

HPLC

トラブルシューティングガイド



 **phenomenex**[®]
...breaking with tradition[™]

www.phenomenex.com

以下については、 PHENOMENEX にお問い合わせください。

- HPLC/UHPLC カラム (キャピラリーから分取サイズまで)
 - サイズ排除クロマトグラフィー (SEC) 用カラム:水系 (GFC) および有機溶媒系 (GPC)
 - アミノ酸分析
 - SFC 用カラム
 - 以下の試料・分析条件に適する専用 HPLC カラム:
 - 塩基性、酸性および両性の医薬品
 - 高/低 pH 条件下での分析 (pH 1~12)
 - 逆相分析でのタンパク質・ペプチド
 - GFC/SEC によるタンパク質・核酸などの生体高分子
 - 合成高分子
 - 食品・飲料
 - 環境試料
 - 生体内医薬品
 - HPLC 用バルク担体
 - HPLC 用アクセサリ:
 - サンプル・溶媒用フィルター
 - SecurityGuard™ カートリッジ式ガードカラム
 - シリンジフィルター
 - シリンジ, バイアル
 - カラムヒーター
 - HPLC 用インジェクションバルブ
 - チューブ, フィッティング
 - キャピラリー GC カラム
 - GC 用アクセサリ
 - サンプル前処理製品 (SPE, SLE, 除タンパク, フィルター)
 - メソッド開発およびバリデーションのサポート
 - テクニカルサポート

目次

I.	はじめに	4
II.	圧力の異常	5
III.	液漏れ	7
IV.	クロマトグラムに関するトラブル	9
V.	インジェクターに関するトラブル	17
VI.	臭い、目視または音で感知するトラブル	18
VII.	よくあるトラブルとその予防	20
HPLC/UHPLC カラムの保護		22
分析する前のサンプルろ過		23

© 2020 Phenomenex, Inc. All rights reserved.

Phenomenex, Inc. USA の許可なしに本書のコピーを禁じます。

このガイドに含まれる情報の正確性を確保するためにあらゆる努力が払われていますが、Phenomenex はその使用について一切責任を負いません。将来の改訂版に組み入れるための追加情報や修正を歓迎します。

1. はじめに

不具合箇所の特定および対策

不具合箇所を特定するシステムティック・アプローチアプローチこそが、HPLC/UH-PLC システムのトラブルシューティングに最適な取り組みです。このガイドは、トラブルの原因をすばやく特定できるように、症状の5つの主要なカテゴリーに分けられています。

- 圧力の異常
- 液漏れ
- クロマトグラムに関するトラブル
- インジェクターに関するトラブル
- 臭い、目視または音で感知するその他のトラブル

トラブルが改善した際には、そのトラブルと改善方法を記録しておくことをお勧めいたします。

トラブルの予防

LC の多くのトラブルは、日常のメンテナンスを行うことにより回避することができます。例えば、プランジャーシールを定期的に変換するとすれば、ポンプ・シールの不具合とそれに関連するトラブルの発生を回避できます。第 VII 章では、LC システムの各モジュールで発生する最も一般的なトラブルと、そのトラブルの頻度を減らすための予防メンテナンスを紹介しています。これら対処法をご使用中の LC システムに適合するように修正し、お客様のラボ専用のトラブルシューティングをおつくり下さい。

さらにトラブル対策のヒントが必要な場合

- 経験を積んだ Phenomenex のテクニカルコンサルタントがおお客様のいかなるトラブルに関しまして、お答えいたします。お気軽にお問い合わせ下さい。
- 分析機器の操作マニュアルおよびサービスマニュアルをご参照ください。これらのマニュアルには、分解部品配列図、各機器のトラブル改善手順および交換部品を注文する際の製品番号が記載されています。
- お客様のラボにトラブル改善の経験をお持ちの方がいらっしゃいましたら、その方のご意見を参考にして下さい。
- お使いの分析機器の製造業者にお問い合わせいただければ、大部分の HPLC メーカーは無償でサポートいたします。
- Phenomenex は、HPLC/UHPLC に関するセミナーを提供しています。お気軽にお問い合わせ下さい。
- トラブル発生時にお客様のご参考になる情報資料を以下に記載いたします。

J.W. Dolan and L.R. Snyder, **Troubleshooting LC Systems**, Humana Press, NJ (1989).

L.R. Snyder and J.J. Kirkland, **Introduction to Modern Liquid Chromatography**, 2nd ed., Wiley, NY (1979).

D.J. Runser, **Maintaining and Troubleshooting HPLC Systems - A User's Guide**, Wiley, NY (1981).

J.W. Dolan, "LC Troubleshooting", *LC/GC Magazine*. This is a monthly column.

II. 圧力の異常

圧力の変化は問題がある可能性を示しています。下記の中から認められる症状に一致するものを選び、トラブル解決のための対策を参照して下さい。

A. 圧力が表示されず、送液されない

推定原因	対策
1. 電源が入っていない。	1. 電源を入れて下さい。
2. ヒューズが切れている。	2. ヒューズを交換して下さい。
3. 圧力コントローラーの設定ミスまたは不良。	3. a. 設定が正しいか確認して下さい。 b. 修理または交換して下さい。
4. プランジャーの破損。	4. プランジャーを交換して下さい。
5. ポンプヘッド内に気泡がかんでいる。	5. 溶媒を脱気し、ポンプから気泡を除去して下さい。
6. 移動相が十分流れていない。	6. a. リザーバに十分移動相を入れて下さい。 b. 目詰まりの場合、フリットを交換して下さい。
7. チェックバルブの破損。	7. チェックバルブを交換して下さい。
8. 大規模な液漏れ。	8. フィッティングを絞めなおすか、交換して下さい。

B. 送液されるが、圧力が表示されない

推定原因	対策
1. ゲージが不良。	1. ゲージを交換して下さい。
2. 圧カトランスデューサーが不良。	2. 圧カトランスデューサーを交換して下さい。

C. 圧力が高い

推定原因	対策
1. 流量設定が高すぎる。	1. 流量を調節して下さい。
2. カラムフリットの目詰まり。	2. a. 逆方向からカラムを洗浄して下さい(可能な場合のみ)。 b. フリットを交換して下さい。* c. カラムを交換して下さい。
3. 移動相が不適切。緩衝液の析出。	3. a. 適切な移動相を選択して下さい。 b. カラムを洗浄して下さい。
4. カラム選択が不適切。	4. 適切なカラムを選択して下さい。
5. インジェクターの目詰まり。	5. 洗浄するか交換して下さい。
6. カラムオープンの温度が低い。	6. オープン温度を上げて下さい。
7. コントローラーが不良。	7. 修理または交換して下さい。
8. ガードカラムの目詰まり。	8. ガードカラムを交換して下さい。
9. インラインフィルタの目詰まり。	9. インラインフィルタを交換して下さい。

*メーカーのカラム保証をまずご確認下さい。
エンドフィッティングを取り外すとカラム性能の保証外になる可能性があります。

II. 圧力の異常 (続き)

D. 圧力が低い

推定原因	対策
1. 流量設定が低い。	1. 流量を調節して下さい。
2. ライン中のどこかに液漏れがある。	2. 液漏れ箇所を特定・改善して下さい。
3. カラム選択が不適切。	3. 適切なカラムを選択して下さい。
4. カラムオープンの温度が高い。	4. オープン温度を下げて下さい。
5. コントローラーが不良。	5. 修理または交換して下さい。

E. 圧力の上昇

推定原因	対策
1. セクション C を参照して下さい。	1. セクション C を参照して下さい。

F. 圧力がゼロまで下降

推定原因	対策
1. セクション A および B を参照して下さい。	1. セクション A および B を参照して下さい。

G. 圧力がやや下降

推定原因	対策
1. セクション D を参照して下さい。	1. セクション D を参照して下さい。

H. 圧力の振動

推定原因	対策
1. ポンプ内に気泡がかんでいる。	1. a. 溶媒を脱気して下さい。 b. ポンプから気泡を除去して下さい。
2. チェックバルブの破損。	2. チェックバルブを交換して下さい。
3. プランジャーシールの破損。	3. プランジャーシールを交換して下さい。
4. 不十分な脱気。	4. a. 溶媒を脱気して下さい。 b. 脱気方法を変更して下さい。 (例: オンラインデガッサを使用する)
5. ライン中のどこかに液漏れがある。	5. 液漏れ箇所を特定・改善して下さい。
6. グラジエントで分析している。	6. 多少の圧力変動は異常ではありません。

III. 液漏れ

液漏れは一般的にフィッティングの締めなおしや交換で防ぐことができます。しかし、金属製フィッティングの締めすぎは逆に液漏れを引き起こすことがあり、樹脂製フィッティングではネジがすり減ることもあります。フィッティングを少し締め付け、その状態で液漏れが止まらない場合は一度フィッティングを取り外し、損傷の有無を調べて下さい(例:フェルールの歪み、シール表面のゴミなど)。傷んでいるフィッティングは直ちに交換して下さい。

A. フィッティングからの液漏れ

推定原因	対策
1. フィッティングの締め付けが弱い。	1. フィッティングを締め直して下さい。
2. フィッティングが傷んでいる。	2. フィッティングを交換して下さい。
3. フィッティングの締め付けすぎ。*	3. a. 緩めて締め直して下さい。 b. フィッティングを交換して下さい。
4. フィッティングが汚れている。	4. a. 分解し、洗浄して下さい。 b. フィッティングを交換して下さい。
5. 部品のミスマッチ。	5. すべての部品を同じブランドに統一して下さい。

B. ポンプからの液漏れ

推定原因	対策
1. チェックバルブが緩んでいる。	1. a. チェックバルブを締め直して下さい。 (締め過ぎないで下さい。) b. チェックバルブを交換して下さい。
2. フィッティングが緩んでいる。	2. フィッティングを締め直して下さい。 (締め過ぎないで下さい。)
3. ミキサーシールの不良。	3. a. ミキサーシールを交換して下さい。 b. ミキサーを交換して下さい。
4. プランジャーシールの破損。	4. プランジャーシールを交換して下さい。
5. 圧カトランスデューサーが不良。	5. 圧カトランスデューサーを交換して下さい。
6. パルスダンパーの不良。	6. パルスダンパーを交換して下さい。
7. プロポーションングバルブの不良。	7. a. ダイアフラムを確認し、液漏れがある場合は交換して下さい。 b. フィッティングが損傷していた場合は交換して下さい。
8. パージバルブからの液漏れ。	8. a. パージバルブを締め直して下さい。 b. パージバルブを交換して下さい。

*レンチの使用やシーリングトラブルを回避するために手締め(フィンガータイト)フィッティングをご使用下さい。

III. 液漏れ(続き)

C. インジェクターからの液漏れ

推定原因	対策
1. ロータシールの損傷。	1. インジェクターを分解・組み立て直すか、交換して下さい。
2. サンプルループ内の詰まり。	2. サンプルループを交換して下さい。
3. インジェクターポートシールの緩み。	3. 調整して下さい。
4. シリンジニードルの直径が不適切。	4. 適切なシリンジをご使用下さい。
5. 廃液ラインから給水している。	5. 廃液ラインチューブが廃液につかないようチューブを上げて下さい。
6. 廃液ラインの目詰まり。	6. 廃液ラインを交換して下さい。





D. カラムからの液漏れ

推定原因	対策
1. エンドフィッティングが緩んでいる。	1. エンドフィッティングを締め直して下さい。
2. 充填剤がフェルール内に混入している。	2. フェルールを洗浄または調整し直して下さい。
3. 不適切な厚さのフリットを使用している。	3. 正しいサイズのフリットをご使用下さい。(下記の図を参照して下さい。)

E. 検出器からの液漏れ

推定原因	対策
1. セルガスケットが不良。	1. a. 過度の背圧がかからないようにして下さい。 b. ガスケットを交換して下さい。
2. セルの破損。	2. セルを交換して下さい。
3. フィッティングからの漏れ。	3. フィッティングを締めなおすか交換して下さい。
4. 廃液ラインの目詰まり。	4. 廃液チューブを交換して下さい。
5. フローセルの目詰まり。	5. フローセルを洗浄するか交換して下さい。

フリット選択ガイド

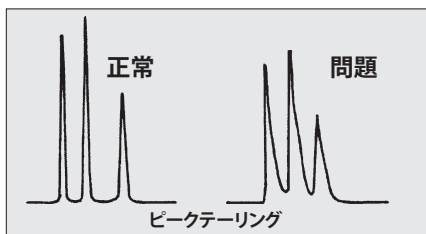
充填剤の粒子径が下記の場合	フリットのポアサイズは下記のものをお選び下さい
2 ~ 4 μm 	 0.5 μm
5 ~ 20 μm 	 2 μm

IV. クロマトグラムに関するトラブル

多くの HPLC のトラブルは、クロマトグラムの変化によって知ることができます。そのなかには、装置をメンテナンスすることにより解決できるトラブルもあれば、分析方法を変えざるを得ないものもあります。適切なカラムの種類と移動相を選択することは『良いクロマトグラム』を得るために不可欠です。

A. ピークのテーリング

推定原因	対策
1. フリットの目詰まり。	1. a. 逆方向からカラムを洗浄して下さい(可能な場合のみ)。 b. フリットを交換して下さい。* c. カラムを交換して下さい。
2. カラム内に空洞がある。	2. 充填剤を補充するか、カラムを交換して下さい。*
3. 妨害ピーク。	3. a. より長いカラムをご使用下さい。 b. 移動相またはカラム(選択性)を変更して下さい。
4. 移動相の pH が不適切。	4. pH を調整して下さい。塩基性化合物の場合、より低い pH でたいてい対称性のあるピークになります。
5. サンプルが活性部位と反応している。	5. a. イオンペア試薬または揮発性の塩基性モディファイアを添加して下さい。 b. カラムを交換して下さい。



B. ピークのリーディング

推定原因	対策
1. 温度が低い。	1. オープン温度を上げて下さい。
2. サンプル溶媒が不適切。	2. 移動相をサンプル溶媒にして下さい。
3. サンプル量が多すぎる。	3. サンプル濃度を下げて下さい。
4. カラムに問題がある。	4. A-1 および A-2 を参照して下さい。

C. ピーク割れ

推定原因	対策
1. ガードカラムもしくはカラムの入り口付近の汚染。	1. ガードカラムを外して分析してみてください。もし必要であればガードカラムを交換して下さい。

*メーカーのカラム保証をまずご確認下さい。
エンドフィッティングを取り外すとカラム性能の保証外になる可能性があります。

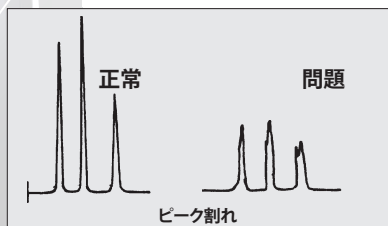
次のページへ

IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

C. ピーク割れ(続き)

推定原因

対策



1. 分析カラムに目詰まりがある場合、逆洗浄して下さい。それでも改善されない場合は残留物によってカラムがひどく汚れていると思われる。適切な処置を講じて下さい。問題が解消できない場合はカラムの入り口が詰まっていると考えられますので、フリットまたはカラムを交換して下さい。

2. サンプル溶媒と移動相の互換性がない。 2. サンプル溶媒を交換して下さい。可能な限り移動相と同様の溶媒をご使用下さい。

D. 大きなピークが歪む

推定原因

対策

1. 注入量が多すぎる。 1. 注入量を減らして下さい。

E. 溶出の早いピークが歪む

推定原因

対策

1. 注入溶媒が不適切。 1. a. 注入量を減らして下さい。
b. 溶媒作用の弱い注入溶媒をご使用下さい。

F. 溶出の早いピークが遅いものよりもテーリングする

推定原因

対策

1. デッドボリュームの影響。 1. a. システムを再構築して下さい。(配管を短く、細くして下さい)。
b. 検出器のセルをより小さいものにして下さい。

G. 保持係数(k)が大きくなるにつれてテーリングがひどくなる

推定原因

対策

1. 逆相モードにおける二次的相互作用の影響。 1. a. トリエチルアミンを添加して下さい。(塩基性サンプル)
b. 酢酸塩を添加して下さい。(酸性サンプル)
c. 塩または緩衝液を添加して下さい。(イオン性サンプル)
d. 他のカラムをお試し下さい。
2. 順相モードにおける二次的相互作用の影響。 2. a. トリエチルアミンを添加して下さい。(塩基性サンプル)
b. 酢酸塩を添加して下さい。(酸性サンプル)

IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

G. 保持係数 (k) が大きくなるにつれてテーリングがひどくなる(続き)

推定原因	対策
2. 順相モードにおける二次的相互作用の効果。	2. c. 水を添加して下さい。(両性化合物) 水混和性溶媒を使用する順相メソッドの場合のみ。 d. 他の LC メソッドをお試し下さい。
3. イオン対の二次的相互作用の効果。	3. トリエチルアミンを添加して下さい。(塩基性サンプル)

H. 酸性または塩基性化合物のピークがテーリングする

推定原因	対策
1. 緩衝作用が不十分。	1. a. 50~100 mM の緩衝液をご使用下さい。 他の LC メソッドをお試し下さい。 b. pKa が移動相の pH と同じ緩衝液をご使用下さい。

I. 余分のピークに検出される

推定原因	対策
1. サンプルに他の物質が含まれている。	1. カラムには問題ありません。
2. 前の分析サンプルが遅れて溶出。	2. a. 分析時間を延ばすかグラジエント条件にて溶出を早めて下さい。 b. 流量を増やして下さい。
3. ゴーストピーク。	3. a. 移動相の純度を確認して下さい。 b. 移動相を注入溶媒としてご使用下さい。 c. 注入量を減らして下さい。
4. 夾雑物。	4. サンプルをろ過して下さい。

J. 保持時間のドリフト

推定原因	対策
1. 不十分な温度制御。	1. カラムの温調を確認して下さい。
2. 移動相が経時変化している。	2. 要因を取り除いて下さい。(揮発、化学反応など)
3. カラムの平衡化が不足している。	3. 平衡化時間を延ばして下さい。

K. 突然の保持時間の変動

推定原因	対策
1. 流量が変化した。	1. 流量を設定し直して下さい。
2. ポンプ内に気泡がかんている。	2. 気泡を除去して下さい。
3. 移動相が不適切。	3. a. 移動相を適切なものに変えて下さい。 b. 適切な移動相混合比に設定し直して下さい。

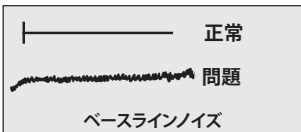
IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

L. ベースラインのドリフト

推定原因	対策
1. カラム温度が変動している。 (微妙な温度変化でもベースラインに大きく影響することがあります。RI 検出器、伝導度検出器または高感度 UV 検出器および直接吸光度法では影響が出やすくなります。)	1. 熱交換器を使用し、カラムと移動相の温度をコントロールして下さい。 
2. 不均質な移動相。 (温度のばらつきによる周期的な変動よりも、激しくドリフトします。)	2. HPLC グレードの溶媒、高純度塩および添加剤をお使い下さい。ご使用前に移動相を脱気し、ご使用中も He ガスでスパージして下さい。
3. 検出器のセルの汚れまたはセル内に気泡がかんでいる。	3. セルをメタノールやその他の溶媒作用の強い溶媒で洗浄して下さい。必要であれば、硝酸(1N)でセルを洗浄して下さい。塩酸は絶対に使用しないで下さい。
4. 検出器よりも後のラインに詰まりがある。 (高圧によりセルが割れ、ベースラインにノイズが発生することがあります。)	4. 詰まりを取り除くか配管そのものを交換して下さい。セル窓の交換につきましては、それぞれの検出器の取扱説明書をご参照下さい。
5. 移動相のミキシングのトラブルまたは流量の変化。	5. 移動相混合比を調整するか流量を調節して下さい。予防策としては常に移動相組成と流量をモニターして下さい。
6. カラムの平衡化がゆっくりし過ぎている (特に移動相の交換時)。	6. 中程度の強さの溶媒を通液し、カラム容量10~20本分の移動相で分析前に置換して下さい。
7. 移動相が汚染・劣化している。または試薬自体の純度が低い。	7. 移動相の構成をご確認下さい。HPLC用の高純度試薬をご使用下さい。
8. 保持力の強いサンプルが非常にブロードなピークとして溶出し、上昇したベースラインのように見えます。(グラジエント条件ではさらに症状が悪化する場合がある。)	8. ガードカラムをお使い下さい。必要があれば、サンプル注入の合間、もしくは分析中に定期的に強い溶媒でカラムを洗浄して下さい。
9. 移動相を再利用しているが、検出器の調整を行っていない。	9. ベースラインを再調整して下さい。検出器のダイナミックレンジが限度を超えている場合は移動相を新しいものにして下さい。
10. 検出器 (UV) が最大吸光度にセットされておらず、立ち上がりスロープと同じ値に設定されている。	10. 検出器 (UV) の波長を最大吸光度に変更して下さい。

IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

M. ベースラインノイズ(規則型)

推定原因	対策
1. 移動相、検出器のセルまたはポンプに気泡がかんでいる。	1. 移動相を脱気して下さい。ラインを洗浄し、検出器のセルまたはポンプから気泡を除去して下さい。
2. 液漏れ。	2. 第III章をご参照下さい。フィッティングの緩みをご確認ください。また、ポンプ(液漏れ、析出、異常な音など)もご確認ください。必要であれば、プランジャーシールを交換して下さい。
	
3. 移動相のミキシングが不十分。	3. 移動相を攪拌するか、粘性の低い溶媒をお使い下さい。
4. 温度による影響。(カラムは高温で制御されているが、検出器が温調されていない。)	4. カラムと検出器の温度差をなくすか、熱交換器をご使用下さい。
5. 他の装置から電気的な影響を受けている。	5. LC装置、検出器、またはレコーダーを隔離し、問題の原因が外部にあるか確認して下さい。必要に応じて修正して下さい。
6. ポンプの脈動。	6. パルスダンパーを組み込んで下さい。

N. ベースラインノイズ(不規則型)

推定原因	対策
1. 液漏れ。	1. 第III章をご参照下さい。フィッティングの緩みをご確認ください。また、ポンプ(液漏れ、析出、異常な音など)もご確認ください。必要であれば、プランジャーシールを交換して下さい。検出器セルから液漏れがあるか確認下さい。
	
2. 移動相が汚染・劣化している。または試薬自体の純度が低い。	2. 移動相の構成をご確認下さい。
3. 移動相に混和性がない。	3. 混合性のある移動相をお使い下さい。
4. 検出器/レコーダー間の電氣的干渉。	4. 検出器とレコーダーを電氣的に離して下さい。各装置の取扱説明書をご参照下さい。
5. システム内に気泡がかんでいる。	5. 強い溶媒でシステムを洗浄して下さい。
6. 検出器内に気泡がかんでいる。	6. 検出器のパーズを行って下さい。検出器の後ろに抵抗管を取り付けて下さい。

次のページへ

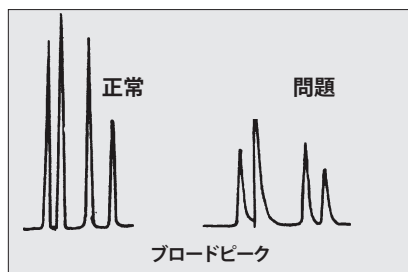
IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

N. ベースラインノイズ(不規則型) 続き

推定原因	対策
7. 検出器のセルが汚染している。(わずかな汚れでもノイズの原因となります。)	7. セルを硝酸(1N)で洗浄して下さい。絶対に塩酸を使用しないで下さい。
8. 検出器ランプの寿命。	8. ランプを交換して下さい。
9. カラムから充填剤が漏れている。	9. カラムを交換して下さい。
10. 移動相ミキサーの動作が不良もしくは破損している。	10. ミキサーを修理するか交換して下さい。

O. ピークがブロードになる

推定原因	対策
1. 移動相組成が変化している。	1. 移動相を調製し直して下さい。
2. 移動相流量が低すぎる。	2. 流量を調節して下さい。
3. 液漏れ(特にカラム～検出器間)。	3. 第III章をご参照下さい。フィッティングの緩みをご確認ください。また、ポンプ(液漏れ、析出、異常な音など)もご確認ください。必要であれば、プランジャーシールを交換して下さい。
4. 検出器の設定が不適切。	4. 設定し直して下さい。
5. カラム以外の影響: a. サンプルの過負荷。 b. 検出器の応答速度が遅すぎる。またはセル容量が大きすぎる。 c. カラム～検出器間の配管が長すぎる。または配管内径が大きすぎる。 d. レコーダーの応答速度が速すぎる。	5. a. 注入量を減らして下さい(例:100 μ L から10 μ L に下げる)。またはサンプルを10倍か100倍に希釈して下さい。 b. 応答速度を遅くするかセル容量を小さくして下さい。 c. 内径0.127～0.178 mmの配管をできるだけ短くしてご使用下さい。 d. 応答速度を遅くして下さい。



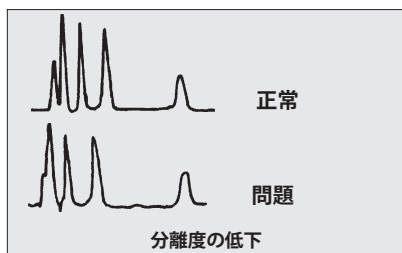
IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

O. ピークがブロードになる(続き)

推定原因	対策
6. 緩衝液濃度が低すぎる。	6. 濃度を高くして下さい。
7. ガードカラムが汚れている又は劣化している。	7. ガードカラムを交換して下さい。
8. カラムが汚れている又は劣化している。理論段数の低下。	8. 同タイプの新しいカラムに交換して下さい。
9. カラム入り口付近の空洞化。	9. エンドフィッティングを取り外してポイドを充填するか*、カラムを交換して下さい。
10. 不十分な分離により複数のピークが重なっている。	10. 分離の改善が期待できるカラムに交換して下さい。
11. カラム温度が低すぎる。	11. カラム温度を上げて下さい。カラムメーカーが示さない限り、60℃を超えないようにして下さい。
12. 検出時間が長すぎる。	12. 検出時間を短くして下さい。

P. 分離度の低下

推定原因	対策
1. 移動相が劣化または汚染している。(保持時間が変動する。)	1. 移動相を調製し直して下さい。
2. ガードカラムもしくはカラムの目詰まり。	2. ガードカラムを外して分析してみてください。もし必要であればガードカラムを交換して下さい。分析カラムに目詰まりがある場合、逆洗浄して下さい。それでも改善されない場合は残留物によってカラムがひどく汚れていると思われます。適切な処置を講じて下さい。問題が解消できない場合はカラムの入り口が詰まっていると考えられますので、フリットまたはカラムを交換して下さい。



*メーカーのカラム保証をまずご確認下さい。
エンドフィッティングを取り外すとカラム性能の保証外になる可能性があります。

IV. クロマトグラムに関するトラブル(続き)

Q. すべてのピークが小さすぎる

推定原因	対策
1. 検出器の減衰が高すぎる。	1. 検出器の減衰を減らして下さい。
2. 検出時間が長すぎる。	2. 検出時間を短くして下さい。
3. 注入量が少ない。	3. a. サンプル濃度を上げて下さい。 b. 注入量を増やして下さい(カラムサイズが許す限り)。
4. レコーダーとの接続が適当でない。	4. 接続ラインを見直して下さい。

R. すべてのピークが大きすぎる

推定原因	対策
1. 検出器の減衰が低すぎる。	1. 検出器の減衰を増やして下さい。
2. 注入量が多すぎる。	2. a. サンプル濃度を減らして下さい。 b. 注入量を減らして下さい。より小さいサンプルループの使用か部分ループモードを採用して下さい。
3. レコーダーとの接続が適当でない。	3. 接続ラインを見直して下さい。

V. インジェクターに関するトラブル

以下のトラブルは通常インジェクションバルブを使用している場合に認められます。
インジェクションバルブからの漏れについては、第III章(液漏れ)をご参照下さい。

A. マニュアルインジェクターが固い(回しにくい)

推定原因	対策
1. ローターシールが損傷している。	1. バルブを分解・組み立て直すか交換して下さい。
2. ローターがきつすぎる。	2. ローターのテンションを調整して下さい。

B. マニュアルインジェクターでサンプルがロードしにくい

推定原因	対策
1. バルブがずれている。	1. ずれを調整して下さい。
2. サンプルループが目詰まりしている。	2. サンプルループを交換して下さい。
3. シリンジが目詰まりしている。	3. シリンジを洗浄するか交換して下さい。
4. 配管ラインが目詰まりしている。	4. 配管ラインを洗浄するか交換して下さい。

C. オートサンプラーが動作しない

推定原因	対策
1. 駆動用空気または電源が供給されていない。	1. 空気ラインまたは電源をご確認下さい。
2. ローターがきつすぎる。	2. ローターのテンションを調整して下さい。
3. バルブがずれている。	3. ずれを調整して下さい。

D. オートサンプラー(その他のトラブル)

推定原因	対策
1. 目詰まり。	1. 洗浄するか目詰まりしているものを取り除いて下さい。
2. 機械的なトラブル。	2. サービスマニュアルをご参照下さい。
3. コントローラーの故障。	3. コントローラーを修理または交換して下さい。

V. 臭い、目視または音で感知するトラブル

LCのトラブルを特定するには、すべての感覚を使う必要があります。毎日数分でも良いので、LCに関する観察力を養うよう心がけてみてください。やがてLCが正常に稼動しているか感覚的に判断できるようになります。これはお客様ご自身がトラブル箇所を素早く特定するのに役立ちます。例えば、漏れなどは目視よりも早く臭いで察知することができます。トラブルの大部分は目視により発見でき、これらのほとんどは前章までに記述されております。

A. 溶媒の臭いがする

推定原因	対策
1. 液漏れ。	1. 第III章をご参照下さい。
2. 溶媒流出。	2. a. 廃液タンクが漏れていないか確認して下さい。 b. こぼれているところを見つけ、ふき取って下さい。

B. 焦げた臭いがする

推定原因	対策
1. 装置が過熱している。	1. a. 十分な換気ができているか確認して下さい。 b. 温度設定を確認して下さい。 c. システムの電源を切り、サービスマニュアルをご参照下さい。

C. 異常な測定値

推定原因	対策
1. 圧力異常。	1. 第II章をご参照下さい。
2. カラムオープンの不良。	2. a. 設定を確認し、調節して下さい。 b. サーマニュアルをご参照下さい。
3. 検出器ランプが劣化している。	3. ランプを交換して下さい。

D. 警告ランプ

推定原因	対策
1. 圧カリミットを超えている。	1. a. 目詰まりの有無をご確認下さい。 b. 圧カリミットの設定値を確認し、調整して下さい。
2. その他の警告表示。	2. サーマニュアルをご参照下さい。

VI. 臭い、目視または音で感知するトラブル (続き)

E. 警告ブザー

推定原因	対策
1. 液漏れ/流出。	1. 液漏れ箇所を特定し、修理して下さい。
2. その他の警告ブザー。	2. サービスマニュアルをご参照下さい。

F. 装置からのきしみ音

推定原因	対策
1. ベアリングの不良。	1. サービスマニュアルをご参照下さい。
2. 潤滑油の不足。	2. 必要に応じて注油して下さい。
3. 機械的な摩耗。	3. サービスマニュアルをご参照下さい。

VII. よくあるトラブルとその予防

以下の表は、どのLC装置でも発生する最も一般的な問題を示しています。右側の列には、トラブル発生率を軽減させる予防策を併記いたしました。カッコ内の数字は、各消耗品の交換時期、メンテナンスを行う時期を表しています。また、その他のLC装置の取扱説明書、サービスマニュアルも十分にお読み下さい。

リザーバ

問題	予防策
1. インレットフリットの目詰まり。	1. a. フリットを交換して下さい(3~6ヶ月)。 b. 0.5 μm 程度のフィルターで移動相をろ過して下さい。
2. 気泡。	2. 移動相を脱気して下さい。

Pump

推定原因	予防策
1. 気泡。	1. 移動相を脱気して下さい。
2. プランジャーシールの劣化。	2. 交換して下さい(3ヶ月)。
3. チェックバルブの不良。	3. インラインフィルターを使用し、移動相をろ過して下さい。予備のフィルターを常にご用意しておいて下さい。

Injector

問題	予防策
1. ローターシールの劣化。	1. a. 締め過ぎにご注意下さい。 b. サンプルをろ過して下さい。

Column

問題	予防策
1. フリットの目詰まり。	1. a. 移動相をろ過して下さい。 b. サンプルをろ過して下さい。 c. インラインフィルターとガードカラムをご使用下さい。
2. カラム入り口付近の空洞化。	2. a. pH 8.0 以上の移動相の使用を避けて下さい。(ほとんどのシリカ系カラム。) b. ガードカラムをご使用下さい。 c. プレカラムをご使用下さい。

VII. よくあるトラブルとその予防 (続き)

検出器

問題	予防策
1. ランプの不良による検出感度の低下、ノイズの増加。	1. 交換して下さい(6ヶ月)。予備のランプを常にご用意しておいて下さい。
2. セル中の気泡。	2. a. セルを常にクリーンな状態にしておいて下さい。 b. セルの後ろに抵抗管を入れて下さい。 c. 移動相を脱気して下さい。

一般

問題	予防策
1. 腐食・摩耗。	1. LC 内の緩衝液を排出し、しばらく装置を使用しない場合は洗浄して下さい。

注意: 夾雑物によって起こりうる事例



- 背圧の上昇
- ピーク割れ
- ブロードピーク
- ベースラインノイズ
- ベースラインドリフト
- 分離能の低下
- 致命的なカラムダメージ
- システムの損傷

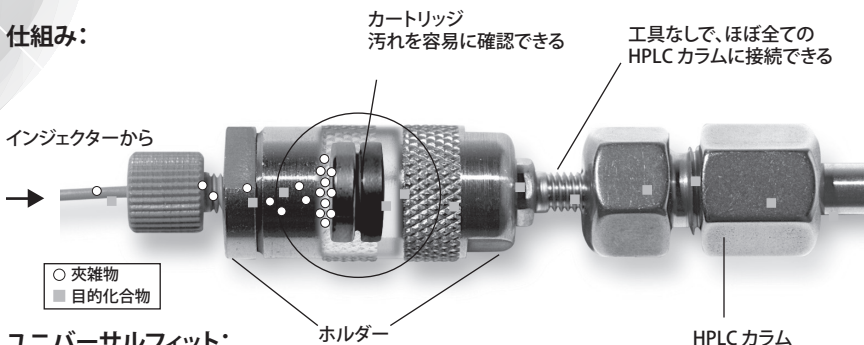
あなたの HPLC カラムと分析を保護します。



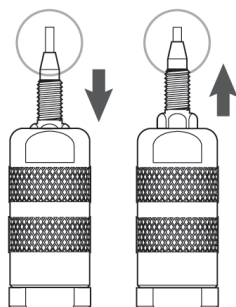
SecurityGuard 製品の詳細については、
下記ホームページをご覧ください。
www.phenomenex.com/securityguard

高価な分析カラムと結果を夾雑物の有害な影響から効果的に保護するように設計されたユニバーサル HPLC 用カートリッジ式ガードカラム。クロマトグラフィーを変更せずに夾雑物をトラップします。

仕組み:



ユニバーサルフィット:
特許取得デザインにより、ほぼ全てのメーカーの HPLC カラムに対応できます。



Patented Design

SecurityGuard は
Phenomenex の商標です。

BE-HAPPY™
保証

あなたの幸せが私たちの幸せです。
弊社の商品をご使用になり、万が一
ご満足いただけない場合は、商品
到着後45日以内にご連絡ください。
www.phenomenex.com/behappy

SecurityGuardの特許は Phenomenex が所有しています。
米国特許 第6,162,362号

注意:この特許は分析カラム用 SecurityGuard ホルダーにのみ適用され、SemiPrep、PREP、ULTRA ホルダー、またはいかなるカートリッジにも適用されません。

PHENEX™ シリンジフィルター

分析前のサンプルおよび溶媒ろ過用

- ・ 装置ダウンタイムの短縮に有効
- ・ より安定で、再現性の高い結果を得られる
- ・ カラムの寿命を延長する



Phenex 製品の特長:

- » タンパク質の低吸着
- » 幅広い化学的適合性
- » 最小化された抽出物
- » 優れた流量
- » 高いトータルスループット
- » 低いホールドアップ量
- » 認定品質
- » 100% 完全性試験済み
- » 双方向使用可

シリンジフィルター・ファインダー

適切なシリンジフィルターを見つけて、サンプルマトリックスから微粒子をうまく除去できるように設計された3ステップのツールです。
www.phenomenex.com/SFfinder

メンブレンタイプ	
RC (再生セルロース)	NY (ナイロン)
PTFE, Teflon® (ポリテトラフルオロエチレン)	CA (セルロースアセテート)
PES (ポリエーテルスルホン)	GF (グラスファイバー)
PVDF (ポリフッ化ビニリデン)	

i 上記は非滅菌シリンジフィルターです。
ハウジングは医療グレードのポリプロピレン (PP) 製です。

無料サンプルをどうぞお試しください。
どの Phenex メンブレンがアプリケーションに
適するかをご判断できます。
以下のリンクよりお申し込み下さい。
www.phenomenex.com/sample

BE-HAPPY™
保証

あなたの幸せが私たちの幸せです。
弊社の商品をご使用になり、方が
ご満足いただけない場合は、商品
到着後45日以内にご連絡ください。

www.phenomenex.com/behappy

Phenex 製品に関してご質問などございましたら、お気軽に
Phenomenex またはお近くの代理店までお問い合わせください。

Phenex は Phenomenex の商標です。
Teflon は The Chemours Company FC, LLC. の登録商標です。

このガイドは無料で配布されます。追加コピーをご希望の方はお問い合わせください。

アイルランド

t: +353 (0)1 247 5405
eirinfo@phenomenex.com

アメリカ (米国)

t: +1 (310) 212-0555
info@phenomenex.com

イギリス (英国)

t: +44 (0)1625-501367
ukinfo@phenomenex.com

イタリア

t: +39 051 6327511
italiainfo@phenomenex.com

インド

t: +91 (0)40-3012 2400
indiainfo@phenomenex.com

オーストラリア

t: +61 (0)2-9428-6444
auinfo@phenomenex.com

オーストリア

t: +43 (0)1-319-1301
anfrage@phenomenex.com

オランダ

t: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

カナダ

t: +1 (800) 543-3681
info@phenomenex.com

シンガポール

t: +65 800-852-3944
sginfo@phenomenex.com

スイス

t: +41 (0)61 692 20 20
swissinfo@phenomenex.com

スウェーデン

t: +46 (0)8 611 6950
nordicinfo@phenomenex.com

スペイン

t: +34 91-413-8613
espinfo@phenomenex.com

デンマーク

t: +45 4824 8048
nordicinfo@phenomenex.com

ドイツ

t: +49 (0)6021-58830-0
anfrage@phenomenex.com

ニュージーランド

t: +64 (0)9-4780951
nzinfo@phenomenex.com

ノルウェー

t: +47 810 02 005
nordicinfo@phenomenex.com

フィンランド

t: +358 (0)9 4789 0063
nordicinfo@phenomenex.com

フランス

t: +33 (0)1 30 09 21 10
franceinfo@phenomenex.com

ベルギー

t: +32 (0)2 503 4015 (フランス語)
t: +32 (0)2 511 8666 (オランダ語)
beinfo@phenomenex.com

ポーランド

t: +48 (12) 881 0121
pl-info@phenomenex.com

ポルトガル

t: +351 221 450 488
ptinfo@phenomenex.com

メキシコ

t: 01-800-844-5226
tecnicomx@phenomenex.com

ルクセンブルク

t: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

中国

t: +86 400-606-8099
cninfo@phenomenex.com

台湾

t: +886 (0) 0801-49-1246
twinfo@phenomenex.com

Ⓢ その他の国/地域:

米国本社

t: +1 (310) 212-0555
info@phenomenex.com



www.phenomenex.com

Phenomenexの製品は世界中どこでもお求めいただけます。
他の国・地域の販売代理店については、Phenomenex USA 海外事業部
(international@phenomenex.com) までお問い合わせください。