

GC のトラブルシューティング

この文書では GC の一般的なトラブルシューティングを紹介します。よくある症状について、考えられる原因と対処を紹介します。

1. ベースラインの変動
 - [\(1\) スパイク](#)
 - [\(2\) ノイズ](#)
 - [\(3\) うねり](#)
 - [\(4\) ドリフト](#)
 - [\(5\) ベースラインのシフト](#)
2. ピーク形状やピーク面積などの異常
 - [\(1\) ピークが全く出ない、全てのピークが小さい](#)
 - [\(2\) 特定のピークが小さくなる](#)
 - [\(3\) ピークがテーリングする](#)
 - [\(4\) ピークがフロンティングする](#)
 - [\(5\) ネガティブピークが検出される](#)
 - [\(6\) ゴーストピークが検出される。](#)
 - [\(7\) ピーク面積、高さの再現性がない \(ピークが全く出ないの項も参照してください。\)](#)
3. ピーク分離の問題
 - [\(1\) 分離度が悪い](#)
 - [\(2\) 分離度が急激に低下した](#)
4. [リテンションタイムのシフト](#)

ご不明な点は、カスタマコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>

1. ベースラインの変動

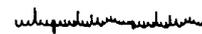
(1) スパイク

- ① 検出器を粒子状の物質が通り抜けている。
 - ・ カラムの焼き出し
 - ・ 検出器の焼き出し
 - ・ 検出器の分解清掃
 - ・ 検出器の部品交換
- ② 信号ケーブルやサーキットボード接続部が緩んでいる（通常はランダムなスパイク）。
 - ・ 接続部の増し締め
 - ・ 部品交換
- ③ 実験室ドアの開閉（TCD）。
 - ・ 室内環境をできるだけ一定にする



(2) ノイズ

- ① 注入口、検出器またはカラムが汚れている。
 - ・ カラムの焼き出し
 - ・ 注入口、検出器の分解清掃
 - ・ 注入口、検出器の部品交換
- ② カラムの先端が検出器の炎まで達している（FID、NPD、FPD）。
 - ・ カラムの再接続
- ③ リーク箇所がある。
 - ・ 接続部の増し締め
 - ・ シール材の交換
- ④ 燃焼ガスや助燃ガスの流量が不適當（FID、NPD、FPD）。
 - ・ 流量の確認と調整



(3) うねり

- ① キャリアガス、燃焼ガス、助燃ガスなどが汚染されている。
 - ・ ガスボンベの交換
 - ・ 不純物トラップの交換、取り付け
- ② サンプルラインが汚れている。
 - ・ カラムの焼き出し
 - ・ 注入口、検出器の分解清掃
 - ・ 注入口、検出器の部品交換
- ③ 温度や流量が変動している。
 - ・ オープン内の清掃
 - ・ シール材の交換
 - ・ バルブ、センサー等の異常



ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで（電話受付 9:00～12:00、13:00～18:00 土、日、祝日は除きます）

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>

(4) ドリフト

- ① サンプルラインが汚れている（通常は上向きドリフト）。
 - ・ カラムの焼き出し
 - ・ 注入口、検出器の分解清掃
 - ・ 注入口、検出器の部品交換
- ② カラムが劣化している（通常は上向きドリフト）。
 - ・ カラムの交換
- ③ カラムのコンディショニングが不十分（通常は下向きドリフト）。
 - ・ カラムの焼き出し
- ④ 検出器が安定していない（通常は下向きドリフト）。
 - ・ 安定時間を置く



(5) ベースラインのシフト

- ① サンプルラインが汚れている。
 - ・ カラムの焼き出し
 - ・ 注入口、検出器の分解清掃
 - ・ 注入口、検出器の部品交換
- ② カラムの先端が検出器の炎まで達している（FID、NPD、FPD）。
 - ・ カラムの再接続
- ③ キャリアガス、燃焼ガス、助燃ガスなどが汚染されている。
 - ・ ガスポンベの交換
 - ・ 不純物トラップの交換、取り付け
- ④ 燃焼ガス、助燃ガスの流量が変動している。
 - ・ ガスポンベの残量、圧力の確認
 - ・ ガス発生装置の点検



2. ピーク形状やピーク面積などの異常

(1) ピークが全く出ない、全てのピークが小さい

- ① シリンジが詰まっている。
 - ・ シリンジのクリーニング
 - ・ シリンジの交換
 - ・ 洗浄回数、洗浄溶媒の変更
- ② カラムが詰まっている。
 - ・ カラム先端部のカット
- ③ カラムが折れている。
 - ・ 再接続
 - ・ カラムの交換
- ④ リーク箇所がある。
 - ・ 接続部の増し締め
 - ・ シール材の交換
- ⑤ 試料濃度が低すぎる。
 - ・ 濃度の確認
 - ・ 揮発性の確認



ご不明な点は、カスタムコンタクトセンターまで（電話受付 9:00～12:00、13:00～18:00 土、日、祝日は除きます）

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

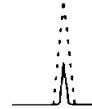
<http://www.agilent.com/chem/jp>



- ⑥ 温度設定に問題がある。
 - ・ 注入口温度の変更
 - ・ 検出器温度の変更
 - ・ オープンプログラムの確認 (特にスプリットレスは初期温度)
- ⑦ スプリット比が高すぎる (スプリット注入時)。
 - ・ スプリット比の変更
- ⑧ 溶媒効果の設定に問題がある (スプリットレス注入、オンカラム注入)。
 - ・ パージ開始時間の変更
 - ・ オープン初期温度の変更
 - ・ 溶媒の変更
- ⑨ 前処理に問題がある。
 - ・ 標準試料での検証
 - ・ 抽出方法、濃縮方法の検討
 - ・ 希釈、調整方法の見直し
- ⑩ サンプルラインに活性がある。
 - ・ インサートの交換
 - ・ カラムのカット
 - ・ カラムの交換
 - ・ マトリックスの注入

(2) 特定のピークが小さくなる

- ① サンプルラインに活性がある。
 - ・ インサートの交換
 - ・ カラムのカット
 - ・ カラムの交換
 - ・ マトリックスの注入
- ② リーク箇所がある (低沸点成分の損失が大きいとき)。
 - ・ 接続部の増し締め
 - ・ シール材の交換
- ③ 溶媒効果の設定に問題がある (スプリットレス注入、オンカラム注入)。
 - ・ パージ開始時間の変更
 - ・ オープン初期温度の変更
 - ・ 溶媒の変更
- ④ 熱分解している。
 - ・ 注入口温度の変更



(3) ピークがテーリングする

- ① 注入量が多すぎる。
 - ・ 注入量を少なくする
 - ・ スプリット比を大きくする
- ② サンプルラインに活性がある。
 - ・ インサートの交換
 - ・ カラムのカット
 - ・ カラムの交換



ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで (電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

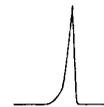
<http://www.agilent.com/chem/jp>



- ・マトリックスの注入
- ③ サンプルラインが汚れている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・注入口、検出器の分解清掃
 - ・注入口、検出器の部品交換
- ④ カラムの先端が正しく切られていない。
 - ・切り口が水平になるようにカット
- ⑤ 測定対象成分や溶媒がカラム液相の極性に適合していない。
 - ・溶媒とカラム液相の極性を測定対象成分に合わせる
- ⑥ サンプルラインにコールドスポットまたはデッドボリュームがある。
 - ・加熱部の設定確認
 - ・カラム、ユニオンなどの接続確認
- ⑦ アルコール、1 級および 2 級アミン、カルボン酸などの特定化合物がテーリングする。
 - ・pH 修飾したカラムの使用
 - ・化合物の誘導体化
 - ・化合物によっては幾分かのテーリングは避けられない

(4) ピークがフロンティングする

- ① 注入量が多すぎる。
 - ・注入量を少なくする
 - ・スプリット比を大きくする
- ② 温度設定に問題がある。
 - ・注入口温度の変更
 - ・検出器温度の変更
- ③ 溶媒効果の設定に問題がある（スプリットレス注入、オンカラム注入）。
 - ・パーシ開始時間の変更
 - ・オープン初期温度の変更
 - ・溶媒の変更
- ④ リーク箇所がある。
 - ・接続部の増し締め
 - ・シール材の交換



(5) ネガティブピークが検出される

- ① TCD で特定のピークがネガティブになる。
 - ・キャリアガスよりも熱伝導度が大きい成分はネガティブになる（異常ではない）
- ② ECD が汚れているため、特定のピークがネガティブになる。
 - ・検出器の焼き出し
 - ・検出器の交換



(6) ゴーストピークが検出される。

- ① サンプルラインが汚れている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・注入口、検出器の分解清掃
 - ・注入口、検出器の部品交換

ご不明な点は、カスタマコンタクトセンタまで（電話受付 9:00～12:00、13:00～18:00 土、日、祝日は除きます）

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>



- ② 直前に分析した試料が残っている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・オーブンプログラムの変更

(7) ピーク面積、高さの再現性がない（ピークが全く出ないの項も参照してください。）

- ① シリンジが詰まっている。
 - ・シリンジのクリーニング
 - ・シリンジの交換
 - ・洗浄回数、洗浄溶媒の変更
- ② 消耗品のエージングが出来ていない
 - ・エージングを加速するため、高目の濃度の試料を注入
- ③ 前処理に問題がある。
 - ・標準試料での検証
 - ・抽出方法、濃縮方法の検討
 - ・希釈、調整方法の見直し

3. ピーク分離の問題

(1) 分離度が悪い

- ① 測定対象成分に対して、溶媒やカラム液相の極性が不適合。
 - ・極性を測定対象成分に合わせる
- ② カラム液相の膜厚が不適合。
 - ・液相の膜厚をより厚いものに変更する
- ③ 温度条件、流量条件に問題がある。
 - ・オーブンプログラムの確認
 - ・カラム流量、平均線速度の確認
- ④ 注入量が多すぎる。
 - ・注入量を少なくする
 - ・スプリット比を大きくする
- ⑤ 成分同士の濃度差が大きい。
 - ・濃度差が大きくなるように試料を調製する
- ⑥ カラムが汚れている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・カラムのカット
 - ・カラムの交換
 - ・ガードカラムの接続
- ⑦ 前処理に問題がある。
 - ・標準試料での検証
 - ・抽出方法、濃縮方法の検討

(2) 分離度が急激に低下した

- ① カラム内に酸素が混入し、カラムが劣化している。
 - ・接続部の増し締め
 - ・シール材の交換
 - ・不純物トラップの交換、取り付け

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>

- ② カラムを温度限界以上に加熱したため、カラムが壊れた。
 - ・カラムの交換
- ③ 無機酸、無機塩基により化学的なダメージを受けた。
 - ・カラムの交換
 - ・前処理方法の検討
- ④ カラムが汚れている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・カラムのカット
 - ・カラムの交換
 - ・ガードカラムの接続

4. リテンションタイムのシフト

- ① 測定条件が変更されている。
 - ・オーブンプログラムの確認
 - ・カラム流量、平均線速度の確認
- ② リーク箇所がある。
 - ・接続部の増し締め
 - ・シール材の交換
- ③ カラムが汚れている。
 - ・カラムの焼き出し
 - ・カラムのカット
- ④ 試料に多量の夾雑物が含まれている。
 - ・前処理で夾雑物を取り除く

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンターまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>