

Agilent Technologies

ガスクロマトグラフ トラブルシューティング

目次：

①	GC トラブルシューティング	Page
	・はじめに	
	トラブルシューティングで使用する道具	3
	トラブルの分類	4
1)	ベースラインの変動	5
2)	ピークの大きさや形状の異常	8
3)	リテンションタイムのシフト	14
4)	分離能が悪いまたは分離が得られない	14
5)	定量が困難	15
6)	急速なカラムの劣化	15
7)	ゴーストピーク	16
8)	幅広い溶媒ピークの立ち上がり	16

① GC トラブルシューティング

トラブルシューティングで使用する道具

●フローメータ

10-500mL/min の範囲が読み取れるデジタルまたはマニュアルのフローメータ。

●新しいシリンジ

まだ試料を吸引したことの無い新品のシリンジが望ましい。問題のいくつかはシリンジやオートサンブラが原因になっていることがある。

●メタンなどの保持されない化合物

カラムに保持されない化合物によりカラムに流れるキャリアガスの流量（平均線速度）測定に使用する。また、注人口やカラム接続のチェックにも使用する。

●新品のセプタム、フェラル、注入ロライナー

これらは定期的に交換する消耗部品であり、破損したり老化したり、汚染されていることがある。

●リークディテクター

電子式のモデルを推奨する。液体の漏れチェック液も使用できるが、汚染を避けるための注意が必要である。

●カラム性能評価用試料またはリファレンスサンプル

カラムやシステムの問題点の解明に使用する。以前得られた性能と現在の性能が比較できる。

●チェックアウト・カラム

性能と品質が既知のカラムにより、クロマトグラフ装置の性能を評価する。このカラムは性能や品質が変化しないよう日常の分析に使用しないで保管する。トラブルの原因が装置にあるのか、それまで使用していたカラムにあるのか判断できる。

●ガスクロマトグラフの取扱説明書

マニュアルは書棚の飾りではない。マニュアルにはそのモデルに固有の情報が記述されている。それらの情報はトラブルシューティングに大変役立つ。また、たいていのマニュアルには機器の仕様も記述されている。

8 種類に分類したトラブル

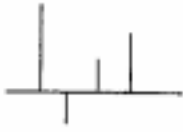
ガスクロマトグラフ分析で遭遇する性能上の問題は、たいていの場合、以下に述べる 8 種類の現象に分類できる。

- 1) ベースラインの変動
- 2) ピークの大きさや形状の異常
- 3) リテンションタイムのシフト
- 4) 分離能が悪いまたは分離が得られない
- 5) 定量が困難
- 6) 急速なカラムの劣化
- 7) ゴーストピーク
- 8) 幅広い溶媒ピークの立ち上がり

これらの現象は複数で同時に現れることも珍しくない。実際に起きていることが、どの現象であるのかを一概に決めかねる場合もある。このような場合には、論理的で系統的なアプローチがきわめて重要になる。

以下の説明と対策法は、一般的な事柄を単純化して説明している点を留意していただきたい。実際に起こり得ることのすべてについて、またその詳細な説明までをカバーした完全な記述ではない。

1) ベースラインの変動



SPIKING

●スパイク

- 1 検出器を粒子状の物質が通り抜けている

解決法：機器のマニュアルに従って検出器を掃除する。

- 2 信号ケーブルやサーキットボード接続部のゆるみ（通常ランダムなスパイク）

解決法：接続部の掃除または必要により交換。



NOISE

●ノイズ

- 1 注入口またはカラムの汚染

解決法：注入口の清掃、溶媒によるカラムの洗浄。

- 2 カラムが検出器（FID、NPD、FPD）の炎まで突出して接続されている。

解決策：カラムを正しく検出器に取り付け直す。

- 3 ECDまたはTCDに空気が漏入している。

解決法：漏入箇所を捜して漏れを止める。

- 4 燃焼ガスや助燃ガスの種類または流量が不適當（FID、NPD、FPD）

解決法：ガスの種類と流量チェックして調整する。

- 5 検出器の物理的な故障

解決法：検出器の掃除、または必要により部品の交換。

- 6 検出器のサーキットボードか故障

解決法：機器マニュアルを参照する。GCメーカーに問い合わせる。



WANDE

● ベースラインのうねり

- 1 キャリアガスの汚染（オープンが等温の場合）。

解決法：使用しているキャリアガスを交換する。キャリアガスラインに不純物トラップを取り付ける。

- 2 ガスクロマトグラフ系の汚染

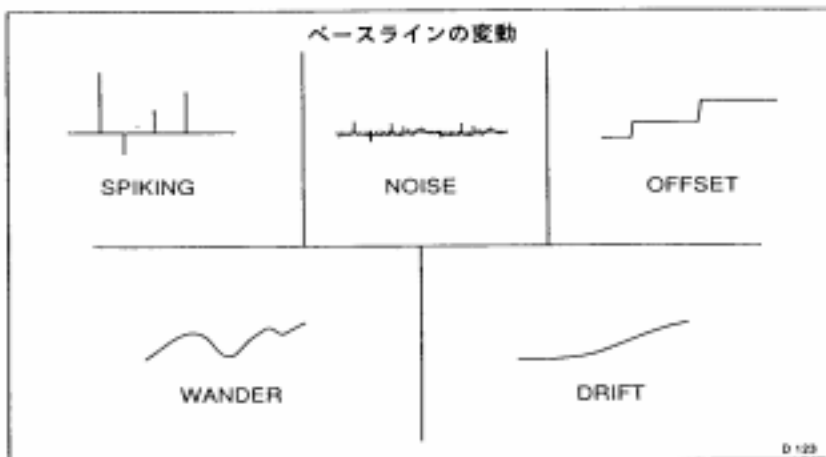
解決法：注入口やガス配管を清掃する。溶媒によりカラムを洗浄する。

- 3 キャリアガスや検出器ガスの流量コントロールが貧弱

解決法：フローコントローラやレギュレータの修理または交換。

- 4 検出器の温度調節が貧弱

解決法：機器のマニュアルを参照。またはGCメーカーに問い合わせる。





DRIFT

● 上向きドリフト

- 1 GCまたはカラムの汚染

解決法：注入口を清掃する。溶媒によりカラムを洗浄する。

- 2 カラム固定相のダメージ

解決法：カラムを新しいものと交換する。ダメージの原因（酸素、高温、化学物質）を究明し将来への対策を講ずる。

● 下向きドリフト

- 1 カラムのコンディショニングが不十分

解決法：安定したベースラインが得られるまでカラムをコンディショニング（空焼き）する。

- 2 検出器が平衡に達していない。

解決法：検出器が平衡に達するまで待つ。



OFFSET

● オフセット

- 1 注入口またはカラムの汚染

解決法：注入口を清掃する。溶媒によりカラムを洗浄する。

- 2 カラムが検出器の炎まで突出している（FID、NPD、FPDの場合）

解決法：カラムを正しく検出器に取り付け直す。

- 3 キャリアガスまたは検出器助燃ガスの汚染

解決法：ガスボンベを交換する。またはガスラインに不純物トラップを取り付ける。

- 4 検出器の汚染

解決法：検出器を清掃する。

- 5 記録装置が壊れているか正しくセットされていない

解決法：記持装置の接続や設定をチェックする。機器マニュアルを参照し、必要によりメーカーに問い合わせる。

2) ピーク形状やピークの大きさが異常

●ピークが全く出ない

1 シリンジが詰まっている

解決法：シリンジをクリーニングする。またはシリンジを新しいものと交換する。

2 カラムが折れている

解決法：カラムを交換する。または取り付け直す。

3 別の注入口に試料を注入している

解決法：注入する注入口を誤らないようにする。または注入したい注入口にカラムを取り付ける。

4 カラムを別の検出器に取り付けている

解決法：正しい検出器へカラムを取り付け直す。

5 インテグレータや記録装置が誤った検出器に接続されているか、検出器に接続されていない。

解決法：使用する検出器に正しくインテグレータや記録装置を接続する。

6 検出器の助燃ガス流量が適正にセットされていないか、バルブが閉じている。

解決法：ガス流をチェックし適正な値に調整する。

7 キャリアガス流量がきわめて少ないか、流れていない

解決法：緊急にオープンを 35~40℃まで冷却し、キャリアガス流量を測定する。セプタムや接続部に漏れが無いか調べる。



REDUCED

●すべてのピークが小さくなる

1 シリンジの部分的な詰まり

解決法：シリンジをクリーニングする。またはシリンジを新しいものと交換する。

2 注入テクニックが異なっている

解決法：注入テクニックを検討し、いつも同じやり方で注入できるよう気を付ける。

3 注入口に多量の漏れがある（たいていの場合ピーク形状も貧弱）

解決法：漏れの部分を探し漏れを止める。

4 スプリット比が大きすぎる

解決法：スプリット比を下げる。

5 スプリットレス注入でパーシ開始が早すぎる

解決法：パーシ開始時間を遅くする。

6 セプタムパーシ流量が多すぎる

解決法：セプタムパーシ流量を少なくする。

7 注入口温度が低すぎる（特に高沸点難揮発性物質の分析時）

解決法：注入口温度を高くする。

8 オープン温度が低すぎる

解決法：オープン温度を高くするか、昇温の最終温度をもっと高くする。

9 スプリットレス注入やオンカラム注入で、オープンの初期温度が高すぎる

解決法：オープンの初期温度をもっと低くする。または試料の溶媒を高沸点のものにする。

10 汚染や過剰なカラムブリード（液相の分解）による高いバックグラウンドシグナル、またはオートゼロが動作しない

解決法：ガスクロマトグラフ系をクリーニングする。溶媒によりカラムを洗浄する。ブリードの多いカラムは交換する。信号処理系のオートゼロ機能をチェックし調整する。

11 検出器の操作条件が不適當

解決法：機器マニュアルを参照し、正しいガスの種類を適正な流量にセットする。

12 検出器助燃ガス中の不純物

解決法：ガスラインに不純物トラップを追加する。ガスをきれいなものと交換する。

13 測定対象化合物と検出器の組み合わせが不適當

解決法：測定対象化合物の分析に適した検出器を使用する。

14 インテグレータのアッテネーションが大きすぎる

解決法：アッテネーションの設定を調べ、適当な値にセットする。

15 試料の濃度または成分の安定性

解決法：試料が予想する濃度の成分を含んでいるか、試料を取り違えていないか、試料中で成分が安定しているか検討する。

●特定のピークのみ小さく出る

1 カラムまたは注入ロライナーに活性がある（または汚染されている）活性の高い化合物（アミン、有機酸、アルコール、ジオール類など）のみ損失がある場合

解決法：注入ロライナーをクリーニングするか交換する。溶媒によりカラムを洗浄する。

2 注入口のどこかに漏れがある。揮発性の高い成分のみ損失がある場合

解決法：注入口の漏れを捜して、漏れを止める。

3 スプリットレス注入やオンカラム注入で、オープンの初期温度が高すぎる

解決法：オープンの初期温度をもっと低くする。または試料の溶媒を高沸点のものにする。

4 スプリットレス注入やオンカラム注入で、混合溶媒を使用している。

解決法：注入する試料を単一の溶媒で調整する。

5 試料が分解しているか試料の取り違い

解決法：成分の濃度を確認する。試料が間違っていないか調べる。



TAILING

●ピークがテーリングする

- 1 注入ロライナーやカラムに活性がある

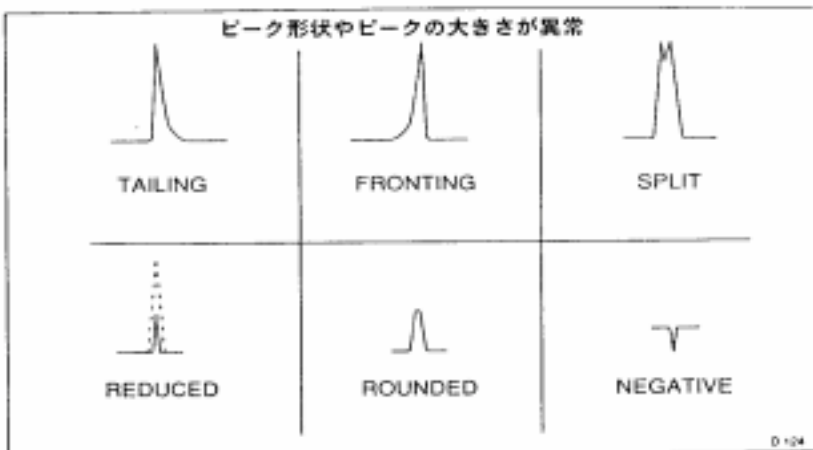
解決法：注入ロライナーをクリーニングするか交換する。カラムが劣化している場合は交換する。

- 2 注入ロライナーやカラムの汚染

解決法：注入ロライナーをクリーニングするか交換する。溶媒によりカラムを洗浄する。

- 3 カラムの取り付け、ライナー、ユニオンの接続不良によるデッドボリューム

解決法：正しく取り付けられているか調べる。カラムを接続し直す。



- 4 カラムの先端が正しく切られていない

解決法：カラムをもう一度正しくカットする。

- 5 カラム液相、溶質、溶媒の極性が不適合

解決法：カラム液相と溶媒を測定対象化合物の極性に合わせる。

- 6 クロマトグラフ流路のコールドスポット

解決法：試料が接触するクロマトグラフ流路のどこかにコールドスポットがあるか調べる。

- 7 注入ロライナーやカラム内の粒子や破片

解決法：注入ロライナーのクリーニングまたは交換。カラム先端に、コーティング樹脂の破片が残らないよう切り直す。

8 注入テクニックのまずさ（あまりにゆっくりとした注入）

解決法：注入のやり方を改善する。

9 スプリット比が小さすぎる

解決法：スプリット比を大きくする。

10 試料の過負荷
（PLOTカラムの場合）

解決法：カラムに導入される試料を少なくする。

11 アルコールアミン、1 級および 2 級アミン、カルボン酸などの特定の化合物がテーリング

解決法：PH 修飾した固定相を使用する。化合物を誘導体化する。化合物によっては幾分かのテーリングは避けられない。



ROUNDED

●先端が丸くなったり平らになったピーク

1 検出器が過負荷に達している

解決法：検出器に到達する試料を少なくする。

2 インテグレータや記録装置の入力許容範囲を越えている

解決法：アッテネーションまたはレンジを調整して許容範囲に収める。



SPLIT

●ピークが割れる

- 1 注入テクニックが貧弱（注入操作の震えや引っ掛り）

解決法：注入テクニックを改善する（等速でスムーズにプランジャーを押し下げる）。

- 2 注入口へのカラムの取り付け不良

解決法：カラム先端を再度カットし、カラムを正しく取り付ける。

- 3 オープン内の温度分布が不均一

解決法：オープン内の温度分布を検討し、メーカーに問い合わせる。

- 4 複数の成分が重なって共出している

解決法：分析条件を変更して複数の成分の有無を調べる。試料の汚染や前回注入した試料からの汚染によるピークの出現も検討してみる。

- 5 スプリットレス注入またはオンカラム注入での混合溶媒の使用

解決法：試料は単一の溶媒で調整する。



NEGATIVE

●負のピーク

- 1 全てのピークが負である場合。

解決法：インテグレータや記録装置のケーブルの極性が反対に接続されていないか調べる。

- 2 TCD検出器で特定のピークのみ負になる

解決法：キャリアガスより熱伝導度が大きい成分は負になる。異常ではない。

- 3 ECD検出器で正のピークの直後に負のピークが出る

解決法：検出器が汚染されているか寿命がきている。ECDセルをクリーニングするか交換する。

3) リテンションタイムのシフト

- 1 オープン温度が以前の分析と違っている

解決法：オープン温度、昇温プログラムが以前と同じに設定されているか確認する。

- 2 キャリアガス流量または線速度が以前の分析と違っている。

解決法：キャリアガス流量または線速度が以前と同じに設定されているか確認する

- 3 注入口の接続部、特にセプタムの穴から漏れが有る。

解決法：漏れの箇所を捜して漏れを止める。セプタムを新しいものと交換する。

- 4 カラムの汚染

解決法：溶媒でカラムを洗浄する。

- 5 試料を調整した溶媒の種類が以前のものと異なっている

解決法：すべての試料、標準試料は共通の溶媒で調整する。

4) 分離能が悪いかピークが分離しない

- 1 カラムの汚染

解決法：溶媒によりカラムを洗浄する。

- 2 カラムの液相が劣化している

解決法：新しいカラムに交換する。カラムの劣化はブリードが大きくなることでわかる。

- 3 オープン温度、キャリアガス流量、カラムの種類などの条件が以前の分析と異なっている

解決法：分析条件やカラムが以前の分析と共通かどうかを確認する。

- 4 測定対象成分の濃度が大きくかけ離れている

解決法：濃度がかけ離れないように試料を調整するか、濃度の違いを補正する

- 5 注入条件が不適切

解決法：注入口温度、スプリット比、ページ開始時間、使用する注入ロライナーなどが分析に適しているかどうか検討する。注入口の漏れもチェックする。

5) 定量が困難

- 1 注入のやり方にばらつきがある

解決法：一貫した注入テクニックにより注入する。

- 2 スプリット注入で試料が不均一化する。

解決法：一貫した注入テクニックにより注入する（試料注入量、注入口温度、スプリット比を共通にする）。

- 3 スプリットレス注入でパージ開始時間が異なっている

解決法：パージ開始時間を共通にして分析する。

- 4 ベースラインが変動している

解決法：ベースラインの変動の項を参照のこと。

- 5 インテグレータやレコーダーの設定が不適切

解決法：インテグレータやレコーダーの設定を検討する。

- 6 検出器の助燃ガス流量や検出器温度が違っている

解決法：検出器の操作条件が共通で適切なものか検討する。

- 7 カラムや注入ロライナーに活性（吸着）がある

解決法：注入ロライナーをクリーニングまたは新しいものと交換する。
溶媒でカラムを洗浄するか新しいものと交換する。

6) 急速なカラムの劣化

- 1 カラム中に空気（酸素）が混入している

解決法：キャリアガスラインに漏れがないか調べ、漏れを止める。不純物トラップの性能が低下していないかチェックする。キャリアガスの純度と品質を確認する。

- 2 カラムの最高使用温度を越えて相当期間使用した

解決法：新しいカラムに交換する。カラムの最高使用温度以上では使用しないようにする。

- 3 化学的なダメージ

解決法：無機酸や無機塩基は注入しない。

- 4 高分子量成分によるカラムの汚染

解決法：試料の前処理により問題となる汚染物質を除く。カラムの直前にガードカラムを接続して使用する。

5 カラムが折れる

解決法：カラムがこすれたり引っ搔かれたりしないよう取り扱いに気を付ける。カラムを小さな径で曲げないようにする。

7) ゴーストピーク

1 注入口やカラムの汚染

解決法：注入口内と注入ロライナーをクリーニングする。溶媒によりカラムを洗浄する。

2 セプタムブリード

解決法：より高温で使用できるセプタムを使用する。注入口温度を下げる。

3 直前の分析をカラムに試料が残っているままで打ち切っている

解決法：注入した試料の全成分が溶出するようオープン温度を上げる。または分析時間を長くする。

8) 溶媒ピークの前半が長く広がる



FRONTING

1 カラムの取り付けが不適切

解決法：カラムの先端を再度カットして正しく付け直す。

2 注入口に漏れがある

解決法：漏れている箇所を捜し漏れを止める。

3 スプリット分析でスプリット比が小さすぎる

解決法：スプリット比を大きくする。

4 注入口温度が低すぎる

解決法：注入口温度をより高く設定する。

5 スプリットレス分析でピーク開始時間が遅すぎる

解決法：ピーク開始時間を早めに設定する。

6 試料注入量が多すぎる

解決法：試料注入量を少なくする。

7 高沸点溶媒を低すぎるオープン温度で注入した

解決法：注入時のオープン温度をやや高くする。より低沸点の溶媒を使用する。

8 低沸点溶媒を高すぎるオープン温度で注入した

解決法：注入時のオープン温度をやや低くする。より高沸点の溶媒を使用する。