

LCMS Troubleshooting Tips

Změny citlivosti

Příčina	Řešení
MS	<ul style="list-style-type: none"> - Pokud se snížila plocha všech píků, zkontrolujte, zda přístroj nepotřebuje údržbu – vyčistěte iontový zdroj, případně také iontovou optiku. - Zkontrolujte, jestli jsou nastavené správné akviziční parametry. - Zkontrolujte přítomnost aduktů Na⁺, NH₄⁺, K⁺. Zvažte použití jiného laboratorního nádobí pro přípravu a skladování mobilní fáze. Připravte novou mobilní fázi - Zkuste zvýšit koncentraci aditiv nebo pufrů. - Zkontrolujte nastavení vzdálenosti sprejovací kapiláry od vstupu do vakua hmotnostního spektrometru. - Ověřte působení maticních efektů. Zvažte použití jiné chromatografické metody a postupu přípravy vzorku. - Vyměňte sprejovací kapiláru a desolvatační linii. - Proveďte ladění hmotnostního spektrometru.
Vzorek	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda-li nedochází k degradaci vzorku. Připravte čerstvý vzorek. - Zkontrolujte postup přípravy vzorku a koncentraci standardů. - Do postupu pro přípravu vzorku zahrňte přidávek vnitřního standardu. - Zvažte jiné ředění vzorku. - Zkontrolujte objem nástríku.
Ztráta účinnosti kolony	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte šířky píků a jejich rozlišení. Nastříknete mix standardů pro testování účinnosti kolony. - Vyměňte analytickou kolonu.
Netěsnosti v LC	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte těsnost spojů v celém systému.
Mobilní fáze	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte koncentraci aditiv. - Pokud jste v předchozí analýze použili mobilní fázi obsahující látku snižující účinnost ionizace, vyčistěte iontový zdroj a proveďte proplach LC systému.

Nežádoucí fragmentace

Příčina	Řešení
Špatné nastavení iontového zdroje	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda je nastavená teplota iontového zdroje vhodná pro stanovené analyty. - Zkontrolujte, zda je ionizační napětí vhodné pro analyty.
Moc vysoká / nízká kolizní energie	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte a optimalizujte nastavení tlaku kolizního plynu a kolizní energie.
Iontová optika	<ul style="list-style-type: none"> - Zajistěte správné napětí na desolvatační linii a iontové optice (QArray).

Žádné píky

Příčina	Řešení
Špatné nastavení MS	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, jestli jsou v metodě nastaveny správné podmínky MS měření pro analýzu vašich cílených analytů. - Nastavte správnou vzdálenost sprejovací kapiláry od vstupu do vakua hmotnostního spektrometru. - Zkontrolujte nastavení správné výšky sprejovací kapiláry. - Zkontrolujte, jestli dochází ke správnému na výstupu z kapiláry. - Zkontrolujte nastavení teploty iontového zdroje a průtoků plynů. - Zkontrolujte správné nastavení tlaku kolizního plynu a jeho stabilitu. - Ověřte, že dochází k eluci analytů v okně měření. - Zkontrolujte přítomnost aduktů Na⁺, NH₄⁺, K⁺. - Zvažte použití jiného laboratorního nádobí pro přípravu a skladování mobilní fáze. Připravte novou mobilní fázi. Zvažte použití jiné LC metody a postupu přípravy vzorku. - Koncentrace analytu je pod limit detekce. - Proveďte ladění hmotnostního spektrometru.
LC	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, jestli je kapilára pro vývod eluentu z LC připojena k MS. - Nedochází k průtoku mobilní fáze. Zkontrolujte, jestli není otevřen odvzdušňovací ventil. - Proveďte proplach celého systému včetně autosampleru, pro odstranění vzduchových bublin. - Propláchněte systém isopropanolem pro zajištění správného fungování „check valves“. - Zkontrolujte, zda nejsou kapiláry zničené nebo skrýpnuté.
Nedostatečná nebo naopak moc velká retenční analýza	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda používáte mobilní fázi se správným složením. - Zkontrolujte, zda používáte správnou kolonu. - Prodlužte čas analýzy. - Použijte silnější rozpouštědlo. - Zkontrolujte, zda je nastaven správný průtok mobilní fáze.
Problémy se vzorkem	<ul style="list-style-type: none"> - Připravte čerstvý vzorek. - Zkontrolujte nastavený objem nástríku v metodě/sekvenci. - Zkontrolujte, zda je vialka na správné pozici v autosampleru. - Zamyslete se nad možnou adsorpcí analytů. - Zkontrolujte, zda nejsou přítomny vzduchové bubliny na dně vialky.
Eluent je veden do odpadu	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte nastavení přepínacího ventilu (pokud je součástí systému).

Základní kroky

Následujte tyto tři kroky, abyste zjistili příčinu problému.

Nejdříve zkontrolujte nejpravděpodobnější příčiny a v daný čas vždy měňte pouze jeden parametr!



Zkontrolujte základy:

- Zdroj napájení a elektrická spojení
- Signálová spojení
- Příprava vzorku
- Analytické podmínky
- Příprava mobilní fáze
- Oplach jehly a těsnění
- Průtok mobilní fáze / bez vzduchových bublin
- Tlak LC pumpy
- Údržba iontového zdroje
- Vakuová pumpa (hladina oleje a přípouštění plynu)
- MS vakuum
- Tlaková láhev s argonem (obsah a tlak)
- Generátor plynů (tlak)

Identifikujte příčinu:

- Jasně definujte problém
- Zkontrolujte stará data a záznamy údržby pro identifikaci trendů v datech nebo možných indikátorů problémů
- Postupujte po sekvenci logických kroků, abyste mohli izolovat možné příčiny

Vše dokumentujte:

- Zapište si hodnoty jako např. retenční čas analytů a tlak systému při počátečním složení mobilní fáze. Tyto hodnoty můžete poté použít pro posouzení.
- Zapište si všechny kroky hledání řešení a výsledky; to vám může pomoci rychleji identifikovat a vyřešit případné budoucí problémy.
- Pokud jste zanalyzovali známý vzorek a porovnáte s již naměřenými daty abyste zajistili konstantní výsledky přístroje.

Stále máte problémy s Vaším přístrojem? Ozvěte se nám na

cz@shimadzu.eu.com

Křížová kontaminace

Příčina	Řešení
Špatné nastavení oplachu jehly	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte oplachový roztok a nastavení oplachu jehly v metodě.
Koncentrace vzorku	<ul style="list-style-type: none"> - Naředte vzorky nebo snižte objem nástríku.
Kontaminace kolony	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte proplach kolony; vyměňte předkolonu, nebo analytickou kolonu (pokud je nutné).
Problémy s autosamplerem	<ul style="list-style-type: none"> - Nepřesný objem nástríku. Ověřte, zda nedochází ke změně objemu nástríku pomocí testovací směsi standardů. - Ověřte, zda je v sekvenci/metodě nastaven správný objem nástríku. - Nastavte komplexnější oplachový protokol jehly a nástríkové smyčky pro minimalizaci křížové kontaminace. - Proveďte proplach pumpy v autosampleru pro odstranění vzduchových bublin.
LC gradient	<ul style="list-style-type: none"> - Prodlužte dobu eluce pomocí silného rozpouštědla v průběhu gradientu v závislosti na rozměrech kolony.

Vysoký tlak

Příčina	Řešení
Příliš vysoký průtok	<ul style="list-style-type: none"> - Snižte průtok.
Ucpaná kolona	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte zpětný proplach kolony (pokud je povolen) nebo vyměňte kolonu.
Nekompatibilní mobilní fáze (vysrážený nebo nemístelný pufr)	<ul style="list-style-type: none"> - Použijte správnou mobilní fázi; promyjte a reekvilibrujte kolonu.
Špatně zvolená kolona	<ul style="list-style-type: none"> - Použijte správnou kolonu s vyhovujícími rozměry a velikostí částic.
Ucpání injektor	<ul style="list-style-type: none"> - Odstraňte zábranu (kontrola jehly, nástríkové smyčky, sestavy ventilů a výstupu HPV).
Ucpání předkolony	<ul style="list-style-type: none"> - Vyměňte nebo odstraňte předkolonu.
Ucpání kolonový in-line filtr	<ul style="list-style-type: none"> - Vyměňte nebo odstraňte in-line filtr.
Příliš nízká teplota kolony	<ul style="list-style-type: none"> - Nastavte správnou teplotu.
Porucha senzoru	<ul style="list-style-type: none"> - Opravte nebo vyměňte tlakový senzor.
Ucpání in-line filtr pumpy	<ul style="list-style-type: none"> - Vyměňte in-line filtr.
Ucpání kapiláry	<ul style="list-style-type: none"> - Vyměňte ucpané kapiláry podle potřeby.

Nízký tlak

Příčina	Řešení
Částečná netěsnost v systému	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte všechny spojení a utáhněte netěsná místa.
Průtok	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda je v metodě správně nastavený průtok. - Zkontrolujte přesnost zobrazovaného průtoku pomocí kalibrovaného zařízení nebo změřte čas, za který proteče systémem předem specifikovaný objem mobilní fáze. - Vyměňte opotřebovaná nebo poškozená těsnění.
Metoda	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda je v metodě nastavená správná teplota a rozpouštědla. - Pokud je v systému zabudován ventil pro přepínání mezi kolonami, zkontrolujte výběr správné kolony.
Nesprávná kolona	<ul style="list-style-type: none"> - Použijte správnou kolonu s vyhovujícími rozměry a velikostí částic.
Příliš vysoká teplota kolony	<ul style="list-style-type: none"> - Nastavte správnou teplotu a zkontrolujte, jestli nebyla kolona poškozena, pokud byl překročen její teplotní limit.
Přítomnost vzduchové bubliny	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte proplach systému.
Nefunkční „check valves“	<ul style="list-style-type: none"> - Propláchněte LC systém isopropanolem a zkontrolujte funkčnost systému - Dejte „check valve“ do ultrazvukové lázně.
Porucha senzoru	<ul style="list-style-type: none"> - Opravte nebo vyměňte tlakový senzor.

Nedostatečná přesnost hmoty (HRAM systémy)

Příčina	Řešení
Rozladěný MS	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte a zkontrolujte naladění systému.
Kalibrace TOF analyzátoru	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte kalibraci TOF analyzátoru.
Nesprávná kalibrace	<ul style="list-style-type: none"> - Zkontrolujte, zda jsou analyty v kalibračním rozsahu a případně upravte faktor ředění.
Saturace detektoru	<ul style="list-style-type: none"> - Naředte vzorky nebo snižte objem nástríku.

Změny MS rozlišení

Příčina	Řešení
Rozladěný MS	<ul style="list-style-type: none"> - Proveďte a zkontrolujte naladění systému.