

Der HPLC-Tipp im Mai

„Horch was kommt von draußen rein“ II

LC/MS-Kontaminationen – heute: undefinierbarer „Schmodder“ im niedrigen m/z-Bereich

von Klaus Illig, Weil am Rhein

Der Fall

Irgendwann stört uns eine Verschmutzung im System. Sei es, dass das Rauschen im niedrigen m/z-Bereich (so zwischen 100 und 500) auf einmal zu hoch ist oder sehr fragile Analyte auf einmal einer erhöhten in-Source-Fragmentierung unterliegen. Ein besonderes Kontaminations-Signal liegt dabei nicht vor, oft ist es ein ganzer Rasen an undefinierbaren Signalen, die über die Zeit zu groß wurden.

Seine üblichen Verdächtigen hat man bereits längst ausgeschlossen: Die HPLC wurde schon zweimal ordentlich gespült und die Quelle wurde schon viermal bis ins letzte Eck poliert. Sogar alle PEEK-Fittings und Kapillaren im Flusspfad des Analyten hat man ersetzt. (Diese Erfahrung hat man ja schon gemacht, dass trotz ritueller Waschungen im Ultraschallbad immer noch etwas an den Fittings hängen bleibt.) Viele Gespräche mit LC/MS-Kollegen und dem Hersteller führen auch zu keiner Lösung.

Kurz gesagt: Inzwischen sitzt einem nicht nur der direkte Vorgesetzte im Nacken, sondern auch die Leute darüber und noch ein paar Leute aus der Parallel-Struktur. An die stündlichen Telefonanrufe der Kunden geht man schon lange nicht mehr ran, dass erkennt man schon am Klingeln. Und wie auch, wenn man bis zur Körpermitte im Gerät drin steckt oder gerade mit Chemikalien hantiert.

Man steckt also in einer Sackgasse.

Die Lösung

Die Lage ist hoffnungslos, aber nicht ernst.

Holen Sie sich an dieser Stelle erstmal einen Kaffee und als Raucher zünden Sie sich auch eine Zigarette an. Atmen Sie tief durch und bewahren Sie Ruhe, gehen sie spazieren. Alle geplanten Abgabeterminen der Analysenergebnisse sind ohnehin hinfällig, aber darum soll sich Ihr Vorgesetzter jetzt kümmern anstatt Sie weiter zu nerven. Sie sollten sich um Fristen keine Sorgen mehr machen und sich nur auf das technische Problem fokussieren und dabei den Überblick darüber bewahren. Das wird jetzt meistens eher ein Marathon als ein schneller Sprint.

An der Kaffeemaschine oder um den Wasserspender können Sie sich umsehen und vielleicht den einen oder anderen technisch versierten Kollegen ausmachen. Das soll auch gar kein MS-Spezialist sein. Oft reicht schon das angepasste Schildern des Problems an eine fachfremde Person um einen neuen Blickwinkel zu gewinnen. Und

tatsächlich haben diese fachfremden Personen auch ganz interessante Gedanken, die zur Lösung führen können. Manchmal erledigen sich die Probleme nach einem kurzem Gespräch mit dem Haustechnik-Mitarbeiter auch von selbst: „Ach, ist das wohl genau dann wenn wir immer die Abluft drosseln, sollen wir die vielleicht länger laufen lassen?“

Versuchen Sie ihr bisheriges Denkmuster zu umgehen. Zeichnen Sie vielleicht mal ein Fischgräten-Diagramm (Ishikawa) oder eine Mindmap. Wenn Sie bisher die physischen Systemkomponenten von oben nach unten durchgedacht haben, machen sie es umgekehrt oder von rechts nach links. Immer wieder andere Ideen durchprobieren, man darf nur nicht aufgeben. Im Nachhinein erscheinen die Problemlösungen oft trivial, wenn man sich erstmal durchgebissen hat.

Hier mal ein paar Beispiele woran es liegen kann:

- Belag an der Abfallkapillare des T-Stück-Splitters zwischen UV und MS
- Kontamination im Ablaufschlauch des Quellen-Gehäuses. Diesen kann man oft einfach abziehen und durch ein Becherglas ersetzen, es dauert aber manchmal einige Stunden bis man einen spürbaren Effekt bemerkt
- Dreck am Fitting der Sprühgaszuleitung, optisch kaum sichtbar – jener war nur als schwacher Fleck in der Mitte des Gewindes zu erkennen
- Irgendetwas in der Umgebungsluft oder Probleme mit dem Stickstoffgenerator usw. Bedenken Sie, dass die benachbarten Geräte vielleicht Tripplequads für die Target Analyse sind, während Sie oft im Full-Scan arbeiten und da derartige Problem als erstes beobachten können
- Sehr selten habe ich schon Software-Probleme gehabt, nach einem Neustart des Ansteuerungs-PC waren sie behoben
- Noch seltener sind wirkliche Hardware-Defekte am Massenspektrometer; so etwas ist mir persönlich nur einmal untergekommen. Das war noch ein einfacher Quadrupol und die Fehlersuche nicht so aufwändig.

Das Fazit

- Manchmal hilft bereits ein Neustart von Elektronik und Ansteuerungs-Computer.
- Nicht am falschem Ende sparen wollen. Lieber ein PEEK-Fitting zu viel getauscht, auch wenn es zunächst unnötig erscheint.
- Suchen Sie Diskussionspartner von außen, um den Überblick zu behalten und neue Ideen zu gewinnen.
- Tripplequad-Bediener sollten sich mal öfter mit den Möglichkeiten des Full-Scans zu Diagnose-Zwecken auseinandersetzen und regelmäßig Vergleichsmessungen durchführen.