

Agilent 6890N
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. 2007

本書または本書の一部は、米国および国際的な著作権に関する法律の定めるとおり、いかなる形式またはいかなる手段によっても（電子的な保管や検索または外国語への翻訳を含めて）、Agilent Technologies, Inc. による事前の契約および書面による同意なしに複製することを禁じられています。

マニュアル製品番号

G1530-96011

版

2007 年 2 月

Printed in USA

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

保証

このマニュアルに記載されている内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、以後の改定版では通知なしに変更されることがあります。また、適用法が許容する最大限の範囲において、Agilent はこのマニュアルおよびこのマニュアルに記載されているすべての情報に関し、商品性や特定用途への適合性についての黙示保障など、明示または黙示を問わず、一切の保証はいたしません。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、使用または行使に関連して生じた過失、あるいは付随的損害または間接的損害に対し、責任を負わないものとします。このマニュアルに記載されている要素に関して保証条件付きの書面による合意が Agilent とお客様との間に別途にあり、その内容がここに記載されている条件と矛盾する場合、別途に合意された保証条件が優先されるものとします。

安全上の注意

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行または遵守しないと、この製品が破損したり、重要なデータを損失したりする可能性のある操作手順や操作法などに注意を促すマークです。注意の部分でいったん作業をやめ、記載されている条件を完全に理解し、すべてを満たすまでは、先に進まないでください。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行または遵守しないと、怪我または死亡につながる可能性のある操作手順や操作などに注意を促すマークです。警告の部分でいったん作業をやめ、記載されている条件を完全に理解してすべて満たすまでは、先に進まないでください。

目次

1 概念と通常の作業

概念	8
このマニュアルを使用してトラブルシューティングを行う方法	8
[Status] キー	8
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	9
カラムのコンフィグレーション	9
オートサンブラのコンフィグレーション	9
ガスのコンフィグレーション	9
修理の問い合わせをする前に	10

2 ハードウェアに関する現象

プランジャエラー	12
ALS によるバイアルの不適切な取り扱い	13
注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる	14
FID が点火しない	15
点火シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	16
FPD が点火しない	17
NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する	18

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	20
ピーク面積の再現性が悪い	21
汚染またはキャリーオーバー	22
供給源の特定	22
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	22
予想よりもピークが大きい	24
ピークが表示されない / ピークが出ない	25
表 1. 検出器のトラブルシューティング	25
オープン温度プログラム時のベースライン上昇	26
ピークの分離度が低い	27

ピークテーリング	28
NPD	28
ピークの沸点または分子量の識別力の低下	30
任意の検出器、注入口におけるスプリットモードでの操作	30
任意の検出器、注入口におけるスプリットレスモードでの操作	30
注入口でのサンプル分解 / ピーク欠落	31
ピークのリーディング	32
うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ	33
ベースラインのノイズ	33
ベースラインのうねりとドリフト	34
ベースラインスパイク	34
図 1. 周期的スパイク	35
図 2. ランダムスパイク	35
ピーク面積が小さい、または高さが低い	36
分析時に FID フレームが消え、再点火を試みる	38
FID ベースライン出力が 20 pA を超える	39
分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる	40
FPD 出力が高すぎるか、または低すぎる	41
FPD ピーク面積が小さい	42
FPD ピーク幅が大きく、高さが半分	43
FPD ベースライン出力が高い、20 pA 以上	44
NPD 溶媒クエンチング	45
NPD 感度が低い	46
NPD ベースライン出力 > 8 million	47
NPD オフセットの調整プロセスが正しく機能しない	48
NPD の感度が低い	49
TCD でマイナスピークが表示される	50
TCD ベースラインで正弦波減衰のノイズテーリングピークがある (ベースラインでの震動)	51
TCD ピークのテールにマイナスの数値になっているくぼみがある	52

4 GC 準備中に関する現象

GC が準備完了にならない	54
流量が準備完了にならない	55
オープン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い	56

オーブンの温度が上がらない	57
温度が準備完了にならない	58
流量または圧力を設定できない	59
ガスが設定圧力または設定流量に達しない	60
ガスが設定圧力または設定流量を超える	61
注入口の圧力または流量が変動する	62
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	63
カラム流量の測定値が表示流量と異なる	64
FID が点火しない	65
注入シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	66
NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する	67
FPD が点火しない	68

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	70
水素シャットダウン	71
加熱シャットダウン	72

6 GC が正しく動作しない場合

GC がオンにならない	74
GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時）	75
PC が GC と通信できない	76

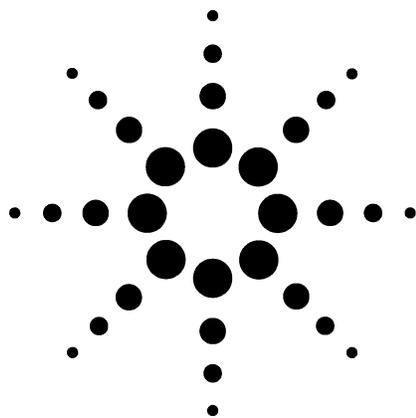
7 リーク検査

リーク検査のヒント	78
外部にリークがないか調べる	79
GC にリークがないか調べる	81
キャピラリー・フロー（マイクロフルイディクス）フィッティングのリーク	82

8 トラブルシューティング作業

カラム流量を測定する	84
FID、TCD、 μ ECD、および FPD のカラム流量の測定	84
NPD カラム流量の測定	85
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	87
検出器流量を測定する	89
FID、TCD、 μ ECD、および FPD 流量の測定	89
NPD 流量の測定	90

GC セルフテストを実行する	92
FID Lit オフセットを調整する	93
FID フレームが点火していることを確認する	94
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する	95
FID 漏れ電流を測定する	96
FID ベースライン出力を測定する	97
NPD 漏れ電流を測定する	98
NPD ビードが点火していることを確認する	99
FPD フレームが点火していることを確認する	100
FPD Lit オフセットを調整する	101



1 概念と通常の作業

概念	8
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	9
修理の問い合わせをする前に	10

概念

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フの出力に関連するエラー、GC Not Ready (準備中) 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 Agilent に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てトラブルシューティングを行う方法

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。

[Status] キー

このトラブルシューティング情報を使用するときは GC キーパッドの **[Status]** キーと **[Info]** キーも使用することを確認します。これらのキーを押すと、GC とそのコンポーネントのステータスに関する役に立つ追加情報が表示されます。

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、クロマトグラフにエラーが発生し、安全上の問題につながる可能性があります。

カラムのコンフィグレーション

カラムを切り取ったり、交換した場合は必ず GC のコンフィグレーションをやり直します。また、カラムのタイプ、長さ、ID、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 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つ ALS の項目には、インジェクタの位置、取り付けられ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。

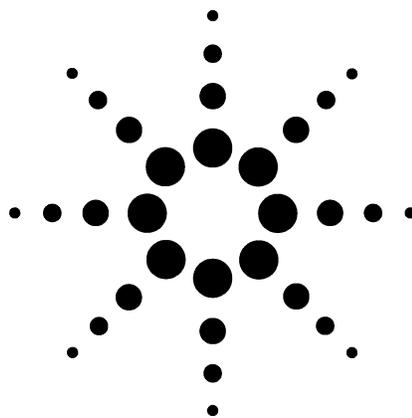
ガスタイプを変更したら、必ず GC のコンフィグレーションをやり直します。実際に配管されているガス以外のガスに合わせて GC をコンフィグレーションすると、流量に誤りが生じます。

修理の問い合わせをする前に

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)
- GC の画面に表示されるメッセージ
- トラブルシューティングテストの実行結果
- **[Status]** キーを押すと、前の **Error (エラー)**、**Not Ready (準備中)**、および **Shutdown (シャットダウン)** メッセージが表示されます。

サービス / サポートの電話番号については、Agilent の Web サイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。



2 ハードウェアに関する現象

プランジャエラー	12
ALS によるバイアルの不適切な取り扱い	13
注入口への注入時にシリンジニードルが曲がる	14
FID が点火しない	15
FPD が点火しない	17
NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する	18



2 ハードウェアに関する現象

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か、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。

ALS によるバイアルの不適切な取り扱い

詳細については、7683B オートサンプラのインストールガイドや操作ガイド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。
- 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。
- 扇状トレイが清潔で、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。

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時は、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、また危険な化学物質が付着していることがあります。

詳細については、7683B オートサンプラのインストールガイドや操作ガイド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残渣があれば取り除きます。
- 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合計長さは約 126.5 mm でなければなりません。

FID が点火しない

- 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。
(「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する」を参照)。
- Lit オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます。
- FID の流量を確認します。水素：空気の比率は点火に大きな影響を与えます。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります
(「検出器流量を測定する」を参照)。
- それでも炎が発火しない場合は、システムに大きなリークがある可能性があります。大きなリーク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（特に FID のカラムフィッティング）にリークがないか詳細に調べます。
- カラムの流量を確認します。
- FID 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 以上)。

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、本体部品を FID チムニーから十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、FID フレームは見えません。

- 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 チムニーを介して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。

テストに不合格だった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

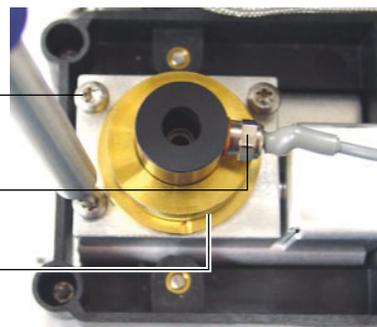
- ・ イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します。
- ・ 検出器の温度が 150 °C 以下に設定されています。Agilent では、300 °C 以上で FID を動作させることを推奨しています。
- ・ イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
 - ・ イグナイタは FID キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていない可能性があります。
 - ・ コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていない可能性があります。
 - ・ FID キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていない可能性があります。

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。

T-20 トルクス ネジ (3)

イグナイタ

刻み付きナット

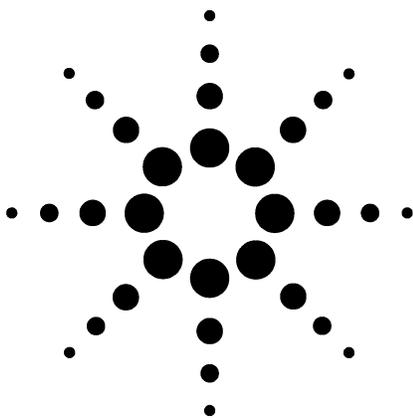


FPD が点火しない

- 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（「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する」を参照）。
- 点火オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます。
- FID の流量を確認します。水素：空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります（「検出器流量を測定する」を参照）。
- それでもフレ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（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。
- カラムの流量を確認します。
- FID 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 以上）。

NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。
- 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。
- システム全体にわたって（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（「リーク検査」を参照）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。



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	20
ピーク面積の再現性が悪い	21
汚染またはキャリーオーバー	22
予想よりもピークが大きい	24
ピークが表示されない / ピークが出ない	25
オープン温度プログラム時のベースライン上昇	26
ピークの分離度が低い	27
ピークテーリング	28
ピークの沸点または分子量の識別力の低下	30
注入口でのサンプル分解 / ピーク欠落	31
ピークのリーディング	32
うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ	33
ピーク面積が小さい、または高さが低い	36
分析時に FID フレームが消え、再点火を試みる	38
FID ベースライン出力が 20 pA を超える	39
分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる	40
FPD 出力が高すぎるか、または低すぎる	41
FPD ピーク面積が小さい	42
FPD ピーク幅が大きく、高さが半分	43
FPD ベースライン出力が高い、20 pA 以上	44
NPD 溶媒クエンチング	45
NPD 感度が低い	46
NPD ベースライン出力 > 8 million	47
NPD オフセットの調整プロセスが正しく機能しない	48
NPD の感度が低い	49
TCD でマイナスピークが表示される	50
TCD ベースラインで正弦波減衰のノイズテーリングピークがある (ベースラインでの震動)	51
TCD ピークのテールにマイナスの数値になっているくぼみがある	52



リテンションタイムの再現性が悪い

- セプタムを交換します。
- 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リークがないか調べます（「リーク検査」を参照）。
- キャリアガスの供給圧力が十分か調べます。GC に加えられる圧力は最終オープン温度で必要とされる注入口最大圧力よりも 40 kPa (10 psi) 以上大きくなければなりません。
- 既知の基準を再現して問題を確認します。
- 注入口に漏れがないか調べます。詳細については、以下のリンク先を参照してください。
 - リーク検査のヒント
- 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調べます)。
- 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。

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 (7683B オートサンプラのインストールガイドや操作ガイドのトラブルシューティングセクションを参照)。
- 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レベルを確認します。
- 既知の基準を再現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 が安定し状態で分析を開始したかを確認します)。

汚染またはキャリーオーバー

出力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。

供給源の特定

- 1 新しく、純粋な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

- ・ セプタムタイプと取り付け状態を確認します。
- ・ 注入口のメンテナンスを完全に行います。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取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- ・ 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目で確認します。
- ・ セプタムパージ流量を確認します。
- ・ ガストラップインジェクタと日付すべてを確認します。
- ・ ガスの純度を確認します。
- ・ 配管とフィッティングに汚染がないか調べます。
- ・ 注入口、カラム、または検出器に汚染がありそうな場合は、焼き出し手順を実行します。
- ・ 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とって十分であることを確認します。
- ・ 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。

- サンプル注入量を確認します。
- Agilent カラムバックフラッシュシステムを取り付けます。

予想よりもピークが大きい

- 実際のカラムの寸法と突き合わせて、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)。
- オートサンプラの注入量を確認します。
- バイアルキャップを確認します。
- 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**二倍の量**を入力します。

ピークが表示されない / ピークが出ない

- ・ 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。
 - ・ タレット / トレイが正しくロードされ、注入がシーケンス外のバイアルでないことを確認します。
 - ・ サンプルがシリンジの中に吸引されることを目で確認します。
- ・ 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（「カラム流量を測定する」を参照）。カラムのメンテナンスを行います。
- ・ 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照）。
- ・ 流量設定を確認してから、検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。

検出器に問題がある場合は、「表 1」を参照してください。

表 1 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"> ・ エレクトロメーターがオンになっていることを確認します。 ・ 炎が灯いていることを確認します。
TCD	<ul style="list-style-type: none"> ・ フィラメントがオンになっていることを確認します。 ・ 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。
NPD、 μ ECD	エレクトロメーター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。
- ・ ガス供給酸素トラップインジケータまたは日付を確認します。
- ・ 溶媒ブラン克蘭を行い、サンプルなしでのベースラインを評価します。
- ・ 「注入なし」のブラン克蘭を行い（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。
- ・ 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。

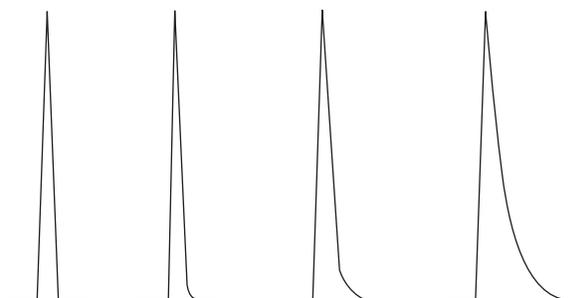
ピークの分離度が低い

- カラム流量を最適な線速度に設定します。
- 注入口には不活性の消耗部品（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取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- 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。



- カラムにひどい汚染がないか調べます。
- カラムの固定相（活性カラム）を調べます。
- カラムが正しく切断され、取り付けられていることを確認します。
- 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。これらのいずれかまたはすべてが汚染されていたり、活性化している可能性があります。
- 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。
- 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。
- 注入方法が適切であることを確認します。
- 注入口温度を確認します。
- システムにデッドボリュー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。
- トランスファラインに低温箇所がないか検査します。

NPD

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、黒の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。白のビードは、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。延長形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の識別力の低下

ピーク沸点または分子量の識別力（注入口識別力）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し、交換します。注入口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、予想されるパフォーマンスが得られているかを判断します。

任意の検出器、注入口におけるスプリットモードでの操作

- ・ ライナータイプを確認します。
- ・ 注入口の温度を上げます。断熱カップが取り付けられ、断熱処理され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。SS、PTV、および VI の項目を参照してください。

任意の検出器、注入口におけるスプリットレスモードでの操作

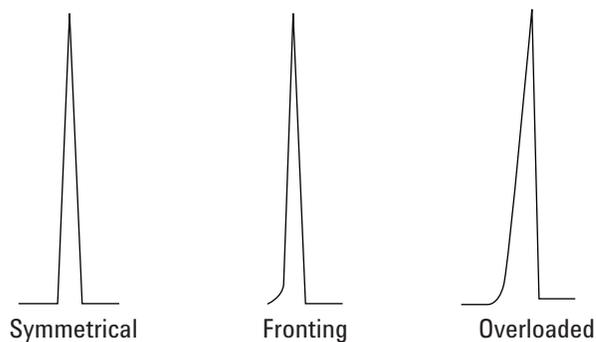
- ・ 注入口に漏れがないか調べます（「リーク検査」を参照）。
- ・ ライナータイプを確認します。
- ・ オープン初期温度が溶媒の沸点より低いことを確認します。
- ・ カラムの切断面の状態と注入口への取り付け状態を確認します。SS、PTV、および VI の項目を参照してください。
- ・ 溶媒の気化容積がライナーの容量を超えないことを確認します。
- ・ 注入口のページ時間が適切かどうか調べます。

注入口でのサンプル分解 / ピーク欠落

- 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。
- メンテナンスを完全に行います。消耗部品をすべて交換し、注入口を焼き出しします。
- Agilent 不活性ライナーを取り付けます (SS、PP、および PTV 注入口)。
- 漏れがないか調べます (「リーク検査」を参照)。
- Agilent ダイレクトコレクトライナーを取り付けます。
- パルスド圧力メソッドを使用して、カラムへのサンプルトランスファ時間を短縮します。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
 - スプリット / スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すには
 - パージ付きパックド注入口から汚染物質を焼き出すには
 - COC 注入口から汚染物質を焼き出すには
 - PTV 注入口から汚染物質を焼き出すには
 - VI 注入口から汚染物質を焼き出すには

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。



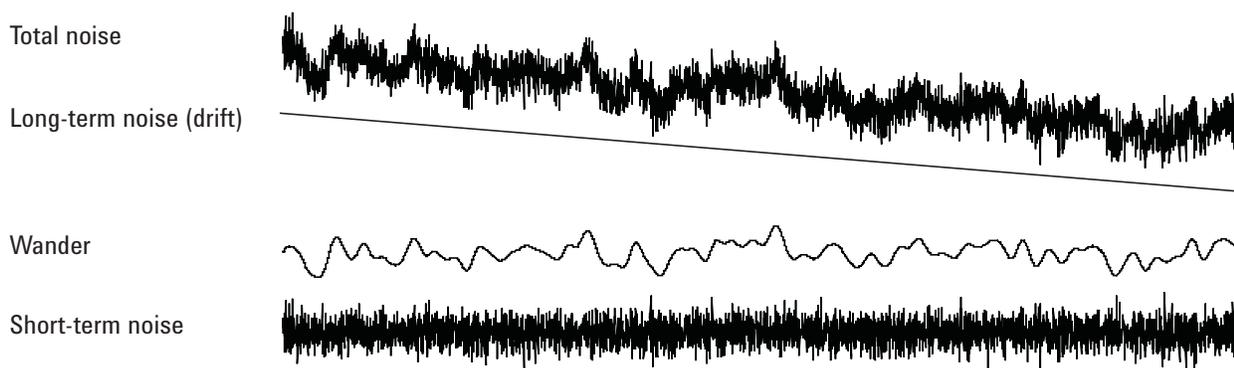
ピークのリーディングまたは過負荷が発生した場合は、以下の手順を実行します。

- 注入量が適切なことを確認します。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。
- 適切な注入方法が使用されていることを確認します。
- キャピラリスプリットレス注入を使用している場合は、注入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。

うねり、ドリフト、およびベースラインスパイクを含む、検出器のノイズ

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。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。



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、検出器の出力が大きい場合は、漏れ、汚染、または電氣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）。
- TCD では、5 Hz でのデータを採取して、確認します。

今まで清潔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。

- システムに加えられた最近の変更を調べます。
- 注入口を焼き出しします。以下を参照してください。
 - スプリット/スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すには
 - パージ付きパックド注入口から汚染物質を焼き出すには
 - COC 注入口から汚染物質を焼き出すには

3 クロマトグラフに関する現象

- ・ PTV 注入口から汚染物質を焼き出すには
- ・ VI 注入口から汚染物質を焼き出すには
- ・ キャリアガスと検出器ガスの純度を確認します。
- ・ 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確認します。

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。

- ・ 検出器に汚染がないか確認します。
- ・ 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。
- ・ 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。

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推奨最高温度を超えている。

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。

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（「リーク検査」を参照）。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。

- ・ カラム補正が使用され、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。
- ・ 運転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。

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。

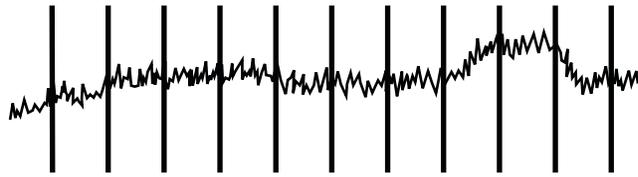


図 1 周期的スパイク

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
- ・ 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

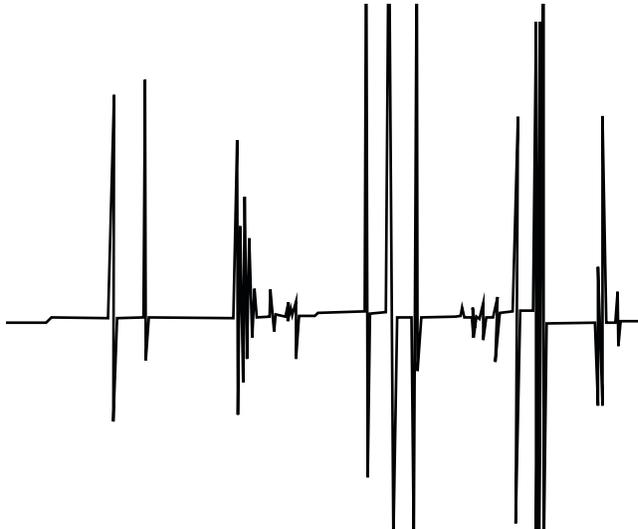


図 2 ランダムスパイク

スパイクとは点在するベースラインの乱れのこと、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。
- ・ 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。
- ・ パックドカラムの取り付け状態を確認します。
- ・ 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。

ピーク面積が小さい、または高さが低い

- ・ スプリットモードで注入口を使用している場合は、スプリット比率を確認します。
- ・ 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照）。
- ・ 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取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- ・ ライナータイプ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。
- ・ 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前回のトラップ交換の日付を確認します。
- ・ メソッドパラメータが正しいことを確認します。
- ・ 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**二倍の量**を入力します。

FID を使用する場合は、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。

μ ECD を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- ・ フューズドシリカライナー（ μ ECD 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 を使用する場合は、以下の手順を実行します。

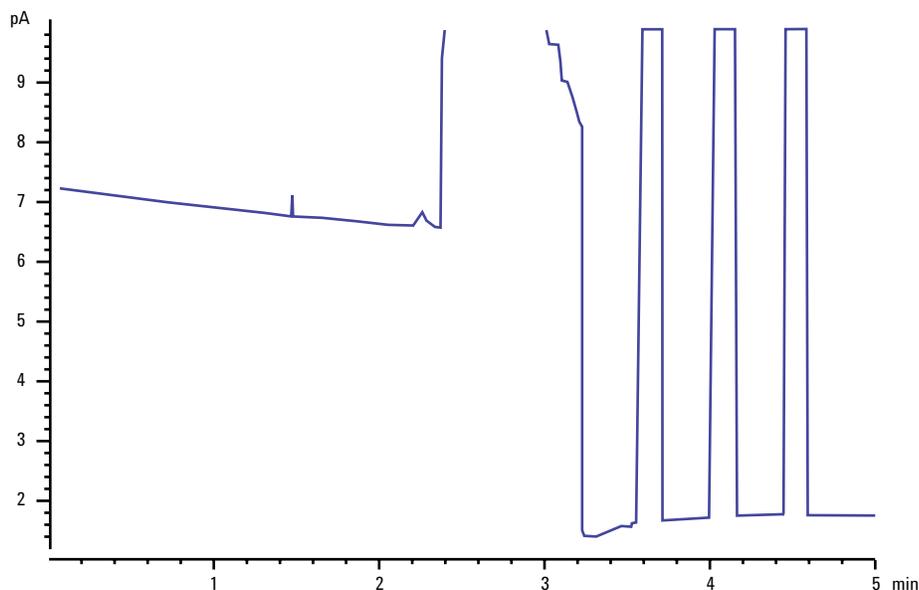
- ・ 検出器に汚染がないか調べます。
- ・ セラミック断熱材を交換します。
- ・ ビードを交換します。

FPD を使用する場合は、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。
- 正しいフィルタが取り付けられ、そのフィルタが清潔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。

分析時に FID フレームが消え、再点火を試みる

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。

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化合物のピークまたは水によるものかどうか目で確認します。
- 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。**Lit オフセット**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 **Lit 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 以下)。
- 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目で見て確認します。
- ジェットの一部分に詰まりがないか調べます。検出器の水素、空気、およびメークアップの実際の流量を測定します (「検出器流量を測定する」を参照)。
- 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 ベースライン出力が 20 pA を超える

- ・ キャリアガスと検出器ガスの供給の純度を確認します。
- ・ カラムにカラムブリードがないか検査します。
- ・ ガス供給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。
- ・ FID 漏れ電流が 2.0 pA 未満であることを確認します（「FID 漏れ電流を測定する」を参照）。

分析時に FPD フレームが消え、再点火を試みる

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）。
- 検出器の温度が 200 °C 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の凝縮された水が検出器に逆流していないことを確認します。凝縮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ベントチューブにたるみがあってはいけません。コンテナでは、チューブの開放端が水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。

- **Lit オフセット**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。
- 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照）。
- 流量設定を確認してから、検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。

FPD 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。

FPD ピーク面積が小さい

- 流量設定を確認してから、検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。
- 注入口のメンテナンスを完全に行います。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取り除き、必要に応じてカラムを反転し、焼き出しします。
- カラムが正しく取り付けられていることを確認します。
- 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 ピーク幅が大きく、高さが半分

FPD で発生するピークの幅が異常に大きく、高さが半分の場合は、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 ベースライン出力が高い、20 pA 以上

- 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完全に行います。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。

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 Off/On 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。
- 空気の流量を 10 mL/min 増やします。
- 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装着します。

NPD 感度が低い

- 注入口のメンテナンスを完全に行います。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。
- 溶媒濃度が高いと、水素 / 空気プラズマが消えます。ビード電圧を上げます。
- 検出器の実際のガス流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。
- ジェットの一部分に詰まりがないか調べます。
- ビードが活性化されていることを確認します。検出器の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で確認します。
- 断熱材 / コレクタを交換します。

NPD ベースライン出力 > 8 million

- コレクタが検出器のハウジングにショートしています。コレクタと断熱材を分解し、もう一度取り付けます。

NPD オフセットの調整プロセス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。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。
- 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。
- システム全体にわたって（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（「リーク検査」を参照）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。
-

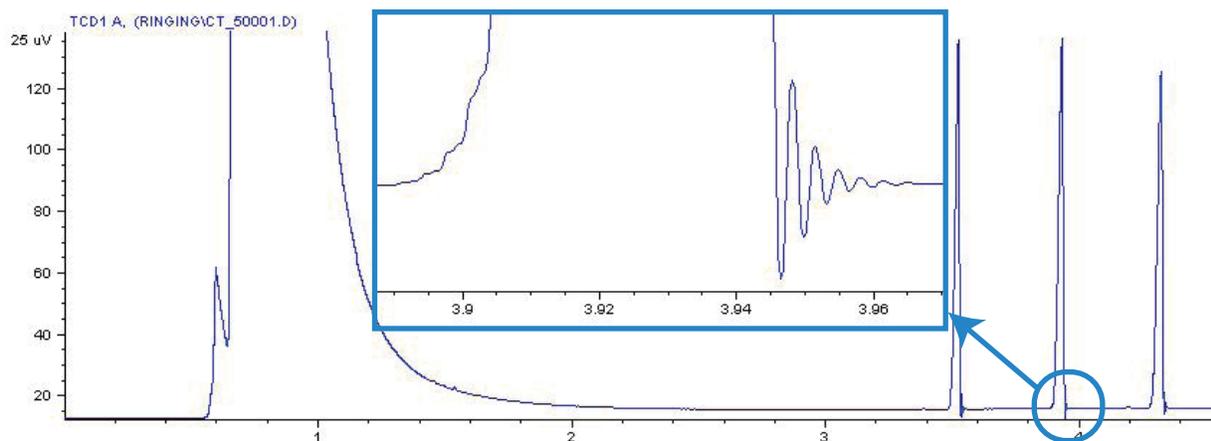
NPD の感度が低い

- 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。
- コレクタと断熱材を交換します。

TCD でマイナスピークが表示される

- 正しいガスタイプを使用し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（「リーク検査」を参照）。
- 検体に対する感度を調べます。
- 流量設定を確認してから、検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。

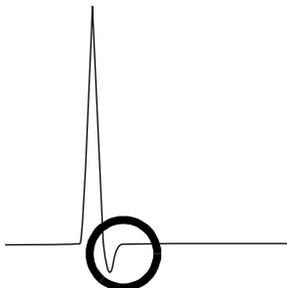
TCD ベースラインで正弦波減衰のノイズテリングピークがある (ベースラインでの震動)



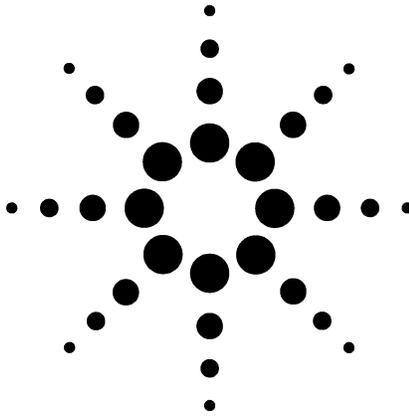
データシステムで誤った取込速度が選択されています。TCD の取込速度は 5 Hz 以下でなければなりません。

3 クロマトグラフに関する現象

TCD ピークのテールにマイナスの数値になっているくぼみがある



- ・ 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（「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。



4 GC 準備中に関する現象

GC が準備完了にならない	54
流量が準備完了にならない	55
オープン温度が下がらない / 下がり方が非常に遅い	56
オープンの温度が上がらない	57
温度が準備完了にならない	58
流量または圧力を設定できない	59
ガスが設定圧力または設定流量に達しない	60
ガスが設定圧力または設定流量を超える	61
注入口の圧力または流量が変動する	62
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	63
カラム流量の測定値が表示流量と異なる	64
FID が点火しない	65
注入シーケンス時に FID イグナイタが点灯しない	66
NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する	67
FPD が点火しない	68

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「準備中 (Not Ready)」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 が準備完了にならない

通常は、流量と温度が設定値に達すると GC が準備完了 (Ready) になります。長時間経過しても GC が準備完了にならない場合は、以下の手順を実行します。

- **[Status]** またはコンポーネントキー (**[Front inlet]** など) を押して、どの設定値または条件が準備完了にならないか確認します。
- 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、**[Prep Run]** を押して注入用の注入の準備をする必要があることもあります。以下を参照してください。
 - スプリットレス注入の前に注入口パージバルブを切り替える。
 - パルスド注入の用意をする。
 - ガスセーバーをオフにする。

[Prep Run] の詳細については、『Agilent 7890A GC Advanced User Guide』を参照してください。

流量が準備完了にならない

ガス流量が準備完了にならない場合は、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。
- 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（「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

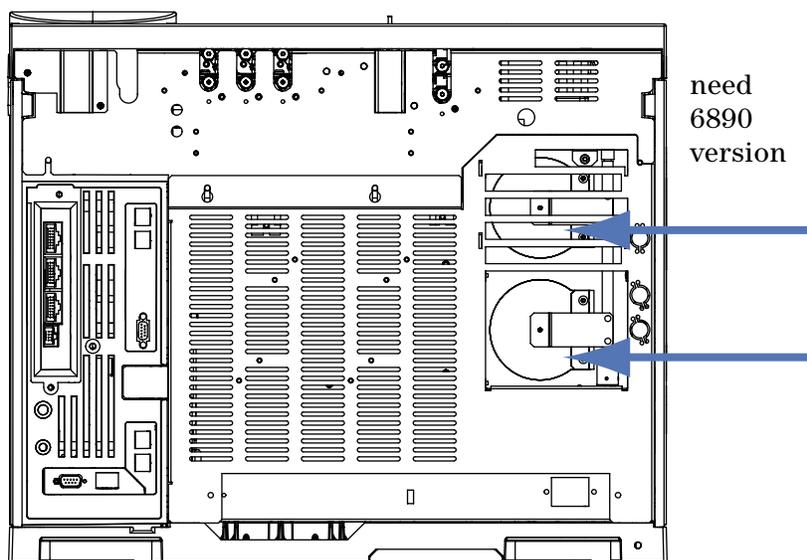
オープンの温度が下がらなかったり、下がり方が非常に遅い場合は、以下の手順を実行します。

警告

GC の後ろ側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 の後ろ側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 カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。



低温冷却を使用する場合は、以下の手順を実行します。

- ・ 冷媒が十分か調べます。
- ・ 動作限界を超えているかどうか調べます。

オープンの温度が上がらない

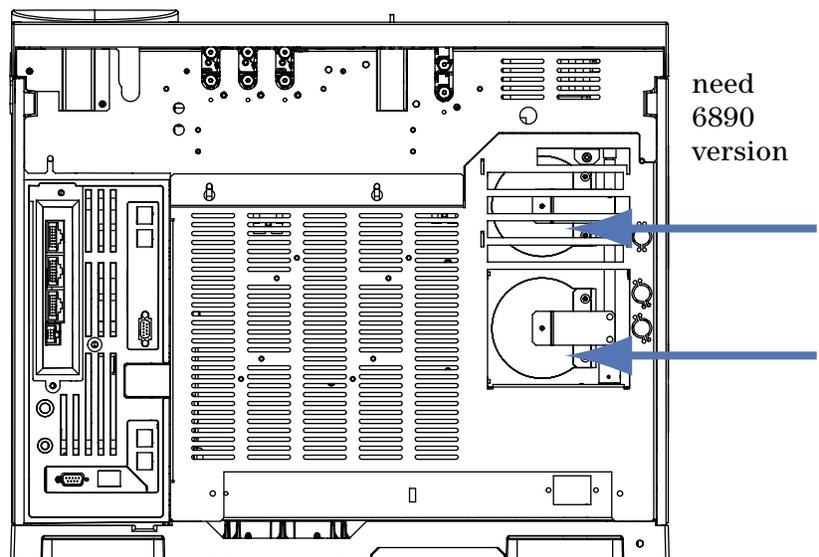
- [Status] を押してエラーがないか調べ、Agilent カスタマコンタクトセンターに報告します。

警告

GC の後ろ側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 オープンの温度現在より 20 °C 以上高い温度にします。
 - 2 GC の後ろ側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 カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。



温度が準備完了にならない

CG が準備完了と見なされるには、30 秒間にわたって温度が設定値の $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ でなければなりません。温度が準備完了にならない場合は、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あるか調べます。
- 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。
- 急速冷却の付いたクールオンカラムまたは PTV 注入口を使用する場合は、以下の手順を実行します。
 - 冷媒レベル（残量）を確認します。
 - 動作限界を超えているかどうか調べます。

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、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。

ページ付きパッキ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。パッキド注入口では、未定義カラムに流量コントロールモードを使用します。
- 流量がオンになっていることを確認します。

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。以下の手順を実行します。

- ガス供給元力が十分か調べます。元力は目的の設定値よりも 10 psi 以上大きくなければなりません。
- 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照）。
- 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。
- カラムの取り付けが不適切でないか調べます。

スプリット / スプリットレス注入口、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、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。
- 正しいライナーが選択されていることを確認します（スプリット / スプリットレスおよび PTV 注入口用）。
- 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用）。

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。

バルブ：

- ローターの取り付け位置が間違っていないか調べます。

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の変動の原因になります。以下の手順を実行します。

- 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。
- 供給ガスの元力が十分か確認します。
- 供給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。
- 漏れをチェックします（「リーク検査」を参照）。
- 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。
- ヘッドスペース、ページ & 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。

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。
- 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。
- 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。
- 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。

FID が点火しない

- 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（「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する」を参照）。
- 点火オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます。
- FID の流量を確認します。水素：空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります（「検出器流量を測定する」を参照）。
- それでもフレ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（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。
- カラムの流量を確認します。
- FID 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 以上）。
-

注入シーケンス時に 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、本体部品を FID チムニーから十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、FID フレームは見えません。

- 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 チムニーを介して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。

テストに不合格だった場合は、以下の原因が考えられないか調べます。

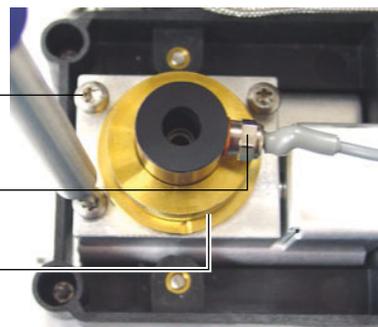
- ・ イグナイタに不具合のある可能性があります。イグナイタを交換します。
- ・ 検出器の温度が 150 °C 以下に設定されています。Agilent では、300 °C 以上で FID を動作させることを推奨しています。
- ・ イグナイタからアースへの回路に接続不良があります。
 - ・ イグナイタは FID キャッスルアセンブリにネジでしっかりと固定されていない可能性があります。
 - ・ コレクタアセンブリを固定する 3 つの T-20 トルクスネジがしっかりと締め付けられていない可能性があります。
 - ・ FID キャッスルアセンブリを固定する刻み付き真ちゅうナットがしっかりと締め付けられていない可能性があります。

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。

T-20 トルクス ネジ (3)

イグナイタ

刻み付きナット

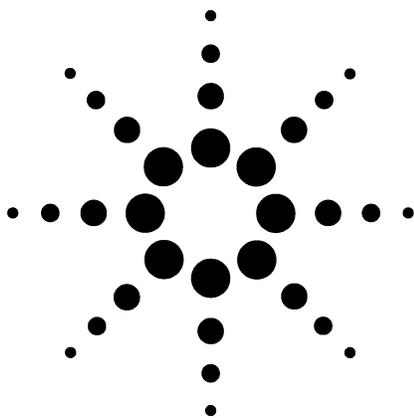


NPD のオフセットの調整プロセスでエラーが発生する

- ジェットに詰まりがないか目視で検査します。
- 検出器の実際の流量を測定します（「検出器流量を測定する」を参照）。
- 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。
- システム全体にわたって（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（「リーク検査」を参照）。
- 平衡時間を 0.0 に設定します。
-

FPD が点火しない

- 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（「点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する」を参照）。
- 点火オフセットが 2.0 pA 以下であることを確認します。
- ジェットまたはその一部が詰まっていないか調べます。
- FID の流量を確認します。水素：空気の比率は点火に大きな影響があります。流量設定が適切でないと、点火しないことがあります（「検出器流量を測定する」を参照）。
- それでもフレ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（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。
- カラムの流量を確認します。
- FID 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 以上）。
-



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	70
水素シャットダウン	71
加熱シャットダウン	72

カラムのシャットダウン

キャリアガス (AUX 流量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も含まれることがあります) がシャットダウンすると、以下のことが起こります。

- カラムの破損を防ぐためにオープンがオフになる。
- オープンの後ろ側のオープンフラップが半分だけ開く。
- オープン温度設定値 **Off** が点滅する。
- カラムのフローすべてがオフになる。表示すると、そのパラメータ **Off** が点滅する。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る。
- その他のヒーターがすべてオフになる。表示すると、その温度パラメータ **Off** が点滅する。
- シャットダウン部分をオンにしようとするがエラーが発生して、エラーメッセージが表示される。
- 機器の警告音が鳴る。

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。
 - カラムに破損がないか調べます。
 - 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。
 - 漏れをチェックします。
- 2 シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off** と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On]** または **[Off]** を押します。

たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet]** を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On]** を押します。

水素シャットダウン

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料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。

GC は注入口と AUX ガスの流れをモニタします。流量設定値または圧力設定値を達成できないためにガスフローがシャットダウンする場合、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は、漏れが発生したものと GC が見なし、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。

- 注入口へのキャリア供給バルブを閉じて、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。これらのパラメータ表示に **Off** が点滅します。
- 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をオフにし、オープンフラップを開きます。
- 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）。表示すると、これらパラメータ **Off** が点滅します。
- 警告音が鳴ります。

この状態から回復するには、以下の手順を実行します。

- 1 以下の手順に従って、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。
 - 注入口 O-リングを交換します。
 - カラムに破損がないか調べます。
 - 供給圧力を確認します。
 - システムに漏れがないか調べます。
- 2 シャットダウンの原因となったデバイスのキーを押します。**Off** と点滅しているニューマティクスパラメータまでスクロールし、**[On]** または **[Off]** を押します。たとえば、フロント注入口のキャリアガスがなくなった場合は、**[Front Inlet]** を押し、圧力パラメータまたは流量パラメータまでスクロールし、**[On]** を押します。

警告

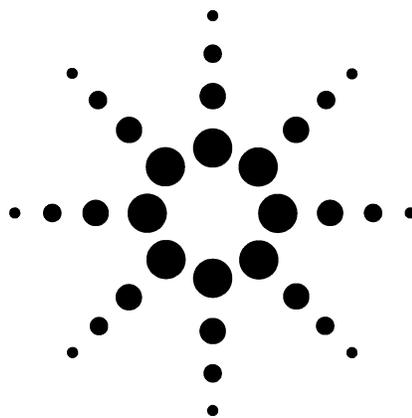
GC は、検出器ガスフローの中に漏れを検出することができません。そのため、FID、NPD、および水素を使用するその他の検出器のカラムフィッティングにカラムが必ず取り付けられているか、そうでなければキャップやプラグが取り付けられていることが不可欠で、さらに GC が水素フローであることを把握できるように水素がコンフィグレーションされていることが不可欠です。

加熱シャットダウン

加熱エラーは、オープンまたはその他の加熱ゾーン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）。

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。



6

GC が正しく動作しない場合

GC がオンにならない 74

GC がオンになっても、起動中に停止する（セルフテスト時） 75

PC が GC と通信できない 76



6 GC が正しく動作しない場合

GC がオンにならない

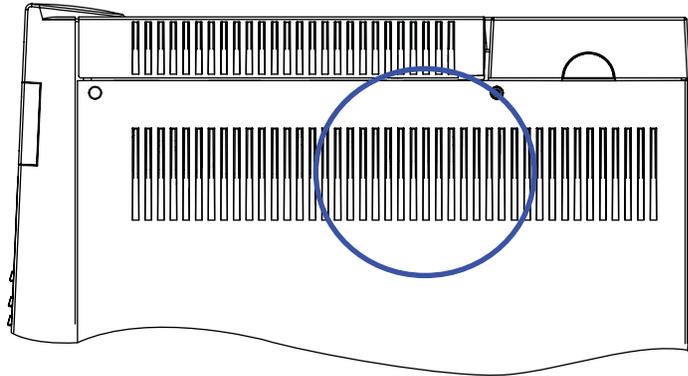
GC がオンにならない場合は、以下の手順を実行します。

- 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。

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。

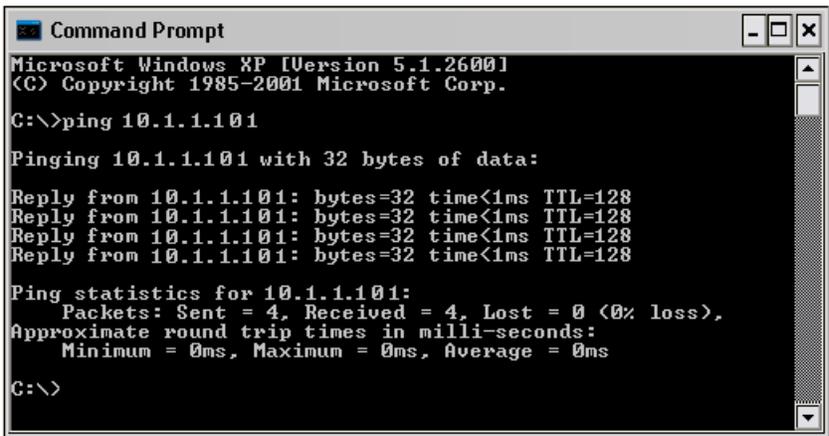
- 1 GC の電源スイッチを**オフ**にします。1 分待ってから、GC の電源を**オン**にします。
- 2 GC が通常の状態に戻らない場合は、画面と LED に表示されるメッセージを記録します。以下に示す GC 右側パネルの溝から中を覗き、LED が見えるか（緑、黄色、または赤）、および LED が点滅しているかまたは常時点灯しているか確認します。修理について Agilent に問い合わせ、Agilent サポート担当者に表示内容を伝えます（「修理の問い合わせをする前に」も参照）。



PC が GC と通信できない

- ping テストを実行します。

MS-DOS **ping** コマンドによって TCP/IP 接続による通信を確認します。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、返答が表示されます。以下に例を示します。



```
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

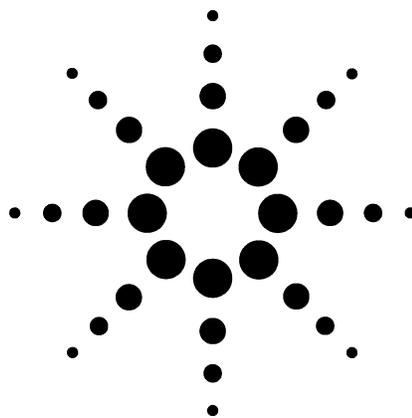
Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

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。

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。
- GC 1 台からコンピュータへの直接接続の場合、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。



7

リーク検査

リーク検査のヒント	78
外部にリークがないか調べる	79
GC にリークがないか調べる	81
キャピラリ・フロー（マイクロフルイディクス）フィッティングのリーク	82

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 供給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、および流量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_2) 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。フレーム / 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

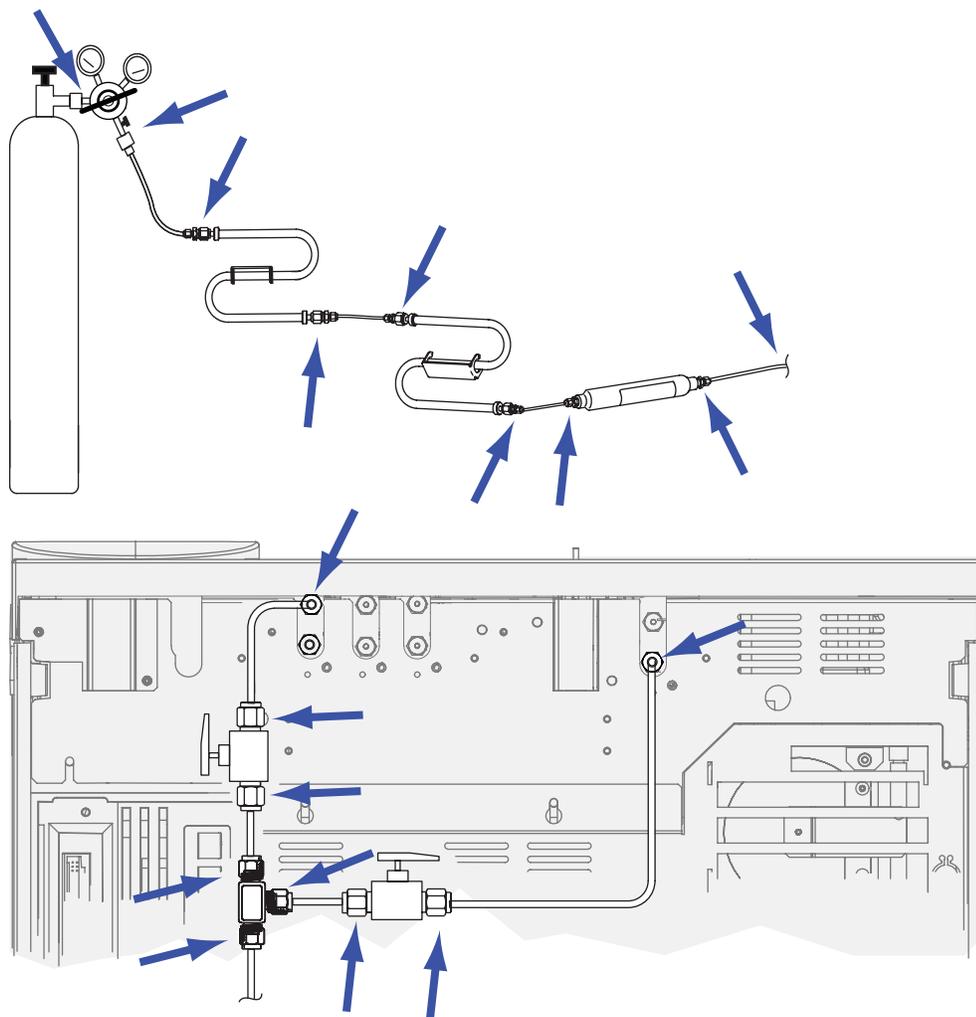
有害なサンプルガスが残留している可能性があります。

以下の手順を参照してください。

- ・ ガスタイプを検出できる電子式リークディテクタ
 - ・ 7/16Swagelok およびカラム フィッティング締め付け用 7/16 インチ、9/16 インチ、および 1/4 インチスパナ
- 3 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。
 - 4 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 をオフにします。
- 2 レギュレータ圧力を 415 kPa (60 psi) に設定します。

7 リーク検査

- 3 レギュレータのノブを反時計回り（水素用以外）に目一杯回し、バルブを閉じます。
- 4 5 分間待ちます。圧力に測定可能な低下があった場合は、外部接続部分に漏れがあります。圧力が低下しなければ、外部接続部分に漏れないことを示します。

GC にリークがないか調べる

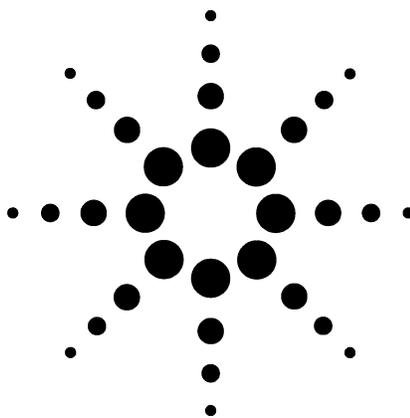
以下の接続部分に漏れがないか調べます。

- 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

キャピラリ・フロー（マイクロフルイディクス）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なければ、それ以上締め付けしないでください。その代わりに、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（「SilTite 金属製フィッティングを使用してキャピラリ カラムを取り付ける」を参照。）

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。



8

トラブルシューティング作業

カラム流量を測定する	84
スプリットVENTまたはセプタムパージ流量を測定する	87
検出器流量を測定する	89
GC セルフテストを実行する	92
FID Lit オフセットを調整する	93
FID フレームが点火していることを確認する	94
点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する	95
FID 漏れ電流を測定する	96
FID ベースライン出力を測定する	97
NPD 漏れ電流を測定する	98
NPD ビードが点火していることを確認する	99
FPD フレームが点火していることを確認する	100
FPD Lit オフセットを調整する	101



カラム流量を測定する

FID、TCD、 μ ECD、および FPD のカラム流量の測定

以下の手順で、FID、TCD、 μ ECD、および FPD を使用したカラム流量を測定することができます。

警告

水素 (H_2) 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

検出器は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。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。

必ずお読みください。

- 適切な流量計アダプタチューブ (GC 出荷キットに同梱)
- 当該のガスと流量に合わせて較正された電子式流量計

- 検出器をオフにします。
- 検出器の流量をオフにします。
- 適切なアダプタを検出器の排気口に取り付けます。

1/8 インチゴム製アダプタチューブは μ ECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。



FID には別の種類のアダプタ (19301-60660) が用意されています。検出器排気ベントにアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタ O-リングを検出器排気ベントに押し込むと、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 では、ベントチューブアセンブリを取り外し、検出器排出口と流量計チューブの間に 1/4 インチ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て、流量を測定します。

NPD カラム流量の測定

- 1 以下を準備してください。
 - ・ NPD 流量計アダプタツール (G1534-60640)

8 トラブルシューティング作業



- ・ 流量測定インサート (19301-60660)
 - ・ 当該のガスと流量に合わせて較正された電子式流量計
- 2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。
 - 3 NPD を 100 °C まで冷却します。
 - 4 ビードを取り外し、もう一度取り付けるまで注意して保管します。
 - 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 流量測定インサートを NPD 流量計アダプタツールに取り付けます。



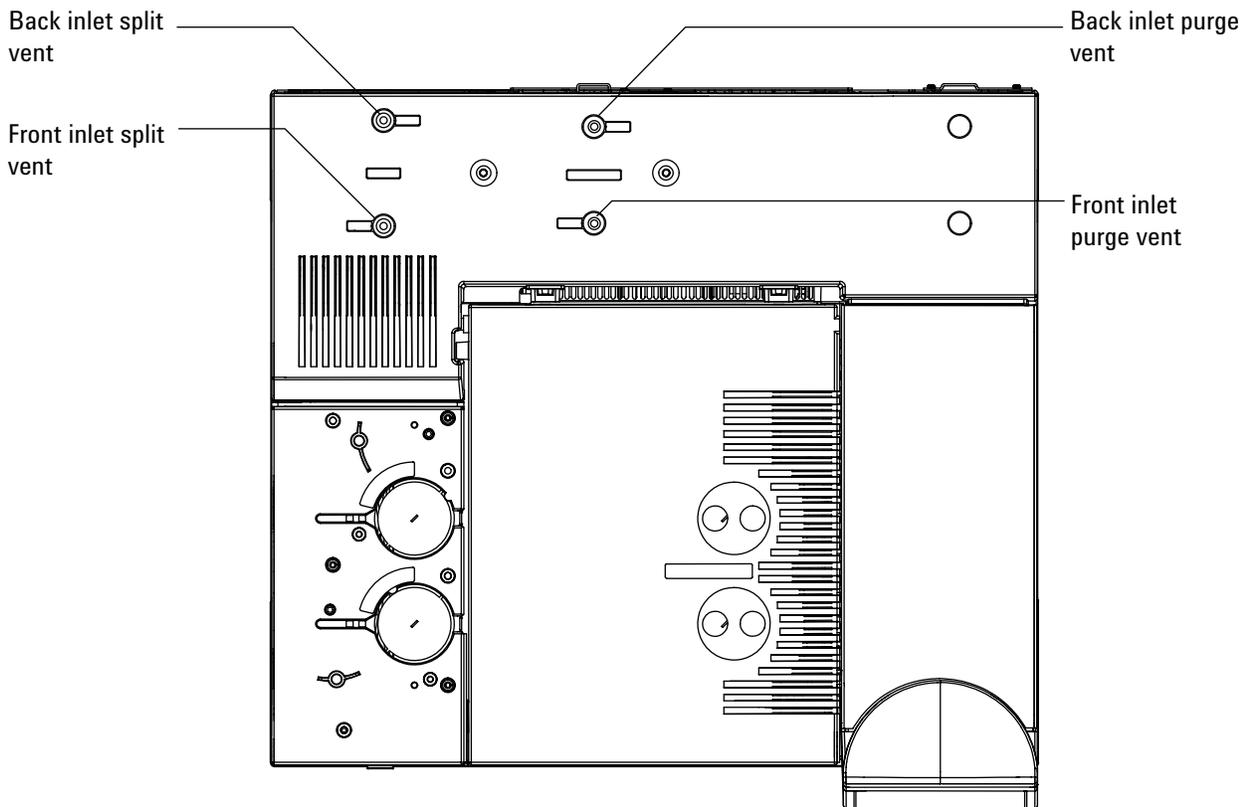
- 7 流量計チューブを流量測定インサートの上に配置し、流量測定を開始します。

スプリットベントまたはセプタムパーズ流量を測定する

警告

水素 (H₂) 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ズします。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。

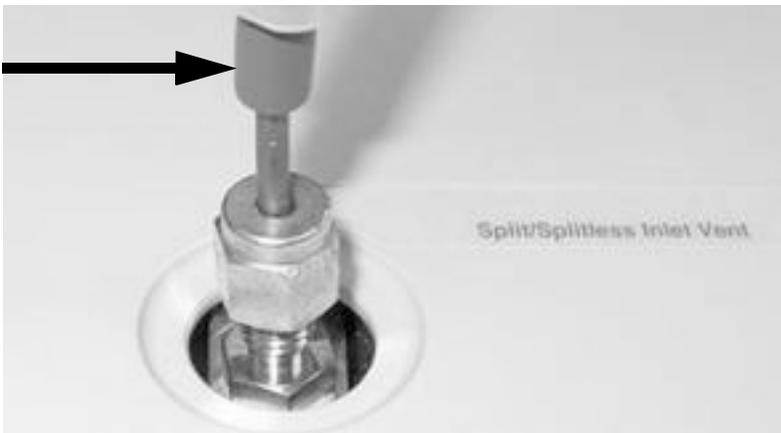
セプタムパーズおよびスプリットベントフローは GC の後ろ側の上部にあるニューマテックスモジュールを通して排出されます。以下の図を参照してください。



スプリットベントまたはセプタムパーズ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、バック注入口排出口が見えるようにします。

- vents use 1/8 インチ Swagelok フィッティングが 1 つ付属しています。1/8 インチチューブアダプタ (以下に示す) 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、不正確な流量表示の原因となる、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。

8 トラブルシューティング作業



検出器流量を測定する

FID、TCD、 μ ECD、および FPD 流量の測定

警告

水素 (H_2) 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 以下を準備してください。
 - ・ 適切な流量計アダプタチューブ (GC 出荷キットに同梱)
 - ・ 当該のガスと流量に合わせて較正された電子式流量計

注意

カラムが破損しないように、オーブンの温度を下げてからカラムフローをオフにします。

- 2 オーブンの温度を室温 (35 °C) に設定します。
- 3 カラムのフローと圧力をオフにします。
- 4 FID フレイム、FPD フレイム、および TCD フィラメントをオフにします (該当する場合)。
- 5 検出器を冷却します。
- 6 適切なアダプタを検出器の排気口に取り付けます。

ゴム製アダプタチューブは μ ECD または TCD 排気ベントに直接取り付けます。



FID には別のアダプタが用意されています。検出器の排気ベントにアダプタをできるだけ深く差し込みます。アダプタ O-リングを検出器排気ベントに押し込むと、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 では、ベントチューブアセンブリを取り外し、検出器排出口と流量計チューブの間に 1/4 インチチューブアダプタを使用します。

8 トラブルシューティング作業



7 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 流量の測定

- 1 以下を準備してください。
 - NPD 流量計アダプタツール (G1534-60640)



- ・ 流量測定インサート (19301-60660)
 - ・ 当該のガスと流量に合わせて較正された電子式流量計
- 2 ビード電圧を 0.0 V に設定します。
 - 3 NPD を 100 °C まで冷却します。
 - 4 ビードを取り外し、もう一度取り付けるまで注意して保管します。
 - 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 流量測定インサートを 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 セルフテストを実行する

- 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。

Agilent 6890N GC
Version N.05.05

Power on successful

FID Lit オフセットを調整する

FID Lit オフセットを調整するには、以下の手順を実行します。

- 1 **[Config]** を押します。
- 2 **Front Detector (フロント検出器)** または **Back Detector (バック検出器)** (検出器が取り付けられている所) までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 3 **Lit offset (Lit オフセット)** までスクロールします。**Lit offset (Lit オフセット)** 行が強調表示された状態で、検出器の新しいパラメータを入力し、**[Enter]** を押します。
- 4 Lit オフセットは ≤ 2.0 pA、または FID 点火時の通常のシグナル値よりも低くなければなりません。

FID フレームが点火していることを確認する

FID フレームが点火していることを確認するには、コレクタ排出口の上に鏡などをかざします。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示します。

通常は、FID 点火時の出力は 5.0 ～ 20.0 pA で、点火していない時は 2.0 pA 未満です。

点火シーケンス時の FID イグナイタ機能を確認する

警告

この作業を行っている間は、本体部品を FID チムニーから十分に離して安全を保ちます。水素を使用する場合は、FID フレームは見えません。

- 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 チムニーを介して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 漏れ電流を測定する

- 1 分析メソッドを読み込みます。
 - ・ フローが点火条件を満たしていることを確認します。
 - ・ 検出器を動作温度または 300 °C まで加熱します。
- 2 FID フレームをオフにします。
- 3 FID エレクトロメーターがオンになっていることを確認します。
- 4 **[Front Detector (フロント検出器)]** または **[Back Detector (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output (出力)** に移動します。
- 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 ベースライン出力を測定する

- 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 に設定してください。
- 3 **[Front Detector (フロント検出器)]** または **[Back Detector (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output (出力)** に移動します。
- 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。

NPD 漏れ電流を測定する

- 1 分析メソッドを読み込みます。
- 2 **NPD Adjust Offset (NPD オフセットの調整)** を **Off** に、**Bead Voltage (ビード電圧)** を **0.00 V** に設定します。
 - NPD を動作温度で放置します。
 - フローはオンまたはオフのままにします。
- 3 **[Front Detector (フロント検出器)]** または **[Back Detector (バック検出器)]** を押し、スクロールして **Output (出力)** に移動します。
- 4 出力 (漏れ電流) が、1.0 pA 未満で安定していることを確認します。
- 5 出力は徐々に 0.0 pA まで低下し、1.0 pA 未満で安定しなければなりません。電流が 2.0 pA を超える場合、問題があることを示しています。

NPD ビードが点火していることを確認する

警告

排気が高温です！ 検出器の排気は高温で、火傷の原因になることがあります。

ビードが点火していることを確認するには、検出器の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で確認します。

NPD 出力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 フレームが点火していることを確認する

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 Lit オフセットを調整する

FPD **Lit Offset** (**Lit オフセット**) を調整するには、以下の手順を実行します。

- 1 **[Config]** を押します。
- 2 **Front Detector** (**フロント検出器**) または **Back Detector** (**バック検出器**) (検出器が取り付けられている所) までスクロールし、**[Enter]** を押します。
- 3 **Lit Offset** (**Lit オフセット**) までスクロールします。**Lit Offset** (**Lit オフセット**) 行が強調表示された状態で、FPD の新しいパラメータ (通常は 2.0 pA) を入力し、**[Enter]** を押します。

8 トラブルシューティング作業