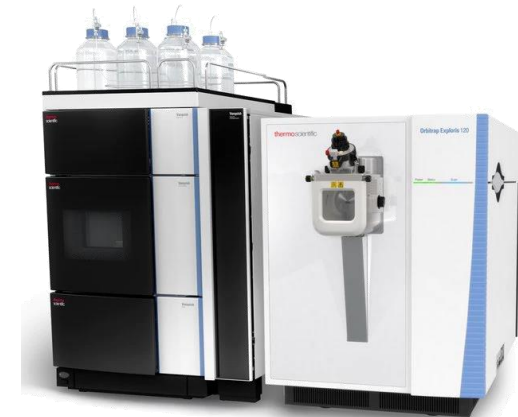
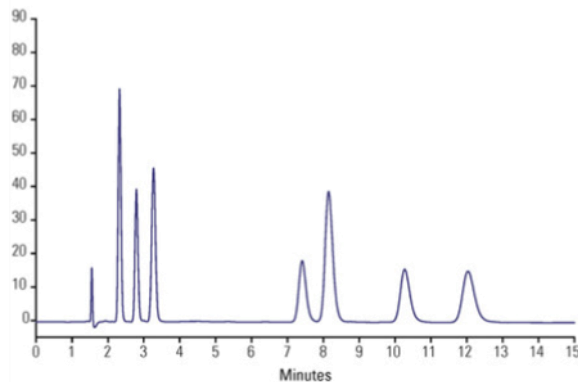


เทคนิคการใช้ การบำรุงรักษาเครื่องมือทาง Chromatography Mass Spectrometer



มหิทธิ เพื่อนงาม - SciSpec Co., Ltd.

หน่วยงาน
สนับสนุน



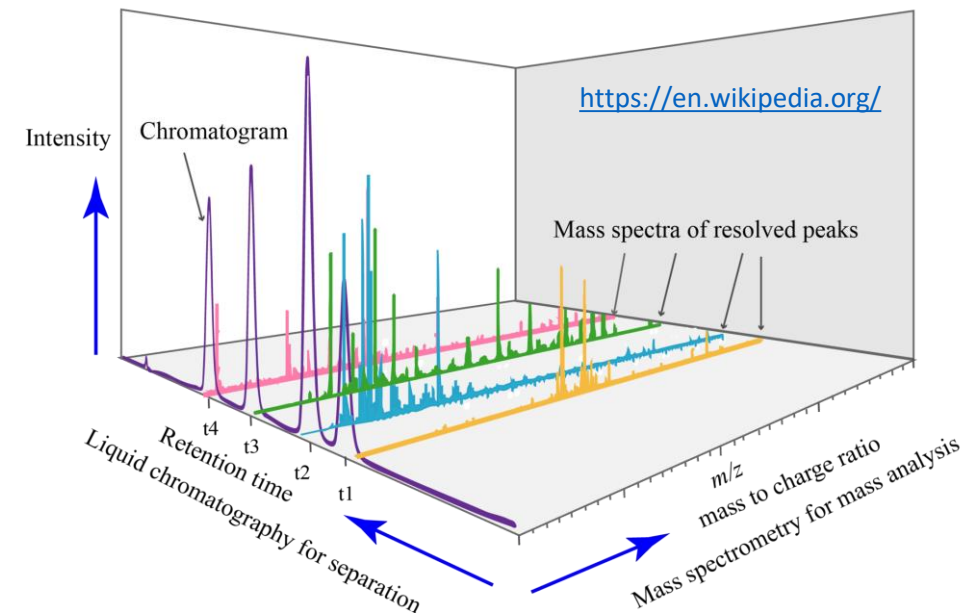
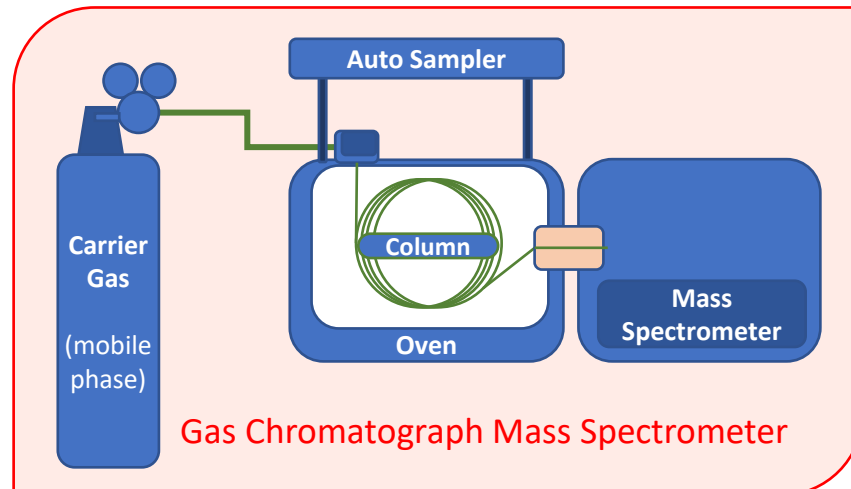
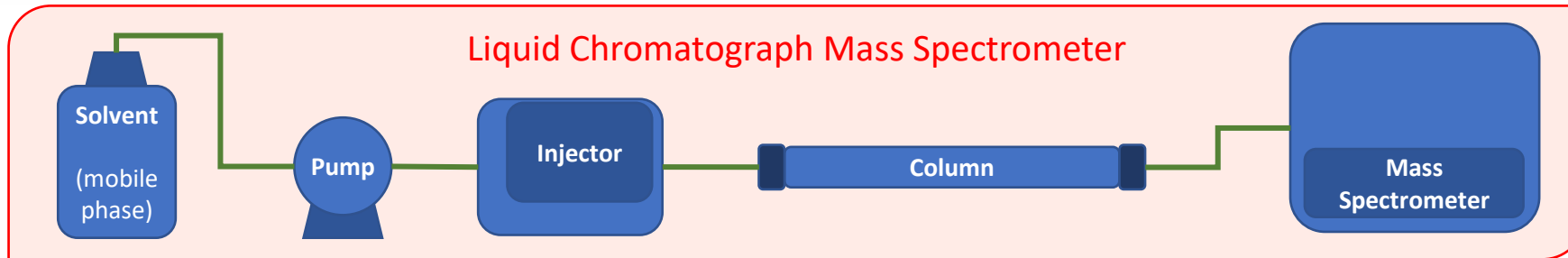
METTLER TOLEDO



Sci
Spec



แผนภาพแสดงเทคนิค Chromatography Mass Spectrometer



ความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการแยกสารในระบบ Chromatography ต่อประสิทธิภาพในการบ่งชี้สารในระบบ Mass Spectrometer

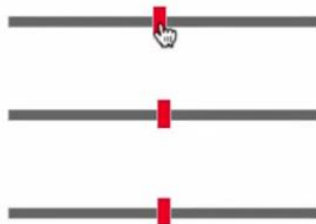
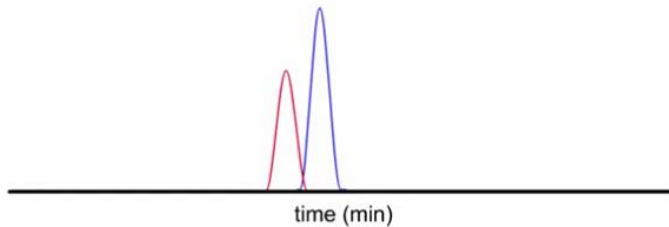
Resolution in Chromatography

$$R_s = \underbrace{\frac{k}{k+1}}_{\text{Retention}} \times \underbrace{\frac{\alpha-1}{\alpha}}_{\text{Selectivity}} \times \underbrace{\frac{\sqrt{N}}{4}}_{\text{Efficiency}}$$

$$k = \frac{(t_R - t_M)}{t_M}$$

$$\alpha = \frac{k_j}{k_i}$$

$$N = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2$$



- **Retention** - a measure of the degree of interaction with the stationary phase.
- **Selectivity** - a measure of the differences in the chemistries of the components in the mixture.
- **Efficiency** - a measure of the sharpness of the peaks.

Ardent
scientific

<https://www.sigmaaldrich.com>

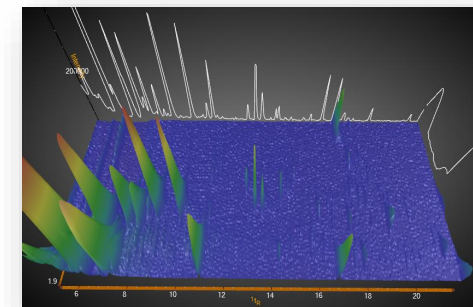
<https://youtu.be/vFENzNj6Jq4>

หน่วยงาน
สนับสนุน



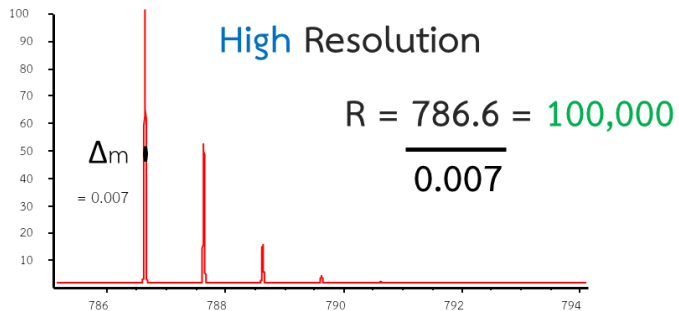
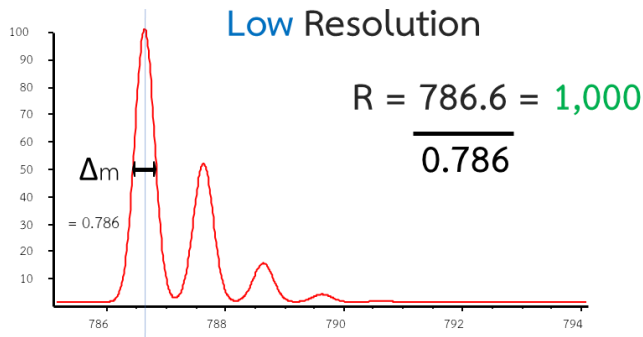
ตัวอย่างกระบวนการที่ช่วยปรับปรุงประสิทธิภาพ
การแยกสารในระบบ Chromatography

- การเตรียมตัวอย่าง เช่น เทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็ง (Solid Phase Extraction)
- การเลือกใช้ column ที่เหมาะสมกับสารกลุ่มที่จะทำการวิเคราะห์
- การใช้ Multi-dimensions Chromatography



ความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการแยกสารในระบบ Chromatography ต่อประสิทธิภาพในการบ่งชี้สารในระบบ Mass Spectrometer

Resolutions in Mass Spectrometer



$$R = \frac{m}{\Delta m}$$

Δm (FWHM)

C = 12.0000

H = 1.0078

N = 14.0031

O = 15.9949

S = 31.9721

CO = 27.9949

N₂ = 28.0061

C₂H₄ = 28.0313

ประเภทของ Mass Analyzer ต่างๆ ที่นิยมใช้ร่วมกับเทคนิค Chromatography

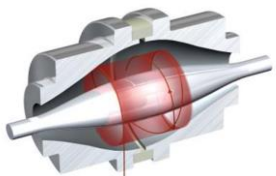
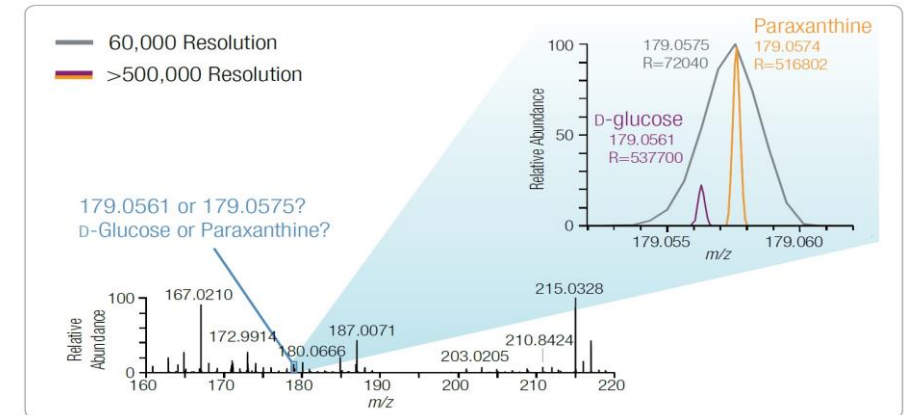
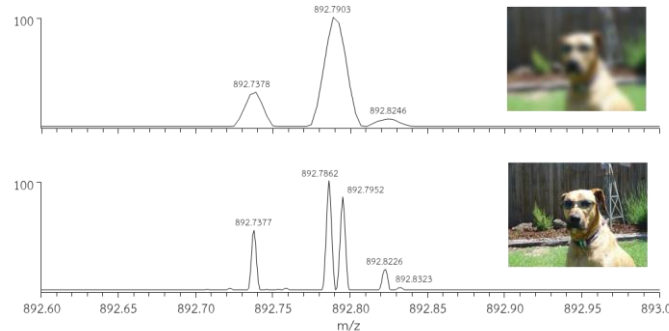
=> Quadrupole Mass Spectrometer

=> Time Of Flight Mass Spectrometer

=> Orbitrap Mass Spectrometer

=> Ions Trap Mass Spectrometer

=> Sector Field Mass Spectrometer



HRAMS = High Resolution Accurate
 Mass Spectrometry

หน่วยงาน
 สนับสนุน



METTLER TOLEDO



Sci
 Spec



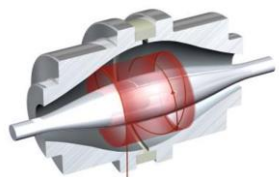
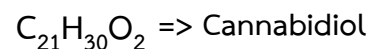
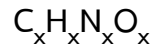
ความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการแยกสารในระบบ Chromatography ต่อประสิทธิภาพในการบ่งชี้สารในระบบ Mass Spectrometer

Accuracy in Mass Spectrometer

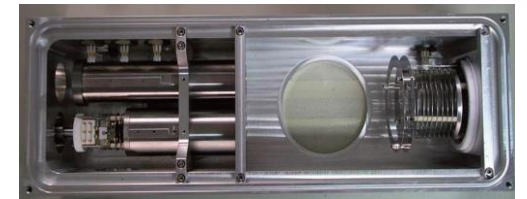
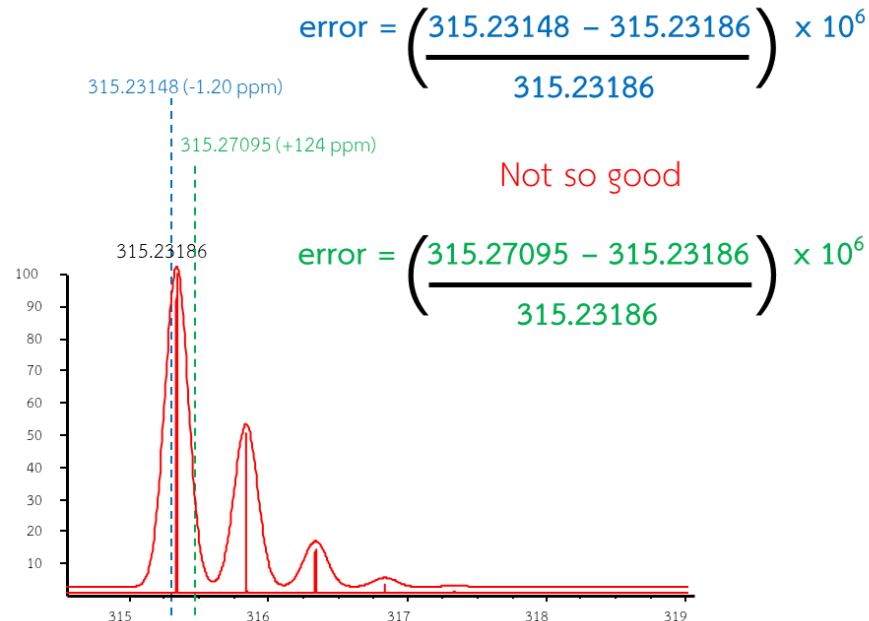
$$\text{Mass error (ppm)} = \frac{(\text{Measured} - \text{Target monoisotopic mass} \times 10^6)}{\text{Target monoisotopic mass}}$$

$$[M+H]^+ = 315.23148$$

Mass Error	Number of Hits
± 200 ppm	265
± 100 ppm	133
± 30 ppm	39
± 10 ppm	14
± 5 ppm	5
± 3 ppm	4
± 1 ppm	1



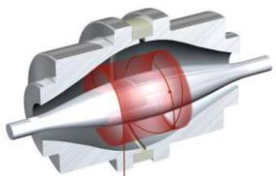
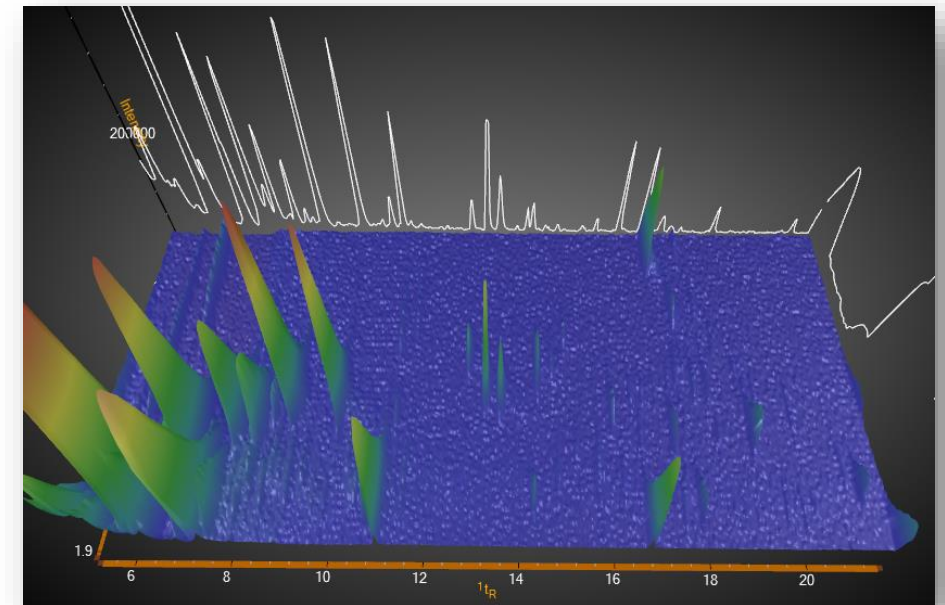
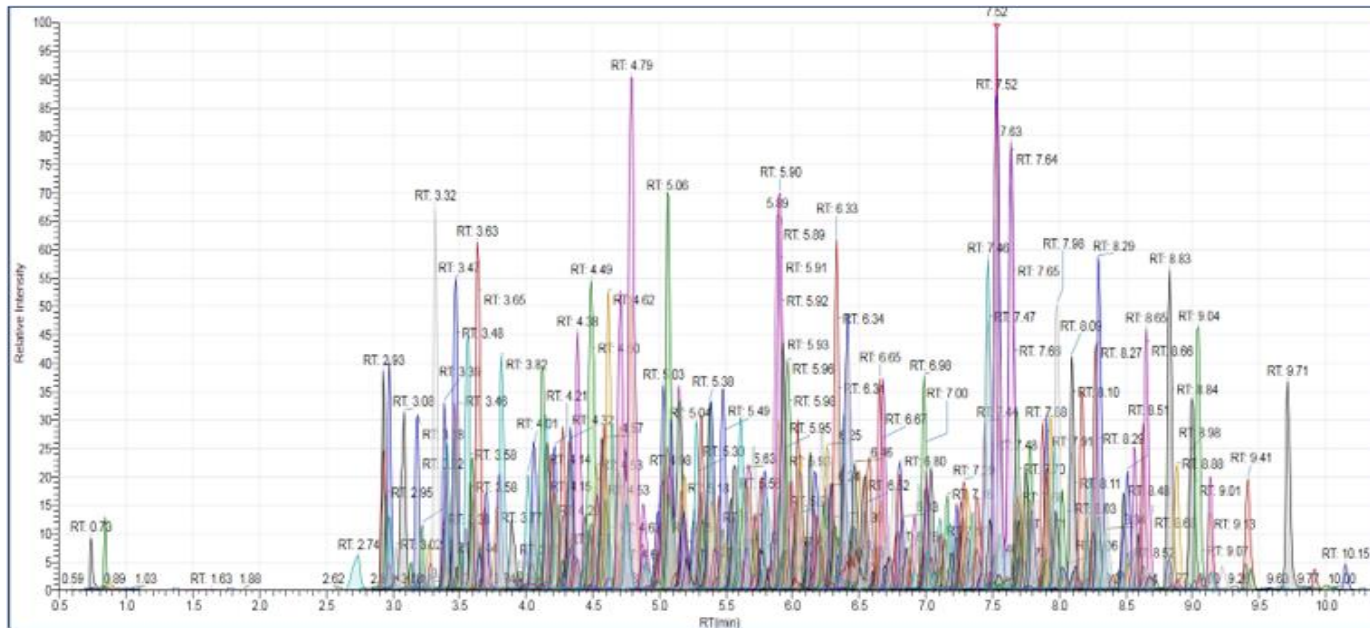
หน่วยงาน
สนับสนุน



- เทคนิคการวิเคราะห์มวลแบบความละเอียดสูงพร้อมกับความถูกต้องของมวลที่วัดได้ จะสามารถจำแนกและบ่งชี้องค์ประกอบที่ถูกต้องของธาตุทั้งหมดที่มีในแต่ละสารประกอบได้

ความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการแยกสารในระบบ Chromatography ต่อประสิทธิภาพในการบ่งชี้สารในระบบ Mass Spectrometer

การแยกที่ดีในส่วนโครมาโทกราฟี (Resolution of Chromatography) สามารถใช้งานร่วมกับส่วนการวิเคราะห์มวลที่ไม่ละเอียดได้
 การแยกที่ดีในส่วนการวิเคราะห์มวล (High Resolution Mass Spectrometry) สามารถทำงานร่วมกับส่วนโครมาโทกราฟีแบบคร่าวๆได้



HRAMS = High Resolution Accurate
 Mass Spectrometry

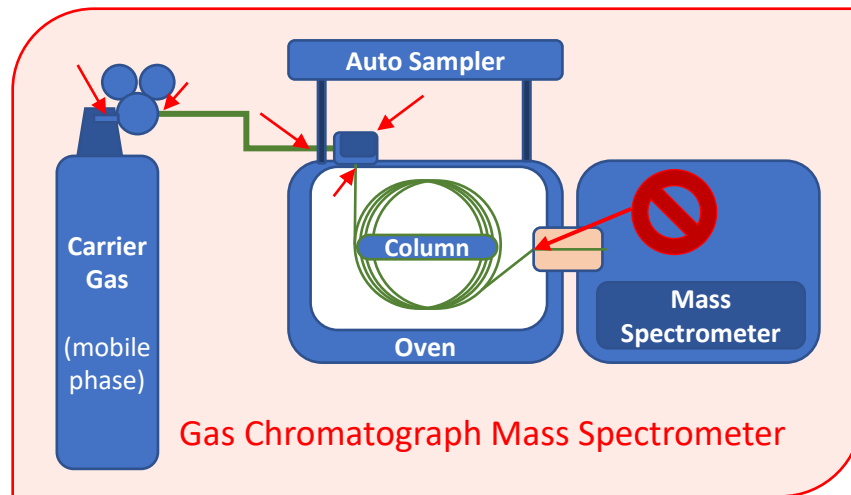
หน่วยงาน
 สนับสนุน



ปรากฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง GCMS

การรั่วของระบบ (Leaking)

การรั่วของระบบถือเป็นปัญหาหนึ่งที่จะส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทั้งในด้านประสิทธิภาพในการแยกสาร ความสม่ำเสมอของ retention time ตลอดจนคุณภาพของ mass spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์ ทำให้อายุการใช้งานของคอลัมน์และ Filament ของ Mass spectrometer สั้นลง ดังนั้นการตรวจสอบไม่ให้ระบบการวิเคราะห์มีรอยรั่วจึงเป็นสิ่งสำคัญในการใช้งานเครื่องมือ



ตัวอย่างขั้นตอนการทดสอบ

1. ลดอุณหภูมิส่วนต่างๆของระบบ และเพิ่มความดันเท่าที่เหมาะสม (ป้องกัน helium flow สูงเกินเข้าสู่ MS)
2. ใช้ Leak detector ตรวจสอบตามข้อต่อต่างๆของระบบ ตั้งแต่ก่อนเข้าสู่เครื่อง GC และภายในเครื่อง GC
3. ตั้งอุณหภูมิและอัตราการไหลของแก๊สตามวิธีการวิเคราะห์ แล้วทำการตรวจสอบซ้ำอีกครั้ง



หน่วยงาน
สนับสนุน



METTLER TOLEDO



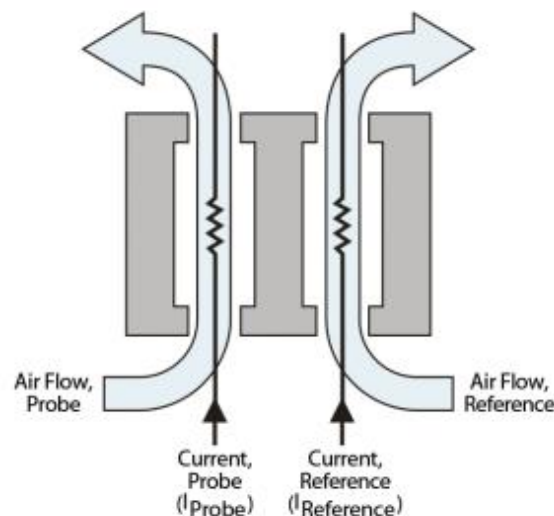
Sci
Spec



ปรากฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง GCMS

การรั่วของระบบ (Leaking)

การทำงานของมิเตอร์ตรวจจับแก๊สรั่ว



Thermal conductivity of some common gases [(mW / m·k) at 0°C, 1atm]

Gas	thermal conductivity	Gas	thermal conductivity	Gas	thermal conductivity
Hydrogen *	168.2	Air	24.1	Argon	16.3
Helium *	142.2	Nitrogen	24.0	Carbon dioxide	14.5
Neon *	46.5	Ethane	18.0	Krypton	8.7
Methane *	30.2	Ethylene	16.4	Xenon	5.2

* : Gases which have higher thermal conductivity than air. ■ : Undetectable gases

มิเตอร์ตรวจจับแก๊สรั่วอาศัยการเปลี่ยนแปลงความสามารถในการระบายความร้อนของแก๊สที่ไหลผ่านขดลวดไฟฟ้าที่ต่อเป็นวงจรวีตสโตนบริดจ์ (wheatstone bridge) โดยมี 2 ขดลวดที่มีแก๊สไหลผ่าน 1. ขดลวด sample ซึ่งแก๊สที่ไหลผ่านมาจากปลาย probe และ 2. ขดลวดอ้างอิงที่แก๊สมาจากด้านบนหรือด้านหลังของมิเตอร์ ระบบทำงานโดยอาศัยหลักการที่ว่าเมื่อให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านขดลวดไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์ค่าหนึ่ง กระแสไฟฟ้าจะทำให้ขดลวดไฟฟ้ามีอุณหภูมิสูงขึ้น และเมื่อขดลวดไฟฟ้ามีอุณหภูมิสูงขึ้น ความต้านทานไฟฟ้าก็จะสูงขึ้น และเมื่อความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น ก็จะทำให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านได้น้อยลง สลับกันไปมาจนระบบเข้าสู่จุดสมดุล และถ้าขดลวดไฟฟ้านั้นมีแก๊สไหลผ่านอยู่รอบนอก อุณหภูมิและกระแสไฟฟ้าที่ภาวะสมดุลของขดลวดจะขึ้นอยู่กับการนำความร้อนและอัตราการไหลของแก๊สที่ไหลผ่าน

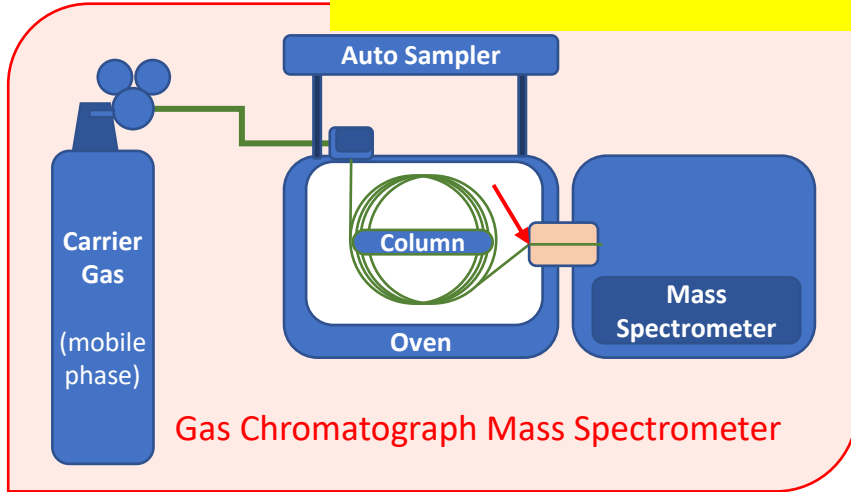
ปรากฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง GCMS

การรั่วของระบบ (Leaking)

การตรวจสอบการรั่วของระบบ Mass Spectrometer

การตรวจสอบอาการรั่วของ MS จะอาศัยการตรวจสอบสัญญาณที่ได้จาก Water (m/z 18), Nitrogen (m/z 28), Oxygen (m/z 32), Carbon dioxide (m/z 44) โดยทั่วไปหากมีการรั่วของอากาศภายนอกเข้าสู่ MS จะพบสัญญาณของ m/z 28 ค่อนข้างสูงเมื่อเทียบกับสัญญาณของ Calibration Gas (FC-43, m/z 69) และจะพบอัตราส่วนสัญญาณ

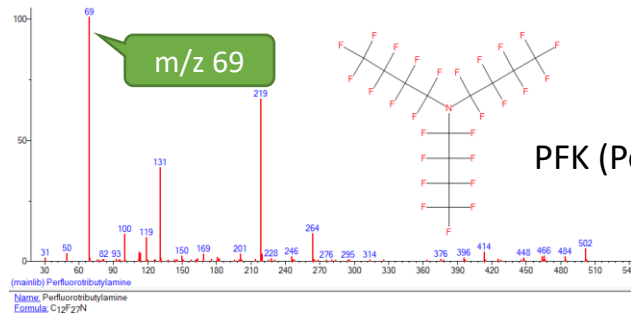
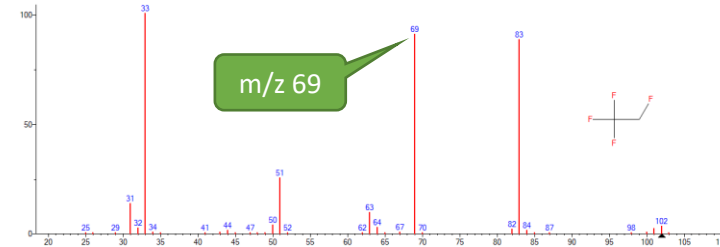
อย่าทำการ Condition Column ถ้ายังไม่มี การตรวจสอบการรั่วของระบบ



และ monitor สัญญาณไอออนที่สอดคล้องกับแก๊สที่ใช้สเปรย์ โดยหากพบสัญญาณเพิ่มขึ้นแสดงว่าจุดนั้นมีการรั่ว



HFC-134a (1,1,1,2-Tetrafluoroethane)



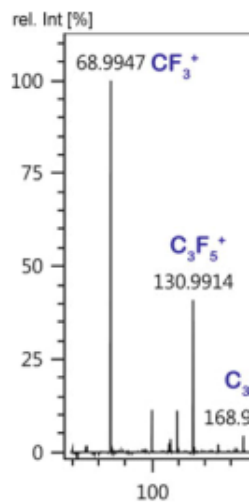
ปรากฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง GCMS

การปนเปื้อนในระบบ (Contamination)

สัญญาณ background ที่เกิดจากการปนเปื้อนในระบบ

ข้อมูลในตารางจะแสดงตัวอย่างของสัญญาณที่มาจากการปนเปื้อนในระบบ

ส่วนประกอบที่มักพบปนเปื้อนจาก GC
- สิ่งปนเปื้อนใน Injector, Linear และ Column
- เข็มที่ใช้ฉีดตัวอย่าง
- คุณภาพ (ความบริสุทธิ์) ของแก๊สที่ใช้ในระบบ
- คุณภาพของท่อแก๊สที่ใช้ในระบบ
- คราบรอยนิ้วมือ



หน่วยงาน
สนับสนุน

น้ำหนักไอออนต่อประจุ	สารประกอบ	แหล่งที่มา
18, 28, 32, 44	H ₂ O, N ₂ , O ₂ , CO ₂	มีอากาศรั่วเข้าในระบบ
28, 44	CO, CO ₂	มีสารกลุ่ม Hydrocarbon ปนเปื้อนในระบบ
31	Methanol	เป็นตัวทำละลายที่ใช้ทำความสะอาดชิ้นส่วนเลนส์ต่างๆในระบบ (อาจพบได้หลังจากทำความสะอาด)
43, 58	Acetone	เป็นตัวทำละลายที่ใช้ทำความสะอาด
69	Fore pump fluid	ไอน้ำมันปั๊มภายนอกเครื่อง
69, 131, 219, 254, 414, 502	FC43 (PFTBA)	Calibration gas (วาล์วควบคุมรั่ว)
73, 207, 281, 327	Polysiloxanes	Column bleed (มักจะพบเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น)
73, 207, 281, 149	Polysiloxanes	Septum bleed
149	Plasticizer (phthalates)	ยางกันรั่วในระบบลดความดันเสื่อมสภาพ



METTLER TOLEDO



Sci
Spec



Liquid Chromatography Mass Spectrometer

ตัวทำละลายที่ใช้ (mobile phase)

- เลือกใช้ความบริสุทธิ์ที่เหมาะสมกับเครื่องมือ (เกรดที่ใช้กับ LCMS)
- ใช้น้ำ Type I เท่านั้น
- เลือกใช้สารเคมี (mobile phase modifier) ที่มีความบริสุทธิ์สูง
- !!! ไม่ควรกรองตัวทำละลายที่ผ่านการกรองเรียบร้อยแล้วจากผู้ผลิต
- Mobile Phase ควรมีการเตรียมใหม่ในทุกวันที่ใช้งาน

ป้องกันการปนเปื้อนในระบบ

- หลีกเลี่ยงการใช้ detergent ในการทำความสะอาดเครื่องแก้ว !PEGs
 - » กลั้วด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ตามด้วยน้ำ
 - » กลั้วด้วย mobile phase ที่จะนำไปใช้งานก่อนนำไปใช้
- สวมใส่ถุงมือที่เหมาะสม (ไร้แป้ง) เมื่อต้องสัมผัสกับอุปกรณ์
- หลีกเลี่ยงการใช้ไปเปตพลาสติกในการเตรียมสารละลาย !Plasticizers
- ใช้กระดาษหรือผ้าเช็ดที่ปราศจากขุย



Designation: D 1193 – 99^{e1}

Standard Specification for Reagent Water¹

Electrical conductivity, max, $\mu\text{S}/\text{cm}$ at 298 K (25°C)
 Electrical resistivity, min, $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ at 298 K (25°C)
 pH at 298 K (25°C)
 Total organic carbon (TOC), max, $\mu\text{g}/\text{L}$

	Type I	Type II
Electrical conductivity, max, $\mu\text{S}/\text{cm}$ at 298 K (25°C)	0.056	1.0
Electrical resistivity, min, $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ at 298 K (25°C)	18	1.0
pH at 298 K (25°C)	A	A
Total organic carbon (TOC), max, $\mu\text{g}/\text{L}$	50	50



หน่วยงาน
สนับสนุน



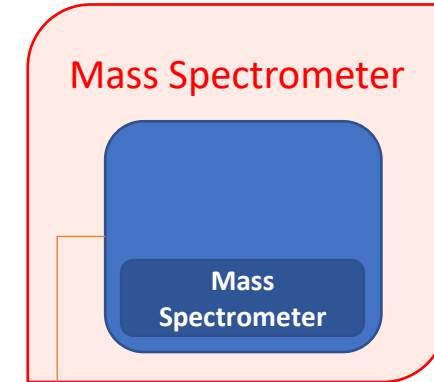
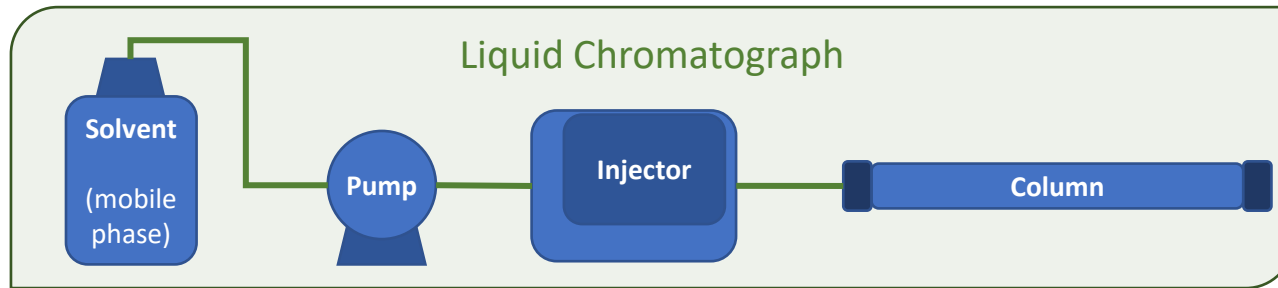
METTLER TOLEDO



ปราบกฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง LCMS การปนเปื้อนในระบบ (Contamination)

การจัดการปัญหาการปนเปื้อนในระบบ LCMS สามารถแยกออกได้เป็นขั้นตอนต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. แยกระบบ LC ออกจาก MS เพื่อทดสอบว่าแหล่งที่มาของสิ่งปนเปื้อนนั้นมาจากส่วนของ LC หรือ MS



2. Infuse mobile phase เดิมเข้าสู่ Probe โดยใช้ syringe pump โดยตรงไม่ผ่านระบบของ LC

ระดับสัญญาณของการปนเปื้อนลดลง

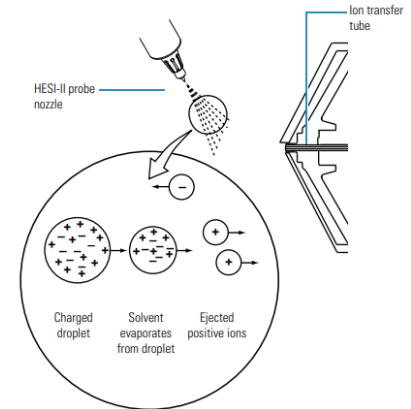


การปนเปื้อนมาจากระบบ LC

ระดับสัญญาณของการปนเปื้อนไม่ลดลง



การปนเปื้อนมาจากระบบ MS หรือ mobile phase

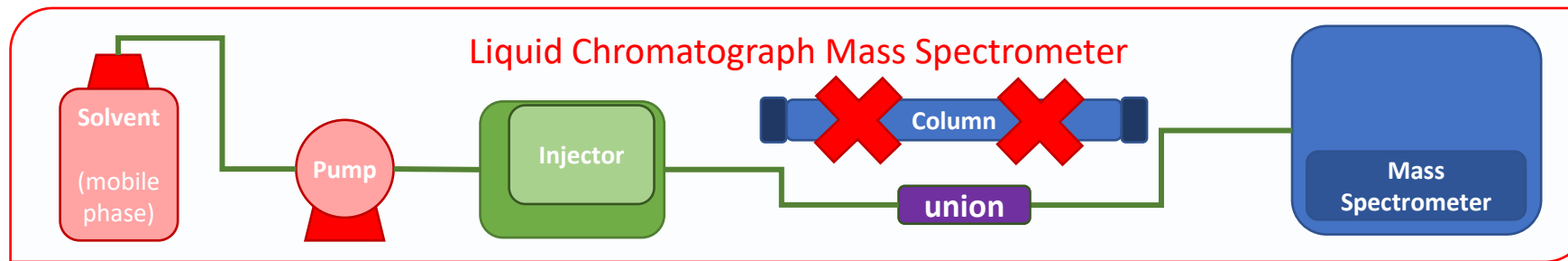


ปรากฏการณ์ที่ส่งผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์ทาง LCMS

การปนเปื้อนในระบบ (Contamination)

การจัดการปัญหาการปนเปื้อนในระบบ LC สามารถแยกออกได้เป็นขั้นตอนต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. ตัดคอลัมน์ออกจากระบบ โดยแทนที่ด้วยข้อต่อแบบ union → หากไม่พบการปนเปื้อนปัญหามาจากคอลัมน์



2. ทดสอบการรันโดยไม่ทำการ inject ตัวอย่างเข้าสู่ระบบ – Zero injection (ตรวจสอบ mobile phase และ gradient profile)

ระดับสัญญาณของการปนเปื้อนไม่ลดลง



การปนเปื้อนมาจากระบบจัดการ mobile phase
(sample container, pump, tubing, check valve, ...)

ระดับสัญญาณของการปนเปื้อนลดลง



การปนเปื้อนมาจากระบบฉีดตัวอย่าง หรือจากตัวอย่าง
(needle, tubing, injection valve, ...)



การจัดการปัญหาการปนเปื้อนในระบบ Mass Spectrometer

การปนเปื้อนส่วนใหญ่ในเครื่อง Mass Spectrometer จะมาจากส่วนต้นของเครื่องที่มีการนำตัวอย่างเข้าสู่ตัวเครื่อง สามารถแก้ไขปัญหานี้ได้โดยการทำทำความสะอาดในส่วน Ion Source ตามขั้นตอนของเครื่องมือแต่ละรุ่น



แนวทางการแก้ไขปัญหาอื่นๆ ในการใช้งานเครื่องมือ

Gas Chromatography Mass Spectrometer

Liquid Chromatography Mass Spectrometer



Troubleshoot common chromatography issues

Use our troubleshooting guides to resolve common chromatography application issues

Troubleshooting guides



Gas Chromatography (GC) troubleshooting

 Ion Chromatography (IC) troubleshooting

Liquid Chromatography (LC) troubleshooting

Solid Phase Extraction (SPE) troubleshooting

<https://www.thermofisher.com/th/en/home/industrial/chromatography/chromatography-learning-center/chromatography-consumables-resources/chromatography-troubleshooting-guides.html>



Troubleshoot common GC issues

Simply click the general GC symptom that you are observing, then navigate the symptom details to define potential causes of your problems and receive appropriate solutions to resolve the problem.

► Baseline related problems

► Peak related problems

► Results related problems



Troubleshoot common LC issues

Simply click the general LC symptom that you are observing, then navigate the symptom details to define potential causes of your problems and receive appropriate solutions to resolve the problem.

[Download our LC troubleshooting mobile app for more troubleshooting topic ›](#)

► Baseline related problems

► Pressure related problems

► Peak shape problems

► Peak size and retention problems



ติดตามกิจกรรมของทางบริษัทได้ที่



www.scispec.co.th



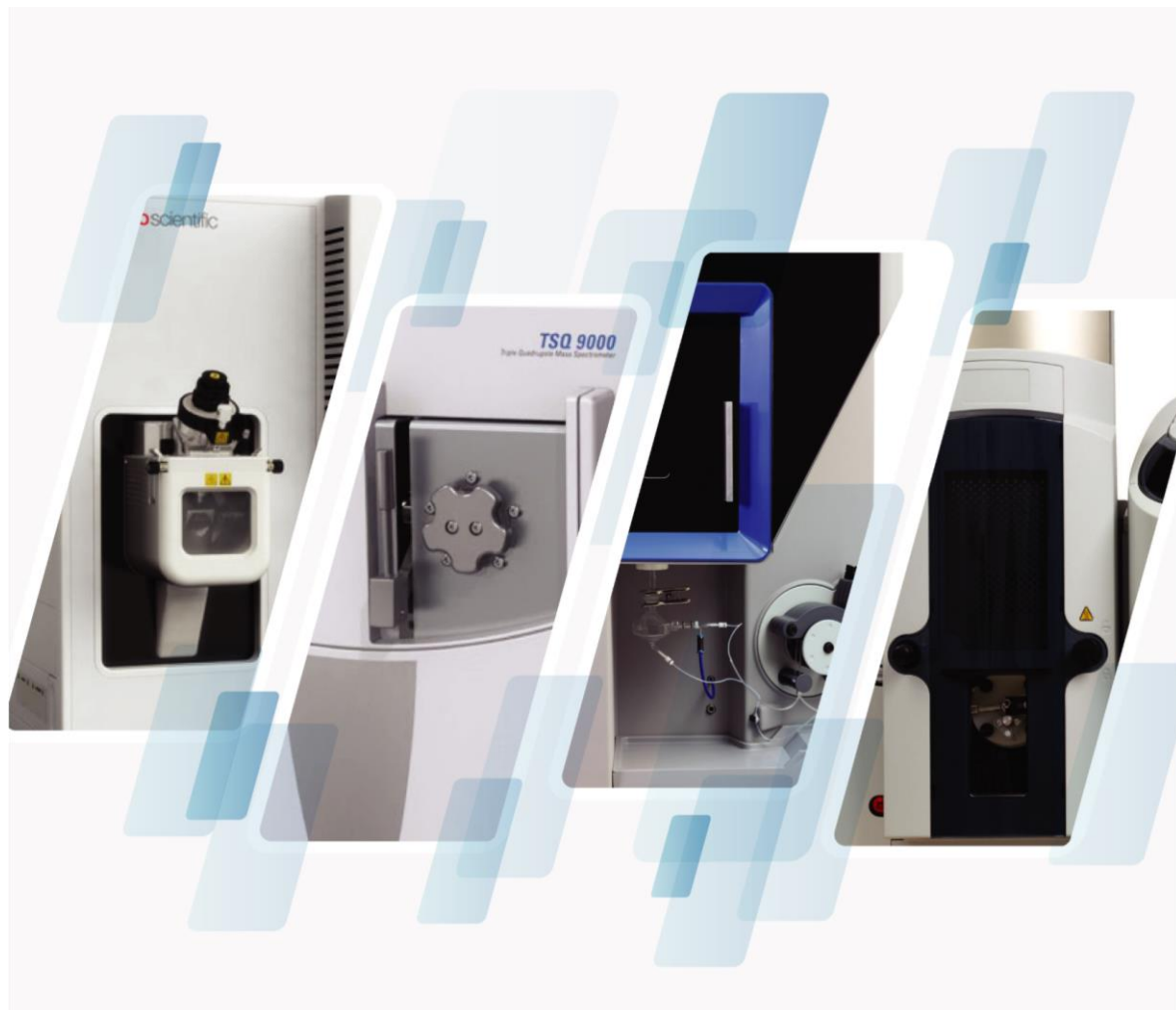
[/scispec](https://www.facebook.com/scispec)



[@scispec](https://www.line.me/@scispec)



crm@scispec.co.th



ThermoFisher
SCIENTIFIC

MARKES
international



GAS

CTC Analytics



908devices

YOUR SCIENTIFIC SPECIALIST