TLC-MS

Messungen durchführen von DC-Platte

1) in der Software auf den Startbutton klicken (heizt auf, fertig, wenn Temp. und Spannung den eingestellten Wert "ungefähr" erreicht haben) (operate)

2) Fluß starten mit 0,1-0,2ml/min und run drücken

3) im Manual Run (links), oben Open und Methode (Standard) auswählen

dann mit Playbutton starten, Ordner auswählen (nach AK), unter Sample Group Initialen eingeben und Speichername, dann ok

4) an TLC-Einheit: - Laser an

- Stempel runter auf blank

- Hebel umlegen und messen, wieder zurücklegen

- Stempel hoch

- Spülen/Abpusten

- Stempel runter und Probe ausstanzen, Hebel umlegen, messen und zurücklegen, Stempel hoch und abpusten

- Stempel runter und erneut blank ausstanzen, Hebel umlegen, messen und zurücklegen, Stempel hoch und abpusten

entweder alle Messungen in eine Datei machen und notieren zu welcher Zeit was eluiert wurde oder nach jeder Messung den aktuellen Lauf mit der Software stoppen und durch Play neu starten unter einem neuen Namen.

fertig/alles gemessen, Software mit Stopbutton stoppen

5) Laser aus

6) Fluß stoppen auf run/stop

7) Software stoppen durch Ausbutton (standby)

Chromatogram:

DateExpress

1) Background abziehen:

oben Background anklicken, dann mit linker Taste oben im TIC nen Stück Backgroundmessung markieren und dann mit linker Maustaste den gewünschten Zeitbereich markieren. Unten im Spektrum steht dann im Namen xx-Bereich-Background

2) m/z extrahieren

wenn man wissen möchte, wo welche Masse kam, dann kann man unten im Spektrum mit links die gewünschte Masse markieren und im TIC sieht man dann zu welcher Zeit die kam.

ESI/APCI wechseln:

- Fluß aus und Gerät in den Standby setzen

- Fitting oben abschrauben und Einheit auswechseln

- Fitting wieder einsetzen

- bei APCI Position der Corona-Nadel überprüfen, über Kapillare/Mitte

* evtl. kalibrieren (wie bei ESI)

nach Wechseln:

auf Ion Source (links) gehen und dann für + und - jeweils auf open gehen und positive ESI/positive APCI bzw. negative ESI/negative APCI je nachdem, welche Einheit drin ist auswählen.

APCI eher + als -

(soure voltage offset (-span): 25, falls nicht geht, dann variieren, zu hoch: Gefahr von Fragmentierung, zu niedrig: ionisiert nicht richtig)

Direkt-Injektion:

Fitting wechseln wie für Kalibrierung (kurzer Schlauch oben rein), wenn Lömi aus der HPLC kommt, dann den langen freien Schlauch in HPLC schrauben, wo sonst der Autosampler rein geht (wenn man einen höheren Wasseranteil hat, dann T von Source Gas Temp auf 300 setzen)

Fluß aus

auf Load drehen, Spritze rein, dann auf Inject drehen

20-30 µL einspritzen, 5 µL Loop drin, der überladen wird

Gerät für längere Zeit ausschalten / Stromausfall: (wenn Strom abgestellt wird, über Weihnachten, Ölwechsel)

Belüften:

* Fluß aus, Standby des MS
* unter Control & Status auf VENT gehen, ja klicken
* nach 10 min die Software schließen
* Pumpe und MS und linkes Gerät ausschalten mit Kippschalter

Neu starten:

* PC hochfahren
* Pumpe an, MS an, Software starten
* Pump statt Vent bei Control Status

**Probleme:**

Druckanstieg:

evtl. ist die Fritte im Stempel verstopft, d.h. freispülen

entweder so Fluß durchlaufen lassen, dh. Hebel rechts umlegen und ein Tuch drunter legen oder den Fluß stoppen, den Schlauch oben abschrauben und auf den anderen Ausgangsschlauch zum MS schrauben, dann geht das Lömi "rückwärts", Hebel an TLC nach vorne, dann run und mit stop beenden, Hebel zurück und zurückbauen.

oder den Stempel ausbauen: vordere Kappe lösen, dann blauen Deckel abheben und die 2 metallenen Verschlüsse abschrauben und vorne am Stempel die Klammer lösen und dann den Stempel in ein MeOH/H2O-Becherglas und ins Ultraschallbad, wieder einbauen: Stempel einhängen, festklammern und dann die metallen Anschlüsse eindrehen, farbige Markierung zum farbig-markierten Anschluss.

Laser aus:

Batterien leer, hinten am TLC-Gerät auswechseln (2AA), dazu abschrauben

Signale drin bleiben:

* Fluß erhöhen (0,4 und lange laufen lassen, bei Hebel nach hinten)
* Fritte rückwärts laufen lassen
* wenn die Signale drin sind, obwohl TLC Hebel nach hinten zeigt, dann sind die iwo im Schlauch/System: dann vllt. mal das Lömi wechseln

**Wartung:**

Lösungsmittel wechseln:

* Fluß stoppen mit run/stop
* 2 Möglichkeiten: neues Lösungsmittel nutzen und dann den Fluß mit Δ erhöhen und abwarten oder
* Öffnung aufdrehen, Prime drücken und mit Spritze entnehmen, dann wieder stoppen und Hahn zudrehen
* Flußrate ggf. wieder runtersetzen auf 0,1-0,2 mL/min

Kalibrierung:

Operate

Fluß aus!!!

unter Ion Source (links) welche Messung ist an +/- dann oben Turn on left (für ESI) bzw. Turn on right (für APCI)

wenn Signale da (und stabil), dann Test performance: Abweichungen in der 1. Nachkommatselle ok. Nicht der Fall, dann kalibrieren:  
links: tune calibration, dann oben calibrate, Messwerte ok, und Auflösung zwischen 0,5-0,7, dann save as default positive oder default negative (je nachdem welche Werte kalibriert wurden), Speichern ist im linken Feld

Turn off left oben drücken

Werte nicht ideal:

rechts im Feld Resolution offset (wenn zu breit und 12C/13C nicht getrennt) oder Resolution span (Einfluss auf höhere Massen, Gradient) verändern

Belag auf Kapillare?

dann Messkopf anheben, wenn das Gerät im Standby ist! mit MeOH-Tuch abwischen.

Kapillare reinigen:

* Gerät im Standby
* Einheit abnehmen
* mit Engländer/Schlüssel anlösen
* dann per Hand (und Tuch) rausdrehen/-schrauben
* O-Ring abnehmen und mit verschiedenen Lömi im Ultraschallbad reinigen (ca. 10 min), Trocken pusten
* reindrehen, letzten Umdrehungen mit Schlüssel
* Unter Control & Status sieht man Read Backs, Vakuum wird dann besser, wenn die Kapillare raus ist (Pirani)

Wartung:

evtl. Kapillare beim ESI tauschen

ganz selten auch für CI die Kapillare wechseln.

S. Anleitung im Paket der jeweils neuen Kapillare