

CE および CE/MS トラブルシューティングガイド

問題を解決して生産性を維持するためのガイド

はじめに

溶媒

- 耐圧性の CE 適合バイアルを使用してください。
- 前処理する溶媒は、1 日で使い切れる量にしてください。
- 0.2 ~ 0.45 μm フィルタでろ過した HPLC グレードの溶媒のみを使用してください。

CE の準備と電源投入

- バイアルと電極に傷や析出物がない点検します。
- 表面未修飾のキャピラリーは、MeOH、1 M NaOH、水（それぞれ 5 ~ 10 分）、バッファ（20 分）でコンディショニングするか、1 M NaOH（5 分）、5 分待機、水（5 分）、バッファ（20 ~ 30 分）でフラッシュします。CE/MS 用キャピラリーの場合はスプレイヤーから取り外してコンディショニングしてください。

CE-UV での毎日の作業

- バックグラウンド電解質（BGE）は毎日交換してください。
- BGE の pH に応じて 0.1 M NaOH または 10 % (v/v) リン酸（それぞれ 10 分）でキャピラリーをフラッシュし、続いて水（10 分）、そして BGE（10 分）でコンディショニングします。
- アプリケーション後、洗浄剤と保管用溶剤でシステムをフラッシュしてください。

キャピラリーの保管

- むき出しのフューズドシリカキャピラリーは、NaOH で適切に洗浄した後、十分な量の水ですすいでから、（空のバイアルからの空気）でフラッシュし、乾燥させてください。
- コーティングされたキャピラリーは、それぞれの製品説明に記載されているとおりに保管してください。

CE/MS での毎日の作業

- CE システムや MS システムがアイドル状態の場合、シース溶媒フロー、ネブライザガス、ドライガスは流したままにしておきます。
- その日の測定が終了したり、以後しばらく使用しない場合：
 - シースフロープリッタと CE/MS スプレーニードルを洗浄します。
 - CE/MS キャピラリーを洗浄して保管します。
 - スプレイヤーアセンブリを検査して保管します。

CE/MS 用の BGE

- リン酸やホウ酸などの非揮発性バッファは、CE/MS では使わないようにしてください。これは、エレクトロスプレーチャンバと MS インレットで塩が蓄積し、MS 感度を低下させるおそれがあるためです。
- 代わりに、低 pH 分離には、ギ酸や酢酸などの揮発性の酸性および塩基性バッファの使用をお勧めします。高 pH 分離には、アンモニウム塩やトリアルキルアンモニウム化合物のバッファの使用を推奨します。

CE

電流が不安定または流れない



考えられる原因	解決策
キャピラリーが空/バッファバイアル中の溶液が異なる	バイアルにバッファを入れるか交換します
キャピラリーの詰まり	キャピラリーを UV 吸収のある吸収溶液で洗い流し、ベースラインジャンプを観察してください。まだ詰まりがある場合は、フラッシュで洗い流してください。あるいはキャピラリーを交換してください
異なるサンプルマトリックスでの大量注入（スタッキング）	通常：分析中に電流は安定するはずですが
異なるカソード/アノードバッファ	バッファの中身を確認します
キャピラリーの破損または亀裂	バッファでフラッシングした後、電流が繰り返し途切れる場合は、キャピラリーに亀裂が生じている可能性があります
システムショート（バイアルキャップにバッファ）	キャップをきれいにし、乾かすか交換します

ベースラインのスパイク



ベースラインが不安定



ピークのテーリング



泳動時間のシフト



考えられる原因	解決策
バッファまたはサンプル中の沈殿物/汚染	0.2 ~ 0.45 μm のフィルタでろ過し、溶解度を確認します
バッファ中の微細な気泡	バッファを脱気します
キャピラリーインタフェース内の光学スリットが塞がっている	メタノールまたは水で洗浄します。拡大鏡でチェックしてください
重金属ランプの劣化	ダイオードアレイ検出器（DAD）テスト機能を使ってランプの光量と点灯時間を測定し、交換します
キャピラリー壁への吸着	極端な pH 値、バッファ添加物、ポリマー添加剤、またはコーティングキャピラリーを使います
キャピラリーの端が損傷しているか、バイアルの表面に接触	キャピラリーの端が適切に切断されていることを確認し、バイアル表面からのキャピラリーの距離を確認します

考えられる原因	解決策
キャピラリー表面の変化（pH 変化または吸着による）	表面平衡を達成する、またはバッチ間のキャピラリーの違いを回避するためのキャピラリーのコンディショニング。pH を変動させないようにします（表面電荷ヒステリシス）
バッファ組成の変化（電気分解、バッファ濃度（容量）を増やすか、定期的なバッファの蒸発、出口バイアルにフラッシュされたコンディショニング廃液による）	バッファ濃度（容量）を増やすか、定期的なバッファの蒸発、出口バイアルにフラッシュされたコンディショニング廃液の行き先を確認します。
液面高さが異なるバッファバイアルによるサイフォン効果	バッファの液面高さが揃うようにバイアルに入れるバッファの量を揃えます
サンプルの過負荷	サンプルの注入量または濃度を下げます。小さなイオンの間接 UV 検出で特に顕著

CE/MS

電流が不安定/スパイク状/低すぎる



注入後に CE 電流が停止する



ベースライン MS シグナル (TIE) が変動する



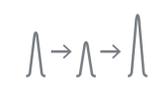
泳動時間が減り、ピークが広がる



ESI 電流が不安定か低すぎる



ピーク高の再現性が低い (TIE)



バックグラウンド MS 電流が高すぎる



考えられる原因	解決策
スプレイヤー先端の電氣的接続（接地）の問題	CE-ESI-MS スプレイヤーの CE キャピラリーの軸方向の位置を調整します
スプレイヤーニードルでの気泡形成	シース液流量を増やして電解ガスを押し出します
考えられる原因	解決策
ネブライザガスによる吸引効果により BGE 内に空気が入る	注入時間中のネブライザガス圧力が低い値になるようタイムプログラムします
キャピラリー出口方向へのサイフォン効果によって、空気が入る	注入口の高さレベルとスプレイヤーの高さを確認してください
考えられる原因	解決策
シース溶媒流量が不安定で変動しているか、脱気不十分	オンラインデガッサ付の推奨されているアイソクラティックポンプを使用してください
CE キャピラリーのポリイミドが膨張しているか外れている	BGE またはシース溶媒で、高濃度のアセトニトリルを使用しないようにします
考えられる原因	解決策
キャピラリー出口方向への液体の流れがある	サイフォン効果を避けるために、入口バイアルの液面とスプレーの高さを確認してください。吸引効果避けるためにネブライザガス圧を下げます。
考えられる原因	解決策
乾燥ガス流量が多すぎる	乾燥ガスの流量をできるだけ減らします
考えられる原因	解決策
イオン化効率が不安定	溶質の重水素化類似体を内部標準として使用します
CE 装置の注入精度が低下：CE キャピラリーの注入側が正しくカットされていないか破損している	内部標準を使用します
考えられる原因	解決策
スプレーニードル、CE キャピラリー、またはシース液ポンプが汚れている	キャピラリーをフラッシュし、スプレーニードルまたはシース液ポンプを洗浄します
BGE またはシース液体が汚れている	システムの部品はすべて、できるだけ清潔な状態でお使いください

メンテナンス

Agilent Lab Advisor は Agilent CE 機器の管理用ソフトウェアです。高い機器性能、生産性、信頼性によって、高品質なクロマトグラフィー結果を非常に効率的に得ることができます。本ソフトウェアは無料で使用できます。

- 診断テストによる性能評価
- Agilent 7100 CE システムのメンテナンスが容易
- 総合的なレポートが生成されるため、アジレントサービスとのコミュニケーションが容易

Agilent 7100 CE システムの詳細：
www.agilent.com/chem/ce



答えを得て、知見を共有。アジレントコミュニティに参加：
community.agilent.com



Lab Advisor ソフトウェアの詳細：
[Lab Advisor ソフトウェアのページ](#)



トラブルシューティングの詳細については、次のアジレントの資料を参照してください。

- キャピラリー電気泳動入門書（5990-3777JAJP）
- CE/MS の原理と実際（ガイドブック、5994-0112JAJP）

記載されている情報は予告なく変更されることがあります。

DE24214671
アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2022
Printed in Japan, October 1, 2022



5994-4811JAJP