

# Agilent 8890 シリーズガスクロマトグラフ トラブルシューティング



## 注意

© Agilent Technologies, Inc. 2019

本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、本書の一部または全部を複製することはいかなる形態や方法（電子媒体への保存やデータの抽出または他国語への翻訳など）によっても禁止されています。

### マニュアル番号

G3450-96016

### エディション

第 1 版 2019 年 1 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.  
Wilmington, DE 19808-1610 USA  
Wilmington, DE 19808-1610 USA  
安捷伦科技（上海）有限公司  
上海市浦东新区外高桥保税区  
英伦路 412 号  
联系电话：（800）820 3278

### 保証

このマニュアルの内容は「現状有姿」提供されるものであり、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。Agilent は、法律上許容される最大限の範囲で、このマニュアルおよびこのマニュアルに含まれるいかなる情報に関しても、明示黙示を問わず、商品性の保証や特定目的適合性の保証を含むいかなる保証も行いません。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。

### 安全にご使用いただくために

#### 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、製品の破損や重要なデータの損失に至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至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 10

このマニュアルを使用したトラブルシューティング 10

GC の診断機能の使用 10

### 他の機器との双方向通信 11

### 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 12

注入口と検出器のコンフィグレーション 12

カラムのコンフィグレーション 12

オートサンプラのコンフィグレーション 13

ガスのコンフィグレーション 13

### ランログ、メンテナンスログ、システムログを表示する 14

ランログ 14

メンテナンスログ 14

システムログ 14

### Agilent サポートに問い合わせる際に必要な情報 15

## 2 ALS および検出器の現象

### プランジャエラー 18

手順 18

### ALS によるバイアルの不適切な取り扱い (7693A) 19

### 7693A/7650A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン 21

### 注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる 22

### NPD がリーク電流テストに不合格 23

### FID がベースラインテストに不合格 24

### FID が点火しない 25

### 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 26

### FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食 28

### FPD+ が点火しない 29

### NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 31

### NPD ビードが点火しない 32

### FPD+ 温度がレディにならない 33

### (不良) デバイスのシャットダウン 34

### 3 クロマトグラフに関する現象

- リテンションタイムの再現性が悪い 37
- ピーク面積の再現性が悪い 38
- 汚染またはキャリーオーバー 39
  - 汚染源の特定 39
  - 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 39
- 予想よりもピークが大きい 41
- ピークが表示されない/ピークがない 42
- オープン温度プログラム時のベースライン上昇 44
- ピークの分離度が悪い 45
- ピークのテーリング 46
  - NPD ピークのテーリング 47
- 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 48
  - 注入口がスプリットモードの場合（任意の検出器） 48
  - 注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器） 48
- 注入口でのサンプル分解/あるべきピークがない 49
- ピークのリーディング 50
- 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 51
  - ベースラインのノイズ 51
  - ベースラインのうねりとドリフト 53
  - ベースラインスパイク 53
- 電子捕獲型検出器（ECD）のノイズと感度 55
  - シグナル評価の表示 55
  - 感度 57
  - 汚染（高ベースライン） 58
- ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下） 59
  - FID の感度低下を解決する 60
- 分析時に FID フレームが消え、再点火する 61
- FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった 62
- FID ベースライン出力が最大（～ 800 万） 63
- 分析時に FPD+ フレームが消え、再点火される 64
- FPD+ クエンチング/再現性の問題 65
- FPD+ の出力が高すぎるか、または低すぎる 66
- FPD+ のピーク面積が小さい 67

FPD+ のピーク半値幅が大きい 68  
FPD+ のベースライン出力が高い、20 pA を超える 69  
FPD+ のクロマトグラフでピークが飽和する 70  
NPD 溶媒クエンチング 71  
NPD の感度が低い 72  
NPD ベースライン出力が 800 万以上 73  
NPD のオフセット調整が正しく機能しない 74  
NPD の選択性が悪い 75  
TCD でマイナスピークが表示される 76  
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） 77  
TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある 78

#### 4 GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない 80  
流量がレディにならない 81  
オープン温度が下がらない/下がり方が非常に遅い 82  
オープン温度が上がらない 83  
温度がレディにならない 84  
流量または圧力を設定できない 85  
ガスが設定圧力または設定流量に達しない 86  
ガスが設定圧力または設定流量を超える 87  
注入口の圧力または流量が変動する 88  
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 89  
カラム流量の測定値が表示流量と異なる 90  
FID が点火しない 91  
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 92  
FID または NPD で測定された水素ガスとメイクアップガス流量が設定値より  
大幅に少ない 94  
NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 95  
FPD+ が点火しない 96  
バルブがノットレディ 98  
外部バルブ 98

ガスサンプリングバルブ 98  
マルチポジションバルブ 98

## 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 100  
水素のシャットダウン 101  
    注入口と Aux EPC で使用される水素 101  
    水素センサー 102  
検出器のエアーシャットダウン 103  
MS のシャットダウン 104  
    MS シャットダウンの解消 105  
    MS シャットダウンの解決後 105  
加熱部シャットダウン 106

## 6 電子機器のトラブルシューティング：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 108  
PC が GC と通信できない 109  
GC がコンフィグレーションされた MS または HS と通信できない 110  
GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時） 111

## 7 リーク検査

リーク検査のヒント 116  
外部にリークがないか調べる 117  
GC にリークがないか調べる 119  
キャピラリ・フロー・フィッティングのリーク 120  
注入口のリーク検査を実行する 121  
圧力リークテストを実行する 122  
    LUI から注入口の圧力リークテストを実行する 122  
スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる 124  
スプリット/スプリットレス注入口の漏れを直す 126  
マルチモードの注入口のリークを調べる 127  
    圧力設定値に達することができない 127  
    感度低下または再現性の低下 128  
マルチモード注入口の漏れを直す 130  
ページ付きパックド注入口の圧力リークテストを実行する場合 131

パージ付きパッキド注入口の漏れを直す 132

クールオンカラム注入口の漏れを直す 133

PTV 注入口の漏れを直す 134

VI の漏れを直す 135

## 8 トラブルシューティング作業

カラム流量の測定 138

FID、TCD、ECD、および FPD+ のカラム流量の測定 138

NPD カラム流量の測定 140

スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定 141

検出器流量の測定 143

FID、TCD、ECD、および FPD+ 流量の測定 143

NPD 流量の測定 145

GC セルフテストの実行 146

スプリットベントラインの背圧を確認またはモニタする 147

スプリットベント抵抗テストを実行する 148

FID 点火オフセットの調整 149

FID フレーム点火の確認 150

点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認 151

FID オフセット値の測定 152

FID ベースラインシグナルの測定 153

FID ノイズの原因を特定する 154

NPD オフセット値の測定 155

FID ジェットの詰まりを調べる 156

NPD ジェットの詰まりを調べる 157

NPD ビードの点火の確認 158

FPD+ フレームの点火を確認する 159

FPD+ 点火オフセットを調整する 160

ガストラップを交換する時期 161

デバイスのレディ状態を無視する 162



## コンセプトと通常の作業

コンセプト 10

他の機器との双方向通信 11

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 12

ランログ、メンテナンスログ、システムログを表示する 14

Agilent サポートに問い合わせる際に必要な情報 15

# 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。

## GC の診断機能の使用

タッチスクリーンおよびブラウザ UI にはホーム画面があり、現在の温度、流量などのデータと、トラブルシューティングに役立つ出力シグナルやその他のシグナルのプロットが表示されます。

さらに、以下の情報を利用できます。

- [診断] 画面は、GC で検出された問題を表示します。問題によっては、GC の自動トラブルシューティングが利用できることもあります。また、GC にはさまざまな自動診断テストがあり、[診断] > [診断テスト] から使用できます。
- [診断] タブのシステムレポートには、すべての GC コンポーネントの現在のステータスと、サポートのために Agilent に問い合わせる際に必要な情報（機器のファームウェアバージョン、シリアル番号など）が記載されています。また、最新の自己診断結果も記されています。
- [ログ] 画面には、ランログとシステムログがあります。

### 他の機器との双方向通信

5977 MSD、7000C トリプル四重極 MS、7697 ヘッドスペースサンプラなど、双方向コミュニケーションをサポートしている機器と接続設定を行うと、8890 GC と設定した機器との間で双方向通信を行います。これらの機器間では、分析開始の信号や全般的なステータス情報（レディまたはノットレディ）の送信だけでなく、相互のステータスに基づき設定値が変更されます。たとえば、次のような処理です。

- GC をシャットダウンすると、MS はシャットダウンするか、あるいは他の方法で MS を保護するための設定に変更される場合があります。
- MS をベントすると、そのプロセスをサポートするために GC の設定が変更されます。
- MS をシャットダウンすると、GC は GC および MS を保護するために設定値を変更する場合があります。
- 機器間の通信が失われると、一方または両方の機器の設定が変更される場合があります。
- GC のスリープ/ウェイクサイクルによって、MS およびヘッドスペースサンプラのスリープ/ウェイクサイクルが開始されます（利用できる場合）。
- 双方向コミュニケーションが設定されたヘッドスペースサンプラでは、読み込まれている GC メソッドに基づいて、メソッドの時間が決定されます。

このような機器間の双方向通信により、すべての機器とデータシステムの画面を常にチェックし、システム全体のステータスを把握することができます。一般に、GC の画面には、GC に関するメッセージだけでなく接続設定された機器のステータスメッセージも表示されます。

## 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可能性があります。

オプションの G3494A または G3494B バーコードリーダーアクセサリを装備している場合は、部品データ（カラム、ライナー、ALS シリンジの情報）を直接スキャンして GC に取り込みます。キーパッドから GC に入力する必要はありません。

### 注入口と検出器のコンフィグレーション

別のメソッドに切り替える場合、注入口および検出器の消耗部品も交換する必要があるかどうかを必ず確認してください。適切な消耗部品を取り付けないと、予期しない結果になる可能性があります。

**ライナー**：適切なライナーの種類は、スプリットモードとスプリットレスモードなどの GC 注入口のモードおよび分析条件に応じて異なります。

**FPD+ フィルタ**：FPD+ の各フィルタには、それぞれ適切なガス流量の設定が必要です。取り付けられている FPD+ のフィルタ（リンフィルタまたは硫黄フィルタ）に応じて適切な流量を設定し、正しいフィルタが取り付けられていることを確認します。

### 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、GC のカラムのコンフィグレーションを更新します。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、インジェクタの位置、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 を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。

コンポーネントに対してコンフィグレーションされているガスタイプを確認するには、**[設定] > [コンフィグレーション]** に移動し、確認するコンポーネント（注入口や検出器など）を選択します。

## ランログ、メンテナンスログ、システムログを表示する

GC には内部イベントログがあります。これらのログは、問題のトラブルシューティングに使用されます（エラーメッセージが消えた後でも確認できます）。

ログにアクセスするには、**[ログ]** に移動し、**[ランログ]**、**[システムログ]**、または **[メンテナンスログ]** を選択します。

### ランログ

分析のたびに、設定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。

### メンテナンスログ

メンテナンスログには、EMF がリミット値を超えた時、リセット、または変更した際のエントリが記録されます。ログには、カウンタの項目、カウンタの値、新しいカウンタの値、およびカウンタがリセットされたかどうか（部品交換を示す）などの詳細が記録されます。メンテナンスログには、自動メンテナンスの実行に関するエントリと、機器の自己診断によって検出された症状も記録されます。

### システムログ

システムログには、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 のステータス（分析開始、分析停止など）などのイベントが記録されます。システムログには、システムの起動、ファームウェア更新、およびシーケンスに関するエントリが記録されます。

## Agilent サポートに問い合わせる際に必要な情報

可能な場合、ブラウザ UI でシステムレポートを作成します。以下の情報のほとんどはこのレポートに記載されています。

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）
- 表示されたメッセージ
- トラブルシューティングの実行結果
- 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 の右下に記載されています。
  - GC のファームウェアリビジョン。**【設定】 > 【バージョン情報】** にあります。
  - GC の電源設定（GC 背面下部にあるステッカーに記載）。



- オープンのコンフィグレーション（高速加熱または低速加熱）

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。

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

## 1 コンセプトと通常の作業

## ALS および検出器の現象

- プランジャエラー 18
- 7693A/7650A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン 21
- 注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる 22
- NPD がリーク電流テストに不合格 23
- FID がベースラインテストに不合格 24
- FID が点火しない 25
- 点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 26
- FID コレクタおよびイグナイタグロープラグの腐食 28
- FPD+ が点火しない 29
- NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 31
- NPD ビードが点火しない 32
- FPD+ 温度がレディにならない 33
- (不良) デバイスのシャットダウン 34

### プランジャエラー

ALS からフロントプランジャまたはバックプランジャのエラーの報告があった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

- 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。
- プランジャソレノイドが結合している。
- プランジャキャリアエンコーダが操作不能である。
- オートインジェクタのプランジャキャリアメカニズムが動かない。
- サンプルの残留物または摩耗により、プランジャが自由に動かない。新しいシリンジを取り付けます。取り付けの前には、シリンジに溶媒が用意されていることを確認します。

### 手順

- 1 シリンジを取り外し、プランジャに引っかかりや結合がないことをチェックします。
- 2 必要な場合は、シリンジを交換します。**7693A** または **7650A**（いずれか該当する方）のマニュアルを参照してください。
- 3 サンプルの粘性を粘性パラメータと照らし合わせてチェックします。
- 4 必要な場合は、粘性パラメータをリセットします。
- 5 シーケンスを再開します。
- 6

## ALS によるバイアルの不適切な取り扱い (7693A)

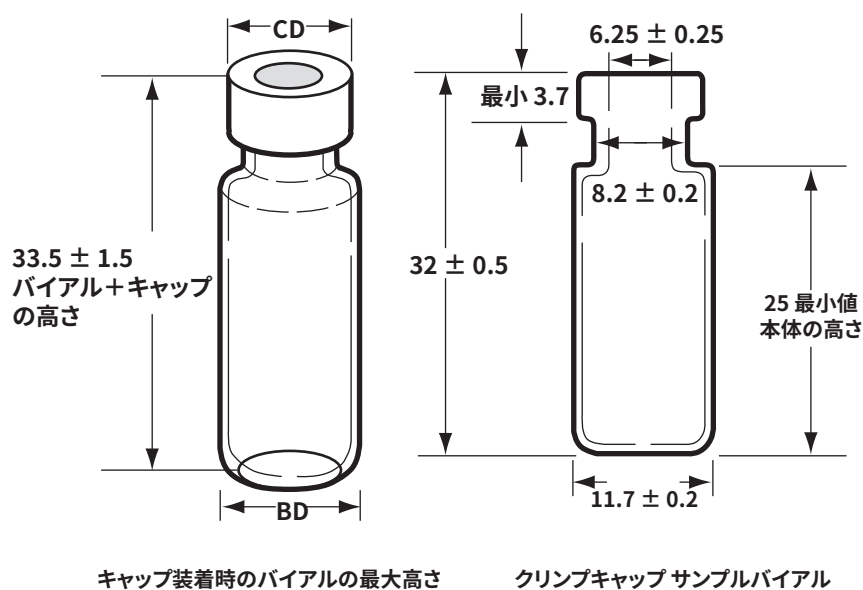
詳細については、**サンプルラベルの操作マニュアル**を参照してください。

不適切な取り扱いをされているサンプルバイアルを見つけたら、以下の手順を実行します。

- クリンプキャップに折れやしわがないか調べます（特にサンプルバイアルの首の付近）。
- Agilent 推奨サンプルバイアルを使用します。

以下の図に、7693A ALS システムで使用する場合に必要なサンプルバイアルとマイクロバイアルインサートの寸法を示します。これらの寸法が仕様のすべてを構成するわけではありません。

本体径(BD)=  $11.7 \pm 0.2$   
 キャップ径(CD)=  $BD \times 1.03$  最大値  
 寸法はすべてミリメートル単位

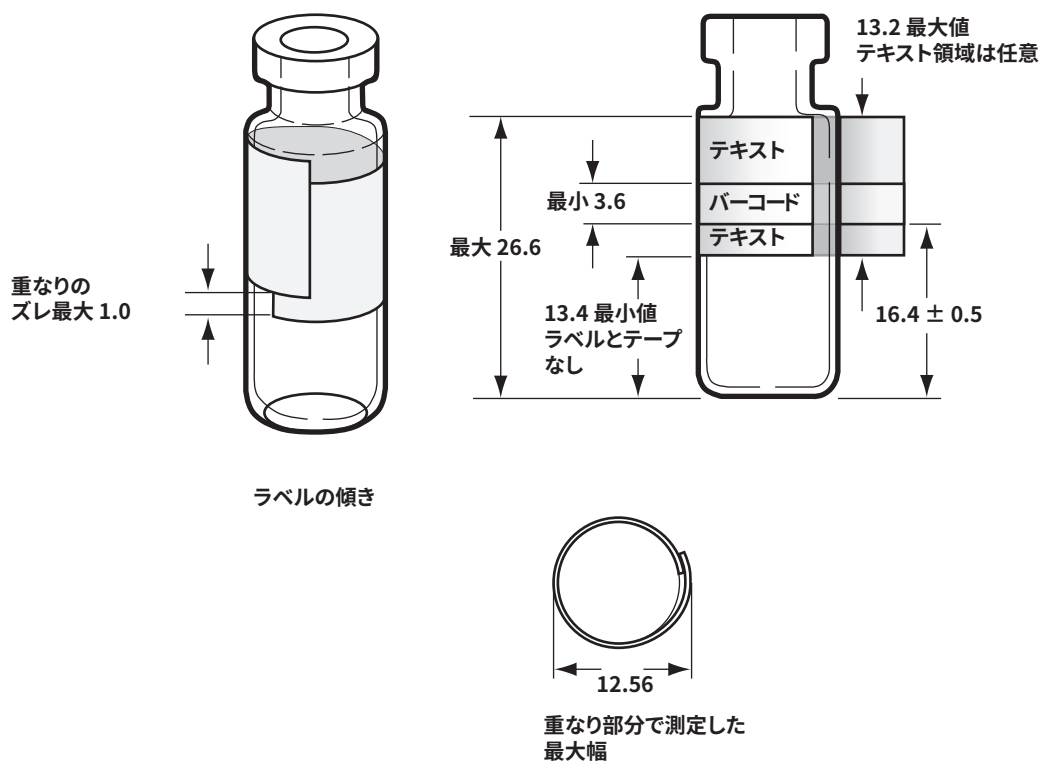


- G4514A トレイ使用の場合は、トランスファータレットが取り付けられていることを確認します。
- サンプルラベルを確認します（該当する場合）。
  - サイズが正しいことを確認します。
  - ラベルがグリッパに干渉していないことを確認します。

## 2 ALS および検出器の現象

マーク付けを容易にするため、バイアルには書き込みスペースが用意されています。独自のラベル作成を選択する場合のラベルの最大の厚さと位置は、以下の図のようにすることをお勧めします。

寸法はすべてミリメートル単位



- トレイバイアルラックが清潔で、トレイベースにぴったりとはまっていることを確認します。
- システムをキャリブレーションします。

## 7693A/7650A インジェクタタワーの位置合わせライトがオン

Aling Mode（位置合わせモード）ライトがオンの場合、まず、タレットが正しく取り付けられていることを確認します。次に、『7693A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス』マニュアルまたは『7650A オートサンプラの据付、操作、およびメンテナンス』マニュアルの記載に従って、位置合わせ手順を実行します。

## 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を行う際は、シリンジニードルに手を近づけないでください。ニードルは鋭利であり、有害な化学物質が付着している可能性があります。

詳細については、ALS のマニュアルを参照してください。

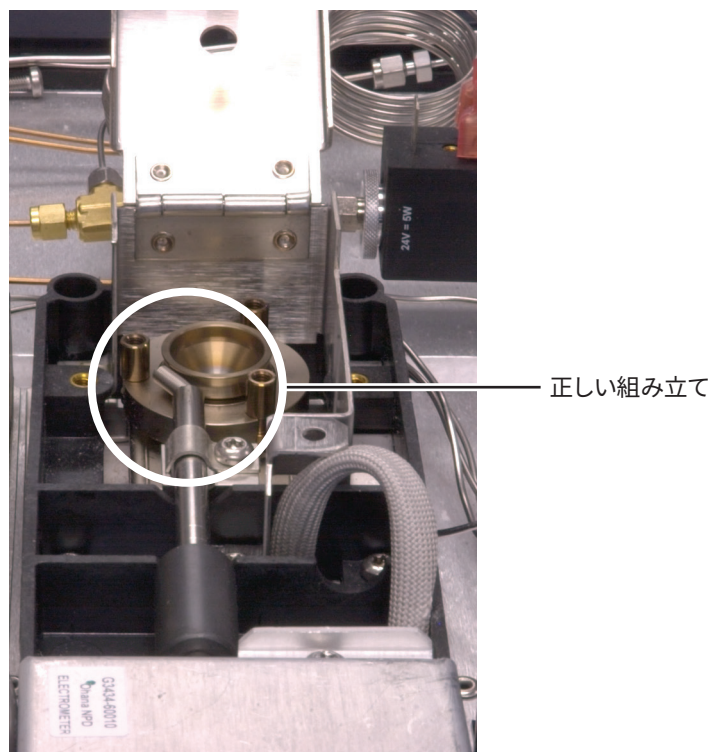
- GC セプタムナットが締め過ぎていることを確認します。
- シリンジがシリンジキャリッジに正しく取り付けられていることを確認します。
- ニードルサポートとニードルガイドが清潔なことを確認します。残留物やセプタムの断片があれば取り除きます。必要に応じて新しいニードルサポートフットを取り付けます。
- クールオンカラム注入口を使用する場合は、シリンジに合ったインサートが取り付けられていることを確認します。
- 適切なシリンジを使用していることを確認します。シリンジバレルとニードルの長さは合わせて約 126.5 mm でなければなりません。
- サンプルバイアルの寸法が仕様に適合していることを確認します。**「ALS によるバイアルの不適切な取り扱い (7693A)」**を参照してください。
- クリンプキャップが正しく取り付けられていることを確認します。サンブラのマニュアルを参照してください。

## NPD がリーク電流テストに不合格

リーク電流テストに失敗した場合、通常は組み立ての誤り、汚染、または部品の損傷があることを示します。

NPD のメンテナンスを行った直後であれば、検出器の問題をトラブルシューティングする前に、検出器が正しく組み立てられていることをまず確認します。

- 1 セラミックインシュレータを交換します。再度テストを実行します。
- 2 ビードをオフにし、出力（リーク電流）を表示します。
- 3 ビードを取り外し、安全な場所に保管します。
- 4 リッドを固定している 3 本のネジを取り除き、リッドを外します。
- 5 スプリングを調べます。スプリングに損傷、曲がり、汚れがないことを確認します。スプリングは、コレクタの底に触れていなければなりません。



- 6 スプリングに損傷や汚れがないのに検出器の出力信号がまだ高い場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## FID がベースラインテストに不合格

FID のメンテナンスを行った直後であれば、検出器の問題をトラブルシューティングする前に、検出器が正しく組み立てられていることをまず確認します。

FID がベースラインテストに失敗した場合、次の手順を行います。

- ガスの純度と品質を確認します。
- 寿命が過ぎたトラップを交換します。
- 検出器を焼き出しします。

### FID が点火しない

- 点火オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します (>150 °C)。Agilent では、300 °C 以上で FID を使用することを推奨しています。
- 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 (151 ページの「**点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認**」を参照)。
- FID フローモジュールへの供給圧力を上げてみます。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。
- 点火するまで水素流量を増加させると同時にメイクアップガスの流量を減少または停止させ、その後メソッドの値まで流量を調整します。最適な値を求めるための試行が必要です。

水素流量を増加させると同時に、メイクアップ流量を減少させると、FID が点火しやすくなります。変更した条件下で点火するようなら、ジェットの部分的な詰まり、イグナイタの劣化、カラムフィッティング部の漏れが原因として考えられます。

- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます (156 ページの「**FID ジェットの詰まりを調べる**」を参照)。
- FID の流量を測定します。実際の流量は、設定値の +/-10% でなければなりません (『8890 操作マニュアル』の「FID のチェックアウト条件」を参照してください)。水素とエアの比率は点火に大きく影響します。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります (143 ページの「**検出器流量の測定**」を参照)。
- それでもフラ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 (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 (115 ページの「**リーク検査**」を参照)。
- カラムの流量を確認します。 (138 ページの「**カラム流量の測定**」を参照)。水素の流量は、カラム流量とメイクアップ流量の合計より大きい必要があります。
- FID の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)。
- 可能な場合は、メイクアップとしてヘリウムの代わりに窒素を利用します。

## 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。FID の水素炎は見えません。

- 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。



イグナイタが点灯しない場合は、以下の原因が考えられます。

- イグナイタ不具合の可能性。イグナイタを交換します。(151 ページの「**点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認**」を参照)。
- 検出器の温度が 150 °C より低く設定されている。Agilent では、300 °C 以上で FID を使用す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る。
  - 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。

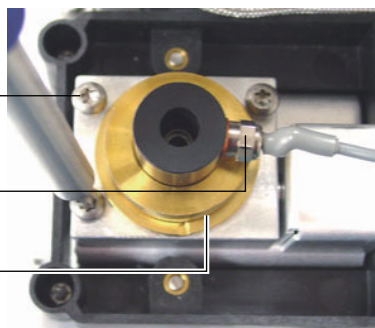
## 2 ALS および検出器の現象

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。

T20 トルクスネジ (3)

イグナイタ

きざみ付きナット



## 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。

## FPD+ が点火しない

- FPD+ が点火に必要な温度であることを確認します (150 °C以上)。
- FPD+ の流量をチェックし、流量が FPD+ に取り付けられているフィルタのタイプに適していることを確認します。水素とエアーの比率は点火に大きく影響します。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります

表 1 FPD+ の推奨流量

|                        | 硫黄モードの流量<br>(mL/min) | リンモードの流量<br>(mL/min) |
|------------------------|----------------------|----------------------|
| キャリア (水素、ヘリウム、窒素、アルゴン) |                      |                      |
| パッキドカラム                | 10 ~ 60              | 10 ~ 60              |
| キャピラリカラム               | 1 ~ 5                | 1 ~ 5                |
| 検出器ガス                  |                      |                      |
| 水素                     | 60                   | 60                   |
| エアー                    | 60                   | 60                   |
| キャリアガス + メークアップ        | 60                   | 60                   |

- 検出器の流量を実測します。
- 検出器のカラムの取り付け位置が高すぎる可能性があります。
- FPD+ のイグナイタが動作することを確認します。
- 点火シーケンスの間、エアーの流量を表示します。エアー流量は、点火を試みている間に 400 mL/分に達しなければなりません。達していない場合は、エアーの供給圧力が不十分です。
- カラム流量とメークアップ流量を確認します。
- ベントチューブの中で凝縮した水が検出器に逆流していないことを確認します。水が正しく排出されるよう、検出器からコンテナに伸びているプラスチック製のチューブにたるみがないようにしてください。コンテナでは、チューブの出口が水面に触れないようにしてください。
- **点火オフセット**の値を確認します。通常、**点火オフセット**の値は 2.0 です。点火オフセットの値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火してもソフトウェアに認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- それでもフラ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漏れがないか詳細に調べます (115 ページの「**リーク検査**」を参照)。
- FPD+ フローモジュールへの供給圧力を上げてみます。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。

## 2 ALS および検出器の現象

- **点火オフセット**の値を確認します。点火オフセットの値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火してもソフトウェアに認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- 操作条件によっては、ベントチューブを取り外すと簡単に点火します。点火後に、ベントチューブを再度取り付けます。
- カップリングへのケーブル接続とグロープラグへのカップリング接続をチェックし、グロープラグが締まっていることを確認します。

## 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。
- 検出器の流量を実測します。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- 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。
- それでもプロセスが失敗する場合は、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ます。システム全体に（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（115 ページの「[リーク検査](#)」を参照）。

## NPD ビードが点火しない

- 流量設定が正しく適切であることを確認します。
- それでもプロセスが失敗する場合は、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ます。システム全体にわたって（特に検出器カラム/アダプタフィッティングに）漏れがないか詳細に調べます（115 ページの「**リーク検査**」を参照）。
- エラーメッセージを調べます。**[診断]** を押し、GC ログを確認します。ビード電流を読み取ることもできます。
- ビードの状態を確認します。
- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。（157 ページの「**NPD ジェットの詰まりを調べる**」を参照）。
- 検出器の流量を実測します。（143 ページの「**検出器流量の測定**」を参照）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。

## FPD+ 温度がレディにならない

FPD+ のエミッションブロックの温度がレディにならない場合は、以下の作業を行います。

- オープンの温度を確認します。オープンの温度が長時間高くなっている (325 °C 超) 場合は、エミッションブロックの温度を最大値 (165 °C) に設定します。
- トランスファラインの温度を確認します。トランスファラインが非常に高い温度 (約 400 °C) に設定されている場合は、エミッションブロックの温度を 150 °C 以上に設定します。

## (不良) デバイスのシャットダウン

デフォルトでは、GC はコンフィグレーションされているすべてのデバイス（注入口、検出器、バルブボックスヒーター、バルブ、オープンヒーター、EPC または EPR モジュールなど）のステータスを監視し、それらがすべて設定値に達するとレディになります。これらのデバイスのいずれかに問題があることを検知すると、GC はレディにならないか、またはシャットダウン状態になって、GC を保護し、または安全上の問題を防ぎます。ただし、場合によっては、デバイスがレディ状態にならなくても分析を開始したいことがあります。たとえば、注入口または検出器ヒーターに不具合があるような場合です。通常、このようなエラーがあれば GC はレディにならず、分析も開始されませんが、GC がこの問題を見逃すように設定すれば、デバイスの修理が完了する前でも他の注入口や検出器を使用することができます。

すべてのデバイスを無視できるわけではありません。レディ状態を見逃せるのは、検出器、EPC モジュール、またはオープンです。他のデバイスまたはコンポーネント（スイッチングバルブやオートサンプラのような注入デバイスなど）のレディ状態を見逃せることはできません。

デバイスの状態を見逃すには、次の手順を実行します。

- 1 該当するデバイスのヒーターやガス流量をオフにします（安全上の問題がないことを確認してください）。
- 2 **【設定】 > 【コンフィグレーション】** に移動し、コンポーネントを選択して **【レディ状態】** を無効にします。同じ作業をデータシステムのメソッドエディタから行うこともできます。

これで、デバイスを修理する前でも GC を利用することができます。

### 注意

もし設定値に到達しなくてもよい場合を除いては、使用するデバイスのレディ状態は無視しないようにしてください。

デバイスの修理が完了したら、必ず **【レディ状態】** を有効に戻してください。戻さないと、このデバイスを分析に使用している場合でも、デバイスの状態（温度、流量、圧力など）が無視され続けます。

- リテンションタイムの再現性が悪い 37
- ピーク面積の再現性が悪い 38
- 汚染またはキャリーオーバー 39
- 予想よりもピークが大きい 41
- ピークが表示されない/ピークがない 42
- オープン温度プログラム時のベースライン上昇 44
- ピークの分離度が悪い 45
- ピークのテーリング 46
- 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 48
- 注入口でのサンプル分解/あるべきピークがない 49
- ピークのリーディング 50
- 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 51
- 電子捕獲型検出器（ECD）のノイズと感度 55
- ピーク面積が小さい、または高さが低い（感度低下） 59
- 分析時に FID フレームが消え、再点火する 61
- FID ベースラインシグナルが 20 pA 以上になった 62
- FID ベースライン出力が最大（～ 800 万） 63
- 分析時に FPD+ フレームが消え、再点火される 64
- FPD+ クエンチング/再現性の問題 65
- FPD+ の出力が高すぎるか、または低すぎる 66
- FPD+ のピーク面積が小さい 67
- FPD+ のピーク半値幅が大きい 68
- FPD+ のベースライン出力が高い、20 pA を超える 69
- FPD+ のクロマトグラフでピークが飽和する 70
- NPD 溶媒クエンチング 71
- NPD の感度が低い 72
- NPD ベースライン出力が 800 万以上 73
- NPD のオフセット調整が正しく機能しない 74
- NPD の選択性が悪い 75
- TCD でマイナスピークが表示される 76

### 3 クロマトグラフに関する現象

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） 77

TCD ピークのテールにマイナスのくぼみがある 78

## リテンションタイムの再現性が悪い

- セブタムを交換します。
- 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）。
  - 121 ページの「**注入口のリーク検査を実行する**」
  - 122 ページの「**圧カリークテストを実行する**」
- キャリアガスの供給圧力が十分か調べます。GC に供給される圧力は、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、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。またはジェットを交換します。

## 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（サンプラユーザーマニュアルのトラブルシューティングに関するセクションを参照してください）。

- 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）。
- 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）。

マルチモード、またはスプリットモードのスプリット/スプリットレス注入口の場合は、次も確認します。

- スプリットベントに異常な抵抗がないか。以下を参照してください。  
**「スプリットベント抵抗テストを実行する」**
- マルチモードまたはスプリット / スプリットレス注入口の少量の漏れをトラブルシューティングするには、**「スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる」**または**「マルチモードの注入口のリークを調べる」**を参照してください。

## 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

#### 注入口、サンブラ、サンプル、ガス供給

- セプタムの種類と取り付け状態を確認します。バイアルセプタムがサンプル内で溶解している可能性があります。使用している溶媒に対して、バイアルセプタムに十分な抵抗力があることを確認します。バイアルセプタムが平らであることも確認します。バイアルセプタムが平らでない場合、ニードルがセプタムを削ってサンプルへいくつかり、汚染を引き起こしてゴーストピークを生むことがあります。
- 注入口のメンテナンスをすべて実行します。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出します。
- 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。SS、MMI、PTV、およびPP注入口の場合は、セプタムパージ流量を少なくとも3 mL/minに設定し、セプタムを清潔に保ちます。COC注入口の場合は、セプタムパージ流量を少なくとも15 mL/minに設定します。流量を測定します。「[カラム流量の測定](#)」を参照してください。
- すべてのガストラップインジェクタの日付を確認します。
- ガスの純度を確認します。短い間隔で数回分析を繰り返した後、次に長い間隔をあけて数回分析を繰り返します。長い間隔をあけて分析した方が汚染ピークが大きくなる場合は、ガスの汚染が疑われます。これは、汚染がカラムやライナーの上に残る時間が長くなるためです。
- 配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- 注入口に汚染がありそうな場合は、焼き出しを行います。
- 注入口の動作を確認します。注入口をクリーニングし、汚染された注入口の部品を交換します。
- ALS洗浄ボトルの溶媒レベルを確認します。
- 必要に応じてALSシリンジを交換します。

### 3 クロマトグラフに関する現象

- サンプル注入量を確認します。ALS から十分なサンプルが注入口に注入されていることを確認します。Solvent Vapor Volume Calculator を使用して、注入されたサンプルの量を判断します。
- ゴーストピークは、サンプルバイアルの汚染によって引き起こされる場合があります。新しいバイアルまたは清潔なバイアルを試して、ゴーストピークが消えるかどうかを確認します。
- 一部のサンプルは熱や紫外線によって変化します。サンプルの安定性をチェックします。

#### カラム、メソッド

- 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切り取り、必要に応じてカラムを反対に取り付けて焼き出しを行います。
- カラムに汚染がありそうな場合は、焼き出しを行います。
- 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。隣接したサンプルピークより幅の広いゴーストピークは、前回の分析のものである場合があります。
- カラムに汚染がないか検査します。残留物を含む分子量の大きいサンプルを使用すると、シリンジ、注入口ライナー、またはカラムの最初の 5 ～ 10 cm 程度が汚染されている可能性があります。
- Agilent カラムバックフラッシュシステムを取り付けます。

#### 検出器、検出器ガス供給

- すべてのガストラップインジケータの日付を確認します。
- ガスの純度を確認します。短い間隔で数回分析を繰り返した後、次に長い間隔をあけて数回分析を繰り返します。長い間隔をあけて分析した方が汚染ピークが大きくなる場合は、ガスの汚染が疑われます。これは、汚染がカラムやライナーの上に残る時間が長くなるためです。
- 配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- 検出器に汚染がありそうな場合は、焼き出しを行います。
- 検出器の動作を確認します。汚染された検出器の部品を交換します。

## 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）。カラムのコンフィグレーション手順については、『Advanced User Guide』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。通常の注入モードのサンプラでは、高速注入を使用して設定された量のサンプルが注入されます。高速注入では、ニードルでの分別が最少になります。マニュアル注入または低速のオートサンプラを使った場合のクロマトグラムでは、高分子量物質より低分子量物質のレベルが高くなります。これは、分子量の大きい物質より揮発性物質の方が速くニードルから放出されるからです。
- バイアルキャップを確認します。バイアルキャップが緩いと、軽い物質がサンプルから選択的に失われる原因となります。キャップが簡単に回転する場合は、キャップが正しく取り付けられていないことを意味します。
- 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 倍の量**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。
  - 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/トレイが正しくロードされ、注入がシーケンスで指定されたバイアルから行われてい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）。カラムのメンテナンスを行います。
- 漏れがないか確認します。（「**リーク検査**」を参照）。
- 流量設定を確認し、検出器の流量を実測します（「**検出器流量の測定**」を参照）。
- 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確認します。
- バイアルのサンプルレベルを確認します。
- サンプルが粘性の場合は、以下を試してください。
  - 粘性待ち時間を長くします。
  - 粘性の低い適切な溶媒でサンプルを希釈します。
  - タワーファンをオフにします。
  - 7693A ALS では、バイアルヒーター（アクセサリ G4514A バーコードリーダー / ミキサー / ヒーター）を使用してサンプルを温めます。

検出器に問題がある場合は、**表 2** を参照してください。

### 3 クロマトグラフに関する現象

表 2 検出器のトラブルシューティング

| 検出器      | 解決策                                                                                                                                                |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| FID、FPD+ | <ul style="list-style-type: none"><li>• エレクトロメータがオンになっていることを確認します。</li><li>• フレームが点いていることを確認します。</li></ul>                                         |
| TCD      | <ul style="list-style-type: none"><li>• フィラメントがオンになっていることを確認します。</li><li>• 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（リファレンスガス流量がゼロだとフィラメントはオンになりません）。</li></ul> |
| NPD、ECD  | エレクトロメータがオンになっていることを確認します。                                                                                                                         |

## オープン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。酸素があると、接合フェーズのキャピラリカラムは損傷する場合があります。
- 供給ガスの酸素トラップインジケー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）。
- ブリードに対するカラム膜厚の影響を調べます。膜の薄いカラムの使用を試します。
- 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）。
- カラム補正を行います。

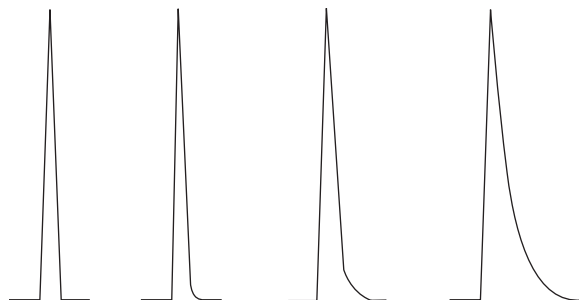
## ピークの分離度が悪い

- 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切り取り、必要に応じてカラムを反対に取り付けて焼き出しを行います。
- 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。
  - キャピラリカラムを使用している場合は、カラムの注入口側を 0.5 ～ 1 m 切り取ります。
  - 接合またはクロスリンクフェーズでは、溶媒によりカラムをすすぎます。
  - 注入口に汚染がないか調べます。注入口に保持された化合物があると、テーリングが増加することがあります。注入口をクリーニングし、汚染された注入口の部品を交換します（『メンテナンスマニュアル』を参照してください）。
- カラムの固定相（カラムの活性点の有無）を調べます。これは極性化合物にのみ効果があります。活性カラムは通常テーリングを生成し、これはリテンションタイムとともに増加します。
- カラムを
  - 注入口から 1 m のところで切り取ります。
  - カラムを交換します。
- 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。
  - フェラルを交換し、カラムを再カットし、注入口に取り付けます。適切なツールを使って、切り口がなめらかになるように直角に切断します。
  - 取り付けに漏れがないことを確認します。カラムフィッティングに漏れがあると、早期の溶出ピークのテーリングが増加します（「**リーク検査**」を参照）。
- 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。
  - 新しい、不活性化されたライナーを使用します。これは極性化合物にのみ効果があります。
  - 注入口シールをクリーニングまたは交換します。
- 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。固形物の付着が見えたら、クリーニングまたは交換します。
- 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。

### 3 クロマトグラフに関する現象

- 別の溶媒を使用します。これは、早期の溶出ピークにテーリングが多い場合、または溶媒ピークに近い場合に役立ちます。
- 3～5 m のリテンションギャップを使用します。
- 注入方法が適切であることを確認します。これは通常、プランジャの異常な下降またはシリンジニードルにサンプルがあることに関連しています。
- 注入口温度を確認します。
  - 温度が高すぎる場合、テーリングは一般に早期の溶出で悪化します。注入口の温度を 50 °C 下げます。
  - 温度が低すぎる場合、テーリングは通常リテンションで増加します。注入口の温度を 50 °C 上げます。
- システムにデッドボリウ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。
  - ピークテーリングがリテンションタイムとともに減少する場合は、ライン接続、フューズドシリカユニオンなどのデッドボリウムを減らします。
  - 検知器または注入口に取り付けられたカラムの位置が高すぎると、デッドボリウム領域が生じることがあります。
- トランスファラインに低温箇所がないか検査します。低温箇所は、リテンションタイムにより通常増加するテーリングの原因になります。

## NPD ピークのテーリング

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。
- 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。スプリット分析向けに最適化されたライナーを使用します。これは、サンプルが完全に気化できるようなガラスウールまたはその他の表面部パッキンを含むものです。
- 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。

### 注入口がスプリットレスモードの場合（任意の検出器）

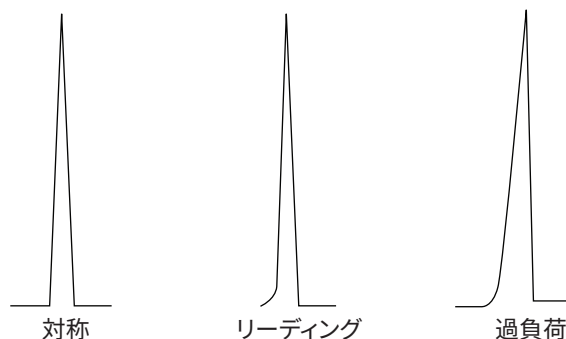
- 注入口に漏れがないか調べます（「[リーク検査](#)」を参照）。
- ライナーの種類を確認します。スプリットレス分析向けに最適化されたライナーを使用します（不活性、大容量）。
- オープン初期温度が溶媒の沸点より低いことを確認します。
- カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。
- 溶媒の気化容積がライナーの容量を超えていないことを確認します。
- 注入口のパージ時間が適切かどうか調べます（ライナー容量/カラム流量）。

## 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すべて実行します。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- ライナーを使用する場合は、Agilent 不活性ライナーを取り付けます。
- 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）。
- 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。
- 注入口をクリーニングします。

## ピークのリーディング

以下の図に、対称、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。最も一般的なリーディングピークの原因は、カラムの過負荷です。
  - 注入量を減らし、サンプルを薄め、スプリット比を増やします。
  - カラムタイプまたは膜厚を変更します。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。正しく取り付けられていない場合は、注入口にカラムを再度取り付けます。
- 適切な注入方法が使用されていることを確認します。これは通常、プランジャの異常な下降またはシリンジニードルにサンプルがあることに関連しています。
- 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えます。
  - 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。極性や沸点が大幅に異なる溶媒では、混合サンプル溶媒がピークのリーディングの原因になることがあります。その場合は、サンプル溶媒を他のものに変えます。

## 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状態で、「通常」動作条件で行わなければなりません。たとえば、フレイムオフの状態でのFIDエレクトロメータのノイズやドリフトには、検出器が実際どのように動作するか示す十分な情報が提供されませんが、これは、ノイズの主要な原因がこの測定に含まれないためです。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。

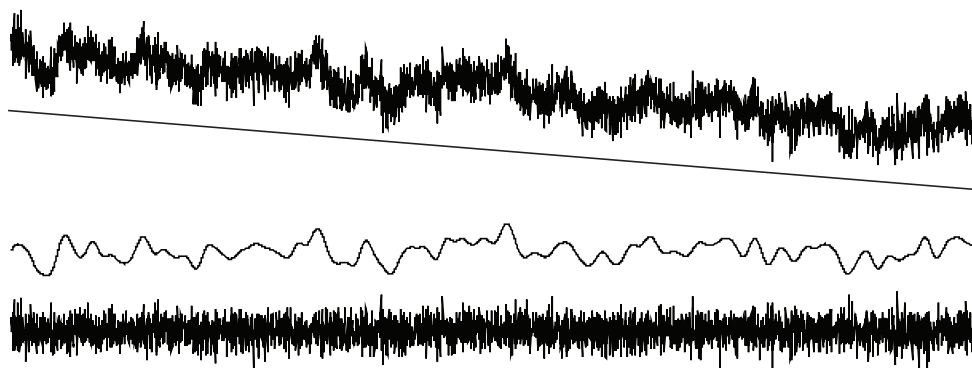
うねりの方向はランダムですが、短周期の電子ノイズよりも低周波です。長周期のノイズ（ドリフト）とは、うねりおよび電子ノイズよりも長い時間での信号の単調な変化のことです（以下を参照）。「短い」および「長い」というのは、クロマトグラフのピークの幅を基準とした相対的なものです。一般的に、ノイズはピーク半値幅の約10倍（またはガウスピークの面積/高さ比の10倍）の期間、測定する必要があります。これより長い時間測定すると、ノイズを過大評価する可能性があり、短いと過小評価する可能性があります。

トータルノイズ

長周期のノイズ(ドリフト)

うねり

短周期のノイズ



### 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）。
- FID については、「**FID ノイズの原因を特定する**」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。

今までクリーン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。

焼き出しを行うと、セプタムのブリードおよびその他の汚染物質を減らすことができます。セプタムが新しいと、低分子量物質のブリードから発生するノイズの原因になることがあります。注入口の温度を下げるとノイズが減少する場合は、おそらくこれが原因です。高品質のセプタムのみ使用し、汚染されない場所でこれを保管します。

- キャリアガスと検出器ガスの純度を確認します。最近ポンペを交換し、古いポンペがまだ使用可能でガスが中に残っている場合は、古い方のポンペを使用してノイズが減少しないか試します。

新しいガスがトラップを飽和させるほど激しく汚染されている場合は、古いポンペに変更すると、トラップを交換または再生させるまで多少状況が改善されることがあります。この問題は、窒素キャリアガスでよく発生します。ガスは、信頼できるサプライヤから購入してください。

- TCD では、GC の位置の室内空気圧の変動を確認します。ファンまたはエアコンから GC を吹き抜ける空気の流れにより、検出器から出る排気が干渉されることがあります。検出器は十分保護されているためこれがノイズの原因である可能性は高くありませんが、可能性の1つではあります。空気の流れの元を切るか、検出器の出口を遮蔽すれば、この問題を識別することができます。TCD 出口リストリクタ (G1532-60070) を取り付けます。
- 検出器またはそのシグナル経路の接続に緩みがあると、ノイズの原因となります。
- 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。

- 検出器を焼き出しします。
- 検出器に汚染がないか検査します。必要に応じて部品を交換します。(『メンテナンスマニュアル』を参照してください)。
- 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。

- **FID ジェットの詰まりを調べる**

- **NPD ジェットの詰まりを調べる**

- FPD+ フォトマルチプライアチューブ (PMT) が正しく取り付けられていることを確認します。正しく取り付けられていないと、光が漏れ、最終的にはノイズが発生します。

FID は、検出器内に徐々に集積する付着物の影響を受けやすいものです。極端な場合は、ノイズレベルの増大に伴いスパイクが発生します。

燃焼しにくい溶媒により、カーボン (黒) の残滓が残ることがあります (主に塩素系物質および芳香族化合物)。可能であれば、これらの溶媒の使用を避けます。使用しなければならぬ場合は、いつでも定期的に検出器をクリーニングできるようにします。

シリコンカラムのブリードをフレイムで燃焼させた場合、二酸化ケイ素 (白) が残ります。これを最少にするには、カラムの負荷を少なくし、温度制限が高い液層を選択して、使用する前にカラム全体をコンディショニングし、分析に利用できる最低温度でオープンを使用します。

両方の残滓を取り除くには、検出器を分解し、小さなブラシでこすります。溶媒 (ほとんどすべての種類が利用可能) を利用して、粒子を洗い流すことができます。Agilent では、コレクタやインシュレータが汚れたら交換をお勧めします。

ノイズの原因となる可能性が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最高使用温度を超えている。

## 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。以下では、条件を最後に変更してから十分に時間が経過したことを仮定して、話を進めます。

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（115 ページの「[リーク検査](#)」を参照）。カラムの検出器側で漏れがある場合は、分析と分析の間でリテンションタイムは安定していますが感度が低下しています。注入口側の場合は、感度が低下しリテンションタイムが増加しています。

また、オープン温度プログラムが十分であるかどうかを調べます。

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。
- ・ カラム補正プロファイルを確認します。小さすぎる（上方へのドリフト）または多すぎる（下流へのドリフト）場合があります。

ドリフトのこの原因は、カラムのコンディショニングにより最小にできます。低温で操作すると、ドリフトは減少しますが分析が長引きます。同等のクロマトグラフが得られる制限温度の高いカラムも使用可能です。

## ベースラインスパイク

ベースライン出力には、周期的とランダムという2つのタイプのスパイクがあります。スパイクは通常、画面上には表示されず、プロットまたはオンライントレースでのみ認識できます。

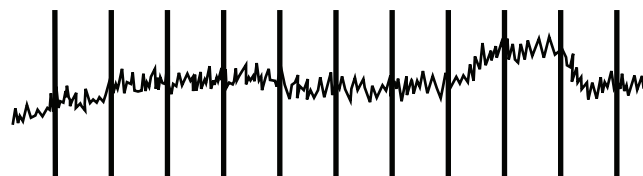


図 1. 周期的スパイク

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

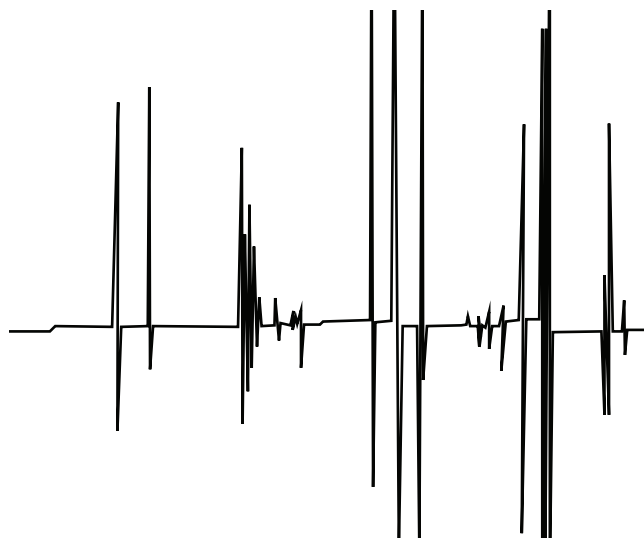


図 2. ランダムスパイク

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。極端に汚れた FID の場合、カーボン粒子または二酸化ケイ素がはがれて検出部に落ちることがあります
- 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。これは充填材の粒子が検出器に吹き込まれる原因になります。不具合のある、または欠落したガラスウールがパックドカラムの出口を塞ぐ場合、これが起こります。この現象はあらゆる検出器で発生しますが、FID はジェット径が狭いため特に発生の可能性が高くなります。
- パックドカラムの取り付け状態を確認します。ジェットの底またはトランスファチューブの端がカラムの端まで延びています。これが塞いでいるガラスウールに触れると、スパイクが発生します。
- ジェットが適切なものかどうか調べます。
- 検出器の温度が低すぎないことを確認します。

## 電子捕獲型検出器（ECD）のノイズと感度

### 注意

検出器を分解したり、加熱以外の方法でクリーニングしたりすることができるのは、放射性物質の取り扱い訓練を受けた、適切な有資格者に限られます。加熱以外の手順では、微量の放射性  $^{63}\text{Ni}$  が除去され、有害な放射線放射にさらされる原因になる場合があります。

### 警告

放射性物質による地域の有害な汚染を防止するため、検出器の排気は必ず換気ドラフトに接続するか、または地域の規制に準拠して排出する必要があります。

ECD に関連する動作の問題としては、感度の低下（実際の低下またはそのような認識）、シグナルのバックグラウンドが高くなること、ベースラインのノイズ、および注入されているサンプルの特性ではないクロマトグラフのピークまたは隆起などがありますが、これがすべてではありません。

GC のフロントキーパッド読み取りのような、シグナル出力の増加を伴わない問題では、クロマトグラフシステムのその他の部分を確認してから検出器を疑います。

大々的にトラブルシューティングを開始する前に、まず問題の性質を確認します。

- 1 最近、キャリアガスや検出器のガスの変更、注入口やカラムのメンテナンス、またはカラムの交換など、システムに変更があった場合は、汚染または漏れが発生した可能性を調べます。
- 2 問題が慢性的で、現在分析に干渉するほど大きい場合は、汚染、カラムの劣化、また最終的には ECD セルの不具合が疑われます。

以下も参照してください。

「シグナル評価の表示」

「感度」

## シグナル評価の表示

最初に確認するのは、GC がアイドル状態の時のシグナルの値です。「アイドル」状態のシグナルのレベルは、キャリアガスと検出器のガスのタイプおよび品質によって変わり、また、フローとアプリケーションによっても変わります。状況によってさまざまである場合がありますが、一般的には、次の値のようになります（表 3）。図 3 は、ECD の一般的なライフサイクルとそのステップです。

表 3 ECD シグナルの評価

| ECD シグナル  | コメント                                      |
|-----------|-------------------------------------------|
| <200      | ECD は「良好」です。                              |
| 200 ~ 400 | 少々高めですが、現時点では心配ありません。シグナルはまだ「良好」の範囲にあります。 |

表 3 ECD シグナルの評価 (続き)

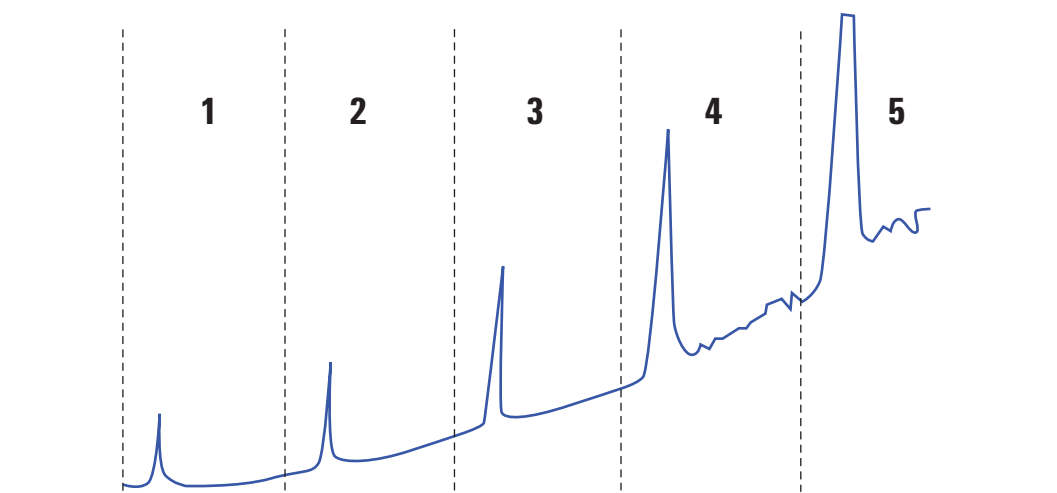
| ECD シグナル    | コメント                                                                    |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------|
| 400 ~ 1000  | システムの、ガス、カラム、またはサンプルに汚染の可能性があります。オーブンの温度を上げるとシグナルが上昇する場合は、カラムの汚染が疑われます。 |
| 1000 ~ 2000 | さらに深刻な汚染が疑われます。トラブルシューティングのガイドラインに従ってください。                              |
| >2000       | 次の手順でうまくいかない場合は、ECD セルの汚染が疑われます。                                        |

# 注記

冷えたシステムから開始した場合、ECD のベースラインが完全に安定するまで 24 時間程度かかる場合があります。感度の高い分析を実行する場合は特に注意してください。より正確な結果を得るには、ベースラインをチェックする前に、通常の操作条件でなるべく長く (最低 2 時間、最長 24 時間)、検出器を安定化させます。

未使用の注入口に注入する予定がある場合は、低ブリードのセプタムを使用する必要があります。セプタムは、注入口で使用する前に数時間、1 ~ 5 mL/min のキャリアガス流量で必ずコンディショニングします。

#### 一般的な ECD ライフサイクルとそのステップ



##### ステップ 1: 新しいセル

バックグラウンド = 100 Hz。セルは、Agilent シグナル/ノイズ (S/N) 基準に合致します。

##### ステップ 2: 6 箇月～1 年

バックグラウンド = 180 Hz。反応が増加します。

##### ステップ 3: 1 ～ 2 年

バックグラウンド = 350 Hz。反応が多くなり、ノイズが増加し、S/N が低下します。

##### ステップ 4: 2 ～ 4 年

バックグラウンド > 500 Hz。ベースラインにノイズがあり、マイナスピークがあります。熱クリーニングの必要があります。

##### ステップ 5: 4 ～ 10 年

バックグラウンド > 1000 Hz。非常に大きく反応します。ノイズが非常に多く、セルが汚染されています。セルの交換が必要です。

図 3. 一般的な ECD ライフサイクル

## 感度

ECD は「良好」なシグナル範囲にあり、感度が問題になる場合は、問題はおそらく注入口あるいはカラムにあります。以下の問題を調べます。

- 1 スプリットおよびスプリットレスモードで注入口を使用している場合は、モードが変更されていないこと、およびスプリットバルブが機能していることを確認します。これは、他のメソッドパラメータは同じにしたままで、最初にスプリット、次にスプリッ

トレス注入を行った場合に、対応して反応に変化があるかどうかを調べることで確認できます。スプリットモードを使用している場合は、流量計を使用してスプリット流量を確認します。

- 2 すべての流量を確認します。「**FID、TCD、ECD、および FPD+ 流量の測定**」を参照してください。
- 3 注入口のメンテナンスがすべて完了していることを確認します。メンテナンスには、カラムの切り取りや再取り付けが含まれます。
- 4 注入機器が正しく動作していることを確認します。サンプリングバルブを使用するメソッドでは、バルブによって発生したものと同一濃度でのシリンジへの直接注入を行います。バルブの問題を除外します。
- 5 メークアップガスアダプタのミキシングライナーを調べます。グラファイトまたはサンプルのごく小さな汚染でも、感度を低下させます。

## 汚染（高ベースライン）

ECD のベースラインが、その段階で予測されるものより高い場合は、以下を確認します。

- 原因としてその他の可能性は排除してください。上記の「**感度**」を参照してください。また、キャリアガスおよび検出器ガス供給、供給ガスのトラップ、およびカラムも確認してください。
- メークアップガスアダプタのミキシングライナーを調べます。ごくわずかなグラファイトでも、汚染の原因になります。
- 検出器のベースラインが 500 Hz より大きい場合は、検出器の使用年数に関係なく、検出器を焼き出しします。1～2 日間実行してください。

## 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。
- 漏れがないか確認します。（「**リーク検査**」を参照）。マルチモードまたはスプリット/スプリットレス注入口の少量の漏れをトラブルシューティングするには、「**スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる**」または「**マルチモードの注入口のリークを調べる**」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）。
- 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切り取り、必要に応じてカラムを反対に取り付けて焼き出しを行います。
- 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。

検出器の流量を実測します。実際の流量が GC 表示値と一致しない場合は、たとえばジェットの詰まりなどの汚染や抵抗がないか確認します。以下を参照してください。

- **検出器流量の測定**
- **FID ジェットの詰まりを調べる**
- **NPD ジェットの詰まりを調べる**

- 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。
- 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 倍の量**を入力します。
- ベースラインの上昇に伴うピーク面積または高さの減少が、急激に変化するのではなく、より緩やかに変化した場合は、検出器に汚染がないか調べます。検出器を焼き出します。

FID を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- 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。
- ジェットに汚染がないか調べます。
- 検出器の部品に汚染がないか調べます。
- **FID ジェットの詰まりを調べる**

ECD 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。
- メークアップガスアダプタを清掃します。

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。
- セラミックインシュレータを交換します。
- ビードを交換します。

FPD+ を使用している場合は、以下の手順を実行します。

- 正しいカラムが取り付けられていることを確認します。
- 正しくフィルタが取り付けられ、そのフィルタがクリーンであることを確認します。
- 流量を確認します。
- メークアップガスのタイプを確認します。

## FID の感度低下を解決する

通常の使用方法では、FID によりコレクタ、インシュレータ、ジェット、その他に残滓が付着することがあります。汚染の集積を防ぐため、Agilent では検出器を 300 °C 以上の温度で使用するをお勧めします。ただし、通常の使用でも、ジェットには残滓が集積します（通常、カラムブリードからの白いシリカ、または黒の炭素系煤煙）。これらの残滓により感度が低下し、またこれが原因となってクロマトグラフのノイズやスパイクが発生します。ジェットは、定期的なクリーニングまたは交換が必要です。次の手順により、頻繁に発生する感度低下の原因を調べることができます。

ノイズ、うねり、またはドリフトに関連する感度低下については、「[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](#)」も参照してください。

- 1 検出器の流量設定を確認します。

一般的には、水素対カラム + メークアップガスの流量比は 1:1 です。

- 2 検出器の流量を実測します。「[検出器流量の測定](#)」を参照してください。水素、メークアップ、およびキャピラリカラムの実際の流量が GC 表示値より少ない場合は、ジェットが詰まりはじめています。「[FID ジェットの詰まりを調べる](#)」を参照してください。ジェットを交換します。

3

- 4 カラムが正しく取り付けられていることを確認します。元通りに取り付けます。カラムを突き当たるまで挿入し、1 ~ 2 mm 引き出した位置で固定されていることを確認します（カラム内径が 100 µm 以上の場合）。

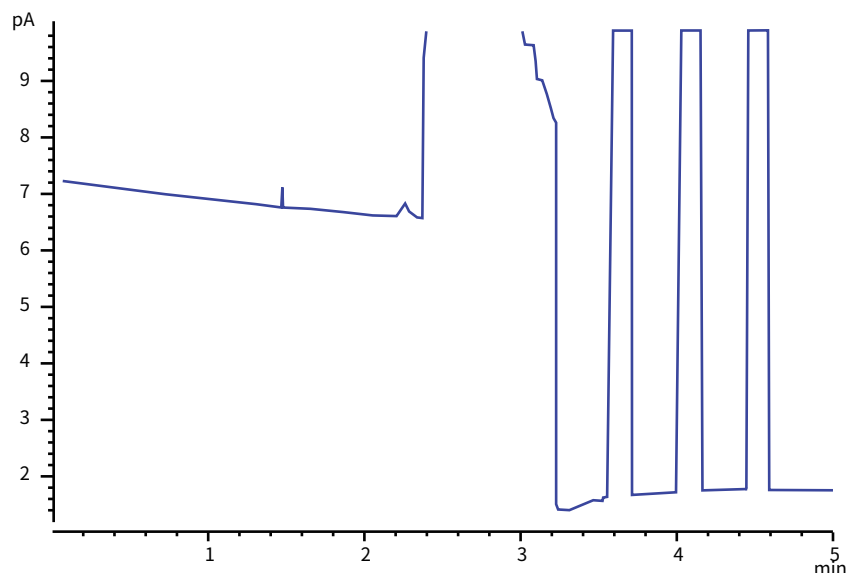
- 5 スプリット比やスプリットレスパージ時間などの、排気を制御する注入口パラメータを確認します。サンプルが意図せず排出されていないことを確認します。

- 6 注入口のメンテナンス（消耗部品をすべて交換）を行い、完了したら注入口の圧力テストを行います。メンテナンスマニュアルと「[リーク検査](#)」を参照してください。

- 7 FID メンテナンスを完全に行います。FID を分解し、クリーニングするかすべての部品を交換します。

## 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します。GC は、検出器の出力が**点火オフセット**の設定値より低くなると再点火を試みます。これは、フレームが消えているかどうかには関係ありません（非常にクリーンなシステムでは、ベースライン出力は 2 pA より低くなります）。

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溶媒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。**点火オフセット**の値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 の**点火オフセット**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 未満）。
- ・ 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。検出器の水素、エア、およびメー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）。必要に応じてジェットを交換します。
- ・ カラムが正しく取り付けられていることを確認します。元通りに取り付けます。カラムを突き当たるまで挿入し、1～2 mm 引き出した位置で固定されていることを確認します（カラム内径が 100  $\mu\text{m}$  以上の場合）。
- ・ 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）。

## 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。『Agilent GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド』を参照してください。
- カラムにカラムブリードがないか検査します。オーブンの温度を室温に下げます。検出器の出力が大幅に下がる場合は、カラムの汚染またはブリーディング、あるいはキャリアガスの汚染が疑われます。カラム流量をオフにして（オーブンを冷却）検出器出力を調べ、カラムブリードを確認します。
- 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。検出器を焼き出しします。
- FID 漏れ電流が 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）。

## FID ベースライン出力が最大（～ 800 万）

FID 出力が非常に高い値（800 万カウントまで）で動かなくなっているように見える場合は、コレクタがショートしていないかどうか調べます。

- 1 スプリングが曲げられていないか調べます。コレクタアセンブリを取り出し、スプリングを目視で調べます。
- 2 コレクタアセンブリを分解し、部品のどこかがさびていないか目視で確認します。必要に応じて部品を交換します。この問題を防ぐには、検出器を 300 °C 以上で操作します。
- 3 注入、または芳香族あるいは塩素系溶媒による炭化がないか検出器を調べます。この問題を防ぐには、検出器を 300 °C 以上で使用します。コレクタを組み立てて取り付け、高流量のエア－および水素（エア－は 450 mL/min、水素は 35 mL/min）の設定で検出器を使用してください。

## 分析時に FPD+ フレームが消え、再点火される

分析時にフレームが消えた場合は、以下の手順を実行します。

- GC 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）。
- FPD+：トランスファラインの温度が 200 °C 以上に設定されていることを確認します。
- ベントチューブの中で凝縮した水が検出器に逆流していないことを確認します。水が正しく排出されるよう、検出器からコンテナに伸びているプラスチック製のチューブにたるみがないようにしてください。コンテナでは、チューブの出口が水面に触れないようにしてください。

FPD+ フレームが消え、再点火された場合は、以下の手順を実行します。

- **点火オフセット**の設定が通常のベースラインよりも低いことを確認します。
- 漏れがないか確認します。（「**リーク検査**」を参照）。
- 流量設定を確認し、検出器の流量を実測します（「**検出器流量の測定**」を参照）。
- 以下のようなある種の環境条件では、注意が必要です。
  - 強い電磁場
  - 室内温度の変化が激しい
  - 大気圧の変化が激しい

これらの場合は、GC のシグナルが人為的に低くなり、フレームが消えたという誤った情報が示されることがあります。その結果、分析が中止され、GC はすでに点火しているフレームへの再点火を試みます。

フレームが点火しているかどうかは、冷たくて光沢のある表面（鏡やレンチなど）を出口チューブにかざすことで確認できます。表面に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。

**点火オフセット**の値を 2.0 にリセットします。

## FPD+ クエンチング/再現性の問題

炭化水素ピークにおける二酸化炭素濃度が高いときに、炭化水素クエンチングが起こります。一部の硫黄によって放射される光は、一部の二酸化炭素によって吸収されます。

ヘテロ原子種の濃度が高いと、セルフクエンチングが起こります。その他の基底状態の化学種（不活性）の中には、放射された光の粒子を再度吸収して、それが PMT に達するのを防ぐものがあります。

炭化水素のクエンチングを解決するには、以下の手順を実行します。

- カラムでは、硫黄またはリンを含む化合物、また光を吸収していないが吸収する可能性のある化合物を十分に分離します。
- 炭化水素ピークが硫黄またはリンピークから分離されるように最適化します。
  - 1 すべてのピークを確認するため、最初に FID で分析を実行します（FPD+ では炭化水素は検出されません）。
  - 2 FPD+ で分析を実行します。
  - 3 分析対象のピークが残りのピークと分離されるように、メソッドを修正します。

## FPD+ の出力が高すぎるか、または低すぎる

- 正しいフィルタを使用していることを確認します。硫黄分析に最適化された流量の条件でリンフィルタを使用したり、リン分析に最適化されたガス流量の条件で硫黄フィルタを使用しないでください。
- カラムの検出器側取り付け位置を確認します。
- ガスの純度を確認します。
- 使用しているフィルタにあわせて流量が最適化されていることを確認します。FPD+ 出力値をモニタします。次の表は、検出器に取り付けられたフィルタと使用しているガス流量が一致しない場合に検出器から出力される値の例を示します。

表 4

| ガス流量の最適化 | 出力            |             |
|----------|---------------|-------------|
|          | 硫黄フィルタ        | リンフィルタ      |
| 硫黄       | 30 ~ 50       | 10 ~ 12 (低) |
| リン       | 240 ~ 250 (高) | 30 ~ 50     |

取り付けられているフィルタと特定のガス流量の他に、フレイムが点火した状態での FPD+ のシグナル出力について以下も確認します。

- 出力が 0.5 ~ 3.0 の場合は、フレイムがオンであることを確認します。
- 出力が 0 の場合は、エレクトロメータがオフであるか、またはシグナルケーブルが接続されていないことを確認します。
- 出力が 30 より小さい場合は、フレイムの位置が誤っていることがあります。検出器の流量、カラム流量、およびカラム位置を確認します。以下を参照してください。
  - **カラム流量の測定**
  - **検出器流量の測定**

## FPD+ のピーク面積が小さい

- 流量設定を確認し、検出器の流量を実測します（「**検出器流量の測定**」を参照）。
- 注入口のメンテナンスをすべて実行します。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切り取り、必要に応じてカラムを反対に取り付けて焼き出しを行います。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。
- フィルタの種類を確認します（リンまたは硫黄）。
- システムに漏れがないか調べます。（「**リーク検査**」を参照）。
- メソッド設定が正しいことを確認します。
- 流量を確認します。
- メーカーアップガスのタイプを確認します。

## FPD+ のピーク半値幅が大きい

FPD+ でピークの半値幅が異常に大きい場合は、以下の手順を実行します。

- 実際の注入量を調べ、必要に応じて減らします。
- ライナーがサンプルと反応しないことを確認します。

## FPD+ のベースライン出力が高い、20 pA を超える

- 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。
- 検出器に汚染がないか調べます。
- フォトマルチプライアチューブ（PMT）に光漏れがないか調べます。PMT が緩んでいる場合は締め付けます。
- 注入口のメンテナンスをすべて実行します。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。

## FPD+ のクロマトグラフでピークが飽和する

ダイナミックレンジの上限付近のアプリケーションを使用する（特に硫黄）場合、機器の感度を下げなければならないことがあります。1000-1437 硫黄フィルタを、フィルタ部品番号 19256-80000 に交換します。次に検出器のガス流量を、リンのチェックアウトメソッドの値に設定します。これによりベースラインが上昇しますが、シグナル/ノイズ比はいくらか低下します。

どちらの解決方法でも、問題はないはずです。ただし、水素を使用する際は次の警告に注意してください。

### 警告

水素ガスは可燃性で、爆発する可能性があります。接続が完了するまで、水素ガスの元栓を必ずオフにしてください。また、機器を操作またはメンテナンスする前には、接続、ライン、およびバルブの漏れテストを行います。

## 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。
- エアーの流量を 10 mL/min 増加します。
- 検出器の温度を 325 °C まで上げます。
- Agilent Dean スイッチ溶媒ベントソリューションを使用します。

## NPD の感度が低い

- 注入口のメンテナンスをすべて実行します。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。正しいカラムが取り付けられていることを確認します。
- 溶媒濃度が高いと、水素/エアープラズマが消えます。流量 5 mL/min でメークアップガスを分析します。
- 水素が外部から供給されていることを確認します。キーボードで流量と圧力がオンになっていることを確認します。水素流量は 1.0 ~ 5.5 mL/min の間でなければなりません。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）。
- ジェットに詰まりがないか調べます。「**FID ジェットの詰まりを調べる**」を参照してください。
- ビードが活性化されていることを確認します。鏡を使用して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。ビードが点灯していない場合は、検出器のバックグラウンドシグナルを確認します。ビードをオフにして現在のシグナル値を確認したあと、ビードをオンにして、シグナルの出力が急激に増加するか確認します。急な増加がある場合は、点火が起きていることを示します。ビードに 4V が供給されているのに点火しない場合は（**[設定] > [サービスモード] > [検出器] > [シグナル]** で確認可能）、ビードが燃え尽きていることが考えられます。ビードを交換します。

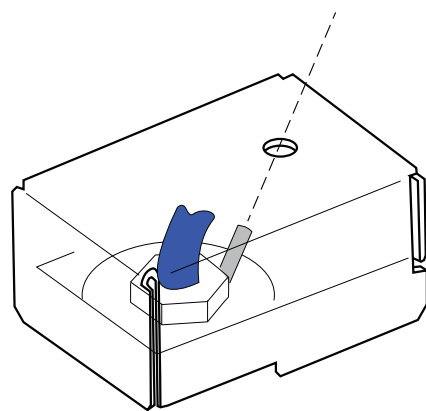
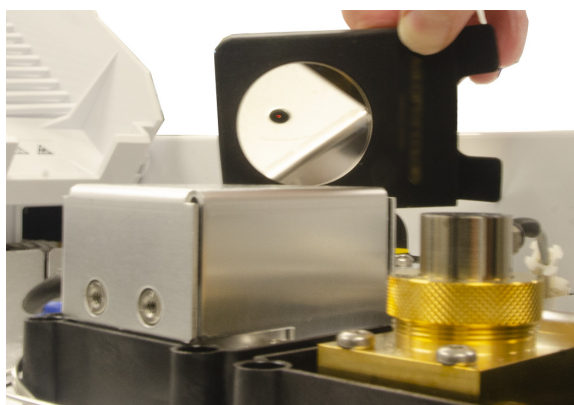


図 4. ブロスビードの点灯

### 警告

検出器からの排気は高温になっていて、やけどの恐れがあります。ビードの点灯を確認する際には、保護めがねや鏡などの適切な保護手段を使用してください。

- インシュレータ/コレクタを交換します。
- 液層の汚染がないか確認します（極性カラム）。

## NPD ベースライン出力が 800 万以上

- コレクタが検出器のハウジングと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（157 ページの「**NPD ジェットの詰まりを調べる**」を参照）。
- 検出器の流量を実測します（143 ページの「**検出器流量の測定**」を参照）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- 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。
- それでもプロセスが失敗する場合は、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ます。システム全体に（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（115 ページの「**リーク検査**」を参照）。

## NPD の選択性が悪い

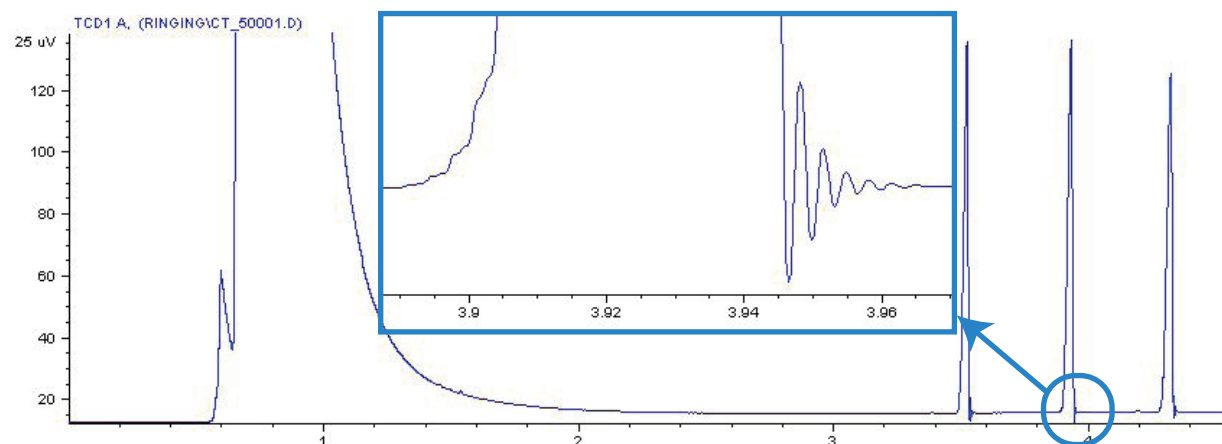
（窒素またはリンに比べて炭化水素の反応が大きい）

- 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。
- コレクタおよび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

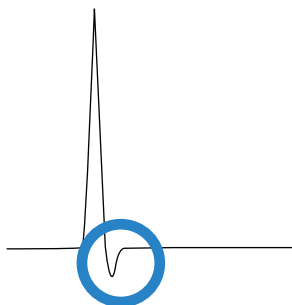
- 正しいガスタイプが設定されていることを確認します。
- システム（特に検出器カラムフィッティング）に漏れがないか調べます（115 ページの「**リーク検査**」を参照）。
- 検体の熱伝導度をキャリアと比較して検討します。
- 検体に対する感度を調べます。
- 流量設定を確認し、検出器の流量を実測します（143 ページの「**検出器流量の測定**」を参照）。

## 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)



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 以下でなければなりません。

## 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（115 ページの「[リーク検査](#)」を参照）。
- 不活性フィラメントに検出器をアップグレードします。

## GC ノットレディに関する現象

GC がレディにならない 80

流量がレディにならない 81

オープン温度が下がらない/下がり方が非常に遅い 82

オープン温度が上がらない 83

温度がレディにならない 84

流量または圧力を設定できない 85

ガスが設定圧力または設定流量に達しない 86

ガスが設定圧力または設定流量を超える 87

注入口の圧力または流量が変動する 88

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 89

カラム流量の測定値が表示流量と異なる 90

FID が点火しない 91

点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない 92

FID または NPD で測定された水素ガスとメークアップガス流量が設定値より大幅に少ない 94

NPD のオフセット調整中にエラーが発生する 95

FPD+ が点火しない 96

バルブがノットレディ 98

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。

- ステータス / コントロールトレイ、または【**メソッド**】でコンポーネントを選択して、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、 を選択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
    - パルスドの場合、パルスド注入の条件に変更
    - ガスセーバーがオフになる
-  の詳細については、Agilent 8890 GC の『操作マニュアル』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。
- Aux EPC モジュールに取り付けられているリストリクタを調べます（該当する場合）。
- 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（115 ページの「[リーク検査](#)」を参照）。

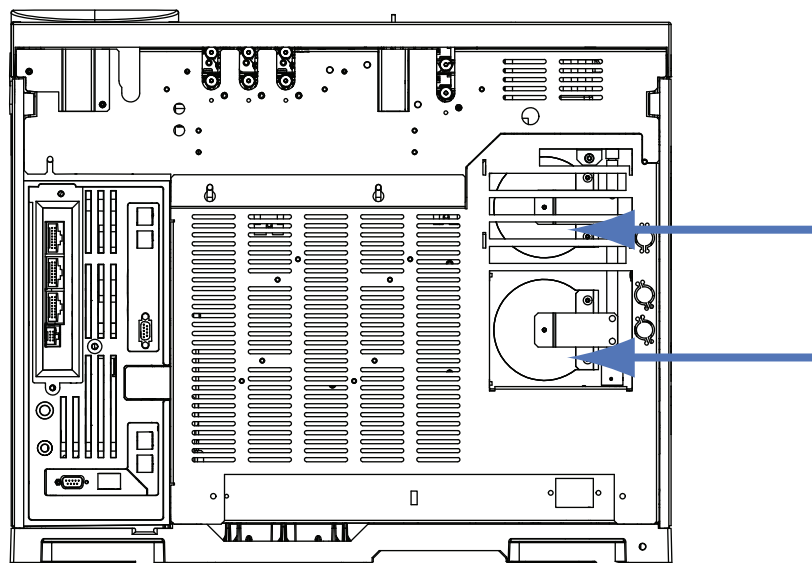
## オープン温度が下がらない/下がり方が非常に遅い

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℃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 Agilent カスタムコンタクトセンターにお問い合わせください。



オープンクライオを使用する場合は、以下の手順を実行します。

- 冷媒が十分か調べます。
- 動作限界に達しているかどうか調べます。

## オープン温度が上がらない

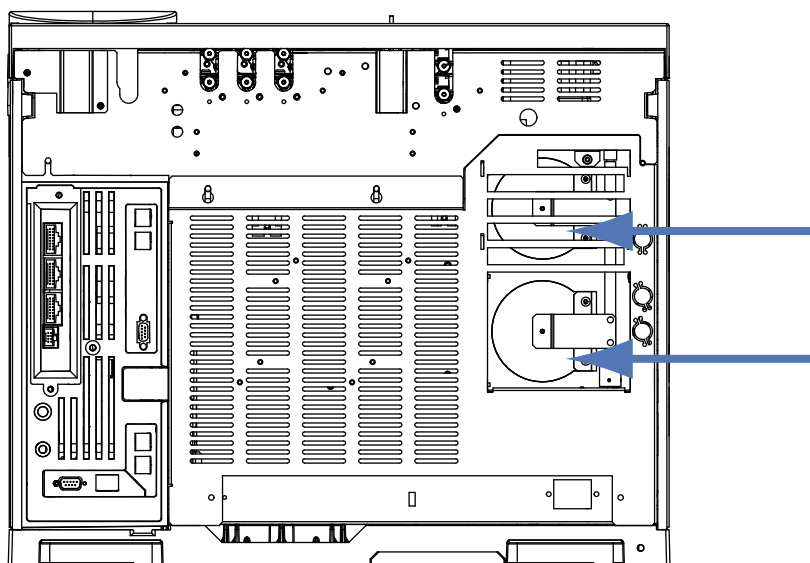
- **【診断】** を選択して表示されるエラーを、Agilent カスタムコンタクトセンターまでご連絡ください。

### 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、Agilent のカスタムコンタクトセンターにお問い合わせください。



3

## 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 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ で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。
- 注入口 (COC、PTV、MMI) でクライオ冷却を使用している場合は、次の手順に従います。
  - 冷媒レベル (残量) を確認します。
  - 動作限界に達しているかどうか調べます。たとえば、暑い室内で GC を操作する場合に、オープン温度を高く設定し、注入口温度を非常に低く設定すると、注入口は希望の温度に達しないことがあります。

## 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、MMI、PTV、VI、またはクールオンカラム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。

ページ付きバックド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。
- 流量がオンになっていることを確認します。
- 注入口モードを確認します。注入口流量制御を使用している場合には、カラムの流量制御モードのみ設定できます。注入口圧力制御を使用している場合には、カラムに流量と圧力の両方のモードを設定できます。

## 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。以下を行います。

- 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。
- 漏れがないか確認します。(115 ページの「**リーク検査**」を参照)。システムに大きな漏れがある可能性があります。電子式リークディテクタを使用して漏れを見つけ、これを修正します。カラムを必ずチェックしてください。カラムが壊れていると、非常に大きな漏れが発生します。
- マルチモードまたはスプリット / スプリットレス注入口をトラブルシューティングするには、127 ページの「**マルチモードの注入口のリークを調べる**」または124 ページの「**スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる**」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ガス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。
- 不具合のある注入口あるいは検出器の圧力センサーがないか調べます。

スプリット/スプリットレス注入口、MMI 注入口、PTV 注入口、または VI 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、MMI 注入口、PTV 注入口、または VI 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。SS、MMI、PTV、または VI の手順を参照してください。
- スプリットベントトラップラインに汚染または異常な抵抗がないか調べます。スプリットベント抵抗テストを、利用できる場合は Agilent Instrument Utilities で、または GC フロントパネルから実行します。以下を参照してください。
  - **スプリットベントラインの背圧を確認またはモニタする**
  - **スプリットベント抵抗テストを実行する**
- スプリットベントチューブおよびトラップを交換します。『サービスマニュアル』を参照してください。
- ライナーを使用している場合は、適切なライナーが選択されていることを確認します。
- SS 注入口のメソッドの圧力設定が、GC で利用できる可能な最低設定値を上回ることを確認します。89 ページの表 5 を参照してください。
- スプリット/スプリットレス注入口のゴールドシールに汚染がないか調べます。
- スプリット/スプリットレス注入口では、抵抗の原因になるライナーを使用している場合、高流量用クロス溝のゴールドシールを取り付けます。

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。156 ページの「**FID ジェットの詰まりを調べる**」または 157 ページの「**NPD ジェットの詰まりを調べる**」を参照してください。

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、必要な場合はローターの位置を調整します。

## 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。以下を行います。

- 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。長い供給用チューブを使用するシステムでは、GC 近くに下降レギュレータが必要な場合があります。また、ガスジェネレータが原因の変動を取り除くため、追加のレギュレータも使用します。
- 漏れがないか確認します。(115 ページの「[リーク検査](#)」を参照)。システムに大きな漏れがある可能性があります。電子式リークディテクタを使用して漏れを見つけ、これを修正します。カラムを必ずチェックしてください。カラムが壊れていると、非常に大きな漏れが発生します。
- 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。ライナーの中には、設計またはきつい梱包のため圧力が大幅に低下しているものがあります。
- 分析の間に極端な室温の変化がないことを確認します。実験室温度の問題を修正するか、機器をより適切な位置に動かします。
- ヘッドスペース、パージ & トラップ、およびその他の外部サンプリングデバイスに抵抗がないか調べます。
- 自動流量ゼロ機能がオンであ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。
- メソッドの圧力パラメータ（または流量設定により得られた圧力）が、キャリッジガスタイプに対して低すぎます。**表 5** を参照してください。

表 5 スプリットモード時の最小注入口圧力の概算（単位 psi、スプリット/スプリットレス、マルチモード）

|                                 | スプリットベント流量（mL/min） |         |         |         |
|---------------------------------|--------------------|---------|---------|---------|
|                                 | 50-100             | 100-200 | 200-400 | 400-600 |
| <b>ヘリウムおよび水素キャリアガス</b>          |                    |         |         |         |
| スプリットライナー、5183-4647、19251-60540 | 2.5                | 3.5     | 4.5     | 6.0     |
| スプリットレスライナー、5062-3587、5181-8818 | 4.0                | 5.5     | 8.0     | 11.0    |
| <b>窒素キャリアガス</b>                 |                    |         |         |         |
| スプリットライナー、19251-60540、5183-4647 | 3.0                | 4.0     | —       | —       |
| スプリットレスライナー、5062-3587、5181-8818 | 4.0                | 6.0     | —       | —       |

- 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 Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。
- 147 ページの「**スプリットベントラインの背圧を確認またはモニタする**」
  - 148 ページの「**スプリットベント抵抗テストを実行する**」
- スプリット/スプリットレス注入口では、ゴールドシールを交換します。

## カラム流量の測定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流量と 10% 以内で異なる場合は、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。
- 内径 0.58 ～ 0.75 mm の短い（15 m 未満）WCOT カラムが、スプリット/スプリットレスキャピラリー注入口で使用されています。トータルフローコントローラは高流量に設定されており、そのため注入口にある程度の圧力がかかって、設定圧力が 0 でもカラム流量が発生します（この場合、設定値が 0 でも実際の圧力が画面に表示されることがあります）。530 ～ 750 mm の短いカラムでは、全流量を可能な限り低く保ちます（たとえば 20 ～ 30 mL/min）。抵抗の高い、長いカラムを取り付けます（たとえば 15 ～ 30 m）。
- 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。スプリットベントラインに抵抗がないか調べます。148 ページの「**スプリットベント抵抗テストを実行する**」を参照してください。
- 質量選択検出器を使用している場合は、カラムのトランスファラインへの出口が **MSD** に設定されていることを確認します。
- 流量自動ゼロ調整を必ずオンにします。場合によっては、フローと、フローモジュールの圧力センサーを 0 にします。これで問題が解決しない場合は、フローモジュールを交換します。

## FID が点火しない

- 点火オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- FID が点火に必要な温度であることを確認します (>150 °C)。Agilent では、300 °C 以上で FID を使用することを推奨しています。
- 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 (151 ページの「**点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認**」を参照)。
- FID フローモジュールへの供給圧力を上げてみます。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。
- 点火するまで水素流量を増加させると同時にメイクアップガスの流量を減少または停止させ、その後メソッドの値まで流量を調整します。最適な値を求めるための試行が必要です。

水素流量を増加させると同時に、メイクアップ流量を減少させると、FID が点火しやすくなります。変更した条件下で点火するようなら、ジェットの部分的な詰まり、イグナイタの劣化、カラムフィッティング部の漏れが原因として考えられます。

- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます (156 ページの「**FID ジェットの詰まりを調べる**」を参照)。
- FID の流量を測定します。実際の流量は、設定値の +/-10% でなければなりません (「FID のチェックアウト条件」を参照してください)。水素とエアの比率は点火に大きく影響します。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります (143 ページの「**検出器流量の測定**」を参照)。
- それでもフレイ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 (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 (115 ページの「**リーク検査**」を参照)。
- カラムの流量を確認します。 (138 ページの「**カラム流量の測定**」を参照)。水素の流量は、カラム流量とメイクアップ流量の合計より大きい必要があります。
- FID の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)。
- 可能な場合は、メイクアップとしてヘリウムの代わりに窒素を利用します。

## 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。FID の水素炎は見えません。

- 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。

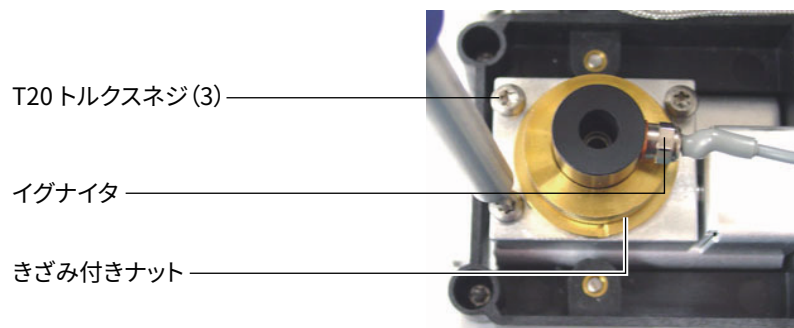


イグナイタが点灯しない場合は、以下の原因が考えられます。

- イグナイタ不具合の可能性。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る。Agilent では、300 °C 以上で FID を使用す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る。
  - 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。

#### 4 GC ノットレディに関する現象

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 または NPD で測定された水素ガスとメークアップガス 流量が設定値より大幅に少ない

- ジェットが完全に、もしくは部分的に詰まっていないか調べます。ジェットが詰まっていると、背圧が生じます。フローモジュールは圧力コントロールを使用するため、背圧が増加すると適切な流量であるかのように見えます。実際の流量は低下しているのに、GC は有効なままです。以下を参照してください。

156 ページの「**FID ジェットの詰まりを調べる**」

157 ページの「**NPD ジェットの詰まりを調べる**」

- 検出器ベースで、カラムフィッティングに漏れがないか調べます。
- FID または NPD のジェットを交換します。

## 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。（「NPD ジェットの詰まりを調べる」を参照。）
- 検出器の流量を実測します。（「検出器流量の測定」を参照）。水素の流量またはメークアップ流量がゼロまたは表示された流量より大幅に低い場合は、ジェットに詰まりがないか調べます。
- 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。
- それでもプロセスが失敗する場合は、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ます。システム全体に（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（115 ページの「[リーク検査](#)」を参照）。

## FPD+ が点火しない

- FPD+ が点火に必要な温度であることを確認します（150 °C以上）。
- FPD+ の流量をチェックし、流量が FPD+ に取り付けられているフィルタのタイプに適していることを確認します。水素とエアーの比率は点火に大きく影響します。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります

表 6 FPD+ の推奨流量

|                       | 硫黄モードの流量（<br>mL/min） | リンモードの流量<br>（mL/min） |
|-----------------------|----------------------|----------------------|
| キャリア（水素、ヘリウム、窒素、アルゴン） |                      |                      |
| パッキドカラム               | 10 ～ 60              | 10 ～ 60              |
| キャピラリカラム              | 1 ～ 5                | 1 ～ 5                |
| 検出器ガス                 |                      |                      |
| 水素                    | 60                   | 60                   |
| エアー                   | 60                   | 60                   |
| キャリアガス + メーク<br>アップ   | 60                   | 60                   |

- 検出器の流量を実測します。
- 検出器のカラムの取り付け位置が高すぎる可能性があります。
- FPD+ のイグナイタが動作することを確認します。
- 点火シーケンスの間、エアーの流量を表示します。エアー流量は、点火を試みている間に 400 mL/分に達しなければなりません。達していない場合は、エアーの供給圧力が不十分です。
- カラム流量とメークアップ流量を確認します。
- ベントチューブの中で凝縮した水が検出器に逆流していないことを確認します。水が正しく排出されるよう、検出器からコンテナに伸びているプラスチック製のチューブにたるみがないようにしてください。コンテナでは、チューブの出口が水面に触れないようにしてください。
- **点火オフセット**の値を確認します。通常、**点火オフセット**の値は 2.0 です。点火オフセットの値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火してもソフトウェアに認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- それでもフレイ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漏れがないか詳細に調べます（115 ページの「**リーク検査**」を参照）。
- FPD+ フローモジュールへの供給圧力を上げてみます。これにより、設定値を変更しなくても点火しやすくなります。

#### 4 GC ノットレディに関する現象

- **点火オフセット**の値を確認します。点火オフセットの値がゼロだと、自動点火はオフになります。この値が大きすぎると、点火してもソフトウェアに認識されず、検出器がシャットダウンされます。
- 操作条件によっては、ベントチューブを取り外すと簡単に点火します。点火後に、ベントチューブを再度取り付けます。
- カップリングへのケーブル接続とグロープラグへのカップリング接続をチェックし、グロープラグが締まっていることを確認します。

## バルブがノットレディ

トラブルシューティングは、バルブのタイプにより異なります。

### 外部バルブ

外部バルブは、外部イベントまたは背面パネル上の BCD コネクタを通じて GC に接続されているバルブです。

このノットレディの状態は、+24 V 供給されるニューマティクスバルブに実際には +16.5 V 未満しか供給されていないことを示します。不正な動作を防ぐため、すべてのバルブが無効になります。

十分な電圧が回復すると、GC はレディになります。

このノットレディの状態は、外部バルブ、または GC のアナログおよび電源ボードにおけるハードウェアの問題を示していることもあります。

### ガスサンプリングバルブ

GC は通常、注入時間またはロード時間が経過していない場合は常にノットレディになります。指定されたロード時間または注入時間が過ぎてはじめて、レディになります。

### マルチポジションバルブ

マルチポジションバルブは、次のような理由で、GC をノットレディ状態にする原因になる場合があります。

- マルチポジションバルブが設定値の位置にない。GC はバルブが設定値に達するまでノットレディのままです。
- BCD ケーブルが使われていないか、コンセントに差し込まれていない。ケーブルを使わないと、バルブはレディになりません。
- バルブの BCD 出力極性について、BCD 設定値に誤りがある。バルブはおそらく、Illegal Position（位置誤り）または Not Switching（切り換えられていません）のシャットダウンエラーでシャットダウンします。
- バルブが詰まっているかサンプルに粘性がある場合は、バルブを切り換えるには切り換え時間が短すぎる場合があります。切り換え時間を延ばします。

カラムのシャットダウン 100

水素のシャットダウン 101

検出器のエアーシャットダウン 103

MS のシャットダウン 104

加熱部シャットダウン 106

## 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 フローモジュールまたはニューマティクスコントロールモジュールからの流量が含まれることもあります) が設定した流量または圧力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。

- **フロント注入口圧力がシャットダウンしています** 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。
- 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、**[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セプタムパージとカラムのフローがオフになります。
- 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、**[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と、エラーメッセージが表示されてオンにできません。
- TCD フィラメントをオフにします。
- FID または FPD+ イグナイタ、およびエアーと燃焼ガスの流量をオフにします。
- NPD ビード、およびエアーと燃焼ガスの流量をオフにします。
- 8890: MS がコンフィグレーションされている場合は、MS はシャットダウンイベントへ移行します。

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。キャリアガスの供給源を確認します。GC では、供給されるガス圧力は、分析で使用する最大圧力より 10 psi (70 kPa) 以上高い必要があります。『Agilent GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド』を参照してください。
  - 注入口近くのカラムに破損がないか調べます。
  - 漏れがないか確認します。
  - 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 **[Diagnostics (診断)]** を選択します。警告を選択します。アラートを消去し、すべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オン]** を選択します。アラートを消去し、シャットダウンしたゾーン以外のすべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オフ]** を選択します。

## 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。

### 注入口と Aux EPC で使用される水素

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。

- **水素安全装置がシャットダウンしています**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。
- スプリット/スプリットレスおよび PTV 注入口のスプリットベントバルブを開きます。
- 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。
- すべてのヒーターをオフにします（バルブボックスヒーターおよびトランスファラインヒーターなど、AUX ヒーターコントロールに接続されたデバイスを含む）。
- TCD フィラメントをオフにします。
- FID または FPD+ イグナイタ、およびエアと燃焼ガスの流量をオフにします。
- NPD ビード、およびエアと燃焼ガスの流量をオフにします。
- 警告音が鳴ります。
- 8890：MS がコンフィグレーションされている場合は、MS はシャットダウンイベントへ移行します。

#### 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。『メンテナンスマニュアル』を参照してください。
  - 注入口 O-リングを交換します。『メンテナンスマニュアル』を参照してください。
  - カラムに破損がないか調べます。
  - 供給圧力を確認します。供給ガスの圧力が、『Agilent GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド』に記載されている推奨圧力になっていることを確認します。
  - システムに漏れがないか調べます。「[リーク検査のヒント](#)」を参照してください。
- 2 GC の電源を入れ直します。
- 3 **[Diagnostics (診断)]** を選択します。警告を選択します。アラートを消去し、すべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オン]** を選択します。アラートを消去し、シャットダウンしたゾーン以外のすべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オフ]** を選択します。

## 水素センサー

オプションの水素センサーを装備している場合、センサーがオープン内で約 1% の水素濃度（水素の爆発限界の約 4 分の 1）を検知すると、GC が水素セーフティシャットダウンを実行します。

## 検出器のエアーシャットダウン

検出器で燃焼ガス（水素）の燃焼にエアーを使用する場合、空気が十分に供給されないと、エアーのチャンネルがシャットダウンします。さらに、関連する検出器の**エアー**と**水素**の流量が**オフ**になります。

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。エアーの供給圧力を確認します。FID と NPD には 380 ～ 690 kPa (55 ～ 100 psi) の供給圧力が必要です。FPD+ には 690 ～ 827 kPa (100 ～ 120 psi) の供給圧力が必要です。『Agilent GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド』を参照してください。
- 2 **[Diagnostics (診断)]** を選択します。警告を選択します。アラートを消去し、すべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オン]** を選択します。アラートを消去し、シャットダウンしたゾーン以外のすべてのゾーンをオンにする場合は、**[シャットダウン情報の消去] - [オフ]** を選択します。

## MS のシャットダウン

MS がコンフィグレーションされている GC が、MS からシャットダウンイベントを受信した場合、または MS との通信が失われた場合、GC は以下のように条件を変更して対応します。

- カラムオープンのオフ。
- MS へ流れるキャリアガスを低圧力/低流量に設定。
- 水素キャリアガス流量のオフ（使用している場合）。
- 現在の分析の中断。
- MS トランスファラインヒーターのオフ。
- すべての設定値の変更の遮断。

詳細な変更内容は、シャットダウンを開始させたイベントによって異なります。たとえば、通信の切断と MS 高真空ポンプの障害とでは、GC の対応が異なる場合があります。

MSD のシャットダウンをトラブルシューティングするには、次の手順に従います。

- 1 すべての GC、MS、データシステムのイベントおよびログをチェックします。GC が MS シャットダウンに移行する状況は、次のとおりです。
  - GC が MS へのキャリアガス流量を維持できない。
  - MS がシャットダウンまたはエラーを報告した。
  - GC と MS 間の双方向通信が失われた。

- 2 現在の通信ステータスを確認します。

**5977A、7000C、7010 :**

**a [Settings (設定)] > [Configuration (コンフィグレーション)] > [Detectors (検出器)]** を選択します。

**b [通信を有効にする]** チェックボックスがオンになっているはずです。そうでない場合、GC、MS、PC で入力した GC および MS の IP アドレスをチェックします。これら 3 つの場所にある GC および MS の IP アドレスが一致しなければなりません。

**c** GC と MS の LAN 接続を確認します。LAN スイッチまたはハブは動作していますか。

**5977B :**

**a [Settings (設定)] > [Configuration (コンフィグレーション)] > [Detectors (検出器)]** を選択します。

**b [通信を有効にする]** チェックボックスがオンになっているはずです。

**c** GC と MS の LAN 接続を確認します。LAN スイッチまたはハブは動作していますか。

## MS シャットダウンの解消

他のシャットダウンとは異なり、設定値のオフによってこの状態を解消することはできません（設定値の変更が遮断されているため）。その代わり、GC から MS への通信を無効にすることでこの状態を解消します。

- 1 **【Settings（設定）】 > 【Configuration（コンフィグレーション）】 > 【Detectors（検出器）】** を選択します。
- 2 **【通信を有効にする】** チェックボックスをオフにします。

GC がシャットダウンを開始すれば、問題をトラブルシューティングして GC の障害を解決できるようになります。

## MS シャットダウンの解決後

GC または MS の問題が解決したら、必ず GC から MS への通信を復元してください。

- 1 **【Settings（設定）】 > 【Configuration（コンフィグレーション）】 > 【Detectors（検出器）】** を選択します。
- 2 **【通信を有効にする】** チェックボックスをオンにします。

## 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部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か、または最高温度よりも高い）。次のようないくつかの原因が考えられます。

- 機器に供給される電気の問題
- 領域制御電子機器の異常
- 温度センサーのショート
- ヒーターのショート

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。

## 電子機器のトラブルシューティング：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 108

PC が GC と通信できない 109

GC がコンフィグレーションされた MS または HS と通信できない 110

GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時） 111

## GC がオンにならない

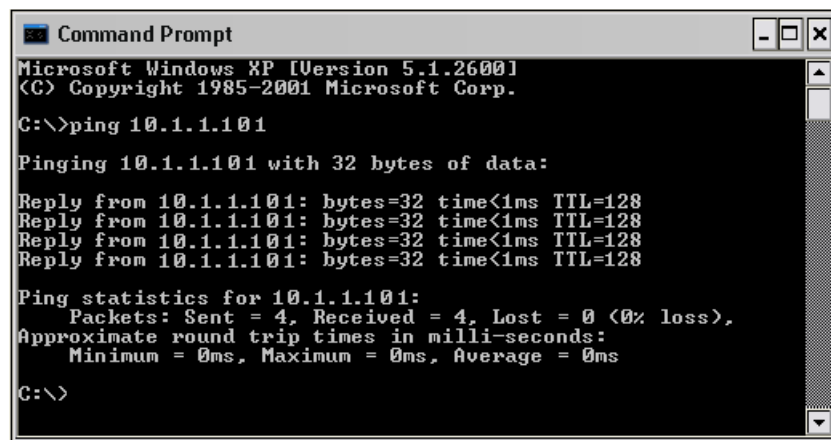
GC がオンにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 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。

## PC が GC と通信できない

- ping テストを実行します。

MS-DOS の **ping** コマンドによって TCP/IP 接続の通信を確認します。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。たとえば、次のような処理です。



```
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。

データシステムが GC に接続できないことが問題なら、他の PC が GC を制御しているか確認します。GC のキーパッドで、**[設定] > [システム設定] > [ネットワーク]** を選択します。コンピュータが GC と接続されている場合は、コンピュータ名が **Enable DHCP (DHCP を有効)** 行の下に表示されます。

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。
- すべてのネットワーク機器（ハブ、スイッチ、その他）がオンになっていて、正しく接続され動作していることを確認します。
- PC に不具合のある LAN カードがないか調べます。
- PC を GC に直接接続する設定になっている場合は、クロスオーバーケーブルを使用していることを確認します。ハブまたは交換機（つまり、建物内またはサイトの LAN）を利用する設定の場合は、クロスオーバーケーブルを使用していないことを確認します。

## GC がコンフィグレーションされた MS または HS と通信できない

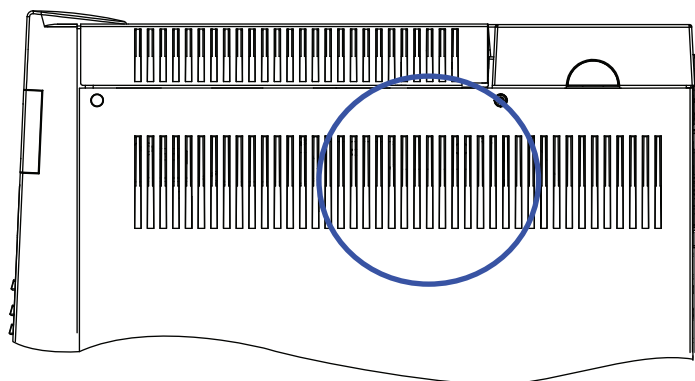
- 1 まず、GC から MS (または GC から HS) への通信が有効になっていることを確認します。  
MS または MSD の場合：
  - a **[Settings (設定)] > [Configuration (コンフィグレーション)] > [Detectors (検出器)]** を選択します。
  - b **[通信を有効にする]** チェックボックスまでスクロールします。HS の場合：
  - a **[Settings (設定)] > [Configuration (コンフィグレーション)] > [Headspace (ヘッドスペース)]** を選択します。
  - b **[通信を有効にする]** チェックボックスまでスクロールします。  
**[通信を有効にする]** チェックボックスがオンになっていない場合は、選択します。  
チェックボックスがオンになっているにもかかわらず GC が通信できない場合は、トラブルシューティングを続けます。
- 2 GC の IP アドレスが必要な場所に正しく入力されていることを確認します。GC の IP アドレスを確認するには、**[設定] > [システム設定] > [ネットワーク]** に移動します。
- 3 **5977A、7000C、7010**：MS または HS の IP アドレスが GC に正しく入力されていることを確かめます。このエントリを、MS または HS 画面に表示されている IP アドレスと比較します。  
**5977B**：MS の IP アドレスが必要な場所に正しく入力されていることを確認します。
- 4 **5977A、7000C、7010**：MS を使用している場合、MS キーパッドを使って、MS に入力された MS および GC の IP アドレスをチェックします。それらは、GC に入力された IP アドレスと正確に一致している必要があります。
- 5 HS を使用している場合、HS キーパッドを使って、HS に入力された HS および GC の IP アドレスをチェックします。それらは、GC に入力された IP アドレスと正確に一致している必要があります。
- 6 GC と MS または HS に入力された IP アドレスの両方が正しい場合、同一のローカル LAN 上にあるコンピュータから各機器に **ping** します (PC の **ping** コマンドの詳細については、「**PC が GC と通信できない**」を参照してください)。
- 7 Agilent データシステムを使用している場合は、データシステムソフトウェアに入力されている GC、HS、MS の IP アドレスをチェックします。ここでも、各機器に入力された値が正確に一致しなければなりません。

## 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。

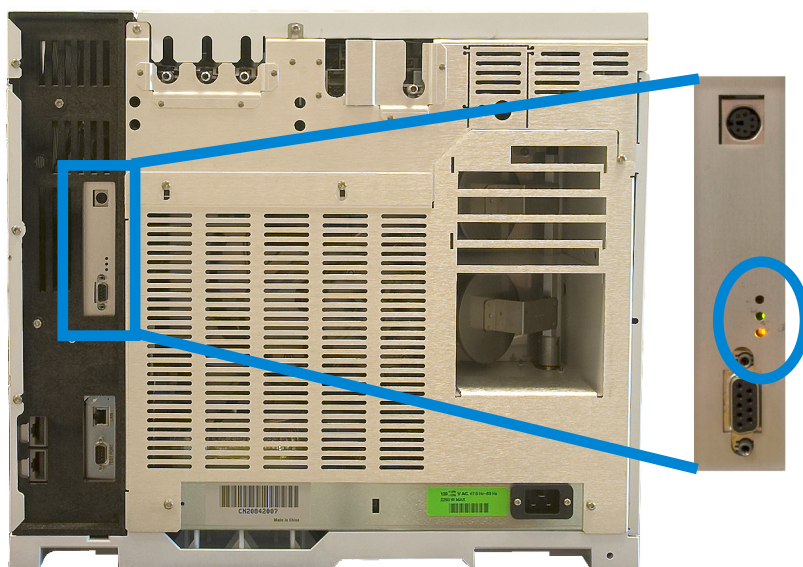
- 1 GC の電源スイッチを**オフ**にします。1 分待ってから、GC の電源を**オン**にします。
- 2 GC が通常の状態に戻らない場合は、画面に表示されるメッセージを記録します。GC 背面パネルを観察して REMOTE コネクタの上にある LED ステータスライト（緑、黄、または赤）を探し、それらが点滅しているか点灯しているかを確認します。（古い型の GC では、以下に示す GC 右サイドパネルにあるスロットから中をのぞきます）。修理について Agilent に問い合わせ、Agilent サポート担当者に表示内容を伝えます（15 ページの「**Agilent サポートに問い合わせる際に必要な情報**」も参照してください）。

## 6 電子機器のトラブルシューティング：GC の電源オンおよび通信に関する現象



古い GC：LED はサイドパネルから見えます。

## 6 電子機器のトラブルシューティング：GC の電源オンおよび通信に関する現象





## リーク検査

- リーク検査のヒント 116
- 外部にリークがないか調べる 117
- GC にリークがないか調べる 119
- キャピラリ・フロー・フィッティングのリーク 120
- 注入口のリーク検査を実行する 121
- 圧カリークテストを実行する 122
- スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる 124
- マルチモードの注入口のリークを調べる 127
- マルチモード注入口の漏れを直す 130
- ページ付きバックド注入口の圧カリークテストを実行する場合 131
- ページ付きバックド注入口の漏れを直す 132
- クールオンカラム注入口の漏れを直す 133
- PTV 注入口の漏れを直す 134
- VI の漏れを直す 135

## リーク検査のヒント

漏れがないか調べる場合は、システムの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<sub>2</sub>）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。

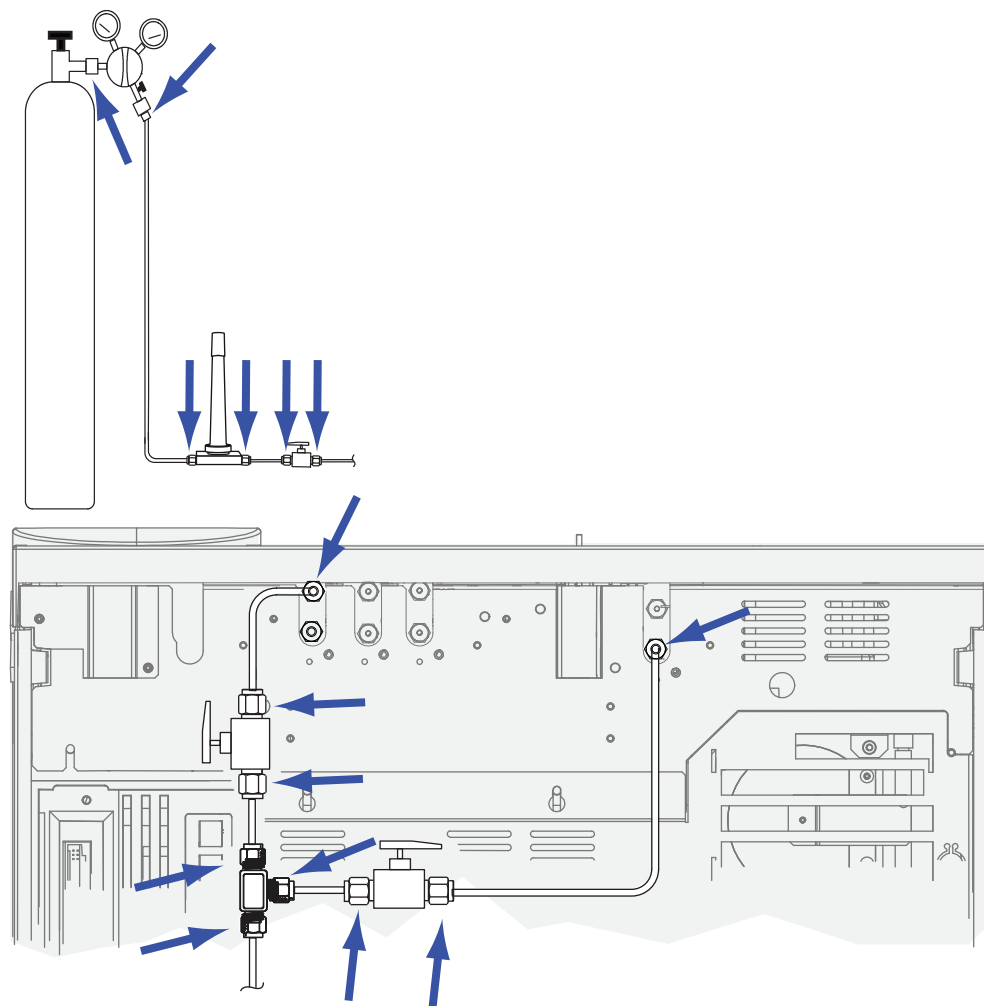
### 警告

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 以下の部品を準備します。
  - 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（1.111 cm）、9/16 インチ（1.429 cm）、および 1/4 インチ（0.635 cm）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
- ガスポ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

圧力低下テストを行います。

- 1 GCの電源を切ります。
- 2 レギュレータ圧力を 415 kPa (60 psi) に設定します。
- 3 レギュレータの圧力調整ノブを反時計回り（水素用以外）に目一杯回し、バルブを閉じます。

## 7 リーク検査

- 4 10分待ちます。圧力の低下が7 kPa (1 psi) より大きい場合は、外部接続部分に漏れがあります。

## 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
- Agilent キャピラリ・フロー・フィッティング

まず、GC に組み込まれたリーク検査を使用して、注入口カラムフィッティング、セプタム、ライナー、スプリットベントトラップラインなどに漏れがないか確認します。**「注入口のリーク検査を実行する」**を参照してください。このテストで漏れが見つかったら、修復します。GC のリーク現象が解消しない場合は、考えられる他のリークポイントを調べます。

Agilent Instrument Utilities を使用している場合は、これを利用してリモートで注入口リーク検査（一部の注入口タイプ）を実行することもできます。

注入口がリーク検査に合格しても、まだ注入口に漏れが疑われる場合は、（ほとんどすべての注入口で）Instrument Utilities ソフトウェアを使用した圧力リークテストを実行することができます。（すべての注入口で、マニュアルで圧力リークテストを実行することもできます）。注入口が圧力リークテストに合格した場合は、漏れがないと考えられます。

- **圧力リークテストを実行する**

電子式リークディテクタを使用してカラム接続と配管の接続を調べます。以下も参照してください。

- **スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる**
- **マルチモードの注入口のリークを調べる**
- **キャピラリ・フロー・フィッティングのリーク**

## キャピラリ・フロー・フィッティングのリーク

一般的にキャピラリ・フロー・フィッティングに漏れがあるということは、フィッティングをきつく締め過ぎていることを示します。フィッティングがあきらかに緩んでいるのであれば、それ以上締め付けしないでください。その代わり、接続部分を取り外し、カラムの先端を切り取ってから、元通りに取り付けます

またプレートと接続部分を検査して、カラムの先端が破損していないか調べます。

## 注入口のリーク検査を実行する

GC には、すべての注入口用に、リアルタイムの組み込み式リーク検査が備えられています。この検査は、注入口のメンテナンス中およびメンテナンス後に注入口の漏れを探すのに便利です。これは、完全な注入口テストほど徹底的で感度のよいものではありませんが、通常、すでに取り付けられコンフィグレーションされたカラムに対して実行し、注入口にほとんど漏れがないことを簡単に保証できます。Agilent では、注入口メンテナンスの前後にこの検査を実行することをお勧めします。それにより、フィッティングを締めると漏れがなくなることを確認できます。検査はすべてのアプリケーションに適用できますが、中にはより強固なリーク検査を必要とするものもあります。

注入口リーク検査では、次の部分の漏れを調べます。

- 注入口のカラムフィッティング
- ゴールドシール（該当する場合）
- スプリットベントトラップのハウジング（該当する場合）
- セプタムナットとセプタム（該当する場合）
- インサートウェルドメントナット/セプタムヘッドアセンブリ（該当する場合）

検査は次のように実行します。

- 1 **【診断】 > 【診断テスト】 > 【注入口】** で、注入口を選択し、**【リーク & 抵抗テスト】** を選択します。
- 2 **【テスト開始】** を選択します。

### 注記

メンテナンスを実行する前に漏れのない注入口で検査を実行していた場合、メンテナンス後のリーク検査結果は、メンテナンス前の結果とほぼ同じになるはずですが、

- 3 それでもテストが失敗したら、以下の手順を実行します。
- 4 手順：
  - セプタムを交換します。
  - カラムを注入口に再度取り付けます。
  - ライナーとライナーの O-リングを交換します。
  - スプリットベントトラップを開いて、O-リングの座面を調べます。必要に応じて、スプリットベントトラップを交換します。

テストに問題がなく、それでも注入口の漏れが疑われる場合は、圧カリークテストを実行します。以下を参照してください。

- **圧カリークテストを実行する**
- **パージ付きパックド注入口の圧カリークテストを実行する場合**

## 圧力リークテストを実行する

注入口リーク & 抵抗テストを実行して、注入口に漏れがあるか判断します。ソフトウェアを開き、GCを選択して、注入口のテストを実行します。121 ページの「**注入口のリーク検査を実行する**」および148 ページの「**スプリットベント抵抗テストを実行する**」を参照してください。

テストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- カラムフィッティングとセプタムパージのキャップに詰まりがないか調べます。
- セプタムヘッドを調べます。必要に応じて締めます。
- 必要に応じてセプタムを交換します。
- ライナーを検査し、漏れがある場合は再度取り付けます。
- 必要に応じてスプリットベントトラップを増し締めします。または、新しいカートリッジと O-リングを取り付けます。
- 注入口に接続するスプリットベントラインを締めます。

## LUI から注入口の圧力リークテストを実行する

圧力リークテストでは、注入口フローモジュールからカラムフィッティングまでに漏れがないかを確認します。

メンテナンスの実施後、まず外部からアクセス可能な箇所に漏れがないか調べます。「**外部にリークがないか調べる**」を参照してください。

漏れの発生が分かっている場合は、外部からアクセス可能な注入口フィッティング、特に最近メンテナンスを行ったすべての接続部（セプタムナット、カラムアダプタ、カラムの接続部など）を最初に調べます。

この検査で検出できる漏れ、または検出できない漏れの種類は次のとおりです。

| この検査は、次の箇所の漏れを検出できます。         | この検査では、次の箇所の漏れは検出できません。     |
|-------------------------------|-----------------------------|
| セプタム                          | カラムフィッティング                  |
| セプタムナット                       | フローモジュールのガス供給バルクヘッドフィッティング  |
| ライナー O-リングシール                 | 注入口に接続されたトランスファラインの接続部および配管 |
| ゴールドシール/ワッシャとレデューシングナット       | EPC モジュール（セプタムパージバルブ）内部の漏れ  |
| 注入口本体                         |                             |
| フローマニフォールドのスプリットベントバルブ        |                             |
| フローマニフォールドのセプタムパージバルブ         |                             |
| スプリットベント配管およびトラップ             |                             |
| セプタムパージ配管                     |                             |
| 注入口フローモジュールと注入口本体の間の配管内にあるシール |                             |

このテストの実行には次の部品・ツールが必要です。

- 穴なしフェラル
- 1/4 インチスパナ
- 耐熱手袋（注入口が高温の場合）
- カラムナット
- 新しいセプタム
- O-リング
- ECD/TCD 検出器プラグ（部品番号 5060-9055）

**5** **【診断】** > **【診断テスト】** > **【注入口】** を選択します。

**6** **【圧カリークテスト】** を選択します。

**7** **【テスト開始】** を選択します。

**8** LUI に表示される指示に従います。

**9** 注入口の検査が合格したら、GC を測定条件に戻します。

- キャリアガスの供給圧力を元に戻します。
- すべてのキャップ/プラグを取り外します。
- カラムを再度取り付けます。
- 正しいカラムコンフィグレーションに戻します。
- 動作メソッドを読み込みます。

## スプリット/スプリットレス注入口のリークを調べる

この手順では、スプリット/スプリットレス注入口で漏れがないか調べ、これを解決する方法を説明します。注入口の現象に応じて、以下の手順に従ってください。

### 設定圧力に達しない

スプリット/スプリットレス注入口がその圧力設定値に達していないと、GC は「ノットレディ」になります。タッチスクリーンの下にあるステータスインジケータとタッチスクリーンに表示されたステータストレイはオレンジ色になります。注入口が加圧もコントロールもできない場合、GC は約 5.5 分後にシャットダウンします。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング/部品に漏れがないか調べます。

- 1 GC のガスが十分な圧力で供給されていることを確認し、ガス供給に漏れがないことを確認します（「**外部にリークがないか調べる**」を参照）。注入口には、メソッドで使用する最大圧力より 10 psi (70 kPa) 高い圧力が必要です。
  - 0 ~ 100 psi (0 ~ 690 kPa) の注入口では最大 120 psi (827 kPa)
  - 0 ~ 150 psi (0 ~ 1,034 kPa) の注入口では最大 170 psi (1,170 kPa)
- 2 トータルフローの設定を確認します。トータルフローは、分析の間中注入口の圧力が保たれるように、十分高く設定します。大径のカラムでは、より高い流量が必要です。通常は、50 mL/min で十分です。トータルフローを増やすには、次の手順を行います。
  - スプリットモードの場合は、スプリット比を増やします。
  - スプリットレスモードの場合は、パージ流量を増やします。
- 3 圧力が低いままなら次のステップに進みます。
- 4 注入口リーク検査を実行します。「**注入口のリーク検査を実行する**」を参照してください。トータルフローにより、漏れの規模がわかります。次のフィッティングを検査/締め付けている間、トータルフローを監視します。
  - セプタムナット
  - カラム
  - スプリットベントトラップ/O-リング
  - ライナー /O-リング
  - ゴールドシール
  - 注入口本体とスプリットベントラインの接続
  - フローマニフォールドのフローブロックフィッティング

または、電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング/接続を調べます。

これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

### 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いて、やけどの恐れがあります。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。

### 感度低下または再現性の低下

スプリット/スプリットレス注入口の小さな漏れでも、感度低下または再現性低下の原因になることがあります。以下の手順で、小さな漏れを調べ、特定します。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング/部品に漏れがないか調べます。

- 1 注入口の圧カリークテストを行います。**「圧カリークテストを実行する」**を参照してください。テストに問題がなければ、注入口には漏れがないとみなして、感度低下または再現性低下を引き起こしている可能性があるその他の原因を調べます。
- 2 圧カリークテストが失敗したら、注入口リーク検査を行います。**「注入口のリーク検査を実行する」**を参照してください。次のフィッティングを検査/締め付けている間、トータルフローを監視します。
  - セプタムナット
  - カラム
  - スプリットベントトラップ
  - ライナー /O-リング
  - ゴールドシール
  - 注入口本体とスプリットベントラインの接続
  - フローマニフォールドのフローブロックフィッティング
- 3 注入口（プレラン）リーク検査でも問題が解決されなかった場合は、漏れが非常に小さくて、このテストでは検出できなかった可能性があります。電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング/接続を調べます。

これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## スプリット/スプリットレス注入口の漏れを直す

注入口の圧力リークテストが失敗したら、次を確認します。

- 検査で使用したキャップ/プラグを調べて、それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
- メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
- セプタムナットが締まっているか確認します。
- セプタムをチェックします。古かったり、損傷をしていたりする場合は交換します。
- インサートアセンブリの取り付けを確認します。
- ライナーとライナーの O-リングを確認します。
- ゴールドシールを交換した場合は、正しく取り付けられていることを確認します。
- 検査中は、必ず注入口の温度を一定に保ちます。

## マルチモードの注入口のリークを調べる

この手順では、マルチモード注入口で漏れないか調べ、これを解決する方法を説明します。注入口の現象に応じて、以下の手順に従ってください。

### 圧力設定値に達することができない

マルチモード EPC 注入口がその圧力設定値に達していないと、GC は「ノットレディ」になります。注入口が加圧もコントロールもできない場合、GC は約 5.5 分後にシャットダウンします。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング/部品に漏れないか調べます。

- 1 GC のガスが十分な圧力で供給されていることを確認し（「GC、GC/MS、および ALS 設置準備ガイド」を参照）、ガス供給に漏れないことを確認します（117 ページの「**外部にリークがないか調べる**」を参照）。注入口には、メソッドで使用する最大圧力より 10 psi（70 kPa）高い圧力が必要です。
  - 0 ~ 100 psi（0 ~ 690 kPa）の注入口では最大 120 psi（827 kPa）
  - 0 ~ 150 psi（0 ~ 1,034 kPa）の注入口では最大 170 psi（1,170 kPa）
- 2 トータルフローの設定を確認します。トータルフローは、分析の間中注入口の圧力が保たれるように、十分高く設定します。大径のカラムでは、より高い流量が必要です。通常は、50 mL/min で十分です。トータルフローを増やすには、次の手順を行います。
  - スプリットモードの場合は、スプリット比を増やします。
  - スプリットレスモードの場合は、ページ流量を増やします。
- 3 親指（またはセプタム）をスプリットの排気ベントにかざします。注入口圧力が設定値まで上昇を始める場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。注入口圧力が設定値まで上昇を始めた場合は、注入口フローモジュールのスプリットベントのプロポーショナルバルブを**交換**します。圧力が低いままなら次のステップに進みます。
- 4 注入口リーク検査を実行します。「**注入口のリーク検査を実行する**」を参照してください。トータルフローにより、漏れの規模がわかります。次のフィッティングを検査/締め付けている間、トータルフローを監視します。
  - セプタムナット
  - カラム
  - スプリットベントトラップ/O-リング
  - ライナー /O-リング
  - 注入口本体とスプリットベントラインの接続
  - フローマニフォールドのフローブロックフィッティング

または、電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング/接続を調べます。

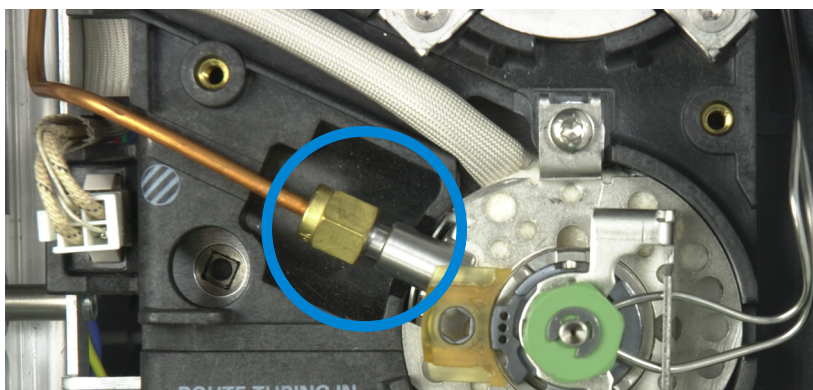
これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

上記のチェックで問題が解決しない場合、次のステップに進みます。

### 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いて、やけどの恐れがあります。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。

- 5 注入口温度を**オフ**にし、注入口を冷却します。
- 6 注入口を**スプリットモード**にします。
- 7 注入口圧力を 25 psi に、トータルフローを 400 mL/min に設定します。
- 8 インサートウェルドメントを取り外し、下側の開口部をセプタムでしっかりとふさぎます。
  - トータルフローが 0 mL/min に向かって減少し、圧力が設定値に向かって上昇する場合、インサートウェルドメント、その配管、およびフローモジュールとの接続には漏れはありません。漏れは注入口本体またはスプリットベントのどこかにあります。**ステップ 9**に進みます。
  - 圧力が低いままで、トータルフローが非常に大きい場合は、電子式リークディテクタを使用して、セプタムの内部および周囲の漏れ、注入口ウェルドメント配管のひび（キャリアガスラインおよびセプタムパージライン）、およびフローモジュールとの間の配管接続の漏れをチェックします。**ステップ 9**に進みます。
- 9 インサートウェルドメントおよび関連する配管の漏れをチェックします。
  - a セプタムをチェックします。
  - b インサートウェルドメントの配管のひびをチェックします。漏れがある場合は、インサートウェルドメントを交換します。
  - c フローモジュールとの接続部分の漏れをチェックします。漏れがある場合は、締め直します。それでも漏れがある場合は、O-リングを交換します。新しい O-リングを装着する前に、必ずシーリング面を清掃します。



- d スプリットベントトラップをチェックします。フィルタカートリッジの O-リングが正しく取り付けられ、刻み付きナットがしっかり固定されていることを確認します。
- 10 問題が解決したら、注入口の圧力リークテストを実行します。

## 感度低下または再現性の低下

マルチモード EPC 注入口の小さな漏れでも、感度低下または再現性低下の原因になることがあります。以下の手順で、小さな漏れを調べ、特定します。

最近メンテナンスを行った場合は、最初に、扱ったすべてのフィッティング/部品に漏れがないか調べます。

- 1 注入口の圧カリークテストを行います。テストに問題がなければ、注入口には漏れがないとみなして、感度低下または再現性低下を引き起こしている可能性があるその他の原因を調べます。
- 2 圧カリークテストに失敗したら、注入口をスプリットレスモードに設定します。カラム流量を 3 mL/min、セプタムパージ流量を 3 mL/min、パージ流量を 50 mL/min に設定します。を押します。注入口のトータルフローをモニタします。トータルフローが 6 mL/min より大幅に大きい場合は、次のフィッティングを確認し、締めます。
  - セプタムナット
  - カラム
  - スプリットベントトラップ
  - ライナー /O-リング
  - 注入口本体とスプリットベントラインの接続
  - フローマニフォールドのフローブロックフィッティング問題が解消しない場合は、漏れはごくわずかです。
- 3 電子式リークディテクタを使用して、これらのフィッティング/接続を調べます。  
これらを調べても問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## マルチモード注入口の漏れを直す

注入口の圧力リークテストが失敗したら、次を確認します。

- 検査で使用したキャップ/プラグを調べて、それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
- メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
- セプタムナットが締まっているか確認します。
- セプタムをチェックします。古かったり、損傷をしていたりする場合は交換します。
- インサートアセンブリの取り付けを確認します。
- ライナーとライナーの O-リングを確認します。
- 検査中は、必ず注入口の温度を一定に保ちます。

## パージ付きパッキド注入口の圧力リークテストを実行する場合

注入口圧力リークテストを使用して、パージ付きパッキド注入口に漏れがあるか判断します。

テストが失敗したら、以下の手順を実行します。

- セプタムナット/Merlin キャップを締めます。
- セプタムまたは Merlin マイクロシールを交換します。
- トップインサートウェルドメントを締めます。ライナーを交換します。
- O-リングを交換し、カラムアダプタの接続を締めます。必要に応じて再度取り付けます。
- カラムフィッティングとセプタムパージのキャップに詰まりがないか調べます。

## ページ付きパッキド注入口の漏れを直す

- 1 注入口のリークテストが失敗したら、次を確認します。
  - 検査で使用したキャップ/プラグを調べて、それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
  - メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
  - セプタムナットが締まっているか確認します。
  - セプタムをチェックします。古かったり、損傷をしていたりする場合は交換します。
  - トップインサートウェルドメントが堅く取り付けられていることを確認します。
  - O-リングを交換します。
  - ガラスインサートも確認します。
  - アダプタのフェラルシールを交換します。
  - 検査中は、必ず注入口の温度を一定に保ちます。
- 2 これらの項目で問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## クールオンカラム注入口の漏れを直す

注入口の圧力リークテストが失敗したら、次を確認します。

- 検査で使用したキャップ/プラグを調べて、それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
- メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
- セブタムナットまたはクーリングタワーアセンブリが締まっていることを確認します。
- セブタムをチェックします。古かったり、損傷をしていたりする場合は交換します。
- 検査中は、必ず注入口の温度を一定に保ちます。

これらの項目で問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## PTV 注入口の漏れを直す

注入口の圧力リークテストが失敗したら、次を確認します。

- 検査で使用したキャップ/プラグを調べて、それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
- メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
- セプタムヘッドを使用している場合は、セプタムナットが締まっていることを確認します。
- セプタムヘッドを使用している場合は、セプタムを確認します。古かったり、損傷をしていたりする場合は交換します。
- セプタムレスヘッドまたはセプタムヘッドのアセンブリが堅く取り付けられていることを確認します。
- ライナーと Graphpak 3D フェラルを交換します。
- 注入口本体への Graphpak アダプタシールを確認します。シルバースीलを交換し、必要に応じてアダプタを再度取り付けます。
- セプタムレスヘッドを使用している場合は、ガイドキャップの周りに漏れがあるかどうかを確認します。ガイドキャップの PTFE フェラルを交換します。
- スプリットベントトラップの漏れを確認します。必要に応じて締めます。スプリットベントトラップフィルタおよび O-リングを交換します。
- 検査中は、必ず注入口の温度を一定に保ちます。

これらの項目で問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

## VI の漏れを直す

注入口の圧力リークテストが失敗したら、次を確認します。

- 検査で使用したキャップとプラグ。それぞれが正しく、堅く取り付けられていることを確認します。
- メンテナンス後にリークテストを実施した場合、メンテナンス中に操作した部品が適切に取り付けられていることを確認します。
- スプリットベントおよびインターフェイスの圧力検出接続部。
- インターフェイスへのサンプラの接続部。
- サンプラ。

これらの項目で問題が解決しない場合は、Agilent カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。



|                           |     |
|---------------------------|-----|
| カラム流量の測定                  | 138 |
| スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定   | 141 |
| 検出器流量の測定                  | 143 |
| GC セルフテストの実行              | 146 |
| スプリットベントラインの背圧を確認またはモニタする | 147 |
| スプリットベント抵抗テストを実行する        | 148 |
| FID 点火オフセットの調整            | 149 |
| FID フレーム点火の確認             | 150 |
| 点火シーケンス時の FID イグナイタ機能の確認  | 151 |
| FID オフセット値の測定             | 152 |
| FID ベースラインシグナルの測定         | 153 |
| FID ノイズの原因を特定する           | 154 |
| NPD オフセット値の測定             | 155 |
| FID ジェットの詰まりを調べる          | 156 |
| NPD ジェットの詰まりを調べる          | 157 |
| NPD ビードの点火の確認             | 158 |
| FPD+ フレームの点火を確認する         | 159 |
| FPD+ 点火オフセットを調整する         | 160 |
| ガストラップを交換する時期             | 161 |
| デバイスのレディ状態を無視する           | 162 |

## カラム流量の測定

### FID、TCD、ECD、および FPD+ のカラム流量の測定

FID、TCD、ECD、または FPD+ でカラム流量を測定するには、以下の手順を使用します。

#### 警告

水素 (H<sub>2</sub>) 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いて、やけどの恐れがあります。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 以下の部品を準備します。
  - 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でキャリブレーションされているデジタル流量計
- 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 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

FPD+ の場合は、FPD+ のベントチューブから延びているプラスチック製チューブを取り外し、流量計を直接 FPD+ ベントチューブに接続します。必要に応じて、検出器のベントチューブと流量計チューブの間に 1/4 インチのチューブアダプタを使用します。



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 以下の部品を準備します。
  - 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でキャリブレーションされているデジタル流量計
- 2 ビードをオフにします。
  - 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いて、やけどの恐れがあります。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安全な場所に保管します。
- 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インサートの上に配置し、流量測定を開始します。

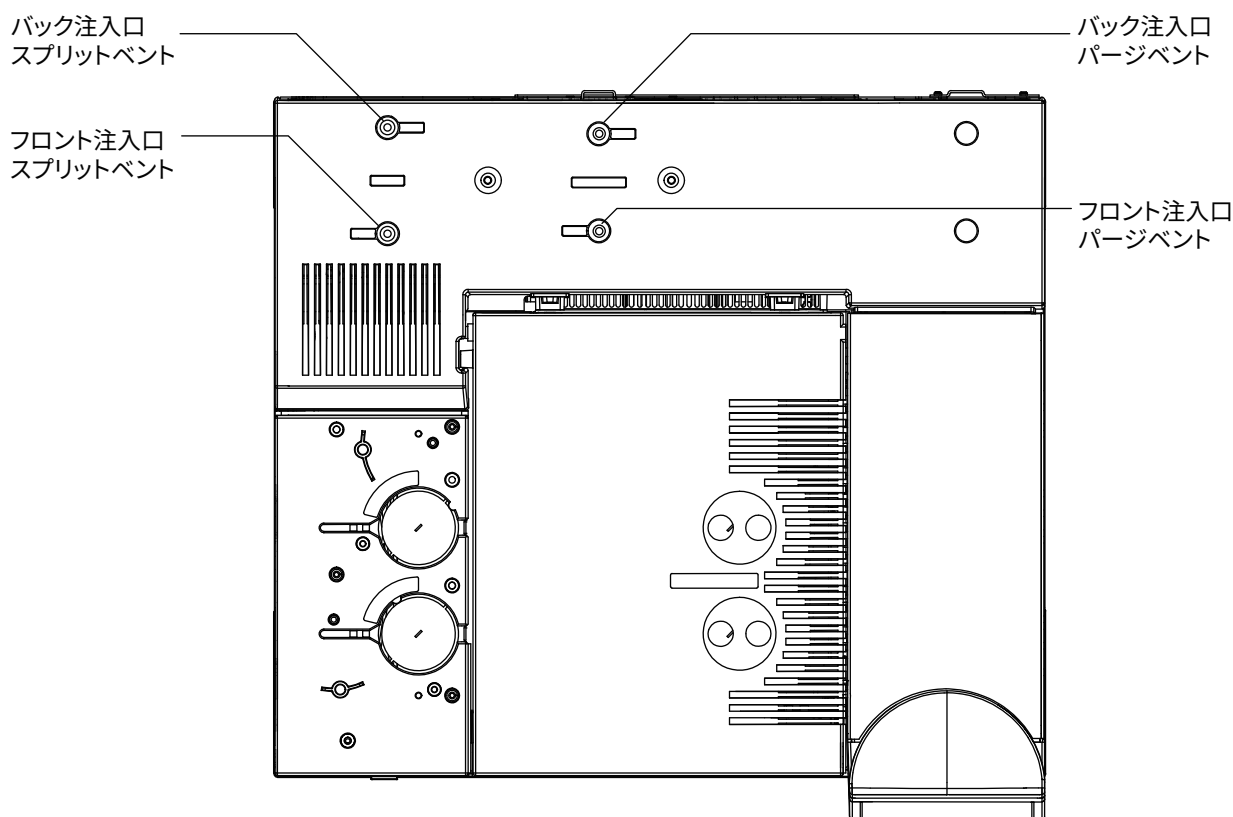
## スプリットベントまたはセプタムパージ流量の測定

GC に表示される流量は、25 °C、1 気圧でキャリブレーションされています。流量計の結果をこれにあわせて修正してください。

### 警告

水素 (H<sub>2</sub>) 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。ベントには 1/8 インチ Swagelok フィッティングが使用されています。以下に示したように 1/8 インチチューブアダプタを製作して使用し、1/8 インチフィッティングを 1/8 インチ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のねじ山付近からの漏れを防ぐことができます。



- セブタムパーズは 1/8 インチの配管です。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

検出器、特にフレイムのある検出器が正しく機能するには、正確な流量測定が必要です。次のような原因で誤った流量が測定されます。

- 供給ラインの抵抗。これにより GC 画面に **Not Ready (ノットレディ)** メッセージが表示されます (すべての検出器)。
- カラムまたはカラムアダプタフィッティングの漏れ (すべての検出器)
- ジェットの詰まり (FID、NPD)
- バーナーチャンバ、ウィンドウシール、またはイグナイタシールでの漏れ (FPD+)
- ゼロ調整する必要がある圧力センサー
- 正しく動作していない EPC バルブ

問題を特定するには、**1つのガスの経路**での流量を、実際の流量と比較します。

### FID、TCD、ECD、および FPD+ 流量の測定

#### 警告

水素 (H<sub>2</sub>) 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。

- 1 以下の部品を準備します。
  - 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でキャリブレーションされているデジタル流量計

#### 注意

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 カラムの流量と圧力をオフにします。
- 4 検知器のガスをすべて止めます。
- 5 FID のフレイム、FPD+ のフレイム、または TCD のフィラメントをオフにします (該当する場合)。
- 6 検出器を冷却します。
- 7 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。

## 8 トラブルシューティング作業

ゴム製アダプタチューブは 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。



FPD+ の場合は、FPD+ のベントチューブから延びているプラスチック製チューブを取り外し、流量計を直接 FPD+ ベントチューブに接続します。必要に応じて、検出器のベントチューブと流量計チューブの間に 1/4 インチのチューブアダプタを使用します。



- 8 流量計アダプタに流量計を取り付けます。
- 9 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 以下の部品を準備します。
  - 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でキャリブレーションされているデジタル流量計
- 2 ビードをオフにします。
  - 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いて、やけどの恐れがあります。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安全な場所に保管します。
- 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インサートの上に配置し、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。

## スプリットベントラインの背圧を確認またはモニタする

Agilent では、スプリット/スプリットレス、マルチモード、PTV、VI 注入口のスプリットベントトラップおよびラインの背圧を測定するビルトインテストを提供しています。テストでは、スプリットベント流路で、ユーザーが選択した指定された流量における圧力の増加を測定します。この流量には、使用しているメソッドの**スプリット流量**設定値や、「一般的な」値と比較するために Agilent が使用するデフォルトの 400 mL/min などを設定できます。

汚染のないシステムでこのテストを実行することにより、良好時のスプリットベントラインの背圧として使用できる参照データを得ることができます。また、定期的に再度テストを実行して、トラップを交換しなくてもクロマトグラフィに影響がないかどうか判断できます。

テストにより測定される圧力は、次の条件により異なります。

- 取り付けられているライナー
- 使用する流量

そのため、測定される実際の値は、設定値および各 GC によりさまざまです。

テストにより、以下の内容が確認されます。

- ライナーの抵抗
- ゴールドシールの汚染（スプリット/スプリットレス注入口のみ）
- スプリットベントラインの抵抗。スプリットベントラインおよびトラップの、凝縮されたサンプルによる汚染など

テストにより、取り付けられているハードウェアの適合性も測定できます。使用しているメソッドの設定値およびハードウェアを使用してテストを実行します。測定されたテスト圧力が必要なカラムヘッド圧力に近ければ、スプリットベントラインに少しでも抵抗があると GC がノットレディになる原因になる可能性があります。別のライナーを取り付けるか、またはメソッドを調整します（スプリットレスライナーの場合は、最初にライナーの再取り付けを試みます。スプリットレスライナーによる背圧はスプリットライナーによる背圧よりも高くなるため、ヘッド圧が低い場合はわずかな位置の違いにより異なる結果になる場合があります）。

## スプリットベント抵抗テストを実行する

このテストには次のものが必要な場合があります。

- 穴なしフェラル（5020-8294）およびカラムナット（5181-8130）、またはキャピラリカラムプラグナット（5020-8294）。
- 1/4 インチスパナ

耐熱手袋（注入口が高温の場合）

LUI から以下の手順を実行します。

- 1 **【診断】 > 【診断テスト】 > 【注入口】** を選択します。
- 2 **【スプリットベント抵抗テスト】** を選択します。
- 3 LUI に表示される指示に従います。

## FID 点火オフセットの調整

FID の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    **【Settings (設定)】** > **【Configuration (コンフィグレーション)】** > **【Detector (検出器)】** を選択します。
- 2    **【点火オフセット】** をタップしてキーパッドを表示します。キーパッドを使用して値を入力します。
- 3    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。
- 4    **【適用】** を選択して変更を保存します。

## FID フレーン点火の確認

キャッスルの上に鏡などをかざして FID フレーン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、フレーン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。

フレーンが点火しない場合は、以下の手順を実行します。

- 検出器の温度が 150 °C より高いことを確認します。Agilent では、300 °C 以上で FID を使用することを推奨しています。
- 正しい検出器流量であることを確認します。
- ジェットに汚染がないか検査します。
- ジェットが正しく取り付けられていることを確認します。
- カラム接続部の漏れをチェックします。

## 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。FID の水素炎は見えません。

- 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。

## FID オフセット値の測定

- 1 分析メソッドを読み込みます。
  - ガス流量が点火条件を満たしていることを確認します。
  - 検出器を通常のメソッド条件温度または 300 °C まで加熱します。
- 2 FID フレームをオフにします。
- 3 FID エレクトロメータがオンになっていることを確認します。
- 4 **【メソッド】** > **【検出器】** を選択し、**【検出器詳細】** が表示されるまでスクロールします。
- 5 出力が 1.0 pA 未満で安定していることを確認します。

出力が不安定な場合、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、チェックアウト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   **【メソッド】** > **【検出器】** を選択し、**【検出器詳細】** が表示されるまでスクロールします。
- 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。

## FID ノイズの原因を特定する

FID ノイズは、機械的、電氣的、また化学的要素により発生します。FID ノイズは、主観的パラメータです。多くの場合、FID ベースラインノイズは、問題にしている検知器の今までの状況、または実験室にある他の検出器との比較により認識されます。ノイズを正しく診断するため、既知の基準に照らし合わせた文書通りの条件下で検出器のノイズを評価することが重要です。ノイズについての詳細は、51 ページの「**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**」を参照してください。

検出器をトラブルシューティングする前に、お使いの Agilent データシステムを利用してノイズテストを実行します。検出器がノイズテストに不合格の場合は、次のように原因をトラブルシューティングします。

FID ノイズの原因を特定するには

- 1 ノイズテストに失敗したら、カラムを取り外し、FID を密栓し再点火した状態で、水素/エアールおよびメークアップの検出器ガスのみを使用して、検出器ノイズを再度評価します。これに合格したら、カラム/キャリアガスの汚染が疑われます。
- 2 カラムを取り付けない状態でテストに失敗したら、水素とエアールのみで、メークアップ流量は「オフ」に設定してノイズテストを繰り返します。これで問題がなければ、メークアップガスの汚染が疑われます。
- 3 さらにノイズテストが失敗したら、「**FID オフセット値の測定**」を参照してください。
- 4 リークテストに失敗したら、コレクタおよび PTFE インシュレータ、インターコネクトスプリング、FID エレクトロメータアセンブリ全体を交換またはクリーニングします。
- 5 リーク電流テストに問題がなければ、特に点火時の検出器のバックグラウンドが 20 pA より大きい場合、ジェット汚染か、検出器の水素またはエアールの供給ガス（ガス、配管、トラップ）の汚染が疑われます。

## 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 オフセット調整】** を **【オフ】** に設定し、ビードをオフにします。
  - NPD を分析条件の温度で放置します。
  - 流量はオンまたはオフのままにします。
- 3 **【メソッド】** > **【検出器】** を選択し、**【検出器詳細】** が表示されるまでスクロールします。
- 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 出力が徐々に 0.0 pA まで低下し、0.1 ～ 0.3 pA で安定すれば正常です。電流が 2.0 pA を超える場合、問題があることを示します。

## FID ジェットの詰まりを調べる

FID の点火に問題がある場合のもっとも一般的な原因は、ジェットまたはジェットの一部の詰まりです。ジェットが完全に詰まっているわけではなくフレームがまだ点火する場合、二次的現象としてピークリテンションタイムが伸びます。ジェットの詰まりは、膜厚/高ブリードカラム、またはパックドカラムを使用する高温のアプリケーションで頻繁に発生します。カラムオープンカラムはカラムの温度制限内で操作し、FID は GC メソッドのオープン最高温度より少なくとも 20 °C 以上高温で操作するのが最良の方法です。FID ジェットが詰まり始めると、H<sub>2</sub>、メイクアップ、およびキャピラリの実際のキャリアガス流量が GC が示す値より低くなります。

FID ジェットの詰まりを調べるには

- 1    カラムは FID に取り付けたまにします。すでに取り外されている場合は、オープン内の検出器カラムフィッティングのキャップを外します（カラムを取り付けたままにしておくと、カラムの取り付け位置が高すぎてオリフィスが詰まっているのかどうか、調べることができます）。
- 2    メイクアップ流量を「オフ」にします。実際のメイクアップ流量を示す GC 画面の表示が 0.0 mL/min であることを確認します。0.0 ではない場合は、操作マニュアルの「EPC モジュールの圧力センサーをゼロ調整する」の手順に従います。
- 3    水素流量を 75 mL/minute に設定します（この流量設定に達するため必要に応じて H<sub>2</sub> の供給圧力を増やします）。
- 4    メイクアップ流量の「実際の」表示を監視します。

メイクアップ流量が 1.0 mL/min を超える値を示す場合、ジェットまたはジェットの一部が詰まっていることを表します。水素が EPC モジュールのメイクアップ経路に逆流して圧力がかかり、メイクアップ経路の流量表示に誤りが出るためです。

または、ジェットをハウジングから取り外し、光源にかざします。ジェットの穴に汚染がないか調べます。詰まっている場合、ジェットを交換します。

## NPD ジェットの詰まりを調べる

検出器の EPC モジュールでは、決められた抵抗に対するガス圧力の較正を維持してフローをコントロールします。ジェットが詰まると、流量表示が不正確になります。

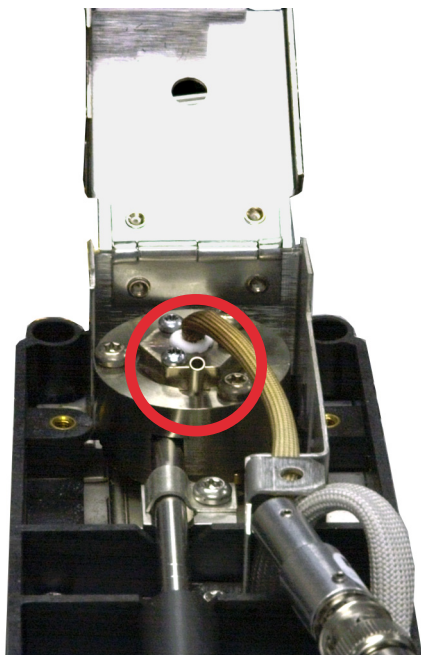
NPD ジェットの詰まりを調べるには、水素およびメークアップの実際の流量を測定します（「**NPD 流量の測定**」を参照）。表示されている値より流量が低い場合は、ジェットを交換します。

## 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、やけどの恐れがあります。

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。

## FPD+ フレームの点火を確認する

FPD+ フレームが点火していることを確認するには、以下の手順を実行します。

- 1 検出器ベントからプラスチック製ベントチューブを取り外します。
- 2 アルミ製排気チューブ付近に鏡または反射面をかざします。水蒸気でくもりが生じていれば、フレームが点火していることを意味します。

## FPD+ 点火オフセットを調整する

FPD+ の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 **【Settings (設定)】** > **【Configuration (コンフィグレーション)】** > **【Detector (検出器)】** を選択します。
- 2 **【点火オフセット】** をタップしてキーパッドを表示します。キーパッドを使用して値を入力します。
- 3 点火オフセットは 2.0 pA 未満か、または FPD+ 点火後の通常のシグナル値よりも低い値を設定します。
- 4 **【適用】** を選択して変更を保存します。

## ガストラップを交換する時期

Agilent では、不純物が GC システムに混入し、汚染したりカラムを破損しないように、ガスラインではトラップを使用することを強くお勧めします。トラップには、酸素や水蒸気、または炭化水素などを取り除くことだけを目的にしたものもありますが、コンビネーショントラップはすべての汚染を取り除きます。

トラップを交換する時期を知る最良の方法は、指示トラップを使用することです。これは、高容量トラップの後に設置します。Agilent では、ガスクリーンフィルタシステムなどのガラス製指示トラップの使用をお勧めします。ガラス製トラップの透明なチューブなら、汚染に反応した色の変化をはっきり見ることができます。この色の変化により、トラップを交換する時期がわかります。

指示トラップを使用していない場合は、製造元が推奨する交換頻度に従います。通常製造元は、あるトラップが純化できるガスボンベの数を指定しています。場合により、簡単な計算を行ってトラップの交換時期を見積もることができます。標準の「K」サイズボンベに、純度 99.995% の He が 7,800 L 入っています。残りの 0.005% が酸素であるという最悪のシナリオの場合、39 mL または約 56 mg の O<sub>2</sub> がタンク内にあることになります。たとえば Agilent の OT3 酸素トラップは、600 mg O<sub>2</sub> の容量があります。つまり、OT3 トラップは 10 ボンベごとに交換の必要があります。これは大まかな見積もりにすぎません。トラップの交換が遅れないよう早めに行うように心がけてください。

## デバイスのレディ状態を無視する

デフォルトでは、GC はコンフィグレーションされているすべてのデバイス（注入口、検出器、バルブボックスヒーター、バルブ、オープンヒーター、EPC モジュールなど）のステータスを監視し、それらがすべて設定値に達するとレディになります。これらのデバイスのいずれかに問題があることを検知すると、GC はレディにならないか、またはシャットダウン状態になって、GC を保護し、または安全上の問題を防ぎます。ただし、場合によっては、デバイスがレディ状態にならなくても分析を開始したいことがあります。たとえば、注入口または検出器ヒーターに不具合があるような場合です。通常、このようなエラーがあれば GC はレディにならず、分析も開始されませんが、GC がこの問題を無視するように設定すれば、デバイスの修理が完了する前でも他の注入口や検出器を使用することができます。

すべてのデバイスを無視できるわけではありません。レディ状態を無視できるのは、検出器、EPC または EPR モジュール、オープンです。他のデバイスまたはコンポーネント（スイッチングバルブやオートサンプラのような注入デバイスなど）のレディ状態を無視することはできません。

デバイスの状態を無視するには、次の手順を実行します。

- 1 該当するデバイスのヒーターやガス流量をオフにします（安全上の問題がないことを確認してください）。
- 2 **[Settings (設定)] > [Configuration (コンフィグレーション)]** を選択し、デバイスを選択します。
- 3 **[レディ状態]** フィールドで **[有効]** チェックボックスをオフにします。

これで、デバイスを修理する前でも GC を利用することができます。

### 注意

もし設定値に到達しなくてもよい場合を除いては、使用するデバイスのレディ状態は無視しないようにしてください。

故障したデバイスの修理が完了したら、必ず **[レディ無視]** を **[無効]** に戻してください。戻さないと、このデバイスを分析に使用している場合でも、デバイスの状態（温度、流量、圧力など）が無視され続けます。

デバイスのレディ状態を調べるには、**[レディ無視]** を **[無効]** に設定します。