

Agilent Technologies
液体クロマトグラフトラブルシューティング

トラブルシューティングの手順



迅速かつ的確なトラブルシューティングには、
原因の推定がキーポイント！！！！

トラブルかな？ と疑う現象は……

•ベースラインの異常

- ドリフト
- ノイズ etc.

•クロマトグラムの異常

- ピーク形状の異常
 - リーディング
 - テーリング
 - ピーク割れ
 - ブロードニング etc.
- 溶出時間の変動
- ピーク面積, ピーク高さの変動

ベースラインの異常

まずは、圧力をチェック！

圧力波形をモニターする.

・正常なら圧力リップルは1barを越えず、一直線のバンドとなる.



・異常の場合は、送液系—ポンプ、移動相を疑う.

HPLCのトラブルの多くは、送液系に起因している.



圧力波形のモニターはトラブルシュートの第一歩!!!

圧力波形の異常 (1)



波形の下方にスパイクノイズが出る.

移動相中に溶解しているガス

- ・移動相の脱気
- ・デガッサの使用
- ・室温変化を小さくする.

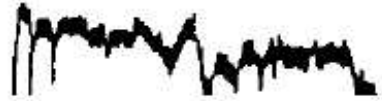


一直線のバンドだが、幅が広い.

圧力波形の異常 (2)



一直線のバンドだが、幅が広い。



波形が不規則に上下に乱れる。

アウトレットバルブの不良

- ・超音波洗浄
- ・アウトレットバルブの交換

アクティブインレットバルブの不良

- ・洗浄
- ・交換

圧力波形の異常 (3)



波形が不規則でスパイクノイズも出る。

プランジャーシールの不良

- ・プランジャーシールの交換

圧力波形の異常 (4)



急激な圧力降下が繰り返し起こる。

ラインフィルターの目詰まり

- ・洗浄, 交換

カラムフィルターの目詰まり

- ・カラム交換

塩の析出

- ・水でパージ
- ・詰まったパーツの交換

圧力波形の異常 (5)



ポンプ内の汚れ

- ・IPAによる洗浄

相溶性のない移動相の影響

- ・双方の移動相に溶解する溶媒でパージ

前にどんな移動相を使用したのか？
これからどんな移動相を使用しようとして
しているのか？ を良く考えること!!!

復帰の緩やかな圧力降下が起こる。

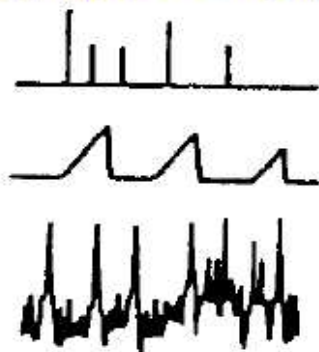
圧力波形の異常 —まとめ—

- ・移動相
- ・アウトレットバルブ、インレットバルブ
- ・プランジャーシール
- ・インラインフィルター
- ・カラム

圧力波形;正常,
ベースライン;異常/ノイズ,ドリフト



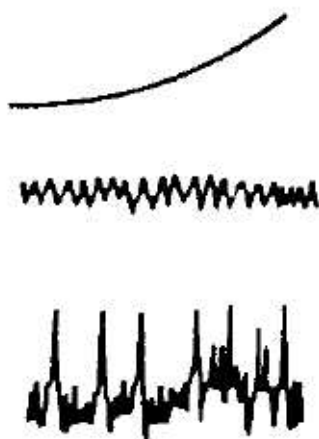
検出器のベースラインの異常 (1)



気泡

- ・脱気した移動相でパージ
 - * 流量を上げると効果的!
- ・検出器下流に軽く背圧をかける
- ・MeOHでパージ

検出器のベースラインの異常 (2)



セル窓の汚れ

- ・セルを分解しセル窓を洗浄する.

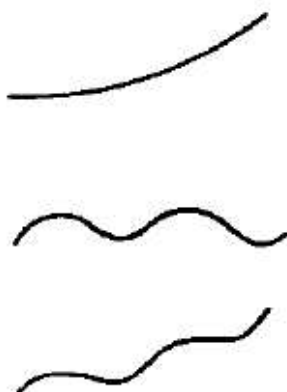
D₂ランプの劣化

- ・D₂ランプの交換

移動相の不完全混合

- ・良く混ぜる
- ・ポンプ混合の場合,プレカラム混合にする.
- ・グラジェント時は,ポンプストローク,圧縮率補正を最適化.

検出器のベースラインの異常 (3)



移動相中の不純物

- ・移動相相の再調製

移動相の不完全混合

- ・良く混ぜる
- ・ポンプ混合の場合,プレカラム混合にする.
- ・グラジェント時は,ポンプストローク,圧縮率補正を最適化.

セルの温度変化

クロマトグラムの異常

- ピーク形状の異常
 - リーディング
 - テーリング
 - ピーク割れ
 - ブロードニング etc.
- 溶出時間の変動
- ピーク面積値の変動

-ピーク形状の異常①-

•ピーク形状の異常は、カラムの異常や分析条件の問題が原因であることが多い。

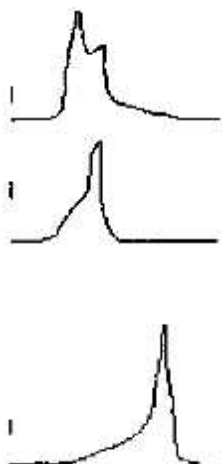


テーリング

分析条件が適切であれば、カラム上端のへこみが原因。分析条件の検討としては、

- (1)移動相
- (2)カラムの選択

-ピーク形状の異常②-



ショルダー、
ピーク割れ

カラムに不純物が蓄積

カラムにチャンネルが発生

リーディング

試料と分析条件のミスマッチ

-ピーク形状の異常③-



ブロード

試料注入量を減らしてピーク形状が正常になれば、注入量を減らすか、試料濃度を下げる。

試料注入量を減らしてもピーク形状が異常のときは、カラムに不純物が蓄積しているか、カラムが劣化している。

-ピーク形状の異常④-

ゴーストピーク

コンタミネーション

? 試料再調製

? 流路系の洗浄



移動相中の不純物

• グレードに注意!!!

* 有機溶媒はHPLCグレードを使う。

• 開封後、長時間経過した溶媒、水は使わない。

* 水はすぐに汚れる

* きれいな溶媒ほど汚染されやすい。

• 酸化されやすい溶媒は開封直後のものを使用する(Ex. THF)

-溶出時間の異常-

現象	原因	対策
成分全体が一様に遅れる	液漏れ	ポンプのメンテ 液漏れ部の増し締め
ばらつきが大きい	溶出が不安定	カラムの平衡化 移動相の十分な置換
早くなる。成分毎に変化は異なる。	カラムの汚れ	カラム洗浄 カラム交換

-ピーク面積値の異常-

現象	原因	対策
ばらつきが大きい	インジェクターの故障	漏れの確認と増し締め ニードルシートの交換 計量ポンプのプランジャーシール交換
	試料の分解	冷却, 遮光
徐々に大きくなる	試料の吸着	分析条件の再検討(移動相, カラム)
徐々に小さくなる	試料の分解	冷却, 遮光

トラブルシューティングまとめ

早め早めの対応を！
細かいトラブルも積もると故障の原因となります
ご注意ください！