

Finnigan LTQTM 初步操作

Finnigan™, Ion Max™, ZoomScan™, Data Dependent™, 离子相关图™, and LTQ™ 是商标名, Surveyor® and Xcalibur® 是热电集团注册的商标。Microsoft® and Windows® 是微软公司注册的商标。Teflon® 是E.I. du Pont de Nemours & Company注册的商标名。Unimetrics® 是Unimetrics Company注册的商标。Tygon® 是Saint-Gobain Performance Plastics Company的注册商标。Rheodyne® 和 iRheodyne logo () 是 Rheodyne, L.P的注册商标。

本书中包含的信息仅供参考, 并且不加注意易于发生改变。我们尽全力提供全面和正确的信息; 但是对于在使用本手册或其所包含的信息 (即使正确遵循这些信息还是出现问题) 时所可能造成的任何错误, 删除, 损坏或丢失, 热电集团不负任何责任并且不应负责任。

本书不是热电集团和LC/MS 系统购买者的出售协议。在文件的条款和包含在热电集团的期限和条件中的条款发生冲突时, 期限和条件中的条款起主导作用
系统配制和规格遵从前面的信息, 不加注意就会发生改变。

印刷历史: A版本, 印刷于2003年7月. 软件版本: LTQ 1.0, Xcalibur1.4

热电 San Jose 产品是在ISO 9001 公认的质量管理系统监控下生产的。

Australia: P.O. Box 239 Rydalmere • Unit 14, 38 – 46 South Street • Rydalmere, N.S.W. 2116 • [61] (02) 9898-9000

Austria: Wehlstrasse 27b • A-1200 Wien • [43] (01) 333 50 34-0 **Belgium:** Technologiestraat 47 • B-1082 Brussels • [32] (02) 482 30 30

Canada: 5716 Coopers Avenue, Unit 1 • Mississauga, Ontario • L4Z 2E8 • [1] (905) 712-2258

France: 16 Avenue du Québec • Silic 765 • Z.A. de Courtaboeuf • F-91963 Les Ulis Cédex • [33] (01) 60 92 48 00

Germany: Im Steingrund 4-6 • D-63303 Dreieich • [49] (06103) 408 0 **Italy:** Strada Rivoltana • I-20090 Rodano (Milano) • [39] (02) 95059 226

Japan: C-2F • 3-9, Moriya-cho, Kanagawa-ku • Yokohama, Kanagawa • 221-0022 • [81] (45) 453 9100

Japan: Esaka Grand Building • 2-3-1 Esaka-cho, Suita City • Osaka 564-0063 • [81] (06) 6387-6681

Netherlands: Takkebijsters 1 • 4817 BL Breda • [31] (076) 5878 722

P.R. China: Room 901, Ping-an Mansion • No. 23, Jin Rong Street • Xi Cheng District • Beijing 100032 • [86] (010) 6621 0839

Spain: Sepulveda 7 A • ES-28108 Alcobendas (Madrid) • [34] (091) 657 4930

Spain: Acer 30 – 32 • Edificio Sertram – Planta 2, Modulo 3 • ES-08038 Barcelona • [34] (093) 223 0918

Sweden: Pyramidbacken 3 • S-141 75 Kungens Kurva (Stockholm) • [46] (08) 556 468 00

United Kingdom: Stafford House • 1 Boundary Park • Boundary Way • Hemel Hempstead • Hertfordshire HP2 7GE • [44] (01442) 233 555

U.S.A.: 355 River Oaks Parkway • San Jose, CA 95134-1991 • [1] (408) 965-6000

Notes: 国家代码被包含在方括号中[]。城市或地区代码包含在圆括号中 ()。对于美国以外的国家, 若在具体城市里拨打电话, 要拨城市代码0。对意大利以外的国家, 若在某国以拨打电话, 不要拨城市代码的0。

由热电集团San Jos, California技术出版社出版。

版权© 2003 Thermo Electron Corporation. 版权所有. 由美国印刷。

用户注册... 现在注册就会享有热电菲尼根产品用户的所有特权, 包括应用报告和技术报告。

姓名 _____

头衔 _____

公司 _____

地址 _____

城市/州/邮编 _____

国家 _____

电话 _____ 分机. _____

Finnigan LTQ序列号 # _____ 购买日期 _____

其它... 让我们了解更多你是如何使用该产品的。

我的机构是: (只选一个) <input type="checkbox"/> 商业 (盈利) 实验室 <input type="checkbox"/> 政府实验室 <input type="checkbox"/> 医院 / 诊所 <input type="checkbox"/> 科研机构 <input type="checkbox"/> 大学 / 学院 <input type="checkbox"/> 兽医 <input type="checkbox"/> 其它	我的主要应用: (只选一个) <input type="checkbox"/> 分析 <input type="checkbox"/> 生物医学 <input type="checkbox"/> 临床 / 毒物学 <input type="checkbox"/> 能量 <input type="checkbox"/> 食品/ 农业 <input type="checkbox"/> 林业 / 毒物学 <input type="checkbox"/> 药物 <input type="checkbox"/> 科研/ 教育 <input type="checkbox"/> 其它
工作职能: (只选一个) <input type="checkbox"/> 政府管理 <input type="checkbox"/> 实验室管理 <input type="checkbox"/> 操作者 <input type="checkbox"/> 其它	

读者调查... 回答以下几个问题帮我们提高我们文件的质量:

初步操作	版本 A 97055-97012			
	非常同意	同意	不同意	强烈反对
本手册组织很好.	1	2	3	4
本手册书写清晰.	1	2	3	4
本手册包含我所需的所用信息.	1	2	3	4
用法说明易于遵循	1	2	3	4
用法说明全面	1	2	3	4
技术信息易于理解	1	2	3	4
示图有益	1	2	3	4
使用该手册我能操作本系统。 (如果不能请在下面给出理由)	1	2	3	4

附加解释: (必要时请贴上附加的表格。)

从手册上撕下该页, 装进信封, 贴上邮票, 投入邮箱。

From

此处贴
邮票

**EDITOR, TECHNICAL PUBLICATIONS THERMO ELECTRON SAN JOSE 355 RIVER
OAKS PARKWAY
SAN JOSE, CA 95134-1991
UNITED STATES OF AMERICA**



遵从的规章

热电San Jose 对该产品做了全面的检查和评价，确保全面遵循国内和国际的应用法规。当递交给你系统后，它符合如下所有的相关电磁适应性能（EMC）和安全标准：

EMC 认证

EN 55011	(1998)	EN 61000-4-4	(1995)
EN 61326	(1998)	EN 61000-4-5	(1995)
EN 61000-4-2	(1998)	EN 61000-4-6	(1996)
EN 61000-4-3	(1996)	EN 61000-4-11	(1994)
ENV 50204	(1995)	FCC Class A	

**EMC发行已经过EMC TECHNOLOGY SERVICES（EMC技术服务机构），
UNDERWRITERS LABORATORY（保险商实验室），INC (UL)（有限公司（美国）保险
商实验所）的辅助机构评价**

安全须知

低电压指示 EN 61010-1:2001

请意识到你对系统所作的任何改变可能会与EMC和/或安全标准的一条或更多不符。

你可以改变你的系统包括更换部件。因此要确保一定要继续遵从EMC和安全标准，更换的部件应从热电或其授权代表单位购买。

FCC 遵从声明

注：本设备已经过检测，与A级数字装置的限度相符，遵从FCC规则的第十五部分。所设计的限度是当设备在商业环境操作时对仪器提供合理的保护，防止有害的干扰。本设备生产，使用，并能产生射频能量。如果没有按说明手册安装和使

用仪器，可能会造成有害的通信干扰。在居民区操作该仪器可能会造成有害的干扰。在这种情况下，用户需要自己花钱纠正这些干扰。

托运热电 San Jose仪器的注意事项

为您的安全起见，并遵从国际规则，人工搬运热电San Jose 仪器需要一组人来提升和搬运仪器。本仪器重量和体积很大，一个人搬运它是不安全的。i

正确使用热电San Jose仪器注意事项

依照国际规则：如果本仪器没按照热电San Jose指定的方式使用，仪器提供的保护将受到影响。

目 录

前言	v	
修改手册和在线帮助	vi	
缩略表	vii	
排版规则	xi	
数据输入	xi	
包装信息	xii	
主标题	xiii	
回复卡	xiv	
简介		
1.1 为何使用Finnigan LTQ 质谱仪	1-2	
1.2 那种质谱技术—ESI 或APCI—适于分析我的样品?	1-4	
采用 ESI/MS	1-4	
采用 APCI/MS	1-5	
1.3 我应该使用鞘气, 辅助气和/或吹扫气吗?	1-7	
1.4 我如何把样品引入质谱仪?	1-8	
1.5 我应该用何种缓冲液?避免使用何种缓冲液?	1-10	
1.6 我应该如何装配质谱仪的不同流速	1-11	
1.7什么是全面调谐和校正质谱仪?	1-13	
1.8 用 Finnigan LTQ 质谱仪可作何种实验?	1-16	
一般的一级质谱和多级质谱实验	1-16	
数据依赖型实验	1-18	
离子相关图实验	1-20	
离子树实验	1-22	
装配离子源调谐和校正质谱仪		2-1
2.1 让 LC/MS 系统处于绕过 (Standby) 状态	2-2	
2.2 取下 APCI 探针	2-3	
2.3 取下 Ion Max 离子源室	2-6	
2.4 安装离子吹扫锥	2-7	
2.5 安装 Ion Max 离子源室	2-9	
2.6 安装 ESI探针	2-12	
在 ESI/MS 模式下自动调谐和校正		3-1
3.1 装配注射泵进行调谐和校正	3-2	
3.2 在数据系统装配质谱仪进行调谐和校正	3-4	
3.3 在ESI/MS 模式下检查质谱仪的操作	3-9	
3.4 在ESI/MS 模式下自动调谐质谱仪	3-13	
3.5 保存你的 ESI/MS 调谐方法	3-17	

3.6 自动校正质谱仪	3-19
3.7 调谐和校正后清洗质谱仪	3-22
在LC/ESI/MS 模式下用你的分析样品进行调谐	4-1
4.1 装配仪器由注射泵引入样品进入来自LC的溶剂流动相。	4-3
4.2 装配仪器用你的分析样品调谐质谱仪	4-6
4.3 用你的分析样品自动优化质谱仪的调谐	4-9
4.4 保存你的ESI/MS调谐方法	4-12
用Tune Plus窗口采集ESI样品数据	5-1
5.1 装配仪器采集二级质谱的全扫描模式的数据	5-2
优化分离宽度和装配仪器优化碰撞能量	5-2
自动优化二级质谱实验的碰撞能量	5-8
5.2 装配仪器用Loop环引入样品进入来自LC的溶剂流动相。	5-10
5.3 Acquiring MS Data in the 采集SIM 扫描类型的一级质谱数据	5-12
在APCI/MS/MS 模式下装配离子源采集数据。	6-1
6.1 取下 ESI 探针	6-2
6.2 取下Ion Max 离子源室	6-4
6.3 取下离子吹扫锥	6-5
6.4 安装冠状喷针	6-6
6.5 安装 Ion Max离子源室	6-7
6.6 安装 APCI 探针	6-10
在APCI/MS模式下用你的分析样品优化质谱仪	7-1
7.1 装配入口用高流速注射调谐	7-2
7.2 装配质谱仪进行 APCI/MS 操作	7-5
7.3在APCI/MS模式下自动优化质谱仪的调谐	7-8
7.4 保存APCI/MS 调谐方法	7-11
7.5在APCI 模式下调谐后清洗质谱仪	7-13
在Tune Plus窗口采集样品数据	8-1
8.1 装配仪器由Loop注射引入样品进入来自LC的溶剂流动相。	8-2
8.2采集SIM 扫描类型的APCI 数据	8-4
样品制备	A-1
A.1 咖啡因, MRFA, and Ultramark 1621 储液	A-2
储液: 咖啡因	A-2
储液: MRFA	A-2

储液: Ultramark 1621.....	A-3
A.2 ESI 校正液: 咖啡因, MRFA, Ultramark 1621	A-4
A.3 利血平	A-5
储液: 利血平	A-5
ESI / APCI 样品溶液: 利血平	A-5

前言

欢迎使用Thermo Electron, Finnigan™ LTQ™ 系统! LTQ是菲尼根质谱家族的成员之一。

Finnigan LTQ 初步操作 手册提供的信息包括 如何装配, 校正和调谐Finnigan LTQ质谱仪, 和怎样采集 LC/MS 数据, 所有的过程均可在Xcalibur® Tune Plus 窗口操作。

Finnigan LTQ 初步操作 包括如下几章:

第一章: 简介 回答了Finnigan LTQ 质谱仪的常规问题并列出了进行常规分析的LC/MS仪器参数。

第二章: 装配离子源调谐和校正质谱仪提供了装配ESI探针装置的说明。

Chapter 3: 在 ESI/MS 模式下自动调谐和校正提供了用校正液调谐和校正你的Finnigan LTQ 质谱仪的过程。

Chapter 4: 在LC/ESI/MS 模式下用你的分析样品进行调谐描述了如何用你感兴趣的化合物在ESI模式下优化你的Finnigan LTQ 质谱仪。

Chapter 5: 用Tune Plus窗口采集ESI样品数据描述了如何装配Finnigan LTQ质谱仪来采集二级质谱数据。接着又描述了用你的Finnigan LTQ系统采集ESI样品数据的简单过程。

Chapter 6: 在APCI/MS/MS 模式下装配离子源采集数据给出如何装配APC探针装置的说明。

Chapter 7: 在APCI/MS模式下用你的分析样品优化质谱仪描述了如何用你感兴趣的化合物在APCI模式下优化Finnigan LTQ 质谱仪。

Chapter 8: 在Tune Plus窗口采集样品数据描述了用你的Finnigan LTQ系统采集APCI样品数据的简单过程。

附录 A: 样品制备给出了你用Finnigan LTQ质谱仪采集数据所用到的溶液的制备说明。

如果你想在ESI模式下进行分析, 请阅读第二三四和五章, 如果你想在APCI模式下做分析, 请参考的二三六七和八章。

修改手册和在线帮助

要对本手册和在线帮助提出修改意见，请将你的建议发至如下地址：

Editor, Technical Publications
Thermo Electron San Jose
355 River Oaks Parkway
San Jose, CA 95134-1991
U.S.A.

我们鼓励大家报告正文中或索引中的错误和删减。谢谢！

缩略词

以下是本手册和其它手册及在线帮助所用到的缩略词:

A	安培	
ac	转换电流	
ADC	模拟数字转流器	
AP	采集处理器	
APCI	大气压化学离子化	
API	大气压离子化	
ASCII	用于信息内部转变的美国标准代码	
b	位	
B	字节	
baud rate	每秒的数据传输速度	
°C	摄氏度	
CD	硬盘	
CD-ROM	硬盘只读内存	
cfm	每分钟的立方英尺	
CI	化学离子化	
CIP	所付的运费和保险	
cm	厘米	
cm ³	立方厘米	
CPU	中央处理器 (电脑的)	
CRC	循环冗余码校验	
CRM	连续反应监控	
<Ctrl>	键盘终端的控制键	
<i>d</i>	深度	
Da	道尔顿	
DAC	数字模拟转流器	
dc	直流电	
DDS	直接数字合成器	
DEP™	直接暴露探针	
DS	数据系统	
DSP	数字信号处理器	
EI	电子离子化	
EMBL	欧洲分子生物实验室	
<Enter>	键盘终端的输入键	
ESD	静电放电	

ESI	电喷雾离子化
eV	电子伏
f	毫微微 (10 ⁻¹⁵)
°F	华氏度
.fasta file	.fasta文件
FOB	离岸价格
ft	英尺
FTP	文件转移方案
g	克
G	十亿
GC	气相色谱; 气相色谱分析
GC/MS	气相色谱/质谱仪
GND	地电
GPIB	多用途区域公共汽车
GUI	图形用户界面
h	小时
<i>h</i>	高度
HPLC	高效液相色谱
HV	高压
Hz	赫兹 (每秒几个周期)
ICIS™	交互式化学信息系统
ICL™	仪器控制语言™
ID	内径
IEC	国际电工委员会
IEEE	电学和电子学工程研究所
in.	英寸
I/O	输入/输出
k	千 (10 ³ , 1000)
K	千 (2 ¹⁰ , 1024)
KEGG	东京基因和基因组百科全书
kg	千克
<i>l</i>	长度
L	升
LAN	本地网络
lb	磅
LC	液相色谱; 液相色谱分析
LC/MS	液相色谱/质谱仪
LED	发光放射二级管
u	微(10 ⁻⁶)
m	米

M	兆(10^6)
M+	分子离子
MB	兆字节(1048576 字节)
MH+	质子化的分子离子
min	分钟
mL	毫升
mm	毫米
MS	质谱仪; 质谱
MS	MS^n : $n=1$
MS/MS	MS^n : $n=2$
MS^n	MS^n : $n=1-10$
m/z	荷质比
n	纳(10^{-9})
NCBI	国家生物技术信息中心 (美国)
NIST	国家标准和技术研究所 (美国)
OD	外径
Ω	欧姆
p	皮可(10^{-12})
Pa	帕斯卡
PCB	印刷电路板
PID	比例/积分/微分
P/N	货号
P/P	峰间电压
ppm	百万分之一
psig	每立方寸的磅数; 规格
RAM	随机存储内存
RF	射频
RMS	均方根
ROM	只读内存
RS-232	串行通信的工业标准
s	秒
SIM	选择性离子监测
solids probe	直插探针
SRM	选择性离子检测
SSQ [®]	单级四级杆
TCP/IP	传输控制方案/ Internet协议
TIC	总离子流
Torr	托
TSQ [®]	三级四级杆
u	原子质量单位

URL	统一资源位置
V	伏
V ac	伏交流电
V dc	伏直流电
vol	体积
w	宽度
W	瓦特
WWW	全球网

注. 指数是写在字的上边的. 与在线帮助相比, 由于在线帮助的设计局限性, 指数有时写作^符号(^) 或用 *e* 符号:

MSⁿ (本手册) MS^n (在线帮助) 10⁵ (本手册) 10^5 (在线帮助)

印刷规则

热电San Jose手册所用的印刷规则如下所示:

- 数据输入
- 方框内信息
- 主标题

数据输入

在本手册中, 以下规则指出怎样通过计算机进行数据输入和输出:

屏幕上所显示的信息, 单词的首字母以大写表示代表并且用谢体字书写单词。

由键盘输入的内容是**粗线体字母**。(标题题头, 章, 和手册也是粗线体字母)

为简便起见, 一些表示方法用如“choose **File > Directories**”表达, 而不是下拉File菜单再选Directories。

任何包含再尖括号中的命令表示只击一次键, 如: 按“<F1>”表示按标有F1 的键。

任何需要同时按两个或更多键的命令用加号连接表示。例如: “按

<Shift> + <F1>”表示按并且一直按着<Shift>键再按<F1>键。

在屏幕上点击的任何按钮, 以粗体字并以不同的字体表示, 例如: “点 **Close**”

方框内信息

重要的信息但不是正文的主要部分, 用方框表示, 如以下的方框:

注. 本例所用的方框用于显示信息。

方框内的信息可分为以下几类:

注 – 能影响你的数据质量的信息。另外, “注”经常包含你在遇到困难是可能会用到的信息。

提示 – 能使工作更容易的有益信息。

重要 – 影响数据质量的关键信息。

警告 – 保护你的仪器免受损害的必需信息。

警告 – 对人类有害的。每次警告伴随着一个CAUTION符号。

每本硬件手册由一个蓝色的警告表格列出警告的符号和它们的

意义。

危险 – 对人类的激光相关的危险。它包括具体涉及到的激光级别。每个**危险** 伴随着一个国际激光辐射符号。

主标题

以下标题用于展示每章内的题目组织形式：

第一章 章的名称

1.2 二级标题

三级标题

四级标题

五级标题

回复卡

热电 San Jose 手册包括一个或两个回复卡片。所有的手册包括一个用户注册/读者调查卡，有的还包含一个位置变换卡。该卡片位于每本手册的前边。

用户注册/读者调查卡有两种功能。首先，当你返还卡片时，你将被列入热电San Jose的邮箱列表。作为列表中的一员，你会收到你感兴趣的领域的应用报告和技术报告，并且会收到你感兴趣的事件的通知,如用户会议。第二，你可以告诉我们你喜欢或者还是不喜欢我们的手册。

位置变换卡片可使我们能够追踪我们仪器的行踪。如果你简你的公司将仪器运到另一个地方或者你卖掉仪器，请填写并返还本卡片。有时候我们需要通知我们的产品用户一些安全或其它的问题

第一章 简介

LTQ™ 是Finnigan™ 公司的一种质谱仪,是一种高级的分析仪器,其主要组成部分包括:注射泵,转换/注射阀,大气压离子源,质谱检测器和Xcalibur数据系统。在一般的分析试验中,样品引入方式主要有以下几种:

- 。用注射泵(直接注射)
 - 。用连有loop环和注射泵的注射阀(流动注射分析)
 - 。用阀和连有柱子的液相色谱系统(液相色谱/质谱联用)
- 液相色谱/质谱联用分析试验中,样品直接注射到液相色谱柱上被分离成不同的组分,这些组分过柱子洗脱后进入质谱仪被分析。直接注射或流动注射方式,样品进入质谱分析之前不经过色谱分离。经过质谱仪分析的数据被保存下来,用Xcalibur数据系统进行处理。

本简介主要回答如下问题:

- 。为何使用Finnigan LTQ质谱仪?
- 。分析我的样品最好用那种离子化方式,ESI(电喷雾)或APCI(大气压化学离子化)?
- 。怎样将样品引入质谱仪?
- 。使用何种缓冲溶液?避免使用何种缓冲溶液?
- 。对于不同的液相流速条件如何设置质谱仪?
- 。对质谱仪的调谐和校正是什末?
- 。用Finnigan LTQ质谱仪可以做何种类型的实验。

1.1 为何使用Finnigan LTQ质谱仪

Finnigan LTQ质谱仪区分与其他液相色谱仪器的主要特征是它能提供高水平的分析特定性。它能进行不同级别的分析实验，每个级别都能使化合物鉴定准确性提高一个层次。不同的分析级别如下：

- 。色谱分离和化合物检测。（用色谱的保留时间，不用质谱技术）
- 。质谱分析（分子的质量信息）
- 。二级质谱分析，MS/MS（结构信息）
- 。多级质谱分析，MSⁿ（结构信息）
- 。放大扫描分析（电荷状态信息）

色谱分离和化合物的检测可以用所有的液相色谱/检测器系统实现，但是，只用保留时间是不能正确鉴定某一种化合物的，因为在同一试验条件下可能有许多化合物具有相同的保留时间。另外，即使根据保留时间可以鉴定某化合物，但它的定量结果可能是错误的，因为样品中的其他化合物可能同时被洗脱下来。

单级质谱分析可用来鉴定你感兴趣的分析样品，大气压离子化方式产生的质谱图能提供分子的质量信息。

二级质谱分析鉴定化合物的准确性更高，MS/MS分析是当离子进行更高级的电离时检测母离子的破碎情况的。MS/MS可分为两种分析方式：全扫描MS/MS和选择性反应监测（SRM），全扫描MS/MS监测特定母离子的所有产物离子。SRM MS/MS分析用来监测特定的反应路径：特定母离子的某一特定产物离子。用MS/MS分析可以很容易的对复杂化合物如植物或动物组织，血浆，尿，地下水和土壤中的目标分析物做定量研究。由于Finnigan LTQ质谱仪可进行MS/MS检测并且能在第一级离子选择阶段去除干扰，所以用它可很容易地完成目标化合物的定量。

多级质谱分析的独特之处是它能得到结构信息从而可用来做代谢物，自然产物和糖类的结构解析。Finnigan LTQ质谱仪MSⁿ技术能对离子进行逐级破碎，从而对多级质谱的解析相对直接简单。由于Finnigan LTQ质谱仪具有的许多先进功能，应用MSⁿ技术尤其适于做定量分析。（参见1-6页的题目：用Finnigan LTQ质谱仪可以做何种类型的实验。）

放大扫描分析能为感兴趣的一个或多个离子的电荷状态提供信息。它是用慢速扫描获得较高分辨率情况下收集数据。这样可以很明确的决定带电状态，从而进一步正确计算分子质量。

除了以上提到的分析方法外，还有另外一种技术叫宽带激活，若采用宽带激活方式Finnigan LTQ质谱仪在做MS/MS二级质谱破碎时会按固定离子质量20u范围应用碰撞能量。它可以对母离子施加碰撞能量，又可以对产物离子按非特异性损失如水（18u）氨基（17u），或其他低于20u的片段调整碰撞能量。如果你想得到更高级的结构信息而不想用Finnigan LTQ质谱仪作MS³三级质谱分析，你就可以选择使用宽带激活方式进行定性MS/MS二级质谱分析。因为碰撞能量应用在相对较宽的质量范围里，所以信号灵敏度会有一定程度的下降。因此，增加碰撞能量（激活幅度）可在一定程度上弥补灵敏度降低的缺点。

1.2分析我的样品最好用那种离子化方式，ESI（电喷雾）或APCI（大气压化学离子化）

Finnigan LTQ质谱仪有两种标准的大气压离子源探针：

- 。电喷雾（ESI）离子化探针。
- 。大气压化学离子化（APCI）探针。

通常，许多极性化合物如氨基酸，肽段和蛋白质适于用ESI方式分析。而非极性化合物如类固醇最好用APCI方式分析。

样品离子可带一价电或多价电，其带电数目取决于被分析样品的结构，流动相和离子化模式。

使用ESI/MS方式

ESI模式下产生的离子质谱图通常带多个电荷（如蛋白质和肽段），这取决于化合物的结构和所用溶剂，例如，高分子量的蛋白质和肽段的质谱图中就包括一系列带多电荷的离子，用数学方法处理结果谱图就能得到样品的分子量。

在ESI模式下，离子从液态专变为气态，许多原来不适与质谱分析的样品（如：热稳定性化合物或高分子化合物）都可以通过ESI方式进行分析。ESI可以分析任何能在溶液中形成前体离子的化合物。前体离子可以是加和离子，例如聚乙二醇可在还有氨基酸的溶液中进行分析，因为溶液中的 NH_4^+ 离子可与多聚体的氧原子发生加和，在ESI模式下离子带多个电荷，因此用Finnigan LTQ质谱仪分析的分子质量范围可大于100,000u，ESI尤其适合分析极性化合物包括多聚体（如蛋白质，肽段糖蛋白和核苷酸），药物及其代谢物，工业产生的多聚体。

你可采用正离子或负离子的ESI模式。离子的极性通常由溶液中前体离子的极性决定。在高pH溶液中酸性分子形成负离子，低pH溶液中碱性分子形成正离子，正电ESI模式的喷针产生正离子，负电模式的喷针产生负离子。

从液相色谱进入质谱的溶液流速可设在1ul/min到1000ul/min之间，见表1-3（在ESI时，缓冲液及其种类均对灵敏度有很大的影响。因此根据不同情况做出正确选择是很重要的。）对于大分子的蛋白质或肽段，结果的质谱图里通常包含一系列相对应的多电荷的离子峰图。

ESI过程的影响因素有：液滴大小，表面电荷状态，液体表面张力，溶液挥发性和离子溶解强度。大液滴具有很大的表面张力，低的挥发性，强离子溶解性，低表面电荷和强导电性，因此不利于形成好的电喷雾状态。

对ESI而言，混合的有机/水相溶剂系统使用的有机溶剂包括甲醇，乙腈和异丙醇优于单纯的水相溶剂系统。挥发性的酸或碱比较适于ESI，不建议使用高于100mM的盐溶液。

而强的无机酸或碱对仪器是非常有损害的。

获得好的电喷雾的规则如下：

- 。溶液系统不使用非挥发性的盐和缓冲液。如避免使用钠盐，钠盐和磷酸盐。必要时使用铵盐。
- 。使用有机/水相溶剂系统和使用挥发性的酸和碱
- 。尽可能优化你感兴趣的分析样品的溶剂系统的pH，如果你的样品带有一个或多个氨基，流动相应稍微偏酸（pH2-5），酸性pH会保持溶液中离子的正电状态。

使用APCI/MS方式

APCI 和ESI都属于软电离技术, APCI能提供具有挥发性的中性化合物的分子质量信息, 它适于分析分子量在2000u以内的小分子。

APCI是一种很稳定的离子化技术, 它不会受一些小的因素(各种缓冲液及不同的强度)影响。在APCI模式下, 从液相色谱流入质谱的溶剂流速很高(在0.2-2ml/min之间)。见1-6页表1-3 : 指导设置LC/APCI/MS的参数。

你可以在正离子或负离子模式下使用APCI, 许多分子在正离子模式下尤其在含有一种或多种碱性氮原子(或其他碱性原子时)会产生很强的离子流。那些具有酸性位点能产生强的负离子的分子如carboxylic acids and acid alcohols不符合这个一般规律。

尽管一般情况下产生的负离子少于正离子, 但负离子极性更具有特定性, 因为负离子极性模式产生的化学噪音低于正离子模式, 因此信噪比可能比正离子模式要高。

1.3 是否应用鞘气，辅助气，和/或吹扫气

可以通过三种气体源将氮气应用在本系统中：辅助气，吹扫气，和/或鞘气。应用鞘气时，鞘气可作为内部同轴向气体（当和辅助气同时应用时）帮助从APCI喷嘴喷出的样品溶液很好的雾化（鞘气不用自NSI源）。应用辅助气时，氮气从离子源喷嘴喷出后，喷嘴的蒸汽束受到影响，喷雾被聚集，去溶剂效应被增强。采用吹扫气时，氮气从吹扫锥体后面吹出导致溶剂被分散开，加合物减少。当分析复杂的物质如血浆和非挥发性盐缓冲液，因为溶液强度需要采用吹扫气。在全扫描或数据依赖型扫描实验中需要用吹扫气提高信噪比。在某些情况下尤其是液相色谱流速较高时，使用辅助气可提高质谱信号强度。

所有的分析都依赖于被分析物本身的性质需要综合使用鞘气，吹扫气和辅助气以使其达到最好的分离效果。在进行多级质谱分析实验和定量实验前，把每种气体进行优化是尤其重要的，因为将鞘气，吹扫气和辅助气结合起来才能达到最好效果。参见表1-2和表1-3得到应用补充气流的更多信息。

1.4怎样将样品引入质谱仪

你可采用不同的方式引入将样品引入质谱仪。见表1-1

在ESI模式下，常用注射泵引入校正液进行自动调谐和校正，你也可用这种方式匀速引入纯净化合物溶液，例如分析未知样品的结构时，可采用这种方式。

你可采用三通接头将样品从注射泵引入液相色谱的流动相中（无柱子），再进入质谱仪。该技术可以较高的流速匀速引入样品。尤其是在APCI或ESI模式下用感兴趣的分析物进行调谐，你也可以匀速引入纯净化合物溶液。

你可以用注射器把样品注入注射阀的loop环内，再转化阀门使样品注入液相色谱的流动相中，再进入质谱仪。在APCI或ESI模式下，你可用这种方式引入纯净化合物溶液液流，如果你的样品量有限，最好采用这种方式是很有好处的

你也可以用液相色谱自动进样器引导样品进入液相色谱流动相。在APCI或ESI模式下，你可用这种方式纯净化合物溶液引入液相色谱流动相，最后再进入质谱仪。

最后，你可液相色谱自动进样器将混合物引入到液相色谱柱上进行LC/MS实验，它是先将样品进行分离再依次进入质谱仪。

你可以参考本书下面的章节和从**Finnigan LTQ连接**手册里查找样品引入方法的图表

表1-1. 样品引入技术

	样品引入技术	分析技术	参考图
注射泵流动 (无LC流动)	注射泵*	ESI模式下 自动调谐和校正， ESI or APCI 模式下，纯净分析样品 溶液的分析。	Finnigan LTQ Getting Started 图2-5
没有色谱分离的LC 流动(无柱子)	由注射泵引入LC的流动 (通过T型union引导)	ESI or APCI 模式下用感兴趣的分析 样品自动优化调谐， ESI or APCI 模式下，纯净分析样品 溶液的分析	Finnigan LTQ Getting Started 图4-1 (ESI) 图6-1 (APCI)
	用Loop环将样品注入 LC 流动	ESI or APCI 模式下，纯净分析样品 溶液的分析	Finnigan LTQ Getting Started 图5-6 (ESI) 图 8-1 (APCI)
	用自动进样器将样品注入 LC 流动 (一次或多次注射)	ESI or APCI 模式下，纯净分析样品 溶液的分析	Finnigan LTQ Getting Connected 图 11-5 (ESI) 图11-8 (APCI)

用色谱分离的LC流动	用自动进样器将样品注入LC 流动，再引入LC柱子 (一次或多次注射)	ESI or APCI 模式下I，混合物的分析	
------------	---------------------------------------	-------------------------	--

*以稳定的状态注入样品 (直接注射)

1.5使用何种缓冲溶液？避免使用何种缓冲溶液

许多液相色谱采用非挥发性缓冲液，例如磷酸盐和硼酸盐缓冲液，质谱检测最好避免使用这些溶液，因为会引发以下问题：

- 。堵塞管路毛细管。
- 。使盐堆积在喷头处破坏喷雾的完整性。

质谱检测应采用挥发性缓冲液，许多挥发性缓冲液比非挥发性缓冲液更方便应用。挥发性缓冲液包括如下几种：

- 。乙酸
- 。醋酸铵
- 。甲酸铵
- 。氢氧化铵
- 。三乙铵（TEA）
- 。三氟乙酸

1.6对于不同的液相流速条件如何设置质谱仪

ESI 探针在流速1ul/min-1ml/min 时能产生离子。如此宽范围的流速可应用于多种分离技术中：CE，CEC，毛细管LC，微孔LC和分析LC。

APCI探针 可在流速200ul/min-2ml/min 时产生离子。此范围的流速可应用的分离技术有微孔LC，分析LC和半制备LC。

如果你要改变进入质谱的溶液的流速，需把质谱参数做如下改变：

在ESI模式下，你需要改变毛细管的温度和调整鞘气，辅助气和吹扫气的流速。

在APCI模式下，你需要改变毛细管温度和喷雾器温度并调整鞘气，辅助气和吹扫气的流速

一般来说，增加进入质谱仪的溶液的流速就应该升高离子传输毛细管的温度（和喷雾器的温度）和增大气体流速。

表1-2列出在ESI操作中不同范围的溶液流速对应的毛细管温度和气体流速。

表1-3列出在APCI操作中不同范围的溶液流速对应的毛细管温度，喷雾器温度和气体流速

- ESI探针能在最低流速1ul/min时产生离子，但是，当流速低于5ul/min时应多加注意，尤其要注意ESI探针里的融合石英毛细管的位置。
- APCI探针在流速低于5ul/min时应多加注意以保持稳定的喷雾。

表1-1设定LC/ESI/MS的参数指导

LC流速	建议柱子规格	离子传输毛细管温度	鞘气	辅助气和/或吹扫气
注射或LC流速<10ul/min	毛细管	常规设置：150-200℃	不需要 常规设置：5-15u	不需要 常规设置：0u
LC流速50-200ul/min	内径1mm	常规设置：200-275℃	需要 常规设置：20-40u	不需要，但在某些情况下可能有帮助：常规设置：0-20u
LC流速100-500ul/min	内径2-3mm	常规设置：250-350℃	需要 常规设置：40-60u	不需要，但通常有助于减少背景离子：常规设置：0-20u
LC流速0.4-1ml/min	内径4.6mm	常规设置：300-400℃	需要 常规设置：60-100u	需要 常规设置：10-40u

注：根据题目：是否应用鞘气，辅助气，和/或吹扫气的内容提示，一定要选择辅助气或吹扫气。

表1-2设定LC/APCI/MS的参数指导

LC流速	离子传输毛细管温度	喷雾器温度	鞘气	辅助气和/或吹扫气
LC流速0.2-2ml/min	常规设置：150-200℃	常规设置：150-225℃	需要 常规设置：40-100u	不需要，但通常有助于减少背景离子：常规设置：0-20u

注：根据题目：是否应用鞘气，辅助气，和/或吹扫气的内容提示，一定要选择辅助气或吹扫气。

1.7对质谱仪的调谐和校正是什么

要使Finnigan LTQ质谱仪在数据采集时保持好的工作状态，需要分四部对仪器进行调谐和校正：

。在ESI模式下，将校正液直接引入质谱仪，以5ul/min流速保持几十分钟。在Tune Plus窗口观察校正液中咖啡因的m/z 195的峰图信号，再边看着195的信号，边调整喷针的位置和气体流速，使信号的强度达到最高，并且保证离子以稳定的喷雾状态进入质谱仪。

。如果能保证离子以稳定的喷雾状态进入质谱仪，就可以调谐质谱仪了。这一步是在Tune Plus窗口，用自动调谐过程保证进入质谱仪的离子适量的。当Xcalibur数据系统在对Finnigan LTQ质谱仪作调谐时，注意观察Tune Plus窗口的变化。

。优化完调谐方法后，开始校正质谱仪。在这一步，你要保证参数的自动校正能成功完成，在校正过程中和完成校正时，会在Tune Plus窗口的Calibrate对话框显示出校正参数状态的反馈。

。最后，如果要最大限度的检测一个或多个离子，你可在样品分析所需的离子化模式下，用你感兴趣的分析样品进行调谐优化，你可选择感兴趣的分析样品中的离子的m/z，或校正液中与之相近的的离子的m/z。（有时不需优化参数就可以得到定性数据，但可能会影响检测的灵敏度。）

校正参数是机器的参数，其数值不会随实验类型改变。建议每三个月校正一次质谱仪，每周检测一次校正情况。

自动和半自动校正（包括检查校正情况）需要在运行过程中*匀速*引入校正液。在ESI/MS模式下，你应该将样品从注射泵直接引入质谱仪。

调谐参数是也是机器的参数，但其数值会随实验类型改变，例如，在实验中你要得到一个或多个特定离子的定性数据，如果你改变了实验或分析样品的任何一个特定参数，就需要用你的分析样品调谐质谱仪。

自动和半自动校正调谐过程（包括优化碰撞能量）可采用下面两种方式把校正液或分析样品调谐液引入质谱仪。

。用注射泵直接引入样品。请参考第二章的内容：安装注射泵进行调谐和校正。

用T型union将样品从注射泵引入LC的流动相。请参考第四章的内容：用注射泵将样品引入LC的流动相。

如果你想用注射泵在低流速下做实验，那用第一种方式作调谐比较好，如果你想用LC在高流速条件下做实验，用第二种方法比较好，但进入质谱仪的样品量相对较多，因此分析正式样品前，你应该先清洗API的喷雾分离器。

警告：校正液的流速不要超过10ul。Ultramark 1621浓度较高时会污染整个系统。

多数情况下，你可通过自动或半自动过程得到调谐方法再用它做你的分析实验。但在某些应用中，你可能需要调谐几个质谱仪的参数，那应该做手动调谐。在手动调谐过程中，你应该*匀速*引入调谐溶液。

注：影响信号质量的最重要的参数是离子传输毛细管的温度，管路透镜电压，气体和溶液流速。要得到最适灵敏度，最好用与分析样品相同的操作模式来调谐仪器。

表1-4总结了校正和调谐过程中的样品引入方式

表1-4校正和√调谐过程中的样品引入方式总结

样品/ 样品引入方式	校正			调谐			
	检查	自动	半自动	自动	半自动	手动	碰撞能量
校正液/ 注射泵	√	√	√	√	√	√	√
你的调谐溶液/ 注射泵				√	√	√	√
你的调谐溶液/用三通接头 将样品从注射泵引入LC的 流动相				√	√	~	√

1.8用Finnigan LTQ质谱仪可以做何种类型的实验

本题目描述了用Finnigan LTQ质谱仪可作的几种实验类型，这些实验可分为以下几类：

- 。常规一级质谱或多级质谱。
- 。数据依赖型
- 。离子图谱型
- 。离子树型

你可根据需要在仪器设置窗口指定实验类型，然后用仪器的方法文件（.meth）保存设置的方法。

注：这些实验的过程不包括在**Finnigan LTQ 连接**手册内，要得到更多信息请寻求在线帮助。

常规一级质谱或多级质谱试验

常规一级质谱或多级质谱试验适用于已知化合物的定量分析。但也可以用这种方式得到定性数据来做结构分析。Xcalibur 数据系统在仪器设置页面里有仪器方法设置的模板，所以你可以把常规一级质谱或多级质谱试验作为初步操作实验。图1-1 是一个常规一级质谱或多级质谱试验模板。

在常规一级质谱或多级质谱试验中，你需要指定你感兴趣的分析样品的质量范围，指定能破碎成特殊产物离子的母离子（前体离子），还需指定所有感兴趣的母离子的质荷比。接下来Finnigan LTQ质谱仪就可收集指定范围内的离子和指定母离子的产物离子的数据了。

如果你用常规试验收集数据作定性（结构）分析，你应在扫描事件设置选项框里指定数据的扫描模式（从一级质谱到多级质谱）。如果你指定是二级质谱或多级质谱，需要在多级质谱设定表里设定数据收集的母离子。Finnigan LTQ质谱仪可以收集特殊的定性信息做结构分析或作为参考图谱。

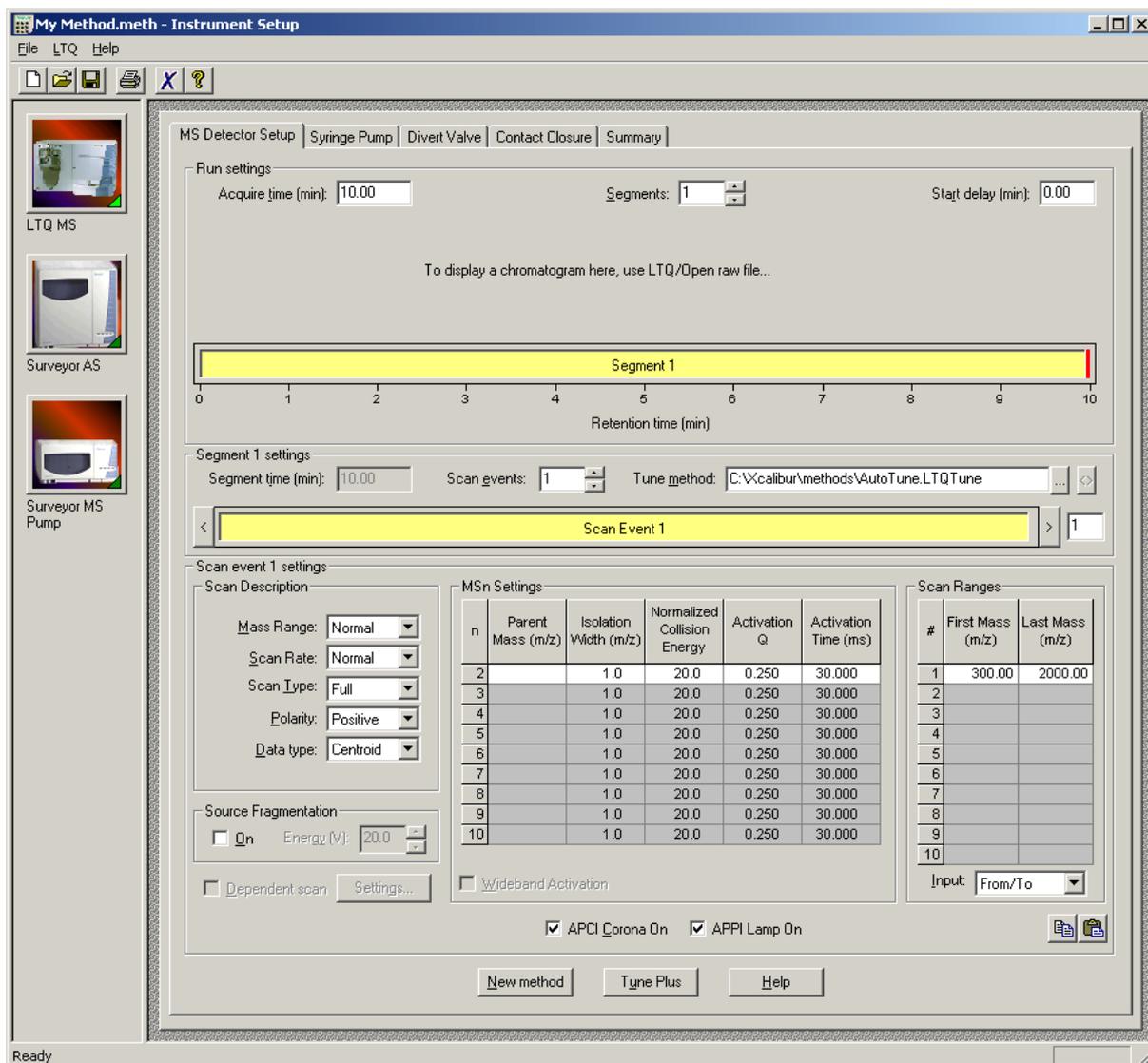


图1-1 在仪器设置里的质谱仪设置页面，图中所示是常规一级质谱实验的模板。

Finnigan LTQ质谱仪被分析样品的特定质谱图，即使是不同实验室的仪器都具有和很好的重复性。因此某台Finnigan LTQ质谱仪产生的的质谱图可作为参考确定另一台质谱仪产生的图谱代表的化合物结构。

数据依赖型实验

数据依赖型实验适于作未知化合物的定性分析，进而解析或确定它的结构。Finnigan LTQ质谱仪用数据依赖型实验的信息自动决定（不需用户自己输入）如何进行下一级实验。仪器设置里包含的仪器方法模板是关于数据依赖型实验参数设置的。例如图1-2中的数据依赖型三级实验模板。

数据依赖型实验做一次样品分析就能产生大量数据。即使你对实验信息知之甚少或不熟悉质谱知识你都可以采用数据依赖型实验做分析。在数据依赖型实验中，你可以指定某个母离子进行破碎或让质谱仪自动选择母离子做破碎Finnigan LTQ质谱仪可自动收集样品里每个母离子的结构信息，即使样品是混合物。

数据依赖型实验需要用户输入很少的实验条件信息，用户可在一个实验阶段指定作一级或多级扫描事件，然后质谱仪就开始收集MS/MS 或 MSn数据并决定如何在下一级实验收集更多数据。在用混合物做数据依赖

Data dependent MS/MS

Data dependent triple play

型实验时，质谱仪能决定分离那个母离子，以及母离子的状态和化合物的分子量。

离子图谱型实验可以是数据依赖型的。（总离子流图，净损失离子图，和母离子图谱实验不是数据依赖型的）数据依赖型放大图谱实验收集指定质量范围的每次扫描间隔的放大扫描的数据。

离子树实验也是数据依赖型的实验，它提供出自动解析MSn数据的方法，并把数据重新整理成易于操作的格式。

你可用以下两种方法来设置数据依赖型实验：

。如果你不了解母离子的信息，或希望得到某个母离子，你就设置一系列可能的母离子，当你设置的某个母离子被检测到时，就收集其产物离子的谱图进行分析。相反，你也可以设置一系列不想做破碎的母离子。

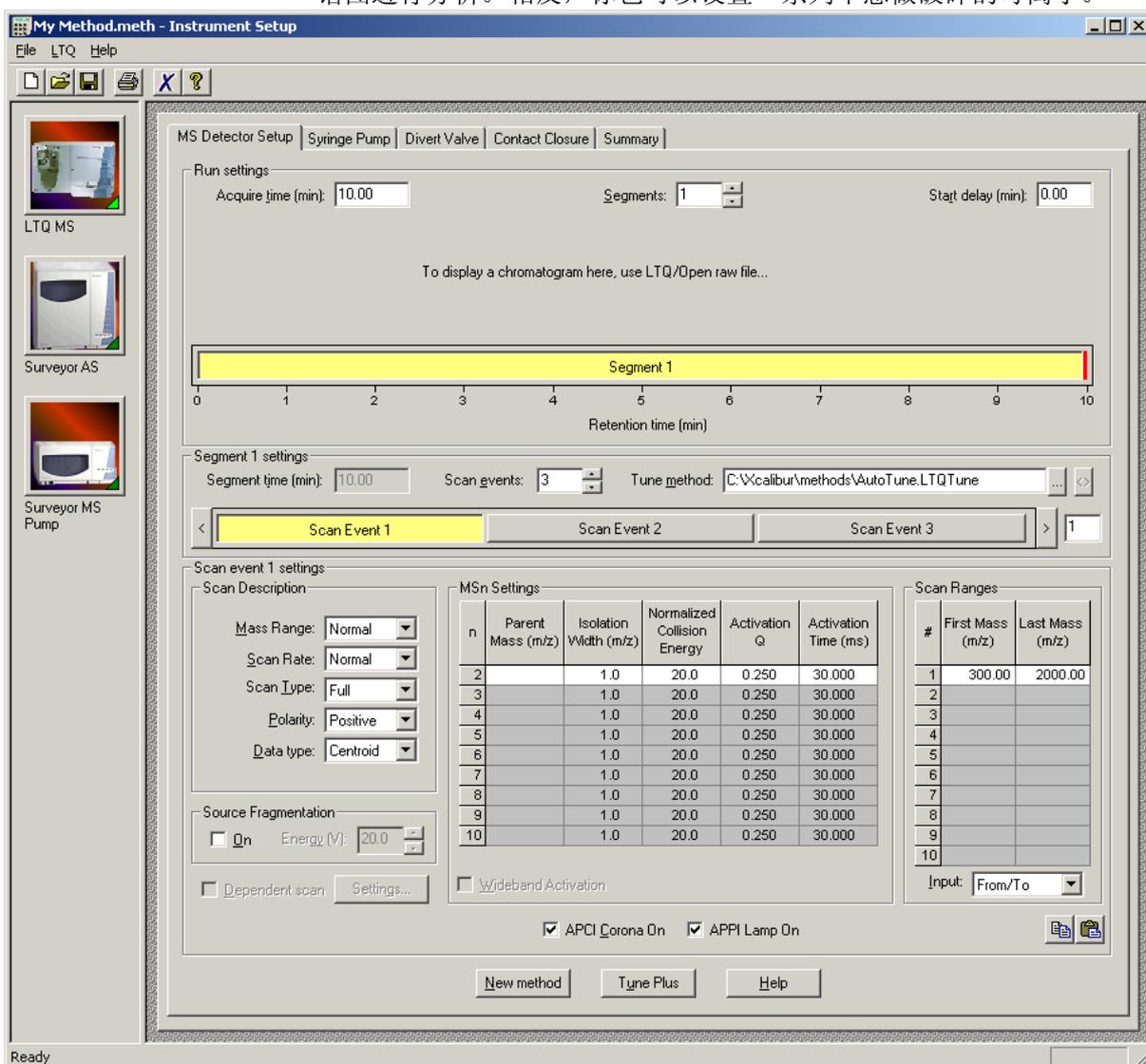


图1-2 仪器设置方法里的质谱仪设定页面，所显示的是数据依赖型三级实验模板（点击Scan Event 2 或 Scan Event 3按钮选定一个扫描事件激活依赖型扫描的复选框）

。如果你不了解化合物的信息，就设定参数做数据依赖型实验。因为当离子的强度高于设定的阈值时，质谱仪就能得到产物的例子图谱。你需要指定某些参数如做MS 或 MSn

的离子强度阈值，但所设定的阈值应该能分离到你感兴趣的母离子。

你可以用最简单的数据依赖型实验或数据依赖型二级（MS/MS）实验用自动方式找到化合物的结构信息。你只需指定质谱扫描范围，甚至不需设定母离子，Finnigan LTQ质谱仪就可收集全扫描质谱数据，并挑出质谱图中强度最高的母离子将其打碎产生碎片离子。

数据依赖型三级实验与数据依赖型二级实验相同，但还包含通过LTQ放大扫描模式来确定母离子带电状态的功能。数据依赖型三级实验先收集全扫描一级质谱图，再用放大扫描判断母离子带电状态并计算器分子量，接下来母离子被破碎成产物离子（MS/MS），例如，如果Finnigan LTQ质谱仪判定母离子的带电荷数是2，其m/z为500，则母离子的实际m/z是1000（2×500）。

你可用数据依赖型实验最如下工作：

- 。鉴定高纯度化合物中的少量杂质（数据依赖型二级（MS/MS）实验）
- 。鉴定复杂化合物的代谢物（用数据依赖型二级实验做色谱分离）
- 。建立合成型多级质谱图的用户数据库（离子树）

你可以用数据依赖型多级质谱实验确定实验中的杂质，例如在阿司匹林质量鉴定时，Finnigan LTQ质谱仪可检测到含量低于0.1%的杂质。

在分析药物代谢物的复杂混合物时，用数据依赖型二级（MS/MS）实验能得到高度特定性的结构信息。例如，在药物代谢途径中的具有特征性质量的化合物能产生与的药物结构对应得二级MS/MS谱图，这些谱图对代谢物的鉴定是至关重要的。

数据依赖型实验能产生诸如MS, MS3, MS4 数据的组成型谱图。Finnigan LTQ质谱仪能在用户多级质谱谱图数据库里保存多级质谱的指纹数据，这些数据在程控，质检或研发领域是很有应用价值的。

离子图谱实验

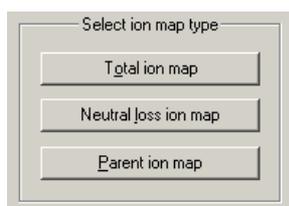
Ion mapping...

离子图谱实验适用于分析复杂化合物的未知分子的整体结构特征，在做离子图谱实验时，你能得到指定质量范围内的每个母离子的碎片离子的扫描，它有助于自动确定哪个母离子被打碎后产生了特定的产物离子。通过产物的离子扫描信息，可以得到maps一个或多个母离子。

Finnigan LTQ质谱仪在仪器设置页面有例子图谱试验的模板，所以你可以此为起点开始例子图谱实验。

- 。总离子（全扫描）流图
- 。净损失例子谱图
- 。母离子谱图

离子图谱实验通常需要进入质谱仪的样品溶液组分连续流出。因此，在这种试验时用注射方式引入样品。图1-3给出了离子图谱试验模板的示例。



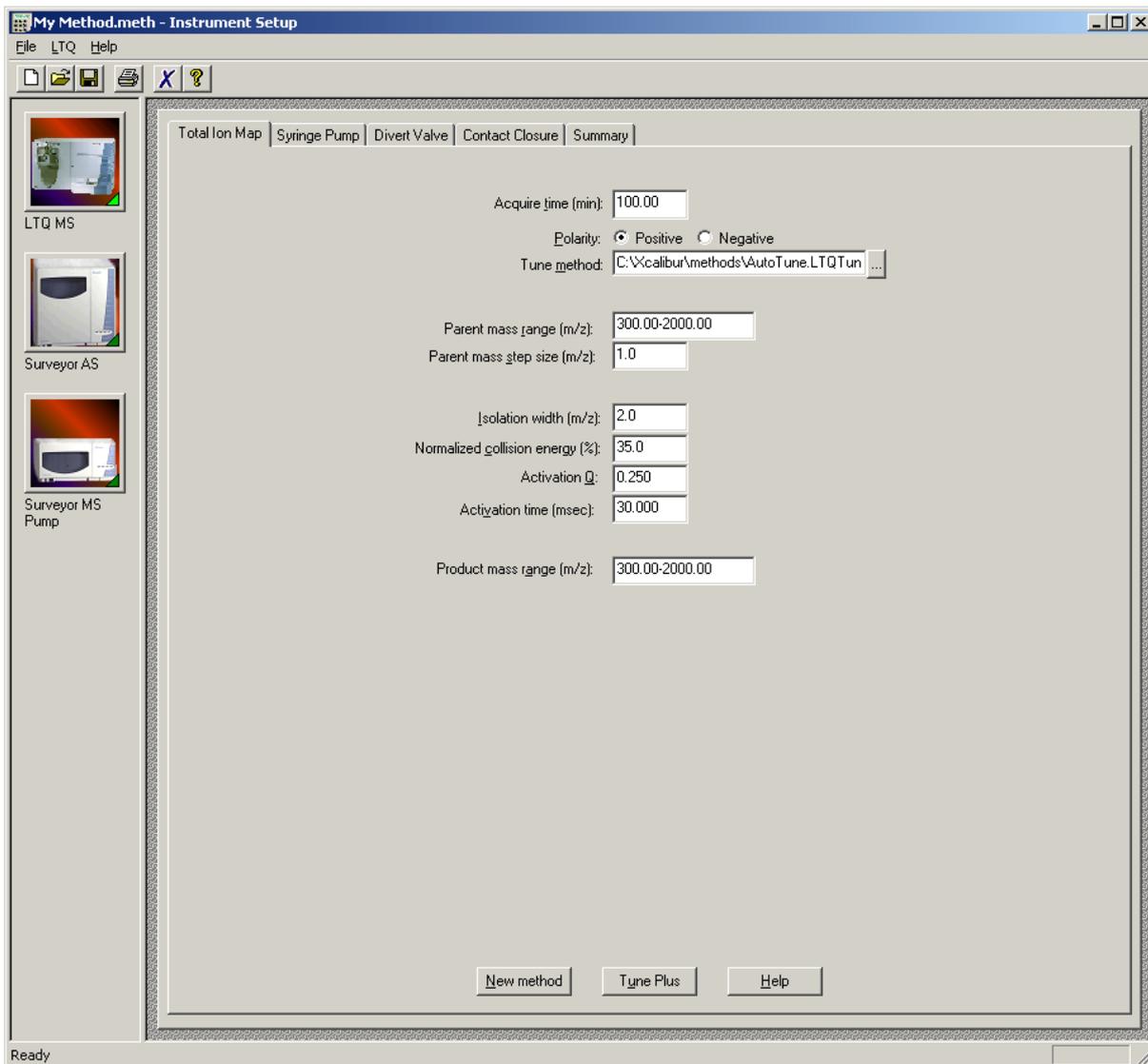


图1-3在仪器设置窗口的总离子流图页面，展示了总离子流图谱试验的参数设置模板。

在总离子（全扫描）流图试验中，你可得到每个母离子的碎片离子扫描，据此可判断那个母离子失去了一个特殊片段产生某个特定的碎片离子。而且还可判断那个母离子与特定的碎片离子相关。例如，你可得到质量范围在400-2000之内的所有质谱峰，并按母离子质量增长间隔的 m/z 为1，（为5或10）的趋势对每个母离子做二级质谱得到碎片离子。

净损失离子图谱实验收集的离子扫描能产生净损失的片段。全扫描离子图谱实验得到的是每个母离子的碎片离子。但净损失离子图谱实验能确定哪个母离子失去了特定质量数的片段。例如净损失的具体质量是80u(如胰蛋白酶酶解的磷酸化肽段)。净损失实验可逐个搜寻混合物的每个产物离子的分子量，找到哪个部分质量净损失为80。

母离子图谱实验是鉴定所用能产生指定分子量的产物离子的所有母离子。例如，若你指定产物离子的 m/z 为50，母离子图谱实验就会收集所有产物离子为50的母离子。

数据依赖型放大图谱实验收集指定质量范围内每个时间间隔的所有放大扫描的数据，就像收集强度高于某个阈值的所有离子的数据依赖型二级产物离子的质谱图。

所有离子图谱实验的结果均可在Xcalibur Qual Browser窗口查看。

离子树实验

在离子树实验中，Finnigan LTQ质谱仪可自动收集多级质谱数据，你可指定母离子进行破碎，也可让质谱仪自动寻找母离子并进行2-10级之间任何水平的破碎，质谱仪根据下一级实验情况自动的收集数据。图1-4是离子树实验模板。

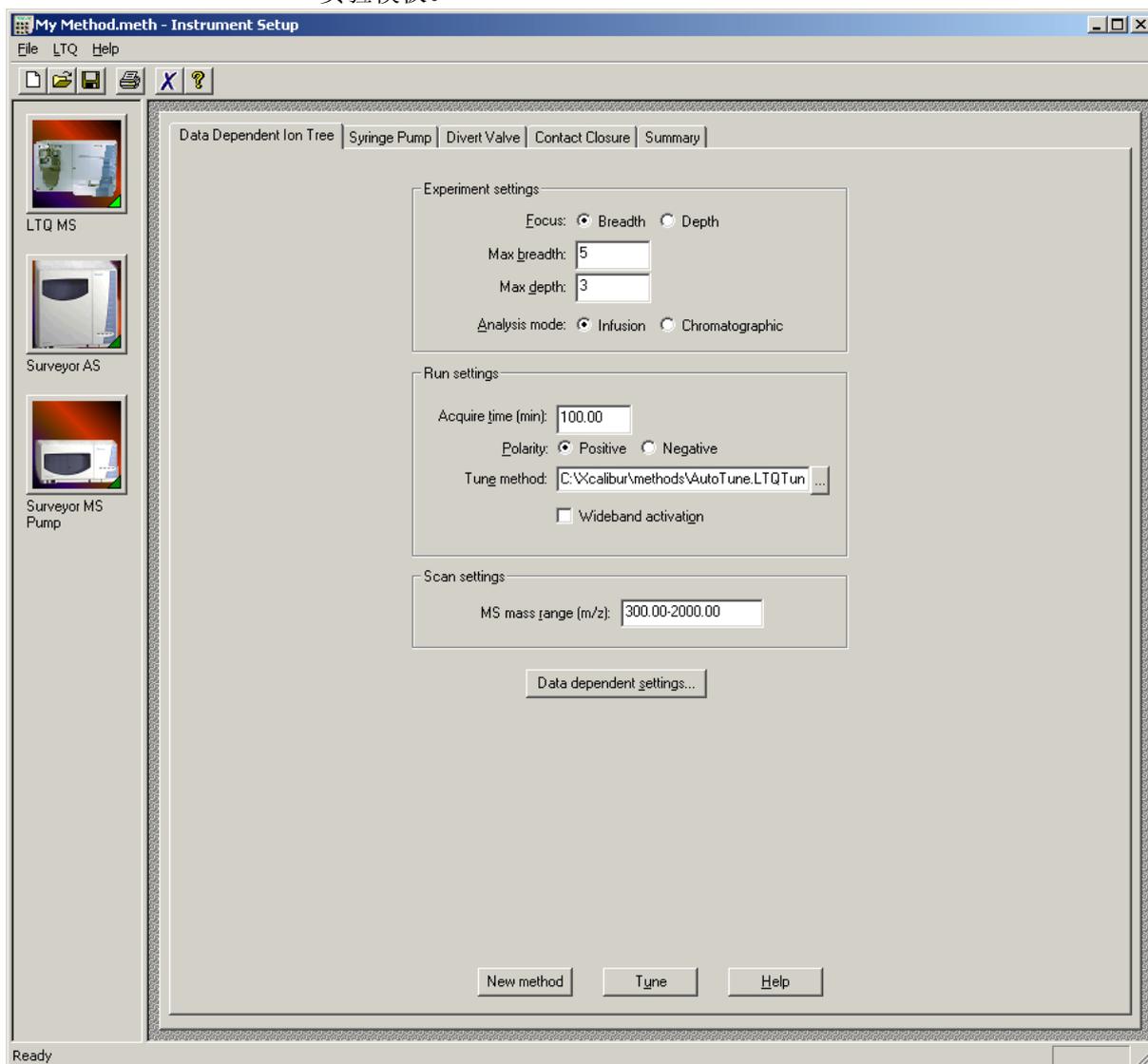


图1-4是方法设置窗口的数据依赖型离子树实验页面，所显示的是离子树实验模板。

做离子树实验之前你可预先设定条件让质谱仪收集数据，以下是可供选择的两种条件：深度聚焦和宽度聚焦。

。深度聚焦是先选择一个强度最高的母离子进行一系列的多级质谱水平的破碎（如，二级质谱，三级，四级等），然后再选另一个强度最高（次之）的母离子再进行多级质谱水平的破碎。

。宽度聚焦是让所有的母离子在某一个多级水平都做完破碎后，再进行下一级质谱水平分析。

例如，你可以离子树实验的最大深度聚焦为3，最大宽度为2，其分析情况如下：

首先，你选择先做深度聚焦还是先做宽度聚焦，质谱仪开始扫描指定质量范围内的所有母离子，再选择强度最高的母离子进行破碎（MS/MS二级质谱）

。接下来，你先选择深度聚焦，一级质谱图中强度最高的母离子被破碎

后一产生二级质谱图—质谱仪选择二级质谱图中强度最高的离子做母离子进行破碎，结果产生三级质谱图，即本例中要求的*最大深度聚焦水平*。接下来质谱仪根据二级质谱图选择其中强度第二高的离子作为母离子进行破碎即做三级质谱，会产生更多的碎片离子。最后从一级质谱中选择强度第二高的离子进行破碎即再重复以上步骤。

。如果你先选宽度聚焦，一级质谱图中强度最高的母离子被破碎后一产生二级质谱图—质谱仪选择同一张一级质谱图中强度第二高的离子做母离子进行破碎。接下来，母离子继续按本例中的*最大宽度为2*的水平做破碎。当一级质谱中强度最高的两个离子做完破碎后，质谱仪便从第一张二级质谱图中选出两个强度最高的离子进行破碎就得到本例中指定的*最大三级深度水平*的碎片离子质谱图。一级质谱中强度第二高的离子的破碎即再重复以上步骤。

从Xcalibur Qual Browser窗口可查看数据依赖型离子树实验的结果，此结果展示来自特定母离子的所有离子的结构树。

第二章 装配离子源调谐和校正质谱仪

本章讲的是装配硬件对Finnigan LTQ质谱仪进行调谐和校正。如果你想在ESI或APCI模式下收集数据，则需要在ESI模式下调谐和校正质谱仪。本章包括以下内容：

- 。将LC/MS系统设为Standby状态
- 。取走APCI 探针
- 。去掉Ion Max I离子源室（自选）
- 。装上离子吹扫锥（自选）
- 。装上Ion Max I离子源室
- 。装上ESI 探针

2.1将LC/MS系统设为Standby状态

在取走离子源以前先把LC/MS系统设为Standby状态，操作如下：

1 必要时按如下步骤停止进入API源的流动相

a. 若Xcalibur数据系统现在没开，就从窗口的工具栏选**Start > Programs > Xcalibur > Xcalibur**打开Xcalibur窗口。



b. 在Xcalibur Home Page window – Roadmap view (Xcalibur主页窗口一路标查看)选**GoTo > Instrument Setup**打开仪器设置窗口。

c. 从仪器设置窗口的查看栏点击Surveyor[®] MS Pump 钮显示 Surveyor 质谱泵查看页面。



d. 选**Surveyor MS Pump > Direct Control**打开Surveyor MS Pump Direct Control (质谱泵直接控制)对话框。

e. 在Surveyor MS Pump Direct Control对话框点击Pump Off (关泵)按钮关掉质谱泵。



2. 如果Tune Plus窗口现在没开着，就从任务栏选**Start > Programs > Xcalibur > LTQTune**打开它。



On



Off



Standby

你先看任务栏的Control / Scan Mode的On/Standby钮的状态来决定质谱仪的状态 (左图所示是On/Standby钮的三种不同状态)

3. 如果质谱仪处于On(打开)状态,点击On/Standby钮将质谱打到Standby状态,在Standby状态时,。Finnigan LTQ 质谱仪就会关闭离子源的鞘气,辅助气和高电压。

LC/MS现在处于LC/MS状态,就可以安全取下离子源了。

如果ESI 探针先前装在Ion Max[™]离子源室上,则让LC/MS设为LC/MS状态,进行下一章内容: **在ESI/MS/MS模式下调谐和校正质谱仪。**

如果ESI 探针先前不在Ion Max[™]离子源室上,则可进行下边的内容: **取下APCI 探针**

2.2取下APCI 探针

本节描述了怎样从Ion Max™离子源室上取下APCI 探针。

注：在以下操作中，假设你熟悉仪器和软件，如需更多指导，请参考Finnigan LTQ在线帮助，Finnigan LTQ连接，Finnigan Ion Max API源硬件手册，或Finnigan LTQ硬件手册。）

警告，防止烫伤。APCI喷雾器在操作温度下可能会严重烫伤。它的操作温度通常在400–600之间，在接触或取走该装置前一定要让它冷却到室温（大约需20分钟）。

按以下操作步骤取下APCI 探针：

1. 从APCI 探针上的喷雾加热电缆插孔上拔下喷雾器加热电缆。如图2-1
- 2 从APCI 探针上卸下样品传输管线（如图2-1）
- 3 从APCI 探针上卸下辅助气管线（绿色接头）。（如图2-1）
- 4 从APCI 探针上卸下鞘气管线（蓝色接头）。

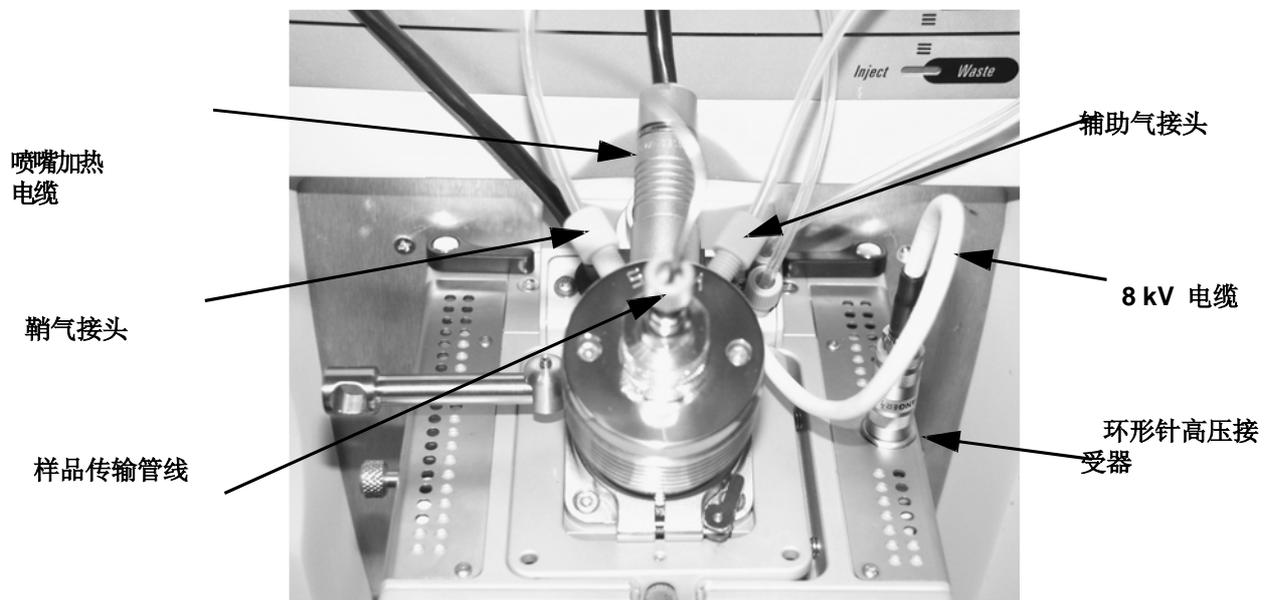


图2-1 装有APCI 探针的Ion Max离子源室。

警告，防止烫伤。APCI喷雾器在操作温度下可能会严重烫伤。它的操作温度通常在400–600之间，在接触或取走该装置前一定要让它冷却到室温（大约需20分钟）。

5. 取下APCI 探针步骤如下

将喷雾加热器插到离子源装置的双锁插孔内。

- a 拧动探针的锁杆来松开探针的圆筒，，要使探针松动可能要
将锁杆多拧几圈。
- b 小心把探针以直线向后拔出外壳的开口处，直到碰到APCI
互锁内槽。在探针主体的定位销会防止你转动探针，直到
定位销与API APCI互锁内槽在一条直线上。当探针 被拉回
到与API APCI双锁塞的滑槽在一条直线上时，将它逆时针旋
转45度对准槽口拔出来。
- c 从离子源室直线拔出探针
- d 把APCI 探针保存在原始托运装置内。

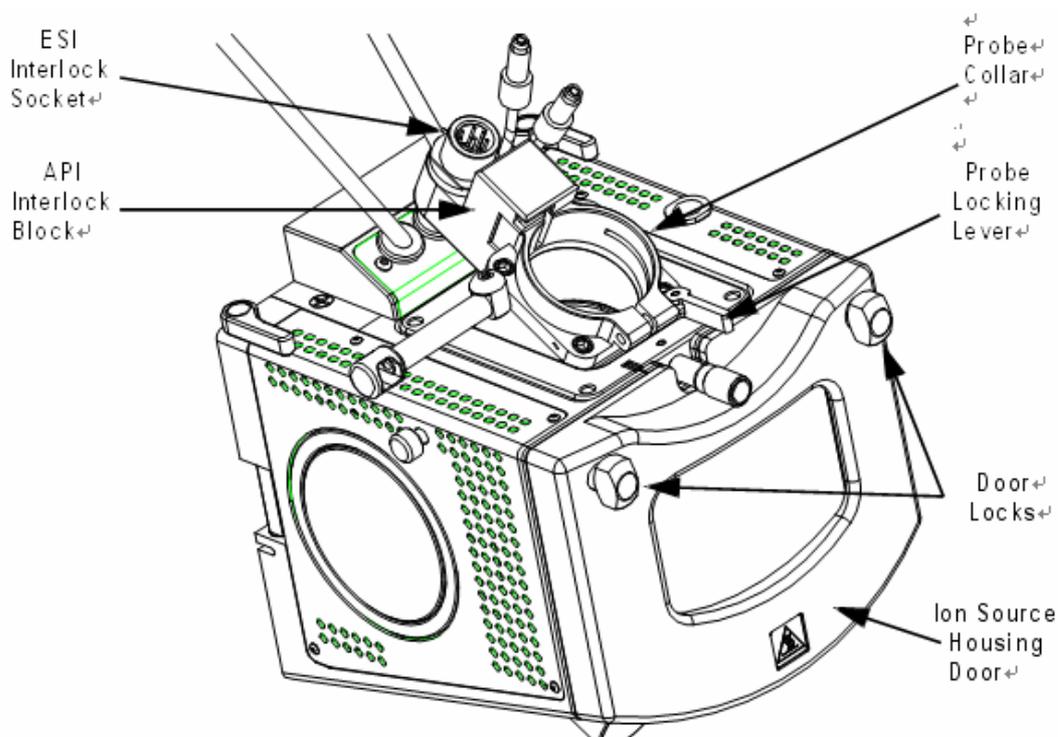


图2-2. Ion Max 离子源室的详细构件

6. 从环针型高压接受器上取下8kV电缆线，操作如下：

- a 逆时针旋转锁定环松开探针
- b 从环针型高压接受器上取下8kV电缆线

警告，防止刺伤。卸下的环形针非常尖利可能会刺伤皮肤，小心拿好。

7. 按如下步骤取下环形针：

- b 将锁转动90°使knob保持水平，打开离子源室的门锁。
- c 打开离子源室的门
- d 用镊子夹住环形针套，以直线拉出环形针
- e 关上并锁定离子源室的门

8. 把环形针保存在原始托运装置内

现在我们从离子源装置上正确取走了APCI 探针和环形针。如果你要安装选择性离子吹扫锥体，就进行下边内容：**取走Ion Max离子源室。**

如果你不想安装离子吹扫锥，就进行内容：**安装ESI 探针。**

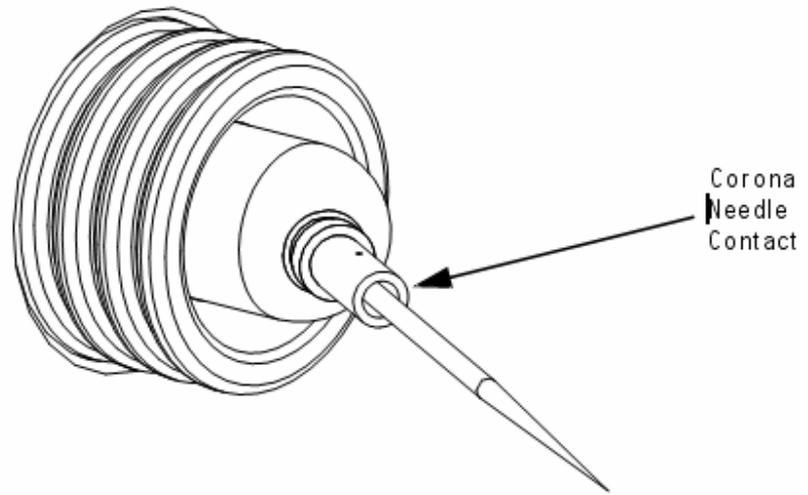


图2-3 从后边看到的环形针

2.3取走Ion Max离子源室

要看到离子吹扫锥需先取走Ion Max离子源室。

注：若离子源探针还装在离子源室上，在取走离子源前先断开外边的液体管线。

按如下步骤取下离子源室装置：

- 3 从离子源室装置取走排水管，见图2-4。
- 4 把离子源室的锁杆转动90°松开离子源室安放装置。
- 5 将离子源室以直线拉出离子源室安放装置。
- 6 将离子源室安放装置暂时放在安全之处。

现在离子源室就被正确取下来。

接下来进行下一步：安装离子吹扫锥

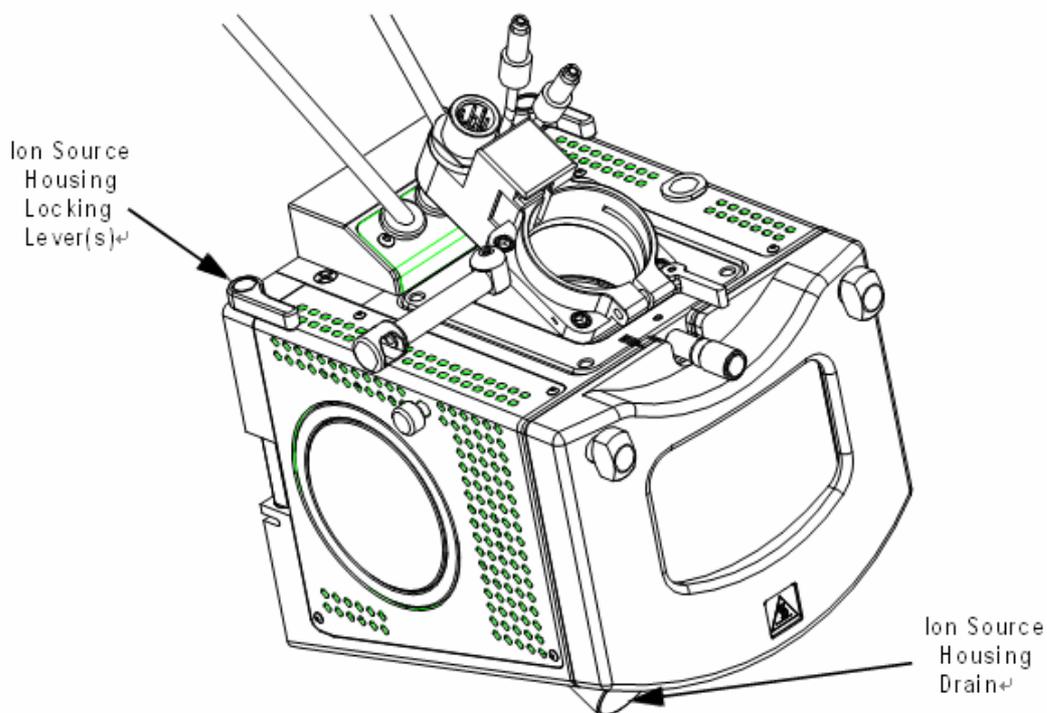


图2-4 离子源室的详细组件

2.4安装离子吹扫锥

离子吹扫锥是金属质地，装在离子传输管上面。它引导气体吹向毛细管的入口，这样可防止离子传输管被污染。最终结果是分析更多的样品而信号强度不会降低，另外，保持离子传输管清洁也减少了对质谱仪维护的频率。

按以下步骤安装离子吹扫锥：

1. 从存放装置中取出安装离子吹扫锥，检查，必要时进行清洗。
2. 在API锥体密封圈上标记吹扫气供应喷口的位置。离子吹扫锥的气体入口就位于吹扫气供应喷口处。见图2-5和图2-6

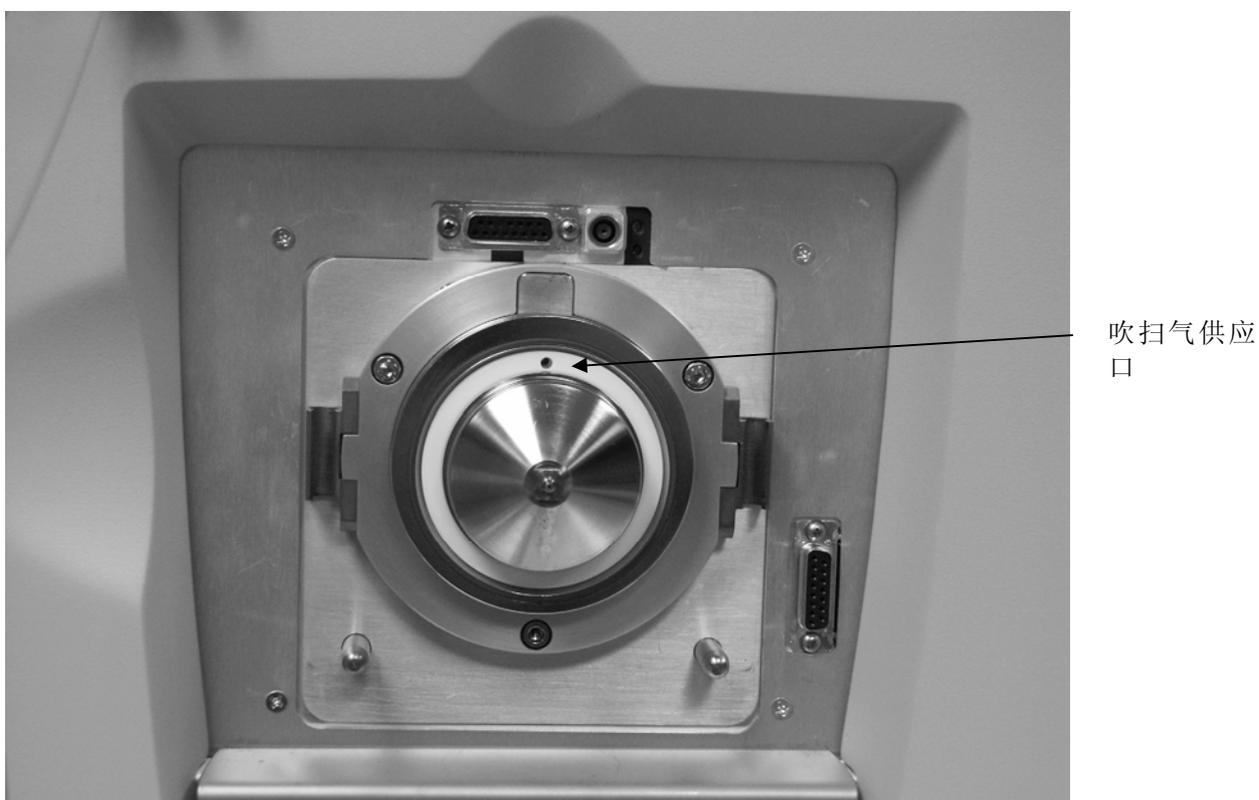


图2-5 API锥体密封圈上的吹扫气供应喷口。

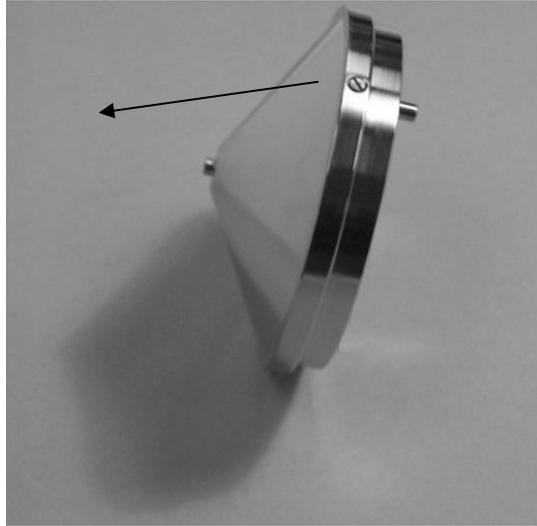


图2-6，离子吹扫锥，图中所示是气体入口

警告，防止烫伤。离子传输毛细管在操作温度下可能会严重烫伤。它的操作温度通常在200-400 之间，在安装离子吹扫锥前一定要让离子传输毛细管冷却到室温（大约需20分钟），注意当离子传输毛细管暴露在外时一定不要接触离子传输毛细管的入口端。

2. 当离子传输毛细管冷至室温时，将离子吹扫锥上的气体入口小心插在锥体密封圈的气体供应喷口内，用力按离子吹扫锥使之到达正确位置。
3. 要保证离子吹扫锥正确安装，必要时可能需要调整离子吹扫锥周边上的螺丝。

现在离子吹扫锥就正确安装在质谱仪上了。
接下来进行下一步：**安装Ion Max离子源室**

2.5安装Ion Max离子源室

按如下步骤重新安装Ion Max离子源室：

1. 小心地将离子源室后边的定位销孔与质谱仪的离子源室后边地定位销对准，小心把离子源室推入离子源室安放位置。
见图2-7和图2-8

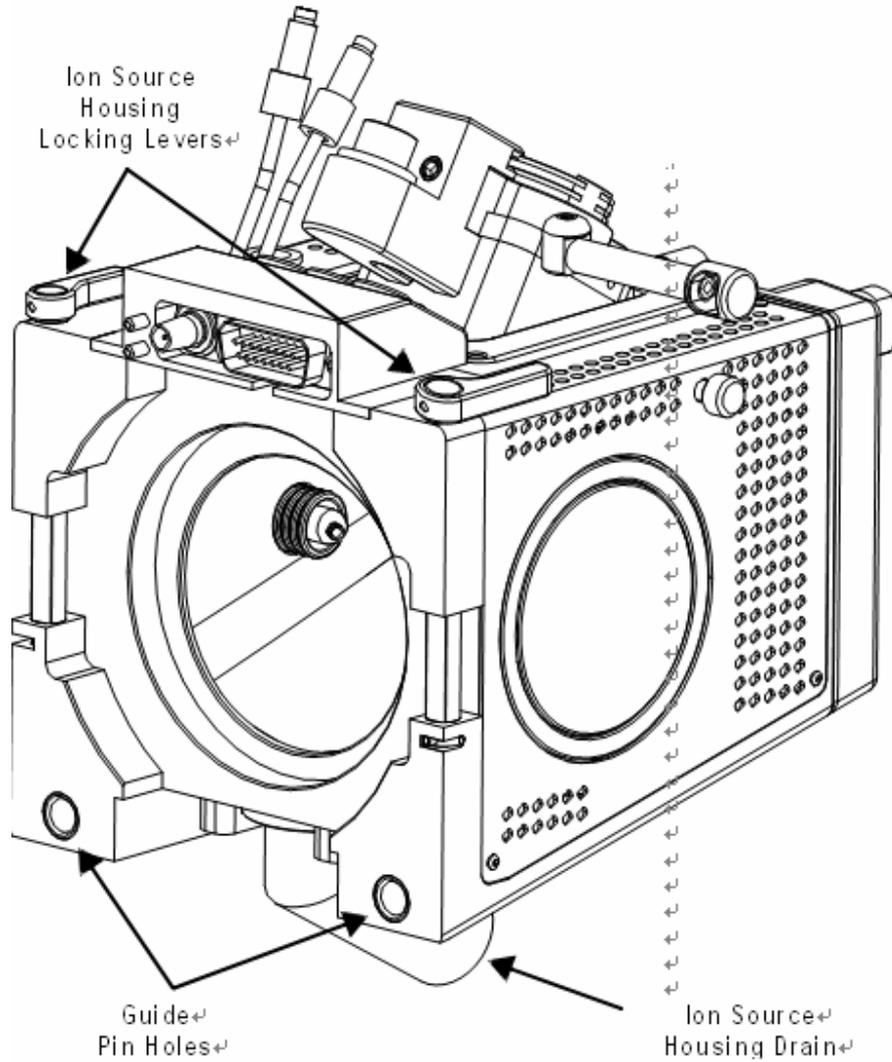


图2-7 Ion Max离子源室后部示意图

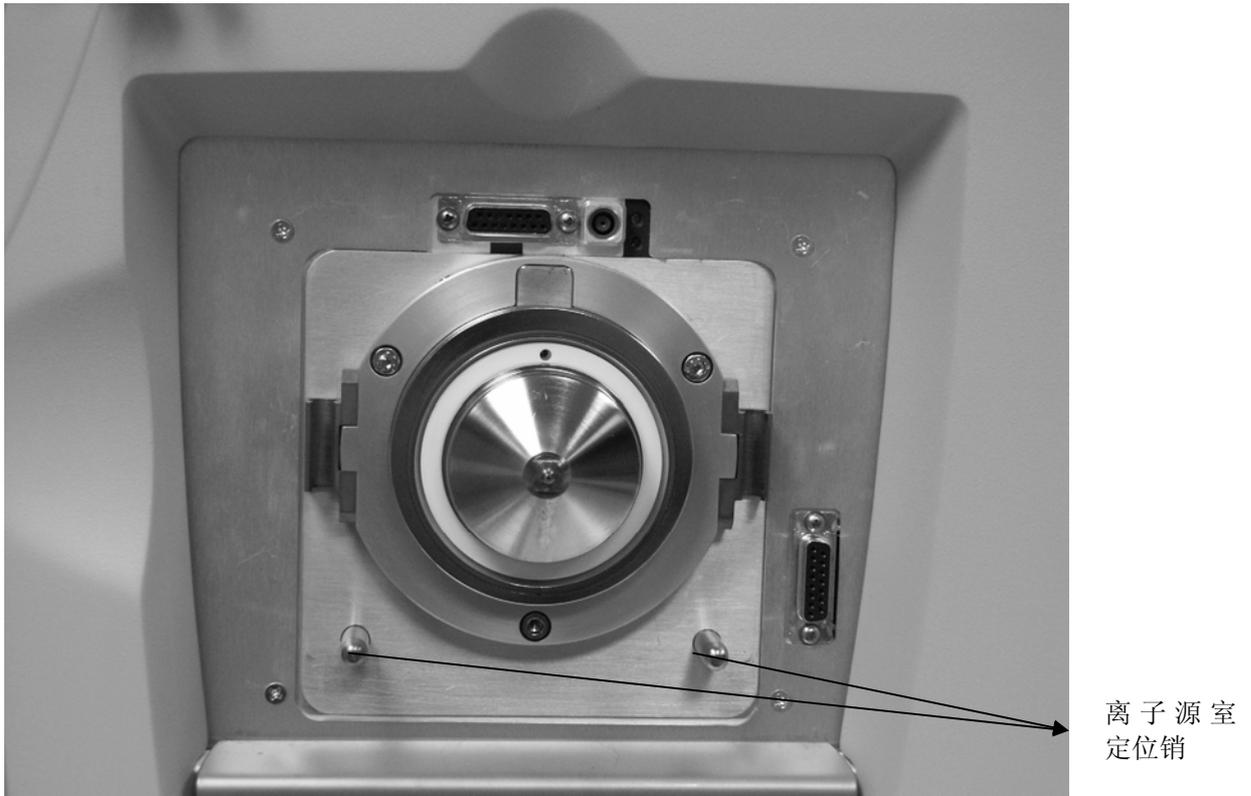


图2-8离子源安放装置，图中所示是Ion Max离子源室定位销。

2. 把离子源室的锁杆转动90°C，使其固定到离子源室安放位置处。

警告。防止废液回吸到离子源和质谱仪内，一定保证废液管内的液体能派如废液瓶中。

3. 按如下步骤重装离子源室上的排液管。

警告。一定不要将排液管（或任何与废液瓶相连的管线）中的液体排放到与前泵相连的同一排烟系统内。如果排液管与（蓝色）前泵连接到同一个排烟系统，会污染分析器的透镜。

你的实验室至少装两个排烟系统。将蓝色前泵排放管与专用排烟系统连接，API源的排液管连到废液瓶，将废液瓶中的液体排入一个专用排烟系统。

- a 用直径是一英寸的聚乙烯管连接离子源排放管
- b 把软管的另一端连到专用排烟系统，理想状态下，是从排液系统排入排烟系统。

现在Ion Max离子源室已正确安装到质谱仪上，接下来进行下一步：安装ESI 探针

2.6 安装ESI 探针

按如下步骤安装ESI 探针：

1. 从存放箱内取出ESI 探针，检查，必要时做清洗。

注。如果ESI 探针上还没连接样品管线(融合石英毛细管或金属喷嘴)和安全套管，你需要按Finnigan Ion Max API Source Hardware Manual的安装新的融合石英样品管和PEEK安全套管。

2. 确定离子源室上的探针锁杆是松开的。见图2-9
3. 将ESI 探针插到离子源室的开口处，使探针上的定位销与API API互锁塞最小保持45度角。见图2-10

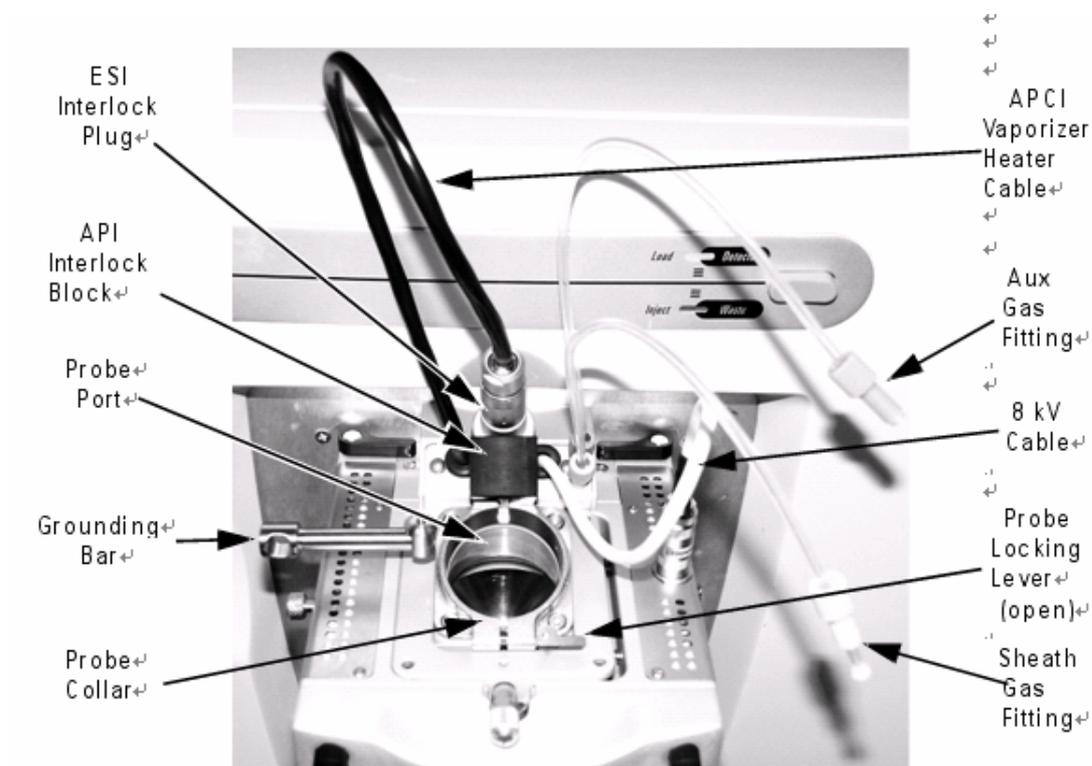


图2-9 Ion Max离子源室，探针锁杆打开

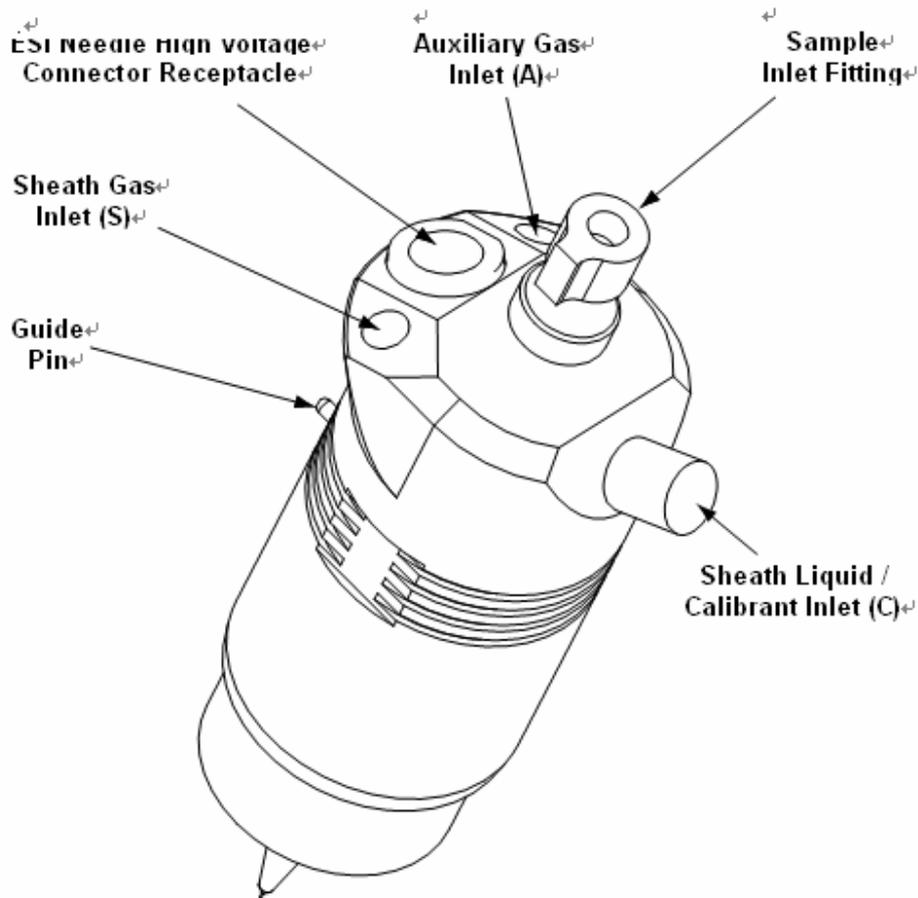


图2-10 ESI 探针的侧面图

4. 在开口内推动探针直到探针上的定位销接触到离子源室上的探针圆筒。
5. 将探针顺时针转动45度，使定位锁进入API互锁内槽（你可能需要把探针稍稍拉向你一些使定位销对准槽口）当探针装动到足够远的位置，定位销滑入开口后面的槽内，以直线推探针直到定位销停在对准槽口处。
6. 以朝着离子源室的方向转动锁杆将探针固定好：如果以朝着离子源室后面的方向转动锁杆会在打开时比较困难。如果锁杆没把探针圆筒固定好，你需要将固定锁杆螺杆以顺时针拧紧几圈
7. 把APCI喷嘴加热电缆插入API双锁插孔内。
8. 把不锈钢ZDV装置（接地三通）插入离子源室的地门上。看图2-11.

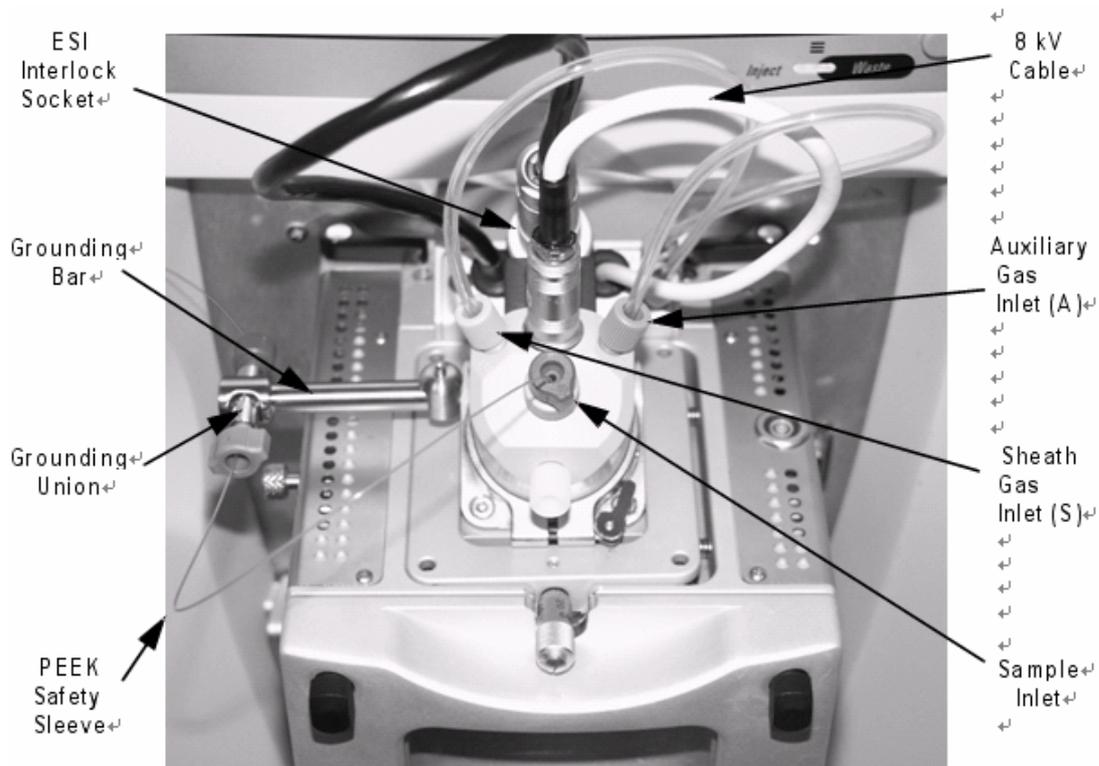


图2-11 装有ESI 探针的Ion Max离子源室

9. 把鞘气插头（蓝色）插到探针上的鞘气入口（S）。看图2-

11

10. 把辅助气插头（绿色）插到探针上的辅助气入口（A）。看图2-11

11. 把8kV电缆线连到ESI 探针的高压接受器上，拧紧8kV电缆线上的锁定环。

12. 用样品传输线连接接地二通。

现在ESI 探针就正确安装到Ion Max离子源室上了。

使仪器处于standby状态，进行下一章：在ESI/MS模式下，自动调谐和校正质谱仪。

第三章在ESI/MS模式下自动调谐和校正质谱仪

本章讲述了如何在ESI/MS模式下如何调谐和校正Finnigan LTQ质谱仪。很多情况下你需要自动完成调谐和校正过程。此过程需要把校正液以较低的速度引入质谱仪。正确完成调谐和校正过程才能进行电喷雾操作。（参见1-2页的表1-2）你需要每三个月做一次校正，以使质谱仪在全质量范围内保持好的运行状态。

要在ESI/MS模式下自动调谐和校正质谱仪，请遵循以下操作：
。用注射泵将低浓度的校正液（包括咖啡因，MRFA, and Ultramark 1621）引入离子源。（参见内容：安装注射泵做调谐和校正）

。检查进入质谱仪的校正液的喷雾的效率和稳定性。你可从Tune Plus窗口观察咖啡因，MRFA, and Ultramark 1621的单电荷的正离子的质荷比： m/z 195, 524, 1222, 1522和1822。

。在Tune Plus窗口调谐质谱仪自动优化透镜的参数

。校正质谱仪自动校正线性离子阱的电压

本章包括以下主要内容：

- 。安装注射泵做调谐和校正
- 。在数据系统设置质谱仪进行调谐和校正。
- 。在ESI/MS模式下检验质谱仪的操作情况
- 。在ESI/MS模式下自动调谐质谱仪
- 。保存ESI/MS的调谐方法
- 。自动校正质谱仪
- 。做完调谐和校正后清洗质谱仪

3.1 安装注射泵进行调谐和校正

用注射泵将调谐和校正溶液引入API源，注射泵可保证较长时间注射样品进入离子源。

在你的Finnigan LTQ质谱仪前面的嵌板上有注射泵和注射器，要注射溶液做调谐和校正，你应在注射泵上安装一支500ul规格的Unimetrics®注射器，里面盛满溶液。

注。为了避免交叉污染，做校正所用的注射器和融合石英毛细管和作样品的应该是不同的。

按以下步骤安装注射泵：

1. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的一段4cm长（直径为1.5英寸）的聚四氟乙烯管线与LC 三通连接。见图3—1。



图3—1注射器的管线连接

3. 把500ul规格的Unimetrics注射器注入450ul校正液（参见附录A样品配制中的如何配制校正液）
4. 把注射器针头插入聚四氟乙烯管线内
5. 把注射器放在注射泵的固定槽内。
6. 捏住注射泵把手上的蓝色释放钮，7. 一直向前推直到刚好接触注射器的活塞头。
8. 用融合的石英注射线将LC 三通 连接（不9. 锈钢的）接地三通。见图3—10. 2
- a. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的注射线与LC 三通的闲置端连接。
- b. 将注射线的另一端套上手拧接头（红色）和 密封圈（褐色）连到接地三通上。

现在注射泵已正确安装来注射溶液到质谱仪了。

接下来进行下一步内容：在Xcalibur数据系统设置质谱仪进行调谐和校正。

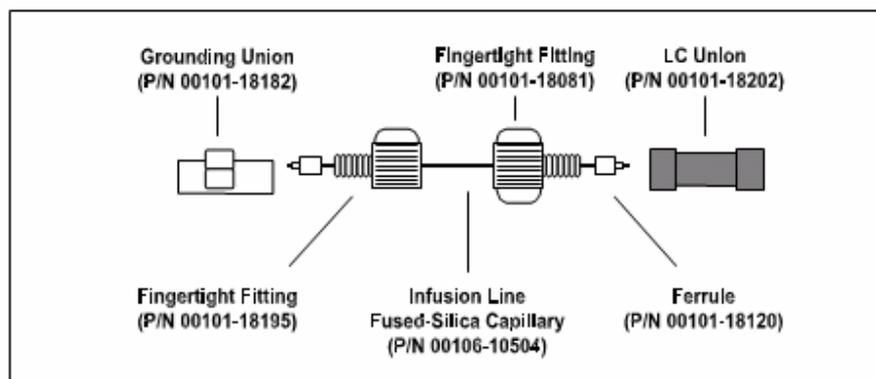


图3—2注射用融合石英线的ESI/MS管线连接。

3.2在Xcalibur数据系统设置质谱仪进行调谐和校正

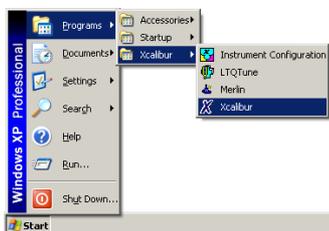
你先用校正液做手动调谐，以使喷雾状态稳定，并确保检测到足够量的离子来校正质谱仪。再进行自动校正，优化影响离子检测的参数。质谱仪完成优化后，Xcalibur数据系统就可以分离和破碎离子并判断它们的质荷比了。要定期做校正，通常是一到三个月做一次，以保证质谱仪正常运转。

注：在以下操作中，假设你熟悉Finnigan LTQ仪器和Tune Plus窗口，如需更多指导，请参考Finnigan LTQ在线帮助，Finnigan LTQ连接，和/或Finnigan LTQ硬件手册。）

警告。每天开始常规操作前，先确定你有足够的氮气供给API源。如果氮气用完后，会自动关闭防止可能有空气和氧气进入离子源。质谱仪处于操作状态时，如果离子源内有氧气是很不安全的。（另外，如果在分析过程中Finnigan LTQ质谱仪自动关闭，你可能会丢失数据）

按如下步骤在Xcalibur数据系统设置质谱仪进行调谐和校正：

1. 如果你还没打开Tune Plus窗口，就从Windows XP工具栏的start（开始）按钮打开它。
 - a 选**Start > Programs > Xcalibur > Xcalibur**显示Xcalibur Home Page – Roadmap view页面。
 - b 点击Instrument Setup显示其窗口
 - c 点击Finnigan LTQ按钮显示New Method页面
 - d 点击Tune Plus按钮显示Tune Plus窗口，见图3-3



Tune Plus

2. 在Tune Plus窗口，在Control/Scan Mode（控制/扫描模式）工具栏里点击 On/Standby按钮，使质谱仪退出Standby（和关闭）状态而处于开启状态，打开质谱仪后，就激活了以下事件：
 - 。质谱仪开始扫描
 - 。氮气流入ESI 探针
 - 。Finnigan LTQ质谱仪在ESI 探针上加高压
 - 。Xcalibur数据系统显示质谱图的实时更新



On



Off



Standby

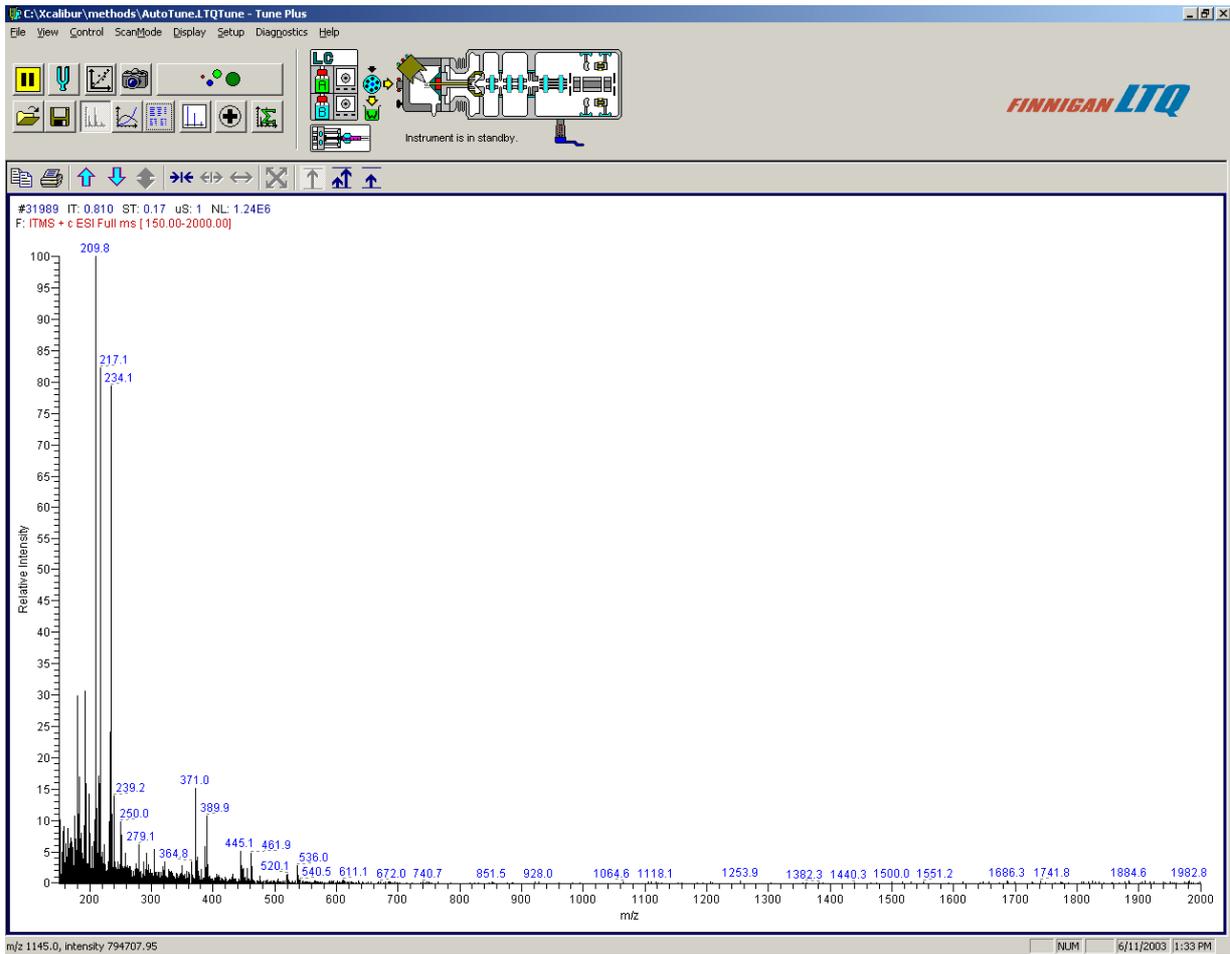
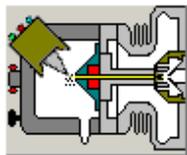


图3—3 Tune Plus窗口，图中所示是质谱仪处于Standby状态

注。Xcalibur数据系统在C:\Xcalibur\methods文件夹里包含有不同应用的用户化调谐文件，其中包含一个用于低流速LC/ESI/MS操作的文件。

3. 打开存放ESI低流速操作的调谐文件，该文件里存放着工厂默认的调谐设置参数。如下：
 - a. 选**File > Open**显示打开对话框。
 - b. 浏览文件夹：*C:\Xcalibur\methods*。再选择文件 *AutoTune.LTQTune*。
 - c. 点open打开该文件，Tune Plus将调谐参数下载到质谱仪上
4. 检查调谐前的的ESI源设置情况，如下：
 - a. 在仪器设置工具栏点击API Source (API源) 钮，打开 ESI Source 对话框。确定对话框内的设置与如图3—4所示相同。
 - b. 点OK回到Tune Plus窗口。



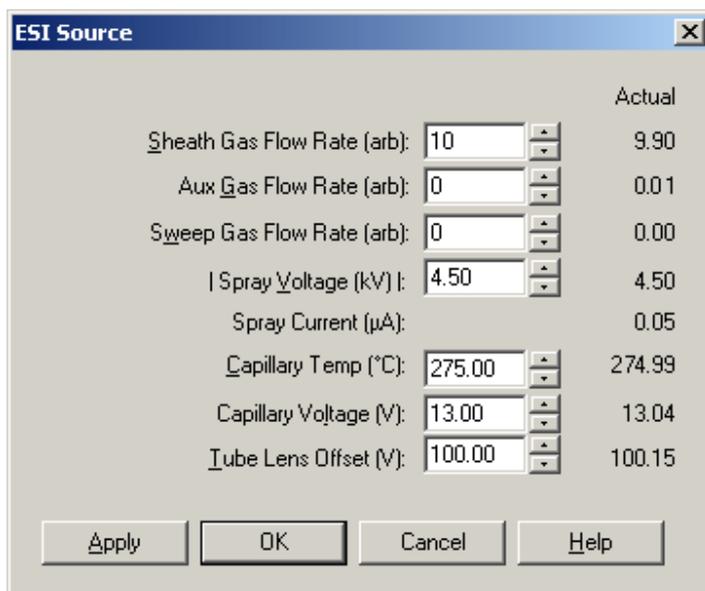


图3-4 ESI Source对话框，图中所示是开始典型低流速实验的参数设置。

5. 按以下步骤设置调谐和校正的扫描参数。

- a. 在Control/Scan Mode工具栏上点击Define Scan（定义扫描）按钮，
- b. 打开它的对话框。见图3-c. 5（若你的对话框与图中所示不同，
- d. 可能是没显示高级设置，
- e. 你可以按如下步骤打开它：在Tune Plus窗口，选**ScanMode**，再点 *Advanced Scan Features* 选中该选项。）
- f. 在Scan Description（扫描描述）选项框，在 Mass Range 列表框内选 *Normal*使质量范围在 m/z 150 到2000之间。
- g. 在 Scan Rate 列表框内选 *Normal*指h. 定常规扫描速率。
- i. 在 Scan Type列表框内选*Full* 指j. 定全扫描类型。
- k. 在Scan Time 选项框，
- l. 在Microscans spin box, 输入1 设定微扫描的总数是1。
- m. 在Max. Inject Time spin box内输入200.000 指n. 定最大注射时间是200ms。
- o. 在Source Fragmentation 选项框，确定 On复p. 选框没有选中，
- q. 指r. 定离子源破碎选项被关闭。
- h. 在 Scan Ranges 选项框，在Input 列表框内选*From/To* 使 Scan Ranges 文本框表格里的First Mass和 Last Mass 能输入数值。

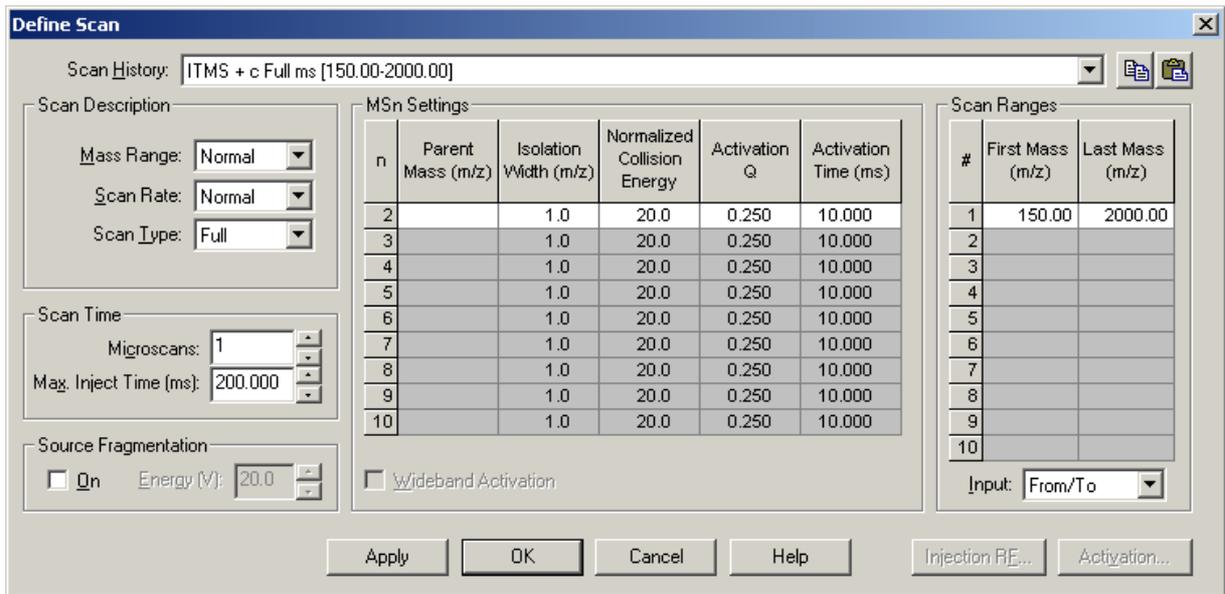


图3—5 Define Scan 对话框, 图中所示是 ESI/MS 操作的默认设定参数。

- i. 在 Scan Ranges 选项框, 在 Scan Ranges 表的 First Mass 文本框里输入 **150** 设定扫描范围初步操作质量是 m/z 150.
- j. 在 Last Mass 文本框内输入 **2000** 设定扫描范围的终止质量数是 m/z 2000.
- k. 确定 Define Scan 对话框里的设定参数与图3—5所示相同。
- l. 点 **OK** 应用质谱仪扫描参数关闭 Define Scan 对话框。



- 6. 在 Control/Scan Mode 工具栏, 点 Centroid/Profile 钮 选定轮廓图数据类型 (钮上的图像应与这里显示相同)



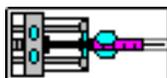
- 7. 点 Positive/Negative 钮 选定离子极性是正离子模式 (钮上的图像应与这里显示相同)

现在在 Xcalibur 数据系统已正确设置了质谱仪参数来进行 ESI/MS 模式下的调谐和校正)

接下来进行下一步内容: 在 ESI/MS 模式下检测质谱仪操作。

3.3 在ESI/MS模式下检测质谱仪操作

现在准备检查你的质谱仪是否正常工作。检查工作状态是否正常时，你先注射校正液到ESI源里，接着检测校正液质谱图的实时更新情况。目的是要确保校正液以稳定的喷雾状态进入质谱仪。



按如下步骤检查质谱仪在ESI/MS模式下的操作情况：

1. 点Syringe Pump（注射泵）钮显示 Syringe Pump对话框。见图 3-6

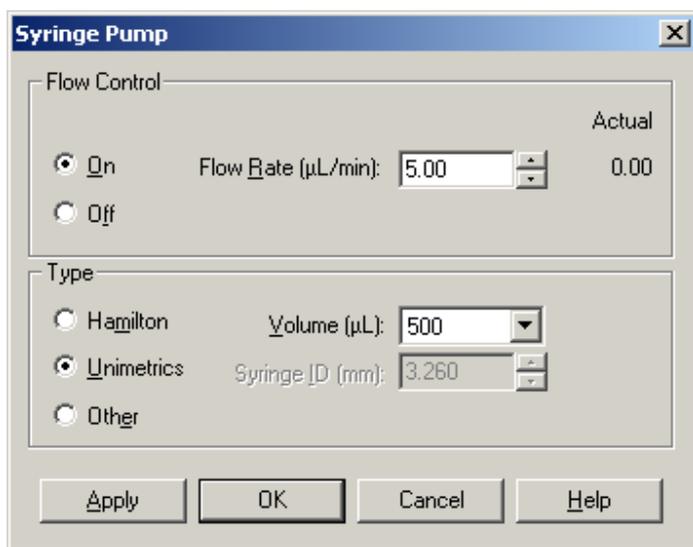


图3—6 Syringe Pump（注射泵）对话框

2. 打开注射泵，设置注射流速是5ul/min。操作如下：
 - a 在Flow Control 选项框点On选项激活Flow Rate（流速）选择框。
 - b 在Flow Rate（流速）选择框输入5指定流速是5ul/min。

注。本过程假设你用的是Finnigan LTQ系统提供的500ul规格的Unimetrics注射器。如果你用的是其它类型的，就选与其相对应的注射器选项。

- c. 如果你选用标准的Unimetrics (或 Hamilton)注射器，按如下所示设置注射器参数：
 - i. 在Type（类型）选项框点 Unimetrics (或Hamilton)，确定正确的注射器类型。
 - ii. 点Volume 列表框的箭头显示一系列可用的体积，再从列表里选500 (或你的注射器规格)设置正确的注射器体积。注意如果你用 Unimetrics 注射器, Finnigan LTQ 质谱仪自动设置注射器的 ID（直径）为3.260 mm。
 - d.如果你不用Unimetrics (或Hamilton),按如下设置注射器参数：
 - i. 在Type（类型）选项框点 other钮，激活syringe ID（注射器直径）选择框。

ii. 在syringe ID (注射器直径) 选择框内输入你的注射器的内径。

e. 点OK应用注射器参数, 打开注射泵, 并关闭注射泵对话框。



3. 在 File/Display (文件/显示) 工具栏, 点 Display Spectrum View (显示质谱图查看) 钮确定显示出质谱图查看界面。

4. 按以下步骤监测校正液的质谱数据:

a. 在Tune Plus窗口的Spectrum view (质谱查看) 界面, 观察校正液单电荷离子的质谱图。所看到的离子如下。见图3-7。

咖啡因: m/z 195

MRFA: m/z 524

Ultramark 1621: m/z 1022, 1122, 1222, 1322, 1422, 1522, 1622, 1722, 1822

注。基于实验流速很低, 你可以在指定下边几个调谐参数: 鞘气, 辅助气, 吹扫气的气体压力, ESI 喷针 (或喷雾) 电压, 离子传输毛细管的温度, 探针位置。自动调谐会设置其它参数。

b. 在Spectrum view (质谱查看) 界面的上边, 注意看离子化时间 (IT) 和归一化水平 (NL) 数值, 见图3-7

c. 点API Source 钮打开 ESI Source对话框。(看 图3-4所示的 Spray Current readback (喷雾电流反馈)

d. 观察Spray Current readback (喷雾电流反馈) 值和Spectrum view (质谱查看) 界面的离子化时间 (IT) 和归一化水平 (NL) 数值, 你可考虑如下关于离子流信号的问题:

。有信号出现吗?

。信号稳定吗? 扫描之间的变化是否小于15%?

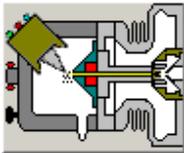
如果你对上面4.d的问题回答“是”, 那么你的质谱仪的操作是正常的。如果你对上述两个问题回答“否”, 就采用如下方法解决问题:

。确定融合石英毛细管没伸出ESI喷针针尖之外。

。确定离子传输管入口是干净的, 没被隔膜片盖住。

。确定进入探针的溶液没气泡, 管线和接头没有漏液。

祝贺你! 你已证明了你的质谱仪能在ESI模式下正常工作。下一步就准备开始调谐和校正质谱仪了。现在不要动Finnigan LTQ质谱仪, 进行下一个内容: 在ESI/MS模式下自动调谐和校正质谱仪。



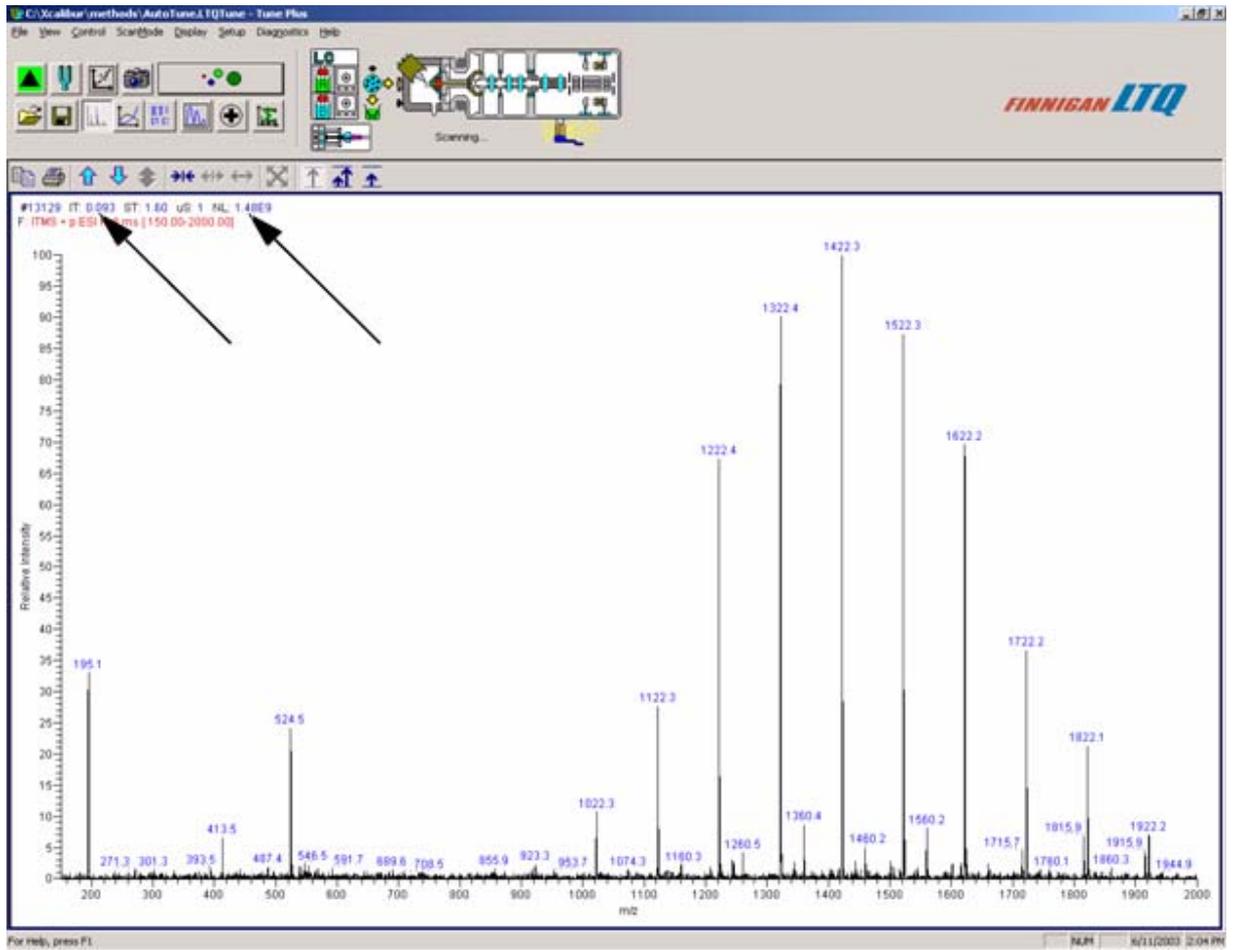


图3-7 Tune Plus 窗口的Spectrum view（质谱查看）界面，图中显示出校正液的离子化时间（IT）和归一化水平（NL）数值。

3.4 在ESI/MS模式下调谐和校正质谱仪

在ESI/MS模式下调谐和校正质谱仪是要优化一些重要参数，包括加热毛细管电压和管路透镜电压。



按如下过程自动调谐和校正质谱仪：

1. 在 Control/Scan Mode (控制/扫描模式) 工具栏, 点 Tune 钮显示 Tune对话框.
2. 必要时点Automatic 突标, 显示Automatic(自动)调谐页面. 看图 3-8.
3. 在What to Optimize On (优化什么) 选项框,选 Mass 选钮 激活 Mass选择框。

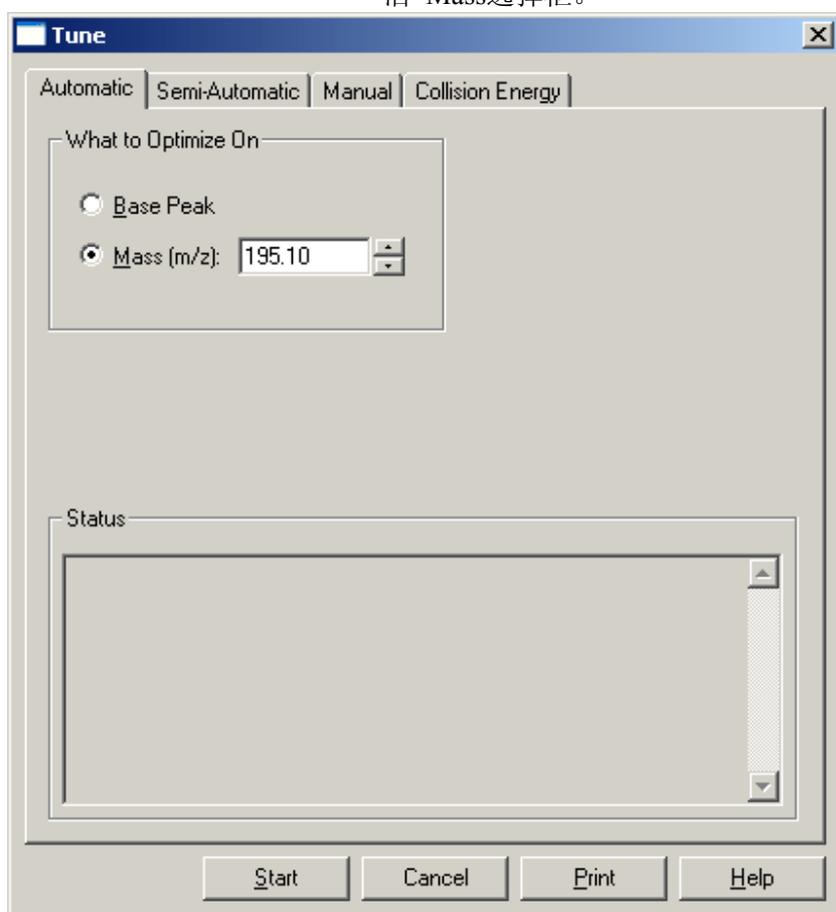


图3—8 Tune 对话框,显示的是Automatic (自动) 调谐页面。

4. 在 Mass 选择框输入**195.1** 指定 Finnigan LTQ 质谱仪用 m/z 195.1的峰优化调谐方法。

注。在本例中, 你用 m/z 195.1 的质谱峰优化调谐方法, 但是你也可以用校正液里其它的质谱峰来做优化调谐。

5. 按如下操作开始自动调谐过程:

- a. 点**Start**. 弹出一个信息框显示如下信息: *Please ensure that the 500 microliter syringe is full.* (请确定你的500ul注射器是满的)。确定你的注射器里的校正液至少要有450ul。



b.点OK关闭信息框，回到Tune对话框。

6. 在File/Display工具栏, 点 Graph View (坐标图查看) 钮显示坐标图查看. 看图 3-9.

7. 观察Tune Plus 窗口和 Tune 对话框. 在自动调谐过程中, Finnigan LTQ 质谱仪在Tune Plus 的Spectrum 和 Graph views界面显示出不同的检测情况, 在Tune dialog box 的 Status 选项框也显示出不同的信息. 你的 Tune Plus 窗口应与图3-9 中所示相同。

8. 点 ESI Source 对话框检查调谐后的 ESI源参数。对比图3-10的设置和调谐前3-6页的图3-4的参数设置情况。

9. 点Ion Optics 工具栏钮打开Ion Optics 对话框. 对话框里的参数是由Finnigan LTQ 自动优化的。看图3-11.

现在你已在ESI/MS模式下, 用校正液成功完成了质谱仪的调谐。接下来进行下一步: 保存你的ESI/MS调谐方法。

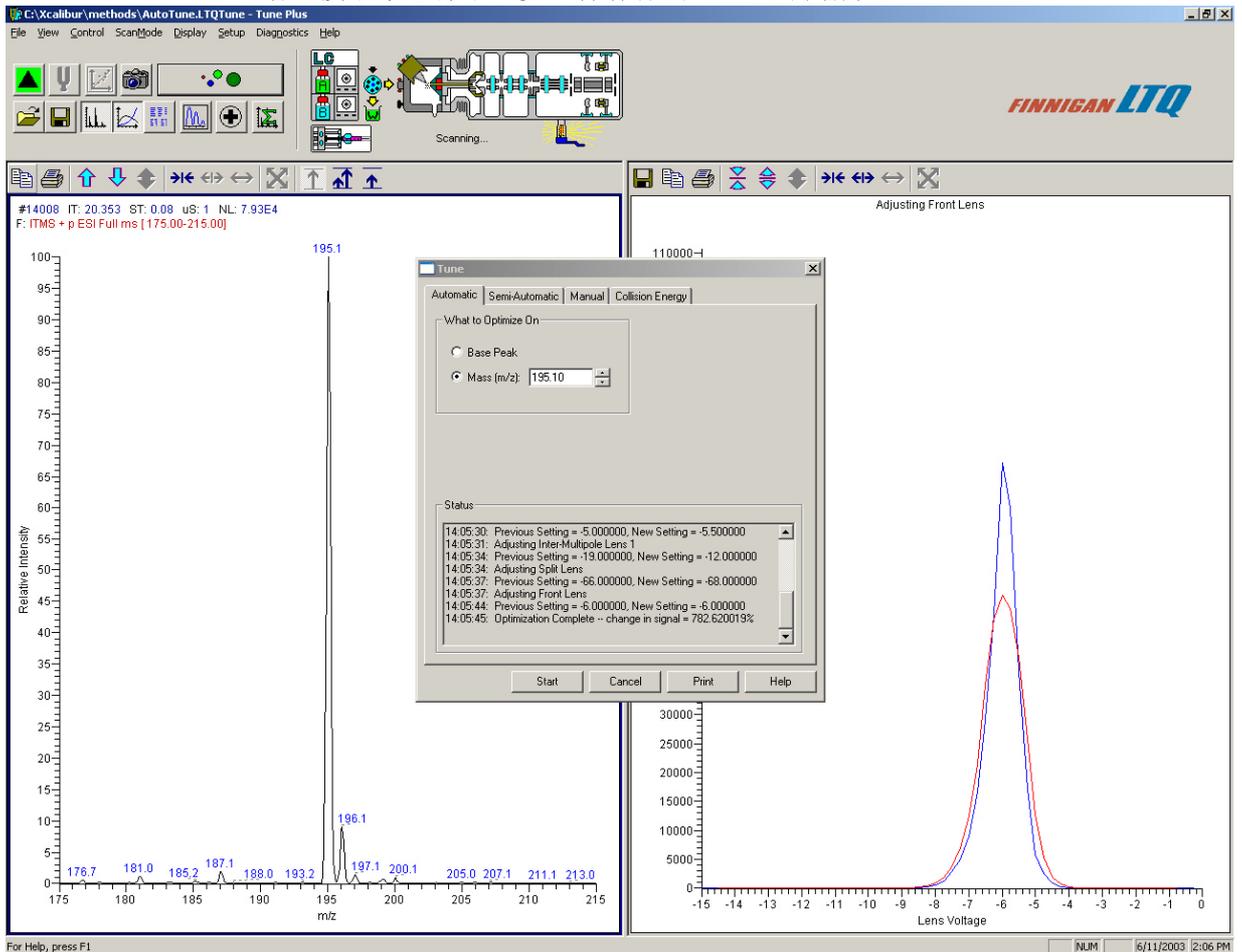
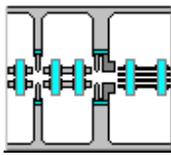


图3-9 Tune Plus窗口, 图中显示的是常规自动调谐过程的结果。

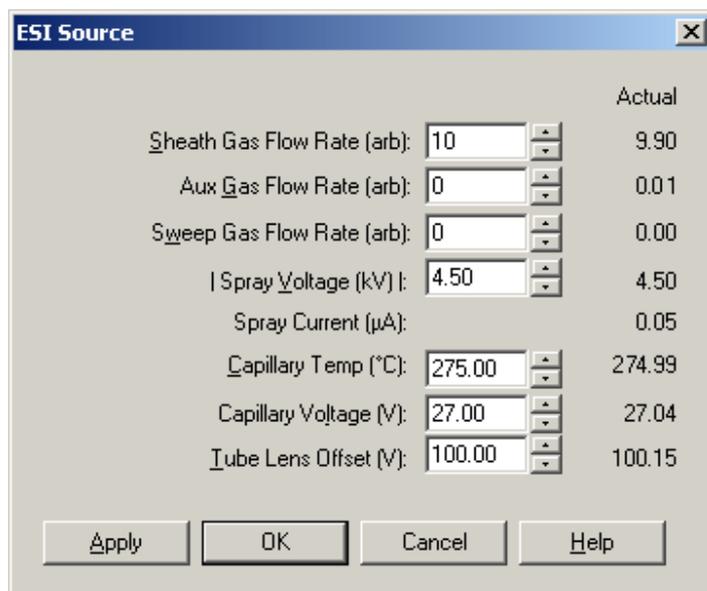


图3-10 ESI Source 对话框，图中显示的是自动调谐的常规参数。

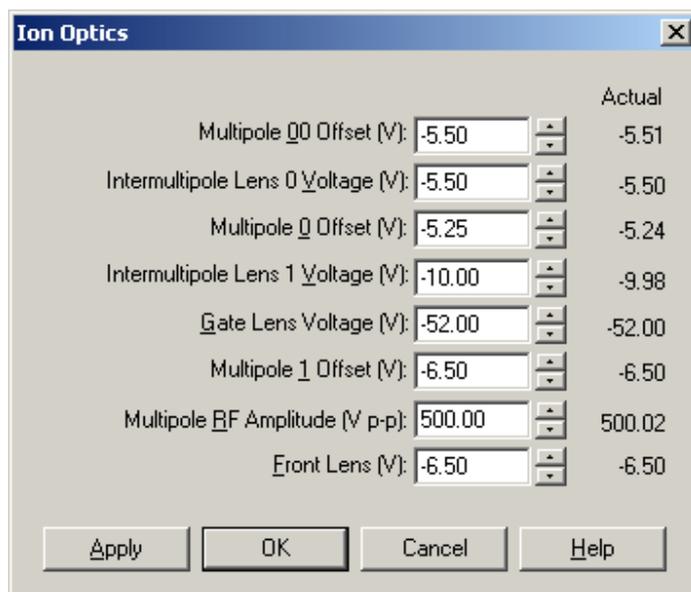


图3-11 Ion Optics 对话框，图中的例子显示的是由Finnigan LTQ 自动调谐过程优化的透镜和内部多级管的电压参数。

3.5 保存你的ESI/MS调谐方法

你可以保存刚用特定分析样品在较低流速下得到的调谐方法参数。（在本例中你应保存用校正液的的参数设置）你可以重新调出刚保存的调谐方法，作为初步操作参数用你感兴趣的分析样品在指定的流速下来优化质谱仪。

注。质谱仪必须在On的状态你才能保存调谐方法。

按如下步骤保存你的ESI/MS调谐方法（针对低流速操作）：

1. 选**File > Save As** 显示 Save As对话框. 看图 3-12.

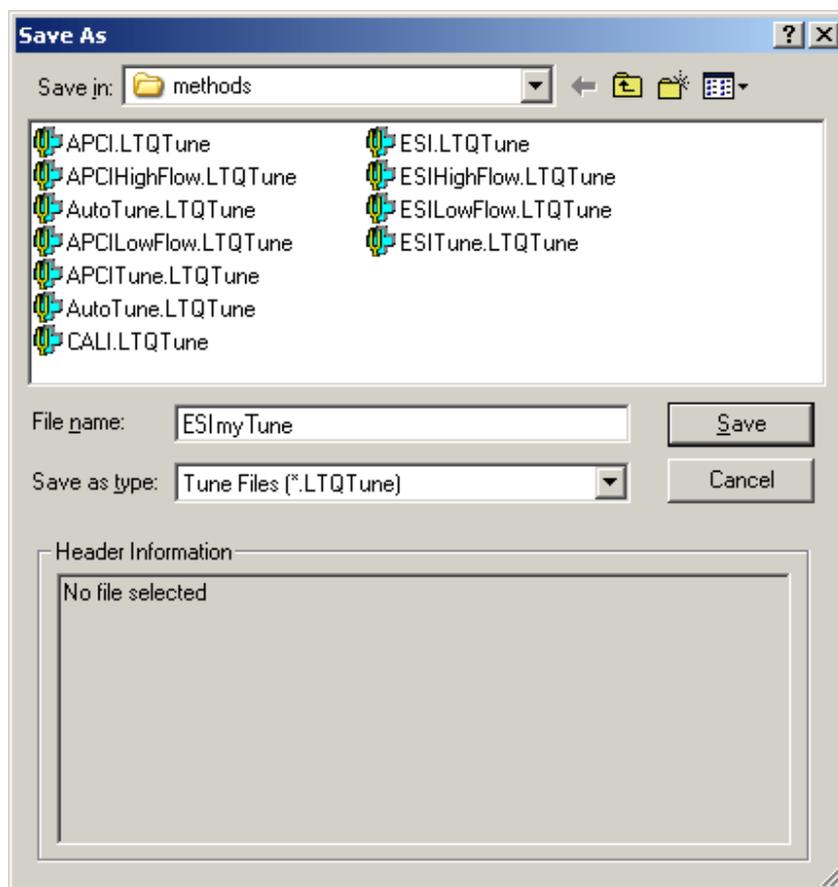


图3-12. Save As 对话框，图中所示是在C:\Xcalibur\methods文件夹中的文件。

2. 选择C:\Xcalibur\methods文件夹。
3. 点File Name文本框，再输入 **ESImyTune** 命名调谐方法为 *ESImyTune.LTQTune*。
4. 点 **Save** 保存调谐方法，并返回到Tune Plus窗口。注意调谐方法命名为*ESImyTune.LTQTune*。

一旦完成对质谱仪的调谐，就可以准备做校正了。下面进行下一步内容：自动校正质谱仪。

3.6 自动校正质谱仪

按以下步骤在Tune Plus窗口自动校正质谱仪：

1. 选**Control > Calibrate** 显示 Calibrate 对话框。
2. 必要时点Automatic 突标 显示Automatic校正页面。看图3—13。

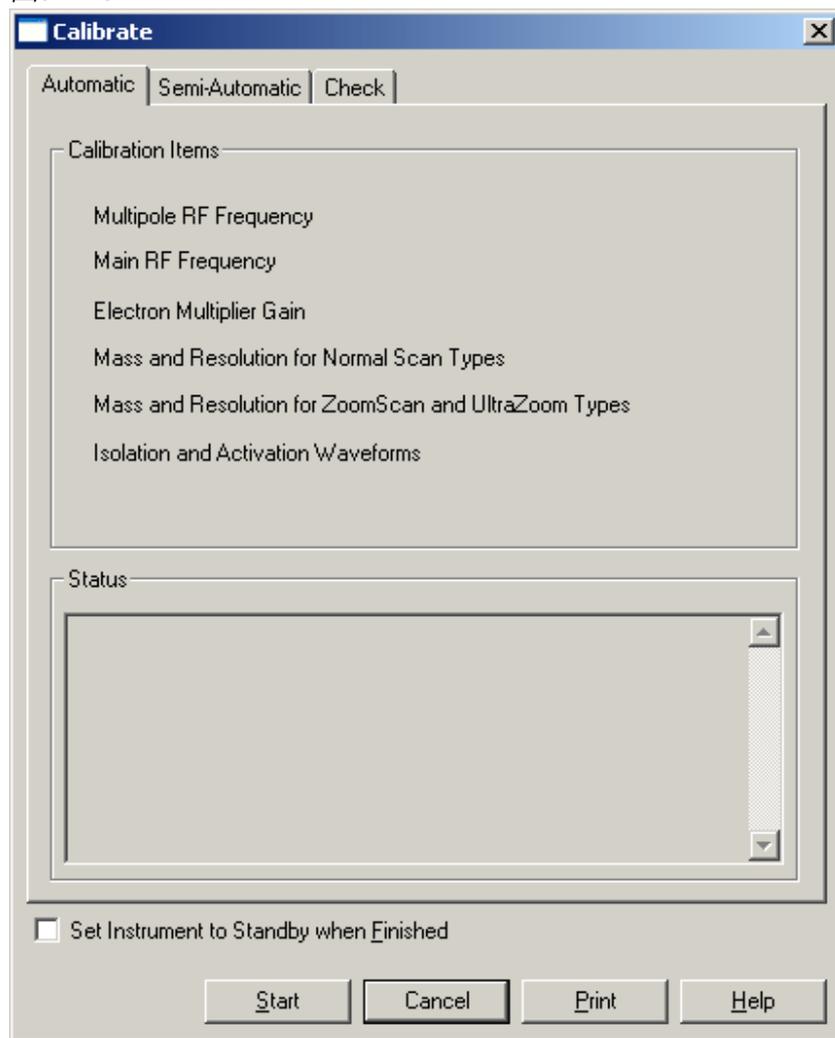


图3—13 Calibrate 对话框，图中所示是 自动校正页面。

3. 按如下操作开始自动校正过程。
 - a. 点Start. 弹出一个信息框显示如下信息：Please ensure that the 500 microliter syringe is full.（请确定你的500ul注射器是满的）。确定你的注射器里的校正液至少要有450ul。
 - b. 点OK关闭信息框，回到Calibrate对话框。
4. 观察Tune Plus窗口和Calibrate对话框，在自动校正过程中，Finnigan LTQ 质谱仪在Tune Plus 的Spectrum and Graph views 界面显示出质谱图和坐标图的不同检测结果，在Calibrate dialog box 的Status 选项框也显示出不同的信息。

自动校正过程通常需要40分钟完成。

当Finnigan LTQ 质谱仪完成校正过程时，会在Spectrum view（质谱查看）界面恢复全扫描ESI 质谱图状态。最后会弹出Instrument Messages 对话框，指出某个项目的校正过程是否成功。

。如果某个项目的校正是成功的，Finnigan LTQ质谱仪便自动把校正参数保存在硬盘上。

。如果某个项目的校正是失败的，在确定如下情况正常后重新进行校正：喷雾是稳定的，溶液流速正常，校正液中所有的离子均以合适的信噪比出现。如果离子的灵敏度低，就适当增加溶液的流速。再用半自动校正过程校正失败的参数项。看图3-14。如果校正再次失败，就考虑不要选择ZoomScan Mode（放大扫描模式）选项做校正。

当所有校正项目都成功后，你的质谱仪便正确完成了低流速实验的调谐和校正，成功的校正能够保证下边几种离子足够的强度： m/z 195, 524, 1222, 1522, and 1822。在许多情况下，如果离子强度足够，就没必要再用你的特定分析样品做微调。

如果没必要让你的分析样品的离子信号强度最高，你就可以分析你的样品了。

在第四章：用你的分析样品自动优化质谱仪的调谐。你可用利血平或你特定的分析样品改变溶液流速和优化质谱仪参数。

在用你分析样品做调谐前，先进行下一步：调谐和校正后清洗质谱仪。

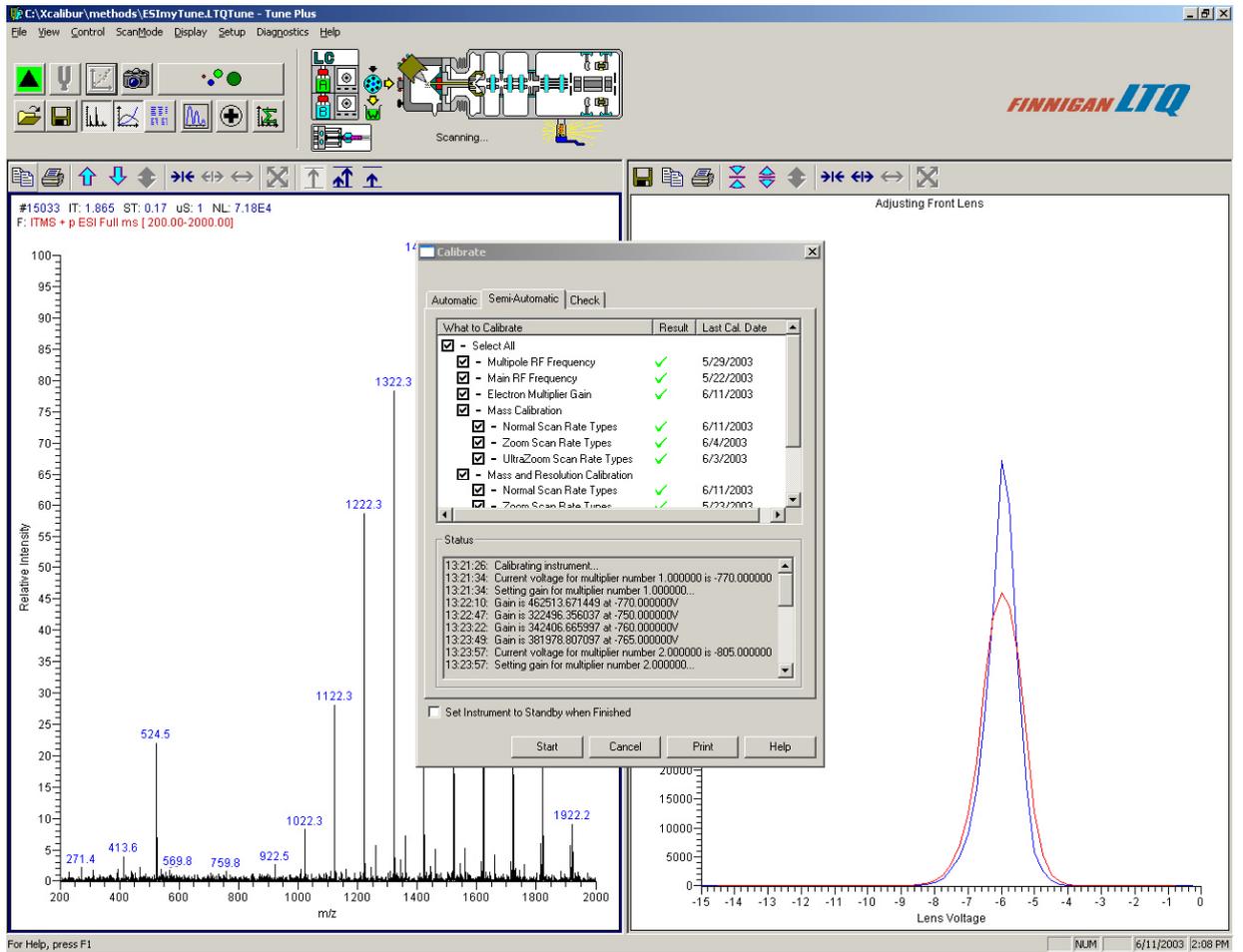


图3-14 Tune Plus 窗口，在 Calibrate 对话框，显示的是成功的半自动校正过程结果。

3.7调谐和校正后清洗质谱仪

这部分内容讲的是用校正液做完调谐和校正后如何清洗质谱仪。从而为收集你感兴趣的分析样品的数据做好准备。



On



Standby



做完校正后按如下过程清洗质谱仪：

1. 点击On/Standby 钮使质谱仪处于Standby模式。此时，Finnigan LTQ质谱仪关闭鞘气，辅助气，吹扫气，ESI高压和注射泵。质谱仪停止扫描，并冻结了Spectrum and Graph views（质谱和坐标图查看）页面的显示。

警告。你在打开API源接触空气中的氧气以前，一定让质谱仪处于Standby模式。在质谱仪处于打开状态时，若离子源内有空气是不安全的。（在你打开离子源时，Finnigan LTQ质谱仪会自动关闭，但你最好考虑到这个警告。

2. 从注射泵嵌板取下注射器，操作如下：
 - a. 捏住蓝钮在注射器把手上向后拉，松开注射器。
 - b. 从嵌板上取走注射器
 - c. 从聚四氟乙烯管里抽出注射器针头。
3. 彻底清洗注射器，如下所示：
 - a. 用含5%甲酸的水清洗注射器。
 - b. 用浓度为50: 50的甲醇：水溶液润洗注射器。
 - c. 用丙酮润洗注射器（多次重复该步骤）
4. 要接触到离子传输毛细管，需要先卸掉Ion Max离子源室和离子吹扫锥，请参考2—6页的内容：**取走Ion Max离子源室**。找到取走Ion Max离子源室的参考指导。
5. 取走离子吹扫锥，操作如下：
 - a. 带上无滑石粉的手套。

警告，防止烫伤。离子传输毛细管在操作温度下可能会严重烫伤人。它的操作温度通常在200—400 之间，在你接触或取走离子传输毛细管时一定要让它冷却到室温（大约需20分钟），注意当离子传输毛细管暴露在外时一定要不要接触离子传输毛细管的入口端。

- b. 握住离子吹扫锥的外缘，以直线将锥体拉离API锥体密封圈。注意要卸掉离子吹扫锥可能需要松开它上边的固定螺丝。
6. 用提供的专用工具取出离子传输毛细管。
 7. 按如下步骤清洗离子吹扫锥和离子毛细管：
 - a. 将离子吹扫锥和离子毛细管放入盛有50: 50的甲醇：水的烧杯里。
 - b. 超声15分钟。
 8. 重装离子传输毛细管
 9. 重装离子吹扫锥。参看2—7页的安装离子吹扫锥。
 10. 在离子传输管入口端放一个聚四氟乙烯包被的小隔膜片，以封闭质谱的真空。

11. 用含5%甲酸的水（或其它有机溶剂）彻底冲洗样品传输管线，样品管线和ESI 探针，操作如下：

注。你冲洗样品传输管线，样品管线和ESI 探针的所用的溶液种类，取决于你用何种溶剂系统溶解你的样品。例如，你如果采用高浓度的缓冲溶液，那清洗溶液用酸性的是合适的。

- a. 将一个洁净的250ul规格的注射器里装上适当的溶剂。
- b. 把注射器的活塞头固定住，小心将注射器的针头插入聚四氟乙烯管线的闲置端。
- c. 慢慢压着注射器的活塞头用溶液冲洗样品传输管线，样品管线和ESI 探针。肉眼可见在探针装置内部的ESI 探针的针尖处有液体流出，用无尘纸轻轻擦去流出探针的溶液。
- d. 从聚四氟乙烯管线上取出注射器针头。

12. 用50: 50的甲醇: 水的溶液重复第11步。

13. 用丙酮重复第11步。

14. 按如下清洗Spray 隔离器:

- a. 在喷雾瓶里装上溶剂溶液。
- b. 在Spray 隔离器下边暂时放一张大的Kimwipe (或其它无尘纸),(需要用Kimwipe吸收冲洗离子传输毛细管和Spray 隔离器的溶液)。
- c. 用喷雾瓶从Spray 隔离器的外表面冲洗污染物。
- d. 取走吸收了溶液的Kimwipe纸,用干的Kimwipe纸擦净Spray 隔离器表面。
- e. 用丙酮溶液重复14.a-d,以去除(高分子量) Ultramark 1621。

15. 取走离子传输管入口处的隔膜片,小心不要让手接触到离子传输管。

16.按照2-9页**安装Ion Max离子源室**内容所述,重装**Ion Max**离子源室

现在质谱仪是干净的可以准备用你感兴趣的分析样品收集数据了。

如果你想在高流速条件下(流速在50-1000ul/min之间)分析样品,就用下一章讲到的过程进一步优化调谐方法:**在LC/ESI/MS模式下用你的分析样品做调谐。**

第四章 在LC/ESI/MS模式下用你的分析样品做调谐。

本章讲述的是用你的分析样品在LC/ESI/MS模式下调谐质谱仪。通过自动过程优化质谱仪的灵敏度，使之适于检测你的分析样品。

在Finnigan LTQ数据系统包含客户通用的调谐方法，其应用范围较广。可以不用再对质谱仪做调谐就能直接应用，但在某些情况下，可能需要再做调谐并优化质谱仪的诸多参数。

例如，与ESI界面和信号质量相关的重要参数，如下所示：

- 。电喷雾电压
- 。加热毛细管电压
- 。管路透镜电压
- 。毛细管电压
- 。鞘气流速
- 。辅助气流速
- 。吹扫气流速

这些参数的设置取决于溶剂的流速和目标分析物的组成。通常，无论何时你因特殊应用要改变溶剂的流速时，就应该对质谱仪再进行微调。在这个过程中，你可用ESI低流速调谐方法 *ESImyTune.LTQTune* 作为起点，通过自动过程优化质谱仪参数。它会调整管路透镜电压，毛细管电压，离子透镜电压，直到你的被分析样品的离子传输达到最大值。

毛细管被加热到使进入质谱仪的离子传输达到最大值为止，仅对ESI而言，设置毛细管的温度应该和溶液流速成一定比例关系。请参考表1-2设置LC/ESI/MS的操作参数。在该过程中离子传输毛细管的温度设在350°C，鞘气流速设为30。

注。如果你做实验的流速低于10ul/min，而且不用再调谐质谱仪就可得出结果。那么就可以进行第五章：**在Tune Plus窗口收据ESI样品数据**的内容，来采集样品的数据了。

注。在用你感兴趣的分析样品优化调谐以前，确定Finnigan LTQ质谱仪在三个月内做过校正，若系统还需校正，请参考第三章：“**在ESI/MS模式下进行自动调谐和校正**”的内容。

在ESI/MS（高流速）模式下用自己的分析样品来调谐质谱仪，过程如下：

- 。在Tune Plus窗口，根据你指定的分析样品设置质谱仪的参数。
- 。用与LC以三通接头相连的注射泵注射你的样品进入质谱仪。
- 。当你的样品溶液进入质谱仪后优化质谱参数。

本章包括以下内容：

- 。安装注射泵引入样品进入来自LC的溶剂流动相
- 。根据你的分析样品设置参数调谐质谱仪
- 。用你的分析样品自动优化质谱仪调谐方法
- 。保存ESI/MS的调谐方法。

4.1 安装注射泵引入样品进入来自LC的溶剂流动相

这部分内容讲述的是装配质谱仪，用注射泵引入样品到LC的流动相。

在ESI/MS模式下，按如下步骤连接管线装置，用注射泵引入样品到LC的流动相：

1. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的一段4cm长（直径为1.5英寸）的聚四氟乙烯管线与LC 三通连接（见3-3页的图3-1）。
2. 用一根干净的500ul规格的Unimetrics注射器，装上浓度为125fg/ul的利血平溶液或你感兴趣的分析样品。（见附录A：样品配制，找到配制利血平调谐液的过程。）
3. 将注射器的针头插入聚四氟乙烯管线内，检查针尖是不是真好插入它的闲置端，如有必要稍微增大管线末端的开口。
4. 把注射器放在注射器的嵌板上。
5. 捏住注射泵把手上的蓝色释放钮，一直向前推直到刚好接触注射器的活塞头。
6. 用融合的石英注射线将LC 三通(黑色) 连接（不锈钢的）和三通接头（黑色）。见图4-1
 - a. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的注射线与LC 三通的闲置端连接。
 - b. 将注射线的另一端套上手拧接头（红色）和 密封圈（褐色）连到LC 三通的一个侧臂口。
7. 用合适长度的（红色）PEEK管连接（不锈钢）的接地三通和（黑色）的LC 三通接头。操作如下：
 - a. 用PEEK管专用刀片切一段4cm长（1.5寸直径）的PEEK管。
 - b. 将PEEK管套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），再连接到接地二通上。
 - c. 将PEEK管的另一端套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC 三通接头上。

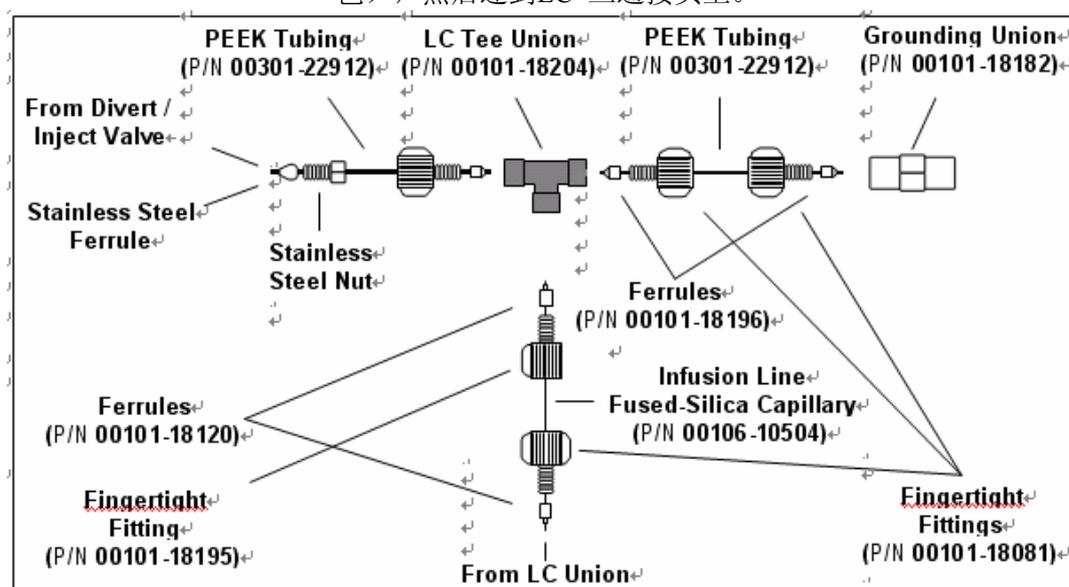


图4-1 LC三通的ESI/MS线路连接

8. 如果你还未作以下连接工作，请参见**Finnigan Ion Max API 源硬件手册**的内容：装配新的融合石英样品管和PEEK安全套管。用融合石英样品管和PEEK安全套管连接接地二通和ESI 探针样品入口。

如果你已在ESI 探针上安装了不锈钢金属喷针，就用PEEK安全套管和融合石英毛细管从接地二通连接ESI 探针样品入口。

9. 用合适长度的PEEK管（从转换/注射阀来的传输线），连接转换/注射阀和LC 三通接头的闲置端。

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔3位置。

b. PEEK管另一端套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC 三通接头的闲置端。

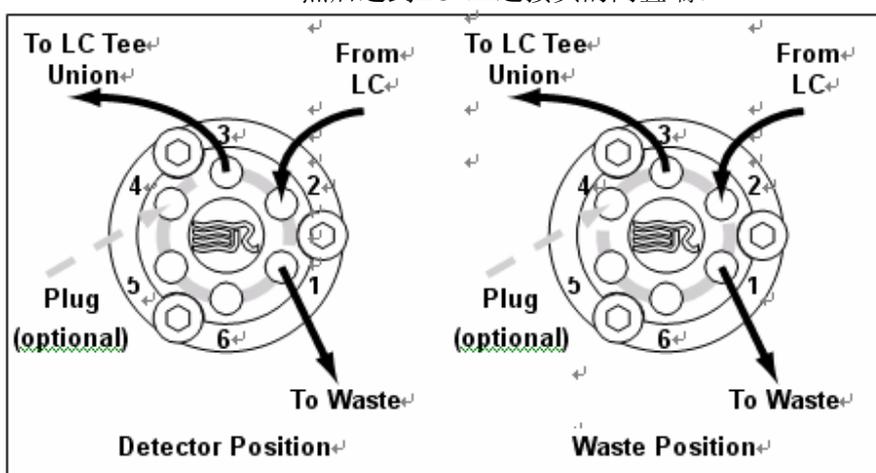


图4-2 转换/注射阀

10. 用合适长度的PEEK管（从LC来的传输线）连接转换/注射阀，如下所示：

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔2位置。

b. PEEK管另一端套上合适的接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC出口。

11. 用合适长度的PEEK管（废液线）从转换/注射阀连到废液瓶，如下所示：

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔1位置。

b. PEEK管另一端连到废液瓶。

现在就装配好质谱仪来用注射泵引入样品进入LC的流动相。接下来进行下一个内容：**装配仪器用你的分析样品调谐质谱仪。**

4.2 装配仪器用你的分析样品调谐质谱仪



On



Standby



在ESI模式下按如下过程装配仪器，用你的分析样品自动调谐质谱仪（在本例中你可采用附录A：样品配制里的利血平溶液，和用你感兴趣的溶液。）

警告. 注射校正液的流速不要超过10ul/min, Ultramark 1621在高浓度时会污染你的系统。

注. 在以下操作中，假设你熟悉Finnigan LT仪器和Tune Plus窗口，如需更多指导，请参考Finnigan LTQ在线帮助，Finnigan LTQ连接，和/或Finnigan LTQ硬件手册。）

1. 从Windows XP桌面上的开始按钮打开 Tune Plus窗口，如下所示：
 - a. 选**Start > Programs > Xcalibur > Xcalibur**显示Xcalibur Home Page – Roadmap view页面。
 - b. 点击**Instrument Setup**显示其窗口
 - c. 点击**Finnigan LTQ**钮显示New Method页面
 - d. 点击**Tune Plus**钮显示Tune Plus窗口。
2. 在Tune Plus窗口，在Control/Scan Mode（控制/扫描模式）工具栏里点击 On/Standby钮，使质谱仪退出Standby（和关闭）状态而处于开启状态，质谱仪开始扫描，Finnigan LTQ质谱仪在ESI 探针上加高压,并且在Spectrum view质谱图查看界面显示质谱图的实时更新。
3. 打开调谐方法*ESImyTune.LTQTune*，该方法时在第三章保存的如下：
 - a. 在File/Display 工具栏点 Open File（打开文件）图像显示Open 对话框。
 - b. **浏览文件夹:** C:\Xcalibur\methods.再选择文件*ESImyTune.LTQTune*。
 - c. 点open打开该文件，Tune Plus将调谐方法的参数下载到质谱仪上
4. 设置扫描参数在ESI/MS模式下用你的分析样品进行调谐。如下：
 - a. 在Instrument Control（仪器设置）工具栏点击Define Scan 钮打开 Define Scan 对话框。 看图 4-3.
 - b.在Scan Description选项框,在Mass Range 列表框,选*Normal* 设定选择质量范围在m/z 150到 2000之间。
 - d. 在Scan Rate 列表框,选 *Normal* 指定常规扫描速率。.
 - e. 在Scan Type 列表框,选*SIM*指定选择离子监测实验。
 - f. 在 Scan Time 选项框,在Number of Microscans 选择框, 输入 **1**设定微扫描的总数是 1.
 - g. 在 Max. Inject Time选择框,输入 *200.000*指定最大的注射时间是200。



- h. 在Scan Ranges选项框,在 Input 列表框,选Center/Width 使 Scan Ranges表格的 Center Mass和Width文本框能够输入数值。
- i. 在Source Fragmentation 选项框, 确定 On 复选框没被选中, 指定离子源破碎选项关闭。
- j. 在Scan Ranges选项框, 在Scan Ranges表的 Center Mass文本框输入 **609.20** 扫描范围的中心质量是 m/z 609.20 (对利血平来说)。
- k. 在Width 文本框, 输入 **2.0** 扫描范围的宽度是2.0 daltons。
- l. *Finnigan LTQ Getting Started*确定你在 Define Scan对话框里参数设置与图 4-3所示相同. 确定你在 Define Scan对话框里参数设置与图 4-3所示相同.点 **OK** 应用质谱仪项目参数, 关闭 Define Scan 对话框

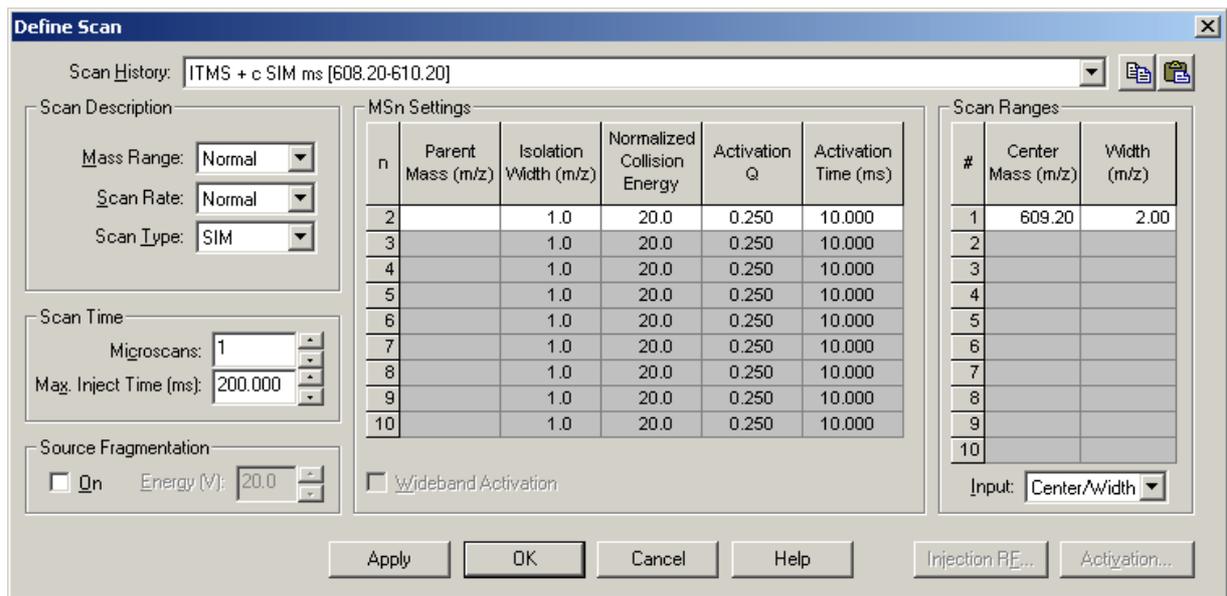


图 4-3. Define Scan 对话框, 图中所示是采集利血平的SIM数据的常规设置。



5. 在 Control/Scan 模式工具栏, 点Centroid/Profile钮转换数据类型是轮廓图 (钮上的图像应该与这里显示的相同)



6. 点 Positive/Negative钮选择离子极性模式为正离子。(钮上的图像应该与这里显示的相同)。

你已经完成了**装配仪器用你的分析样品调谐质谱仪**。进行下一个内容: 用你的分析样品自动优化质谱仪的调谐。

4.3用你的分析样品自动优化质谱仪的调谐

在高流速实验条件下，通过自动调谐过程使利血平（或你感兴趣的分析样品）离子传输量达到最大，从而优化质谱仪。建议你首先用校正液流速为5ul/min时成功完成了自动调谐和校正过程，再对质谱仪进行优化。

以下过程讲述了怎样用利血平的m/z609.2的峰在400ul/min流速下优化质谱仪的调谐方法。但你也可以用你感兴趣的分析样品用指定的流速进行相同的优化过程（参见表1—2）设定流速和温度作为参考指导）

1. 在 Control/Scan Mode 工具栏, 点 Tune按钮显示 Tune对话框.

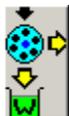


2. 必要时点 Automatic 弹条显示 调谐页面. 看图 4-4.

3. 在 What to Optimize On 选项框, 选Mass 选钮激活 Mass 选择框.

4. 在 Mass 选装, 输入 **609.2** (或你感兴趣的分析样品的合适的质量) 指定Finnigan LTQ 质谱仪用 t m/z 609.2的峰做优化。

5. 确定 Divert/Inject 阀在Detector（检测器）的位置, 如下所示:



a. 点Divert/Inject钮打开 Divert/Inject Valve对话框. 看图 4-5.

b. 选择 Detector选钮。

c. 点**Close**。

6. 从Tune对话框开始自动调谐过程, 如下所示:

a. 点 Start. 弹出一个信息框显示如下信息: *Please ensure that the 500 microliter syringe is full请确定你的500ul注射器里装满液体。l.*

确定注射泵内装有至少450ul的浓度为125fg/ul的利血平调谐溶液。

b. 点 **OK** 关闭信息框, 返回 Tune Plus窗口。



7. 在 File/Display 工具栏, 点Graph View 钮显示 Graph view (图谱查看)。

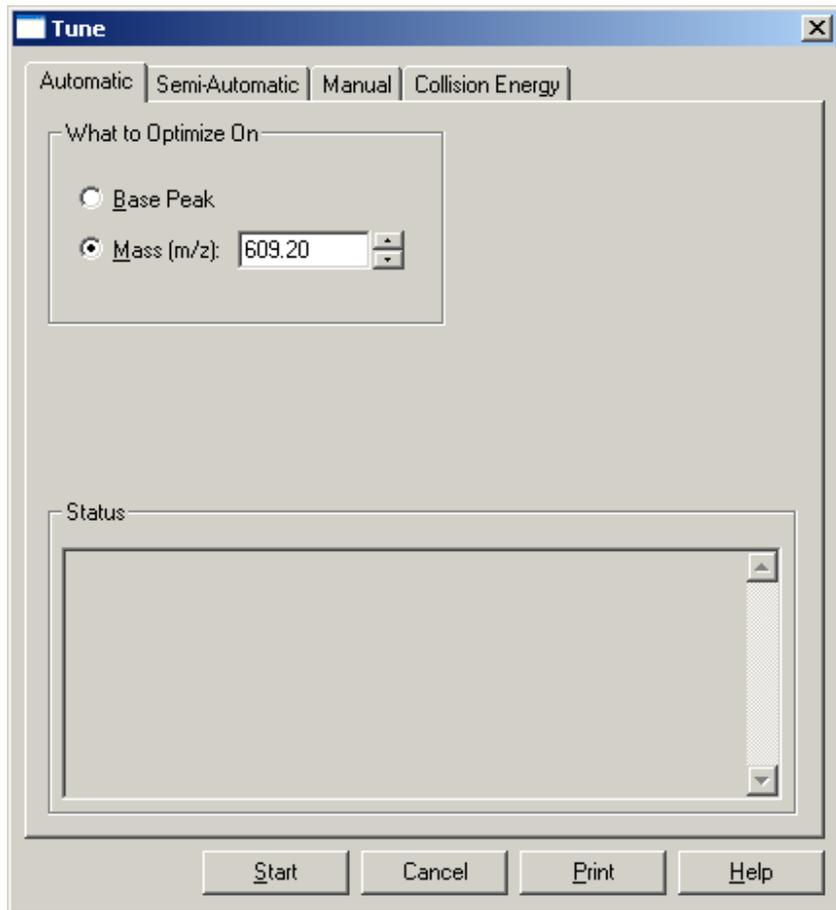


图4—4 Tune 对话框，图中所示时自动调谐页面

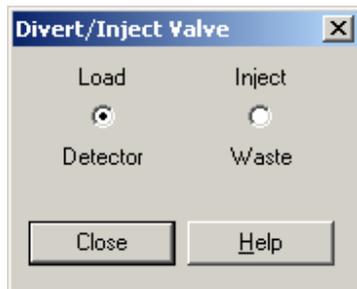


图 4-5. Divert/Inject Valve对话框

8. 观察 Tune Plus 窗口和 Tune 对话框. 在进行自动调谐过程中, Finnigan LTQ 质谱仪在 Tune Plus窗口的 Spectrum and Graph views界面显示出不同的检测结果并在 Tune 对话框的 Status 选项框里显示出不同的信息。

注.在ESI/MS操作中影响信号质量的最重要的参数是：电喷雾电压，离子传输毛细管温度，加热毛细管电压，管路透镜电压，气体和溶液流速。若这些参数中某个发生改变，就需要重新优化质谱仪参数。你可就某个参数用半自动调谐过程对质谱仪进行调谐。

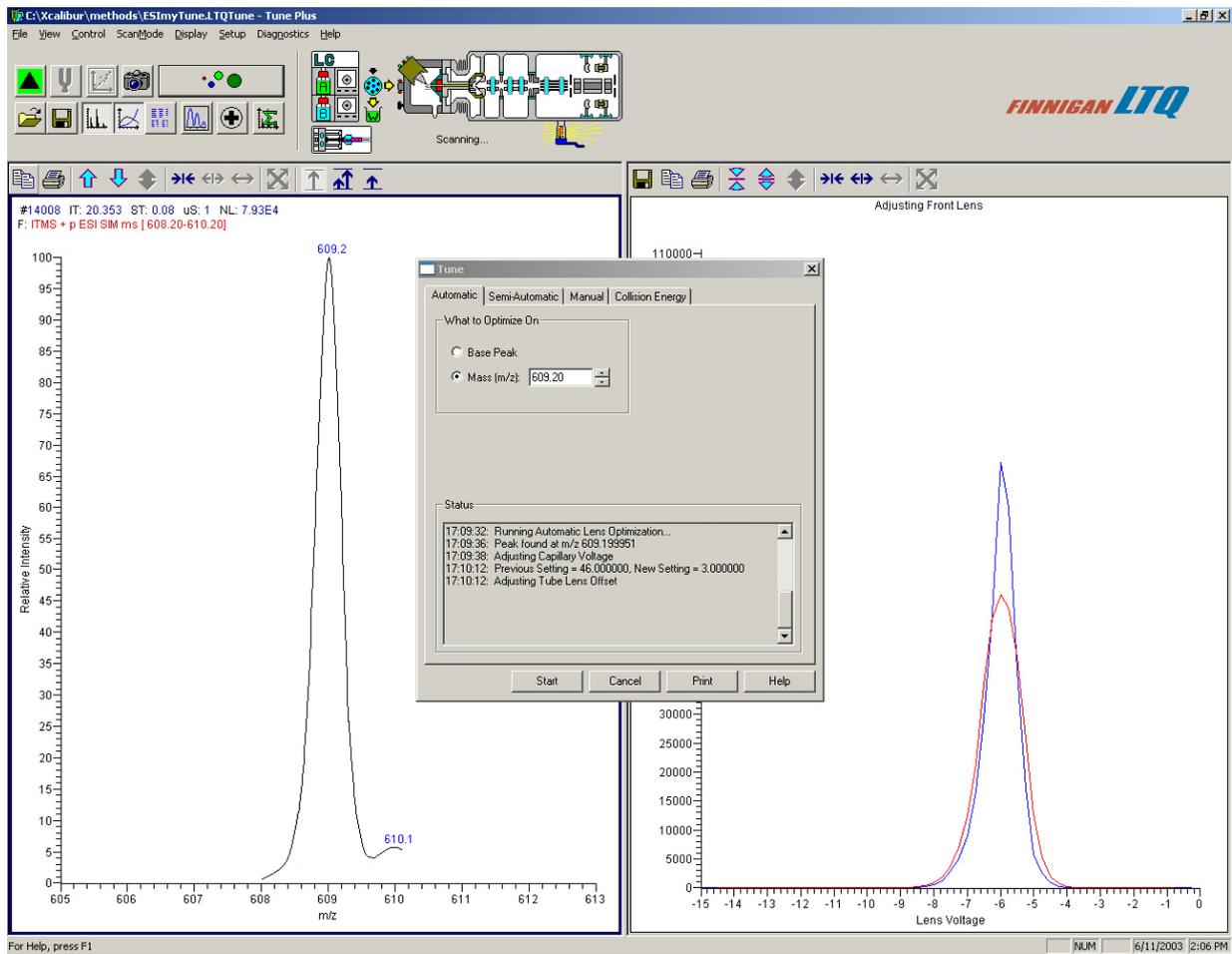


图 4-6. 在Tune Plus的 Tune对话框，显示的是自动调谐页面

现在，你已成功在ESI/MS模式下用利血平（或你感兴趣的分析样品）对质谱仪完成了调谐。接下来进行下一步内容：保存ESI/MS调谐方法。

4.4保存ESI/MS调谐方法

当完成调谐时，就需要保存你的ESI/MS调谐方法。如下所示：

注：当质谱仪处于On的状态时，如果离子源参数与初步操作时不同就要保存现在的调谐方法。

1. 选 **File > Save As** 显示 Save As 对话框。看图 4-7

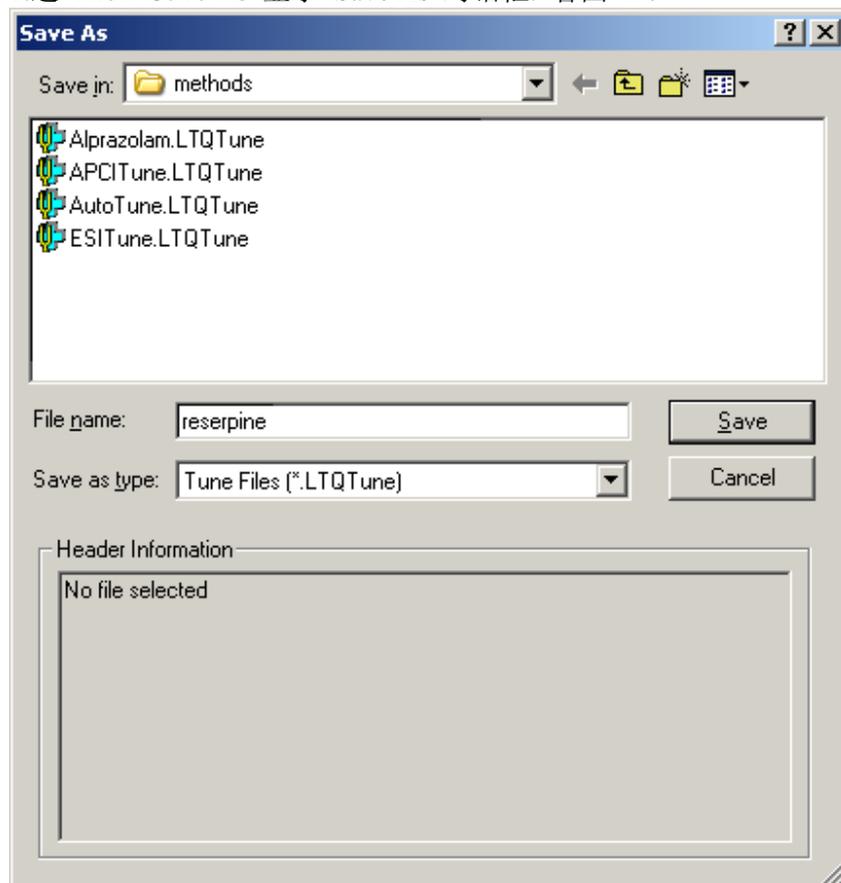


图4-7.Save As 对话框，显示的是在C:\Xcalibur\methods文件夹里的文件

2. 选 C:\Xcalibur\methods文件夹
4. 点File Name文本框,输入 **reserpine** (或你感兴趣的样品名称).
5. 点 **Save** 保存调谐方法, 返回Tune Plus窗口. 注意 调谐方法命名为 *reserpine.LTQTune*.

现在调谐方法已被正确保存，你可以准备用你感兴趣的分析样品来采集数据了。

接下来是下一章:在 **Tune Plus** 窗口采集ESI样品数据。

第五章在 Tune Plus 窗口采集ESI 样品数据

本章讲的是如何用Tune Plus窗口收集LC/ESI/MS样品数据.

注. 在以下操作中, 假设你熟悉Finnigan LT仪器和Tune Plus窗口, 如需更多指导, 请参考Finnigan LTQ在线帮助, Finnigan LTQ连接, 和/或Finnigan LTQ硬件手册。))

确定你已完成了在ESI/MS模式下进行自动调谐和校正和在LC/ESI/MS模式下用你的分析样品做调谐的内容。

本章包括以下主要内容:

- 。设置参数用圈扫描方式采集MS/MS二级质谱数据。
- 。装配仪器用loop环注射方法引入样品进入来自LC的流动相。
- 。用SIM扫描类型收据一级质谱数据。

5.1 设置参数用圈扫描方式采集MS/MS二级质谱数据

在准备用利血平（或你感兴趣的分析样品）收据全扫描类型二级质谱数据时前，你需要先优化分离宽度和相应的碰撞能量参数。

首先优化分离宽度以确保你感兴趣的分析样品被有效分离。而优化碰撞能量是确保离子能被彻底打碎。某个特定分析实验的相对碰撞能量的大小依赖于你的分析样品的类型。

这部分内容适于在ESI或APCI模式下操作你的Finnigan LTQ质谱仪。

本节包括以下主要内容：

- 。优化分离宽度和设置参数优化碰撞能量。
- 。自动优化二级质谱的碰撞能量

优化分离宽度和设置参数优化碰撞能量

按如下过程优化分离宽度和设置参数优化碰撞能量。

注：在Define Scan 对话框的MSn Settings 选项框里改变Normalized Collision Energy 的参数值离子优化Finnigan LTQ质谱仪的碰撞能量。无论是本实验还是其它应用一定要Activation Q和Activation Time设为默认值。如需要这些参数的更多信息请参考网上帮助。



On



Standby



1. 如果你还没打开 Tune Plus 窗口，点 On/Standby 钮使质谱离开Standby 模式将质谱打开。

3. 确定 Centroid（柱状）数据类型被选中（钮上的图像应该与这里显示的相同）。

4. 确定采集利血平（或你感兴趣的分析样品）的 MS/MS二级质谱全扫描数据所定义的扫描参数。如下所示：

a. 点Define Scan钮打开 Define Scan 对话框。看图 5-1.

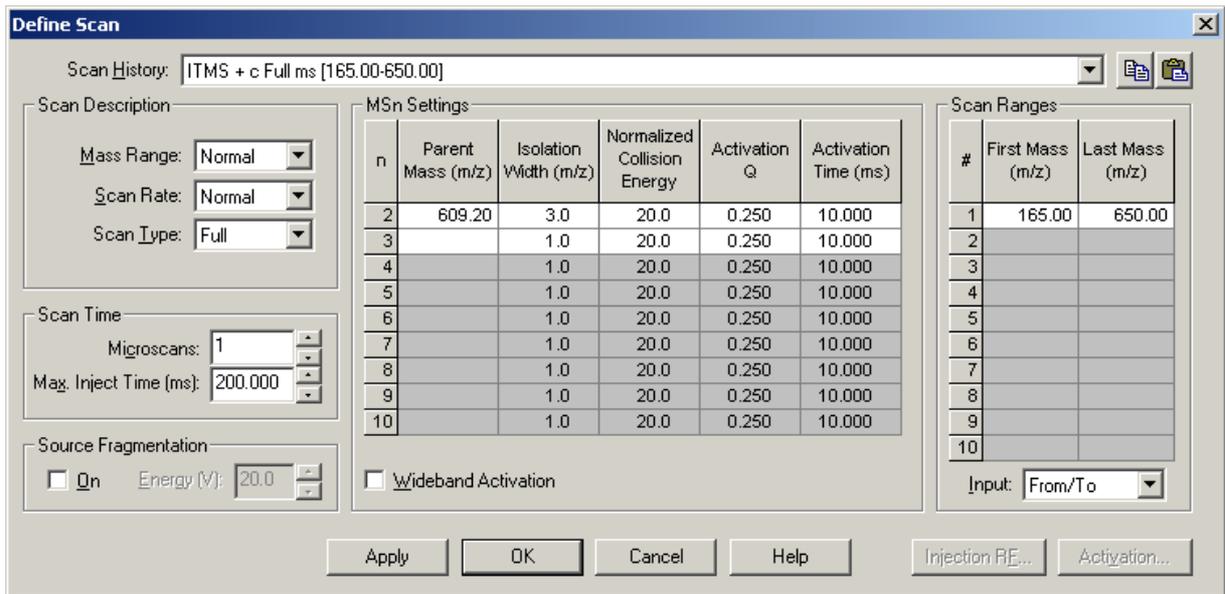
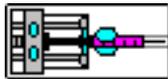


图5-1. Define Scan 对话框，图中所示是用利血平优化二级质谱的分离宽度的初始设置。



- b. 确定在你的对话框里的值与图5-1所示相同。开始时设置相对较宽的分选宽度值，让Define Scan对话框开着。
5. 例如此时你可能想打开你的LC泵并指定流速是4 mL/min,确定你的系统没有泄漏。
6. 点Syringe Pump 按钮显示 Syringe Pump对话框。看图5-2。
6. 打开注射泵并设定注射流速是5ul/min，如下所示：
 - a. 在Flow Control 选项框，点On 按钮激活Flow Rate 选择框。
 - b. 在Flow Rate选择框输入5 设定流速是 5 ul/min。

注。本过程假设你用的是Finnigan LTQ系统提供的500ul规格的Unimetrics注射器。如果你用的是其它类型的，就选与其相对应的注射器选项。

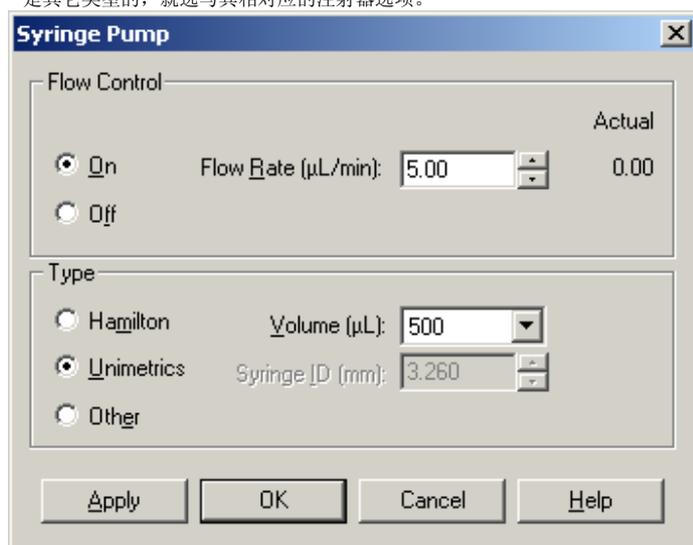


图5-2 注射泵对话框

- c. 如果你选用标准的Unimetrics (或 Hamilton)注射器，按如下所示设置注射器参数：
 - i. 在Type (类型)选项框点 Unimetrics (或Hamilton)，确定

正确的注射器类型。

ii. 点Volume 列表框的箭头显示一系列可用的体积, 再从列表里选500(或你的注射器规格)设置正确的注射器体积。注意如果你用 Unimetrics 注射器, Finnigan LTQ 质谱仪自动设置注射器的 ID(直径)为3.260 mm

d.如果你不用Unimetrics(或Hamilton), 按如下设置注射器参数:

i. 在Type(类型)选项框点 other钮, 激活syringe ID(注射器直径)选择框。

ii. 在syringe ID(注射器直径)选择框内输入你的注射器的内径。

e.点Apply应用注射器参数, 打开注射泵。

f. 最后移动Syringe Pump 对话框到监视屏的顶部。

7. 在Tune Plus窗口, 观察利血平(或你感兴趣的分析样品)的质谱图, 当你在Define Scan 对话框优化分离宽度的数值时, 同时观察NL和IT的数值(归一化水平和离子时间), 如下所示:

a. 在Define Scan 对话框, 在Msn Setting选项框, 在IsolationWidth(分离宽度)选择框, 输入3指定分离宽度是m/z 3. 再点Apply.

b. 在Tune Plus窗口, 观察利血平母离子m/z609.2的质谱图, 确定NL和IT的反馈数值相对稳定。

c. 再在Define Scan 对话框, 在Msn Setting选项框, 在IsolationWidth(分离宽度)选择框, 输入2.8指定分离宽度是m/z 2.8.再点Apply.

注. 分离宽度的最适合的数值应是最小的(最小的分离宽度是0.4)但却使感兴趣的离子的质谱峰强度最高的数值。在优化分离宽度时, NL和IT的数值应是平稳的, 母离子的质谱峰强度最高且看起来是对称的。如果你设定的数值小于最适值, NL的反馈数值会降低很多, 而且灵敏度会显著下降, 这说明你的目的离子没有达到有效分离。

d. 重复上边b和c的过程, 输入依次变小的分离宽度数值, 继续观察母离子质谱峰强度, 并确定每次改变分离宽度数值时NL和IT的数值是稳定的。

注.优化完分离宽度后, 你应该把m/z数值再提高1以补偿调谐过程中质谱峰稳定性发生的微小变化。

8. 在Define Scan 对话框, 在Msn Setting选项框, 在Normalized Collision Energy选择框输入20, 指定初步操作碰撞能量的数值是20, 再点Apply。

9. 在Tune Plus窗口, 观察利血平(或你感兴趣的分析样品)的质谱图。必要时, 以5%的幅度增加Normalized Collision Energy数值, 使母离子的质谱峰能清晰的显示出来, 每改变一个数值, 点Apply应用相应数值。看图5-3。

10.当你得到了利血平(或你感兴趣的分析样品)母离子的清晰质谱图时, 就点Tune Plus钮打开Tune 对话框。

11. 在Tune 对话框内点Collision Energy弹条, 打开如图5-4所示的对话框。

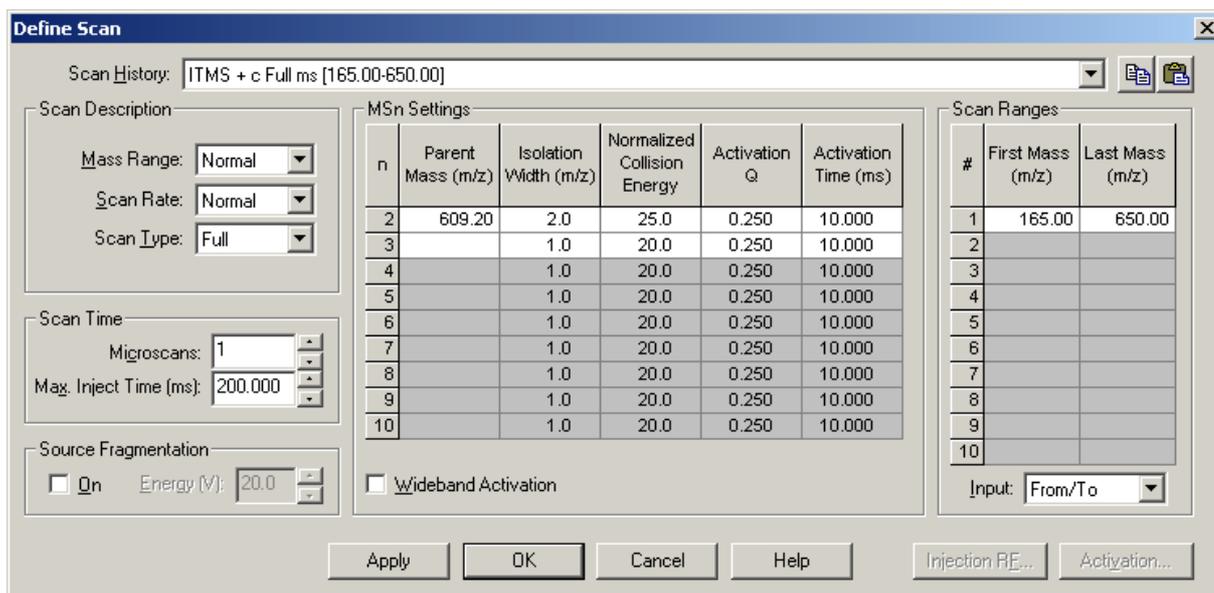


图5-3. Define Scan 对话框，图中所示是在全扫描模式采集利血平MS/MS数据是的常规设置。

12. 点击Product Ion Mass选钮激活其选择框. 再输入 **397.2**指定利血平母离子 m/z 397.2。Finnigan LTQ 质谱仪 用该母离子自动优化碰撞能量。

接下来进行下一个内容:自动优化 MS/MS 实验的碰撞能量。

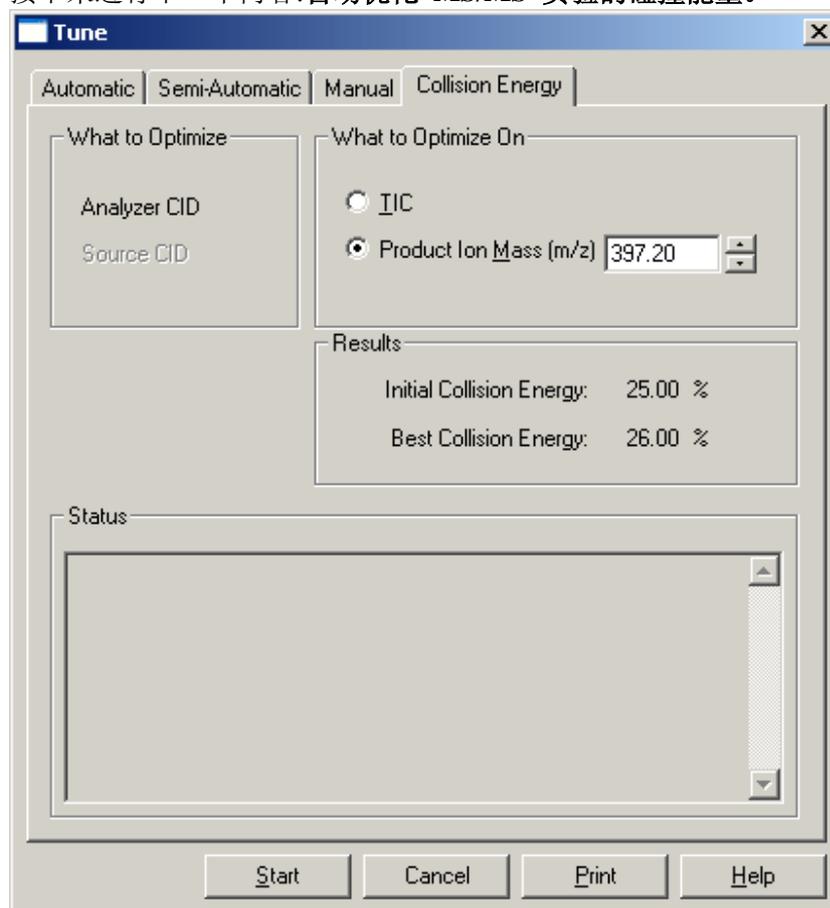


图 5-4. Tune对话框，图中所示使Collision Energy碰撞能量页面。

自动优化 MS/MS 实验的碰撞能量

最适相对碰撞能量是能使碎片离子强度最高的数值。在 ESI/MS模式用利血平（或你感兴趣的分析样品）自动优化相对碰撞能量。过程如下：

1. 在Tune 对话框的Collision Energy页面（见图5-4）点**Start** 开始优化过程。此时弹出一个信息框，显示如下信息：

Please ensure that the 500 microliter syringe is full.

确定注射器内至少装有450ul浓度为125fg/ul的利血平溶液。

2. 点OK关闭信息框，开着tune对话框，此时的Tune Plus窗口应与图5-5所示相同。

3. 在Tune Plus窗口的质谱查看图中，观察利血平（或你感兴趣的分析样品）的全扫描MS/MS质谱图，

4. 优化完碰撞能量后就会弹出Accept Optimized Value对话框。看图 5-6.

- 5.点Accept钮接受新的碰撞能量数值，返回 Tune Plus. 新数值显示在 Define Scan 对话框。

6. 在Syringe Pump对话框, 点Off 选钮关闭注射泵。再点 **Close** 关闭 Syringe Pump 对话框。

7. 点**Cancel** 关闭 Tune对话框。

当你完成相对碰撞能量的优化时，就可以用Finnigan LTQ MS 质谱仪采集你感兴趣的分析样品定位MS/MS数据了。

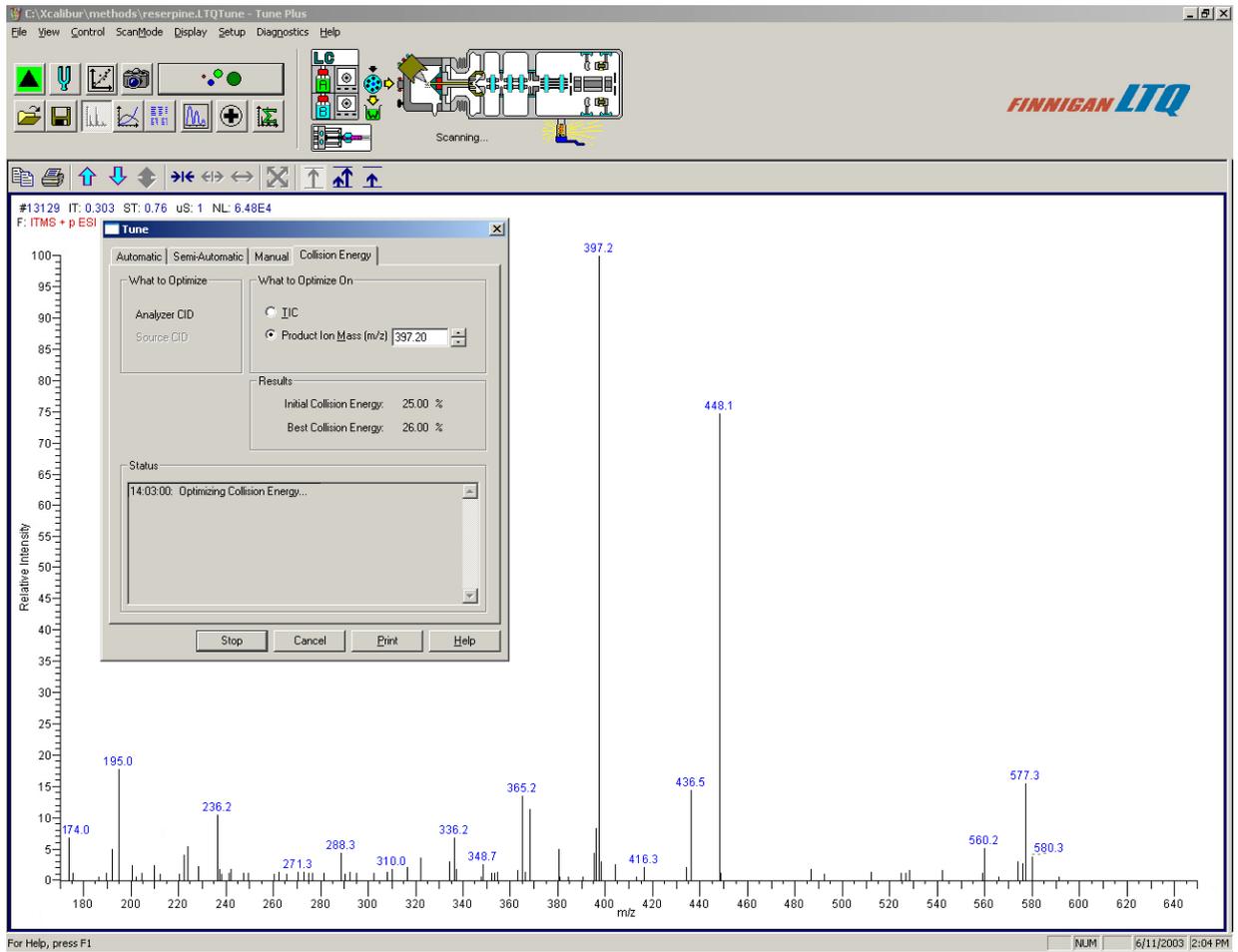


图5-5 Tune Plus窗口,图中所示是在质谱图查看页面的利血平产物离子的MS/MS质谱图

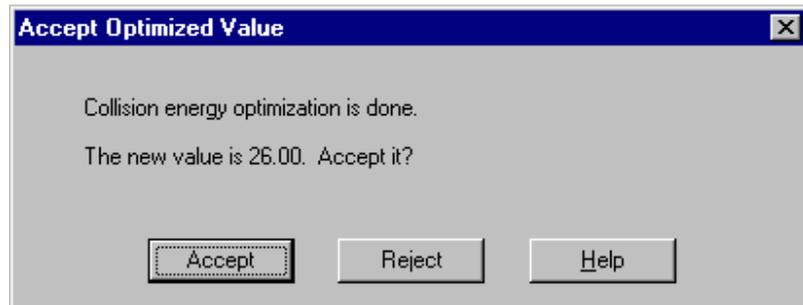


图5-6接受优化数值对话框

5.2 装配质谱仪用Loop环方式引入样品到LC的流动相中

装配质谱仪用Loop环方式引入样品到LC的流动相中管路的连接方法如下：

1. 如果你还未作以下连接工作，请参见**Finnigan Ion Max API 源硬件手册**的内容：装配新的融合石英样品管和PEEK安全套管。用融合石英样品管和PEEK安全套管连接接地二通和ESI 探针样品入口。

如果你已在ESI 探针上安装了不锈钢金属喷嘴，就用PEEK安全套管和融合石英毛细管从接地二通连接ESI 探针样品入口。

2. 用合适长度的(红色)PEEK管（从转换/注射阀来的传输线），连接转换/注射阀和不锈钢接地二通。看图5—7

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔3位置。

b. PEEK管另一端套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到接地二通的闲置端。

3. 用带有不锈钢螺母和套头的5ul样品环将转换/注射阀的孔1和孔4连接起来，见图5—8。

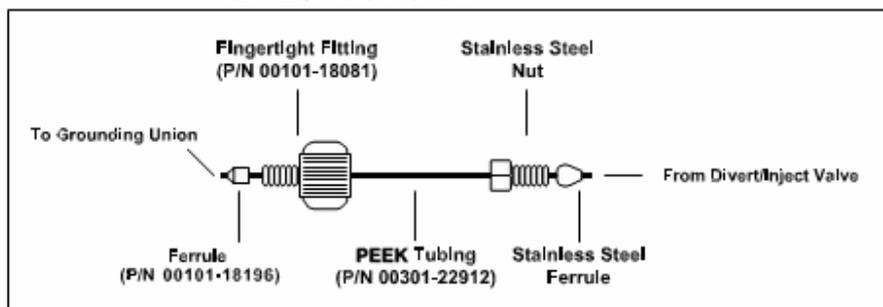


图5-7. ESI/MS管线连接 从转换/注射阀到接地二通

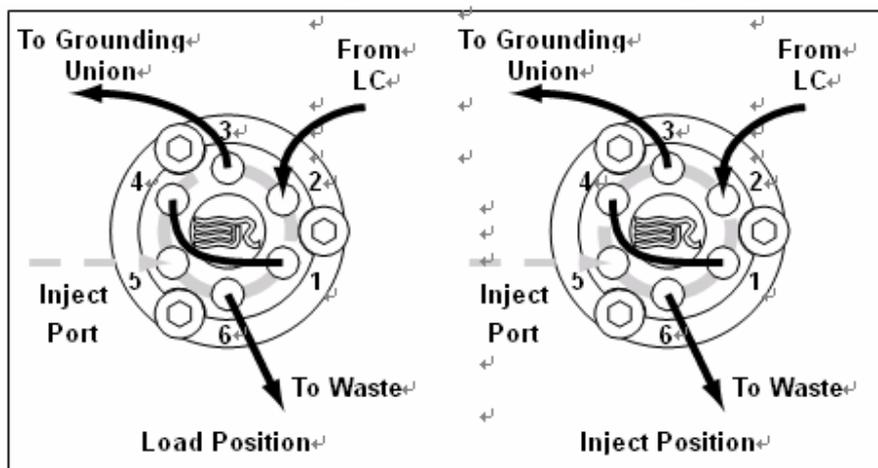


图5-8. 转换/注射阀，图中所示是用loop环注射样品进行分析的正确安装方式和从阀的上样到注射位置的液体流向。

4. 用合适长度的PEEK管（从LC来的传输线）连接转换/注射阀，如下所示：

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔2位置。

b. PEEK管另一端套上合适的接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC出口。

5. 用合适长度的PEEK管（废液线）从转换/注射阀连到废液瓶，如下所示：

a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔6位置。

b. PEEK管另一端连到废液瓶。

5.3 采集SIM扫描类型的质谱数据

在Tune plus窗口下，用以下过程得到利血平的选择离子指导（SIM）类型的数据文件。Finnigan LTQ 质谱仪自动将采集的数据保存到硬盘上。



1. 在control/scan Mode工具栏内点击on/standby钮，使质谱仪退出standby模式并打开质谱仪，质谱仪开始扫描，Finnigan LTQ 质谱仪在ESI 探针加上高压, and a real-time display shows in the 并在Spectrum view（质谱图查看）页面显示出实时扫描质谱图。
2. 确定选定Centroid（柱状）数据类型。(钮上的图形应与这里显示的相同)。
3. 确定定义扫描参数采集利血平(或你感兴趣的分析样品)的SIM数据,如下所示:



- a. 点 Define Scan 钮打开 Define Scan对话框. 看图 5-9。
- b. 将你的对话框的数值与图5—9所示做比较，再点与OK.

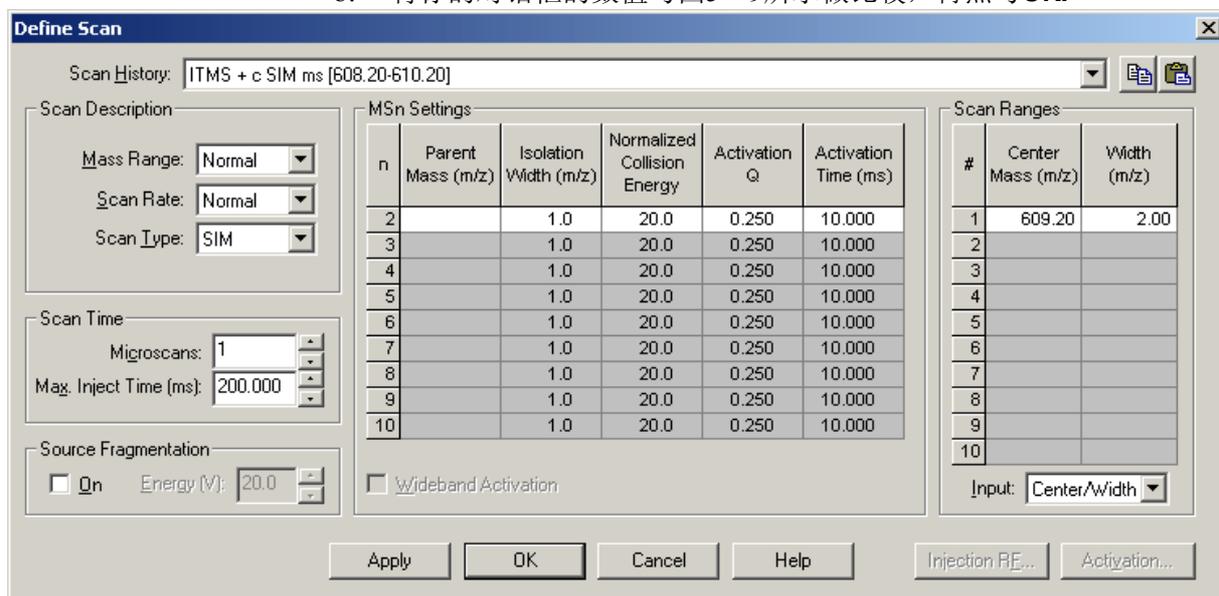
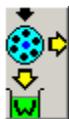


图 5-9. Define Scan对话框，图中所示是在SIM扫描模式下采集利血平数据的常规设置

4. 打开液相泵，指定流速为400ul/min并确定系统无泄漏。
5. 在Control/Scan Mode 工具栏, 点 Acquire Data钮打开 Acquire Data对话框. 看图5-10.
6. 指定数据采集的参数。如下所示:
 - c. 在 File Name文本框, 输入 **reserpine** 指定文件名
 - d. 在Sample Name文本框, 输入**reserpine** 指定样品名. 如果你

不用利血平就输入你特定样品的名称。

- e. 输入你的实验评论。(例如描述扫描模式, 扫描类型, 离子化模式, 样品量或样品引入方法)。Xcalibur数据系统还包括你的数据的硬件拷贝的评论。
- f. 在Acquire Time 选项框, 选 **Continuously**选钮来连续采集数据 (直到你停止采集)。
- 7. 采集数据时让 **Acquire Data**对话框开着, 但把它移到Tune Plu窗口的一角。
- 8. 在Acquire Data对话框点**Start** 开始数据采集。Acquisition Status 选项框显示出以下信息:



State: *Acquiring*

Time (min):

- 9. 点 **Divert/Inject Valve**钮打开 **Divert/Inject Valve**对话框. 见图5-11。

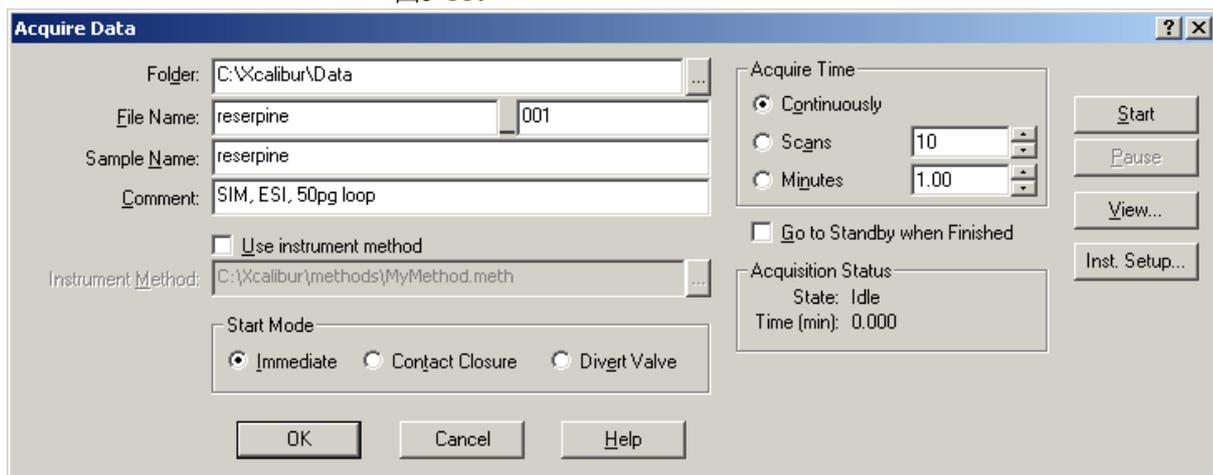


图 5-10. Acquire Data对话框, 图中所示是采集数据的常规设置。

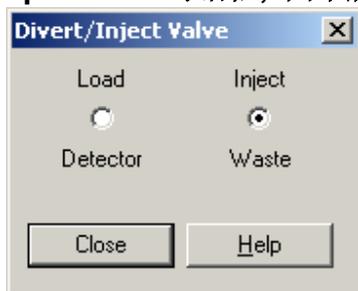


图5-11. Divert/Inject Valve对话框

- 10.选Load 选钮, 用125fg/ul的的利血平 (或你感兴趣的分析样品)溶液装满5ul的注射loop环
- 11.选定 **Inject** 选钮注射利血平溶液到ESI源中。开着**Divert/Inject Valve**对话框。
- 12. 在 **Spectrum view** (质谱图查看) 页面, 观察利血平 (或你感兴趣的分析样品)(m/z 609.2)的峰, 看图 5-12. 当你做下一次注射前等1分钟。(看下边的第13.b步骤, below).
- 13. 按下边的重复顺序做四次利血平溶液连续注射

- a. 选Load 选钮, 在注射环内装满浓度为125fg/ul的利血平溶液。
 - b. 选Inject 选钮注射利血平溶液到ESI 源内, 观察Spectrum view界面。
 - c. 注射下一针以前等1分钟。Wait 1 min before performing the next injection.
 - d. 再把13.a 到13.c步骤重复三次。
14. 在Divert/Inject Valve对话框点 **Close** 返回Tune Plus 窗口。
15. 在Acquire Data 对话框点**Stop**结束数据采集。再点 **Cancel** 关闭Acquire Data 对话框。

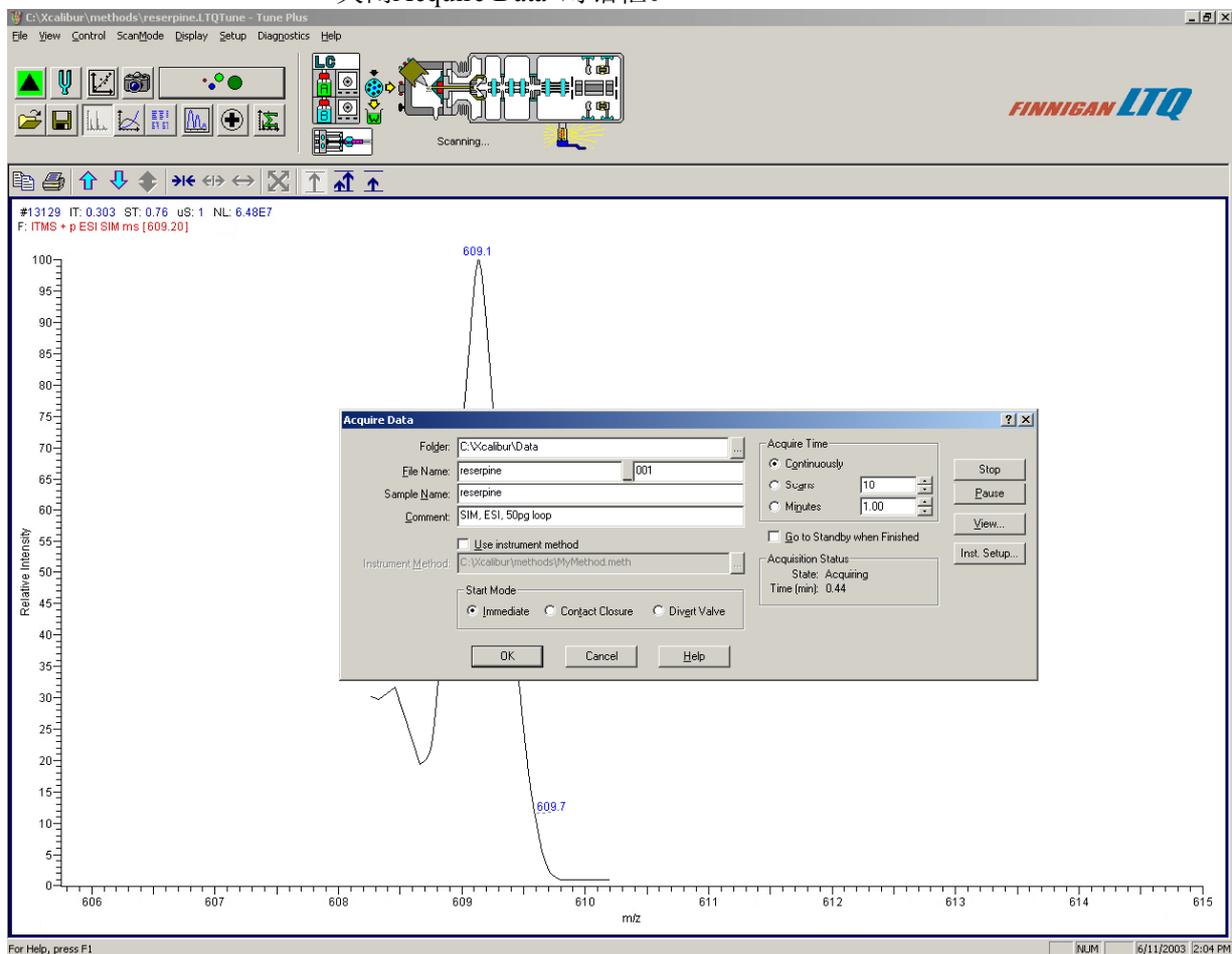


图5-12. Tune Plus 窗口, 图中所示是用loop环注射样品分析得到的利血平的SIM质谱图

从Xcalibur Qual Browser窗口可再次查看质谱和色谱图. 看图5-13.

要获得更多关于在Xcalibur 数据系统查看用Finnigan LTQ质谱仪采集到的数据的信息, 请参考**Xcalibur Getting Productive: 定量分析**。

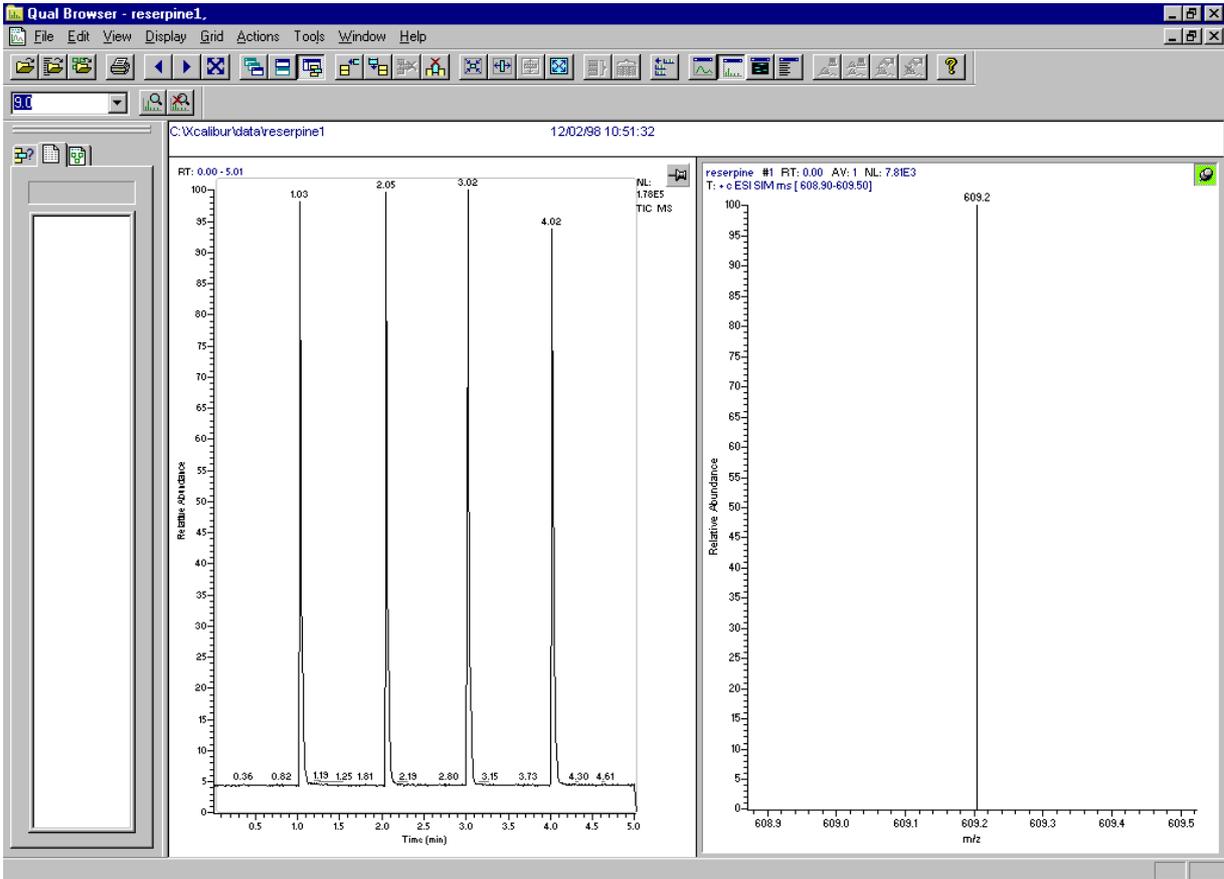
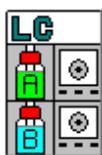


图5-13 Qual Browser 窗口，图中所示是用loop环注射利血平得到结果，左边是色谱图查看页面，右边是m/z609的质谱图。注意注射间隔时间是大致1分钟

第六章 装备离子APC2/MS/MS模式下采集数据

本章讲的是在APC2/MS/MS模式下采集数据
本章包括如下题目（内容）接头（接地二通）
取走ESI 探针
取走IonMax 离子源室
取走离子吹扫锥（自选）
安装corona针
安装IonMax 离子源室
安装APCI 探针

6.1取走ESI 探针



On



Standby

按如下步骤从IonMax离子源室取走ESI 探针

1. 把LC/MS系统设为standby状态
 - a. 停止进入ESI源的流动相
 - i. 在control/scan Mode 工具条, 点Inlet Direct Control (入口直接控制)钮打开Inlet Direct Control对话框。
 - ii. 在control/scan Mode 工具条, 点Pump off (关闭电源) 钮停止流动相。
 - b. 点control/scan Mode 的on/standby钮, 使质谱仪处于standby状态。
2. 拆掉连接不锈钢ZDV 接头 (接地二通)的样品传输线。(见图6-1)
3. 从ESI喷针的高压接受器上拔出8Kv电缆, 如图所示:
 - a. 顺时针转动锁定环, 松开电缆。
 - b. 从ESI喷针的高压接受器上拔出8Kv电缆。

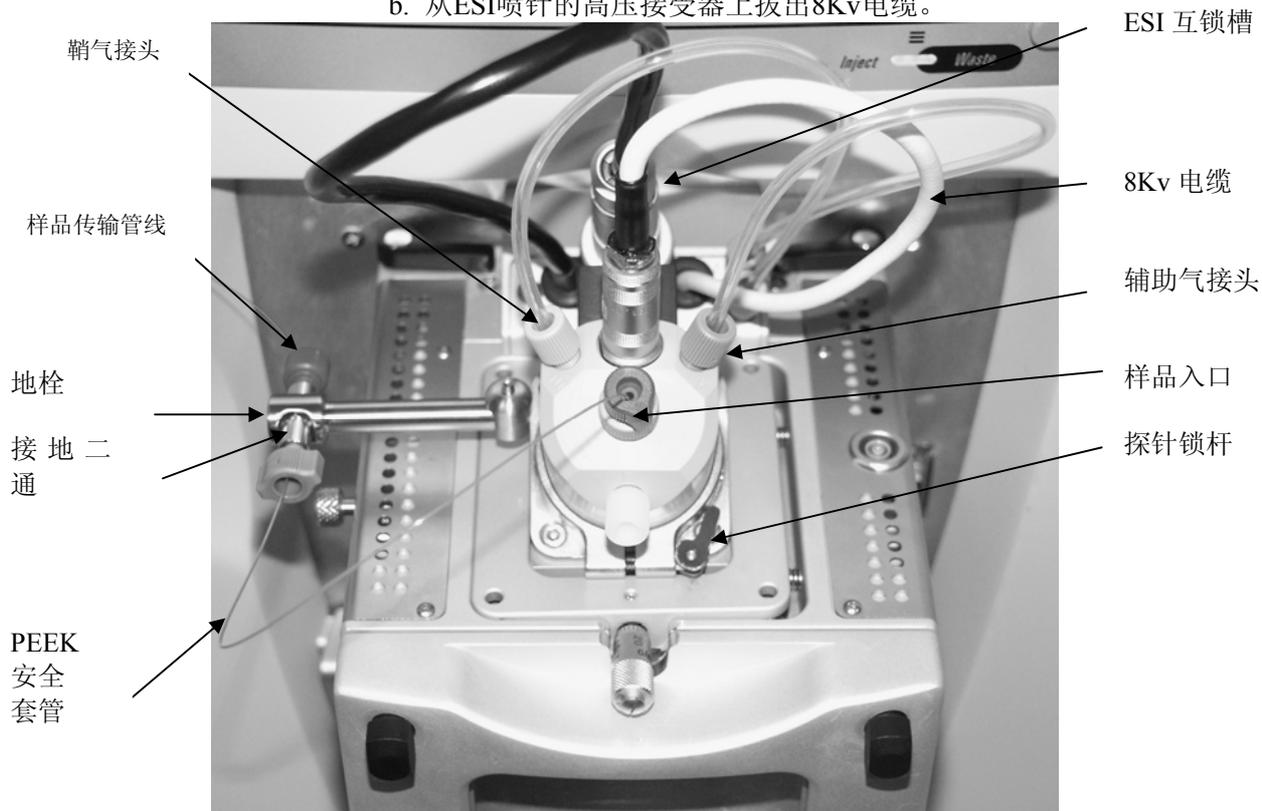


图6-1 装有ESI探针的离子源室

4. 从探针 主体 的辅助气进口处拔下辅助气接头 (绿色)。(图6-1)。
5. 从探针 主体 的鞘气进口处拔下鞘气接头 (绿色)。
6. 从离子源装置的接地连接销上取下拆掉连接不锈钢ZDV 接头。
7. 转动探针锁杆到最宽的位置。

8.从外壳开口处小心以直线拉出探针直到碰到API互锁内槽。探针主体上的定位销会阻止你转动探针 直到探针与API互锁内槽处于一条直线上。一旦探针一直拉到与API互锁内槽处于一条直线上时，顺时针转动45度使探针从直线刻痕处松开。注意不要弄断融合毛细管或PEEK安全套管。

9.以直线从离子源室上拉出探针。

10.把 ESI 探针储存在它的原始原始运输装置内。

ESI 探针已被从Ion Max离子源室上正确取下来接下来进行下边的内容：**取下 Ion Max Ion离子源室**

6.2取下 Ion Max Ion离子源室

你需要取下**Ion Max Ion离子源室**才能看到离子吹扫锥体。

注.取下离子源室前，拆掉所有与其相连的外边液体线。

按如下过程取下**Ion Max Ion离子源室**

- 1 从离子源室装置取走排液管。
- 2 把离子源室的锁杆转动90°松开离子源室安放装置。
- 3 将离子源室以直线拉出离子源室安放装置。
- 4 将离子源室安放装置暂时放在安全之处。

现在离子源室就被正确取下来。如果你想取下离子吹扫锥体，就进行下一个内容：**取下离子吹扫锥体**。相反就进行6-6页的内容：**安装Corona喷针**

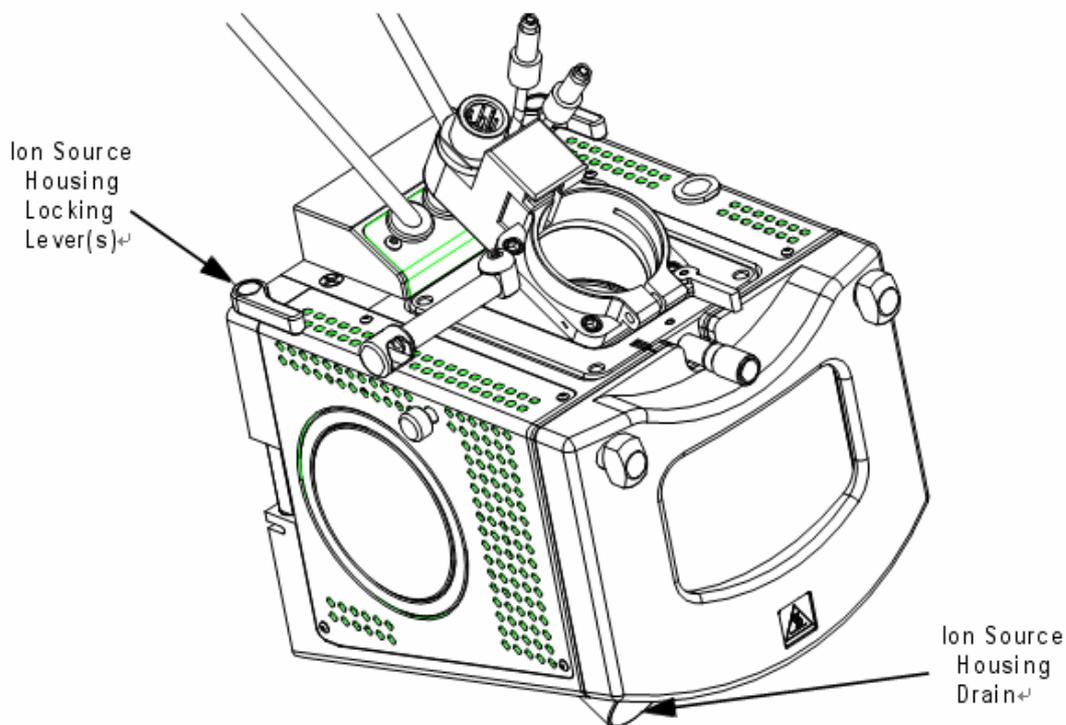


图6-2 Ion Max 离子源室，详细组成部件。

6.3 取下离子吹扫锥体

用不用离子吹扫锥体是自选的，如果你不用离子吹扫锥体，就按如下步骤取走它：

1. 带上一副无滑石粉的手套。



警告。防止烫伤。离子传输毛细管在操作稳定下可能会对你造成严重烫伤。它的常规操作温度是200—400°C，在你接触或取下离子吹扫锥体前，一定要让它冷至室温（大约需20min）当离子传输毛细管入口端暴露在外边时，注意不用碰到它。

2. 握住离子吹扫锥体的外缘，以直线把离子吹扫锥体从API锥体的密封圈处拔出。

3. 将离子吹扫锥体保存到它的原始运输装置内。

现在离子吹扫锥体已被正确取下来。

如果你想安装Corona喷针，就进行下一个内容：安装Corona喷针，相反就进行6—7页的安装Ion Max Ion离子源室。

6.4 安装Corona喷针

从Ion Max Ion离子源室的后部安装Corona喷针。如下所示：



警告.避免刺伤. 单独的Corona喷针非常尖利, 拿针时一定要小心。

1.用镊子从Corona连接处夹住喷针, 以直线推入**Ion Max Ion**离子源室的喷针插孔内。

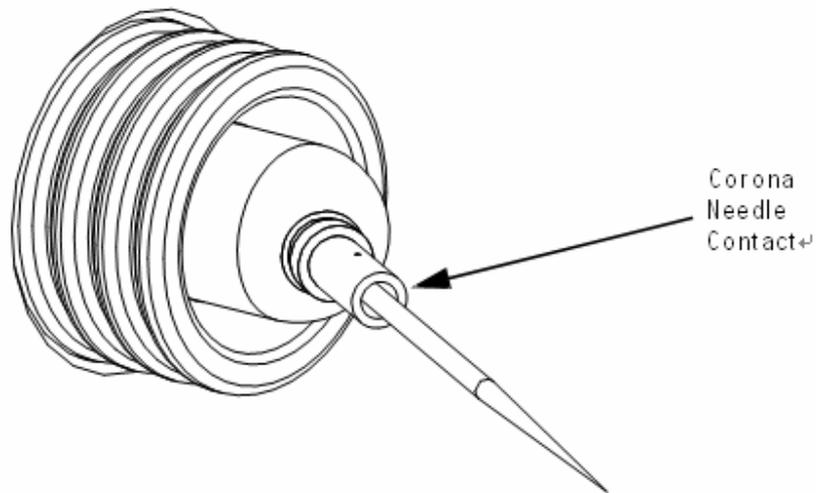


图6-3 Corona喷针, 后部显示图

2.确定喷针的针尖与APCI 探针和仪器的离子源内表面在一条直线上。

现在已正确安装了Corona喷针。

接下来进行下一个内容：安装**Ion Max Ion**离子源室

6.5 安装Ion Max Ion离子源室

按如下步骤重新安装Ion Max离子源室：

1. 小心地将离子源室后边的定位销孔与质谱仪的离子源室后边定位销对准，小心把离子源室推入离子源室安放位置。见图6-4和图6-5

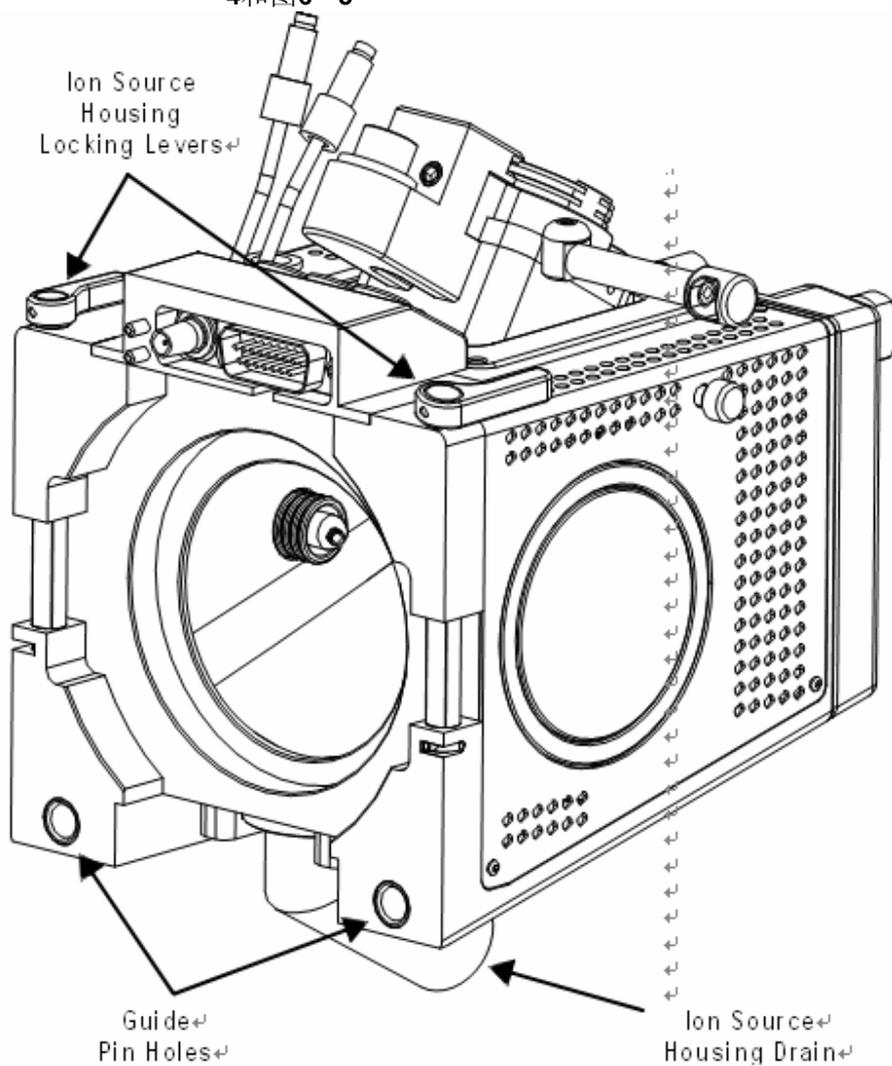


图6-4 Ion Max离子源室后部示意图

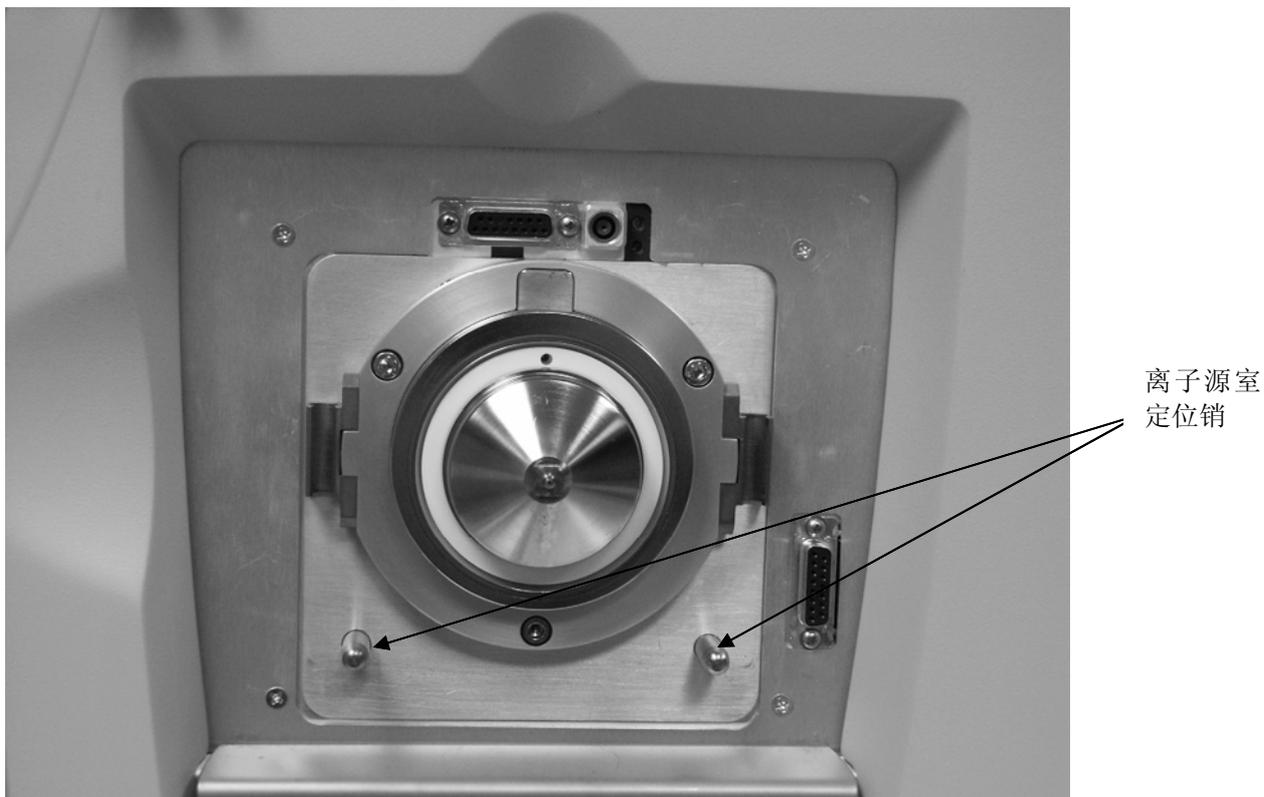


图6—5离子源安放装置，图中所示是Ion Max离子源室定位销。

2. 把离子源室的锁杆转动90°，使其固定到离子源室安放位置处。

警告。防止废液回吸到离子源和质谱仪内，一定保证废液管内的液体能派如废液瓶中。

警告。一定不要将排液管（或任何与废液瓶相连的管线）中的液体排放到与前泵相连的同一排烟系统内。如果排液管与（蓝色）前泵连接到同一个排烟系统，会污染分析器的透镜。

你的实验室至少装两个排烟系统。将蓝色前泵排放管与专用排烟系统连接，API源的排液管连到废液瓶，将废液瓶中的液体排入一个专用排烟系统。

3. 按如下步骤重装离子源室上的排液管。

a. 用直径是一英寸的聚乙烯管连接离子源排放管

b. 把软管的另一端连到专用排烟系统，理想状态下，是从排液系统排入排烟系统。

现在Ion Max离子源室已正确安装到质谱仪上，接下来进行下一步：安装APCI 探针。

6.6 安装APCI 探针

按如下过程将APCI 探针安装到Ion Max离子源室上。

1. 把8Kv电缆接到环形喷针的高压接受器上，如下所示：
 - a. 把8Kv电缆插入离子源室右上边的环形喷针高压接受器上。
 - b. 顺时针转动锁定环来固定电缆。
2. 在安装探针前，确定松开探针锁杆（到最大位置）。
3. 把APCI 探针插到离子源室的孔内，使探针上的定位销与API内锁塞成45度角。见图6-6
4. 推动探针进入开口处直到定位销接触到离子源室刻探针筒。
5. 顺时针转动探针45度，使定位销和API互锁内槽位于一条直线上。（你可能需要稍微向外拉探针，使使定位销和刻痕成一条直线。）一旦你将探针转到足够远的位置使定位销和开口后部的直线刻痕在一条直线上，就以直线推动探针直到定位销停在直线刻痕的最底部。
6. 一直推动探针进入直线刻痕。

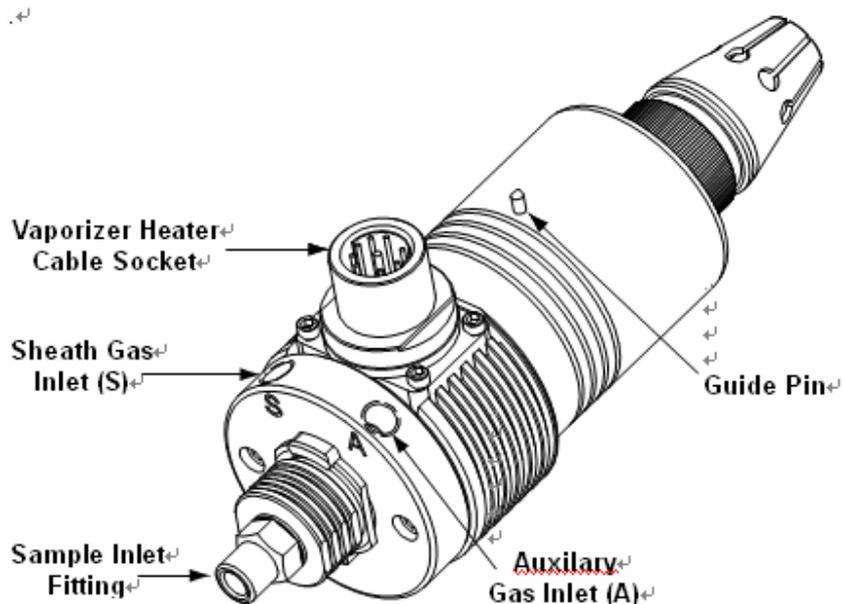


图6-6 APCI 探针

7. 以朝向离子源室的方向转动探针锁杆，固定探针。如果以朝向离子源室后部的方向转动锁杆，在松开探针时会比较困难。
8. 从离子源室的内锁插孔上拔下喷嘴加热电缆。
9. 喷嘴加热电缆插入APCI 探针的相应插孔内。
10. 把鞘气接头（蓝色）插入探针上的鞘气入口（S）。（看图6-6）
11. 把辅助气接头（蓝色）插入探针上的辅助气入口（A）。（图6-6）
12. 连接样品传输管和APCI 探针入口。

警告.防止后面的废液进入离子源和质谱仪。确定排液管里的液体能排进废液容器，并且排液管的出口高于废液容器的液体平面。

让LC/MS处于Standby状态，进行下一章：用你的分析样品在**APCI/MS**模式下优化质谱仪。

第七章 用你的分析样品在APCI/MS 模式下优化质谱仪

本章讲述了在APCI/MS高流速模式下优化你的质谱仪，当转到APCI/MS操作时不必重新校正质谱仪，你可以采用在ESI/MS模式下成功或完成的自动校正过程校正参数设置。

对APCI/MS的操作，你只需打开在C:/Xcalibur/method文件夹一个默认的调谐方法。如：APCI highflow.LTQ Tune。你可以此为起点，用你指定的分析样品自动优化管线透镜电压，毛细管电压和离子传输毛细管温度可用手动优化。

[注：以下过程假设你熟悉FiLTQ仪器和Tune plus窗口，若需要更多信息请参照FiLTQ在线帮助、FiLTQ Getting connected 和/或 Finnigan LTQ硬件手册。

确保你已完成了题目：“在ESI/MS的模式下进行自动调谐和校正”和“在APCI/MS模式下设置参数、采集数据”的操作过程。

本章包括以下内容（题目）：

- 。安装入口以高流速注射方式进行调谐
- 。设置质谱仪进行APCI/MS操作
- 。在APCI/MS模式下自动优化质谱仪的调谐
- 。保存APCI/MS调谐方法
- 。在APCI/MS模式下调谐后清洗质谱仪

7.1 安装入口以高流速注射方式进行调谐

在APCI/MS模式下从注射泵引入样品进入来自LC的流动相。
连接过程如下：

1. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的一段4cm长（直径为1.5英寸）的聚四氟乙烯管线与LC 三通连接。见图7-1。

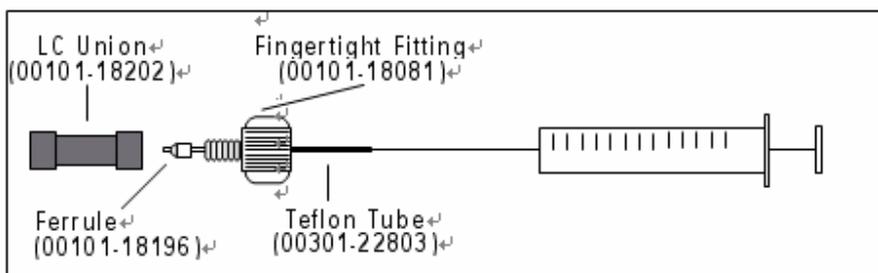


图7-1 APCI/MS 注射泵的管线连接

2. 把500ul规格的Unimetrics注射器注入450ul利血平（或你感兴趣的分析样品）溶液（参见附录A样品配制中的如何配制利血平调谐溶液）

3. 把注射器针头插入聚四氟乙烯管线内，并把注射器放到注射泵的固定器内。

4. 用融合石英注射线连接（黑色）LC 三通 和(黑色) LC 三通接头,如下所示。看 图 7-2.

a. 将带有手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色）的注射线与LC 三通的闲置端连接。

b. 将注射线的另一端套上手拧接头（红色）和 密封圈（褐色）连到LC 三通的一个侧臂口。

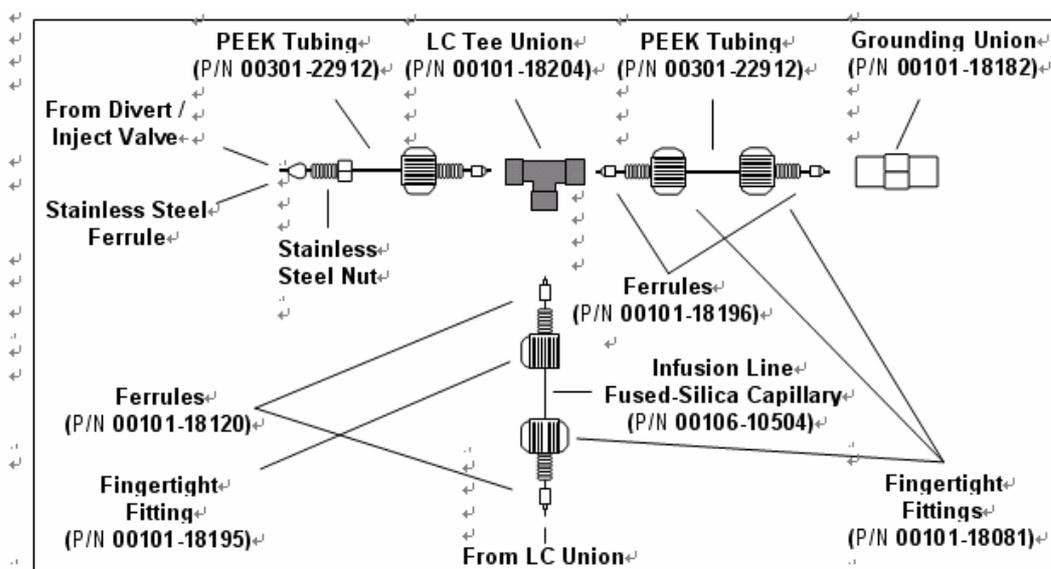


图 7-2. APCI/MS模式的 LC 三通接头的管线连接

5. 用合适长度的PEEK管连接（黑色）的LC 三通接头和APCI 的 LC 入口（看图7-2）。操作如下：

- a. 用PEEK管专用刀片切一段4cm长（1.5寸直径）的PEEK管。
- b. 将PEEK管套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），再连到LC 三通接头上。
- c. 将PEEK管的另一端套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到APCI 探针的LC 入口上。

6. 用合适长度的PEEK管（从转换/注射阀来的传输线），连接转换/注射阀和LC 三通接头。如下所示：

- a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔3位置。
- b. PEEK管另一端套上手拧接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC 三通接头的闲置端。

7. 用合适长度的PEEK管（从LC来的传输线）连接转换/注射阀，如下所示：

- a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔2位置。
- b. PEEK管另一端套上合适的接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC出口。

8. 用合适长度的PEEK管（废液线）从转换/注射阀连到废液瓶，如下所示：

- a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔1位置。
- b. PEEK管另一端连到废液瓶。

现在就完成了LC管线正确连接，在APCI/MS模式下从注射泵引入样品进入LC的流动相。

接下来进行下一个内容：**装配质谱仪进行APCI/MS操作**

7.2 装配质谱仪进行APCI/MS操作

按以下过程设置质谱仪在Finnigan LTQ质谱仪上进行APCI/MS操作。

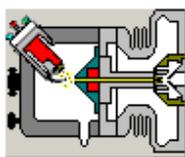


On



Standby

1. 在Tune Plus窗口, 点 On/Standby 钮使质谱仪推出Standby 模式将它打开。质谱仪开始扫描。在corona 喷针上加上高压, 并在图谱浏览界面出现实时显示图谱。
2. 打开高流速APCI操作的调谐方法 (*APCIhighflow.LTQTune Tune*), 如下:
 - a. 选**File/Open**打开Open对话框
 - b. 向下浏览直到看到C:\Xcalibur\methods文件夹, 然后选定APCIhighflow.LTQTune
 - c. 点击OK打开该文件, Finnigan LTQ MS就下载调谐方法的参数到质谱仪



3. 确定Finnigan LTQ MS仪已打开调谐方法, 如下:
 - a. 在Instrument Setup工具栏, 点击API Source钮打开APCI Source对话框, 参见图7-3

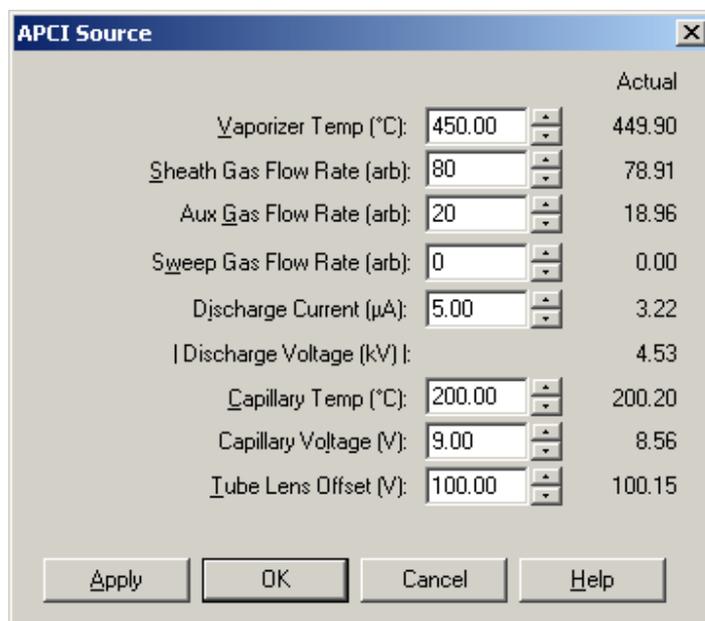


图7-3 APCI Source 对话框, 图中所示是常规高流速实验的正确设置。

- b. 确定对话框的设置与图7-3相同

- c. 点击OK关闭APCI Source对话框
4. 设定在APCI/MS模式下调谐质谱仪的扫描参数，如下：
- 在Control/Scan Mode（仪器设置）工具栏点击Define Scan 钮打开Define Scan 对话框。看图 7—4（如果你的对话框与图中所示不同，可能是因为没有显示高级设置，你可以按如下打开高级设置：在 Tune Plus窗口, 选 **ScanMode**, 再点 *Advanced Scan Features* 选定高级设置。
 - 在Scan Description选项框,在Mass Range 列表框, 选Normal设定选择质量范围在 m/z 150到 2000之间。
 - 在Scan Rate 列表框, 选 *Normal* 指定常规扫描速率。
 - 在Scan Type 列表框,选SIM指定选择离子监测扫描。
 - 在 Scan Time 选项框, 在Number of Microscans 选择框, 输入 **1**设定微扫描的总数是 1。

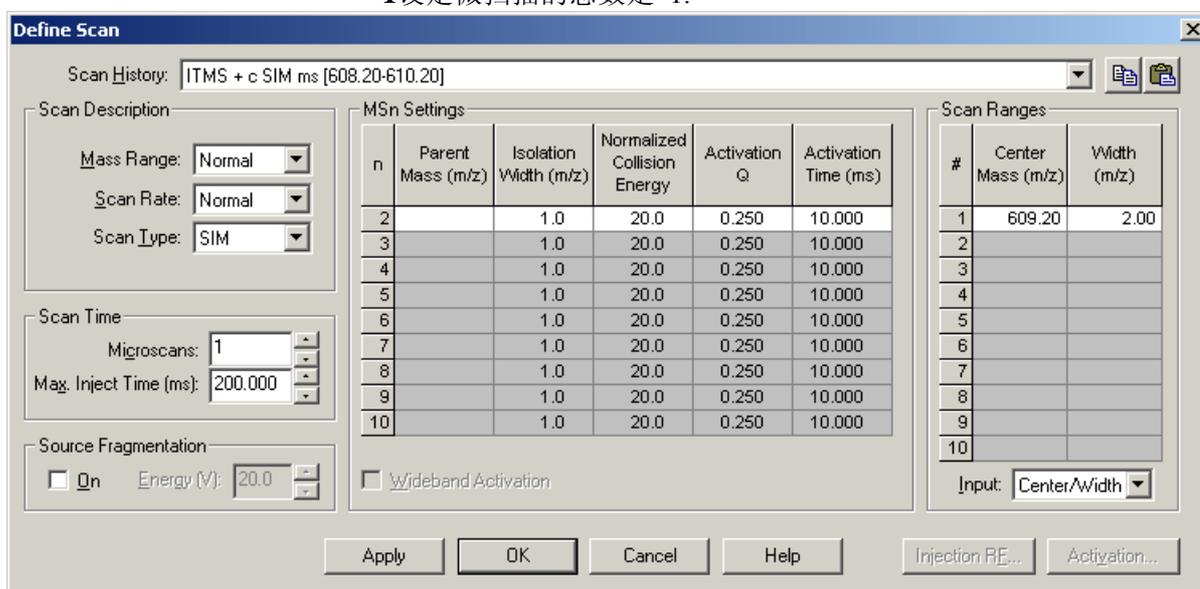


图7—4 Define Scan 对话框,图中所示是APCI/MS的常规设置

- 在 Max. Inject Time选择框,输入 200.000指定最大的注射时间是200。
- 在Source Fragmentation 选项框, 确定 On 复选框没被选中, 指定离子源破碎选项关闭。
- 在Scan Ranges选项框,在 Input 列表框,选Center/Width 使Scan Ranges表格的 Center Mass和Width文本框能够输入数值。
- 在Scan Ranges选项框, 在Scan Ranges表的 Center Mass文本框输入 **609.20** 扫描范围的中心质量是 m/z 609.20 (对利血平来说)。

- n. 在Width 文本框, 输入 **2.0** 扫描范围的宽度是2.00daltons.
 - o. 确定你在 Define Scan对话框里参数设置与图 4-3所示相同.
- 点 **OK** 应用质谱仪项目参数, 关闭 Define Scan 对话框
5. 在Control/Scan Mode工具栏, 点击 Centroid/Profile钮 转换数据类型为柱状图。(钮上的图形应与这里显示的相同)。
 6. 点 Positive/Negative钮 转换离子极性为正离子模式.(钮上的图形应与这里显示的相同)



现在你已完成了在APCI/MS操作时对质谱仪的设置。下边进行下一个内容：在APCI/MS模式下自动优化质谱仪的调谐

7.3 在APCI/MS模式下自动优化对质谱仪的调谐

你可以自动优化质谱仪来进行APCI操作

在APCI/MS操作中影响信号质量的最重要的参数是：喷嘴温度、离子传输毛细管温度、API气体流速和溶液流速。如果这些参数的其中任何一个被改变，你就需要重新优化质谱仪参数。（你可以用半自动调谐过程调谐质谱仪的单个参数）

按以下程序用利血平的 m/z 609.2峰在指定流速下如400 μ l/min来自动优化质谱仪。(参见1-12页的表1-2的流速和温度指导)



1. 在Control/Scan Mode工具栏中, 点击Tune钮来显示自动调谐页面, 见图7-5。
2. 在What to Optimize On选项框内, 选定Mass 选钮激活Mass spin box。



3. 在Mass spin box中输入**609.2** 指定你想要用 m/z 609.2峰做调谐。
4. 确定Divert/Inject 阀在Detector 位置, 如下:
 - a. 点击Divert/Inject Valve 按钮打开Divert/Inject对话框
 - b. 选择Detector选钮, 然后点击**Close**返回Tune Plus窗口
5. 从Tune对话框开始自动调谐, 如下:
 - a. 点击**Start**, 弹出一个信息框显示如下信息: Please ensure that the 500 microliter syringe is full (请确信500注射器是满的)。确定注射器装有至少450 μ l浓度为125 fg/ μ l的利血平



6. 在File/Display工具栏中, 点击Graph View钮显示浏览器

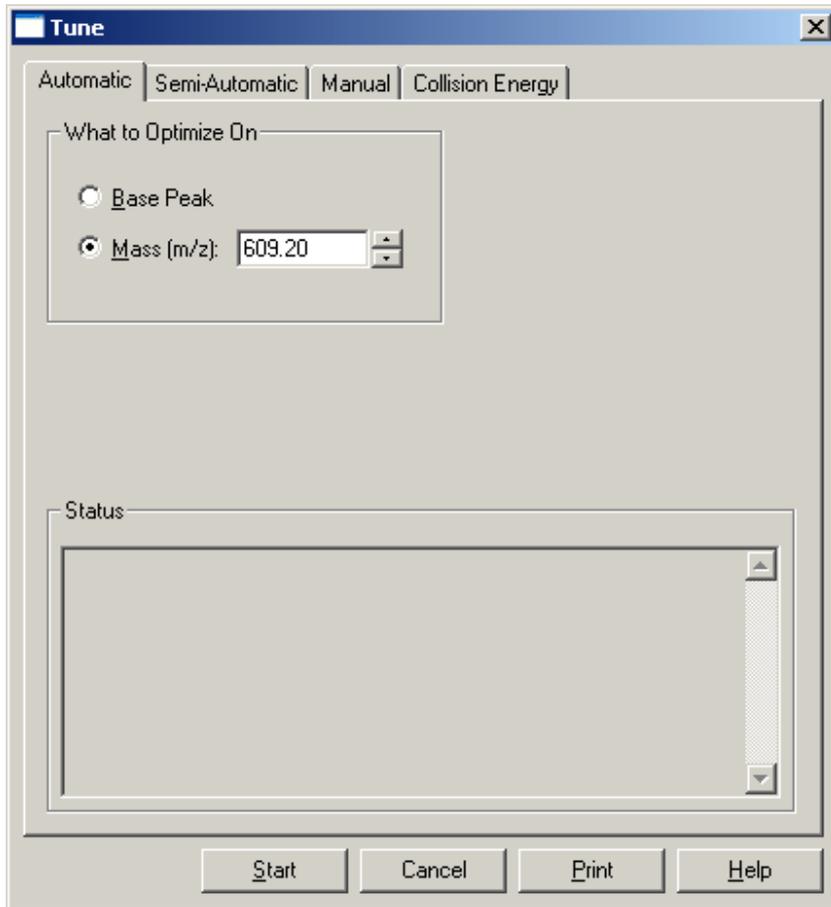


图 7-5. Tune 对话框, 图中所示是自动调谐页面

7. 观察Tune Plus窗口和Tune对话框, 在进行自动调谐过程中, Finnigan LTQ MS质谱仪在Tune Plus窗口的Spectrum and Graph views界面显示出不同的检测结果并在 Tune 对话框的Status 选项框里显示出不同的信息。你的Tune Plus窗口应该与图7-6所示相同。

现在你用利血平调谐(或你感兴趣的分析样品)成功完成了质谱仪的调谐。开着LC泵(流速大约为400ul/min), 在Tune Plus窗口保持APCIhighflow.LTQTun调谐方法进行下一步: **保存APCI/MS调谐方法**

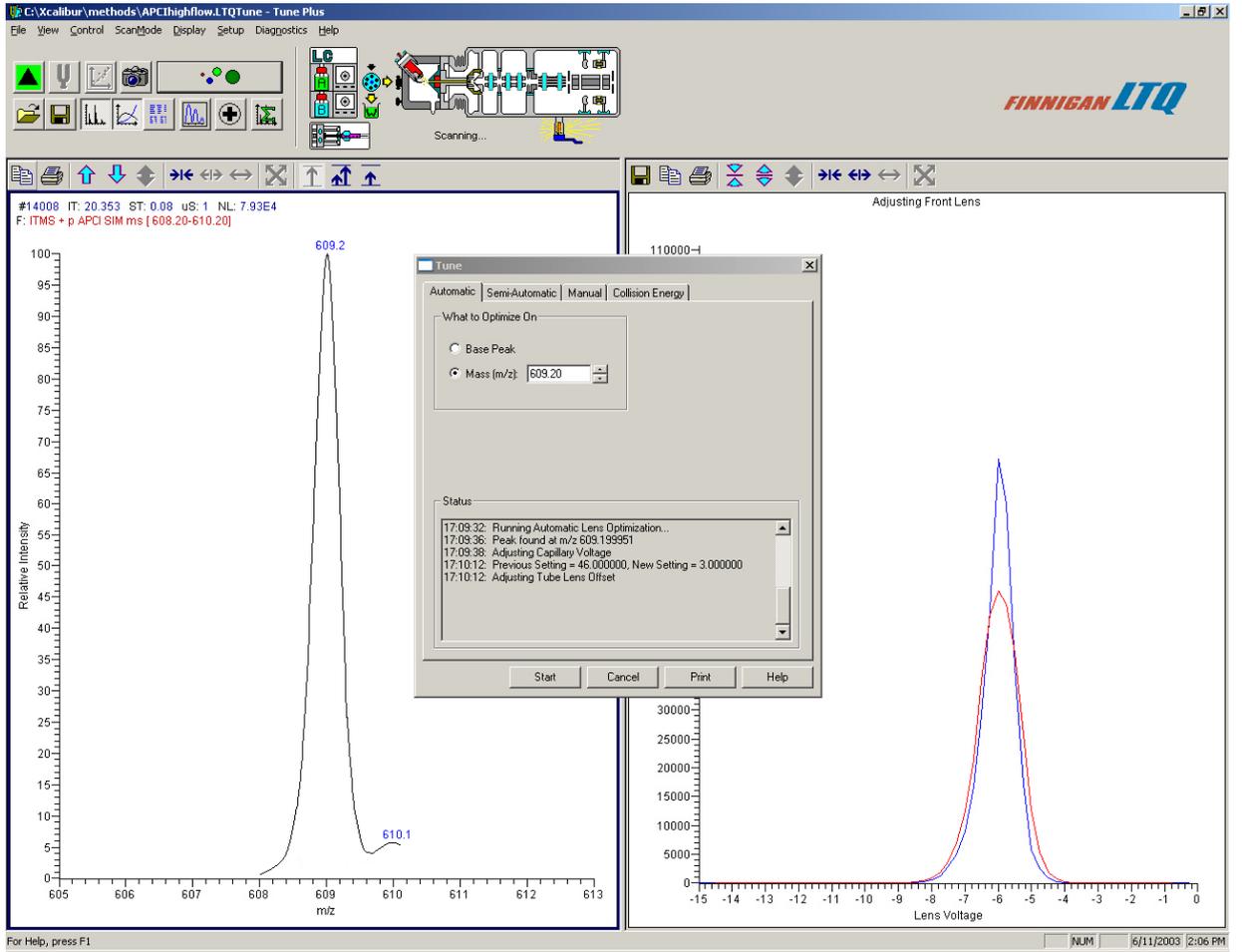


图 7-6. Tune Plus窗口的Tune 对话框，图中所示是自动调谐页面

7.4 保存APCI/MS调谐方法

你可以保存刚用特定分析样品在较低流速下得到的调谐方法参数。（在本例中你应保存用利血平得到的参数设置）你可以重新调出刚保存的调谐方法，作为初步操作参数在指定的流速下来优化质谱仪。

注。质谱仪必须还处于On的状态你才能保存调谐方法。

按如下步骤保存你的ESI/MS调谐方法（针对低流速操作）：

1. 选**File > Save As** 显示 Save As对话框. 看图 7-7
2. 选择C:\Xcalibur\methods文件夹。
3. 点File Name文本框，再输入**APCI myTune** 命名调谐方法为 *APCI myTune.LTQTune*。
4. 点 **Save** 保存调谐方法，并返回到Tune Plus窗口. 注意调谐方法命名为*APCI myTune.LTQTune*。

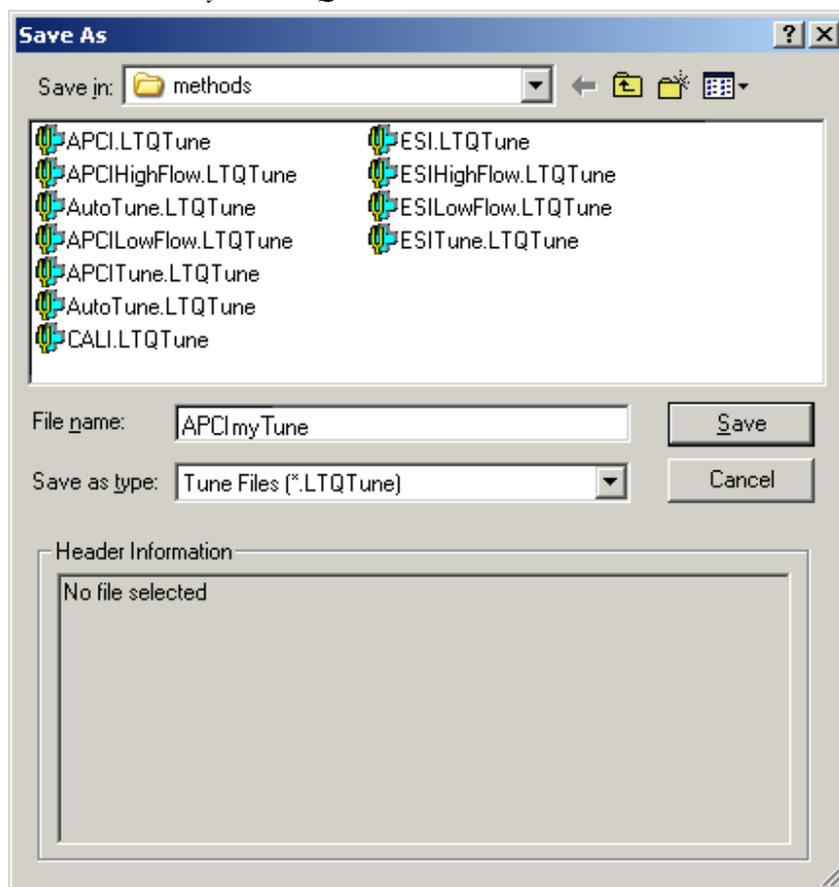


图7—7Save As 对话框，显示的是文件夹 **C:\Xcalibur\method**中的文件

在你采集数据前，先进行下一步内容：在**APCI** 模式下调谐后清洗质谱仪。

7.5在APCI 模式下调谐后清洗质谱仪



On Standby

用你感兴趣的分析样品做完调谐后，按如下过程清洗质谱仪：

1. 点击On/Standby 钮使质谱仪处于Standby模式。此时，Finnigan LTQ质谱仪关闭鞘气，辅助气，吹扫气，ESI高压和注射泵。质谱仪停止扫描，并冻结了Spectrum and Graph views（质谱和曲线图查看）页面的显示。



警告。你在打开API源接触空气中的氧气以前，一定让质谱仪处于Standby（或关闭）模式。在质谱仪处于打开状态时，若离子源内有空气是不安全的。（在你打开离子源时，Finnigan LTQ质谱仪会自动关闭，但你最好考虑到这个警告。

2. 从注射泵嵌板取下注射器，操作如下：
 - a. 捏住蓝钮在注射器把手上向后拉，松开注射器。
 - b. 从嵌板上取走注射器
 - c. 从聚四氟乙烯管里抽出注射器针头。
3. 彻底清洗注射器，如下所示：
 - a. 用含5%甲酸的水清洗注射器。
 - b. 用浓度为50：50的甲醇：水溶液润洗注射器。
 - c. 用丙酮润洗注射器（多次重复该步骤）



警告。防止烫伤。APCI喷嘴加热器温度刻达600°C，当你托着或从APCI凸缘上取下APCI 探针前，一定让APCI 探针冷致室温（大约需20分钟）

警告。防止刺伤。单独的Corona针尖十分尖利，若不小心会刺破皮肤。

4. 按2-6页取走Ion Max离子源的内容，取走Ion Max离子源。
5. 用含5%甲酸的水（或其它有机溶剂）彻底冲洗样品传输管线，样品管线和ESI 探针，操作如下：

注。你冲洗样品传输管线，样品管线和APCI 探针的所用的溶液种类，取决于你用何种溶剂系统溶解你的样品。例如，你如果采用高浓度的缓冲溶液，那清洗溶液用酸性的是合适的。

- a. 将一个洁净的250ul规格的注射器里装上适当的溶剂。
- b. 把注射器的活塞头固定住，小心将注射器的针头插入聚四氟乙烯管线的闲置端。
- c. 慢慢压着注射器的活塞头用溶液冲洗样品传输管线，样品管线和APCI 探针。肉眼可见在探针装置内部的APCI 探



针的针尖处有液体流出,用无尘纸轻轻擦去流出探针的溶液。

d. 从聚四氟乙烯管线上取出注射器针头。

6. 用50: 50的甲醇: 水的溶液重复第5步

7. 按照2-9页**安装Ion Max离子源室**内容所述,重装**Ion Max**离子源室

如果你想在APCI模式下做你的分析样品, 就进行下一章: 在**Tune Plus** 窗口**采集APCI样品数据**。

第八章在Tune Plus 窗口采集APCI 样品数据

本章讲述了怎样用Tune Plus窗口采集LC/APCI/MS的样品数据。

注. 在以下操作中, 假设你熟悉Finnigan LT仪器和Tune Plus窗口, 如需更多指导, 请参考Finnigan LTQ在线帮助, Finnigan LTQ连接, 和/或Finnigan LTQ硬件手册。) 确定你已完成了在ESI/MS模式下进行自动调谐和校正和在LC/ESI/MS模式下用你的分析样品做调谐的内容。

本章包括以下主要内容:

- 。 装配仪器用loop环注射方式引入样品进入LC的流动相。
- 。 用SIM扫描类型收据APCI数据

8.1 装配仪器用loop环注射方式引入样品进入LC的流动相

这部分内容讲述了怎样用loop环注射方式引入样品进入LC的流动相。管线连接如下：

1. 用一段适合长度的（红色）PEEK管（从转换/注射阀出来的传输线）连接转换/注射阀的孔3位置和APCI 探针的样品入口接头。看图8-1和8-2。
2. 用带有不锈钢螺母和密封圈的5ul样品环将转换/注射阀的孔1和孔4连接起来。
3. 用合适长度的PEEK管（从LC来的传输线）连接转换/注射阀，如下所示：
 - a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔2位置。
 - b. PEEK管另一端套上合适的接头（褐色）和 密封圈（褐色），然后连到LC出口。

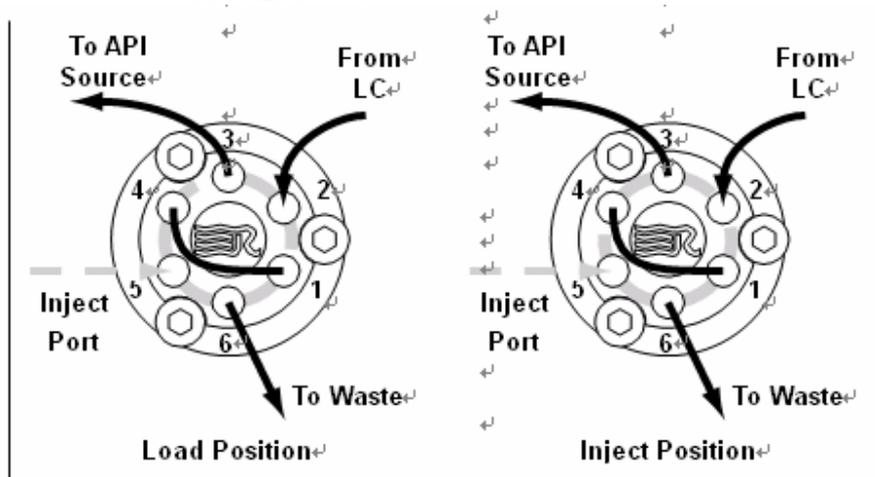


图8-1. 转换/注射阀，图中所示是用loop环注射样品进行分析的正确安装方式和从阀的上样位置到注射位置的液体流向

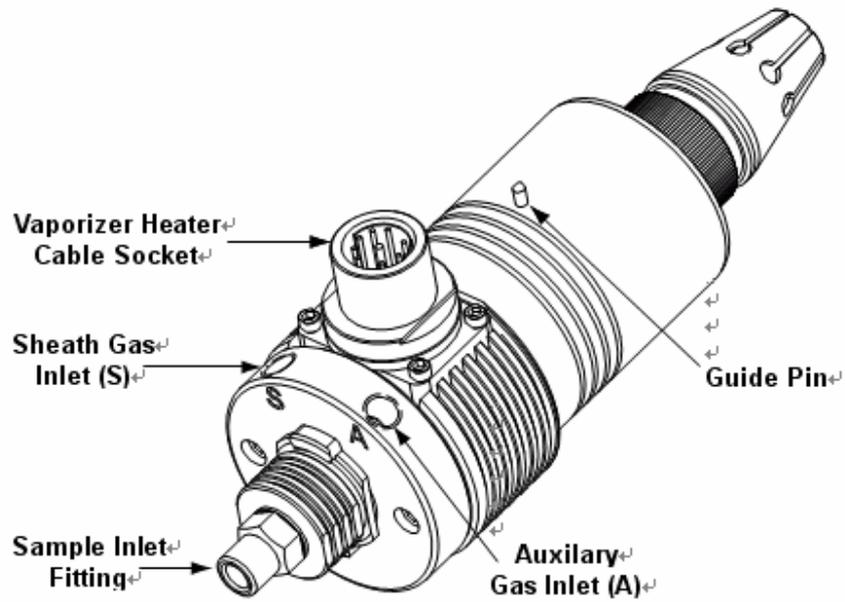


图 8-2. APCI 探针

4. 用合适长度的PEEK管（废液线）从转换/注射阀连到废液瓶，如下所示：

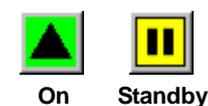
a. 用带有不锈钢的螺母和套头的一段PEEK管连到转换/注射阀的孔6位置。

b. PEEK管另一端连到废液瓶

现在质谱仪已经装配好用loop环注射样品进入LC的流动相。

接下来进行下一个内容：采集APCI 的SIM 扫描模式的数据

8.2 采集APCI 的SIM 扫描模式的数据



用以下过程得到利血平的选择离子指导 (SIM) 类型的数据文件。
Finnigan LTQ 质谱仪自动将采集的数据保存到硬盘上。

1. 在 Tune Plus 窗口如果你还未打开质谱仪, 就点击 on/standby 钮,

使质谱仪退出 standby 模式并打开质谱仪, 质谱仪开始扫描,

Finnigan LTQ 质谱仪在 corona 喷针加上高压, 并在 Spectrum view (质谱图查看) 页面显示出实时扫描质谱图。

2. 确定选定 Centroid (柱状) 数据类型。(钮上的图形应与这里显示的相同)。

3. 确定定义扫描参数采集利血平(或你感兴趣的分析样品)的 SIM 数据,如下所示:

e. 点 Define Scan 钮打开 Define Scan 对话框. 看图 5-9。

f. 将你的对话框的数值与图 5-9 所示做比较, 再点与 OK.

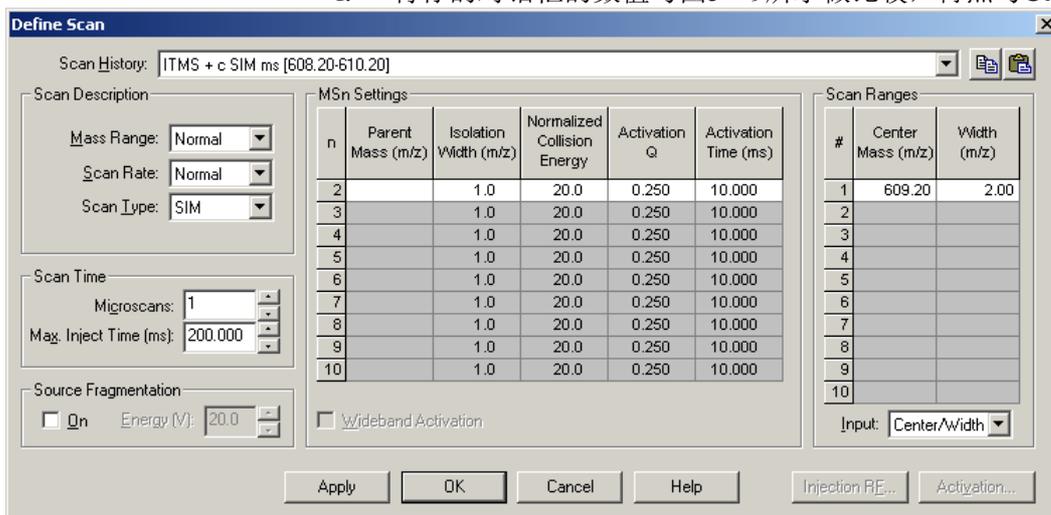


图 8-3. Define Scan 对话框, 图中所示是在 SIM 扫描模式下采集利血平数据的常规设置。

4. 打开液相泵, 指定流速为 400ul/min 并确定系统无泄漏。

5. 在 Control/Scan Mode 工具栏, 点 Acquire Data 钮打开 Acquire Data 对话框. 看图 5-10.

6. 指定数据采集的参数。如下所示:

o. 在 File Name 文本框, 输入 **reserpine** 指定文件名

p. 在 Sample Name 文本框, 输入 **reserpine** 指定样品名. 如果你没用利血平就输入你特定样品的名称。

q. 输入你的实验评论。(例如描述扫描模式, 扫描类型, 离子化模式, 样品量或样品引入方法)。Xcalibur 数据系统还包括你的数

据的硬件拷贝的评论。

- r. 在Acquire Time 选项框, 选 **Continuously**选钮来连续采集数据 (直到你停止采集)。
7. 采集数据时让 Acquire Data对话框开着, 但把它移到Tune Plu窗口的一角。
8. 在Acquire Data对话框点**Start** 开始数据采集。Acquisition Status选项框显示出以下信息:

State: Acquiring

Time (min):

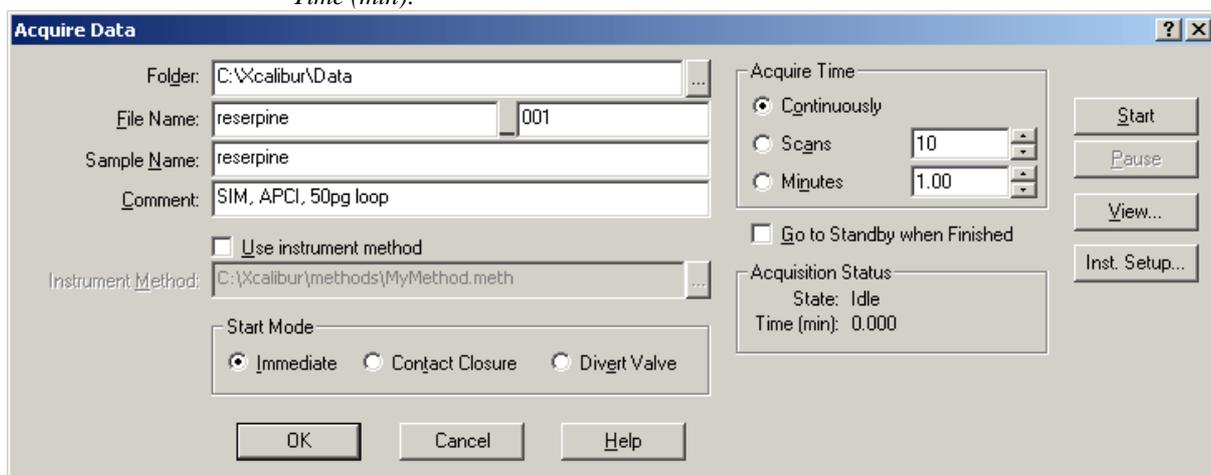


图 8—4. Acquire Data对话框, 图中所示是原始数据文件的采集状态。

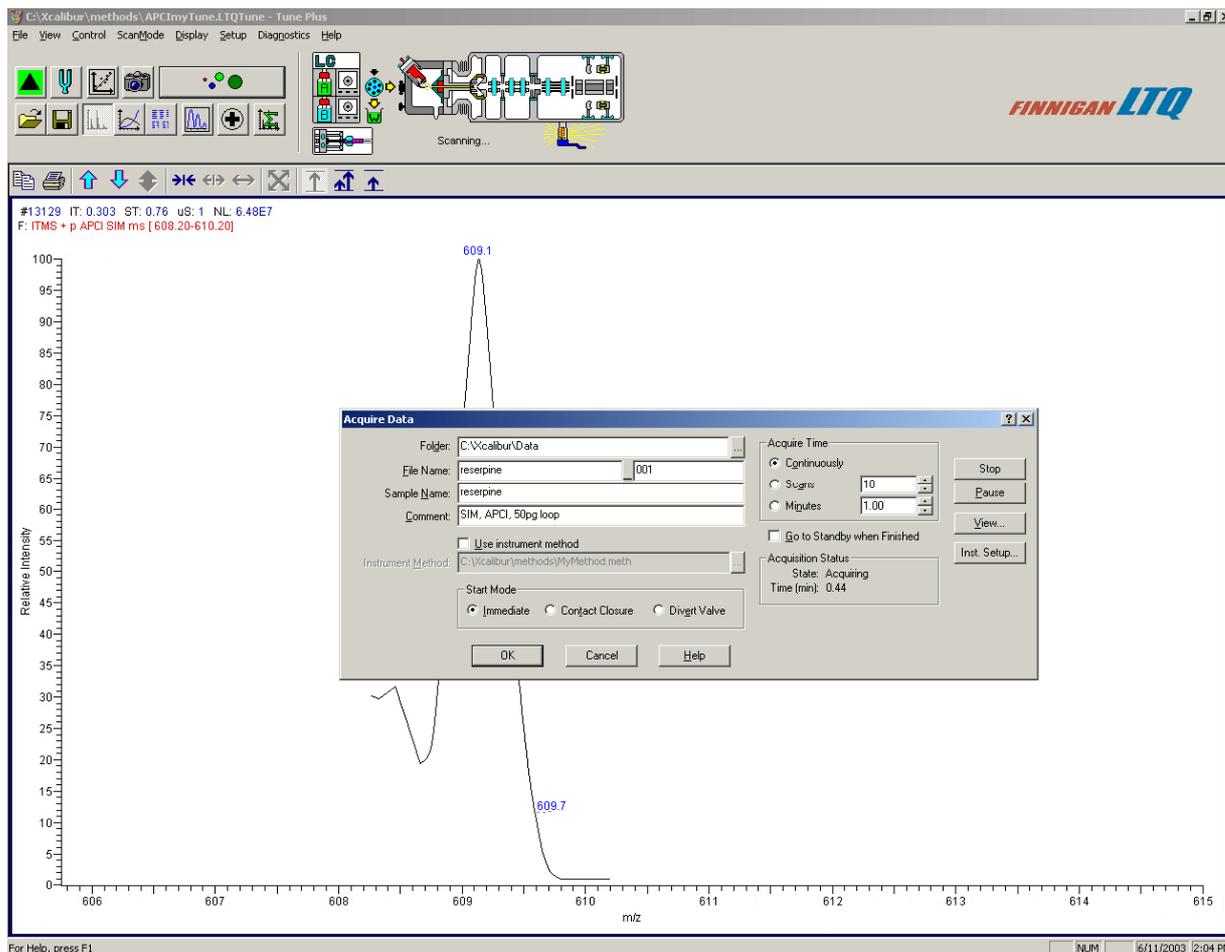


图8-5. Tune Plus窗口，图中所示是用loop环注射方式分析样品得到的利血平SIM质谱图。



9. 从Instrument Setup 工具栏注射利血平溶液到APCI 源，如下所示：
 - a. 点 Divert/Inject Valve 钮显示 Divert/Inject Valve对话框。看图 8-6

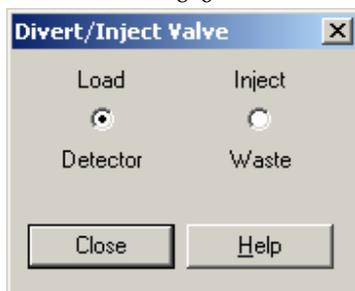


图8-6 Divert/Inject Valve对话框

- b.选Load 选钮，用125fg/ul的的利血平（或你感兴趣的分析样品）溶液装满5ul的注射loop环。
10. 在 Spectrum view（质谱图查看）页面，观察利血平（或你感

兴趣的分析样品) (m/z 609.2)的峰,

11. 按下边的重复顺序做四次利血平溶液连续注射
 - a. 选Load 选钮, 在注射环内装满浓度为125fg/ul的利血平溶液。
 - b. 选Inject 选钮注射利血平溶液到ESI 源内, 观察Spectrum view 界面.
 - c. 注射下一针以前等1分钟。
 - d. 再把11.a 到11.c步骤重复三次。
12. 在Acquire Data 对话框点**Stop**结束数据采集。

从Xcalibur Qual Browser窗口可再次查看刚得到的原始文件里的质谱和色谱图. 看图 8-7.

要获得更多关于在Xcalibur 数据系统查看用Finnigan LTQ质谱仪采集到的数据的信息, 请参考**Xcalibur Getting Productive: 定性分析**

注如果你想在APCI模式下获取二级质谱 (MS/MS) 全扫描数据, 请参考以下内容获得更多关于设置Finnigan LTQ质谱仪的信息: **设置参数采集全扫描MS/MS数据。**

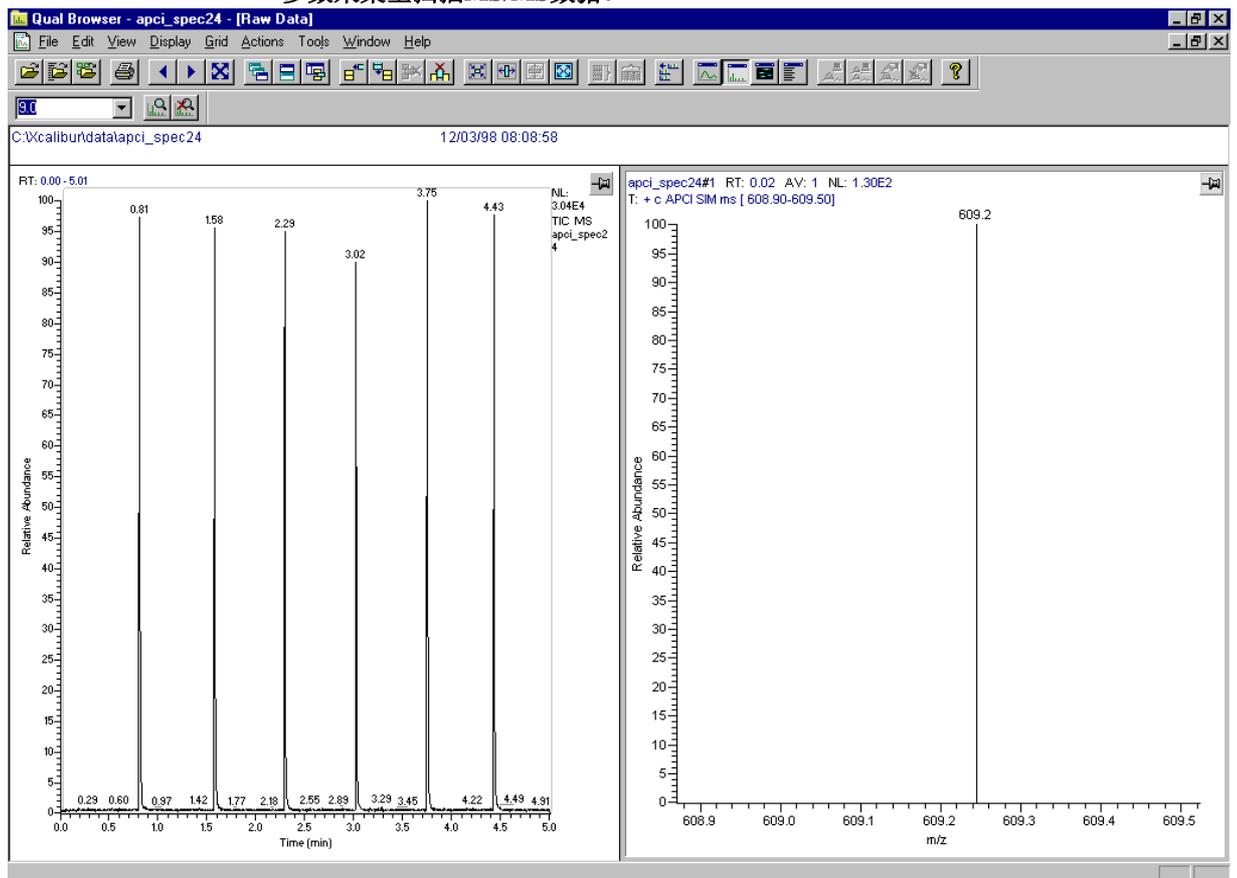


图8-7. Qual Browser窗口,图中所示是用loop环注射利血平得到的Chromatogram view (色谱图查看) (左边)和在Spectrum view (质谱图查看)里 m/z 609。

附录A 样品制备

本附录提供了几种储液的制备方法。这些溶液用于APCI/ESI系统的调谐，校正和示范。在本附录中提供了以下几种样品溶液的制备方法：

- 。 咖啡因， MRFA, and Ultramark 1621 储液
- 。 ESI 校正溶液: 咖啡因, MRFA, Ultramark 1621
- 。 利血平

当取用化学药品和未知样品时一定要注意安全。在以下操作过程中**确定你已经阅读和了解到你在以下操作过程中所用地药品地危险性**。对实验室试剂要根据试剂或溶液的特性采用不同方法处理丢弃。

材料安全数据表（MSDS）提供了危险性和有毒化学药品的综合信息。MSDS还提供以下信息：怎样正确取用样品，意外接触有毒药品的首位帮助，泼洒或泄漏的补救方法。用法律手段让化学药品的生产者和供应者在MSDS表格里为消费者提供最新健康和安

全信息。
对你用的任何化学药品都要阅读材料安全数据表的相应信息。例如以下是本手册的实验过程用到的有潜在危险性的化学药品。

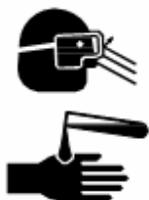
- 。 乙酸
- 。 乙腈
- 。 甲醇
- 。 利血平
- 。 甲酸

A.1 咖啡因, MRFA, and Ultramark 1621 储液

在调谐和校正ESI系统时所用的溶液是咖啡因, MRFA, and Ultramark 1621溶于含1%乙酸的乙腈: 甲醇: 水溶液里。请你按如下过程准备校正溶液:

- 。 咖啡因储液
- 。 MRFA储液
- 。 Ultramark 1621储液

注.在配件试剂盒内有咖啡因, MRFA, and Ultramark 1621药品。要订购这些药品请写信或打电话:



Sigma Chemical Company
P. O. Box 14508
St. Louis, Missouri, USA 63178-9916 (800) 325-3010 (in the USA or Canada) (314) 771-3750 (outside the USA or Canada)

警告. 避免接触潜在有毒的材料。在使用试剂或腐蚀性药品时要一直带保护性手套和安全镜。还要配备废液池, 使用合适的设施通风。请参见MSDS的信息以正确取用特定试剂。

储液: 咖啡因

溶于100%甲醇的浓度为1mg/ml的咖啡因溶液。由Finnigan LTQ系统提供。

储液: MRFA

按如下过程准备1.5ml浓度为166.7pmol/ul的50:50的甲醇: 水储液。

1. 从配件试剂盒里取出一瓶 L-methionyl-arginyl-phenylalanyl-alanine acetate H₂O (MRFA), 这种形式的MRFA平均分子量为607.7u。小心称取2.6mgMRFA样品。
2. 将MRFA溶于1ml 50:50的甲醇: 水溶液里。
3. 充分混合溶液 (5.0 nmol/uL)。
4. 转移50ul浓度为5.0nmol/ul的上述溶液到一个干净的聚丙烯管内。
5. 加1.45ml50:50的甲醇: 水溶液到聚丙烯管内。
6. 充分混匀溶液。
7. 在管上标记 *Ultramark 1621 stock solution*。

储液: Ultramark 1621

准备0.1%的Ultramark 1621 (溶于乙腈中) 的储液10ml, 如下:

1. 从配件试剂盒里取出一瓶Ultramark 1621
2. 用注射器量出10ul的Ultramark 1621溶入10ml乙腈里。
3. 充分混匀溶液。
4. 在瓶上标记Ultramark 1621储液。

进行下一个内容: ESI校正液: 咖啡因, MRFA, Ultramark 1621.

A.2 ESI校正液：咖啡因，MRFA, Ultramark 1621

准备10ml校正液，如下：

- 1.吸取200ul咖啡因储液到一个干净的干燥的10ml体积的玻璃瓶内。
 - 2.吸200ul MRFA储液于玻璃瓶中。
 - 3.吸100ulUltramark 1621储液
- 注：**量取酸性溶液只能用玻璃吸管或不锈钢注射器，用塑料枪头会污染酸性储液，从而在校正液中引入污染。
- 4.吸100ul冰醋酸于玻璃瓶中。
 - 5.吸5ml乙腈于玻璃瓶中。
 - 6.用50：50的甲醇：水溶液将玻璃瓶的溶液体积补平至10ml刻度线。
 - 7.充分混匀校正液。
 - 8.将溶液装入干净的小瓶。
 - 9.在小瓶上标记*ESI Calibration Solution*储存在冰箱中备用。

A.3 利血平

按以下提供的的指导过程准备利血平储液，再经一系列稀释制成样品溶液。

储液：利血平

准备浓度为1ug/ul溶于50：50的异丙醇：水（n-丙醇：水）。

- 1.从配件试剂盒里取出规格为1g的利血平小瓶（利血平的平均分子量为608.7u）如下：
称出1mg利血平转入聚丙烯小离心管内。
- 2.用1ml50：50的异丙醇：水（n-丙醇：水）溶解成利血平溶液。
- 3.确定样品充分溶解在溶液中。
- 4.在管上标记：*Reserpine Stock Solution (1ug/ul)*保存在冰箱内备用。

ESI / APCI样品溶液：利血平

准备溶于含1%乙酸的50：50的甲醇：水溶液中浓度为125fg/ul（205amol/ul

）的样品溶液1ml.如下所示：

- 1.吸100ul利血平储液（1ug/ul）于聚丙烯小离心管内。
- 2.加900ul含1%乙酸的50：50的甲醇：水溶液于上述离心管内。
- 3.充分混匀溶液（100ng/ul）。
- 4.转移10ul 100ng/ul的溶液于一个干净的聚丙烯离心管内。
- 5.向管中加入990ul含1%乙酸的50：50的甲醇：水溶液。
- 6.充分混匀上述溶液（1ng/ul）。
- 7.吸10ul 1ng/ul的溶液于一个干净的聚丙烯离心管内。
- 8.向管中加入990ul含1%乙酸的50：50的甲醇：水溶液。
- 9.充分混匀上述溶液（10pg/ul）。
- 10.吸100ul 10pg /ul的溶液于一个干净的聚丙烯离心管内
- 11.向管中加入900ul含1%乙酸的50：50的甲醇：水溶液

12. 充分混匀上述溶液 (1pg/ul) .
13. 转移100ul 1pg /ul的溶液于一个干净的聚丙烯离心管内
14. 向管中加入700ul含1%乙酸的50： 50的甲醇： 水溶液
15. 充分混匀上述溶液 (125fg/ul)
- 16.在管上标记*ESI/APCI Sample Solution (125 fg/uL)*储存于冰箱中备用。

索引

A

Accept Optimized Value (接受优化数值) 对话框 (图), 5-9

Acquire Data 对话框

显示, 5-13, 8-5 图, 5-13, 8-5

从开始数据采集, 5-13, 8-5

从结束数据采集, 5-14, 8-7

采集数据

必备条件, 在MS/MS模式, 5-2

SIM 扫描类型, 5-12, 8-4

采用Tune Plus, 5-1, 8-1

APCI探针

图, 6-10, 8-3

安装, 6-10

APCI Source对话框

显示, 7-5

图, 7-5

APCI喷嘴

在(警告)中的避免烫伤, 2-4, 3-23

使失去能力, 2-14

APCI/MS

装配Finnigan LTQ做, 7-5

使用, 讨论, 1-5

APCI源, 看Ion Max离子源

自动调谐文件, 3-6

B

宽度聚焦, 离子树实验, 讨论, 1-23

缓冲液, 讨论, 1-10

C

咖啡因

制备校正液, A-4

重新订购(注) A-2

光谱离子, 3-10

储液小瓶

描述, A-2

注, A-2

校正对话框

描述, 1-13

显示, 3-9

图, 3-19, 3-21

状态框中的信息, 3-20

校正

讨论, 1-13

Finnigan LTQ装配, 3-14

离子, 3-10

过程, 3-19

结果(图), 3-21

溶液

警告, 4-6

制备, A-4

谱图结果(图), 3-12

注射泵装配, 3-2

毛细管, 离子传输

温度

注, 4-11

设置(图), 3-6

电压

注, 4-11

设置(图), 3-6

警告

避免烫伤

从APCI喷嘴, 2-4, 3-23, 7-13

从离子吹扫锥, 6-5

从离子传输毛细管, 2-8, 3-23

避免接触化学药品, A-2

避免被冠状放电喷嘴刺伤, 2-5, 6-6

确定氮气流入API源, 3-4

离子源暴露在氧气中, 3-22, 7-13

警告

避免系统污染, 1-14

校正液, 流速限制, 4-6

回吸进入离子源室的溶剂废液,

2-10, 6-8, 6-11

放空API源, 2-11, 6-9

清洗Finnigan LTQ, 3-22, 7-13

碰撞能量

优化, 5-8

设置, 在Define Scan对话框(注), 5-2

污染

警告, 1-14

注, 3-2

溶剂, A-4

冠状放电喷嘴

避免刺伤(警告), 2-5, 6-6

图, 2-5, 6-6

安装, 6-6

取下, 2-5

D

数据

- 采集, SIM扫描类型, 5-12, 8-4
- 回顾, 在Qual Browser 窗口 (图), 5-16, 8-8

数据依赖型离子树

- 描述, 1-24
- 图, 3-7, 4-7, 5-12, 8-4
- 利血平MS/MS设置 (图), 5-6

深度聚焦, 讨论, 1-23

对话框

- 接受优化的数值, 5-9
- 采集数据, 5-13, 8-5
- APCI源, 7-5
- 校正, 3-19
- 定义扫描, 3-7, 4-8, 5-3, 5-12, 8-4
- 转换/注射阀, 4-10, 5-14, 8-6
- ESI源, 3-6, 3-16
- 离子光镜, 3-16
- 另存为, 3-17, 4-12, 7-11
- 注射泵, 3-9, 5-4
- 调谐, 3-13, 4-10, 4-11, 7-9
- 调谐, 碰撞能量页面, 5-7
- 转换/注射阀对话框, 4-10, 5-14, 8-6
- 转换/注射阀, loop环注射(图) 5-11, 8-2

E

ESI探针

- 图, 2-13
- 已安装 (图) 6-2
- 安装, 2-12

ESI源对话框

- 显示, 3-6, 3-16
- 图, 3-6, 3-16
- 查看参数, 3-14

ESI/MS

- 定义扫描参数, 3-7
- 讨论, 1-4
- 操作指导 (表), 1-11
- 优化调谐方法, 4-1
- 准备校正液, A-4
- 装配Finnigan LTQ , 4-6
- 检查Finnigan LTQ , 3-9

实验类型

- 数据依赖型, 1-18
- 讨论, 1-16
- 一般质谱, 1-16
- 离子相关, 1-20

离子树, 1-23

F

图

- Accept Optimized Value 对话框, 5-9
- Acquire Data对话框, 5-13, 8-5
- APC三通接头线路连接, 7-3
- APCI探针, 6-10, 8-3
- APCI 探针安装, 2-3
- APCI Source对话框, 7-5
- Calibrate对话框x, 3-19
- 校正液图谱显示, 3-12
- 冠状放电喷嘴, 6-6
- Define Scan对话框, 3-7, 4-8, 5-12, 8-4
- MS/MS 全扫描设置, 5-3
- 利血平MS/MS 设置, 5-6
- Divert/Inject Valve对话框, 4-10, 5-14, 8-6
- 转换/注射阀, loop环注射的位置, 5-11, 8-2
- ESI 探针, 2-13
- ESI Source 对话框, 3-6, 3-16
- 实验模板
 - 一般质谱, 1-17
- 离子树, 1-23
- 总离子图, 1-21
- 三级, 1-19
- Ion Max离子源连接, 2-12
- 组成细节, 2-4, 2-9, 6-4, 6-7
- 已安装ESI 探针, 2-14, 6-2
- 安装, 2-6
- Ion Optics对话框, 3-16
- 离子源框, 2-10, 6-8
- 离子吹扫锥, 2-8
- loop环注射利血平, 5-15
- 利血平MS/MS质谱图, 5-9
 - 线路装配
- loop 环注射, 5-10
- 注射泵, 3-2, 3-3
- 三通接头, 4-4
- Qual Browser 窗口, 5-16, 8-8
- Save As 对话框, 3-17, 4-12, 7-11
- loop环注射的质谱结果, 8-6
- 吹扫气供应口, 2-7
- Syringe Pump对话框, 3-9, 5-4
- Tune对话框
- 碰撞能量页面, 5-7
- 自动调谐设置, 3-13, 4-10, 7-9
- Tune Plus窗口
- 自动校正结果, 3-21

自动页面, Tune对话框, 4-11, 7-9
自动调谐结果, 3-16
Wideband Activation 复选框 5-3
Finnigan LTQ
校正, 3-19
正常操作的清洗, 3-22, 7-13
讨论, 1-2
ESI/MS 模式, 检查, 3-9
流速, 讨论, 1-11
样品引入
讨论, 1-8
表, 1-9
操作指导 (表), 1-11
优化调谐方法, LC/ESI/MS操作, 4-1
处于Standby状态, 2-2
装配仪器进行 APCI/MS 操作, 7-5
装配仪器进行ESI/MS 操作, 4-6
流速
讨论, 1-11
影响(注), 3-10
注, 4-11

G

曲线图查看
显示, 3-15, 4-9, 7-8
冻结, 3-22, 7-13
观察, 3-20
指导
LC/APCI/MS 操作(表), 1-12
LC/ESI/MS操作(表), 1-12
H
主页. 见 Xcalibur

I

仪器设置窗口
描述, 1-16
显示, 2-2, 3-4
引入样品进入 Finnigan LTQ, 讨论, 1-8
Ion Max 离子源
组成(图), 2-4, 6-4
连接(图), 2-12
讨论, 1-4
确定氮气流入 (警告), 3-4
已装ESI 探针 (图), 2-14
暴露在空气中 (警告), 3-22, 7-13
图, 2-9, 6-7
安装, 6-7
安装(图), 2-6

取下, 2-6, 6-4
Ion Optics 对话框
显示, 3-14
优化的调谐 (图), 3-16
离子源框 (图), 2-10, 6-8
离子吹扫锥
防止烫伤来自 (警告), 6-5
描述, 2-7
图, 2-8
安装, 2-7
取下, 6-5
离子传输毛细管
影响信号质量 (注), 1-14
防止烫伤来自 (警告), 2-8, 3-23, 6-5
清洗, 3-23
讨论, 1-11, 4-1
冲洗, 3-24
使接触, 3-22
优化温度
讨论, 7-1, 7-8
注, 3-10, 4-11
重装, 3-23
取下, 3-23
密封, 3-23
温度指导
APCI操作, 1-12
ESI 操作, 1-12
开封, 3-24
离子树实验
宽度聚焦, 1-23
深度聚焦, 1-23
分离宽度
注, 5-5
优化, 5-2

L

loop环注射
利血平结果 (图), 5-15, 8-6
装配, 5-10, 8-2

M

方法, 调谐, 见 调谐方法
MRFA
制备校正液, A-4
制备储液, A-2
再订购 (注), A-2
谱图离子, 3-10
储液小瓶 (注), A-2
质谱仪设置页面

一般质谱实验, 图, 1-17
三级质谱实验, 图, 1-19
质谱仪, 见Finnigan LTQ
MS/MS
采集, 数据, 5-2
讨论, 1-3
N
喷嘴
冠状. 见 冠状放电喷嘴
注射器. 见 注射器
氮气
讨论, 1-7
确定流向API 源 (警告), 3-4
开始流动, 3-5
归一化碰撞能量参数, 5-2
注
不加优化采集数据, 4-1
附加参考材料, 2-3
碰撞能量, 5-2
切割PEEK管, 7-3
流速影响, 3-10
确定装配Finnigan LTQ, 调谐, 和
校正, 4-2
ESI 信号质量, 1-14
ESI 调谐文件, 3-6
离子传输毛细管温度, 4-11
优化分离宽度, 5-5
优化调谐方法, 3-14
保存调谐方法, 3-17, 4-12, 7-11
溶剂, 3-23, 7-14
Unimetrics 注射器, 3-9, 5-3
管路透镜电压, 4-11
用玻璃吸管或不锈钢注射器吸取冰乙酸, A-4
储液瓶, A-2
0

优化
辅助气, 1-7
碰撞能量, 5-8
 自动地, 5-6, 5-8
 讨论, 5-2
 注, 5-2
 保存数值, 5-8
 Finnigan LTQ
 自动地, 3-4
 讨论, 1-13
做LC/ESI/MS 操作, 4-1
离子传输毛细管温度, 3-13

分离宽度, 5-2
讨论, 5-2
注, 5-5
进行数据采集, 讨论, 1-13
溶剂pH值, 1-5
吹扫气, 1-7
调谐方法
 自动地, 4-9
 自动地 (图), 3-16
 讨论, 3-14, 4-1
 注, 3-14, 4-2
P
PEEK 管, 切割 (注), 7-3
移液管, 采用玻璃, 吸冰乙酸 (注), A-4
线路连接
 转换/注射阀 (图), 5-10
 loop环注射 (图), 5-10
 注射泵 (图), 3-2, 3-3
 注射泵, 到LC地三通接头 (图), 4-4
过程
 采集数据
 SIM 扫描类型, 5-12, 8-4
 用 Tune Plus, 5-1, 8-1
 自动校正 Finnigan LTQ , 3-19
 调谐后清洗Finnigan LTQ, 3-22, 7-13
 安装
 APCI 探针, 6-10
 冠状放电喷嘴, 6-6
 ESI 探针, 2-12
 Ion Max 离子源, 6-7
 离子吹扫锥 2-7
 优化
 APCI调谐, 7-8
 碰撞能量, 5-8
 ESI 调谐, 4-9
 分离宽度, 5-2
 制备
 校正液, A-4
 MRFA 储液, A-2
 利血平样品溶液, A-5
 Ultramark 1621 储液, A-3
 取下
 APCI 探针, 2-3
 ESI探针, 6-2
 离子吹扫锥, 6-5
 保存调谐方法, 3-17, 4-12, 7-11
 装配
 Finnigan LTQ 分析你的样品, 4-6

Finnigan LTQ 进行APCI/MS 操作, 7-5
硬件进行调谐和校正, 2-1
loop 环注射, 5-10, 8-2
注射泵, 3-2, 4-3
停止LC流动, 6-2
在 ESI/MS 模式检查Finnigan LTQ, 3-9
调谐和校正
Finnigan LTQ, 3-1
装配, 3-4
自动调谐 Finnigan LTQ
在APCI/MS模式, 7-8
在ESI/MS 模式, 3-13
用你的分析样品, 4-1

Q
Qual Browser窗口(图), 5-16, 8-8
定量实验, 1-16

R
利血平
采集, 数据, loop环注射, 5-1, 8-1
MS/MS 设置, 在Define Scan 对话框 (图), 5-6
MS/MS质谱图 (图), 5-9
制备 ESI 样品溶液, A-5
制备溶液, A-5

S
样品溶液, 利血平, 制备, A-5
Save As 对话框
显示, 3-17, 4-12, 7-11
图, 3-17, 4-12, 7-11
保存, 调谐方法图, 3-17, 4-12, 7-11
注, 3-17, 4-12, 7-11
扫描参数, 定义 (图), 3-7
鞘气流速 (图), 3-6
信号质量, ESI (注), 1-14
SIM 扫描类型, 以采集数据, 5-12, 8-4
溶液, 制备
校正, A-4
利血平, A-5
溶剂 (注), 3-23, 7-14
绕过, 让 Finnigan LTQ处于, 2-2
吹扫气供应口 (figure), 2-7
注射泵
描述, 1-8
安装注射器到, 3-2, 4-3, 7-2
位置, 3-2
线路连接, 4-3, 7-2, 7-4
线路连接(图), 7-2
从...取下注射器, 3-22, 7-13
装配仪器进行调谐和校正, 3-2
开始, 3-9, 3-14, 4-9, 5-3, 7-8
终止, 3-22, 5-8, 7-13
采用, 1-13, 1-14
Syringe Pump对话框显示, 5-4
图, 3-9, 5-4
注射器
注, 3-9, 5-3
采用不锈钢, 吸冰乙酸 (注), A-4
T
表格
ESI 操作指导, 1-11
样品引入技术, 1-9
三通接头接头, 线路连接 (图), 4-4
总离子图页面, 图, 1-21
管路透镜
自动页面, 4-11
碰撞能量页面 (图), 5-7
图, 3-13, 4-10, 7-9
显示自动调谐的设置 (图), 3-13,
4-10, 7-9
调谐方法
打开预设值, 3-6, 4-6, 7-5
保存(注), 3-17, 4-12, 7-11
Tune Plus窗口
附加参考资料 (注), 2-3
loop 环注射 (图), 5-15, 8-6
MS/MS质谱图 (图), 5-9
打开, 2-2, 3-4, 4-6
从...使Finnigan LTQ处于绕过状态, 2-2
显示最大调谐优化 (图), 3-16
显示校正结果 (图), 3-21
调谐结果 (图), 3-16, 4-11, 7-9
使用, 来采集数据, 5-1, 8-1
调谐
ESI调谐文件(注), 3-6
Finnigan LTQ
做 LC/ESI/MS 操作, 4-1
注, 3-14
电压, 3-13

U
Ultramark 1621
清洗喷雾分离器, 3-24
来自...的污染 (警告), 1-14, 4-6
从...准备校正溶液, A-4
准备...的储液, A-3
再订购 (注), A-2
来自...的质谱离子, 3-10
储液瓶 (注), A-2

Unimetrics, 注射器. 见 注射器

V

电压

自动优化, 描述, 3-1, 4-1

优化调谐 (图) 3-16

在离子光镜Ion Optics对话框显示的设置 (图)

3-16

W

宽带激活

讨论, 1-3

选项 (图), 5-3

X

Xcalibur

显示主页2, 3-4, 4-6

显示 路标查看4-6

Z

放电扫描, 讨论, 1-4, 1-2