

CE 与 CE/MS 故障排除指南

指导您解决常见问题，保持工作效率

从这里开始

溶剂

- 使用适合 CE 的耐压样品瓶
- 所备溶剂量应在 1 天内用完
- 仅使用 HPLC 级溶剂并使用 0.2–0.45 μm 过滤器过滤

准备和启动 CE

- 检查样品瓶和电极是否损坏或产生沉淀
- 使用甲醇、1 mol/L NaOH、水活化未涂层毛细管（各 5–10 分钟），运行缓冲液（20 分钟）或使用 1 mol/L NaOH 冲洗（5 分钟），等待 5 分钟，用水冲洗（5 分钟），运行缓冲液（20–30 分钟）

每日任务 CE-UV

- 每天更换背景电解质 (BGE)
- 根据 BGE 的 pH 值，用 0.1 mol/L NaOH 或 10% (v/v) 磷酸冲洗毛细管（各 10 分钟），然后用水冲洗（10 分钟），并用 BGE 活化（10 分钟）
- 使用后，用清洗和储存溶剂冲洗系统

毛细管保存

- 应使用 NaOH 正确清洗未涂渍熔融石英毛细管，然后用大量水冲洗，再吹干（用空样品瓶中的空气）
- 按照相应产品说明中的描述保存涂层毛细管

日常任务 CE/MS

- 如果毛细管电泳和质谱系统处于闲置状态，请保持鞘液、雾化气体和干燥气的运行
- 如果停止测量一天或更长时间：
 - 清洁鞘液分流器和 CE/MS 雾化器喷雾针
 - 清洁并保存好 CE/MS 毛细管
 - 检查并保存好雾化器组件

用于 CE/MS 的 BGE

- 应避免在 CE/MS 中使用磷酸盐或硼酸盐等非挥发性缓冲液，因为这些缓冲液会在电喷雾室和 MS 进样口造成盐积聚，进而堵塞进样口毛细管
- 对于低 pH 条件下的分离，我们建议使用挥发性酸性和碱性缓冲液，如甲酸和乙酸。对于高 pH 条件下的分离，建议使用铵盐或三烷基铵化合物缓冲液

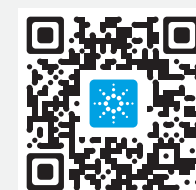


维护

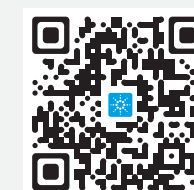
安捷伦实验室顾问软件 (Lab Advisor) 可以帮助您管理安捷伦毛细管电泳仪，通过确保仪器的高性能、分析效率和可靠性，使您以更有效的方式获得高质量的电泳分析结果。软件可免费使用。

- 进行诊断测试评估性能
- 更轻松地进行 Agilent 7100 CE 系统维护
- 生成全方位报告，与安捷伦轻松交流

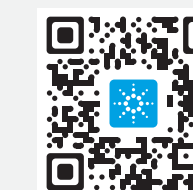
了解关于 Agilent 7100 CE 系统的更多信息：
www.agilent.com/chem/ce



获取疑问解答，分享见解，加入安捷伦社区：
community.agilent.com



关于实验室顾问软件，请访问：
www.agilent.com/chem/lab-advisor



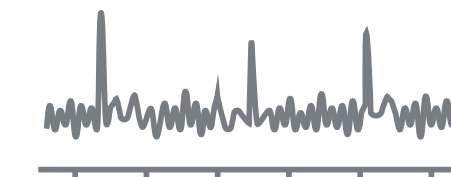
CE

不稳定/无电流



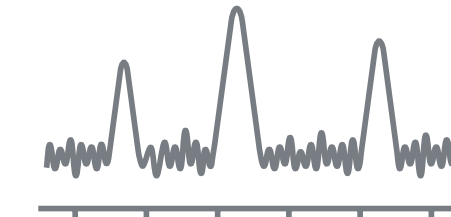
可能原因	解决方案
空毛细管/ 缓冲液瓶中的溶液错误	填充/更换缓冲液瓶
毛细管堵塞	用吸收溶液冲洗毛细管，应观察到基线跳跃；如果仍然存在堵塞，则用高压冲洗；如果不成功，则更换毛细管
不同样品基质下的大体积进样（堆叠）	正常情况；电流在分析过程中应该会稳定
不同的阴极/阳极缓冲液	确认缓冲液
毛细管破损或破裂	如果用缓冲液冲洗后电流反复中断，则毛细管可能已经破裂
系统短路（样品瓶盖上有缓冲液）	清洁并干燥瓶盖或进行更换

基线毛刺



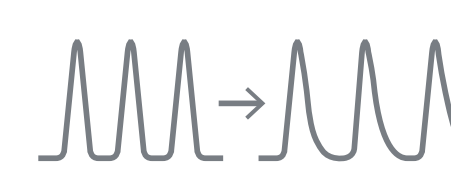
可能原因	解决方案
缓冲液或样品中出现沉淀/污染	使用 0.2–0.45 μm 过滤器过滤并验证溶解性
缓冲液中存在微小气泡	对缓冲液脱气

基线不稳定



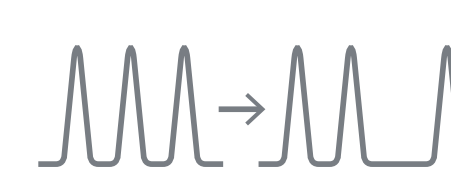
可能原因	解决方案
毛细管接口上的光学狭缝被遮挡	用甲醇或水清洗；用放大镜检查
氙灯老化	使用二极管阵列检测器 (DAD) 测试功能来测量灯输出和开启时间；更换

峰拖尾



可能原因	解决方案
吸附到毛细管壁	使用极端 pH 值、缓冲液添加剂、聚合物添加剂或涂层毛细管
毛细管末端损坏或停留在样品瓶表面上	检查毛细管末端是否正确切割并检查毛细管与样品瓶表面的距离

迁移时间偏移



可能原因	解决方案
毛细管表面发生变化（由于 pH 值变化或吸附）	活化毛细管以达到表面平衡和/或避免批次间的毛细管差异；不要循环 pH（表面电荷滞后）
缓冲液成分发生变化（由于电解、缓冲液蒸发、活化废液进入出口瓶中）	增加缓冲液浓度（容量）或定期补充以避免缓冲液耗尽；为避免蒸发，检查瓶盖密封情况，检查活化废液的去向
由于缓冲液瓶未处于同一高度而导致虹吸	使用补液功能自动调平
样品过载	降低样品进样量或浓度；对于小离子的间接 UV 检测尤其明显

CE/MS

电流不稳定/尖峰/过低



可能原因	解决方案
雾化器尖端的电接触不良	调整 CE-ESI-MS 雾化器中 CE 毛细管的轴向位置
在雾化器喷雾针处形成气泡	提高鞘液流速以冲洗出电解气体

进样后 CE 电流中断



可能原因	解决方案
由于雾化气形成的抽吸效应，BGE 中形成液隙	在时间程序中，将进样期间的雾化气体压力设置为较低的值
朝向毛细管出口的虹吸导致形成液隙	检查入口的液位高度和雾化器的高度

基线 MS 信号 (TIC) 波动



可能原因	解决方案
鞘液流速不稳定、波动和/或脱气不完全	使用建议的等度泵并在线进行脱气
CE 毛细管的聚酰亚胺发生溶胀或已经脱落	避免在 BGE 和/或鞘液中使用高浓度乙二醇

迁移时间缩短和峰展宽



可能原因	解决方案
存在朝向毛细管出口的液压力	检查入口瓶的液位和雾化器的高度以避免虹吸；降低雾化气体压力以避免抽吸效应

ESI 电流不稳定或过低



可能原因	解决方案
干燥气流速过高	尽可能减小干燥气流速

峰高 (TIC) 的重现性不佳



可能原因	解决方案
离子化效率不一致	使用溶质的氘代类似物作为内标
毛细管电泳仪的进样精度低：由于毛细管切割不当或损坏，CE 毛细管入口侧的电场发生变化	使用内标

背景 MS 电流过高



可能原因	解决方案
喷雾针、CE 毛细管或鞘液泵较脏	冲洗毛细管并清洁喷雾针或鞘液泵
BGE 或鞘液较脏	使系统的各个部分均保持高洁净度

更多故障排除信息可参考下列安捷伦出版物：

- 高效毛细管电泳（基础导论，5990-3777EN）
- CE/MS 原理与实践（指南，5994-0112ZHCHN）

