

# 超高效液相色谱质谱联用仪操作规程

## 一、开机

1. 打开电脑，输入用户名：waters密码: waters 进入windows 7的桌面；
2. 打开液相各个模块的电源（没有顺序）；
3. 打开氮气发生器的电源（或液氮瓶的开关），确证压力指示在100psi或0.7MPa；打开氩气减压阀确证压力指示在7psi或0.05MPa（如果是HDMS，还需要打开氦气减压阀确证压力指示在7psi）；
4. 打开质谱电源开关（在质谱背面板右侧位置有四个黑色的可以上下搬动的开关，按照从下向上的顺序依次将这四个开关搬到向上的位置，质谱电源就打开了）；
5. 等待5分钟（或是进入桌面的hyperterminal 文件夹，双击其中的的hypertrm图标，在name处输入epc并点击OK，接着在弹出的窗口中在Connect using 中选择com1并点击OK，在弹出的窗口中将Bits per second设为9600并点击OK，在弹出的窗口中直至出现Done executing startup script 'script.txt' 的信息，表明质谱启动完毕）；
6. 双击桌面上的Masslynx V4.1 图标，打开Masslynx 软件，等待在Masslynx 的主窗口状态栏中部偏右的位置出现“Not Scanning”的信息；
7. 打开MS Console窗口，左边栏依次选中/Synapt G2 QTOF/Intellistart，在右侧窗口中点击operate快捷图标；  
**注意：**在点击operate 图标后应该能听到外置真空泵发出很大的噪音，随后声音逐渐变小；
8. 打开MS tune 窗口，单击氩气的控制开关，使氩气关闭。然后等待直至右下角红色的方块变为绿色，表明仪器可以工作了；  
**注意：**通常这个过程需要7-8个小时，长时间不用则需要两天左右。也可以从MS tune/view/vacuum中观察真空度得变化，当TOF 位置的真空度小于 $1.2 \times 10^{-6}$ 时，右下角红色方块会变成绿色；
9. 开机结束。

## 二、每天开始试验流程

1. 打开MS tune窗口，点击右下角operate 图标，右侧方块变绿色后仪器可以使用；
2. 在Inlet Method窗口中编辑液相方法并保存；
3. 在Inlet Method窗口中，使用Start up System功能平衡液相系统；
4. 在MS tune窗口中设置质谱的参数，主要是MS tune/ESI 界面中各种电压，气体和温度；
5. 在MS Console\Synapt G2\Intellistart窗口中完成：Create calibration 和 Lockspray Setup两项内容，结果均应为Pass；

### 注意：

- 1) Create Calibration，温度恒定的前提下一个星期做一次，若温度波动大，则测试样品前做一次；
- 2) Lock Spray Source Setup，2-3天校一次；
- 3) Detector Setup第一年一个月做一次，2500-4000V，以保证灵敏度，若3-4个月未做，仪器会自动提醒并强制进行Detector Setup；
- 5) Detector Setup的Positive与Negative都是单独做，不能同时做；
6. 在MS method窗口中编辑质谱方法，确保调用最新的Lockspray方法和Enable MS event；
7. 在Masslynx的主界面上编辑进样序列，确保Sample name, Ms method, Inlet method, Bottle position and Injection volume 都选择相应的参数；
8. 点击进样按钮开始进样。

## 三、重启仪器过程

1. 关闭所有的软件，并重启电脑，直至显示windows桌面；
2. 在质谱背面板右侧位置有一个银色的可以上下搬动的按钮，将其搬至向下的位置（向上的位置为Auto，向下的位置为Pump Override，在搬动过程中，需要将按钮向外稍微用力才可以上下搬动）；
3. 从上向下依次关闭质谱背面板右侧除了Vacuum位置的其它三个黑色的开关；

4. 等待15分钟；
5. 从下向上依次将质谱背面板右侧除了Vacuum 位置的其它三个黑色的开关搬到向上的位置；
6. 等待5分钟(或是进入桌面的hyperterminal 文件夹, 双击其中的hypertrm 图标, 在name处输入epc并点击OK, 接着在弹出的窗口中在Connect using 中选择com1并点击OK, 在弹出的窗口中将Bits per second设为9600并点击OK, 在弹出的窗口中直至出现Done executing startup script 'script.txt' 的信息, 表明质谱启动完毕)；
7. 双击桌面上的Masslynx V4.1 图标, 打开Masslynx 软件, 等待在Masslynx 的主窗口状态栏中部偏右的位置出现“Not Scanning”的信息；
8. 打开MS tune 窗口, 单击氦气的控制开关, 使氦气关闭。看到MS tune左下角出现“Pump Override Activated”信息后, 找到质谱背面板右侧位置的一个银色的可以上下搬动的按钮, 将其搬至向上的位置。这时“Pump Override Activated”信息将会消失；
9. 点击MS tune窗口右下角的operate按钮, 看到右下角红色方块变成绿色后完成；
10. 重启完毕。

#### 四、关机过程

1. 打开MS tune窗口, 点击Vacuum/Vent, 在弹出的对话框中选择Yes；
2. 等待约5 分钟（在这个过程中应该能听到分子泵降速的声音, 也可以观察MStune\View\Vacuum, 六个Turbo speed 会逐渐下降, 直至六个分子泵的转速均降至5以下, 表明真空已经关闭）；
3. 关闭所有软件和电脑；  
**注意**关闭软件顺序：先关闭子程序, 最后关主软件程序；
4. 关闭液相所有模块的电源；
5. 关闭质谱的电源（在质谱背面板右侧位置有四个黑色的可以上下搬动的开关, 按照从上向下的顺序依次将这四个开关搬到向下的位置）；
6. 关闭氮气发生器的电源或是液氮罐的开关；

7. 关闭氦气减压阀（如果是HDMS 还需要关闭氮气减压阀）；
8. 关机结束。

## 日常维护及注意事项

1. 流动相流动相：
  - 1) 水相：2-3天换一次；
  - 2) 有机相：一般不用换；
2. 更换缓冲液后，需要重新校准体积；
3. 更换进样针后，需要重新校准针体积、针坐标并清洗泵头；
4. 样品盘更换：更换后一定要用软件设定好并传送至仪器硬件，以免进样出错：  
48孔2mL盘，蓝色；96孔2mL盘，白色；
5. 液相方法相关快捷键：方法编辑完毕并保存后，需要点击快捷栏最后一个“Load”，将方法的初始条件传送至液相，以便后续运行进样程序；
6. 注意监察使用不同流动相（有机相及是否加缓冲液等）柱压的正常范围，以便今后判断问题之所在；
7. 更换新柱子：断开所有（任何检测器）；用纯甲醇或纯乙腈冲柱子1小时以上（试剂流向Waste）；
8. 编辑液相方法：未知样品可以先跑一个大梯度：90%水至100%乙腈，然后再调整；
9. Standby：
  - 1) 3-4天不用：Source Standby；
  - 2) 一星期不用：Instrument Standby；
10. MS Tune在3-4天不用或一星期不用时，将Source温度降至60℃或80℃；
11. 清洗离子源：
  - 1) 先降温，再清洗；
  - 3) 若不是很脏，则50%甲醇+50%水清洗；
  - 2) 若很脏，清洗试剂依次为：
    - a. 45%甲醇+45%水+10%甲酸；
    - b. 100%水；

c. 100% 甲醇；

d. N<sub>2</sub>吹干；

12. 样品制备：

1) 用流动相溶样；

2) 用0.22μm样品过滤膜过滤；

3) 放入Waters UPLC适用的样品瓶；

13. 色谱柱保存：

1) 在室温条件下，如果超过四天不使用反相ACQUITY UPLC色谱柱及ACQUITY UPLC BEH Amide色谱柱，请将柱子保存在100%乙腈中；

2) 对于高温条件下的应用，在工作结束后即快速将色谱柱保存在100%乙腈中以延长色谱柱的使用寿命；

3) 不要将色谱柱保存在缓冲盐流动相条件下；

4) 如果流动相中含有缓冲盐，先用10倍柱体积的液相色谱级水冲洗色谱柱然后换上100%乙腈保存。如果没有进行这一中间步骤直接换成100%乙腈将会导致缓冲盐析出；

14. 在使用时应当严格按照要求操作，注意保养维护，每次使用、维护完毕后，应当详细填写使用记录。