

CE 및 CE/MS 문제해결 가이드

일반적인 문제해결 및 생산성 유지 안내

시작

용매

- 압력에 강한 CE 적합 바이알을 사용합니다
- 1일 내에 전량 사용 완료 가능한 용매량을 준비합니다
- 0.2~0.45µm 필터로 여과한 HPLC 등급 용매만 사용합니다

CE 준비 및 작동 시작

- 바이알과 전극의 손상 또는 침전 여부를 검사합니다
- 코팅되지 않은 모세관을 MeOH, 1M NaOH, 물(각각 5~10분), 실행 완충액(20분)으로 컨디셔닝하거나, 1M NaOH(5분), 5분 대기, 물(5분), 실행 완충액(20~30분)으로 플러싱합니다

CE-UV 일상적인 작업

- 백그라운드 전해질(BGE)을 매일 교체합니다
- BGE의 pH에 따라 0.1M NaOH 또는 10%(v/v) 인산(각각 10분)으로 모세관을 플러싱한 후 물(10분)과 BGE(10분)로 컨디셔닝합니다
- 적용 후 세척 및 보관 용매로 시스템을 세척합니다

모세관의 보관

- Bare 용용 실리카 모세관은 NaOH를 사용하여 적절히 세척한 후 대량의 물로 플러싱 후 드라이(빈 바이알의 공기)로 해야 합니다
- 코팅 모세관은 각 제품 설명에 설명된 대로 보관해야 합니다

CE/MS 일상적인 작업

- CE 및 MS 시스템이 대기 상태인 경우 sheath 용매 흐름, 분무 가스 및 건조 가스를 계속 작동시킵니다
- 하루 이상 측정을 중단하는 경우:
 - Sheath flow splitter와 CE/MS 분무 장치 니들을 세척합니다
 - CE/MS 모세관을 세척하고 보관합니다
 - 분무 장치 어셈블리를 검사하고 보관합니다

CE/MS용 BGE

- 인산염 또는 붕산염과 같은 비휘발성 완충액은 전기분무 챔버 및 MS 주입구에 염분 축적을 유발하여 주입구 모세관을 막을 수 있기 때문에 CE/MS에서는 사용하지 말아야 합니다
- 대신 낮은 pH 분리의 경우 포름산 및 아세트산과 같은 휘발성 산성 및 염기성 완충액을 사용할 것을 권장합니다. 높은 pH 분리의 경우 암모늄염 또는 trialkylammonium 화합물 완충액을 사용할 것을 권장합니다



유지보수

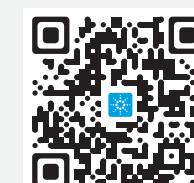
Agilent Lab Advisor 소프트웨어는 높은 기기 성능, 생산성 및 신뢰성을 보장함으로써 가장 효율적으로 고품질 전기영동 결과를 얻을 수 있게끔 Agilent CE 기기를 관리해 줍니다. 소프트웨어는 무료로 제공됩니다.

- 성능 평가를 위한 진단 테스트
- Agilent 7100 CE 시스템의 간편한 유지보수
- 애질런트 서비스와의 원활한 의사소통을 진행하기 위해 생성된 포괄적인 보고서

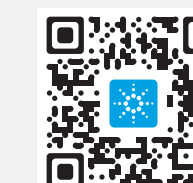
Agilent 7100 CE의 세부 정보:
www.agilent.com/chem/ce



해답 얻고 의견을 공유하세요. Agilent Community 가입:
community.agilent.com



Lab Advisor 소프트웨어:
www.agilent.com/chem/lab-advisor



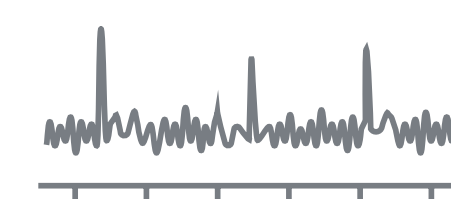
CE

불안정/전류 없음



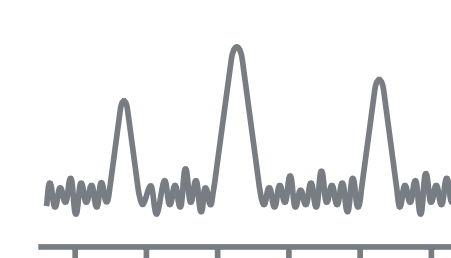
가능한 원인	솔루션
빈 모세관/ 완충액 바이알 내 잘못된 용액	완충액 바이알 채우기/변경
막힌 모세관	흡수 용액을 사용한 모세관 플러싱 및 베이스라인 점프를 관찰해야 함, 여전히 막혀있는 경우 고압으로 플러싱, 성공하지 못한 경우 모세관 교체
다른 시료 매트릭스(stacking)로 대량 주입	정상 상태, 분석 중에 전류가 안정화되어야 함
다른 양극/음극 완충액	완충액 정제 확인
깨지거나 금이 간 모세관	완충액으로 플러싱 후 전류가 반복적으로 끊어지면 모세관에 금이 갈 수 있음
시스템 샷컷(바이알 캡의 완충액)	캡을 세척 및 건조시키거나 교체

베이스라인의 스파이크



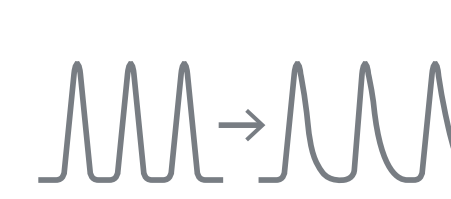
가능한 원인	솔루션
완충액 또는 시료 내 침전물/오염물질	0.2~0.45µm 필터로 여과 및 용해도 확인
완충액 내 미세한 기포	완충액 탈기

불안정한 베이스라인



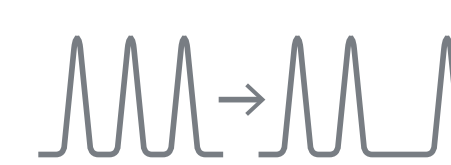
가능한 원인	솔루션
모세관 인터페이스의 광학 슬릿이 가려짐	메탄올 또는 물로 세척, 확대경으로 확인
중수소 램프 노화	다이오드 어레이 검출기(DAD) 테스트 기능을 사용하여 램프 출력 및 커짐 시간 측정; 교체

테일링 피크



가능한 원인	솔루션
모세관 벽에 흡착	극단적인 pH, 완충액 첨가제, 폴리머 첨가제 또는 코팅된 모세관 사용
모세관 끝이 손상되었거나 바이알 표면에 놓여 있음	모세관 끝이 올바르게 절단되었는지 확인하고 바이알 표면으로부터 모세관 거리 확인

이전 시간 이동



가능한 원인	솔루션
모세관 표면의 변화(pH 변화 또는 흡착으로 인한)	표면 평형 달성 및/또는 배치 간 모세관 차이 방지를 위한 모세관 컨디셔닝, pH 사이클을 수행하지 않음(표면 전하 이력 현상)
완충액 조성 변경(전기 분해, 완충액 증발, 배출구 바이알로 플러싱된 폐기를 컨디셔닝)	완충액 농도(용량)를 높이거나 정기적으로 보충하여 완충액 고갈을 예방, 증발을 방지하기 위해 바이알 캡의 실 확인, 컨디셔닝한 폐기물의 도착지 확인
레벨링되지 않은 완충액 바이알로 인한 사이펀 시료 과주입	자동 레벨링을 위한 보충 사용 시료 주입 또는 농도 감소, 특히 작은 이온의 간접 UV 검출에서 명확함

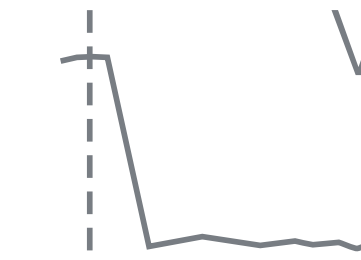
CE/MS

전류 불안정/뽀족함/너무 낮음



가능한 원인	솔루션
분무 장치 팁의 전기적 접촉 불량	CE-ESI-MS 분무 장치에서 CE 모세관의 축 방향 위치 조정
분무 장치 니들에서 기포 형성	전기 분해 가스를 플러싱 하기 위해 sheath 액체 유속을 증가시킴

주입 후 CE 전류가 끊어짐



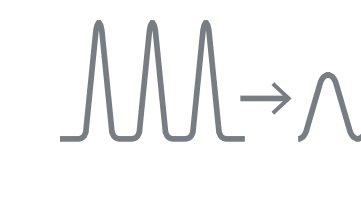
가능한 원인	솔루션
분무 가스에 의해 형성된 석션 효과에 의해 BGE에 액체 간격이 형성됨	주입 시간 동안 분무 가스 압력을 낮은 값으로 시간 프로그래밍함
액체 간격이 모세관 배출구를 향해 사이펀을 통해 형성됨	주입구 높이와 분무 장치 높이를 확인

다양한 베이스라인 MS 신호(TIC)



가능한 원인	솔루션
Sheath 용매 유속이 불안정하고 변동이 심함 및/또는 제대로 탈기되지 않음	온라인 탈기 기능이 있는 권장 isocratic 펌프 사용
CE 모세관의 폴리머이드가 팽창하거나 분리됨	BGE 및/또는 sheath 용매에 고농도의 아세트노트리플 사용을 피함

이전 시간 감소 및 더 넓은 피크

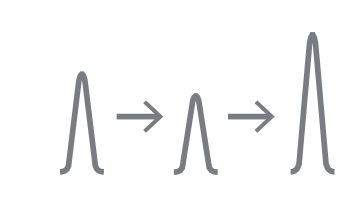


가능한 원인	솔루션
모세관 배출구 쪽으로 유압 흐름이 존재함	주입구 바이알의 레벨과 분무 장치의 높이를 확인하여 사이펀을 방지, 분무 가스 압력을 줄여 석션 효과 방지

ESI 전류가 불안정하거나 너무 낮음

가능한 원인	솔루션
건조 가스 유량이 너무 높음	건조 가스 유량을 최대한 줄임

피크 높이(TIC) 재현성 저하



가능한 원인	솔루션
이온화 효율의 가변성	내부 표준물질로 용질의 중수소화 유사체 사용
CE 기기의 낮은 주입 정밀성: 절단 또는 손상 시 CE 모세관 주입구 축의 장 변동	내부 표준물질 사용

백그라운드 MS 전류가 너무 높음

가능한 원인	솔루션
지저분한 분무 장치 니들, CE 모세관 또는 sheath 액체 펌프	모세관 플러싱 및 분무 장치 니들 또는 sheath 액체 펌프 세척
지저분한 BGE 또는 sheath 액체	시스템의 모든 부분에서 최대한 청결을 유지

자세한 문제해결 정보는 다음 애질런트 발행물에서 확인할 수 있습니다.

- 고성능 모세관 전기영동(기본 지침서, 5990-3777EN)
- CE/MS 원리 및 사례(가이드북, 5994-0112EN)