
サンプリング技術ハンドブック

Agilent 液体オートサンプラ

©Agilent Technologies 1997-2000

Target® および DP™ は、それぞれ National Scientific Company の登録商標および商標です。

著作権保有。著作権法で認められている場合を除き、本書を許可なく複製、改作、翻訳することを禁じます。

品目番号 G2612-90327

初版：2000年7月

品目番号 G2612-90120 および G2612-90127 の改版

Printed in USA

HP® は Hewlett-Packard Co. の登録商標です。

Microsoft®、Windows®、および Windows NT® は Microsoft Corp. の登録商標です。

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610

目次

1	バイアルとボトル	
	サンプルバイアルの充填	2
	サンプルバイアルのキャップの取り付け	3
	溶媒および廃液ボトルの準備	5
	ボトルの選択	5
	ボトルの充填と配置	6
	実行できるサンプルバイアルの数	7
	サンプルバイアルの最大本数の見積り	8
	式 S および W の使用	9
2	シリンジとニードル	
	シリンジの選択	12
	シリンジニードルの交換	14
3	トラブルシューティング	
	クロマトグラフに関する現象	18
	変動性	19
	汚染またはゴーストピーク	21
	ピークが予想されるものよりも小さいまたは大きい	23
	サンプルキャリーオーバー	25
	シグナル/ピークがない	27
4	特別なトピック	
	サンプルキャリーオーバーの制御	30
	サンプルキャリーオーバーを低減するためにインジェクタで 実行できること	30
	洗浄の回数とタイプ	31
	530 μ m のカラムを使用する充填式注入口に関する提案事項	31
	用語集	33

目次



1

バイアルとボトル

サンプルバイアルの充填

図1に、次のサンプルバイアルの推奨充填量を示します。

- 2mL のバイアル (1mL)
- 100 μ L のバイアル (50 μ L)

サンプルの吸引時には、真空状態が発生しないようにバイアル内に空気のスペースが必要になります。真空状態は再現性に影響を与えることがあります。

注意

この真空状態を防ぐ目的でバイアルに空気を注入しないでください。多くの場合、空気を注入するとキャップシールに損傷を与えます。

メソッドを開発する場合には、次の点に注意してください。

- インジェクションを繰り返して大量のサンプルをテストする必要がある場合は、信頼性の高い結果を得るためにサンプルを複数のバイアルに分けます。
- バイアル内のサンプル量が少ない場合は、前のサンプルインジェクションまたは溶媒洗浄による汚染物質がサンプルに与える影響が大きくなります。

納入業者を変更する場合は、メソッドを開発し直す必要があります。バイアルハードウェアの製造方法が異なると、結果に変動が生じることがあります。

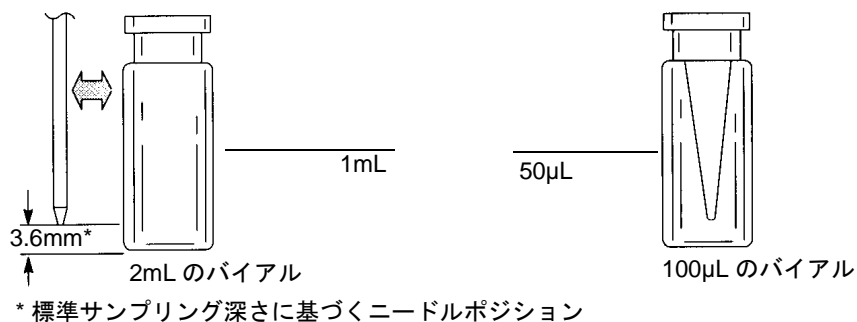


図1 サンプルバイアルの推奨充填量

サンプルバイアルのキャップの取り付け

トレイを取り付けていない場合は、アプリケーションに応じて、キャップなし、スナップオンキャップ付き、またはスクリューキャップ付きのサンプルバイアルを使用できます。トレイを使用している場合は、サンプルバイアルにキャップを取り付けなければなりません。図2を参照してください。

気密クリンプキャップを取り付けるには、次の手順に従います。

1. クリンパのあご内部の表面をクリーニングします。
2. クリンプキャップをバイアルの上に置きます。
3. バイアルを持ち上げてクリンパの中に入れます。アジャスタネジに届くまでハンドルをひねります。

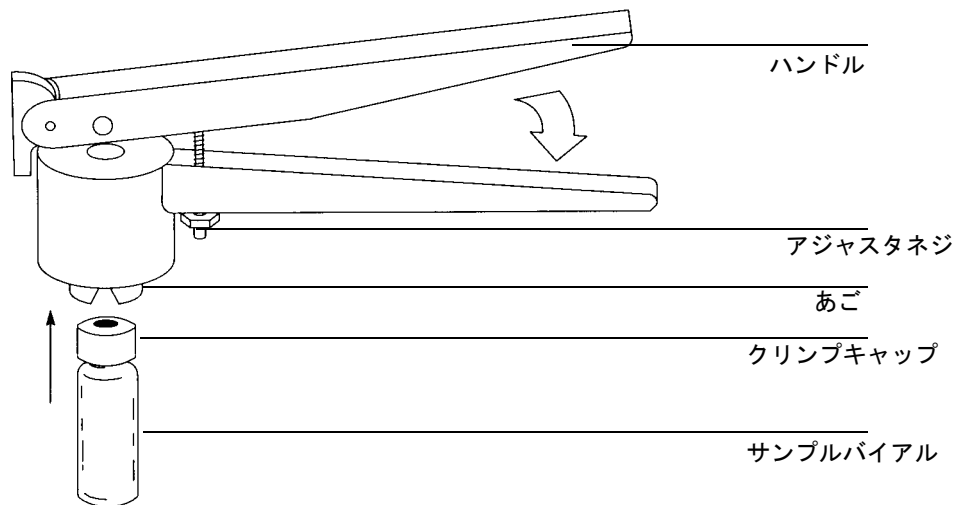


図2 クリンプキャップの取り付け

バイアルとボトル サンプルバイアルのキャップの取り付け

図3に、基準を満たすバイアルキャップと基準を満たさないバイアルキャップを示します。

各バイアルのクリンプキャップが正しく取り付けられていることをチェックします。

1. バイアルのネックの下までを覆っているキャップの部分に折り目やしわがないことを確認します。折り目やしわを除くには、バイアルを約10°回転して再びクリンプキャップを取り付けます。クリンプがゆるい場合は、調整ねじを時計回りに回して調整します。
2. キャップを手で回せないことをチェックします。キャップがゆるい場合は、調整ねじを反時計回りに回し、クリンプをきつくします。クリンプキャップを再び取り付けます。
3. 個々のキャップで、平らなセプタムがバイアル上部の中心にあることを確認します。
 - セプタムが平らになっていない場合は、キャップを取り外し、クリンプ調整ねじを時計回りに回してもう一度取り付けます。
 - キャップが中央にない場合は、キャップを取り外し、新しいキャップがバイアルの上に平らに乗っていることを確認してからクリンプをひねります。

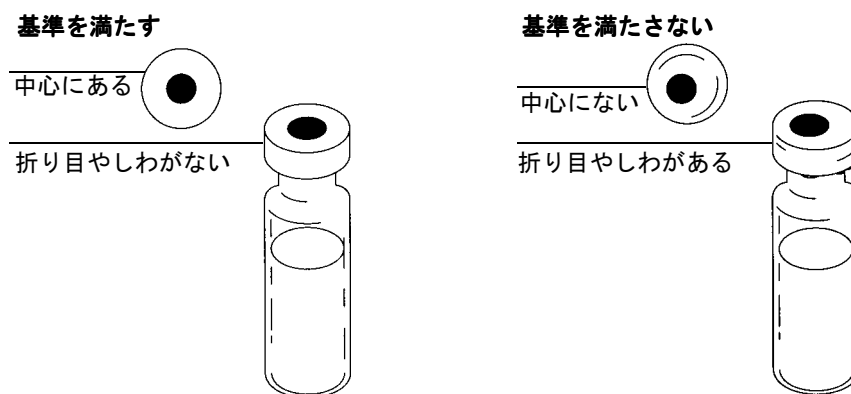


図3 基準を満たすキャップと満たさないキャップ

溶媒および廃液ボトルの準備

溶媒ボトルには、インジェクションとインジェクションの間にシリンジをすすぐための溶媒を入れます。インジェクタは、溶媒洗浄およびサンプル洗浄で使用した液体を廃液ボトルに送ります。

ボトルの選択

このインジェクタでは、4mLのボトルに溶媒と廃液を入れます。これらのボトルには、拡散キャップ（穴があいたプラスチック製キャップ。気化は防止されるがニードルは自由に入ることができる）またはセプタムを使用できます。Agilent Technologiesでは、次の2つの理由により、セプタムよりも拡散キャップ（図4を参照）をお勧めします。

- 拡散キャップを使用すると、ボトル内部の液体をセプタム物質の小片で汚染することなく、何回もニードルを入れることができます。
- 一般的な溶媒では、標準的なシリンジニードルで穴が開けられたセプタムよりも拡散キャップの方がボトルからの拡散速度が遅くなります。



図4 溶媒または廃液に使用する4mLのボトル

バイアルとボトル 溶媒および廃液ボトルの準備

ボトルの充填と配置

各シーケンスまたはシーケンスグループの前に、使用しているサンプラの操作マニュアルの説明に従って溶媒および廃液ボトルを準備します。次の点を考慮してください。

- 各溶媒ボトルをすすぎ、4～4.5mLの新しい溶媒を満たします。液体レベルは、ボトルの肩の近くまでなければなりません。溶媒ボトルに4.5mLの溶媒を満たすと、シリンジは、約2mLまでの溶媒を吸引できます（10 μ Lのシリンジで洗浄約250回分）。
- 溶媒が残っている溶媒ボトルには、溶媒を再び満たさないでください。溶媒が前回の分析によって汚染されることがあります。残っている溶媒を廃棄し、すすぎ、満たします。
- 各廃液ボトルを空にし、すすぎます。シリンジは、約4mLの廃液を廃液ボトルに廃棄できます（10 μ Lのシリンジで洗浄約500回分）。

使用しているモデルのタイプに応じて、インジェクタタレット上の適切な位置にボトルを置きます。

実行できるサンプルバイアルの数

次の表 2 および例 1、2、3 に示すように、一度に実行できるサンプルバイアルの数は、溶媒および廃液ボトルの容量によって制限されます。次の図 2 に示した洗浄または廃棄の最大回数を超える処理がアプリケーションに必要な場合は、この項の後に説明する式を使用してサンプルバイアルの最大本数を見積もってください。

いずれかの限界に達したら、溶媒ボトルを交換するか、廃液ボトルを空にしてからそれ以降のサンプルを実行しなければなりません。

表 1 洗浄（インジェクション前またはインジェクション後）または廃液の廃棄の最大回数

ボトルの本数	溶媒洗浄の最大回数 (インジェクション前 + インジェクション後)					廃液の最大廃棄回数 (サンプル洗浄の廃棄 + 溶媒洗浄の廃棄)				
	5μL	10μL	25μL	50μL	100μL	5μL	10μL	25μL	50μL	100μL
シリンジのサイズ										
ボトル 2 本の場合	1,000	500	200	100	50	2,000	1,000	400	200	100
ボトル 1 本の場合	500	250	100	50	25	1,000	500	200	100	50

注：洗浄量は、シリンジ容量の 0.8 倍になります。

注意

ボトルの溶媒および廃液の限界を超えてはなりません。限界を超えると、サンプルキャリーオーバーによって分析に影響を受けることがあります。

例 1（トレイを取り付けていない場合）：このアプリケーションでは、10μL のシリンジを使用し、3 本のサンプルバイアルからサンプル 1 つあたり 5 回のインジェクションを行います。各分析では 10 回のサンプル洗浄と 10 回の溶媒洗浄を使用します。150 回の溶媒洗浄が必要になり、シリンジ容量の 300 倍の廃液を廃棄します（溶媒洗浄から 150 倍、サンプル洗浄から 150 倍）。トレイがないため、溶媒用に 1 本のボトル、廃液用に 1 本のボトルに制限されています。

表 2 は、1 本の溶媒ボトルから最大で 250 回の洗浄を実行でき、最大で洗浄 500 回分の廃液を廃液ボトルに廃棄できることを示しています。十分に限界内にあるため、この分析は実行可能です。

バイアルとボトル 実行できるサンプルバイアルの数

例 2a (トレイを取り付けている場合) : このアプリケーションでは、10 μ L のシリンジを使用し、40 本のサンプルバイアルからサンプル 1 つあたり 2 回のインジェクションを行います。各分析では 3 回のサンプル洗浄と 3 回の溶媒洗浄を使用します。240 回の溶媒洗浄が必要になり、シリンジ容量の 480 倍の廃液を廃棄します。溶媒に 2 本のボトルを、廃液に 2 本のボトルを使用しています。

表 2 は、各溶媒ボトルから最大で 250 回の洗浄を実行でき、最大で洗浄 1,000 回分の廃液を廃液ボトルに廃棄できることを示しています。必要な溶媒ボトルは 1 本だけです。限界内にあるため、この分析は実行可能です。

例 2b (トレイを取り付けている場合) : これは、60 個のサンプルを実行することを除き、例 2a と同じです。溶媒ボトルから 360 回の洗浄が必要になります。2 本の溶媒ボトルを使用する必要があり、溶媒洗浄の実行パラメータを両方の位置 (溶媒 A と溶媒 B) から設定しなければなりません。この場合でも、洗浄要件は十分に表の限界内にあります。

例 3 (トレイを取り付けている場合) : このアプリケーションでは、10 μ L のシリンジを使用して 3 回のサンプル洗浄、3 回の溶媒 A 洗浄、3 回の溶媒 B 洗浄を行う必要があります。100 本のサンプルバイアルでは (バイアル 1 本あたりインジェクション 2 回)、600 回の溶媒洗浄が必要になり、シリンジ容量の 1,200 倍の廃液を廃棄します。この例では、溶媒に 2 本のボトルを、廃液に 2 本のボトルを使用しています。

表 2 は、各溶媒ボトルから最大で 250 回の洗浄を実行でき、最大で洗浄 1,000 回分の廃液を廃液ボトルに廃棄できることを示しています。溶媒と廃液の両方の限界を超えています。この作業は 2 回に分けて実行する必要があります。次の項を参照し、一度に実行できるサンプルバイアルの最大本数を見積もってください。

サンプルバイアルの最大本数の見積り

注意

これらの式によって得られるサンプルバイアルの本数は見積りです。気化速度や表面張力などの溶媒特性がボトルの容量に影響を与えることがあります。

次に説明する式 **S** および **W** を使用するには、アプリケーションの次のパラメータがわかっている必要があります。

- バイアル 1 本あたりのインジェクションの回数。
- 各溶媒ボトルから実行する必要がある溶媒洗浄の回数 (インジェクション前とインジェクション後の両方)。
- インジェクタが各廃液ボトルに廃棄する、インジェクション 1 回あたりのサンプル洗浄および溶媒洗浄の回数。

バイアルとボトル
実行できるサンプルバイアルの数

- 使用するシリンジのサイズ：5μL、10μL、25μL、50μL、100μLのいずれか。
- 使用する廃液ボトルの本数。2本のボトルを使用する場合は、インジェクタは廃液を均等に廃棄します（均等に廃棄しないことを指定しない限り）。

式 S および W の使用

1. 使用しているアプリケーションのパラメータを両方の式に代入します。
 - 表 2 に示した洗浄量を両方の式に代入します。
 - 2本の廃液ボトルを使用している場合は、**式 W** の 4.0mL の廃液を 8.0mL の廃液に置き換えます。
2. 両方の式の解を計算します。2つ解の小さい方を見積りに使用します。

表 2 シリンジの洗浄量

シリンジのサイズ μL	洗浄量 μL/ 洗浄
5	0.004
10	0.008
25	0.020
50	0.040
100	0.080

式 S

式 S では、実行できるバイアルの最大本数を、ボトルに入れることができる溶媒の容量と洗浄の最大回数との関連から見積もります。

$$\text{バイアルの最大本数} = \frac{\text{溶媒 2.0 mL}}{\left(\frac{\text{シリンジ}}{\text{洗浄量}}\right) \times \left(\frac{\text{インジェクション回数}}{\text{バイアル数}}\right) \times \left(\frac{\text{ボトルの溶媒の}}{\text{最大洗浄回数}}\right)}$$

式 W

式 W は、実行できるバイアルの最大本数を廃液ボトルの容量から見積もります。

$$\text{バイアルの最大本数} = \frac{\text{廃液 4.0 mL}}{\left(\frac{\text{シリンジ}}{\text{洗浄量}}\right) \times \left(\frac{\text{インジェクション回数}}{\text{バイアル数}}\right) \times \left(\frac{\text{溶媒本数およびサンプル洗浄}}{\text{インジェクション回数}}\right)}$$

バイアルとボトル 実行できるサンプルバイアルの数

式の例

トレイが取り付けられており、アプリケーションパラメータが次のような場合を想定します。

- バイアル 1 本あたりインジェクション 2 回
 - 溶媒ボトル A から洗浄 3 回
 - 溶媒ボトル B から洗浄 2 回
 - サンプル洗浄 2 回
 - 10 μ L のシリンジ
 - 2 本の廃液ボトルを使用
1. 使用しているアプリケーションのパラメータを両方の式に代入します。
S : バイアルの最大本数 = $2.0 / (0.008 \times 2 \times 3) = 41$
W : バイアルの最大本数 = $8.0 / (0.008 \times 2 \times 7) = 71$
 2. 2 つの結果の小さい方である 41 を見積りに使用します。

シリンジとニードル

シリンジとニードル シリンジの選択

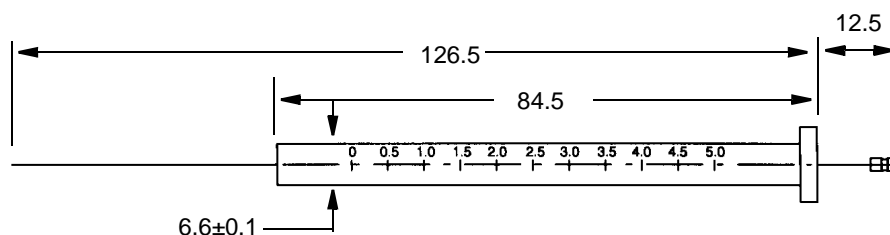
シリンジの選択

1. 使用している注入口（インジェクションポート）と、注入するサンプルの量に基づいてシリンジの**タイプ**を選択します。

注意

オンカラム注入口に注入する場合は、オンカラムシリンジを使用しないと、インジェクタ、シリンジ、カラムに損傷を与えることがあります。

2. シリンジを選択します。使用できるシリンジのサイズと対応する注入量については、自動リキッドサンプラの操作マニュアルを参照してください。消耗品と備品の品目番号と注文情報については、Agilent のカタログも参照してください。
3. 適切なシリンジとニードルゲージを選択します。次の表 3 を参照してください。
図 5 に、シリンジの重量な寸法の一部を示します。



すべての寸法はミリメートル単位です。

図 5 シリンジの寸法

表 3 ニードルゲージの選択

注入口	ニードルゲージ	カラムのタイプ
充填、スプリット、 または スプリットレス (PTV を含む)	23 ゲージまたは 23/26 ゲージ (先細)	任意の 適切なカラム
冷却オンカラム	23/26 ゲージ (先細) または 26 ゲージ 26/32 ゲージ (先細) 26/32 ゲージ (先細)	530µm 320µm 250µm

シリンジとニードル シリンジの選択

先端が円錐形のシリンジニードルを使用します。先端が尖ったニードルは使用しないでください。このようなニードルを使用すると、注入口のセプタムが裂け、漏れが発生します。また、先端が尖ったニードルでは、引き上げたときにセプタムで溶媒が拭き取られる傾向があるため、クロマトグラムに溶媒の大きいテーリングが発生することもあります。図6および図7を参照してください。

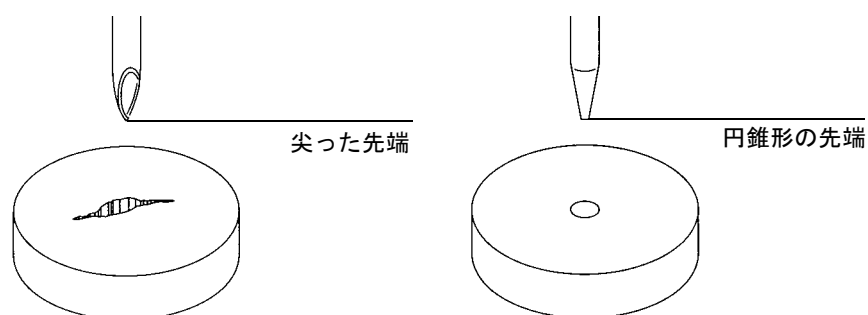


図6 ニードルの先端

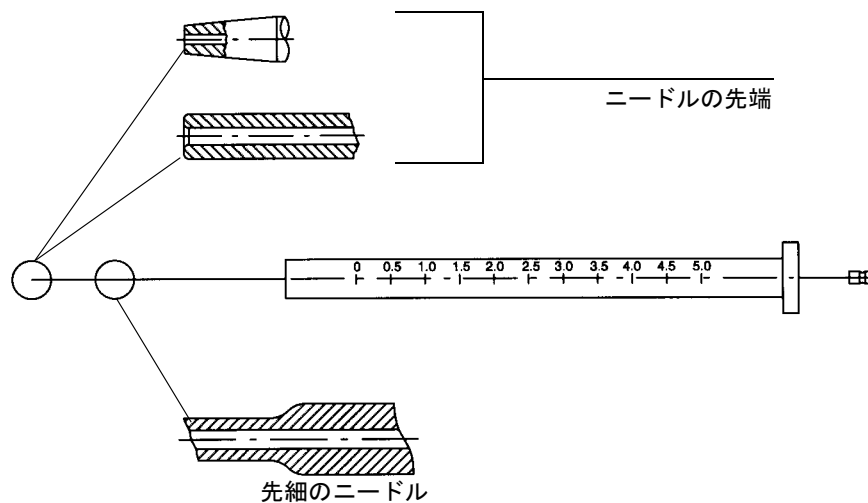


図7 ニードルの形状

シリンジニードルの交換

250 μ m および 320 μ m のインジェクションに使用するステンレススチール製ニードルは、ガラス製シリンジ筒に挿入しなければなりません (5 μ L のシリンジ筒の品目番号は 5182-0836)。使用するカラムに適したサイズのニードルを選択します。250 μ m のインジェクション用のニードル (品目番号 5182-0833、3/pk) には銀色の止め具が付いています。320 μ m のインジェクション用のニードル (品目番号 5182-0831、3/pk) には金色の止め具が付いています。すべてのシリンジおよびニードルの消耗品と備品については、Agilent のカタログを参照してください。

シリンジ筒にニードルを挿入するには、次の手順に従います。

1. シリンジ筒のキャップをゆるめ、スプリングを取り外します。
2. 図 8 に示すように、ニードルにテフロン製ディスクが付いていることを確認してください。シリンジ筒にテフロン製ディスクが付いていない場合は、シリンジの箱に入っている説明書を使用し、自分でニードルに巻いてください。
3. スプリングとキャップをニードルにかぶせ、滑らせて送ります。
4. ニードルをシリンジ筒に挿入します。
5. キャップをシリンジ筒に戻して締めます。

シリンジとニードル
シリンジニードルの交換

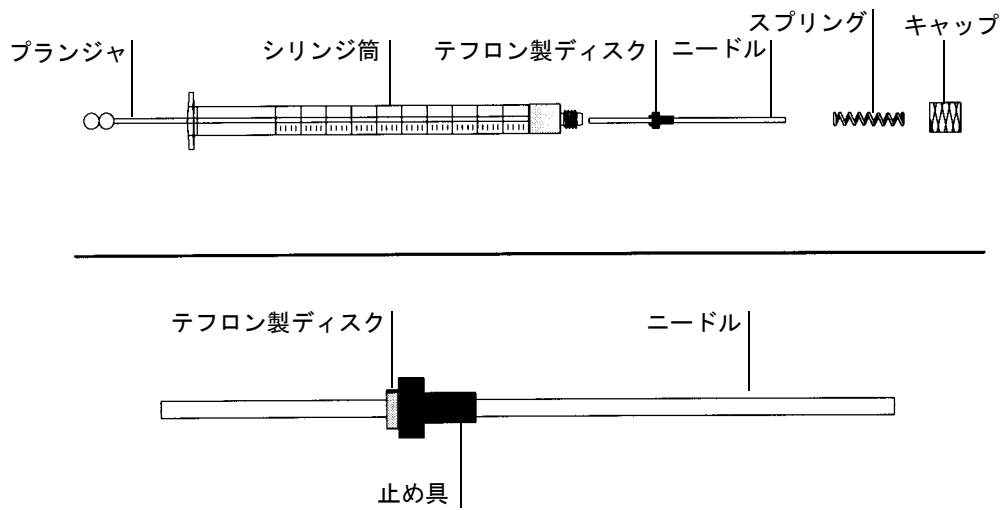


図 8 シリンジの部品と組み立て図

シリンジとニードル
シリンジニードルの交換

トラブルシューティング

クロマトグラフに関する現象

この章では、サンプルに関連する問題だけについて説明します。ただし、ここで説明する多くの現象は、特に、ガスクロマトグラフの温度とそのガス供給部分の安定性など、ほかの原因から発生する場合があります。

問題が解決しない場合は、Agilent のサービス担当にご連絡ください。

現象： 変動性



Retention times or areas are not reproducible.

図9 保持時間または領域に再現性がない

原因： 注入口のセプタムから漏れが発生している

処置： セプタムから漏れている場合は、セプタムを交換します。交換したセプタムのこれまでのインジェクション回数が200回未満の場合は、次の考えられる問題をチェックし、早い時期にセプタムの障害が発生することを防止してください。

- セプタムの保持ナットの締めがきつすぎる。
- シリンジニードルが曲がっている。
- シリンジが正しく取り付けられていない。

原因： シリンジが摩耗している、または汚れている

処置： シリンジの汚れが見える場合、またはプランジャが引っかかる場合は、適切な溶媒を使用してシリンジをクリーニングするか、シリンジの製造元のクリーニング手順に従います。

トラブルシューティング クロマトグラフに関する現象

原因： サンプル量が少なすぎるまたは多すぎる

処置： サンプルレベルをチェックします。サンプルバイアルが正しく充填されていない場合は、気化や汚染によって分析が影響を受けることがあります。サンプルレベルは、バイアル容積の約半分であればなりません。2 ページの「サンプル・バイアルの充填」を参照してください。

原因： バイアルキャップがゆるい

処置： バイアルキャップをチェックします。バイアルのクリップキャップを手で回せる場合は、キャップがゆるすぎます。キャップがゆるいと、揮発性サンプルの濃度が徐々に変化します。3 ページの「サンプル・バイアルのキャップの取り付け」を参照してください。

原因： サンプルが安定しない

処置： サンプルの安定性をチェックします。一部のサンプルは、熱や紫外線によって変化します。不安定なサンプルの変化を抑えるには、次のいくつかの方法があります。

- トレイクワドラントを使用してサンプルを冷却します。
- 褐色のサンプルバイアルを使用します。
- サンプルを保護された環境で保管します。

原因： サンプルのサイズが変動する

処置： 新しいシリンジを取り付けます。サンプルのサイズが変動する場合は、シリンジが精密でないか、プランジャが摩耗していることがあります。変動は、取り外し式のニードルを使用したシリンジのデッドボリュームやニードル間の変動のために発生します。

原因： ニードルに気泡が発生する

処置： ニードルに気泡が含まれる場合は、サンプルのポンピング回数を制御する実行パラメータを上げます。制御装置の操作マニュアルを参照してください。

それでも解決できず、サンプルの粘度が高い場合は、次の操作を行います。

- 粘度に対応するための遅延時間を延ばします。
- トレイクワドラントを使用してサンプルを過熱します。
- サンプルを粘度の低い適切な溶媒で希釈します。

現象： 汚染またはゴーストピーク

原因： バイアルキャップのセプタムが溶媒に溶けている

ゴーストピークは、セプタム物質の小片がサンプルに溶解すると発生することがあります。ブランクを数回実行し、ゴーストピークの存在を確認します。

処置： 次の点をチェックします。

- バイアルセプタムが平らになっていることを確認します。バイアルセプタムが平らになっていない場合は、ニードルがセプタムを突き抜いて破片がサンプルの中に落ちる傾向があります。3 ページの「サンプル・バイアルのキャップの取り付け」を参照してください。
- ニードルをチェックします。シリンジニードルにぎざぎざがあると、セプタムの一部を切り取り、サンプル内に押し込むことがあります。
- バイアルセプタムをチェックします。バイアルセプタムに、使用している溶媒に対する耐性がない場合は、耐性のある溶媒を使用します。

原因： サンプルバイアルが汚染されている

処置： 場合によっては、ゴーストピークが汚染されたサンプルバイアルによって発生することがあります。新しいまたはきれいなバイアルを使用し、ゴーストピークが消えるかどうかを確認します。新しいバイアルは、汚染物質のない場所に保管してください。

原因： インジェクションポートのセプタムから揮発性物質が放出される

処置： 小さいアルミホイル片を注入口のセプタムの裏に付け、何回かブランクを実行します。汚染ピークが消えた場合は、おそらく原因はセプタムにあります。通常使用しているセプタムを別のタイプのものに交換します。

トラブルシューティング クロマトグラフに関する現象

原因： カラムが汚染されている

残留物が含まれる高分子量のサンプルによって、シリンジ、注入口のライナ、またはカラムの最初の数インチの部分が汚染されることがあります。

処置： 次の操作を行います。

- 注入口のライナを交換またはクリーニングし、非活性化します。
- 後ろから光を当てて、キャピラリカラムの最初の数インチの部分に外部物質が付着していないかどうかを確認します。可能であれば、汚染された部分を取り除きます。

原因： サンプルが安定しない

一部のサンプルは、熱や紫外線によって変化します。

処置： サンプルの安定性をチェックします。変化を抑えるには、次のいくつかの方法があります。

- トレイクワドラントを使用してサンプルを冷却します。
- 褐色のサンプルバイアルを使用します。
- サンプルを保護された環境で保管します。

現象： ピークが予想されるものよりも小さいまたは大きい

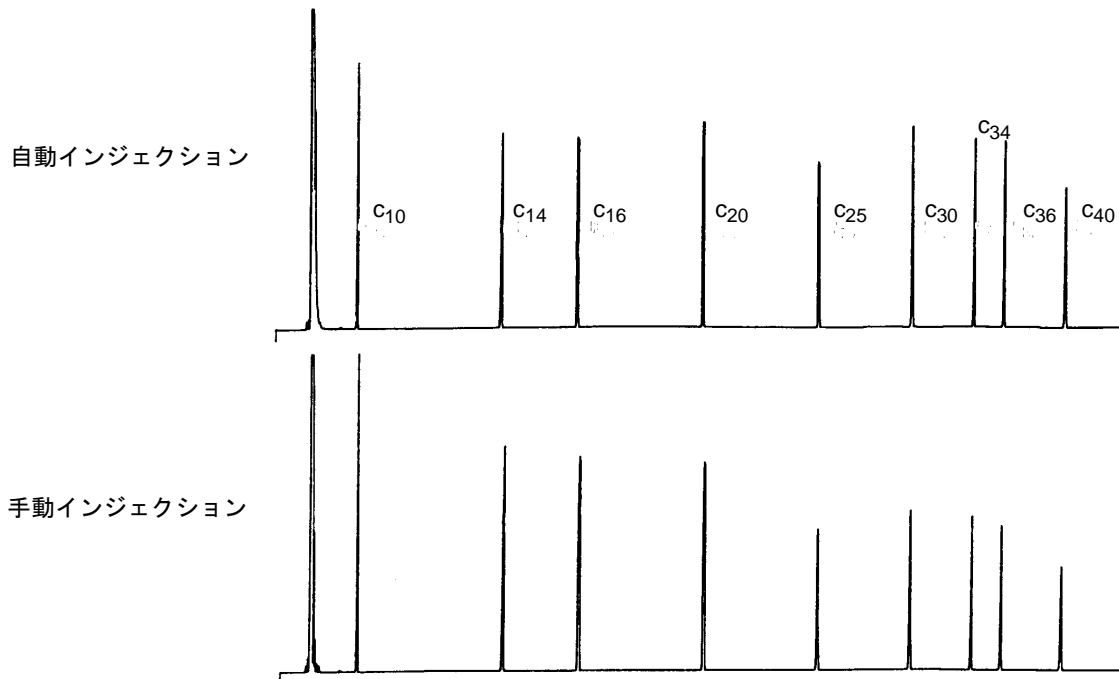


図 10 ピークが予想されるものよりも小さいまたは大きい

原因： ニードル内分別が発生していないクロマトグラムをニードル内分別が発生したものと比較している

処置： インジェクションモードをチェックします。ノーマルインジェクションモードでは、サンプラは高速インジェクションを使用して、代表的な量のサンプルをサンプリングします。高速インジェクションではニードル内分別の発生は最小限に抑えられます。手動インジェクションまたは低速自動インジェクション機器から得られたクロマトグラムでは、低分子量物質のレベルが高分子量物質よりも高くなります。これは、揮発性物質が高分子量物質よりも速くニードルから蒸発するからです。

トラブルシューティング クロマトグラフに関する現象

原因： 充填式注入口に 530 μm のカラムを使用している

処置： 注入口をチェックします。充填式注入口に使用するキャピラリカラムには、固有のサンプル分離特性があります。31 ページの「530 μm のカラムを使用する充填式注入口に関する提案事項」参照してください。

原因： GC システムに漏れがある

処置： セプタムを交換し、取り付け部分で漏れをチェックします。漏れが発生しているセプタムのこれまでのインジェクション回数が 200 回未満の場合は、次の確認を行います。

早い時期にセプタムの障害が発生することを防止するには、次の点を確認してください。

- セプタムの保持ナットの締めがきつすぎないこと。
- シリンジニードルがまっすぐになっていること。
- シリンジが正しく取り付けられていること。
- インジェクタの位置がインジェクションポートに揃っていること (7673 のみ)。
取り付けについて説明した適切なマニュアルを参照してください。

原因： サンプルが安定しない

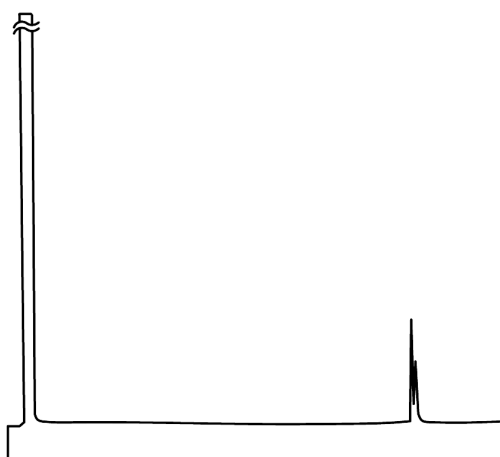
処置： 一部のサンプルは、熱や紫外線によって変化します。サンプルの安定性をチェックします。変化を抑えるには、次のいくつかの方法があります。

- トレイクワドラントを使用してサンプルを冷却します。
- 褐色のサンプルバイアルを使用します。
- サンプルを保護された環境で保管します。

原因： バイアルキャップがゆるい

処置： バイアルキャップをチェックします。バイアルキャップがゆるいと、軽量の物質がサンプルから選択的に失われることがあります。正しく取り付けられている場合は、キャップは簡単に回らないはずで、3 ページの「サンプル・バイアルのキャップの取り付け」を参照してください。

現象： サンプルキャリーオーバー



Blank run showing carryover peaks.

図 11 ブランクを実行するとキャリーオーバーピークが見られる

原因： 洗浄の回数またはタイプが不十分である

処置： サンプルおよび溶媒洗浄の回数に関する実行パラメータをチェックします。必要な洗浄回数はアプリケーションによって異なります。30 ページの「サンプル・キャリーオーバーの制御」を参照してください。

原因： 溶媒が足りなくなった

処置： 溶媒ボトルをチェックします。溶媒レベルが 2.5mL よりも低い場合は、シリンジは溶媒に届きません。残りの溶媒を、新しい溶媒 4 ~ 4.5mL と入れ替えます。6 ページの「ボトルの充填と配置」を参照してください。

廃液ボトルをチェックします。廃液レベルがボトルのネックに近い場合は、空のボトルと交換します。

トラブルシューティング
クロマトグラフに関する現象

原因： シリンジが摩耗している、または汚れている

処置： シリンジの汚れが見える場合、またはプランジャが引っかかる場合は、適切な溶媒を使用してシリンジをクリーニングするか、シリンジの製造元のクリーニング手順に従います。シリンジが摩耗しているように見える場合は、交換します。

原因： (バイアル間の) サンプルが混ざり合わないタイプのものである

処置： このような状況では、サンプルおよび溶媒洗浄によってシリンジを正しくすすぐことができません。洗浄サイクルの数を増やすか、さまざまなタイプのサンプルをすすげる溶媒を使用します。

現象： シグナル / ピークがない

原因： シリンジプランジャが誤動作を起こしている

処置： シリンジプランジャがプランジャネジで固定されていることを確認します。プランジャネジがゆるんでいる場合は、締めます。操作マニュアルを参照してください。シリンジニードルの詰まりをチェックします。シリンジが詰まっている場合は、シリンジを交換するかクリーニングします。

原因： バイアルのサンプルレベルが低すぎる

処置： バイアルにサンプルが含まれていない場合、またはほとんど含まれていない場合は、ニードルはサンプルに届きません。2 ページの「サンプル・バイアルの充填」を参照してください。

または、一部のインジェクタでは、メソッドを編集し、ニードルのサンプリング深さを調整できます。操作マニュアルを参照してください。

原因： サンプルの粘度が高い

処置： サンプルの粘度が高い場合は、次の操作を行います。

- 粘度に対応するための遅延時間を延ばします。
- トレイクワドラントを使用してサンプルを過熱します。
- サンプルを粘度の低い適切な溶媒で希釈します。
- タワーのファンをオフにします（特定のモデル）。

トラブルシューティング
クロマトグラフに関する現象

特別なトピック

サンプルキャリアオーバーの制御

この項では、キャリアオーバー（現在の分析の前のインジェクションによって生じたピークの存在）を制御するために使用するインジェクタの特長について説明します。キャリアオーバーを減らすまたは取り除くことによって、溶媒とサンプルの使用効率を上げるようにアプリケーションを調整し、一度に実行できるサンプルバイアルの本数を増やすことができます。

サンプルキャリアオーバーを低減するためにインジェクタで実行できること

インジェクタでは、溶媒洗浄、サンプル洗浄、サンプルポンピングを実行してキャリアオーバーを制御できます。これらの各操作によって、インジェクションの後にシリンジに残っているサンプルの汚染が軽減されます。各操作の効果はアプリケーションによって異なります。

溶媒洗浄

溶媒洗浄では、インジェクタは、溶媒 A または溶媒 B の位置からシリンジをその容量の 80% まで満たします（たとえば、5 μL のシリンジでは 4 μL 、10 μL のシリンジでは 8 μL ）。次に、シリンジの内容物を廃液ボトルの 1 つに廃棄します。溶媒洗浄は、サンプルを取り込む前（インジェクション前溶媒洗浄）に設定することも、インジェクションの直後（インジェクション後溶媒洗浄）に設定することもできます。

サンプル洗浄

サンプル洗浄では、インジェクタはシリンジ容量の 80% まで次のサンプルを満たし、内容物を廃液ボトルの 1 つに廃棄します。サンプル洗浄はインジェクションの前に行われます。サンプル量に制限がある場合は、サンプルを吸入する前に溶媒前洗浄を使用し、シリンジを湿らせておくこともできます。

サンプルポンピング

サンプルポンピングでは、インジェクタはシリンジ容量の 80% まで次のサンプルを満たし、これをサンプルバイアルに戻します。ポンピングは、サンプル洗浄の後、インジェクションの直前に実行します。ポンピングには泡を取り除く働きがありません。ニードルに前の洗浄で使用した溶媒が含まれている場合は、サンプルと混ざり合った少量の溶媒がポンピングによって追加され、希釈は少量になります。

特別なトピック

530 μ m のカラムを使用する充填式注入口に関する提案事項

洗浄の回数とタイプ

理想的な条件下では、4回の洗浄によってキャリーオーバーは 10,000 分の 1 まで下がります。実際に必要な洗浄の回数とタイプは、次のような要素によって異なります。

- 許容できるキャリーオーバーのパーセンテージ
- 分析対象物質の粘度と溶解度
- 溶媒の粘度と揮発性
- シリンジ筒の摩耗の程度

多くの場合、洗浄の回数とタイプは、標準メソッドとしてすでに設定されています。洗浄の回数とタイプは経験的に決定することもできます。

使用している手順のキャリーオーバーのパーセンテージを測定するには、サンプルの後に溶媒ブランクを実行し、成分のピーク領域を比較します。

530 μ m のカラムを使用する充填式注入口に関する提案事項

530 μ m のカラムを持つ加熱充填式注入口を使用している場合は、次の操作を行います。

- カラムの 1 ~ 2mm 以上がフェルルールから出ないようにカラムを取り付けます。この取り付け方法によって、注入口の基部で大量のサンプルが流されないという問題を解決できます。
- グラファイトではなくポリイミド製フェルルール (Vespel) を使用します。カラムフェルルールのわずかな部分はサンプル蒸気に触れます。
- 注入口のオープンに入る部分を断熱します。オープンが温度を上げるようにプログラミングされている場合は、注入口の下の部分が温度の低いスポットになることがあります。

特別なトピック
530 μ m のカラムを使用する充填式注入口に関する提案事項

用語集

い

インジェクション：

サンプルをガスクロマトグラフの注入口またはカラムに注入するインジェクタの動作。

インジェクションポート：

「注入口」を参照してください。

き

キャピラリカラム：

低分離度のキャピラリカラムの内径は 0.4 ～ 0.75mm です。高分離度のキャピラリカラムの内径は 0.1 ～ 0.4mm です。

こ

構成：

システムとして動作する自動リキッドサンプラモジュール、ガスクロマトグラフ、データ処理装置の特定の組み合わせ。

高速インジェクション：

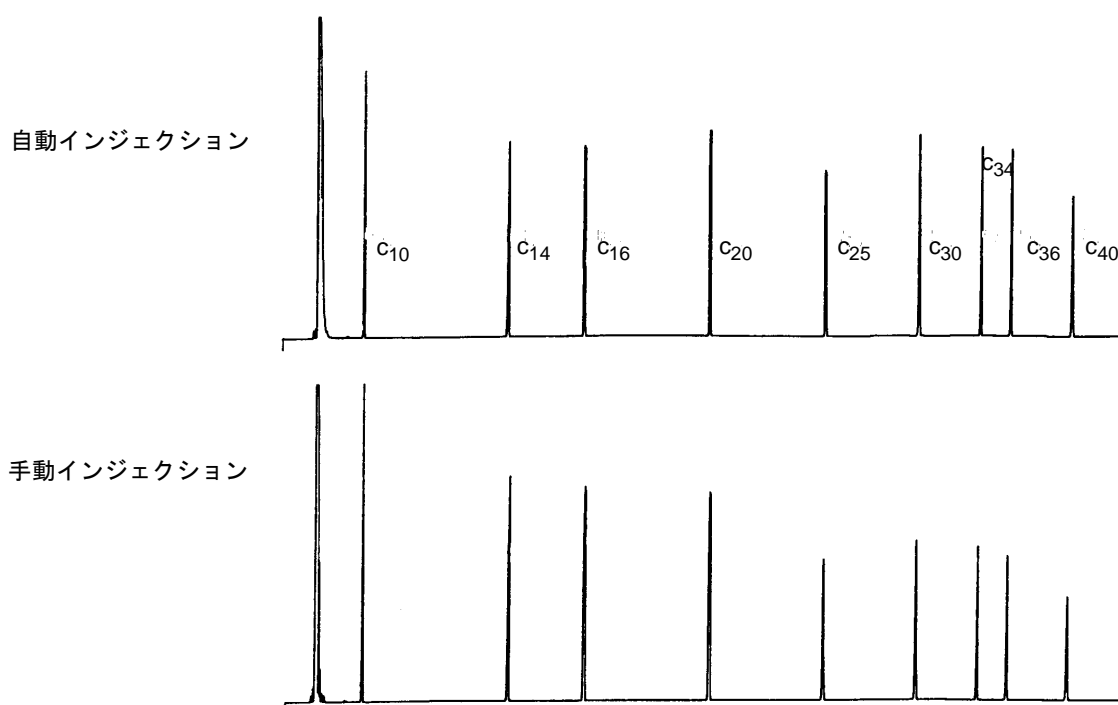
ニードル内分別という望ましくない現象を発生させずに、加熱注入口にサンプルを導入する特許取得済みの方法。

自動リキッドサンプラを初めて使用している場合は、その結果得られるクロマトグラムに多少の変化が見られることがあります。この変化のほとんどは、インジェクションの際にニードルからの気化量が減っているためです。

- クロマトグラムのピーク領域が小さくなることがあります。自動高速インジェクションでは、サンプルを希望の設定量だけ注入できます。高速インジェクションを使用しないと、サンプルの残量がニードルから蒸発し、注入口に入ります。この量は、最大で 1 μ L になります。
- クロマトグラムのピーク領域は、低沸点成分と高沸点成分との差が小さくなります。

高速インジェクションを使用しないと、ニードル内での分留によって、高沸点成分よりも低沸点成分の方が導入したサンプルに多く含まれることとなります。ニードル内の残留サンプルが注入口に入るだけでなく、低沸点成分が先に蒸発します。これは、ニードル内分別または分離と呼ばれます。

次のクロマトグラムでは、 $C_{10} \sim C_{40}$ をヘキサンに溶解した $1\mu\text{L}$ のサンプルの手動インジェクションと、自動リキッドサンプラを使用した自動高速インジェクションを比較します。



自動インジェクションと手動インジェクションの比較

自動リキッドサンプラの性能の詳細については、Agilent の代理店に次の技術資料をご請求ください。

発行番号 43-5953-1843 : Snyder, W. Dale. Fast Injection with the 7673A Automatic Injector: Chemical Performance, Technical Paper 108, June 1985.

発行番号 43-5953-1878 : Snyder, W. Dale. Performance Advantages of the 7673A Automatic Injector Over Manual Injection, Technical Paper 109, August 1985.

発行番号 43-5953-1879 : Kolloff, R. H. C. Toney, and J. Butler. Automated On-Column Injection with Agilent 7673A Automatic Injector and 19245A On-Column Capillary Inlet - Accuracy and Precision, Technical Paper 110, August 1985.

ゴーストピーク :

サンプルから発生したものではない小さいピーク。通常は、汚染物質がシステムに入ったことを表します。

さ

サンプル :

液体、気体、固体、または異なる状態からなる物質の一部で、その物質全体を表すもの。

サンプルキャリーオーバ :

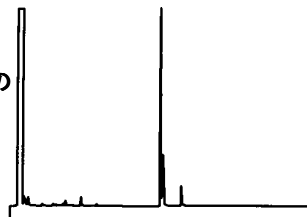
クロマトグラムに現れる前のサンプルのわずかな残量。

インジェクションの後、シリンジには、ニードルと、プランジャとシリンジ筒の間に 0.6 ~ 1 μ L のサンプルが残っています。通常の実験室レベルの測定では、シリンジを溶媒と次のサンプル、またはそのいずれかで洗浄し、残留サンプルを希釈して洗い流す必要があります。

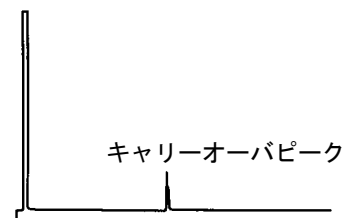
次に示す最初の 2 つのクロマトグラムは、溶質をメタノールに溶解したバイアルから 1 μ L を注入した後にメタノールのバイアルから 1 μ L を注入したときのキャリーオーバの影響を示しています。2 番目のクロマトグラムのピークは、最初のインジェクションでシリンジに残っていた溶質のもので、

3 番目のクロマトグラムは、4 回の溶媒洗浄でシリンジを洗浄した結果を示しています。キャリーオーバピークが消えています。

サンプル #1: 20mg/mL の濃度で
溶質をメタノールに溶解したもの



サンプル #2a: メタノール
洗浄を行わないブランク



サンプル #2b: メタノール
4 回の洗浄を行ったブランク



サンプルキャリーオーバー

し

シーケンス :

GC などの 1 台の機器で複数の自動ランを実行する方法を定義した一連の命令。通常は、このような命令には、自動リキッドサンプラのパラメータ、機器の平衡時間、メソッド名、サンプルの情報テーブルなどが含まれます。シーケンスは再帰的なものでもかまいません。つまり、1 つのシーケンスに別のシーケンスを入れることができます。

実行時間：

データ捕捉の開始時（またはインジェクションの実行時）から経過したランの時間。完了したランでは、この用語は、インジェクション（またはデータ捕捉の開始）からランの終わり（データ捕捉の終了）までの時間の合計を指します。

す

スタンドアロン：

インジェクタ独自の電子系を使用して実行パラメータを設定し、自動リキッドサンプリングを実行する特定の Agilent インジェクタの制御方法。

スプリットインジェクション：

GC の注入口からサンプルの一部だけをカラムに入れることができるインジェクション技術。サンプルの残りの部分は排出されます。この技術は、高分離度キャピラリーカラムの容量が小さいという問題を補足するものです。

スプリットレスインジェクション：

インジェクションポートでサンプルを気化した後、GC の注入口からすべてのサンプルをカラムに入れるインジェクション技術。

そ

相互作用：

特定の化学的な環境における 2 つの化学種間の引力または反発力。たとえば、一部のサンプル成分は、ガラス製の注入口ライナが不活性化されていないと、ライナと相互作用を起こします。

ち

注入口：

このマニュアルでは、用語**注入口**と**インジェクションポート**を同じ意味で使用しています。

て

テーリング：

通常は、カラムまたはクロマトグラフシステムに活性化された部分があるために発生するクロマトグラフピークの歪み。

に

ニードル内分別：

インジェクションの際にシリンジニードル内でサンプルが沸騰して蒸発すること。ニードル内の残留サンプルが注入口に入るだけでなく、低沸点成分が先に蒸発します。「**高速インジェクション**」を参照してください。

ね

粘度：

インジェクション量の再現性に影響を与える液体の流動特性。

は

バイアル：

サンプルを入れるために使用する 2mL または 100 μ L のボトル。「**ボトル**」も参照してください。

パラメータ：

動作を定義するために使用する、場合によってはオプションのコントロール値または設定値。

ひ

ピーク領域の識別：

再現性のないピーク領域を持つクロマトグラムを記述するために使用します。

非線形インジェクション：

シリンジ容量の 2% のインジェクションに加えて、10%、20%、30%、40%、50% (特定のモデル) のインジェクションが可能な Agilent インジェクタの特長。

ふ

ブリード：

「セプタムブリード」を参照してください。

分別

「ニードル内分別」を参照してください。

へ

変動性：

再現性のないクロマトグラムの保持時間とピーク領域を記述するために使用します。

ほ

ホームイング：

タレット、シリンジキャリッジ、シリンジプランジャ、バイアルグリッパ、またはトレイアームがそのホームポジションに戻るプロセス。

ホームポジション：

各可動部品には、移動の基準になる参照点があります。
たとえば、プランジャ、シリンジキャリッジ、トレイアームなどの部品は、正確な動作を確認するために、稼働中に何回かそのホームポジションに戻ります。

保持時間：

インジェクションの瞬間から、ピークの最大値で化合物が検出されるまでの時間。

ボトル：

溶媒または廃液を入れるためにインジェクタタレットに置かれた 4mL のガラス製ボトル。「バイアル」も参照してください。

ら

ラン：

1 台の機器で特定の条件下で実行される 1 回の分析。

れ

冷却オンカラム式：

すべてのサンプルを気化させないでカラムに直接入れるインジェクション技術。