



## トラブルシューティング — 面積値再現性が悪い

面積値の再現性が悪い場合は、多くはオートサンプラの不具合に起因します。まれに検出器の異常やサンプルの劣化などが原因のことがあります。

以下の項目を確認しましょう。(オートサンプラ)

- バルブから液漏れしていないか?
- 計量ポンプ (メタリングデバイス) から液漏れがないか?
- バイアルにセプタムのかすが落ちていないか?
- サンプルバイアルに微粒子が含まれていないか?
- サンプルがバイアルやプレートに十分入っていたか?
- バイアルキャップやクロージングマットに適切なものを使用しているか?
- バイアルやプレートの底が高すぎないか?
- いつもと違うバイアルやプレートを使用していないか?
- サンプルの粘度に対し吸引スピードが速すぎないか?
- 大容量注入で吸引待ち時間が短くないか?
- 同じバイアルから標準サンプルを測定して再現性はどうか?
- サンプルが劣化しやすい物質、劣化しやすい環境ではないか?
- メンテナンス直後でならし運転が短くないか?
- バルブの廃液ポートが詰まっていないか?
- 検出器のベースラインやクロマトグラムの形状に異常はないか?

以下の項目を確認しましょう。(マニュアルインジェクタ)

- 注入量が十分か? (ループ容量の5倍程度)
- 適切なシリンジを使用しているか?

原因として考えられることを挙げます。

- 注入バルブの継ぎ手からリークしている。
- ローターシールの摩耗により吸引量が不安定。
- 計量ポンプに液漏れや吸引漏れがあり吸引量が不安定。
- ニードルが、サンプル中の固形物、セプタムのかす、クロージングマットの接着剤などを吸ってしまい、詰まってしまうことで吸引できていない。
- サンプル量が十分なかった。
- ニードルの吸引位置が適切でない。
- サンプルの成分がバイアルに吸着している。
- サンプルの粘度に対し吸引スピードが速すぎる。
- 大容量注入で吸引待ち時間が短い。吸引スピードが早すぎる。
- サンプルが劣化しやすい物質、または劣化しやすい環境だった。
- バルブの廃液ポートが塩の析出で詰まっている。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: [email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

FAX  0120-565-154

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



- メンテナンス直後でローターシールやメタリングシールがなじんでいない。
- 検出器のウォームアップ時間が足りない。
- 検出器の異常で面積値が正しく出ていない。
- サンプル準備操作や前処理操作を通しての再現性を評価していて、値が期待通りではない。

面積再現性が悪い場合は、まず同じバイアルの標準サンプルを測定した時の再現性を確認します。標準サンプルには確実に検出されて分離が良好な安定したピークになるものを選びます。サンプルの再現性を評価する場合には、測定対象の実サンプルは不向きです。また別々にバイアルに調製したサンプルも不向きです。まずはサンプル単体での再現性を確認しましょう。

面積値が不安定な場合は、主に吸引できていないことに起因します。またサンプルのバルブからサンプル全量がカラムへ流れ出ていかないことも考えられます。保持時間が異常に不安定で面積値に影響を与えることもあります。この時はまず保持時間の再現性を悪くしている原因を解決します。

サンプルが吸引できない原因には、ニードル先端での詰まりと吸引スピードの速すぎが考えられます。固形物が先端に詰まって吸引できないケースの原因は、セプタムのかす、クローリングマットの素材、サンプル内の微粒子などによります。ニードルの吸引位置が低すぎても吸引量が安定しません。大容量注入を行う時や粘性のあるサンプルを注入するときは、吸引スピードを十分遅くするか吸引待ち時間を10秒程度に増やしてみます。メタリングポンプのピストンが設定容積まで移動しても、設定容積のサンプルが実際にループ内に吸い込まれるまでには少し時間がかかります。また、ローターシールの劣化により、吸引が不十分になることもあります。

サンプルの全量がバルブに到達しない原因には、注入バルブのローターシールの劣化が考えられます。流路の溝がつぶれたりつながったりして流路が正しく構成されず、バルブの外や廃液ポートからサンプルを漏らしてしまっているかもしれません。通常運転中は6方バルブの廃液ポートからは液は出ません。注入準備の時だけ廃液されます。廃液ポートから液が出続けているのが観察されたらローターシールは確実に劣化しています。注入バルブのローターシールを交換することで改善される可能性があります。

マニュアルインジェクタの場合、最良の再現性を得るには、ループの容量の5倍程度のサンプルを注入することが必要です。また先端がスクエアカットのHPLC用シリンジを使用してください。GC用シリンジはローターシールを痛めます。

まれに検出器の異常で面積値が正しく再現できなかつたり、サンプルの特性により再現性が思うような値にならなかつたりする場合があります。また、メンテナンスの直後はローターシールやメタリングシールのなじみが出ていないため再現性が悪い場合があります。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: [email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

FAX  0120-565-154

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