



装置メーカーによって表現などが異なるため、
正しく表現できていない場合がございます。
最終的にはお使いのメーカーに直接ご確認ください。

トラブルシューティング LC-MS/MS編

株式会社アイスティサイエンス

LC-MS/MS分析時によく見られるトラブル

- I 圧力が高すぎる
 - ・ 移動相は濁っていないか
 - ・ 流路に目詰まりがないか

- II バッチ間でRTが変化する
 - ・ 移動相の作り方は毎回同じか

- III ピーク形状が悪い
 - ・ 測定条件は最適か

- IV 回収率が悪い
 - ・ 原因はどこにあるか

I 圧力が高すぎる

【原因①】

移動相が懸濁している。

【対策①】

懸濁が見えたら新しい移動相を調製する。

【原因②】

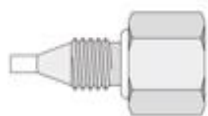
流路が目詰まりしている。

【対策②】

検出器側から順次配管を外して送液する。

分析カラムを保護するために

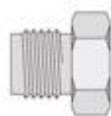
◆プレカラムフィルターの使用



ホルダー(ボディ)
材質:ステンレス, PEEK
ネジ型式:ウォーターズタイプ



フィルター
材質:焼結ステンレス
(0.5 μ m, 内径2.0mm)
ステンレス, PTFE



ホルダー(キャップ)
材質:ステンレス
ネジ型式:ウォーターズタイプ
UPLC®タイプ

◆試料溶液のろ過



プレカラムフィルター

名称	内容	Cat.No.	価格 (円)
ファーストキット (W+W)	フィルター1個, ホルダー	653002	18,000
ファーストキット (UPLC®+W)	フィルター1個, ホルダー	653004	18,000
交換フィルター	5個	653003	9,800

* LCシステム配管がSUS製ジョイントをご使用の方は、接続タイプを確認してください

* ジョイントの接続タイプがウォーターズタイプの場合はCat.No.653002 (Fig.3) になります

* ジョイントの接続タイプがUPLC®タイプの場合はCat.No.653004 (Fig.4) になります

(参考) 一般財団法人 化学物質評価研究機構HP
(http://www.cerij.or.jp/service/09_chromatography/column_accessories_02.html)

Ⅱ バッチ間でRTが変化する

【原因】

移動相の作り方が分析毎に異なる。

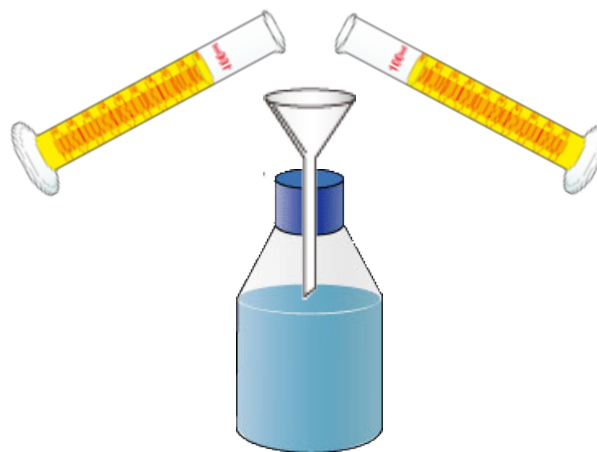
【対策】

毎回同じ条件で移動相を作成する。

50%アセトニトリル水溶液？



アセトニトリルー水 (1/1) ？



Ⅲ ピーク形状が悪い

Ⅲ-A ピークがリーディングする場合

Ⅲ-B ピークがテーリングする場合

Ⅲ-A ピークがリーディングする場合

【原因】

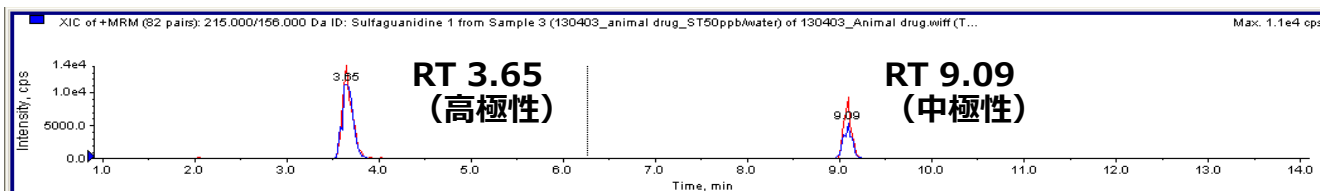
カラムへの保持が不十分であると推測される。

【対策】

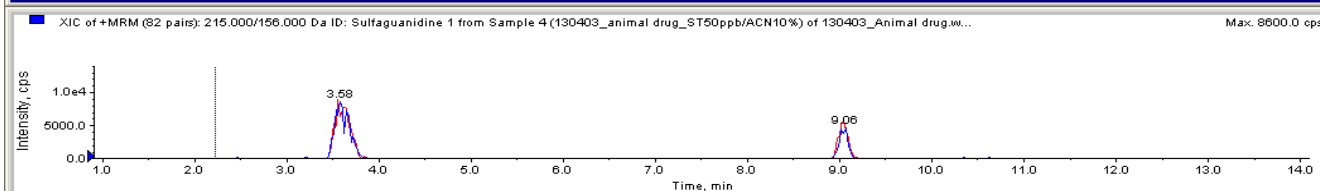
- ① 試験液の有機溶媒比率を下げる。
- ② グラジエント条件を検討する。
- ③ カラムを変更する。

試験液の有機溶媒比率による高極性化合物のピーク形状（逆相）

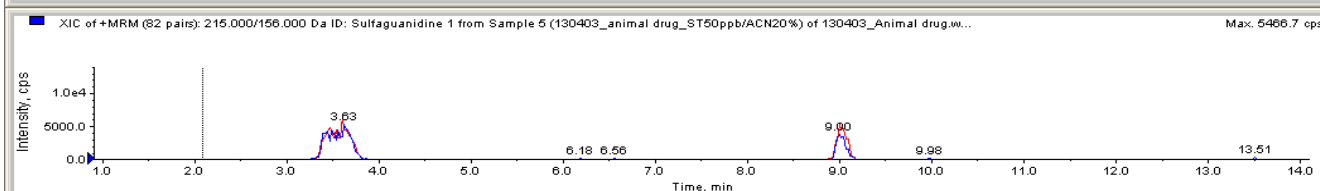
ACN10%



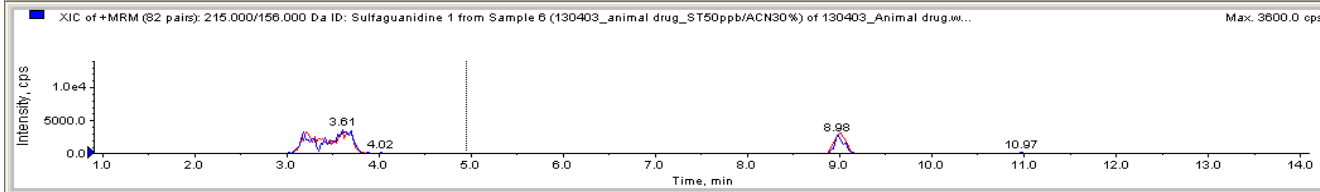
ACN20%



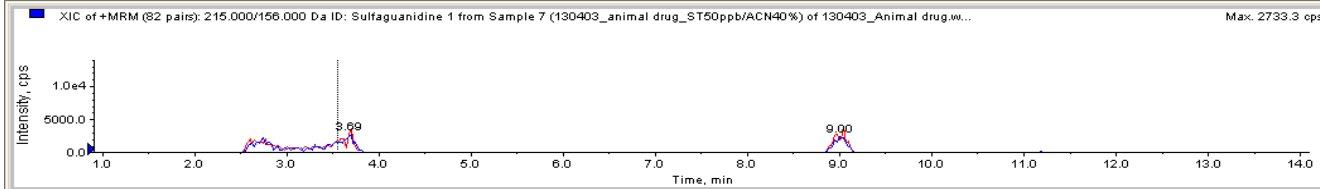
ACN30%



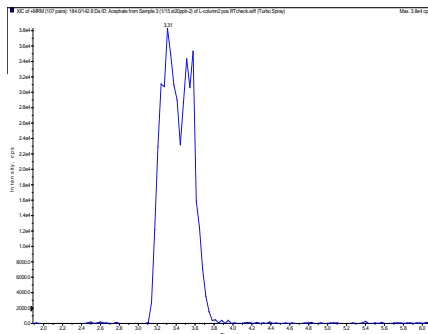
ACN40%



ACN50%

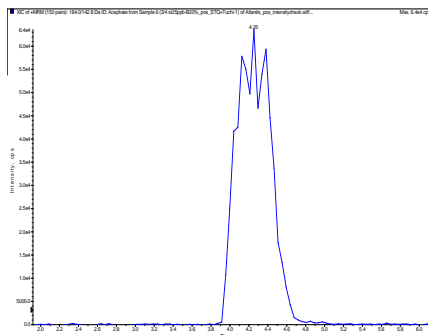
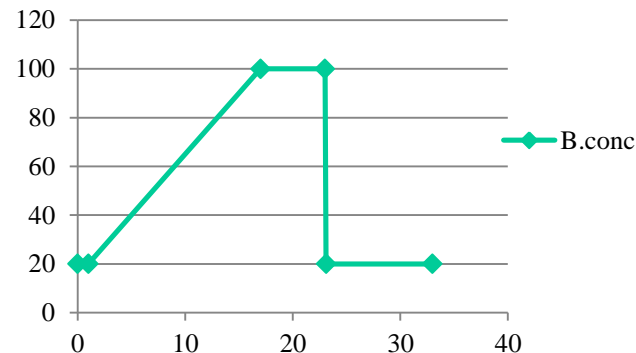


グラジエントによるアセフェートのピーク形状



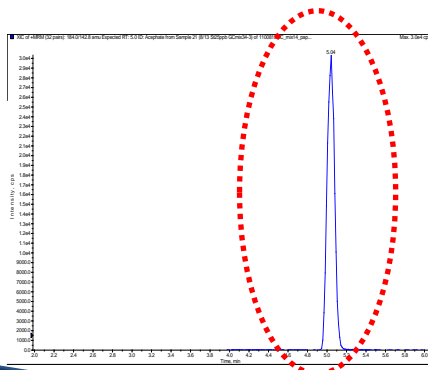
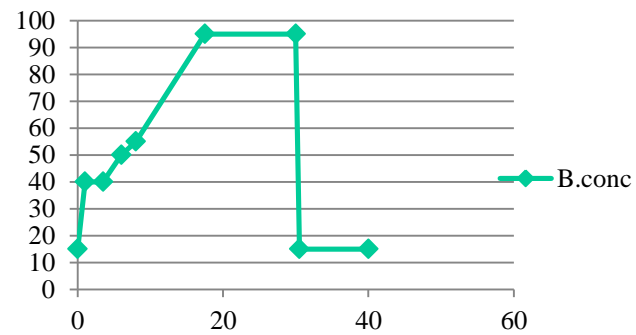
●初期値 B:20%
※20%を1分Hold

Time	B.conc
0	20
1	20
17	100
23	100
23.1	20
33	20



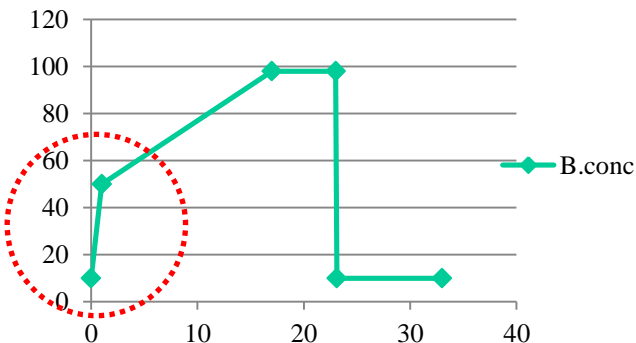
●初期値 B:15%
(通知法)
※1分後にBを40%

Time	B.conc
0	15
1	40
3.5	40
6	50
8	55
17.5	95
30	95
30.5	15
40	15



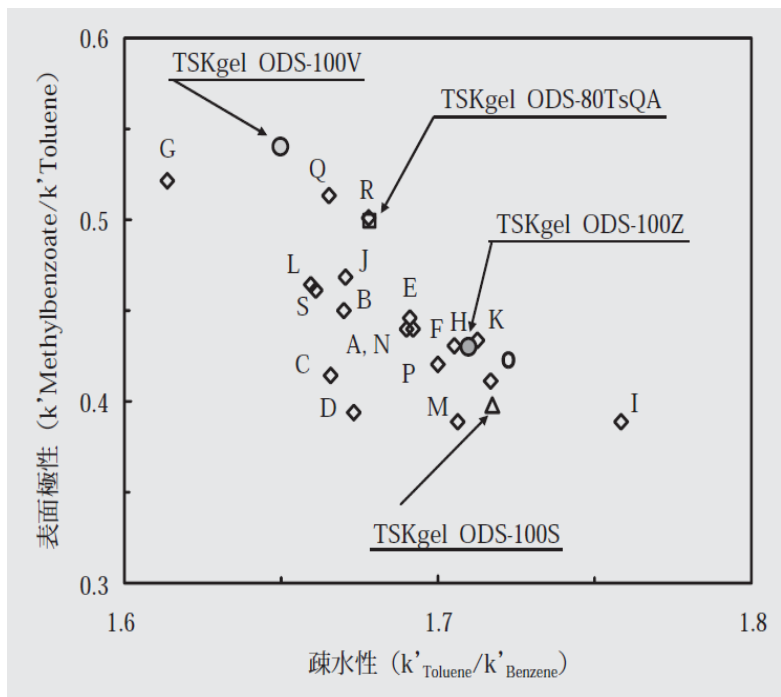
●初期値 B:10%
※1分後にBを50%

Time	B.conc
0	10
1	50
17	98
23	98
23.1	10
33	10



これがポイント👉

メーカーごとのODSカラムの分離特性



同じODSカラムであっても、
メーカー毎に分離特性が若干異なる。

図1 ODSカラムの疎水性と表面極性パラメーター

(61)

(参考) 東ソー研究・技術報告
第49巻 (2005) P.61-67

Ⅲ-B ピークがテーリングする場合

①すべてのピークがテーリングする場合

【原因】

カラムが劣化している。

【対策】

カラムを交換する。

Ⅲ－B ピークがテーリングする場合

②特定のピークのみがテーリングする場合

【原因】

カラムとの望ましくない相互作用を起こしている。

【対策】

① 塩基性化合物の場合、

残存シラノールの少ないカラムを選択する。

② 金属配位性化合物の場合、

配管やカラムを非金属性のものに交換する。

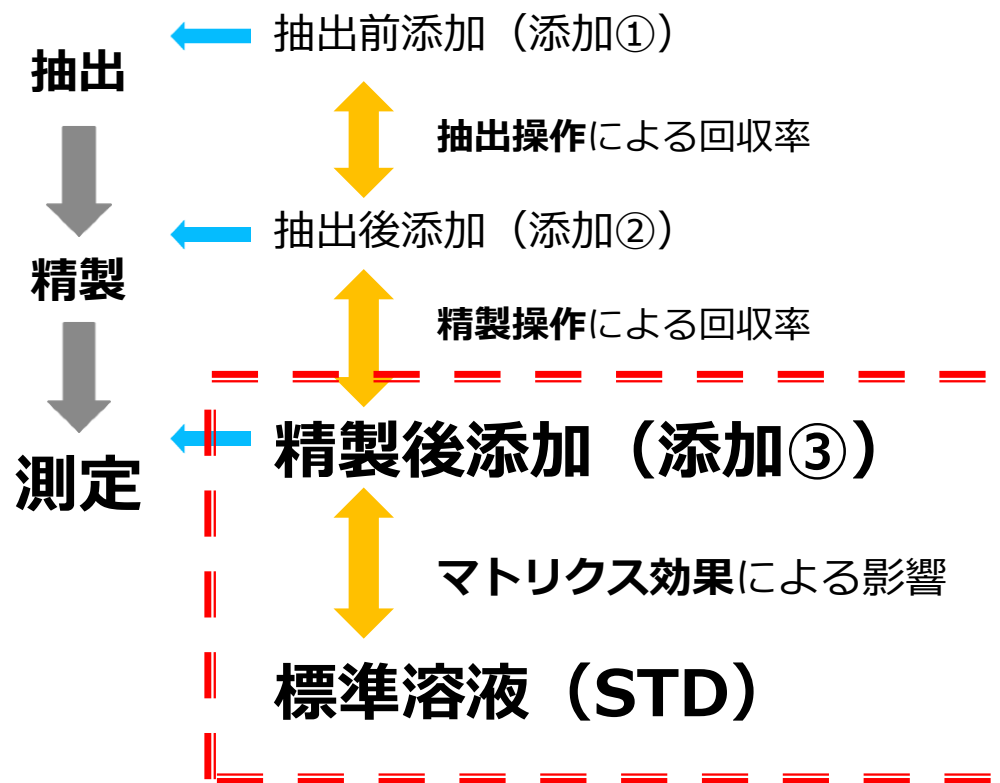
③ それ以外の場合、

移動相を変更する（例：アセトニトリル⇒メタノール）。

IV 回収率が悪い

多段階添加回収試験で原因を特定する。

多段階添加回収試験概要



多段階添加回収試験による原因の特定

【原因】

パターンA 添加③ < STD
イオン化阻害を受けている。

パターンB 添加③ > STD
イオン化促進を受けている。

【対策】

- ① 注入されるマトリクス量を減らす。
 - ◆ 測定試料を希釈する。
 - ◆ 注入量を減らす。
- ② 精製工程を変更する。
- ③ 異なる分離特性のカラムを用いる。