種類と取り付け状態を確認します。
- 注入口のメンテナンスを完全に行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- 前回の分析からのサンプルのキャリーオーバーがないか調べます。注入を行わないブランクランを数回行い、ゴーストピークが消えるか、または小さくなるか確認します。
- セプタムパージ流量を確認します。流量が低すぎる場合は、セプタムかすや、サンプル等が凝縮し、パージラインが詰まっている可能性があります。
- ガストラップインジェクタと日付すべてを確認します。
- ガスの純度を確認します。配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- 注入口、カラム、または検出器に汚染がありそうな場合は、焼き出し手順を実行します。
- オープンプログラム温度と時間が、注入されるサンプルに対し十分であることを確認します。
- ALS 洗浄ボトルの溶媒量を確認します。
- 必要に応じて ALS シリンジを交換します。
- サンプル注入量を確認します。

予想よりもピークが大きい

- 実際のカラムのディメンジョンを確認して、コンフィグレーション済みのカラムの寸法を確認します（「[コンフィグレーション可能な項目を常に最新の状態に保つ](#)」を参照してください）。
- オートサンプラの注入量を確認します。
- バイアルキャップを確認します。
- コンフィグレーション済みのシリンジサイズを確認します。シリンジサイズの中には、半分の容量が指定されているものもあります。バレルの上部ではなくバレルの半分の高さの位置にシリンジ最大量のマークがある場合は、シリンジサイズのコンフィグレーション時にはラベルに表示されている量の**2 倍の値**を入力します。

ピークが表示されない / ピークがない

- オートサンプラを使用する場合は、以下の手順を実行します。
 - バイアルにサンプルがあることを確認します。
 - **ALS** プランジャキャリッジがシリンジプランジャにしっかりと固定されていることを確認します。
 - シリンジが正しく取り付けられ、サンプルを吸引することを確認します。
 - タレットが正しく動き、シーケンスで指定されているバイアルであることを確認します。
 - サンプルがシリンジに吸引されることを目視で確認します。
- 使用している検出器がシグナルに割り当てられていることを確認します。
- カラムが正しく取り付けられているか調べます。
- カラムが詰まっていないことを確認します（「[カラム流量の測定](#)」を参照してください）。カラムの[メンテナンス](#)を行います。
- 漏れをチェックします（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。

検出器に問題がある場合は、[表 1](#) を参照してください。

表 1 検出器のトラブルシューティング

検出器	解決策
FID	• エレクトロメーターがオンになっていることを確認します。 • フレームが点いていることを確認します。
TCD	• フィラメントがオンになっていることを確認します。 • リファレンスガスがゼロに設定されていないことを確認します。

オーブンの温度プログラム時のベースライン上昇

- カラムにブリードがないか検査します。
- キャリアガスの供給源に漏れ / 酸素がないか調べます。
- 供給ガスの酸素トラップインジェクタまたは前回トラップを交換した日付を確認します。
- 溶媒ブランクランを行い、サンプルなしでのベースラインを評価します。
- 「注入なし」のブランクランを行い（インジェクタからシリンジを取り外し、分析を開始する）、溶媒なしでベースラインを評価します。
- 汚染がないか調べます（「[汚染またはキャリーオーバー](#)」を参照してください）。
- ブリードに対するカラム膜厚の影響を調べます。
- カラムフィッティングに漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- カラム補償を行います。

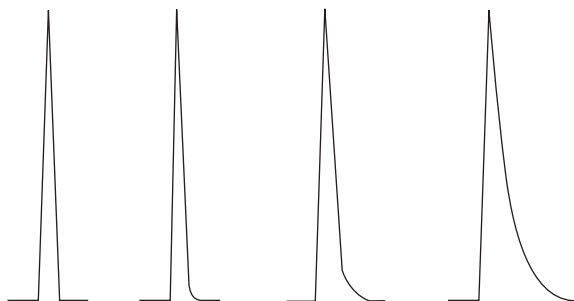
ピークの分離度が悪い

- カラム流量を最適な線速度に設定します。
- 注入口に不活性の消耗部品（ライナーなど）を取り付けて測定します。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を焼き出しし、注入口付近のカラムの汚染部分を取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- カラム両端の取り付け状態を確認します。
- より分離度の高いカラムを選択します。

ピークのテーリング

以下の図に、テーリングピークの例を示します。テーリングピークのトラブルシューティングを行うときには、以下の点を調べます。

- どのピークがテーリングしているか。
- テーリングピークは極性化合物か、すべて化合物か、または溶出が早い、溶出が遅いなどの傾向があるか。



- カラムに深刻な汚染がないか調べます。
- カラムの固定相（カラムの活性点の有無）を調べます。
- カラムが正しくカットされ、取り付けられていることを確認します。
- 使用されているアダプタ、ライナー、および注入口シールのタイプを調べます。これらが汚染されていたり、活性点があったりする可能性があります。
- アダプタ（取り付けられていれば）とライナーに固形物が付着していないか調べます。
- キャピラリスプリットレス注入では、溶媒とカラムの組み合わせを調べます。
- 注入方法が適切であることを確認します。
- 注入口温度を確認します。
- システムにデッドボリュームがないか調べます。カラム両端の取り付け状態が適切か調べます。
- トランスファラインにコールドスポットがないか検査します。

NPD

NPD では、以下の手順を実行します。

- 実行されるサンプルに適したビードを使用していることを確認します。リンを含む化合物の分析時には、黒色ビードを取り付けると、ピーク形状が改善することがあります。白色ビードは、リンを含む化合物の分析時にピークテーリングの原因になることがあります。
- 正しいジェットが取り付けられていることを確認します。拡張チップ付きジェットを使用します。

3 クロマトグラムに関する現象

- セラミックインシュレータを交換します。

ピークの沸点または分子量ディスクリミネーションの悪化

ピーク沸点または分子量ディスクリミネーション（注入口ディスクリミネーション）に問題がある場合は、以下の手順を実行します。

- 注入口に汚染がないか調べます 必要に応じてライナーを清掃、交換します。注入口の消耗部品をすべて交換します。『メンテナンス』マニュアルを参照してください。
- 注入口温度を調整します。
- 既知のメソッドで標準サンプルを分析して、期待されるパフォーマンスが得られているかを判断します。

注入口がスプリットモードの場合（任意の検出器）

- ライナーの種類を確認します。
- 注入口の温度を上げます。断熱カップが取り付けられ、断熱材が入っていることを確認します。
- カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。SS 注入口の項目を参照してください。

注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器）

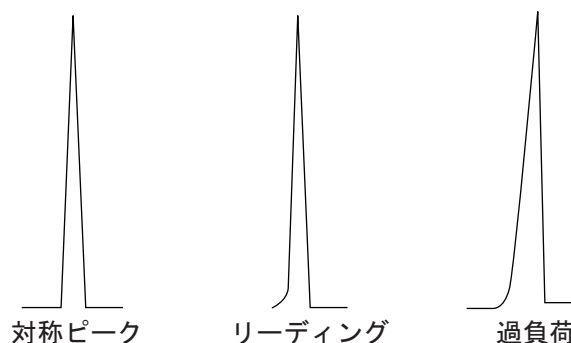
- 注入口に漏れがないか調べます（「リーク検査」を参照してください）。
- ライナーの種類を確認します。
- オープン初期温度が溶媒の沸点より低いことを確認します。
- カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。SS 注入口の項目を参照してください。
- 溶媒の気化容積がライナーの容量を超えていないことを確認します。
- 注入口のページ時間が適切かどうか調べます。

注入口でのサンプル分解 / あるべきピークがない

- 注入口温度を下げます。
- キャリアガスに空気または水が含まれていないか調べます。ガスの純度とトラップの機能を確認します。
- ライナーが、分析されるサンプルに適したものであることを確認します。
- 注入口のメンテナンスを完全に行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- Agilent 不活性ライナーを取り付けます (SS 注入口)。
- セプタム、ライナー、およびカラムフィッティングに漏れがないか調べます (「リーク検査」を参照してください)。
- Agilent ダイレクトコネクトライナーを取り付けます。
- パルスド注入を使用して、カラムへのサンプル導入時間を短縮します。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
 - スプリット / スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すには
 - パージ付きパacked注入口から汚染物質を焼き出すには

ピークのリーディング

以下の図に、対称ピーク、リーディング、および過負荷の3つのタイプのピークの例を示します。



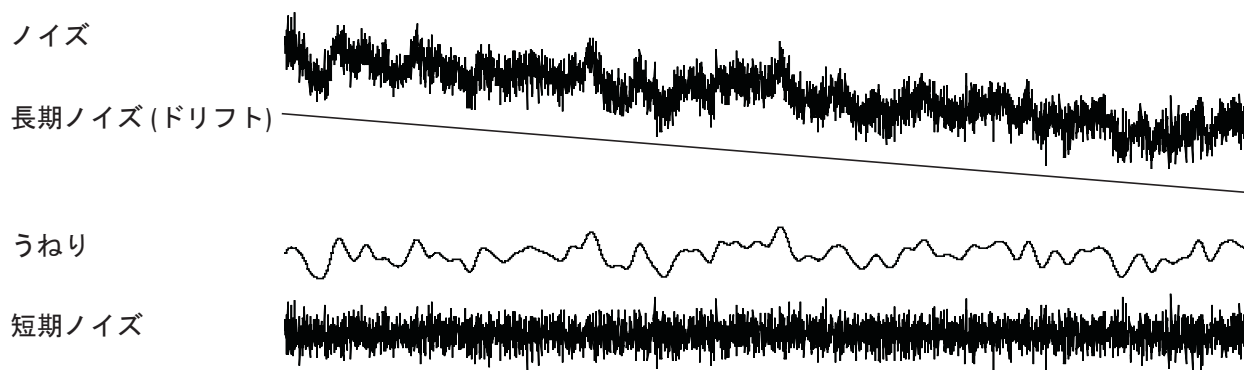
ピークのリーディングまたは過負荷が発生した場合は、以下の手順を実行します。

- 注入量が適切なことを確認します。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。
- 適切な注入方法が使用されていることを確認します。
- キャピラリスプリットレス注入を使用している場合は、溶媒の化合物溶解度を調べます。
 - 溶媒を他のものに変更します。
 - リテンションギャップを使用します。
- サンプル溶媒の純度を確認します。

うねり、ドリフト、ベースラインスパイク等の検出器ノイズ

ノイズの測定は、カラムを取り付け、キャリアガスをオンにした「通常」の分析条件で行わなければなりません。通常、ノイズには高周波成分（電子的に発生）と、うねり、ドリフトといわれる低周波成分があります。

うねりの方向はランダムですが、短周期の電子ノイズよりも低周波です。長周期のノイズ（ドリフト）とは、うねりおよび電子ノイズよりも長い時間での信号の単調な変化のことです（以下を参照）。「短い」および「長い」というのは、クロマトグラフのピークの幅を基準とした相対的なものです。



ベースラインのノイズ

ベースラインからノイズが発生したり、検出器のシグナルが大きい場合は、漏れ、汚染、または電気的な問題がある可能性を示します。どのような検出器でもある程度のノイズは避けられませんが、アッテネーションを大きくすることで改善することができます。ノイズは検出器の感度を損なうので、最小限に抑えなければなりません。

- すべての検出器のカラムフィッティングに漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- FID については、「[FID オフセット値の測定](#)」を参照してください。
- TCD では、5 Hz 以下でデータを採取して確認します。

今まで清潔だったベースラインに突然ノイズが現れた場合は、以下の手順を実行します。

- システムに対して実施した最近の変更を調べます。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
 - [スプリット / スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すには](#)
 - [ページ付きパックド注入口から汚染物質を焼き出すには](#)
- キャリアガスと検出器ガスの[純度](#)を確認します。

- 最近のメンテナンスの後に元通りに正しく組み立てられたことを確認します。
- 検出器に汚染がないか検査します。

許容不可能なレベルまでノイズが徐々に大きくなる場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- 検出器に汚染がないか検査します。
- カラムと注入口に汚染がないか確認します。
- FID または NPD ジェットに汚染がないか確認します。

ノイズの原因となるおそれのあるその他の要因には、以下のものがあります。

- 検出器へのカラムの取り付け位置が高すぎる。
- オープン温度がカラムの推奨最高温度を超えている。

ベースラインのうねりとドリフト

ベースラインのうねりやドリフトは、流量や温度の設定を変更すると発生することがあります。分析を開始する前に新しい条件でシステムが安定していないと、ある程度のベースラインの変化が予想されます。

ベースラインにうねりがある場合は、特にセプタムとカラムで漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。ベースラインドリフトは、温度プログラミング時に最もよく見られます。ベースラインドリフトを解決するには、以下の手順を実行します。

- カラム補償が使用され、プロファイルが最新の状態であることを確認します（ブリードを補正）。
- カラムがコンディショニングされていることを確認します。
- 使用温度におけるカラムのブリードを確認します。
- データシステムでカラムに割り当てられたシグナルモードを確認します。

ベースラインスパイク

ベースラインシグナルには、周期的またはランダムに発生する 2 種類のスパイクがあります。

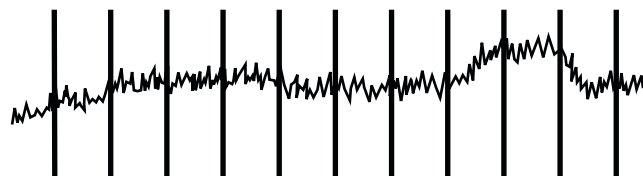


図 1 周期的スパイク

周期的スパイクの原因には、以下のものがあります。

- 電動モーター
- 建物の加熱 / 冷却システム
- 実験室内のその他の電子的干渉物

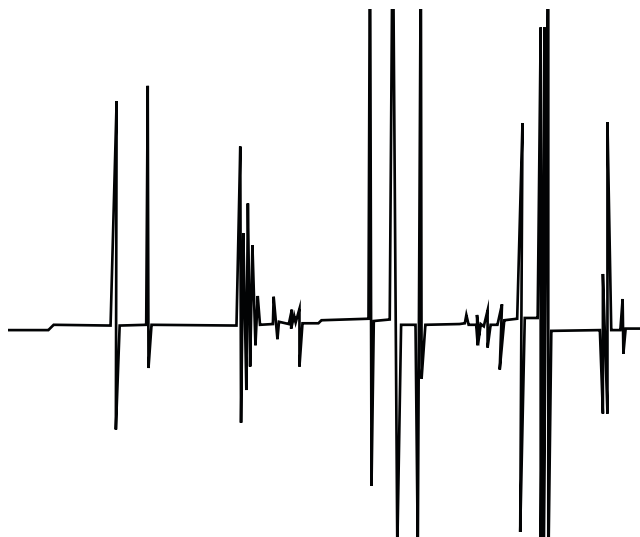


図2 ランダムスパイク

スパイクとは点在するベースラインの変動のことで、通常は突然の（かつ大きな）上方への動きとして現れます。ノイズに伴って現れる場合は、ノイズの問題を解決すればスパイクも同時に消失することがあります。

- 検出器に汚染がないか調べます。
- パックドカラムについては、パックドカラムの出口がガラスウールできちんとシールされていることを確認します。
- パックドカラムの取り付け状態を確認します。
- ジェットが適切なものかどうか調べます。

ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下）

- スプリットモードで注入口を使用している場合は、スプリット比を確認します。
- 漏れをチェックします（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 注入口に汚染がないか調べます（「[汚染またはキャリーオーバー](#)」を参照してください）。
- カラムをひとつひとつ調べ、それぞれの端が正しく切断され、取り付けられていることを確認します。
- カラムタイプが正しいことを確認します。
- カラムのメンテナンスを行います。汚染物質を[焼き出し](#)し、注入口付近のカラムの汚染部分を[取り除き](#)、必要に応じてカラムを[反転し](#)、[焼き出し](#)します。
- ライナーの種類がサンプルに適したものであることを確認します。
- 検出器の流量設定が正しいことを確認します。
- 供給ガスの[純度](#)を確認します。
- すべてのトラップインジケータとトラップの前回交換日付を確認します。
- メソッドパラメータが正しいことを確認します。
- サンプルの安定性を確認します。
- コンフィグレーション済みのシリンジサイズを確認します。シリンジサイズの中には、半分の容量が指定されているものもあります。バレルの上部ではなくバレルの半分の高さの位置にシリンジ最大量のマークがある場合は、シリンジサイズのコンフィグレーション時にはラベルに表示されている量の**2 倍の値**を入力します。

FID を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- ジェットに汚染がないか調べます。

μECD を使用している場合は、以下の手順を実行します。

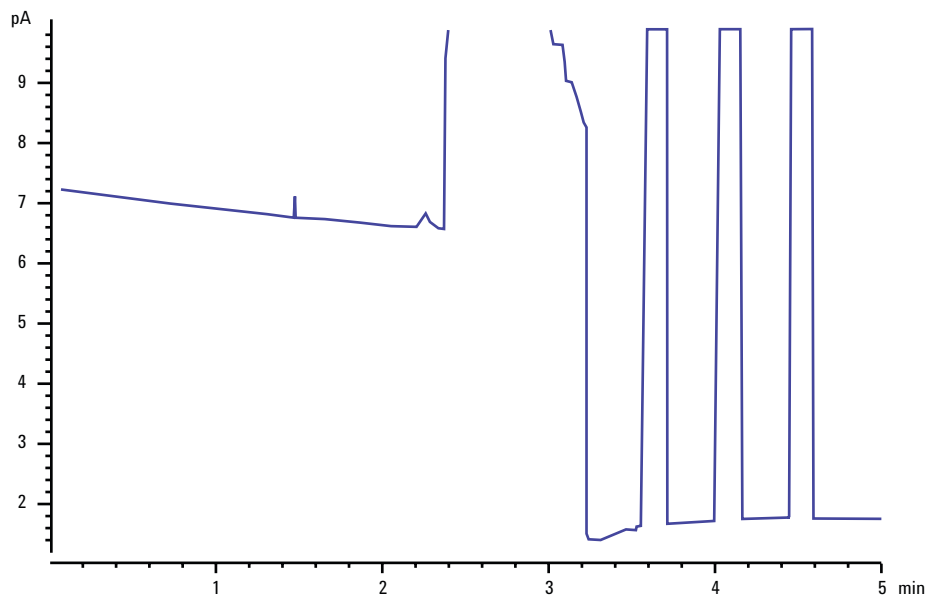
- フューズドシリカライナー（μECD 用）を交換します。
- カラムを交換して元通りに取り付けます。

NPD を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- 検出器に汚染がないか調べます。
- セラミック断熱材を交換します。
- ビードを交換します。

分析時に FID フレームが消え、再点火する

以下は、大きな溶媒ピークからのフレームアウトを示すクロマトグラムの例です。



フレームアウト後、GC は 3 回フレームを点火しようとしています。
分析時に FID フレームが消えた場合は、以下の手順を実行します。

- フレームの消失が芳香族化合物のピークまたは水によるものかどうか確認します。
- ジェットに詰まりがないか調べます。
- ガスの流量設定が正しいことを確認します。**Lit Offset (Lit オフセット)** が正しく設定されていることを確認します。

FID フレームが点火しているのに再点火しようとしている場合は、以下の手順を実行します。

- **FID Lit offset (Lit オフセット)** 設定が分析に適したものであることを確認します (通常は 2.0 pA 以下)。
- フレームの消失が芳香族化合物のピークまたは水によるものかどうか確認します。
- ジェットの一部分に詰まりがないか調べます。検出器の水素、空気、およびメイクアップの実際の流量を測定します (「[検出器流量の測定](#)」を参照してください)。
- 検出器カラムフィッティングに漏れがないか調べます (「[リーク検査](#)」を参照してください)。

FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった

- キャリアガスと検出器ガスの純度を確認します。
- カラムにカラムブリードがないか検査します。
- 供給ガスのトラップインジケータ / トラップの前回交換日付を調べ、トラップが寿命でないことを確認します。
- 最近のメンテナンスの後に検出器が元通りに正しく組み立てられていることを確認します。
- 検出器に汚染がないか検査します。
- FID オフセット値が < 2.0 pA 未満であることを確認します（「[FID オフセット値の測定](#)」を参照してください）。

NPD 溶媒クエンチング

溶媒ピーク後にベースラインが回復しない場合は、以下の手順を実行します。

- 溶媒ピーク付近で水素をオフ / オンにします。
- メークアップガスに窒素を使用します。
- カラムの流量とメークアップガスの合計を 10 mL/min 未満に設定します。
- 空気の流量を 10 mL/min 増加します。
- 検出器の温度を 325 °C まで上げます。

NPD の感度が低い

- 注入口のメンテナンスを完全に行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- カラムのメンテナンスを行います。必要に応じて汚染物質を焼き出しします。溶媒濃度が高いと、水素 / 空気プラズマが消えます。ビード電圧を上げます。
- 検出器の実際のガス流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。
- ジェットの一部分に詰まりがないか調べます。
- ビードが活性化されていることを確認します。検出器リッドのベントホールから中を覗いて、ビードがオレンジ色に点灯しているかどうか目視で確認します。インシュレータ / コレクタを交換します。

NPD ベースラインシグナルが **8,000,000** カウント以上ある

- コレクタが検出器のハウジングにショートしています。コレクタとインシュレータを分解し、もう一度取り付けます。

NPD のオフセット調整が正しく機能しない

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。
- 検出器の実際の流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて[交換](#)します。
- 流量設定が正しいことを確認します。
- システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

NPD の選択性が悪い

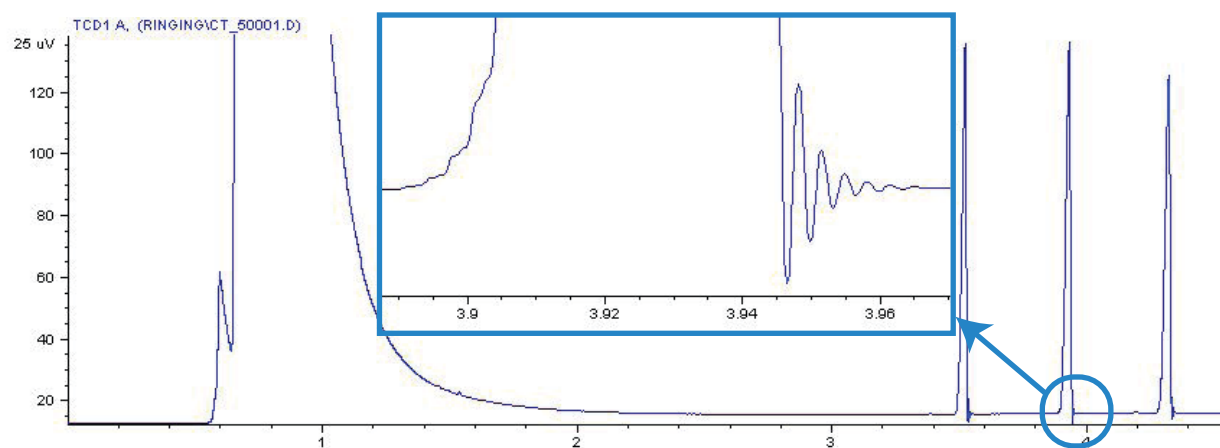
- 水素の流量が正しいことを確認します (3 mL/min 以下)。
- ビードを検査します。不具合があったり、寿命がきている可能性があります。
- 正しいビード電圧であることを確認します。
- コレクタとインシュレータを交換します。

TCD でマイナスピークが表示される

- 正しいガスタイプを使用していることを確認します。
- システム（特に検出器カラムフィッティング）に漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 目的成分に対する感度を調べます。
- 流量設定を確認し、検出器の実際の流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。

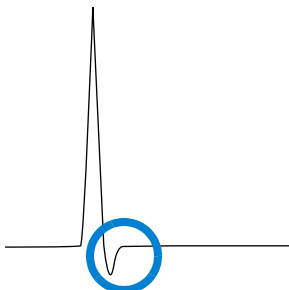
3 クロマトグラムに関する現象

TCD ベースラインに振幅ノイズテリングピークがある（ベースラインの振幅ノイズ）



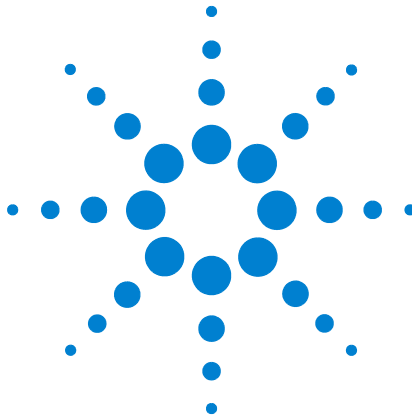
データシステムで誤った取込速度が選択されています。TCD の取込速度は **5 Hz** 以下にしてください。

TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある



- 検出器カラムアダプタフィッティングに漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 不活性フィラメントに検出器をアップグレードします。

3 クロマトグラムに関する現象



4

GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない	48
流量がレディにならない	49
オープン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い	50
オープン温度が上がらない	51
温度がレディにならない	52
流量または圧力を設定できない	53
ガスが設定圧力または設定流量に達しない	54
ガスが設定圧力または設定流量を超える	55
注入口の圧力または流量が変動する	56
スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する	57
カラム流量の実測値が表示流量と異なる	58
FID が点火しない	59
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	60
NPD のオフセット調整中にエラーが発生する	61

このセクションには、GC がオンになっているのに分析を実行できないときに発生する不具合と現象が記載されています。これは「Not Ready (ノットレディ)」の警告、エラーメッセージ、またはその他の現象によって示されます。



GC がレディにならない

通常は、流量と温度が設定値に達すると GC がレディ (Ready) になります。長時間経過しても GC がレディにならない場合は、以下の手順を実行します。

- **[Status (ステータス)]** またはコンポーネントキー (**[Front inlet (フロント注入口)]** など) を押して、どの設定値または条件が ノットレディであるか確認します。
- サンプラに問題がないか調べます。
- データシステムに問題がないか調べます。
- スプリットレスモードまたはガスセーバーモードでマニュアルで注入を行う場合は、**[Prep Run (プレラン)]** を押して注入準備をする必要があることもあります。プレランを押すと以下の準備が整います。
 - スプリットレス注入の前に注入口パージバルブを閉じる
 - パルスド注入の条件に変更
 - ガスセーバーがオフになる

[Prep Run (プレラン)] の詳細については、『[Agilent 7820 GC Advanced User Guide](#)』を参照してください。

流量がレディにならない

ガス流量がレディにならない場合は、以下の項目を調べます。

- 供給ガスの元圧が十分か確認します。
- コンフィグレーションしたガスのタイプを確認します。コンフィグレーションしたガスのタイプは、GC に配管されている実際のガスと同じでなければなりません。
- ガス配管と GC に漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。

オープン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い

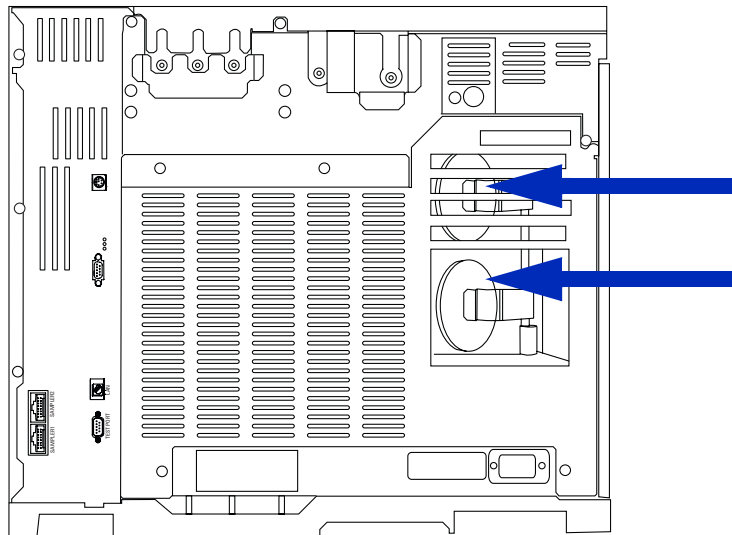
オープンの温度が下がらなかったり、下がり方が非常に遅い場合は、以下の手順を実行します。

警告

GC 背面から出ている排気は非常に高温です。排気ベントに手や顔を近づけないでください。

- オープンフラップが動作していることを確認します。
 - 1 オープン温度を現在より 20 °C 以上低い温度にします。
 - 2 GC 背面のオープンフラップが**開いている**ことを確認します。ファンが動作していることを耳で確認します。以下の図に、2 つのオープンフラップの位置を示します。

フラップがスムーズに動作しない場合は、修理について担当の販売店にお問い合わせください。



オープン温度が上がらない

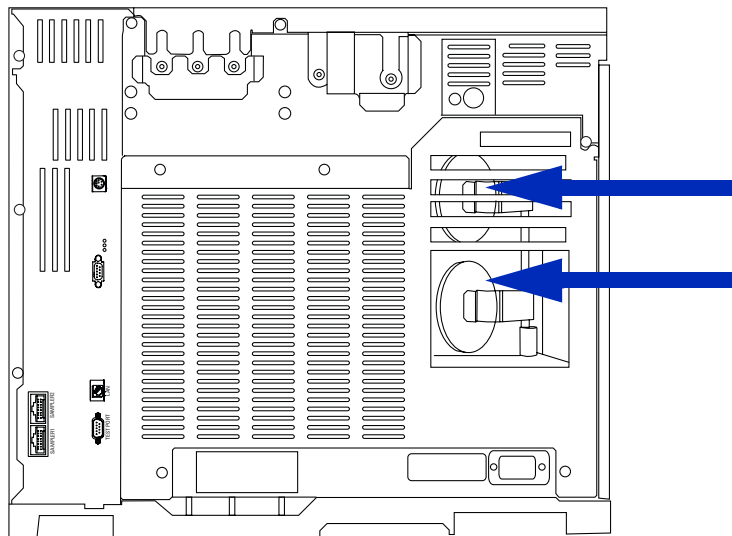
- **[Status (ステータス)]** を押してエラーがある場合は、担当の販売店へご連絡ください。

警告

GC 背面から出ている排気は非常に高温です。排気ベントに手や顔を近づけないでください。

- GC の電源を入れ直します。
- オープンフラップが動作していることを確認します。
 - 1 オープンの温度を現在より 20 °C 以上高い温度にします。
 - 2 GC 背面のオープンフラップが**閉じている**ことを確認します。以下の図に、2 つのオープンフラップの位置を示します。

フラップが閉じない場合、またはフラップは閉じているのにオープンの温度が上がらない場合は、担当の販売店にお問い合わせください。



温度がレディにならない

GC がレディと見なされるには、30 秒間にわたって温度が設定値の ± 1 °C にならなければなりません。温度がレディにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 注入口または検出器に断熱カップが取り付けられていることを確認します。
- オープンと、注入口または検出器の間に非常に大きな温度差がないか調べます。
- 注入口または検出器のまわりに断熱が施されているか調べます。

流量または圧力を設定できない

スプリット / スプリットレス注入口を使用して流量または圧力を設定できない場合は、以下の手順を実行します。

- カラムモードを確認します。
- キャピラリカラムが正しい注入口にコンフィグレーションされていることを確認します。
- コンフィグレーション済みカラムの寸法を確認します。
- 流量がオンになっていることを確認します。

ガスが設定圧力または設定流量に達しない

注入口が圧力設定値に達しない場合は、注入口のタイプによって定められている時間でシャットダウンします。以下の手順を実行します。

- 供給ガスの元圧が十分か調べます。元圧は目的の設定値よりも **10 psi (69 kPa)** 以上大きくなければなりません。
- 漏れをチェックします（「[リーク検査](#)」を参照してください）。ガスセーバーを使用する場合は、分析時に使用されるカラムヘッド圧を保つのに十分なセーバー流量があることを確認します。
- カラムが適切に取り付けられていることを確認します。

スプリット / スプリットレス注入口を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- スプリット比を確認します。スプリット流量を上げます。

ガスが設定圧力または設定流量を超える

ガスが圧力または流量の設定値を超える場合は、以下の手順を実行します。

スプリット / スプリットレス注入口を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- スプリット比を下げます。
- スプリットベントフィルタを交換します。
- 適切なライナーが選択されていることを確認します。
- ゴールドシールに汚染がないか調べます。

FID または NPD を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- ジェットに詰まりがないか調べます。

バルブについては、以下の手順を実行します。

- ローターの取り付け位置が間違っていないか調べます。

注入口の圧力または流量が変動する

注入口圧力の変動は、分析時の流量とリテンションタイム変動の原因になります。以下の手順を実行します。

- ガストラップまたはガスジェネレータが容量限界または容量限界付近で動作していないか調べます。
- 供給ガスの元圧が十分か確認します。
- 供給源の圧力レギュレータが正しく機能していることを確認します。
- 漏れをチェックします（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 注入口ライナーまたはスプリットベントトラップに大きな抵抗がないか調べます。
- 適切なライナーが取り付けられていることを確認します。

スプリット注入口の設定圧力を維持できず、圧力が上昇する

GC が設定圧力を維持できず、圧力が上昇する場合は、以下の項目を確認します。

- スプリット分析用に設計されたライナーが使用されているか調べます。
- ライナーに詰まりがないか調べます。
- スプリットベントラインに汚染がないか調べます。交換については、必要に応じて担当の販売店にお問い合わせください。
- ゴールドシールを交換します。

カラム流量の実測値が表示流量と異なる

実際のカラム流量が GC に表示されている計算された表示流量と異なる場合は、以下の手順を実行します。

- 流量の実測値が 25 °C および 1 気圧に合わせて修正されていることを確認します。
- 実際の（切り取った）カラムの長さを含め、カラムの正しい寸法が正確にコンフィグレーションされていることを確認します。
- スプリットベントラインまたはトラップの一部が詰まると、実際の注入口圧力が設定圧力よりも高くなります。

FID が点火しない

- Lit Offset (Lit オフセット) が 2.0 pA 以下であることを確認します。
- 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯することを確認します (「[点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認](#)」を参照してください)。
- ジェットまたはその一部が詰まっているか調べます。
- FID の流量を確認します。水素と空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります (「[検出器流量の測定](#)」を参照してください)。
- それでもフレームが点火しない場合は、システムに大きな漏れがある可能性があります。大きな漏れがあると流量の測定値が実際の流量と異なり、点火しない原因になります。システム全体にわたって (特に FID のカラムフィッティングに) 漏れがないか詳細に調べます。
- カラムの流量を確認します。
- FID カラムフィッティングに漏れがないか調べます。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します (>150 °C)。

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない

警告

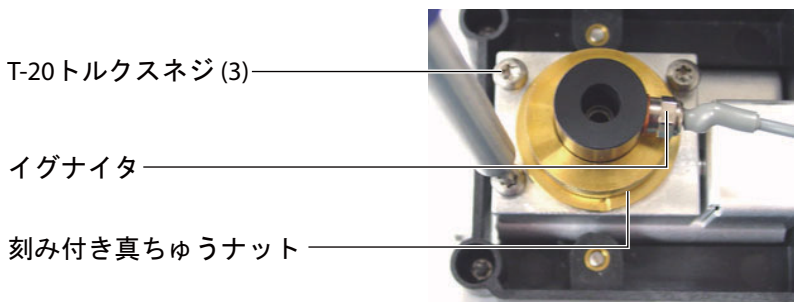
この作業を行っている間は、顔や手を **FID** 上部から十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、**FID** フレームは見えません。

- 1 検出器の上部カバーを取り外します。
- 2 **FID** フレームを**オン**にします。
- 3 **FID** 上部よりイグナイタプラグを観察します。点火シーケンスではイグナイタが点灯しなければなりません。

上記テストに不合格だった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します。
- 検出器の温度が 150 °C より低く設定されています。Agilent では、300 °C 以上で **FID** を動作させることを推奨しています。
- イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
 - イグナイタは **FID** キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていなければなりません。
 - コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていなければなりません。
 - **FID** キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていなければなりません。

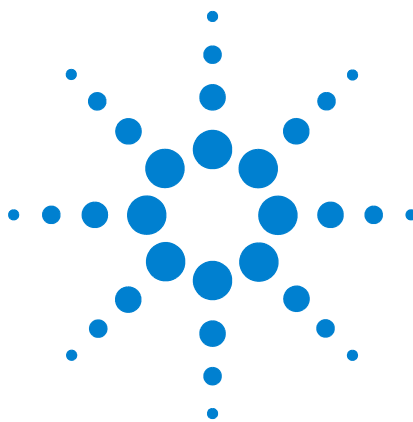
これらの部品が腐食したり酸化した場合は、**FID** メンテナンスを行います。



NPD のオフセット調整中にエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。
- 検出器の実際の流量を測定します（「[検出器流量の測定](#)」を参照してください）。
- ビードの状態を確認します。必要に応じて[交換](#)します。
- 流量設定が正しいことを確認します。
- システム全体にわたって（特に検出器カラムフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（「[リーク検査](#)」を参照してください）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。

4 GC ノットレディに関する現象



5

シャットダウンに関する現象

カラムのシャットダウン	64
水素のシャットダウン	65
加熱部シャットダウン	67



カラムのシャットダウン

GC は注入口と AUX ガスの流れを監視します。キャリアガス (AUX フローも含まれることがあります) が流量設定値または圧力設定値を達成できない場合、GC は漏れが発生したものと見なします。25 秒後に警告音を鳴らし、その後も間隔をあけて警告音を鳴らし続けます。約 5 分たつと GC はコンポーネントをシャットダウンして安全な状態にします。GC は以下の手順を実行します。

- **Front inlet pressure shutdown** (フロント注入口圧力シャットダウン) と表示します。
- カラムの破損を防ぐためにオフになります。
- オープン背面のオープンフラップを半分だけ開きます。
- オープン温度設定値で **Off (オフ)** を点滅させます。
- カラムの流量はすべてがオフになります。これらのパラメータを表示すると、**Off (オフ)** が点滅しています。たとえば、スプリット / スプリットレス注入口のカラム流量がオフになります。
- 他のすべてのヒーターがオフになります。これらのヒーターの温度パラメータを表示すると、**Off (オフ)** が点滅しています。
- シャットダウンオフにされた加熱部をオンにしようとする、エラーメッセージが表示されてオンにできません。

この状態から回復するには、以下の手順を実行します。

- 1 シャットダウンの原因を解決します。
 - 注入口近くのカラムに破損がないか調べます。
 - 漏れをチェックします
 - 注入口セプタムを交換します。
 - 注入口 O- リングを交換します。
 - 供給圧力を確認します。
- 2 シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off (オフ)** と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On (オン)]** または **[Off (オフ)]** を押します。

たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet (フロント注入口)]** を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On (オン)]** を押します。

水素のシャットダウン

水素ガスは、キャリアガスとしてまたは検出器によってはその燃焼ガスとして使用されることがあります。空気と混ざると、水素は爆発性混合物になることがあります。

GC は注入口と AUX ガスの流れを監視します。フローが流量設定値または圧力設定値を達成できず、水素を使用するようにコンフィグレーションされている場合、GC は漏れが発生したものと見なします。25 秒後に警告音を鳴らし、その後も間隔をあけて警告音を鳴らし続けます。約 5 分たつと GC はコンポーネントをシャットダウンして安全な状態にします。GC は以下の手順を実行します。

- **Hydrogen Safety Shutdown (水素セーフティシャットダウン)** と表示します。
- 注入口へのキャリアガスのバルブを閉じて、圧力コントロールと流量コントロールの両方をオフにします。これらのパラメータを表示すると、**Off (オフ)** が点滅しています。
- スプリット / スプリットレス注入口のスプリットベントバルブが開きます。
- オープンヒーターとファンがオフになり、オープンフラップも開きます。
- すべてのヒーターがオフになります (バルブボックスヒーターなど、AUX ヒーターコントロールに接続されたデバイスを含む)。これらのパラメータを表示すると、**Off (オフ)** が点滅しています。
- 警告音が鳴ります。

警告

GC は、検出器ガスフロー中の漏れを検出することができません。そのため、**FID**、**NPD**、および水素を使用するその他の検出器のカラムフィッティングにカラムが必ず取り付けられているか、そうでなければキャップやプラグが取り付けられていることが不可欠で、さらに **GC** が水素フローであることを把握できるように水素がコンフィグレーションされていることが不可欠です。

水素シャットダウン状態から回復するには、以下の手順を実行します。

- 1 以下のようにシャットダウンの原因を解決します。
 - 注入口セプタムを交換します。
 - 注入口 O- リングを交換します。
 - カラムに破損がないか調べます。

5 シャットダウンに関する現象

- 供給圧力を確認します。
- システムに漏れがないか調べます「[リーク検査](#)」を参照してください。

2 GC の電源を入れ直します。

3 GC の電源が再度オンになったら、シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off**（オフ）と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On**（オン）]または**[Off**（オフ）]を押します。たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet**（フロント注入口）]を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On**（オン）]を押します。

加熱部シャットダウン

加熱部エラーは、オープンまたはその他の加熱ゾーンが許容温度範囲から外れていることを意味します（最低温度よりも低い、または最高温度よりも高い）。

この状態から回復するには、以下の手順を実行します。

- 1 以下のようにシャットダウンの原因を解決します。
 - 断熱材が外れていないか調べます。
- 2 加熱部シャットダウンの多くは、加熱部分をオフにすることでクリアすることができます。

5 シャットダウンに関する現象



6 GC の電源オンおよび通信に関する現象

- GC がオンにならない 70
- GC がオンになっても、起動中に停止する (セルフテスト時) 71
- PC が GC と通信できない 72



GC がオンにならない

GC がオンにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 電源コードを確認します。
- 建物の電源を確認します。
- 問題が GC にある場合は、GC の電源を切ります。30 秒間待ってから、GC の電源を入れます。

GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時）

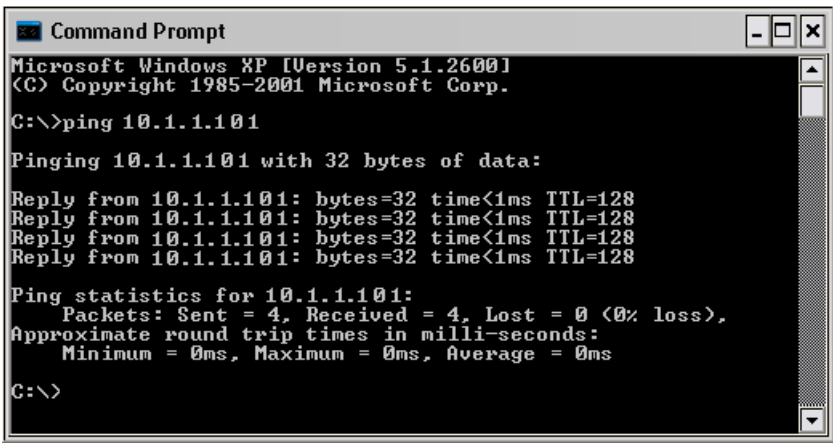
GC がオンになっても、通常画面が表示されない場合は、以下の手順を実行します。

- 1 GC の電源スイッチを**オフ**にします。1 分待ってから、GC の電源を**オン**にします。
- 2 GC が通常の状態に戻らない場合は、画面に表示されるメッセージを記録します。

PC が GC と通信できない

- ping テストを実行します。

MS-DOS **ping** コマンドによって TCP/IP 接続による通信を確認します。このコマンドを使用するには、コマンドプロンプトウィンドウを開きます。**ping** に続いて IP アドレスを入力します。たとえば IP アドレスが 10.1.1.101 の場合は、「**ping 10.1.1.101**」と入力します。LAN 通信が正しく動作している場合は、**Reply** が表示されます。次の図はその例です。



```
Command Prompt
Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

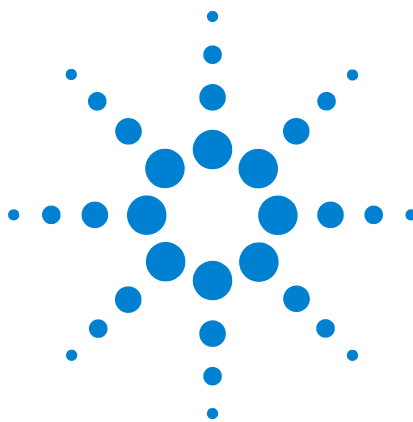
Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
```

ping テストがうまくいったら、ソフトウェアのコンフィグレーションを調べます。

ping テストがうまくいかなかったら、以下の手順を実行します。

- LAN の配線を調べます。
- IP アドレス、サブネットマスク、およびゲートウェイアドレスを確認します。
- GC に他のソフトウェアが接続されていないか調べます。たとえば、GC には一度に複数のソフトウェアキーパッドを接続することはできません。Agilent データシステムでは、他のデータシステムによる接続も遮断します。



7 リーク検査

リーク検査のヒント	74
外部にリークがないか調べる	75
GC にリークがないか調べる	76



リーク検査のヒント

漏れがないか調べる場合は、外部リークポイントと GC リークポイントの 2 箇所を調べます。

- **外部リークポイント**には、ガスボンベ（またはガストラップ）、レギュレータとそのフィッティング、供給側シャットオフバルブ、および GC フィッティングへの接続部分が含まれます。
- **GC リークポイント**には、注入口、検出器、カラム接続部分、バルブ接続部分、およびフローモジュールと注入口 / 検出器の接続部分が含まれます。

警告

水素 (H_2) は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレイム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。

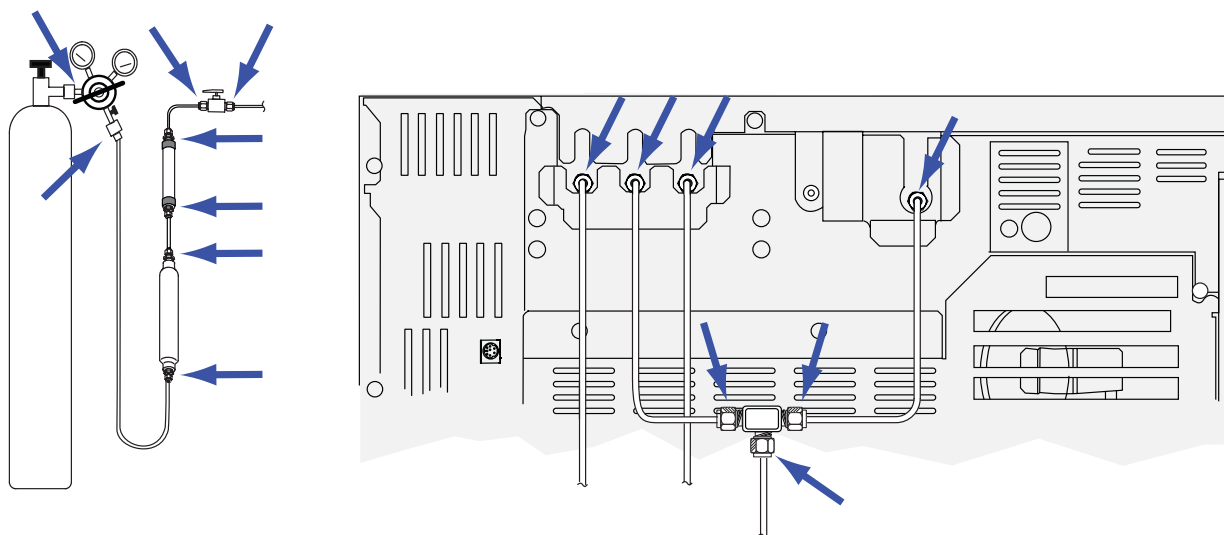
警告

有害なサンプルガスが残留している可能性があります。

- 1 以下を準備してください。
 - ガスタイプを検出できる電子式リークディテクタ
 - 7/16 インチ (14- mm)、9/16 インチ (1.5- cm)、および 1/4 インチ (60- mm) スパナ、Swagelok およびカラムフィッティング締め付け用
- 2 最近行ったメンテナンスと関連して漏れが発生する可能性のある箇所を確認します。
- 3 フィッティングのタイプによっては加熱サイクルによって緩むことがあるので、加熱サイクルを行った GC フィッティングと接続部分を確認します。電子式リークディテクタを使用してフィッティングに漏れがあるか調べます。
 - 最初に、新しい接続部分を確認します。
 - トラップまたはガスボンベを変更したら、ガス供給ラインの接続部分を調べることを忘れないでください。

外部にリークがないか調べる

以下の接続部分に漏れがないか調べます。



- ガス供給バルクヘッドフィッティング
- ガスボンベフィッティング
- レギュレータフィッティング
- トラップ
- シャットオフバルブ
- T-フィッティング

圧力降下テストを行います。

- 1 GC をオフにします。
- 2 レギュレータ圧力を 415 kPa (60 psi) に設定します。
- 3 レギュレータのノブを反時計回りに目一杯回し、バルブを閉じます。
- 4 5 分待ちます。レギュレータに表示される圧力に測定可能な低下があった場合は、外部接続部分に漏れがあります。圧力が低下しなければ、外部接続部分に漏れがないことを示します。

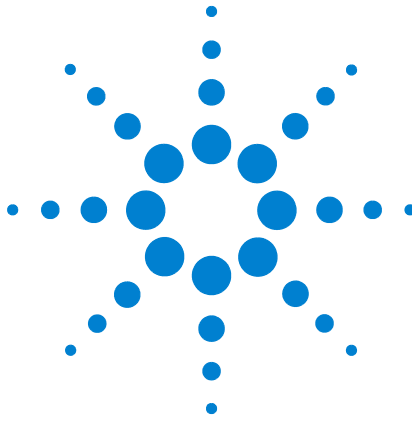
GC にリークがないか調べる

以下の接続部分に漏れがないか調べます。

- 注入口セプタム、セプタムヘッド、ライナー、スプリットベントトラップ、スプリットベントトラップライン、およびパージベントフィッティング
- 注入口、検出器、バルブ、スプリッタ、およびユニオンへのカラム接続部分
- フローモジュールから注入口、検出器、およびバルブへのフィッティング
- カラムアダプタ

警告

注意してください。オープンや注入口、検出器は高温になっており、やけどの原因となる恐れがあります。オープンや注入口、または検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。



8

トラブルシューティング作業

カラム流量の測定	78
スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定	82
検出器流量の測定	83
GC セルフテストの実行	87
FID 点火オフセットの調整	88
FID フレーム点火の確認	89
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認	90
FID オフセット値の測定	91
FID ベースラインシグナルの測定	92
NPD オフセット値の測定	93
NPD ビードの点火の確認	94



カラム流量の測定

FID、TCD、 μ ECD のカラム流量の測定

以下の手順で、FID、TCD および μ ECD を使用してカラム流量を測定することができます。

警告

水素 (H_2) は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレイム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。

警告

注意してください。検出器は高温になっており、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

- 1 以下の器材を準備してください。
 - 適切な流量計アダプタチューブ（GC 出荷キットに同梱）
 - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計
- 2 検出器をオフにします。
- 3 検出器の流量をオフにします。
- 4 適切なアダプタを検出器の出口に取り付けます。

注記

流量計チューブの直径はモデルにより異なります。必要に応じて、流量計チューブに接続するアダプタを調整してください。

1/8 インチゴム製アダプタチューブは μ ECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。

FID には別のアダプタ（19301-60660）を使用します。検出器の出口にアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタの O- リングを検出器出口に押し込むと、抵抗を感じます。挿入時にはアダプタをねじ込んで、きちんとシールされるようにします。



- 5 流量計アダプタに流量計を取り付けて、流量を測定します。

NPD カラム流量の測定

- 1 以下の器材を準備してください。
 - NPD 流量計アダプタツール (G1534- 60640)



- 流量測定アダプタ (19301- 60660)
 - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計
- 2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。
 - 3 NPD を 100 °C まで冷却します。

警告

注意してください。検出器は高温になっており、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

- 4 **ビードを取り外し**、再度取り付けるまで注意して保管します。
- 5 NPD 流量計アダプタツールを NPD コレクタに差し込みます。
- 6 流量測定アダプタを NPD 流量計アダプタツールに取り付けます。



- 7 流量計チューブを流量測定アダプタの上に取り付け、流量測定を開始します。

スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定

警告

水素 (H_2) は可燃性で、閉じた空間（流量計など）で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレイム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。

セプタムパージおよびスプリットベントフローは GC 背面の上部にあるニューマティックモジュールを通して排出されます。以下の図を参照してください。

スプリットベントまたはセプタムパージ流量を測定するには、流量計を適切なチューブに取り付けます。GC カバーを取り外し、バック注入口ベントが見えるようにします。

- スプリットベントには 1/8 インチ Swagelok フィッティングが付属しています。以下に示したように 1/8 インチ (3-mm) チューブアダプタを製作して使用し、1/8 インチ (3-mm) フィッティングを 1/8 インチ (3-mm) チューブに変換します。これによって、不正確な測定結果の原因となる、流量計のゴム製チューブがねじ山付近から漏れることを防ぐことができます。



- セプタムパージは 1/8 インチ (3-mm) のチューブです。図示されているような赤いゴム製アダプタを使用して、流量を測定します。

検出器流量の測定

FID、TCD、 μ ECD 流量の測定

警告

水素 (H_2) は可燃性で、閉じた空間 (流量計など) で空気と混ざると爆発する危険があります。必要に応じて不活性ガスで流量計をパージします。ガスは必ず別々に測定します。フレイム / ビードの自動点火を防ぐために検出器は必ずオフにします。

注意

- 1 以下を準備してください。
 - 適切な流量計アダプタチューブ (GC 出荷キットに同梱)
 - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計

カラムを損傷させないように、オーブンの温度を下げてからカラム流量をオフにします。

- 2 オーブンの温度を室温 (35 °C) に設定します。
- 3 カラムのフローと圧力をオフにします。
- 4 該当する場合、FID フレイムおよび TCD フィラメントをオフにします。
- 5 検出器を冷却します。
- 6 適切なアダプタを検出器の出口に取り付けます。

注記

流量計チューブの直径はモデルにより異なります。必要に応じて、流量計チューブに接続するアダプタを調整してください。

ゴム製アダプタチューブは μ ECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。



FID には別のアダプタ (19301-60660) を使用します。検出器の出口にアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタの O- リングを検出器出口に押し込むと、抵抗を感じます。挿入時にはアダプタをねじ込んで、きちんとシールされるようにします。

8 トラブルシューティング作業



- 7 流量計アダプタに流量計を取り付けます。
- 8 それぞれのガスの実際の流量を、1種類ずつ測定します。

NPD 流量の測定

- 1 以下の器材を準備してください。
 - NPD 流量計アダプタツール (G1534- 60640)



- 流量測定アダプタ (19301- 60660)
 - 測定するガスと流量範囲がキャリブレーションされている電子式流量計
- 2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。
 - 3 NPD を 100 °C まで冷却します。

警告

注意してください。検出器は高温になっており、やけどの原因となる恐れがあります。検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

- 4 **ビードを取り外し**、再度取り付けるまで注意して保管します。
- 5 NPD 流量計アダプタツールを NPD コレクタに差し込みます。
- 6 流量測定アダプタを NPD 流量計アダプタツールに取り付けます。



- 7 流量計チューブを流量測定アダプタの上に取り付け、流量測定を開始します。

GC セルフテストの実行

- 1 GC をオフにします。
- 2 1 分待ってから、GC をもう一度オンにします。GC がセルフテストをクリアすると、GC ステータスメイン画面が表示されます。

FID 点火オフセットの調整

FID **Lit Offset**（点火オフセット）を調整するには、以下の手順を実行します。

- 1 **[Config（コンフィグ）]** を押します。
- 2 **Front detector**（フロント検出器）または **Back detector**（バック検出器）（検出器が取り付けられている所）までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 3 **Lit Offset**（点火オフセット）までスクロールします。**Lit Offset**（点火オフセット）行にカーソルを合わせた状態で、新しいオフセット値を入力し、**[Enter]** を押します。
- 4 点火オフセットは **2.0 pA** 以下か、または FID 点火後の通常のシグナル値よりも低い値を設定します。

FID フレーム点火の確認

キャッスルの上に鏡などをかざして **FID** フレームが点火していることを確認します。水蒸気でくもりが生じれば、フレームが点火していることを示します。

通常、**FID** 点火時のシグナルは **5.0 ～ 20.0 pA** で、点火していない時は **2.0 pA** 未満です。

点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認

警告

この作業を行っている間は、顔や手を **FID** 上部から十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、**FID** フレームは見えません。

- 1 検出器の上部カバーを取り外します。
- 2 **FID** フレームを**オン**にします。
- 3 **FID** キャッスル上部からイグナイタプラグを観察します。点火シーケンス中にイグナイタは点灯しなければなりません。

FID オフセット値の測定

- 1 分析メソッドを読み込みます。
 - 流量が点火条件を満たしていることを確認します。
 - 検出器を分析条件の温度または 300 °C まで加熱します。
- 2 FID フレームをオフにします。
- 3 FID エレクトロメーターがオンになっていることを確認します。
- 4 **[Front Det (フロント検出器)]** または **[Back Det (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output (出力)** に移動します。
- 5 出力が 1.0 pA 未満で安定していることを確認します。

シグナルが不安定な場合、または 1.0 pA を超えている場合は、GC をオフにして上部 FID 部品が適切に組み立てられているか、また汚染がないか調べます。汚染が検出器に限定されている場合は、**FID を焼き出し**します。

- 6 フレームを点火します。

FID ベースラインシグナルの測定

- 1 カラムを取り付けた状態で、既知サンプルの分析用メソッドを読み込みます。
- 2 オープンの温度を 35 °C に設定します。
- 3 **[Front Det (フロント検出器)]** または **[Back Det (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output (出力)** に移動します。
- 4 フレームが点火して GC がレディになったら、出力が 20 pA 未満で安定していることを確認します（しばらく時間がかかることがあります）。
- 5 ベースラインシグナル値が不安定な場合、または 20 pA を超えている場合は、システムまたはガスが汚染されている可能性があります。汚染が検出器に限定されている場合は、**FID** を焼き出しします。

NPD オフセット値の測定

- 1 分析メソッドを読み込みます。
- 2 **NPD Adjust Offset** (NPD オフセットの調整) を **Off** (オフ) に、**Bead Voltage** (ビード電圧) を **0.00 V** に設定します。
 - NPD を分析条件の温度で放置します。
 - フローはオンまたはオフのままにします。
- 3 **[Front Det (フロント検出器)]** または **[Back Det (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output** (出力) に移動します。
- 4 シグナル (オフセット値) が 1.0 pA 未満で安定していることを確認します。
- 5 シグナルは徐々に 0.0 pA まで下がり、0.1 ~ 0.3 pA 程度で安定しなければなりません。電流が 2.0 pA を超える場合、問題があることを示しています。

NPD ビードの点火の確認

警告

高温の排気に注意してください。検出器の排気は高温で、やけどの原因になることがあります。

ビードが点火していることを確認するには、検出器リッドのベントホールから中を覗いて、ビードがオレンジ色に点灯していることを目視で確認します。

NPD シグナルはオフセットの調整プロセスの一部としてオペレータが設定します。通常は、5.0 ～ 50.0 pA になります。

警告

注意してください。オープンや注入口、検出器は高温になっており、やけどの原因となる恐れがあります。オープンや注入口、または検出器が高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。
