

GC のトラブル解決法

(島津製作所) 和田豊仁

GC のトラブルは様々です。GC でトラブルの原因として考えられる箇所をざっとあげてみただけで「キャリアーガス」、「オートインジェクター」、「マイクロシリンジ」、「注入口」、「インサート」、「カラム」、「検出器」、「燃焼ガス」、などがあります。細かく数えだしたらきりがありません。トラブルの原因を見つけて、解決するのは誰でも可能だと思います。しかし、すばやく解決するにはある程度の経験が必要だと思います。

まずは正常時のデータとどう違うかを確認することから始めましょう。実際のサンプルだけでなく、標準溶液も比較するといいいと思います。

感度不良、分離不良、ピーク形状不良、再現性不良、定量値の異常など、何が正常時と違うのかをはっきりさせます。

次にあげたのは、各事象とチェックポイントの例です。これらのことがわかったからといって原因が特定できない場合もありますが、トラブル解決の出発点となります。

チェックの例

- ・ 感度不良
→試料は ok? 試料は不揮発性成分が多い? インサートはきれい? セプタムは ok? 接続に漏れは? ノイズが大きい? 安定な成分の感度は?
- ・ 分離不良
→試料は ok? 試料は不揮発性成分が多い? インサートはきれい? 全体に分離が悪い? 部分的に分離が悪い? 他の成分の分離は?
- ・ ピーク形状不良
→試料は ok? 試料は不揮発性成分が多い? インサートはきれい? 感度が変わった? 全ピークが形状不良か? 溶媒、注入量は? 安定な成分のピーク形状は?
- ・ 再現性不良
→試料は ok? 試料は不揮発性成分が多い? インサートはきれい? シリンジの状態は? セプタムは ok? 接続に漏れは? 溶媒、注入量は適切? 安定な成分の再現性は? 波形処理は適切?
- ・ 定量値の異常
→試料は ok? ピークが小さい? ノイズが大きい? セプタムは ok? 接続に漏れは? 他の成分の定量値は? 波形処理は適切? STD 感度の変化は?

「この現象が出たら、原因はこの部分です」、と簡単に原因特定できる事例はいいのですが、多くの場合、複数のチェックを行なわないと原因が絞り込めないことがほとんどです。

当日は、皆様と一緒にトラブルシューティングについて考えていけたらと思います。

GCのトラブル解決法

(ジーエルサイエンス) 安藤 晶

円滑に GC 分析を行うためには、様々なトラブルについて適切に対応することがカギであり、分析効率アップやメソッド開発において重要なことです。

GCでよく起こるトラブルにはピーク形状が悪い、繰り返し性が悪い、検量線をうまく引けない、ブランクが多いなど様々ありますが、まずは何がトラブルなのかを把握することから始まります。

「繰り返し性が悪い」場合、それは何に対して悪いのか、目標値はどこなのかを明確にする必要があります。一口に繰り返し性といっても、使用する試料の物性、濃度、前処理方法、検出器の種類によって目標値は変わります。

近年のガスクロマトグラフおよび前処理装置は、オートメーション化が益々進んでいます。試料をトレイに乗せ、パソコンのスタートキーを押すだけで、定量結果レポートが出てくるといった具合です。しかしながらトラブルを解決するには、そのオートメーションの中で何が起きているのかを把握することが必要です。

また、トラブル解決の糸口をつかむためには日常の状況をよく観察することも大切です。手順は同じか、ツールは変わっていないか、試薬は適切に保存・調整されているかなどトラブルの種は分析の中に多く潜んでいます。

トラブル解決には GC 関連の参考書や各メーカーのトラブルシューティングなどを参考にするのもよいでしょう。

トラブルを未然に防ぐことも必要です。トラブルが起こってしまうと、そのデータや時間が無駄になり、場合によっては装置にも大きなダメージを与えてしまうかもしれません。例えば、ブランクピークがだんだん大きくなり目的成分と重なってしまった場合、一つの解決策としてライナー交換があります。ライナーの汚染が考えられるサンプルでは、事前に、もしくは定期的にライナーを交換することによって余計な時間がかかることを未然に防げます。

今回の座談会・技術情報交換では、今まで直面した GC のトラブルや解決方法また、未解決トラブル、疑問点など、皆さんと意見交換を行いたいと思います。当日のディスカッションをその後の分析業務に役立てていただければ幸いです。

GC のトラブル解決法

(アジレント・テクノロジー) 中村貞夫

GC のトラブルは、以前の正常なクロマトグラムと現在の問題のあるクロマトグラムとの比較から始めると解決の糸口を見つけやすいです。個々のピークに着目し、その形状に変化があるものをピックアップし、何が原因かを考えます。ただ、GC の経験をある程度積まないと判断が難しいので、初心者の方は経験者にアドバイスを聞くことから始めると良いと思います。ある程度の経験があれば、原因を特定できるようになると思いますが、論理的に考えることが重要です。日頃から論理的に考える習慣をつけることが求められます。また、化合物の構造から吸着しやすいのか、分解しやすいのか、ピークのテーリングを起こしやすいのかなどの判断も必要となります。

GC に試料導入装置を接続している場合は、さらにトラブルシューティングが複雑になります。一般的には、試料導入装置と GC を分けて、まず GC 単体で問題がないかを確認するのが良いでしょう。このような切り分けは、回り道のようにですが、結果的には早期にトラブルを解決できるポイントとなります。

弊社ホームページには、FAQ (よくある質問) としてトラブルに対する回答も掲載しています。以下に、その一例を示しました。

当日は、何点かトラブルを取り上げますので、ぜひ一緒に考えて頂けたらと思います。

(FID) エアーの設定流量に対し、実測流量が上がらない。

→FID の場合、推奨するエア어의流量が 400 ~ 450ml/min と、他のガスと比べ高流量で使われます。ガスの供給圧を確認してください。設定流量にもよりますが、概ね 450kpa 程度必要となります。

(FPD) Flame On にならない。

→点火する際、FPD の排気チューブを外してください。点火が確認できた後、チューブを元に戻します。

(MS) チューニングの結果、m/z28 のみが大きく検出されている。

→Leak の可能性もありますが、以下の状況下であればキャリアガスラインのページを実施します。

- ・ガスボンベを交換した
- ・数日間、装置を停止、ガスボンベも閉めておいた

ページの方法は GC のキャリアガス接続部を外し、数十秒間 (配管の長さによる) ガスを外に流します。

GC のトラブル解決法

(フロンティア・ラボ) 渡辺 忠一

表題の GC トラブル解決法という議題を頂戴しましたが、はたしてどのような問題があるかを考えてみました。当日は会場から色々なご質問があると思いますので、どのようなことになるかは非常に楽しみにしております。

私の考えるトラブル解決法の一つには、GC や GC/MS などの分析各人が、トラブルの大小は別としても、様々なトラブルから解決した成功体験を積み重ねたり、各種の専門書やこのような学会に参加して発表・議論したりすることも一助になると思います。特に OUR (泡) TIME で少し滑らかになり、諸先輩方から、色々な KNOW-HOW を聞き出すことも解決の近道の一つかもしれません。加えて、学会などでの集約した結果を技術論文にまでまとめることができれば、各人の考察レベルはさらに向上することは間違いありません。

下記に簡単な略歴を示します。GC は、1968 から現在まで 40 年を越える老体ですが、まだまだわからないことがたくさんあります。むしろ判らないことやトラブルに遭遇することは楽しみですすらあります。

■ 略歴

- 1968-1972 : 日立製作所 (那珂工場)、研究開発部
- 1972-1975 : 東工試 (現産総研)、研究員
- 1975-1982 : 横河ヒューレットパッカード、分析部 (現アジレント)
- 1982-1991 : ダウケミカル日本研究所、分析研究室長
- 1991 年 2 月 : 豊橋技科大、工学博士取得
- 1991 年 8 月 : フロンティア・ラボ株式会社設立、現在に至る

● 主たる専門分野

- ・ 分析化学 (GC/LC 分離分析法や GC 用キャピラリーカラムの基礎・応用研究)
- ・ 機器分析装置開発 (熱分解装置及びその周辺装置、データベース等)

■ 技術論文 (全 43 報)

■ 共著

- ・ 高分子の熱分解 GC/MS 基礎およびパイログラム集、全 512 ページ、テクノシステム 2006 年 (柘植・大谷・渡辺)
- ・ Pyrolysis-GC/MS of High polymers - Pyrograms, Thermograms and MS Data of Major Pyrolyzates (Tsuge/ Ohtani/ Watanabe) Total : 440 page (will be published soon)