

TSQ 系列

# TSQ Endura 和 TSQ Quantiva

入门手册

80100-97226 修订版 A 2017 年 2 月



© 2017 Thermo Fisher Scientific Inc. 保留所有权利。

EASY-Max NG、Ion Max NG 和 Optima 是商标；Unity 是注册服务标记；Hypersil GOLD AQ、TSQ Endura、TSQ Quantiva、Thermo Scientific 和 Xcalibur 是 Thermo Fisher Scientific Inc. 在美国的注册商标。

下列名称是在美国和其他国家（地区）的注册商标：Excel、Microsoft 和 Windows 是 Microsoft Corporation 的注册商标。Teflon 是 E.I. du Pont de Nemours & Co. 的注册商标。

下列名称是在美国以及可能其他国家（地区）的注册商标：APPI、PhotoMate 和 Syagen 是 Morpho Detection Inc. 的注册商标。Rheodyne 是 IDEX Health & Science, LLC. 的注册商标。Tygon 是 Saint-Gobain Performance Plastics Corporation 的注册商标。

Chemyx 是 Chemyx Inc. 的商标。MX Series II 是 IDEX Health & Science, LLC. 的商标。

所有其他商标都是 Thermo Fisher Scientific Inc. 及其子公司的财产。

Thermo Fisher Scientific Inc. 为购买产品的客户提供本文档，供其在操作产品时参考。本文档受版权保护，未经 Thermo Fisher Scientific Inc. 书面许可，严禁复制本文档或本文档中的任何部分。

本文档的内容可能随时更改，恕不另行通知。本文档中的所有技术信息仅供参考。本文档中的系统配置和规格将取代购买者先前获得的所有信息。

本文档不属于 Thermo Fisher Scientific Inc. 和购买者之间的销售合同的一部分。任何情形下，都不得使用本文档来取代或修改任何“Terms and Conditions of Sale（销售条款与条件）”，若两份文档信息发生冲突，则以“Terms and Conditions of Sale（销售条款与条件）”中的信息为准。

发行历史：修订版 A，2017 年 2 月

软件版本：（Thermo）Foundation 3.0 SP2 和更高版本，Xcalibur 3.0 和更高版本，Tune 2.1 和更高版本  
**仅供研究使用。不可用于诊断。**

## 合规性

Thermo Fisher Scientific 对其产品进行了全面测试和评估，确保完全符合相应国内和国际法规的要求。系统交付时，系统符合所有下一部分或产品名称部分说明的下列电磁兼容性（EMC）和安全标准。

对系统所做的改动可能违反一项或多项 EMC 及安全标准。对系统的改动包括更换零件或增加未经 Thermo Fisher Scientific 专门授权的部件、选项或外围设备。为确保系统持续符合 EMC 和安全标准，更换的零件和增加的部件、选项和外围设备必须从 Thermo Fisher Scientific 或其授权代理处订购。

### Low Voltage Directive 2006/95/EC

本设备符合 Low Voltage Directive 2006/95/EC 和协调安全标准 IEC/EN/CSA/ UL 61010（第三版）的要求。

### EMC Directive 2004/108/EC

本设备根据北美的 TÜV Rheinland 进行检测并符合以下 EMC 标准的要求：

47 CFR 15, Subpart B, Class A: 2012	EN 61000-3-2: 2006 + A1 + A2	EN 61000-4-5: 2006
CISPR 11: 2009 + A1	EN 61000-3-3: 2008	EN 61000-4-6: 2009
ICES-003: 2012	EN 61000-4-2: 2009	EN 61000-4-8: 2010
EN 55011: 2009 + A1	EN 61000-4-3: 2006 + A1 + A2	EN 61000-4-11: 2004
EN 61326-1: 2013	EN 61000-4-4: 2004 + A1	

## FCC 合规性声明

本设备符合 FCC 法规第 15 章。操作必须符合以下两个条件：（1）设备不会造成有害干扰，和（2）设备必接受收到的任何干扰，包括可能引起误操作的干扰。



**注意事项** 使用本设备之前，仔细阅读并了解本手册内有关本产品的安全使用和操作的各种防范措施注释、标记和符号。

## 抬举和搬运

### Thermo Scientific 仪器的注意事项

为了安全，同时为了符合相关国际法规，搬运和 / 或移动 Thermo Fisher Scientific 仪器时，**要求多人合作**。本仪器很重、很庞大，一个人无法独自安全搬运。

## 正确使用

### Thermo Scientific 仪器的注意事项

符合国际法规：本仪器必须以 Thermo Fisher Scientific 指定的方式使用，确保由仪器提供的保护不会受到损害。仪器正确使用的指定内容中不包括更换系统和部件。同样，必须从 Thermo Fisher Scientific 或其授权代理处订购要更换的部件。

## WEEE Directive 2012/19/EU



Thermo Fisher Scientific 的注册符合英国 B2B Compliance ([B2Bcompliance.org.uk](http://B2Bcompliance.org.uk)) 的要求，也符合欧盟其他国家和挪威 European Recycling Platform ([ERP-recycling.org](http://ERP-recycling.org)) 的要求。

若该产品位于欧洲，而想参与 Thermo Fisher Scientific Business-to-Business (B2B) Recycling Program (企业对企业回收计划)，通过电子邮件发送以下请求信息至 [wEEE.recycle@thermofisher.com](mailto:wEEE.recycle@thermofisher.com)：

- WEEE 产品类别
- 制造商或代理商的名称 (购买产品的地方)
- 产品的部件数，预估总重量和体积
- 提取地址和联系人 (包括联系信息)
- 适合的提取时间
- 去污染声明，声明所有危险液体或物质均已从产品上移除

有关欧盟 Restriction on Hazardous Substances (RoHS) Directive 的其他信息，在 Thermo Fisher Scientific 欧洲语言网站上搜索 RoHS。

**重要信息** 该回收计划**不是**针对生物危险产品或医疗污染产品。必须将这类产品归为生物危害废弃物，并根据当地法规处置。



## 目录

	<b>前言</b> .....	<b>xiii</b>
	访问文档.....	xiv
	特殊注意事项、符号和警告.....	xiv
	联系我们.....	xvi
<b>第 1 章</b>	<b>简介</b> .....	<b>1</b>
	电离技术.....	1
	使用 H-ESI.....	2
	使用 APCI.....	3
	使用 APPI.....	3
	使用 NSI.....	3
	LC 流速范围.....	4
	缓冲溶液类型.....	5
	Method Editor（方法编辑器）.....	6
<b>第 2 章</b>	<b>设置 API 离子源</b> .....	<b>7</b>
	准备质谱仪.....	7
	安装或拆卸 API 离子源.....	9
	安装 API 离子源.....	9
	拆卸 API 离子源.....	10
	准备 API 离子源的喷雾插件.....	10
	安装喷雾插件.....	11
	调整喷雾方向.....	11
<b>第 3 章</b>	<b>连接入口管线</b> .....	<b>13</b>
	管线连接.....	13
	设置注射泵.....	14
	设置进样技术的入口管路.....	15
	设置用于直接进样的入口.....	17
	设置已配置自动进样器的 HPLC 系统的入口.....	18
	设置未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样的入口.....	19
	设置定量环进样的入口（流动注射分析）.....	20
	连接接地两通与 H-ESI 喷雾插件.....	22

<b>第 4 章</b>	<b>使用注射泵和切换 / 进样阀</b> .....	<b>23</b>
	注射泵 .....	23
	切换 / 进样阀 .....	24
	配置 .....	25
	控制切换 / 进样阀.....	26
<b>第 5 章</b>	<b>准备系统进行校正</b> .....	<b>27</b>
	质谱仪抽真空 .....	27
	设置直接进样的注射泵 .....	29
	设置质谱仪进行校正 .....	30
<b>第 6 章</b>	<b>建立稳定的电离喷雾</b> .....	<b>31</b>
	确定 API 离子源的初始设置 .....	31
	评价喷雾稳定性 .....	32
<b>第 7 章</b>	<b>进行调谐、校正或校正检查</b> .....	<b>35</b>
	校正溶液峰值 .....	36
	系统调谐和校正 .....	37
	喷雾稳定性评价 .....	39
	系统调谐和检查 .....	39
	检查质量数位置和分辨率 .....	40
	校正质量数位置和分辨率 .....	41
	检测器增益校正 .....	41
<b>第 8 章</b>	<b>优化系统参数</b> .....	<b>43</b>
	设置化合物优化标准 .....	43
	在 Optimization（优化）窗格中优化参数.....	43
<b>第 9 章</b>	<b>采集样品数据</b> .....	<b>47</b>
	使用 Tune（调谐）应用程序采集样品数据 .....	47
	使用 Xcalibur 数据系统采集样品数据.....	49
<b>附录 A</b>	<b>使用基本的 Tune（调谐）功能</b> .....	<b>51</b>
	打开 Tune（调谐）窗口 .....	52
	设置仪器的电源模式 .....	53
	检查仪器的读回状态 .....	53
	控制注射泵 .....	54
	设置数据类型 .....	55
	设置离子极性模式 .....	55
	设置 Tune Preferences（调谐偏好） .....	56
	使用 Define Scan（定义扫描）窗格上的 Mass List Table（质量数列表 表格）.....	57
	使用 History（历史）窗格 .....	59
	使用 Favorites（收藏夹）窗格保存系统设置 .....	59



<b>附录 B</b>	<b>冲洗进样组件</b> .....	<b>61</b>
	附件 .....	.62
	校正后冲洗进样组件 .....	.63
<b>附录 C</b>	<b>制备聚酪氨酸校正溶液</b> .....	<b>65</b>
<b>附录 D</b>	<b>安装套件</b> .....	<b>67</b>
	化学品套件 .....	.67
	MS 校正套件 .....	.68
	性能指标套件 .....	.69
	<b>术语表</b> .....	<b>71</b>
	<b>索引</b> .....	<b>75</b>





图 1.	Method Editor (方法编辑器), 其中显示了实验模板	6
图 2.	MS API 离子源安装组件和离子吹扫挡锥	8
图 3.	PEEK 管和接头的正确连接 (注射器转接头组件)	14
图 4.	进样技术的示意图 (示例)	16
图 5.	接地两通的管线连接 (H-ESI 模式)	22
图 6.	注射泵设置 (顶部视图)	24
图 7.	切换 / 进样阀的位置	25
图 8.	将切换 / 进样阀配置为定量环进样口和切换阀	26
图 9.	切换 / 进样阀 (前端视图)	26
图 10.	电源输入模块 (位于仪器的右侧)	28
图 11.	TIC (总离子流) 选项已选中的 Plot Chromatogram (绘制色谱图) 对话框	33
图 12.	校正溶液在正离子极性模式中的质谱	36
图 13.	校正溶液在负离子极性模式中的质谱	37
图 14.	Calibration – Options (校正 – 选项) 页面	38
图 15.	作为 M00 多极杆补偿电压一项功能的正常化强度	39
图 16.	聚酪氨酸三聚体在峰宽为 $m/z$ 0.4 时的同位素峰	40
图 17.	聚酪氨酸 1-3-6 的误差范围	41
图 18.	在 Optimization (优化) 窗格中优化源参数	45
图 19.	示例为 $m/z$ 997.55 调谐的 RF 透镜 (SRIG RF) 优化	46
图 20.	优化结果表格示例	46
图 21.	Tune (调谐) 窗口上的 Data Acquisition (数据采集) 窗格	48
图 22.	Run Sequence (运行序列) 对话框 (其中一部分) 显示了已选择的启动仪器	49
图 23.	Change Instruments In Use (更改使用的仪器) 对话框中显示其启动仪器为 MS	50
图 24.	Tune (调谐) 窗口, 显示了 Define Scan (定义扫描) 窗格	52
图 25.	电源模式图标, 显示了已选中的图标 (模式)	53
图 26.	注射器的切换按钮	54
图 27.	Syringe (注射器) 参数框	54
图 28.	数据类型的切换按钮	55
图 29.	仪器极性的切换按钮	55
图 30.	Tune Preferences (调谐偏好) 对话框	56
图 31.	选定 Q3 Resolution (Q3 分辨率) 并将其添加至 SRM 表格中	58
图 32.	Favorites (收藏夹) 窗格	60
图 33.	State (状态) 名称框	60



# 前言

*TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 入门手册 (TSQ Endura and TSQ Quantiva Getting Started Guide)* 介绍了如何设置和校正 Thermo Scientific™ TSQ Endura™ 和 TSQ Quantiva™ 质谱系统。

本手册适用于下列 Thermo Scientific 质谱仪 (MS)：

- TSQ Endura (需要一个前级泵)
- TSQ Quantiva (需要两个前级泵)

**注释** 术语表 定义了本手册中使用的一些术语。

同时，由于本手册使用绘图的方式描述各项连接和组件相关的各个步骤，因此，不管其出现在哪里，确保从 **1** 开始。

## 目录

- [访问文档](#)
- [特殊注意事项、符号和警告](#)
- [联系我们](#)

### ❖ 若要对文档或 Help (帮助) 提出更改建议

点击下面的按钮完成有关本文档的简短调查。  
在此先对您的帮助表示感谢。



## 访问文档


TSQ Endura 和 TSQ Quantiva MS 包括完整的文档。有关系统要求，参阅 DVD 软件上的发布说明。

### ❖ 若要查看产品手册

从 Microsoft™ Windows™ 任务栏上，选择 **Start（开始） > All Programs（所有程序） > Thermo Instruments（Thermo 仪器） > model x.x（型号 x.x）**，然后打开适合的 PDF 文件。

### ❖ 若要查看 Help（帮助）

如适用，执行下列操作：

- Thermo Tune（调谐）应用程序：点击 **Options（选项）** 图标，，并选择 **Tune Help（调谐帮助）**。
- Thermo Xcalibur™ Method Editor（方法编辑器）：从 Help（帮助）菜单上选择一个选项（或按 F1 键）。

### ❖ 若要从 Thermo Fisher Scientific 网站上查看用户文档

1. 转至 [thermofisher.com](http://thermofisher.com)。
2. 将光标指向 **Services & Support（维修和支持）** 并点击左侧的 **Manuals（手册）**。
3. 在 Refine Your Search（缩小检索范围）框中，通过产品名进行检索。
4. 在结果列表中点击标题，以在浏览器中打开、保存或打印文件。

若要返回至文件列表，点击浏览器上的 **Back（后退）** 按钮。

## 特殊注意事项、符号和警告

确保了解本手册中的特殊注意事项、符号和警告标示。大部分特殊注意事项出现在框中；与安全相关的信息也标有相应的符号。某些符号同时标记在仪器上，以彩色或黑白色显示。有关完整定义，参阅表 1。

**表 1.** 注意事项、符号、标签及其含义（第 1 页，共 2 页）

注意事项、符号或标签	含义
<b>重要信息</b>	强调防止软件损坏、数据丢失或无效测试结果必需的信息；或可能包含获得产品最佳性能的重要信息。
<b>注释</b>	强调普遍关注的信息。
<b>提示</b>	强调能够帮助简化工作的信息。

表 1. 注意事项、符号、标签及其含义（第 2 页，共 2 页）

注意事项、符号或标签	含义
	<b>注意事项：</b> 阅读与该项任务相关的警示信息。
	<b>化学品危险：</b> 处理化学品时，参阅实验室安全操作规范。仅在通风或排风罩下使用挥发性化学品。当处理毒性、致癌性、致突变性、腐蚀性或者刺激性化学品时，佩戴手套和其他保护性装备。当处理浸湿的仪器部件以及废油时，使用符合规定的容器和合适的步骤进行。
	<b>热表面：</b> 待高温部件冷却后再接触 API 离子源组件。
	<b>触电危险：</b> 本仪器所用电压可能导致电击或人身伤害。进行维修服务前，关闭仪器并断开电源连接。操作此仪器时，切勿卸下顶盖。
	<b>眼睛伤害风险：</b> 喷洒出来的化学品、空气中的颗粒物或者锋利的物体可能损伤眼睛。处理化学品或对仪器进行维修服务时，务必戴上防护眼镜。
	<b>锋利物体：</b> 避免身体接触注射器针尖。

## 联系我们

	QR 二维码	电子邮箱	电话
技术支持		us.techsupport.analyze@thermofisher.com	(U.S.) 1 (800) 532-4752
客户服务和销售		us.customer-support.analyze@thermofisher.com	(U.S.) 1 (800) 532-4752
Thermo Fisher Scientific 全球联系方式		 <ul style="list-style-type: none"> <li>❖ 若要查找全球联系信息或自定义用户请求               <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 转至 <a href="https://thermofisher.com">thermofisher.com</a>。</li> <li>2. 点击 <b>Contact Us</b>（联系我们）然后选择所需支持的类型。</li> <li>3. 根据提示，键入产品名称。</li> <li>4. 使用电话号码或填写在线表格。</li> </ol> </li> <li>❖ 若要查找产品支持、知识库和资源 转至 <a href="https://thermofisher.com/us/en/home/technical-resources">thermofisher.com/us/en/home/technical-resources</a>。</li> <li>❖ 若要查找产品信息 转至 <a href="https://thermofisher.com/us/en/home/brands/thermo-scientific">thermofisher.com/us/en/home/brands/thermo-scientific</a>。</li> </ul>	

**注释** 若要提供有关本文件的反馈意见，访问 [surveymonkey.com/s/PQM6P62](https://surveymonkey.com/s/PQM6P62) 或发送电子邮件至 技术出版部门（[techpubs-lcms@thermofisher.com](mailto:techpubs-lcms@thermofisher.com)）。



## 简介

本章提供有关 TSQ Endura 和 TSQ Quantiva MS 的基本信息。有关 Thermo Tune（调谐）应用程序的使用信息，参阅附录 A，“使用基本的 Tune（调谐）功能”。有关日常操作、维护、系统启动和关闭的信息，参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册*（*TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual*）。

**注释** 为了确保质谱仪正确运行，Thermo Fisher Scientific 建议用户根据 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册*（*TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual*）。

### 目录

- 电离技术
- LC 流速范围
- 缓冲溶液类型
- Method Editor（方法编辑器）

## 电离技术

该部分简单介绍了以下电离模式：[加热电喷雾电离（H-ESI）](#)、[大气压化学电离（APCI）](#)、[大气压光电离（APPI）](#)和[纳升电喷雾电离（nanoESI 或 NSI）](#)。有关其他信息，参阅 API 离子源的相关手册。

- [使用 H-ESI](#)（通常更适用于极性化合物）
- [使用 APCI](#)（通常更适用于中等极性化合物）
- [使用 APPI](#)（通常更适用于具有一定极性和非极性的化合物）
- [使用 NSI](#)（通常更适用于肽段和蛋白质）

## 使用 H-ESI

H-ESI 是一种气相软电离技术。H-ESI 离子源将溶液中的离子转换成气相。许多以前不适合进行质谱分析的样品（例如热稳定性差的化合物或分子量大的化合物）均可以使用 H-ESI 进行分析。可以使用 H-ESI 分析溶液中的任意极性化合物离子，包括加合离子。此类化合物包括生物聚合物（例如蛋白质、肽段、糖蛋白和核苷酸）、药物及其代谢物以及工业聚合物。例如，可以分析含乙酸铵的溶液中的聚乙二醇，因为溶液中的  $\text{NH}_4^+$  离子可以与聚合物中的氧原子形成加合物。在 H-ESI 电离模式下，如果存在多电荷，质谱仪可分析的分子量范围超过 50 000 Da。

H-ESI 离子源根据分析物和溶剂的结构可生成多电荷离子。例如，蛋白质或肽段的质谱图一般包括多电荷分析物离子的分布。用户可通过数学手段处理质谱图，以测定样品的分子量。

H-ESI 既可以在正离子模式下工作，也可以在负离子模式下工作。溶液中离子的极性决定离子的极性模式：酸性分子在高 pH 溶液中形成负离子，碱性分子在低 pH 溶液中形成正离子。已安装的 H-ESI 喷雾插件可带正电或负电。当带正电时，形成正离子。当带负电时，形成负离子。

系统流速的上限为 3000  $\mu\text{L}/\text{min}$ 。但是，为获得最佳 H-ESI 性能，在 1–1000  $\mu\text{L}/\text{min}$  的范围内改变进入 MS 的流速<sup>1</sup>。这个流速范围适用于各种分离技术：CE、CEC、分析 LC、毛细管 LC 以及微孔 LC。有关说明，参阅表 2。

在 H-ESI 模式下，缓冲溶液类型和缓冲溶液浓度对灵敏度均具有明显的影响，因此必须正确选择这些变量。

大液滴具有高表面张力、低挥发性、低表面电荷、强离子溶剂化作用以及高传导率，均对 H-ESI 过程产生不利的影响。相反，H-ESI 适用于具有低表面张力、高挥发性、高表面电荷、弱离子溶剂化作用以及低传导率的小液滴。

在 H-ESI 模式下，含有机溶剂（例如甲醇、乙腈和异丙醇）的混合有机相 – 水相溶剂系统优于仅使用水相的系统。可以使用易挥发的酸和碱，但是为了得到最佳结果，切勿使用浓度高于 10 mM 的盐。注意，强无机酸和碱会严重损坏仪器。

### 重要信息 为了获得最佳 H-ESI 结果，遵守以下原则：

- 溶剂系统中不得含非挥发性盐类和缓冲溶液。例如，避免使用磷酸盐及含钾或钠的盐。使用醋酸盐或铵盐替代。不得使用强无机酸和强碱，因其会损坏仪器。
- 使用有机相 / 水相溶剂系统和挥发性酸和碱。尽量避免使用 100% 的水相溶剂。
- 若可能，优化分析物溶剂体系的 pH 值。例如，如果分析物中含有伯胺或仲胺，那么流动相应为弱酸性（pH 2–5）。酸性 pH 更有利于保留溶液中的阳离子。

<sup>1</sup> H-ESI 喷雾插件可使 1  $\mu\text{L}/\text{min}$  的低流速液体生成离子。但是，流速低于 5  $\mu\text{L}/\text{min}$  时的注意事项更多。

## 使用 APCI

与 H-ESI 类似，APCI 是一种气相软电离技术。因此，分析物和溶剂蒸气的气相酸碱度在 APCI 分析过程中起着至关重要的作用。APCI 可为具有一定挥发性的中等极性化合物提供分子量信息。APCI 一般用于分析分子量最高约为 1000 Da 的小分子。

APCI 既可以在正离子模式下工作，也可以在负离子模式下工作。对于大多数分子，正离子模式产生的离子流更强。含一个或多个碱性氮（或者其他碱性）原子的分子尤为如此。通常，生成强负离子且具有酸根分子不适用于这个规则，例如羧酸和酸醇。

一般，APCI 生成的负离子比正离子少。但是，由于负离子极性模式产生的化学噪声比正离子极性模式的低，其专属性更好。因此，负离子模式下的信噪比（S/N）更好。

系统流速的上限为 3000  $\mu\text{L}/\text{min}$ 。但是，为获得最佳 APCI 性能，在 200–2000  $\mu\text{L}/\text{min}$  的范围内改变进入 MS 的流速<sup>2</sup>。该流速范围适用的分离技术：分析 LC、微孔 LC 以及半-制备 LC。有关说明，参阅表 3。

APCI 是一种耐受性很好的电离技术。它不会受大多数变量细微变化的影响，例如，缓冲溶液类型或者缓冲溶液强度。

## 使用 APPI

APPI 也是一种软电离技术。在 APPI 模式下，当一个分子与光源（例如，Syagen Technology PhotoMate™ APPI™ 光源）中的一个光子相互作用时，即产生一个离子。APPI 使电离势低于光源发射光能的分子生成分子离子。

类固醇、碱性药物实体和农药等分子的电离势均低于阈值。由于分子中仅存在少量的能量，因此，APPI 降低了裂解。某些分子（例如，LC/MS 使用的氮鞘气、辅助气和简单溶剂）未被电离，因为其电离势比光能大。因此，得到了分析物 vs. 背景的选择性电离。

## 使用 NSI

传统电喷雾电离（ESI）使用的流速为 1  $\mu\text{L}/\text{min}$ –1  $\text{mL}/\text{min}$ 。由于发射器喷出大量液体，因此，通常要求使用干燥气、加热装置（两者或两者其一）快速去溶剂和缩小液滴。NSI（或称 nanoESI）是 ESI 的一种类型，使用的流速较低，通常为 10–1000  $\text{nL}/\text{min}$ 。NSI 一般不要求使用干燥气或加热装置。与 ESI 或 H-ESI 相比，NSI 所容许的液体组分范围更宽，包括纯水。

若降低流速，通过发射器的流动相流量则相应降低，因此生成的喷雾液滴也就较小。从而使 NSI 相对传统的 ESI 或 H-ESI 在发射器末端浓缩分析物的效果更明显，灵敏度明显增加，这一点可通过质谱仪上的信号响应得到证实。有关说明，参阅表 4。

<sup>2</sup> 对于 APCI 喷雾插件，为了维持喷雾的稳定性，流速低于 200  $\mu\text{L}/\text{min}$  时的注意事项更多。

## LC 流速范围

当改变进入质谱仪的溶剂流速时，调整以下参数：

- 对于 H-ESI 模式，需要调整喷雾电压、离子传输管和雾化器温度，以及鞘气、辅助气和吹扫气的流速。
- 对于 APCI 模式，调整电晕放电电流、离子传输管和雾化器温度，并调整鞘气、辅助气和吹扫气的流速。
- 对于 NSI 模式，调整喷雾电压、吹扫气和离子传输管温度。

以下表格列出了一定 LC 溶剂流速范围内，各离子源的使用说明（API 离子源的默认参数值）：H-ESI（表 2）、APCI（表 3）和 NSI（表 4）。

表 2. LC/H-ESI/MS 操作参数的设置说明

LC 流速 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	喷雾 电压 (V) <sup>a</sup>	鞘气 (任意 <sup>b</sup> 单位)	辅助气 (任意单位)	吹扫气 (任意单位)	离子传输 管 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	雾化器 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	氮气的 常规 消耗量 (L/min)
5	正：3500 负：-2500	5	5	0	275	20	小于 1
200	正：3500 负：-2500	35	10	0	325	275	8
500	正：3500 负：-2500	50	15	2	350	400	13
1000	正：3500 负：-2500	60	20	2	380	500	17

<sup>a</sup> 正负离子极性模式

<sup>b</sup> 任意单位

表 3. LC/APCI/MS 的操作参数设置说明

LC 流速 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )	鞘气 (任意 <sup>a</sup> 单位)	辅助气 (任意单位)	吹扫气 (任意单位)	离子传输管 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	雾化器 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	电晕 放电 电流 ( $\mu\text{A}$ ) <sup>b</sup>
200	25	5	0	250	325	正：4 负：-10
1000	45	5	0	275	500	正：4 负：-10

<sup>a</sup> 任意单位

<sup>b</sup> 正负离子极性模式

表 4. LC/NSI/MS 的操作参数设置说明

喷雾电压 (V)	吹扫气 (任意单位)	离子传输管温度 (°C)
正离子模式: 1200 负离子模式: -600	0	325

**注释** 通过 Ion Source (离子源) 窗格为实验条件的 LC 流速设定初始喷雾电压、API 气压、离子传输管温度和雾化器温度。参阅“[确定 API 离子源的初始设置](#)”。

使用 Optimization (优化) 窗格为实验优化喷雾电压和 API 气压。参阅第 8 章, “[优化系统参数](#)”。

## 缓冲溶液类型

许多 LC 应用分析使用非挥发性缓冲溶液, 如磷酸盐和硼酸盐缓冲溶液。避免使用非挥发性缓冲溶液, 因为其会导致盐类沉积在 API 离子源部件内, 例如离子传输管和喷雾插件的喷嘴内。使用非挥发性缓冲溶液, 而不清洗 API 离子源去除盐类沉积, 可能会影响喷雾的完整性。

对于 LC/MS 实验, 使用下列挥发性缓冲溶液代替非挥发性缓冲溶液:

- 乙酸
- 乙酸铵
- 甲酸铵
- 氢氧化铵
- 甲酸
- 三乙胺 (TEA)

有关推荐溶剂的列表, 参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 预安装要求手册 (TSQ Endura and TSQ Quantiva Preinstallation Requirements Guide)*。



### 注意事项 避免接触有害物质。

法律规定化学品生产商和供应商必须以化学品安全说明书 (MSDSs) 或安全说明书 (SDSs) 的形式为客户提供最新的健康和信息安全。MSDSs 和 SDSs 必须对实验室人员开放, 可供他们随时查阅。这些说明书对化学品进行了描述并总结了特定化合物的有毒有害信息。也提供了正确处理化合物的方法、发生意外暴露时的急救方法以及溅出或泄漏时的补救措施。

阅读所使用的每一种化学品的 MSDS 或 SDS。根据标准安全程序存储和处理所有化学品。当使用溶液或腐蚀性物质时, 务必佩戴保护手套和防护眼镜。也要根据 MSDS 或 SDS 的指导存储废液、使用适当的通风设施及处理所有实验室试剂。

## 1 简介

Method Editor (方法编辑器)

对于要求使用非挥发性缓冲溶液的 LC 分析应用，根据以下原则发挥仪器的最佳性能：

- 优化喷雾插件的位置。
- 安装质谱仪的可选离子吹扫挡锥。
- 将缓冲溶液的浓度降低至最小值。

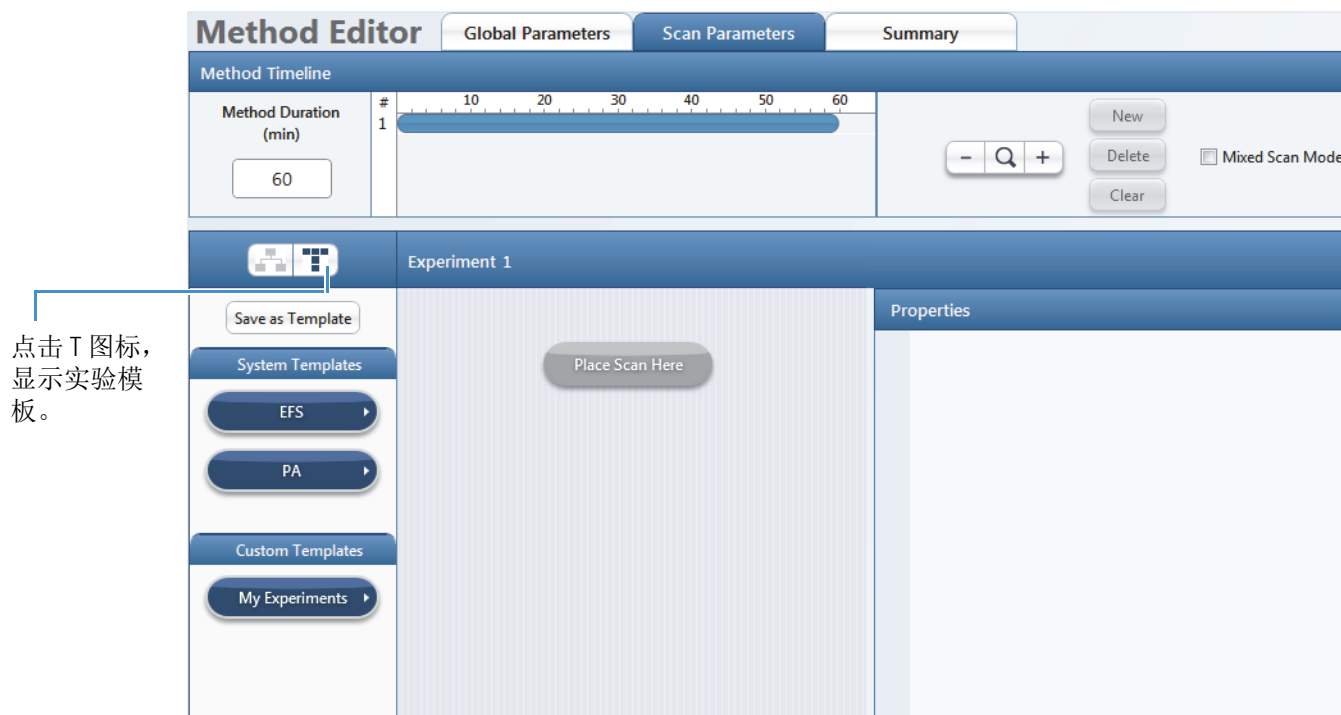
**注释** 若使用非挥发性缓冲溶液，可能需要增加 API 离子源的维护频率。

## Method Editor (方法编辑器)

使用 Xcalibur Instrument Setup (Xcalibur 仪器设置) 窗口中打开的 Method Editor (方法编辑器) (图 1) 创建实验的仪器方法。为了节省输入仪器方法参数的时间，打开欲执行实验类型的系统模板，输入实验的特定参数，然后将该条目保存为 Xcalibur 仪器方法 (.meth 文件) 的一部分。有关其他信息，参阅 Help (帮助)。

Method Editor (方法编辑器) 为多种实验类型提供默认系统模板，包括环境和食品安全 (EFS) 和肽分析 (PA)。

图 1. Method Editor (方法编辑器)，其中显示了实验模板



## 设置 API 离子源

本章介绍了有关为 H-ESI、APCI 和 APPI 实验设置 Thermo Scientific EASY-Max NG™ API 离子源（用于 TSQ Endura MS）或 Ion Max NG™ API 离子源（用于 TSQ Quantiva MS）的信息。对于 NSI 实验，使用其中一个可兼容的 Thermo Scientific 纳喷雾离子源。

质谱仪与含 H-ESI 喷雾插件的适用 API 离子源一起装运。对于 APCI 实验，订购含 APCI 喷雾插件的 APCI 安装套件（P/N OPTON-30159）。对于 APPI 实验，订购 APPI 接口套件（P/N OPTON-30185）。

### 目录

- 准备质谱仪
- 安装或拆卸 API 离子源
- 准备 API 离子源的喷雾插件

## 准备质谱仪

安装 API 离子源之前，首先按照以下步骤中指定的方式安装或拆卸离子吹扫挡锥。

**重要信息** 为了得到最佳结果，处理 API 离子源的喷雾插件或者质谱仪的离子吹扫挡锥之前务必佩戴干净手套。

### ❖ 若要使质谱仪准备就绪

1. 完成所有数据采集（若有）。
2. 打开 Tune（调谐）窗口（参阅第 52 页）。
3. 将质谱仪置于 **Off（关机）** 模式（参阅第 53 页）。

LC/MS 系统现处于关闭模式。待 API 离子源室和喷雾插件冷却至室温后，安全拆卸这些组件。

**注释** 拆卸喷雾插件或 API 离子源室之前，始终将系统置于关机模式。当系统处于关机模式时，API 气体、高压和注射泵均关闭。



4. 若要更换已安装的 API 离子源，先使其冷却至室温。

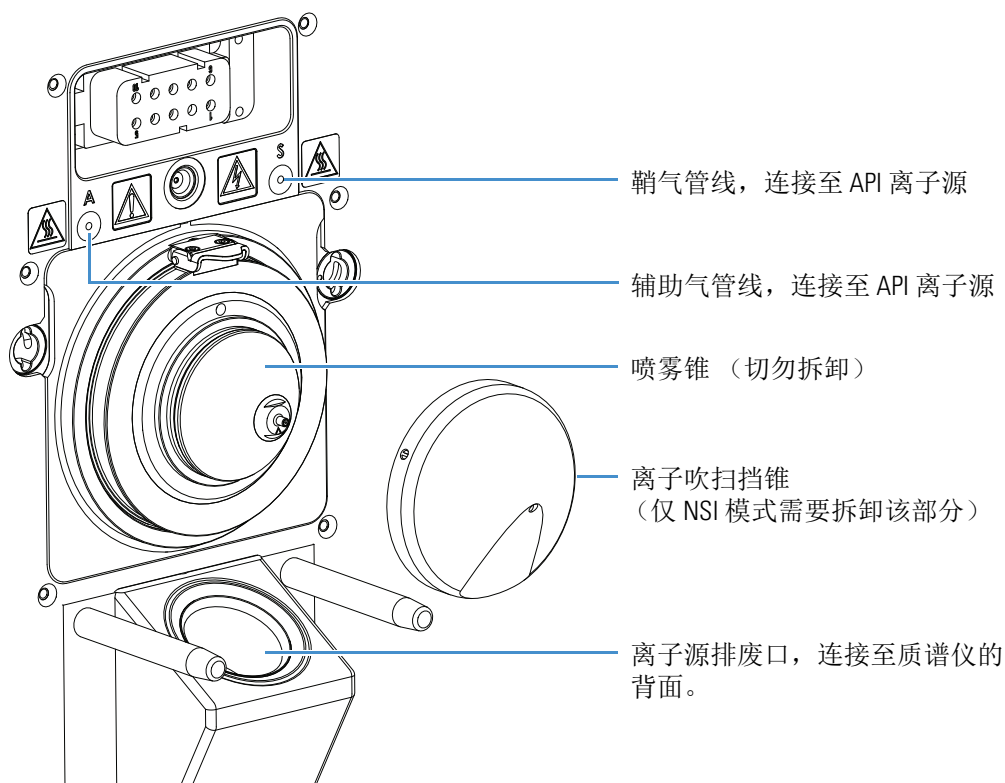
有关如何拆卸 API 离子源的说明，参阅 *Ion Max NG 和 EASY-Max NG 离子源用户手册* (*Ion Max NG and EASY-Max NG Ion Sources User Guide*)。



**注意事项 热表面。**当质谱仪正在运行时，切勿接触 API 离子源室。API 离子源室的外表面温度可能很高，会导致烫伤。

5. 根据电离模式，执行以下操作（图 2）：
- 对于 H-ESI、APCI 或 APPI 模式，在 MS 的喷雾锥上安装离子吹扫挡锥（图 2）。
  - 对于 NSI 模式，松开离子吹扫挡锥上的螺丝，然后抓住其外部突起部分并向外拉，从而将其拆卸下来。

图 2. MS API 离子源安装组件和离子吹扫挡锥





## 安装或拆卸 API 离子源

API 离子源的所有布线和气体管道均安装在内部。这表示用户可通过更改喷雾插件安装或拆卸 API 离子源，或者更改电离模式<sup>1</sup>（H-ESI、APCI 或 APPI），所有操作均无需使用任何工具。

### 安装 API 离子源

溶剂废液从 TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS 内部的 API 离子源底部流向左侧的 Drain/Waste（排放 / 废液）端口。确保溶剂废液系统按照 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 建立连接手册*（*TSQ Endura and TSQ Quantiva Getting Connected Guide*）第 3 章中的描述进行连接。

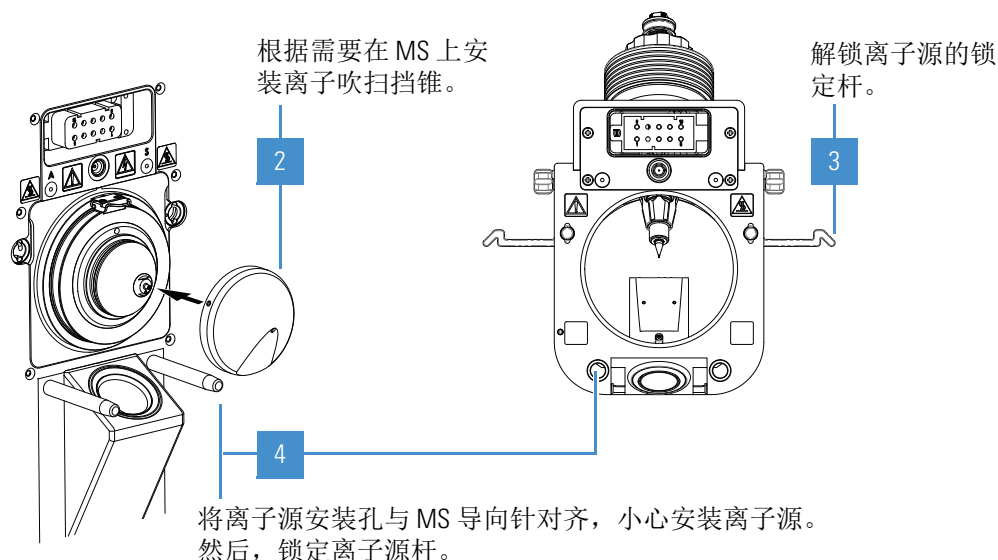
完成适合的步骤：

- 若要将 API 离子源安装至 MS 上（仪器校正和实验）
- 若要安装 NSI 离子源（实验）

#### ❖ 若要将 API 离子源安装至 MS 上

1

对于 APCI 模式，检查电晕放电针组件（图未显示）是否已安装在 API 离子源室内。有关说明，参阅 *Ion Max NG 和 EASY-Max NG 离子源用户手册*（*Ion Max NG and EASY-Max NG Ion Sources User Guide*）。



<sup>1</sup> APCI 和 APPI 模式要求用户购买并安装适合的套件。参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册*（*TSQ Endura and TSQ Quantiva Getting Connected Guide*）。

## 2 设置 API 离子源

准备 API 离子源的喷雾插件

### ❖ 若要安装 NSI 离子源

1. 按照步骤“若要使质谱仪准备就绪”进行操作。
2. 有关其他说明，参阅 NSI 离子源手册。

## 拆卸 API 离子源

若要查看离子吹扫挡锥、API 离子源接口、离子传输管、内部 APCI 电晕针（配置 APCI 离子源）或者内部 APPI 灯（配置 APPI 离子源），必须先将质谱仪上的 API 离子源拆卸下来。

### ❖ 若要拆卸 API 离子源

1. 完成所有数据采集（若有）。
2. 关闭来自 LC（或其他进样装置）的液体流路。
3. 在 Tune（调谐）窗口中，将质谱仪置于 **Off（关机）** 模式（参阅第 53 页）。



**注意事项 热表面。** 受热表面的最大安全温度为 70 °C（158 °F）。尽管离子源的温度已下降至低于该最大温度，但仍会导致严重烫伤。接触离子源之前，先使其冷却至室温（大约需要 20 分钟）。

4. 根据需要断开样品传输线与接地两通或喷雾插件之间的连接。
5. 解锁离子源的锁定杆。
6. 将离子源从质谱仪中直接拉出来。
7. 将离子源临时存放于安全的位置。

## 准备 API 离子源的喷雾插件

有关详细说明，参阅 *Ion Max NG 和 EASY-Max NG 离子源用户手册*（*Ion Max NG and EASY-Max NG Ion Sources User Guide*）。

- 安装喷雾插件
- 调整喷雾方向

## 安装喷雾插件

对于 H-ESI 模式，安装 H-ESI 喷雾插件并打开离子源加热器。对于 APCI 模式，安装 APCI 喷雾插件。对于 APPI 模式，用户可以使用任何一种喷雾插件；参阅 *Ion Max NG 和 EASY-Max NG 离子源用户手册 (Ion Max NG and EASY-Max NG Ion Sources User Guide)* 第 1 章中的“喷雾插件选择”。

**重要信息** 对于流速低于 50  $\mu\text{L}/\text{min}$  的实验，确保 H-ESI 喷雾插件包含低流速金属针插件。

### ❖ 若要安装喷雾插件

1. 按照步骤“安装 API 离子源”进行操作。
2. 若要在各个电离模式之间切换或者更换喷针插件，参阅 *Ion Max NG 和 EASY-Max NG 离子源用户手册 (Ion Max NG and EASY-Max NG Ion Sources User Guide)*。

## 调整喷雾方向

为了最大限度地提高灵敏度或耐用性，喷雾方向可调节几毫米。通常，优化分析物的 API 离子源参数时，需要调整喷雾的方向。根据表 5 中的说明进行调整。

**注释** 喷雾插件和加热器组件的深度和角度是不可调节的。

表 5. 加热器和喷雾插件位置的调整说明

调整控制方式	描述
<b>前后位置</b>	
1	对于 H-ESI 模式，位置 1 用于校正 MS，并用于低液体流速（小于 50 $\mu\text{L}/\text{min}$ ）。在位置 1 上，喷雾最靠近 MS 的入口。
2	位置 2（默认）用于大于 50 $\mu\text{L}/\text{min}$ 的液体流速。
3	位置 3 用于提高耐用性，例如，当使用生物基质时。在位置 3 上，喷雾与 MS 入口的距离最远。
<b>旋转位置</b>	
左侧、中心、右侧（标记）	使用中心标记将喷雾定位为最接近 MS 入口的位置。
<b>喷雾插入深度（仅 Ion Max NG 离子源）</b>	
将控制杆移动至左侧。	升起喷雾插件（H 位置）。
将控制杆移动至右侧。	降下喷雾插件（L 位置）。

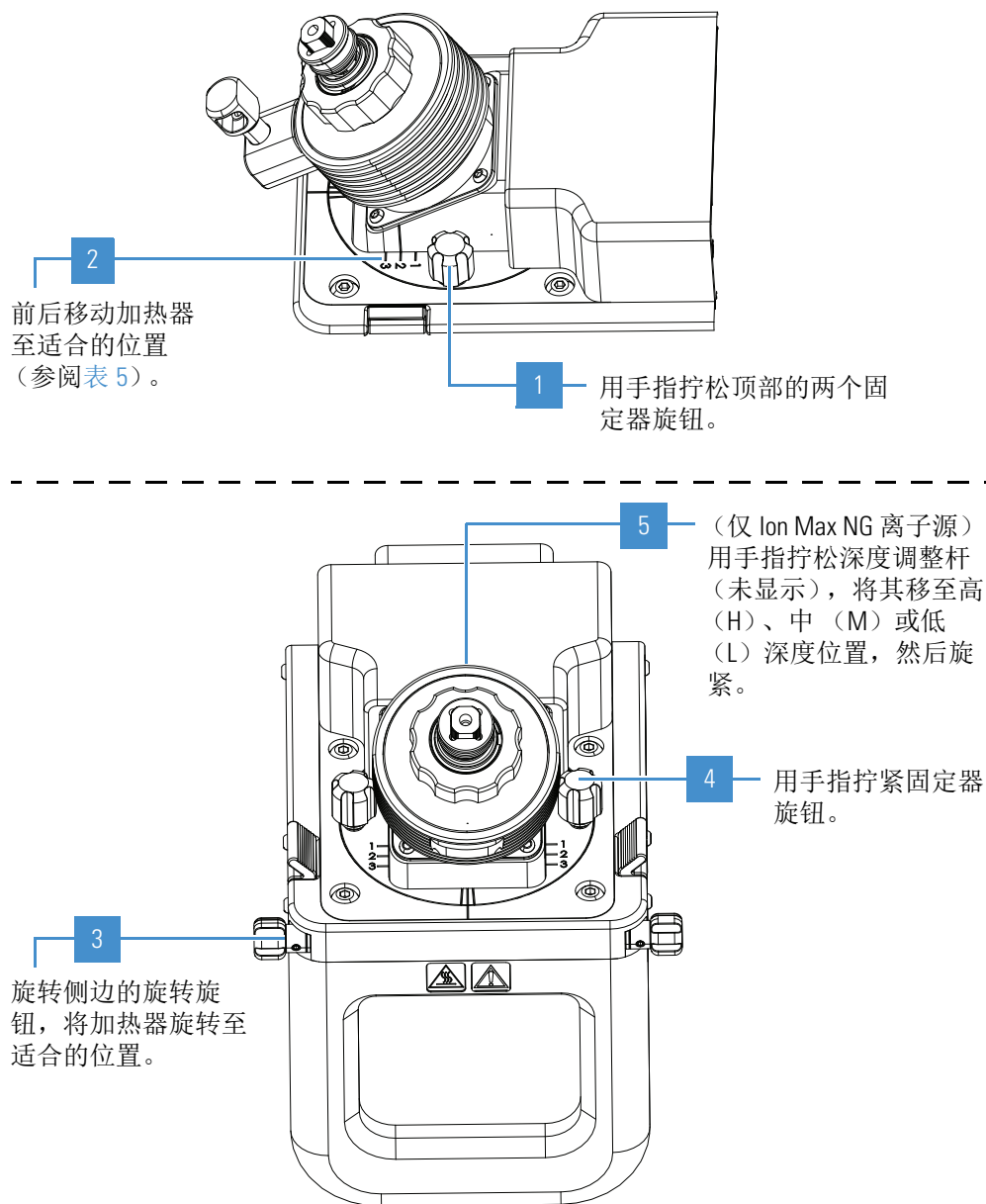
## 2 设置 API 离子源

准备 API 离子源的喷雾插件

### ❖ 若要调整喷雾方向



**注意事项 热表面。**当 MS 正在运行时，切勿接触 API 离子源室。离子源室的外表面温度可能很高，会导致烫伤。在接触离子源室之前，使其先冷却。



## 连接入口管线

本章介绍了如何为进样技术设置入口管线。有关这些技术的示意图纸，参阅图 4。有关注射泵和切换 / 进样阀的操作说明，参阅第 4 章，“使用注射泵和切换 / 进样阀”。

**重要信息** 高浓度化合物优化溶液可能污染系统，例如 reserpine（利血平）样品溶液。为了得到最佳结果，采用 LC 自动定量环流动注射技术将优化溶液注入 MS。

MS 校正套件和 性能指标套件包含入口管线连接所需的部件（参阅第 67 页）。

### 目录

- 管线连接
- 设置注射泵
- 设置进样技术的入口管路
- 连接接地两通与 H-ESI 喷雾插件

## 管线连接

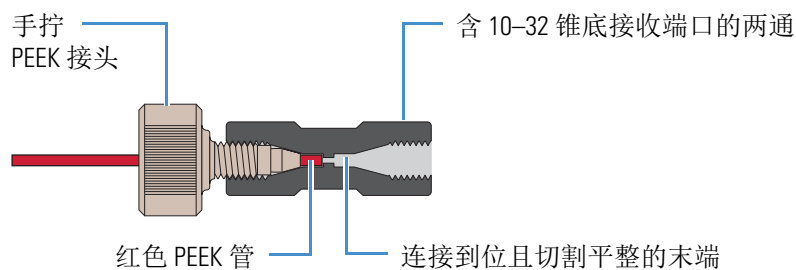
随订单运送的模块式切换 / 进样阀是一个双位置的 Rheodyne™ 六通进样阀。其端口使用标准的 10–32 接头，适用于高压及 1/16 in. OD 管。若要将高压管与该阀相连，使用 MS 校正套件中提供的一件式手拧接头（参阅第 68 页）。

**重要信息** 若要帮助确认喷雾稳定性，确保所有 PEEK 管没有卷曲、扭结或损坏。

当进行管线连接时确保以下事项：

- PEEK 管的末端切割平整（图 3）。为了得到最佳结果，使用聚合物管切割器进行切割，确保切割平整。管切割不平整会影响流体流动。
- 该 PEEK 管与 LC 两通的 10–32 锥底接收端口的底端连接。管没有连接到位会增加色谱系统的死体积。
- 接头切勿过度拧紧。仅用手指拧紧 PEEK 接头，不得使用扳手。过度拧紧 PEEK 接头会导致漏液。

图 3. PEEK 管和接头的正确连接（注射器转接头组件）



## 设置注射泵

使用注射泵将样品直接注入 API 离子源、将样品注入由 LC 泵形成的溶剂液流中，或自动上样至切换 / 进样阀。



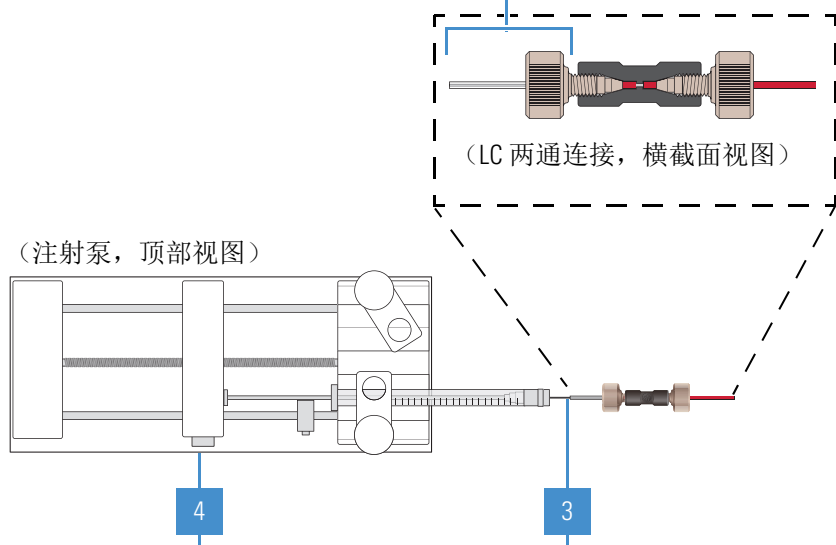
**注意事项 锋利物体。** 注射器针会刺破皮肤。处理时请小心。

**重要信息** 若要尽可能减少交叉污染的可能，执行下列操作：

- 每类溶液使用不同的注射器和不同长度的 PEEK 管。
- 将注射器重新插入注射器转接头组件上之前，用干净的无尘纸擦拭针尖。

### ❖ 若要设置注射泵

- 1 (图未显示) 将样品溶液载入干净的 500  $\mu\text{L}$  注射器中。
- 2 使用两件式手拧接头将一段长 4 cm (1.5 in.) 的 Teflon™ 管连接至 (黑色的) LC 两通上。



4 按住注射泵的释放按钮, 缓慢推动推动器模块, 直到接触注射器活塞。

3 握住注射器活塞的适当位置, 小心将注射器针尖一端插入 Teflon 管的自由端。然后, 将注射器装在注射泵上, 使末端凸缘背向注射泵。

**注:** 必要时, 使用注射器针尖将 Teflon 管路末端的开口稍微扩大。

## 设置进样技术的入口管路

TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS 含一个外部注射泵和切换 / 进样阀。若要将样品送入 API 离子源, 使用下列相应步骤:

- 设置用于直接进样的入口
- 设置已配置自动进样器的 HPLC 系统的入口
- 设置未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样的入口
- 设置定量环进样的入口 (流动注射分析)

图 4 总结了这些配置。

**重要信息** 若要帮助确认喷雾稳定性, 确保所有 PEEK 管没有卷曲、扭结或损坏。

### 3 连接入口管线

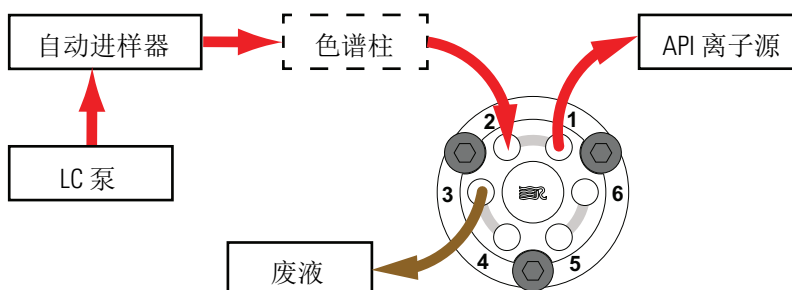
设置进样技术的入口管路

图 4. 进样技术的示意图（示例）

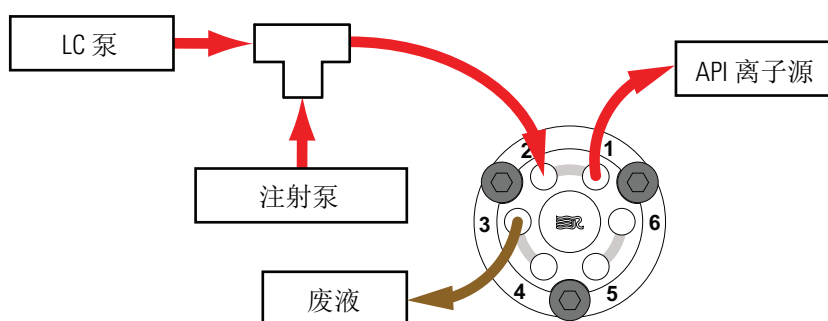
#### 直接进样



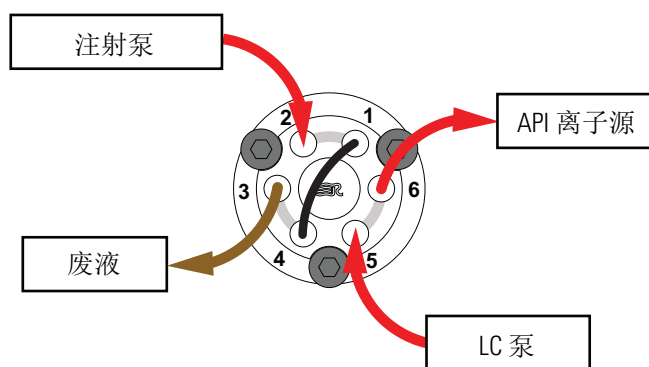
#### 配置自动进样器的 HPLC (切换阀)



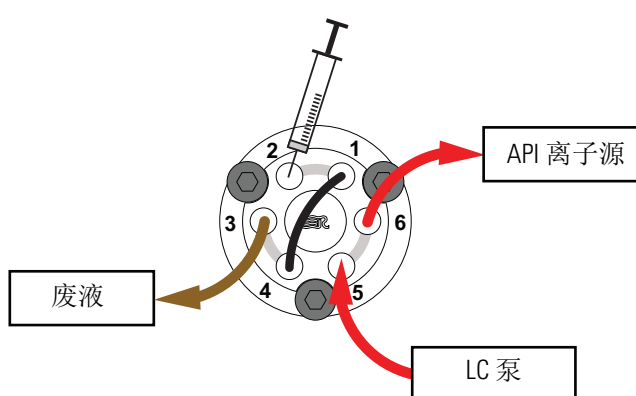
#### 未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样 (切换阀)



#### 自动定量环进样 (定量环进样口)



#### 手动定量环进样 (定量环进样口)



#### 图例

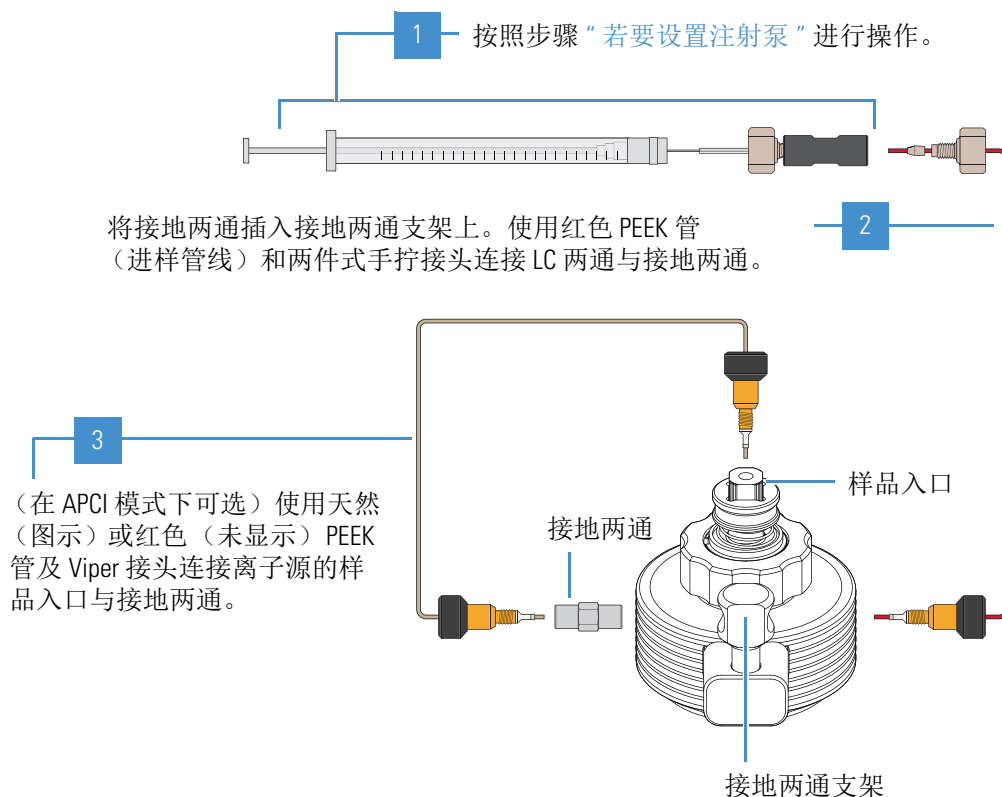
- 红色 PEEK 管
- Teflon FEP 管
- 样品定量环



## 设置用于直接进样的入口

直接进样技术使用注射泵将样品直接注入 API 离子源。若要在 H-ESI 模式中校正，使用该技术注入校正溶液并记住要使用天然 PEEK 管线。还可以使用该技术以稳定的速率注入纯分析物溶液进行定性分析，并使用注射泵在低流速下进行实验。

### ❖ 若要设置直接进样的 API 离子源（H-ESI 模式）



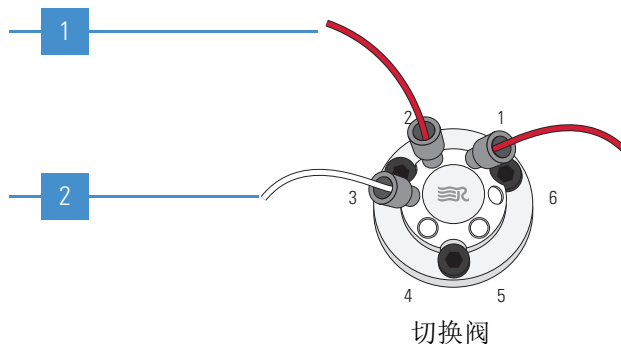
## 设置已配置自动进样器的 HPLC 系统的入口

若要自动进样一组样品，将配置自动进样器的 LC 系统与切换 / 进样阀连接，并将切换 / 进样阀连接到 API 离子源。使用自动进样器将样品溶液注入 LC 泵的液体流路中。在典型的 LC/MS 实验中，混合物进入 API 离子源之前，溶剂流路先通过 LC 色谱柱使混合物分离。

### ❖ 若要设置已配置自动进样器的 HPLC 进样系统的入口（在 H-ESI 或 APCI 模式下）

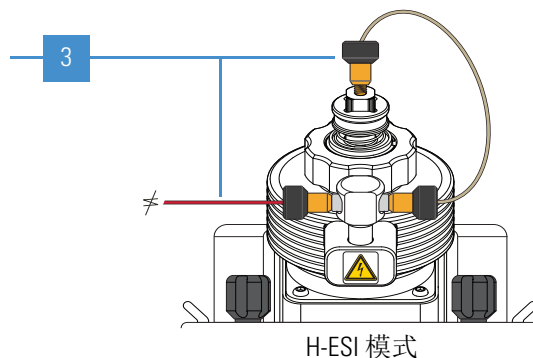
使用红色 PEEK 管连接阀门**端口 2**（使用一个一件式手拧接头）与自动进样器或 LC 泵的出口（使用适合的接头和套圈）。（可选）在 LC 设备与切换阀之间安装 LC 色谱柱。

使用 Rheodyne 接头连接 Teflon 管的一端与阀门**端口 3**。将管的另一端连接到适当的废液瓶上。



（H-ESI 模式）使用两根红色 PEEK 管进行以下连接：

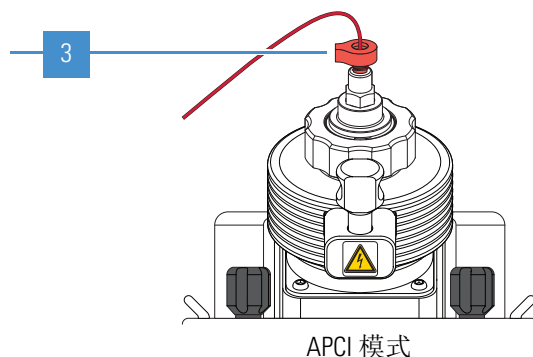
- 连接阀门**端口 1**（使用一个一件式手拧接头）与已安装的接地两通（使用一个两件式手拧接头）。
- 连接接地两通（使用一个两件式手拧接头）的另一端与 H-ESI 喷雾插件的样品入口（使用一个一件式手拧接头）。



（APCI 模式）使用红色 PEEK 管连接阀门**端口 1**（使用一个一件式手拧接头）与 APCI 喷雾插件的样品入口（使用一个两件式手拧接头）。

（可选，图未显示）若已安装 H-ESI 管路，用户可将该管路与已安装的接地两通相连。

**注：**对于 APCI 模式，若选择不使用 H-ESI 管路，则不需要移除接地杆。



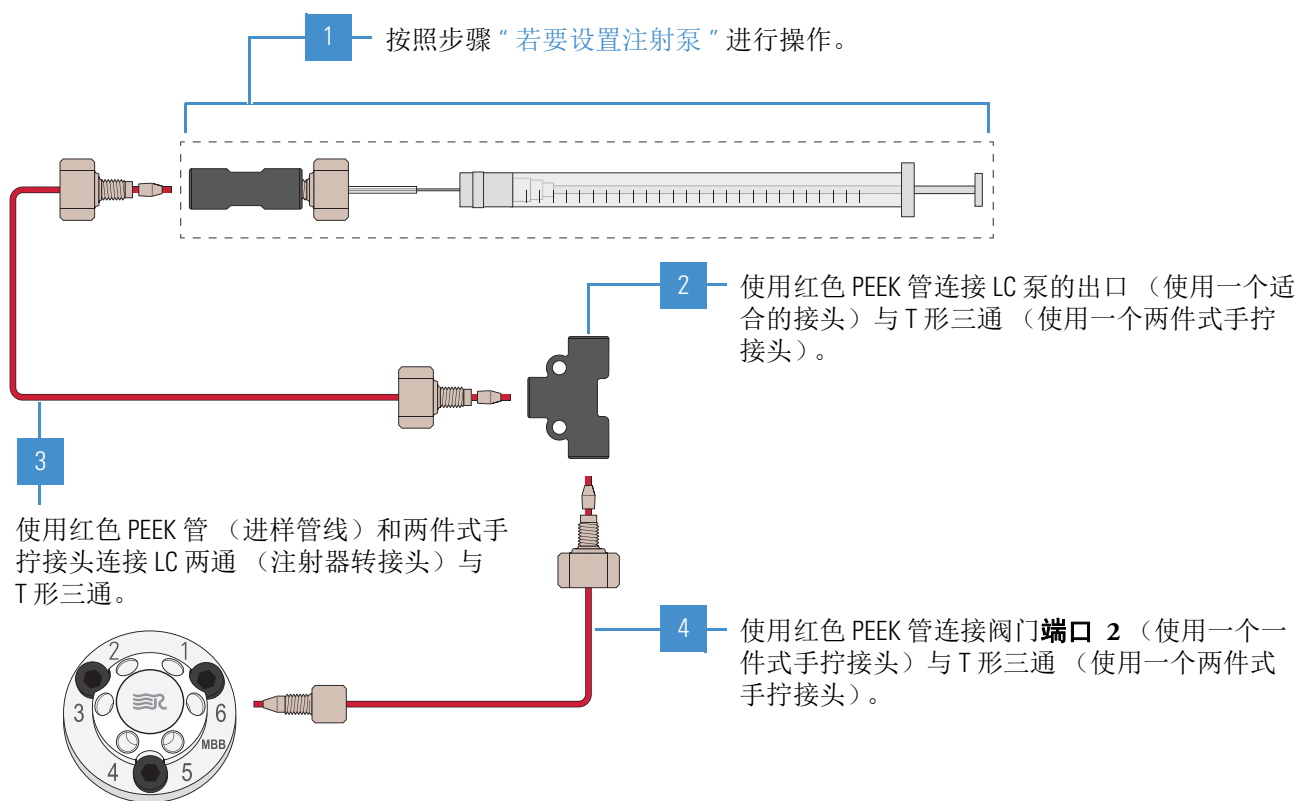
## 设置未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样的入口

高流速蠕动泵进样技术使用 LC 三通将溶剂流路从注射泵切换至 LC 泵形成的溶剂流路中。合并后的溶剂流路通过切换 / 进样阀进入 API 离子源。使用这种进样方法，使 LC 系统在较高流速下进行实验。高流速蠕动泵进样方法使相对较多的溶剂进入质谱仪，这意味着可能需要更加频繁地清洗离子喷雾锥。

当切换 / 进样阀位于 Load（上样）位置时，LC 泵的溶剂流路通过端口 6 进入阀门，然后通过 API 离子源相连的端口 5 流出阀门。当切换 / 进样阀位于 Inject（进样）位置时，LC 泵的溶剂流路通过端口 6 进入阀门，然后通过端口 1 流出阀门并流至废液。

有关阀配置的信息，参阅“配置”。

### ❖ 若要设置未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样的 API 离子源



4（图未显示）进行以下连接：

- 使用红色 PEEK 管连接阀门端口 1（使用一个一件式手拧接头）与 API 离子源（使用一个两件式手拧接头）。
- 使用一个 Rheodyne 接头连接 Teflon 管的一端与阀门端口 3。将管的另一端连接到适当的废液瓶上。

### 3 连接入口管线

设置进样技术的入口管路

## 设置定量环进样的入口（流动注射分析）

当样品量有限时，采用定量环进样技术。若要使用该技术，要将样品定量环、进样口接头（针端口）以及 LC 泵与切换 / 进样阀相连，然后将切换 / 进样阀与 API 离子源连接。当阀处于 Load（上样）位置时，注射器通过进样口接头将样品注入样品定量环，然后将进样阀的位置切换到 Inject（进样）位置。将阀切换到 Inject（进样）位置时，LC 泵的溶剂流路将样品反冲出定量环，然后进入 API 离子源。

此外，遵循以下原则：

- 当样品纯品量有限时，采用手动定量环进样进行定性或定量分析不需要进行色谱分离。
- 当样品混合物量有限时，采用手动定量环进样进行定性或定量分析需要进行色谱分离。进样阀和 API 离子源之间需要连接 LC 色谱柱。
- 进行化合物的 MS/MS 实验时，采用自动定量环进样优化 MS 的灵敏度。

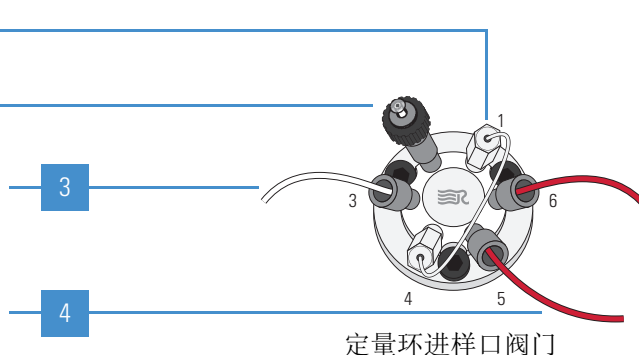
❖ 若要设置手动或自动定量环进样的入口（在 H-ESI 或 APCI 模式下）

将样品定量环连接至阀门**端口 1**和**4**。

（手动定量环）连接定量环填充器（针端口）与阀门**端口 2**。

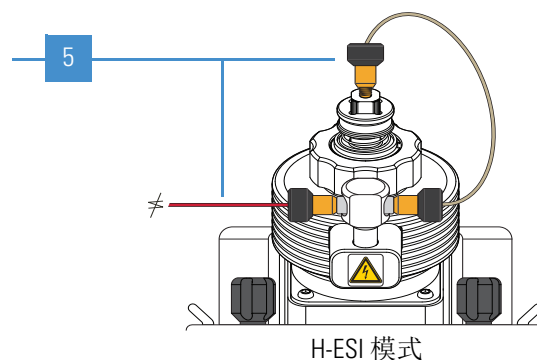
使用 Rheodyne 接头连接 Teflon 管的一端与阀门**端口 3**。将管的另一端连接到适当的废液瓶上。

使用红色 PEEK 管连接阀门**端口 5**（使用一个一件式手拧接头）与 LC 泵的出口（使用适合的接头和套圈）。



（H-ESI 模式）使用两根红色 PEEK 管进行以下连接：

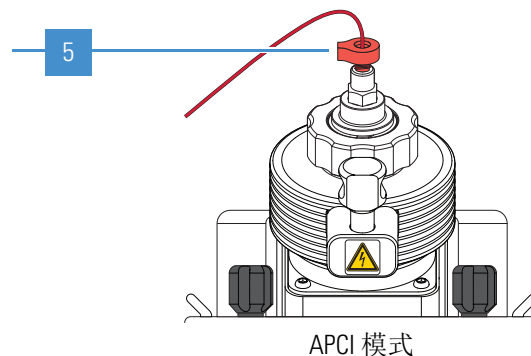
- 连接阀门**端口 6**（使用一个一件式手拧接头）与已安装的接地两通（使用一个两件式手拧接头）。
- 连接接地两通（使用一个两件式手拧接头）的另一端与 H-ESI 喷雾插件的样品入口（使用一个一件式手拧接头）。



（APCI 模式）使用红色 PEEK 管连接阀门**端口 6**（使用一个一件式手拧接头）与 APCI 喷雾插件的样品入口（使用一个两件式手拧接头）。

（可选，图未显示）若已安装 H-ESI 管路，用户可将该管路与已安装的接地两通相连。

**注：**对于 APCI 模式，若选择不使用 H-ESI 管路，则不需要移除接地杆。



6

**手动定量环进样：**（图未显示）将样品溶液载入干净注射器中，小心将注射器插入针端口上（阀门**端口 2**），然后缓慢按压注射器活塞。

**自动定量环进样：**（图未显示）移除阀门上的针端口。按照步骤“若要设置注射泵”。使用红色 PEEK 管（进样管线）将其中一端与已连接注射器（使用一个两件式手拧接头）的 LC 两通相连，将另一端连接至阀门**端口 2**（使用一个一件式手拧接头）。

### 3 连接入口管线

连接接地两通与 H-ESI 喷雾插件

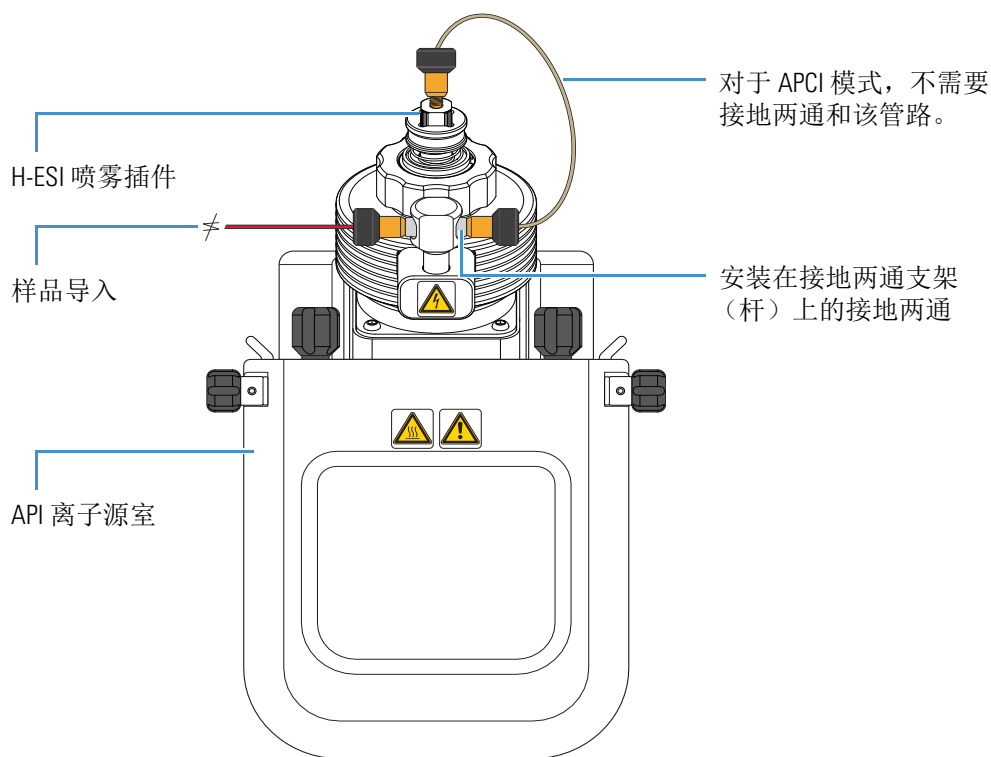
## 连接接地两通与 H-ESI 喷雾插件

图 5 显示了接地两通与 H-ESI 喷雾插件样品入口之间的连接。



**注意事项** 为了防止触电，确认使用不锈钢材质的接地两通。由非导电性材料（例如 PEEK）制成的接地两通会导致触电危险。

图 5. 接地两通的管线连接（H-ESI 模式）



## 使用注射泵和切换 / 进样阀

本章介绍了随 TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS 发运的外部注射泵和模块化切换 / 进样阀。有关安装这些组件的信息，参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 建立连接手册 (TSQ Endura and TSQ Quantiva Getting Connected Guide)*。

### 目录

- 注射泵
- 切换 / 进样阀

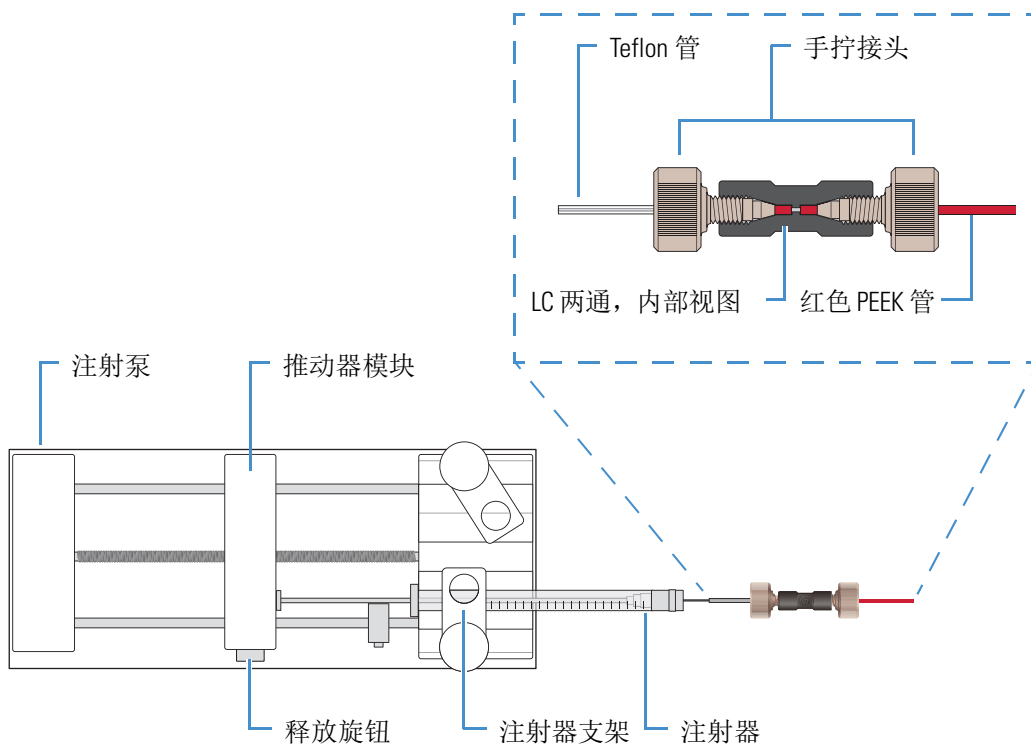
## 注射泵

外部 Chemyx™ Fusion 100T 注射泵通过样品传输线（红色 PEEK 管）将样品溶液从已安装的注射器运送至 API 离子源。装配的推动器模块（图 6）以数据系统中指定的流速推动注射器活塞。（校正的默认流速为 5  $\mu\text{L}/\text{min}$ 。）

用户可通过数据系统启动和停止注射泵；参阅数据系统 Help（帮助）中的说明。也可通过按压注射泵按钮启动和停止注射泵。

**注释** 若所使用 Fusion 100T 以外的注射泵型号，确保该泵可提供 1–5  $\mu\text{L}/\text{min}$  的稳定连续液流。

图 6. 注射泵设置 (顶部视图)



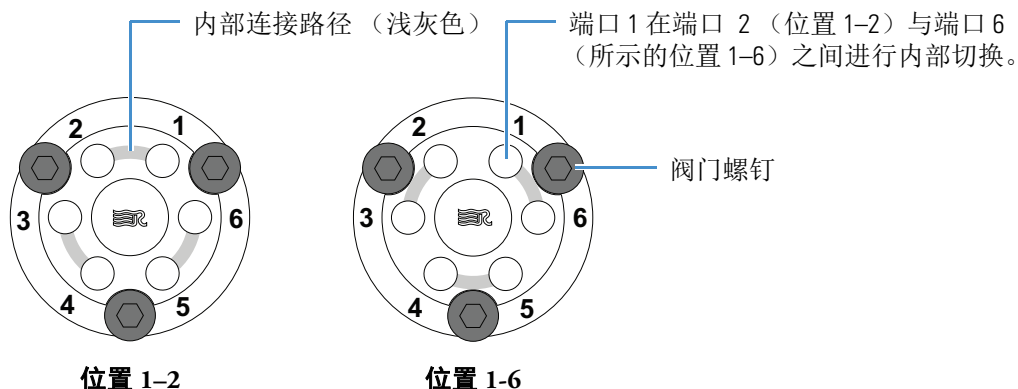
## 切换 / 进样阀

外部 Rheodyne MX Series II™ 切换 / 进样阀是一款可在两个位置之间切换的电动六通阀。在第一个位置上，端口 1 通过内部连接端口 2，端口 3 连接端口 4，端口 5 连接端口 6。在第二个位置上，阀门顺时针旋转一个位置，以使端口 1 通过内部连接端口 6，端口 2 连接端口 3，端口 4 连接端口 5。图 7 显示了这两个位置上的阀的内部流向。

Method Editor (方法编辑器) 应用程序将阀的两个位置分别识别为“1-2” (端口 1-2) 和“1-6” (端口 1-6)。



图 7. 切换 / 进样阀的位置



## 配置

可以将切换 / 进样阀配置为定量环进样口 (用于流动进样分析) 或配置为切换阀。切换阀可以将梯度起点、梯度终点或 LC 液流的任意部分转向废液。图 8 显示了这两种配置。

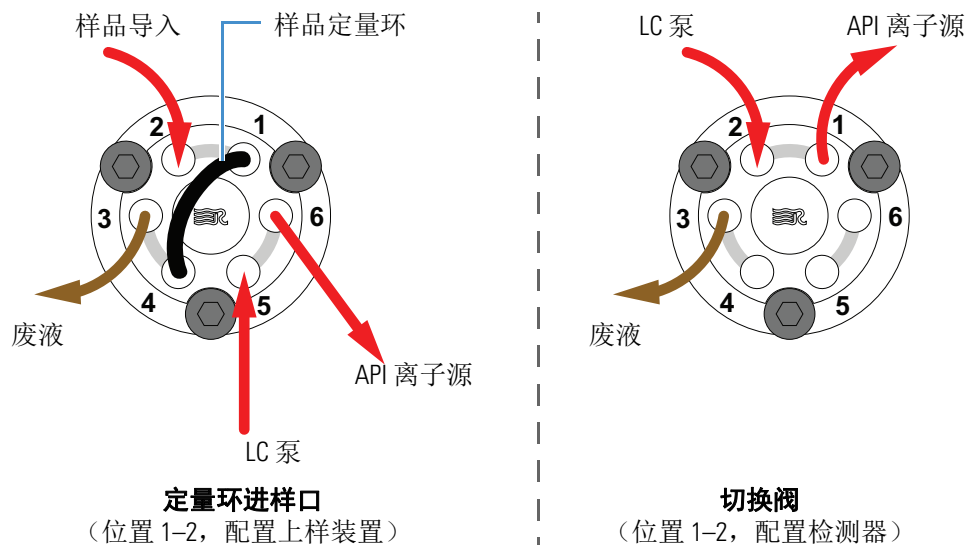
在定量环进样口阀门配置中, 阀在以下两个位置之间切换:

- 上样 (位置 1-2) —— 样品定量环与溶剂液流分开。LC 泵的溶剂液流分别通过端口 5 和 6 进入和离开阀门。当样品上样至端口 2 时, 样品分别通过端口 1 和 4 进入和离开样品定量环。当样品定量环过满时, 多余的样品通过端口 3 离开阀门, 转至废液。
- 进样 (位置 1-6) —— 样品定量环与溶剂液流的通路打开。LC 泵的溶剂液流将样品从样品定量环中冲洗出来, 然后通过端口 6 离开阀门, 流向 API 离子源。

在切换阀配置中, 阀门在以下两个位置之间切换:

- 检测器 (位置 1-2) —— LC 泵的溶剂液流通过端口 5 进入阀门, 然后通过端口 6 离开并进入 API 离子源。
- 废液 (位置 1-6) —— LC 泵的溶剂液流通过端口 5 进入阀门, 然后通过端口 4 离开并进入废液。

图 8. 将切换 / 进样阀配置为定量环进样口和切换阀

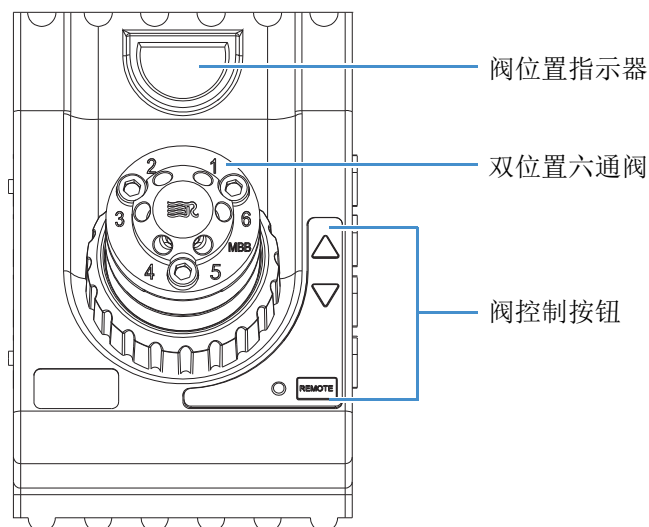


## 控制切换 / 进样阀

按照以下方法控制切换 / 进样阀：

- 使用 MS 的数据系统指定 Method Editor (方法编辑器) 中 Divert Valve Properties (切换阀属性) 窗格中的参数。有关说明, 参阅 Method Editor Help (方法编辑器帮助)。
- 当阀门为切换阀配置时, 使用阀门的控制按钮 (图 9) 在 MS 和废液之间切换 LC 液流; 当阀门为定量环进样口配置时, 使用该按钮在上样和进样模式之间切换。有关说明, 参阅制造商提供的手册。

图 9. 切换 / 进样阀 (前端视图)



## 准备系统进行校正

校正质谱仪前，遵照下列步骤准备 TSQ Endura 或 TSQ Quantiva 系统。

**重要信息** 在进行仪器校正之前，必须对 MS 系统抽真空 15 个小时。

### 目录

- 质谱仪抽真空
- 设置直接进样的注射泵
- 设置质谱仪进行校正

## 质谱仪抽真空

为帮助优化质谱仪的性能，对真空系统抽真空至少 15 小时。

### ❖ 若要对 MS 系统抽真空

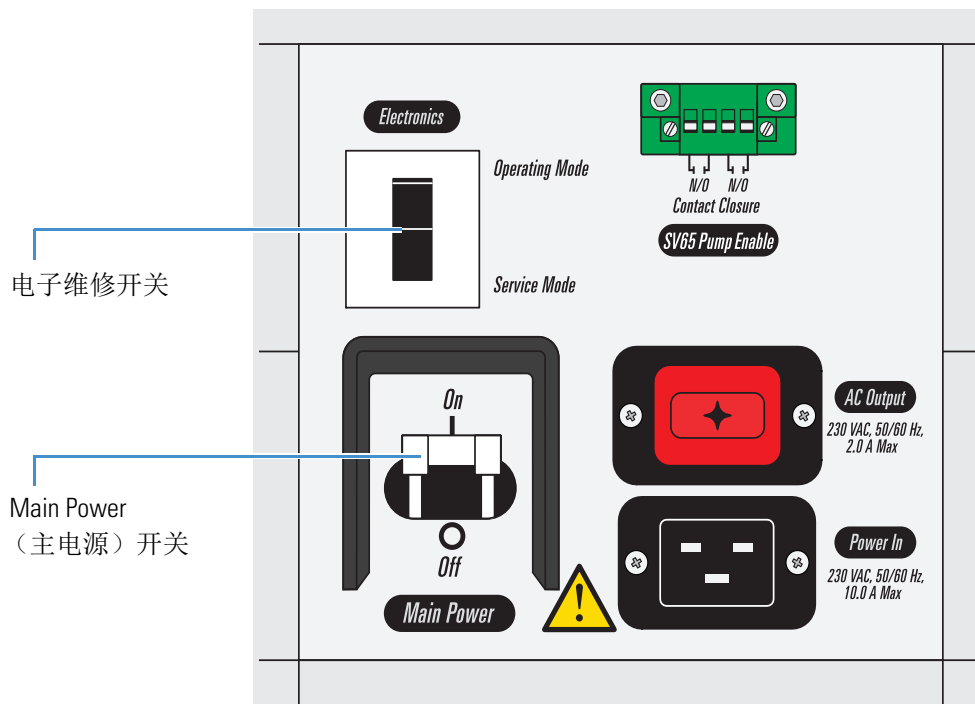
**注释** 在 Tune（调谐）应用程序中，将 MS 置于 off（关闭）模式，直至有其他指令。

1. 检查前级泵的废气排放管是否已连接在排放系统上，以及排放管路上的所有阀门是否已打开。
2. （仅 TSQ Quantiva MS）完成下列工作：
  - a. 戴上一副无尘无粉的新手套。
  - b. 取出 API 离子源和离子吹扫挡锥。
  - c. 遵照 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册*（*TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual*）第 8 章中的步骤“若要拆下离子传输管”。
  - d. 重新安装离子吹扫挡锥和 API 离子源。

3. 打开 Main Power（主电源）开关（图 10），等待 15 分钟，然后将电子维修开关置于 Operating Mode（运行模式，向上）位置。

当 MS 进入运行模式后，重启程序开始。前方面板上的 Power（电源）LED 灯变为绿色，Vacuum（真空）、Communication（通信）和 System（系统）LED 灯均保持关闭。当 MS 启动过程完成后，Vacuum（真空）和 Communication（通信）LED 灯均变为绿色，System（系统）LED 灯呈黄色。

图 10. 电源输入模块（位于仪器的右侧）



4. 等待至少 15 小时。
5. 在 Tune（调谐）窗口中，执行下列操作：
  - a. 打开 Status（状态）窗格，点击向下箭头，然后选择 **By Board（通过面板）**。
  - b. 按照以下步骤检查离子源压力计的读回值：

双击 **Source Board（离子源板）**，然后确认 Source Pressure（离子源压力）和 Analyzer Pressure（分析器压力）读回值是否低于操作阈值的限值（参阅表 6）。正常读回测量值显示一个绿色方框（■）。

表 6. 真空压力计的阈值限值

仪器	离子源压力 (Torr)	分析器压力 (Torr)
TSQ Endura	2.5	$9.0 \times 10^{-6}$
TSQ Quantiva	4.5	

6. (仅 TSQ Quantiva MS) 当压力读回值正常时, 小心的将离子传输管重新安装到加热器块中。



**注意事项** 当重新安装离子传输管时要注意预防措施:

- 戴上一副无尘无粉的新手套。
- 确认所有部件是否已正确对齐, 以防止离子传输管上的螺纹损坏。
- 注意不要折弯离子传输管。插入时旋转该管。

7. 在 MS 处于待机模式时, 在 Ion Source (离子源) 窗格中设置下列参数。

**表 7.** 抽真空程序的 API 离子源设置

参数	值
Sheath Gas (鞘气)	30
Aux Gas (辅助气)	10
Sweep Gas (吹扫气)	0
Ion Transfer Tube Temp (离子传输管温度)	350
Vaporizer Temp (汽化室温度)	120

8. 如下步骤稳定前级泵:
- a. 将一台前级泵中的浮阀打开 10 分钟, 然后关闭该阀门。
  - b. 对于 TSQ Quantiva MS, 在第二台前级泵上重复步骤 8a。

转至下一部分, “[设置直接进样的注射泵](#)”。

## 设置直接进样的注射泵

使用注射泵将校正溶液直接注入 H-ESI 离子源。

**重要信息** 为了减小交叉污染的可能, 每种类别的溶液使用不同的注射器和不同长度的 PEEK 管。

### ❖ 若要为校正溶液的直接进样设置注射泵

1. 将 500  $\mu$ L 的 ESI 负离子校正溶液加入干净的 500  $\mu$ L 注射器中。

有关提供溶液的列表, 参阅“[化学品套件](#)”。

**注释** 为了将交叉污染的可能性降至最低, 重新将注射器插入注射器接头组件中之前, 一定要用干净的无尘纸擦拭针尖 (图 3)。

2. 按照步骤“[若要设置直接进样的 API 离子源 \(H-ESI 模式\)](#)”进行操作。

3. 打开注射泵电源开关。  
电源开关位于设备背面。
4. 在 Tune（调谐）窗口中，将 MS 置于 **Standby（待机）** 模式。



**注意事项** 为了避免电击，确认接地两通是否为不锈钢材质且已完全插入接地两通支架上。

转至下一部分，“[设置质谱仪进行校正](#)”。

## 设置质谱仪进行校正

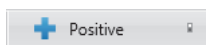
校正 MS 之前，首先设置操作参数。




**注意事项** 每日进行 MS 常规操作之前，确保 API 离子源具有足够的氮气。如果氮气不足，MS 将自动关闭，以防止空气中的氧气损坏离子源。MS 的电源打开后，如果离子源内存在氧气，则系统可能存在危险。此外，如果 MS 在分析运行时关闭，用户可能会丢失数据。

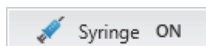
### ❖ 若要设置 MS 进行校正

1. 在 Tune（调谐）窗口中，将 MS 置于 **On（开机）** 模式。
2. 点击 **Positive (Negative)（正，负）** 选择正离子极性模式。
3. 在 Ion Source（离子源）窗格中，进行下列操作：
  - a. 在 Current LC Flow ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )（当前 LC 流速， $\mu\text{L}/\text{min}$ ）框内输入 **5**。
  - b. 点击 **Get Defaults（获取默认值）**，然后点击 **Apply（应用）**。



Tune（调谐）应用程序将 H-ESI 离子源设置为默认参数，并将更改操作记录在 History（历史）窗格中。

4. 按照以下方式设置注射泵参数：
  - a. 点击 Syringe On/Off（注射器开 / 关）按钮旁边的下拉箭头，，打开注射器参数框。
  - b. 在 Flow Rate ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )（流速， $\mu\text{L}/\text{min}$ ）框中，输入 **5**。
  - c. 在 Volume ( $\mu\text{L}$ )（体积， $\mu\text{L}$ ）列表中，选择 **500**。  
Tune（调谐）应用程序自动设置注射器体积的内径（ID）。
  - d. 点击 **Syringe On (Off)（注射器开，关）** 启动注射泵。



5. 确认系统读回是否正常（参阅[第 53 页](#)）。

质谱仪的校正步骤就此完成。转至[第 6 章](#)，“[建立稳定的电离喷雾](#)”。

## 建立稳定的电离喷雾

校正 MS 之前，确保已建立稳定的电离喷雾条件。电离喷雾的强度和稳定性主要取决于 API 离子源的性能。

### 重要信息

- 喷雾不稳定可能影响数据质量，或者导致校正不准或诊断结果不准。
- 若分析物溶液的喷雾变得不稳定，返回至本章，评价喷雾的稳定性。

### 目录

- [确定 API 离子源的初始设置](#)
- [评价喷雾稳定性](#)

## 确定 API 离子源的初始设置

在评估喷雾稳定性之前，使用 Tune（调谐）应用程序确定 API 离子源参数的初始值。这些初始设置为校正和优化系统性能提供了一个起始点。应用程序的优化设置取决于目标化合物、溶剂基质和色谱条件。

❖ 若要确定 API 离子源的初始设置

1. 在 Tune（调谐）窗口中，点击 **Ion Source（离子源）** 选项卡。
2. 在 Current LC Flow ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )（当前 LC 流速， $\mu\text{L}/\text{min}$ ）框中，键入如表 8 所述流速，然后点击 **Get Defaults（获取默认值）**。


表 8. 推荐 LC 流速

溶液类型	进样类型	LC 流速 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )
Calibration（校正）	注射器	5
Sample（样品）	注射器	3–10
	自动进样器	200

3. 点击 **Apply（应用）**。

Tune（调谐）应用程序会在 History（历史）窗格上生成一个修改记录。进入下一部分。

## 评价喷雾稳定性

使用 Plot Chromatogram（绘制色谱图）工具（）评价 API 离子源的电离喷雾。

❖ 若要评价喷雾稳定性

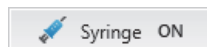
1. 打开 Tune（调谐）窗口。
2. 按照以下步骤设置系统以使用校正溶液：
  - a. 确认注射器中是否含有适合的校正溶液。
  - b. 在 Tune（调谐）窗口中，确认以下注射器和仪器设置：
    - Current LC Flow（当前 LC 流速）框中的值为  $5 \mu\text{L}/\text{min}$
    - 注射器参数框中流速为  $5 \mu\text{L}/\text{min}$ ，注射器体积为  $500 \mu\text{L}$
    - 正离子模式
    - 轮廓图数据类型
- 3.（可选）按照以下步骤设置系统以使用分析溶液：
  - 确认 LC 设备或注射器中是否含有足够量的分析物。
  - 在 Ion Source（离子源）窗格中，确认 Current LC Flow ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )（当前 LC 流速， $\mu\text{L}/\text{min}$ ）框中的值。
4. 在 Define Scan（定义扫描）窗格中，定义要评估喷雾稳定性的扫描。



5. 将质谱仪置于 **On (开)** 模式。

MS 开始扫描，并对喷雾插件施以高电压。实时质谱图出现在 Tune (调谐) 窗口中。

6. 按照以下步骤打开溶液的流路：



- 对于校正溶液，点击 **Syringe On (Off) (注射器开, 关)** 以启动注射泵。

– 或 –

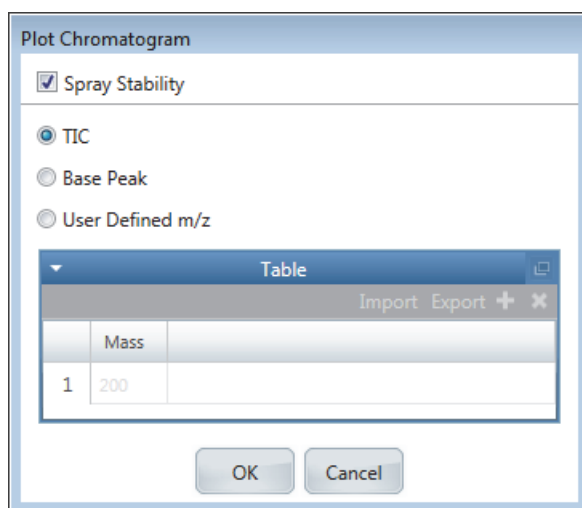
- 对于分析物溶液，打开 LC 设备或注射泵的流路。

溶液质谱图的实时绘图出现。

7. 按照以下步骤绘制完整的**总离子流图 (TIC)**和**相对标准偏差 (RSD)**图：

- 点击 **Plot Chromatogram (绘制色谱图)** 图标，，打开 Plot Chromatogram (绘制色谱图) 对话框 (图 11)。

**图 11.** TIC (总离子流) 选项已选中的 Plot Chromatogram (绘制色谱图) 对话框



- 选中 **Spray Stability (喷雾稳定性)** 复选框以监测目标离子流的相对标准偏差 (RSD)。
- 选择 **TIC (总离子流)** 选项。
- 点击 **OK (确定)**，以绘制 TIC (总离子流) 图。

Plot Chromatogram (绘制色谱图) 工具生成完整 TIC (总离子流) 图的实时谱图 (绘图)，在此可以查看信号的稳定性以及不同参数变化的影响。该工具也生成 10 Da 选择离子监测 (SIM) 扫描的 TIC (总离子流) RSD 的实时谱图，也就是当前质谱图中丰度最大的质荷比的中心值。

8. 观察 RSD 图，并评价信号稳定性的等级和最大 %RSD 值。

表 9 列出了正离子或负离子模式下稳定喷雾的标准。

表 9. 校正溶液的 %RSD 推荐值和等级

离子极性模式	可接受的信号 稳定性等级	%RSD 最大值 (阈值)
Positive (正离子)	Excellent (优异) 或 Good (良好)	15
Negative (负离子)	Excellent (优异) 或 Good (良好)	15

9. 若信号的稳定性等级为差，或者 %RSD 值高于阈值，则优化 API 离子源参数（参阅第 8 章）。

10. 对负离子极性模式重复这一步骤。

喷雾稳定性评价就此完成。

## 进行调谐、校正或校正检查

本章描述了如何在 H-ESI 模式下调谐、校正或校正检查 TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS。调谐、校正和校正评估程序要求用户将校正溶液以稳定流速注入仪器。有关如何制备校正溶液的说明，参阅附录 C，“制备聚酪氨酸校正溶液”。

**重要信息** 按照下列有关仪器错误或故障的注意事项：

- 若要降低不正确读数或仪器故障的风险，进行定期校正。
- 若要降低潜在错误的风险，始终使用质量控制和内部标准（类似化合物）监测。



**注意事项** 如果系统未完成校正程序，勿使用系统。联系 Thermo Fisher Scientific 现场服务代表。

### 目录

- 校正溶液峰值
- 系统调谐和校正
- 喷雾稳定性评价
- 系统调谐和检查
- 检查质量数位置和分辨率
- 校正质量数位置和分辨率
- 检测器增益校正

## 校正溶液峰值

校正溶液（聚酪氨酸 1-3-6）在正（图 12）和负（图 13）离子极性模式中的质谱有接近下列理论值的  $m/z$  峰值：

- 正离子模式： $m/z$  182.08， $m/z$  508.21 和  $m/z$  997.40
- 负离子模式： $m/z$  180.07， $m/z$  506.19 和  $m/z$  995.38

**重要信息** 如果用户观察到聚酪氨酸 1-3-6 质谱有在任何这些校正质量数  $\pm 10$  Da 以内的干扰峰值，按照若要冲洗进样组件程序，直至干扰质量数低于校正物离子 25% 强度。

图 12. 校正溶液在正离子极性模式中的质谱

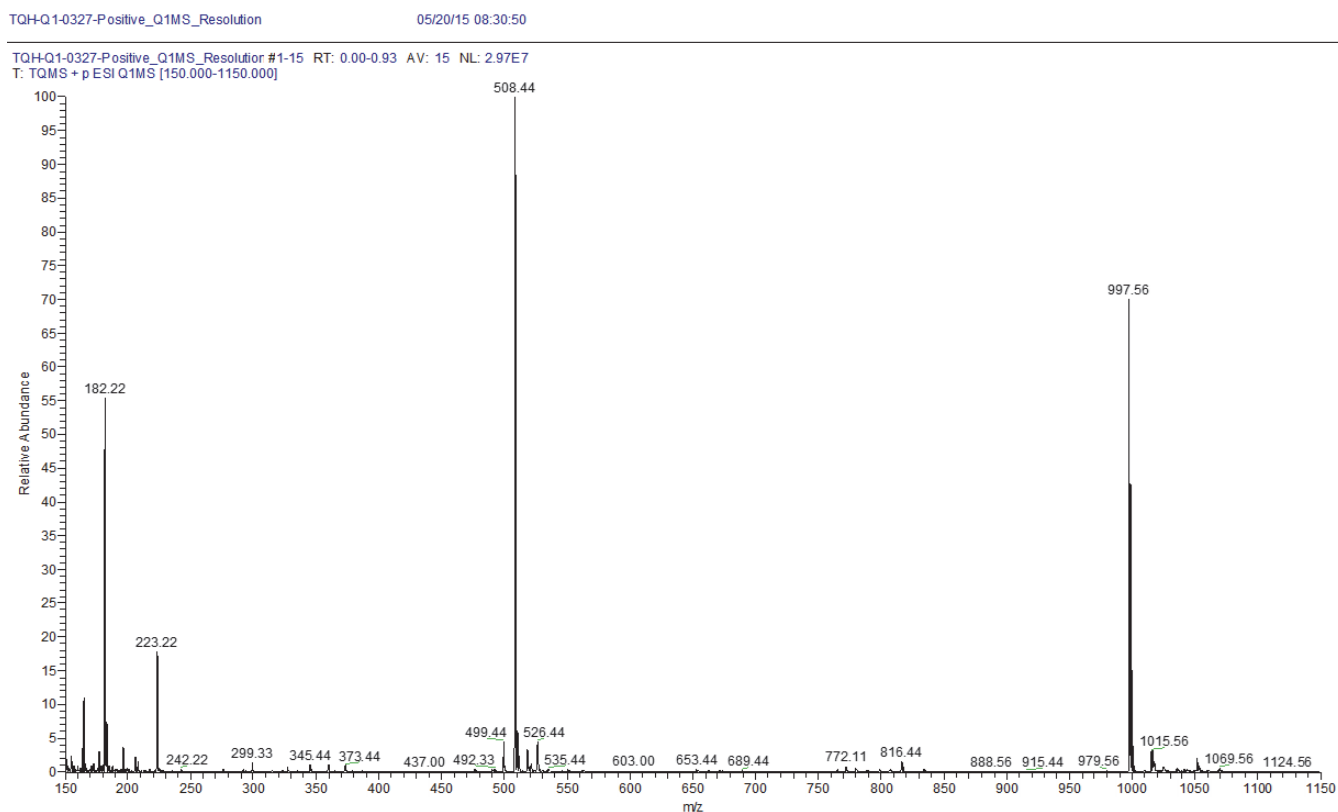
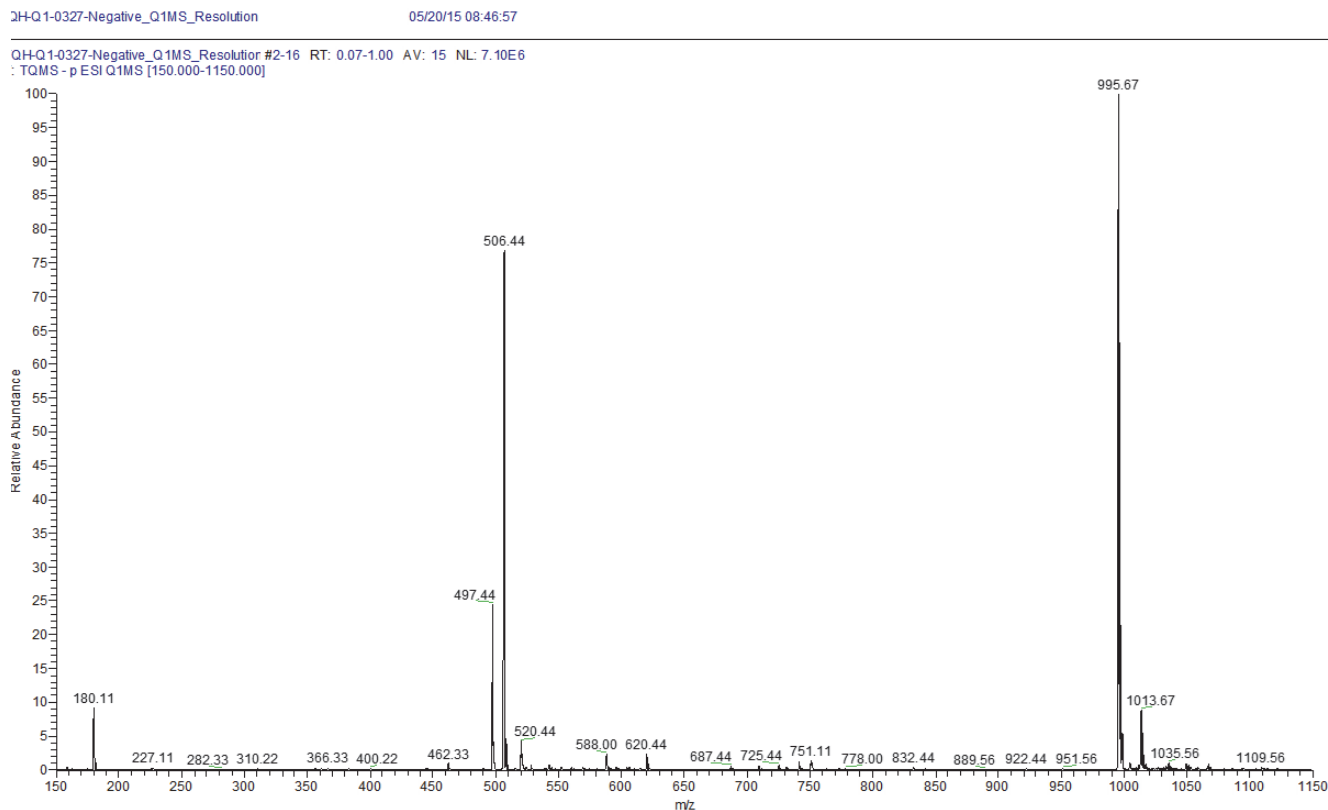


图 13. 校正溶液在负离子极性模式中的质谱



## 系统调谐和校正

校正参数是影响质量精度和分辨率的仪器参数。在采用 H-ESI 或 APCI 模式采集数据之前，在 H-ESI 模式下校正 TSQ Endura 和 TSQ Quantiva MS。一般，质谱仪每运行 1–3 个月必须进行校正，以保证质量分析器在整个质量数范围内保持最佳性能。

调谐参数是影响离子信号强度的仪器参数。有两类调谐参数：质量数依赖和化合物依赖。

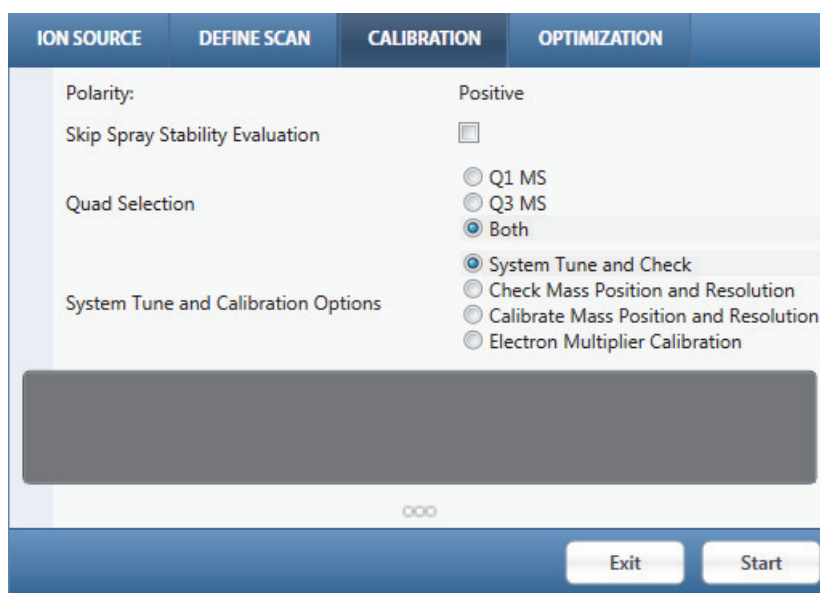
- 质量数依赖调谐参数包括 RF 透镜的 RF 电压、多极杆 M00 和 M0 的 DC 补偿电压以及透镜 L11、L12、L21、L23、L31、L33 和 L4 的 DC 补偿电压。
- 化合物依赖调谐参数包括喷雾电压（H-ESI 或 NSI 模式）或喷雾电流（APCI 模式）、鞘气压力、辅助气压力、吹扫气压力、雾化器温度和离子传输管温度。每当用户改动实验时，使用 Optimization（优化）窗格优化化合物的 API 气压和喷雾电压或喷雾电流。参阅第 8 章，“优化系统参数”。

**注释** Tune（调谐）应用程序将校正参数和质量数依赖调谐参数写入校正文件。它将化合物依赖调谐参数写入 History（历史）窗格内的一个修改记录中。可以重命名并保存修改记录，并将修改记录保存至 Tune（调谐）应用程序或 Method Editor（方法编辑器）的 Favorites（收藏夹）窗格中，以备以后使用。参阅“使用 History（历史）窗格”。

❖ 若要进行系统调谐和校正

1. 进行设置，以 2  $\mu\text{L}/\text{min}$  将聚酪氨酸 1-3-6 校正溶液注入 API 离子源。  
参阅“[设置直接进样的注射泵](#)”。
2. 将质谱仪置于 **On（开机）** 模式。
3. 在 Define Scan（定义扫描）窗格，选择 **Full Scan (Q1)（全扫描，Q1）** 或 **Full Scan (Q3)（全扫描，Q3）**。
4. 点击 **Calibration（校正）** 显示 Calibration Status（校正状态）页面，然后点击 **Calibrate（校正）** 显示 Calibration Options（校正选项）窗格（图 14）。

图 14. Calibration – Options（校正 – 选项）页面



5. 清除 **Skip Spray Stability Evaluation（跳过喷雾稳定性评价）** 复选框。
6. 在 Quad Selection（四极选择）下，选择 **Q1MS、Q3MS 或 Both（两者）** 选项。
7. 在 System Tune and Calibration Options（系统调谐和校正选项）下，选择下列选项之一：
  - [系统调谐和检查](#)
  - [检查质量数位置和分辨率](#)
  - [校正质量数位置和分辨率](#)
  - [检测器增益校正](#)
8. 点击 **Start（开始）**。
9. 该步骤完成后，选择一个报告生成选项并点击 **OK（确定）**。

**注释** 完成校正后，质谱仪将校正参数写入一个校正文件，其会覆盖之前的校正文件。用户不能替换或修改校正文件。

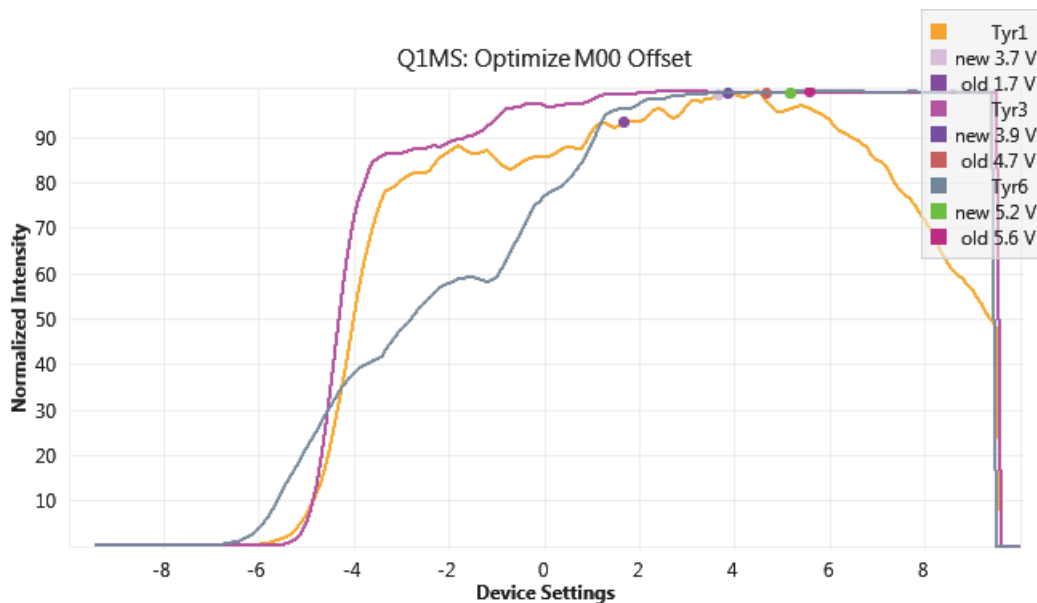
## 喷雾稳定性评价

喷雾稳定性评价生成 TIC 的实时图和 TIC 的 RSD 图。参阅“评价喷雾稳定性”。%RSD 值必须低于 15% 才能通过喷雾稳定性评价。

## 系统调谐和检查

当用户选择 System Tune and Check（系统调谐和检查）选项（图 14）时，质谱仪通过优化 RF 透镜的 RF 电压、多极杆 M00 和 M0 的 DC 补偿电压以及透镜 L11、L12、L21、L23、L31、L33 和 L4 的 DC 补偿电压使离子信号响应最大。系统为聚酪氨酸 1、3 和 6 优化参数，也为四极杆 Q1 和 Q3 进行优化。图 15 显示了聚酪氨酸 1、3 和 6 的 M00 多极杆补偿电压优化。优化完成后，系统进行质量数位置和分辨率测试。关于多极杆和透镜的描述，参阅 *TSQ Quantiva 和 TSQ Endura 硬件手册 (TSQ Quantiva and TSQ Endura Hardware Manual)*。

图 15. 作为 M00 多极杆补偿电压一项功能的正常化强度



## 检查质量数位置和分辨率

勾选复选框，定期运行检查质量数位置和分辨率评价（图 14）。若评价值不合格，运行质量数位置和分辨率校正。

在质量数位置和分辨率评价过程中，Tune（调谐）应用程序对聚酪氨酸 1-3-6 的测量同位素峰（红色曲线）与理论同位素峰（蓝色曲线）进行比较。图 16 显示了聚酪氨酸三聚体在峰宽为  $m/z$  0.4（mDa 为单位）时的实验（红色曲线）和理论（蓝色曲线）同位素峰。为聚酪氨酸 1、3 和 6，0.2（仅 TSQ Quantiva MS）、0.4 和 0.7 mDa FWHM 的峰宽以及四极杆 Q1 和 Q3 重复这一步骤。

图 16. 聚酪氨酸三聚体在峰宽为  $m/z$  0.4 时的同位素峰

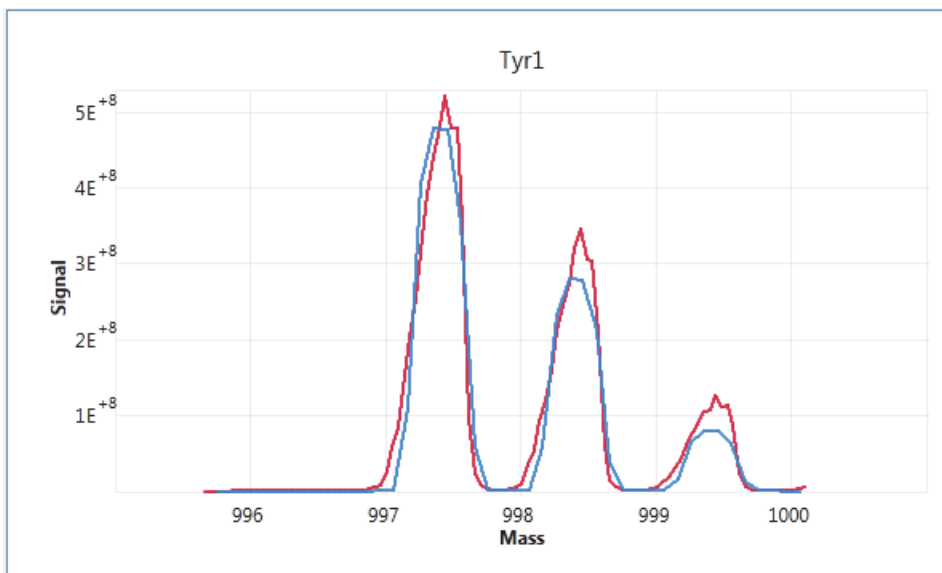
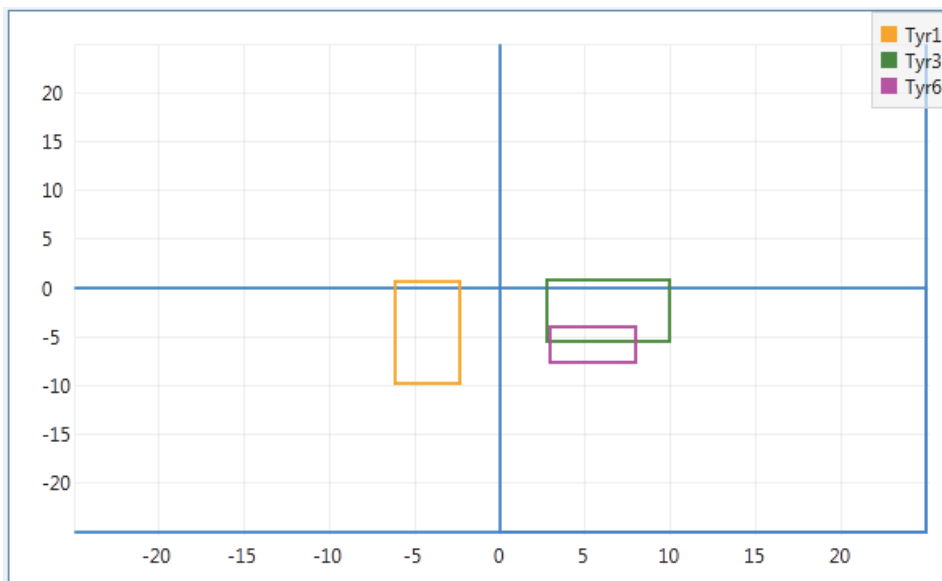


图 17 显示了聚酪氨酸 1、3 和 6 的误差范围框。 $y$  轴是与  $m/z$  0.4 的期望峰宽相比的峰宽误差范围（单位为 mDa）， $x$  轴是与期望质量数位置相比的质量数位置误差范围（单位为 mDa）。质谱仪通过大量的扫描来测量峰宽和质量数位置。与期望峰宽和期望质量数位置相比的误差范围框必须在  $\pm 20$  mDa 的范围内才能通过评价。



图 17. 聚酪氨酸 1-3-6 的误差范围



## 校正质量数位置和分辨率

若质量数位置和分辨率评价不合格，采用 Calibrate Mass Position and Resolution（校正质量数位置和分辨率）选项（图 14）进行校正。在进行质量数位置和分辨率校正过程中，校正程序不断改变应用于四极杆 Q1 和 Q3 的 RF 和 DC 电压，使聚酪氨酸同位素峰的测量峰宽和位置（红色曲线，见图 16）与其理论峰宽和位置（蓝色曲线，见图 16）拟合程度最好。为聚酪氨酸 1、3 和 6，0.2（仅 TSQ Quantiva MS）、0.4 和 0.7 mDa FWHM 的峰宽以及四极杆 Q1 和 Q3 重复这一步骤。

## 检测器增益校正

检测器增益随着电子倍增器使用时间的增加而降低。检测器增益校正增加了电子倍增器上的电压，以维持 MS 模式下  $5 \times 10^5$  的增益，以及 MS/MS 模式下  $2 \times 10^6$  的增益。若用户观察到离子信号强度衰减，可选择 Detector Gain（检测器增益）选项（图 14）。

现在，用户可以开始使用分析物溶液进行数据采集。

**重要信息** 在开始使用分析物之前，按照“若要冲洗进样组件”中的程序进行。



## 优化系统参数

完成第 7 章中的校正程序后，用户可进一步优化特定分析物的 TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS 参数。在 Tune（调谐）应用程序中，用户可在 Optimization（优化）窗格中将 API 离子源和各种仪器参数优化合并，如 RF 透镜和碰撞能量。

### 目录

- 设置化合物优化标准
- 在 Optimization（优化）窗格中优化参数

## 设置化合物优化标准

使用高流速进样技术将分析物注入质谱仪的 API 离子源。高流速进样技术采用 T 形三通将分析物从注射泵导入 LC 流路，该流路的流速和溶剂组成均适合于实验。有关标准说明，参阅“[设置未配置自动进样器的高流速蠕动泵进样的入口](#)”。

## 在 Optimization（优化）窗格中优化参数

**重要信息** Thermo Fisher Scientific 建议如果喷雾变得不稳定时以及在每天可能多次的重启样品流入系统后，用户可优化 API 离子源参数。

RF 透镜将 API 离子源的离子传输至离子光学组件。Optimization（优化）窗格可找到通过 RF 透镜传输母离子的最优 RF 透镜电压。

**注释** RF 透镜电压是一个质量数依赖的调谐参数，直到用户运行 RF 透镜电压优化。之后它才成为一个化合物依赖性调谐参数。

RF 透镜电压对质谱的影响如下：

- 降低 RF 透镜电压会有下列影响：
  - 降低高  $m/z$  离子通过 RF 透镜的传输，增加低  $m/z$  离子的传输。
  - 可能降低 RF 透镜上易碎离子的碎片数量。

## 8 优化系统参数

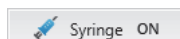
在 Optimization（优化）窗格中优化参数

- 提高 RF 水平会有下列影响：
  - 提高高  $m/z$  离子通过 RF 透镜的传输，降低低  $m/z$  离子的传输。
  - 可能增加 RF 透镜上易碎离子的碎片数量。

在 MS/MS 实验中，碰撞能量决定了由母离子碰撞诱导解离（CID）产生的子离子的强度。通过 Optimization（优化）窗格为单个母离子的 MS/MS 裂解寻找最优碰撞能量。

### ❖ 若要优化 API 离子源和化合物优化参数

1. 确认注射器中是否含有足量的样品。
2. 在 Tune（调谐）窗口中，点击 **Syringe On (Off)（注射器开，关）** 以启动注射泵。



若 LC/MS 系统包含 LC 装置，则在打开流至 API 离子源的液体流路前应准备 LC 方法。

3. 在 Optimization（优化，图 18）窗格中，执行以下操作：
  - a. 在 Sample Injection Type（进样类型）列表中，选择 **Syringe**（注射器）。  
如果用户选择自动进样器进样类型，请记住从自动进样器测量中删除该列。
  - b. 在 Mass List Type（质量数列表类型）列表中选择一项。
  - c. 在 Source Optimization（离子源优化）列表中，选择 **On**（开启），然后选择显示的 **Spray Voltage**（喷雾电压）、**Sheath Gas**（鞘气）、**Aux Gas**（辅助气）和 **Sweep Gas**（吹扫气）复选框。
  - d. 对于 SIM 扫描，选择 **Source Fragmentation**（离子源碎片）、**RF Lens**（RF 透镜）和 **Precursor Ion Mass**（母离子质量数）复选框。对 SRM 扫描，也在 Product Ion Optimization（子离子优化）列表中选择 **On**（开启）。

**注释** 在 System Settings（系统设置）下，默认值足够多数实验。

- e. 点击您想要为每种化合物定制的参数旁的 **Add/Remove Table Column**（添加/删除表列）图标，。否则，MS 会将参数设置用于所有化合物。  
选定后，图标会改变颜色，从变为，参数将显示在 Optimization Table（优化表）中（未在此处显示）。

图 18. 在 Optimization (优化) 窗格中优化源参数

The screenshot shows the Optimization window with the following settings:

- ION SOURCE** | **DEFINE SCAN** | **CALIBRATION** | **OPTIMIZATION**
- Injection Settings**
  - Sample Injection Type: Syringe
- Optimization Options**
  - Mass List Type: Precursor
  - Polarity: Positive
  - Source Optimization: On
    - Spray Voltage:
    - Sheath Gas:
    - Aux Gas:
    - Sweep Gas:
  - Source Fragmentation:
  - RF Lens (Precursor Ion):
  - Precursor Ion Mass:
  - Product Ion Optimization: On
    - Product Ion Type: Unknown
    - Number of Product Ions: 1
    - Exclude Loss Mass (m/z):
    - Low Mass Exclusion (m/z): 10
- System Settings**
- Buttons: Reset, Start

4. 在 Optimization Table (优化表) 中, 为每种化合物添加一行, 并适当修改列数值。

**提示** 如果有多个注射器, 则在 Injection ID (注射 ID) 列中输入注射器编号。

5. 将系统置于 **On** (开启) 模式, 然后点击 **Start** (开始)。

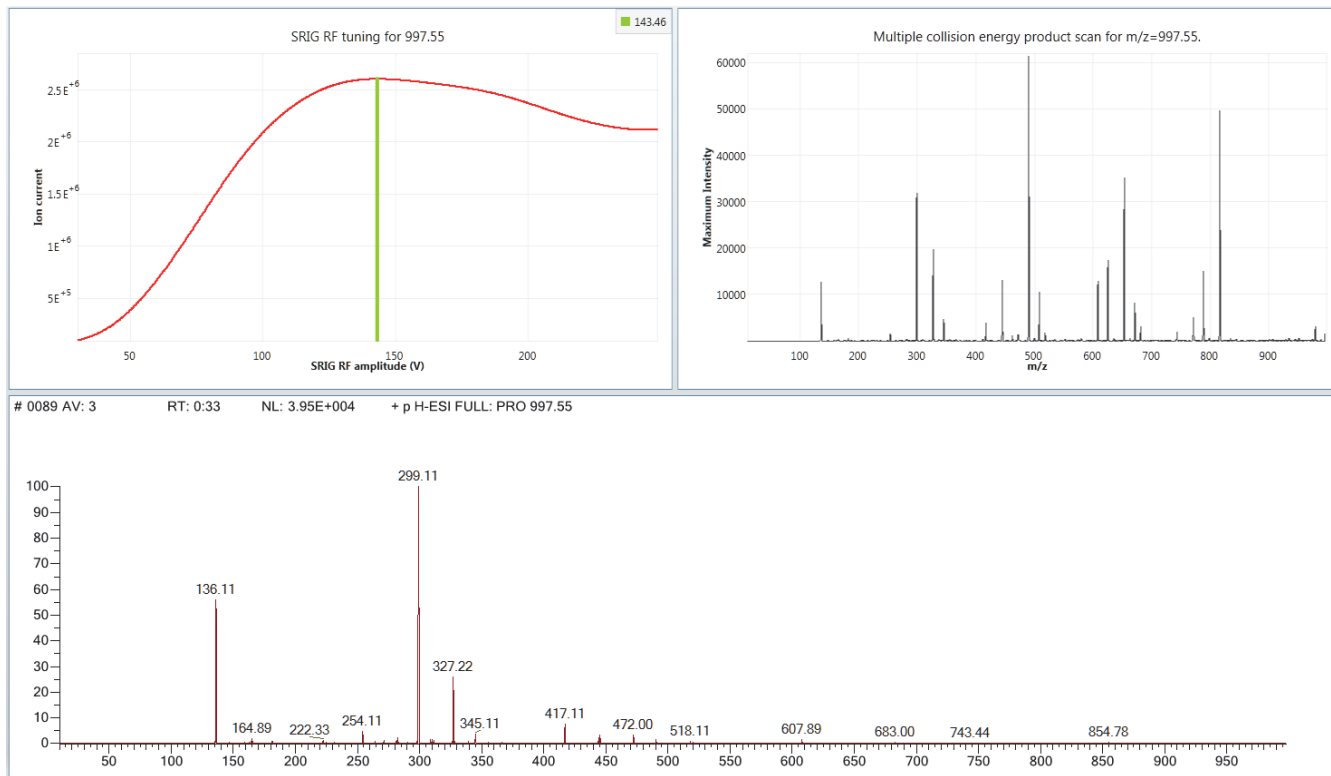
化合物优化完成后, 用户可查看并保存为每种化合物生成的报告。

图 19 显示了一个“进行中”图示和质谱的示例。

## 8 优化系统参数

在 Optimization (优化) 窗格中优化参数

图 19. 示例为  $m/z$  997.55 调谐的 RF 透镜 (SRIG RF) 优化



优化完成后, 显示 Acquisition Table (采集表), 其包括一份优化报告和每种被优化化合物的原始数据文件。还将显示 Optimization Results (优化结果) 和 Source Optimization Results (离子源优化结果) 表格, 显示被优化的参数数值。图 20 显示这些表格的示例。

图 20. 优化结果表格示例

Acquisition Table				
Progress	Compound	Report	Raw File	
1	Tyr6	<a href="#">View</a>	<a href="#">Open</a>	

Optimization Results								
Select	Compound	Polarity	Precursor (m/z)	Product (m/z)	Collision Energy (V)	Intensity	Source Fragmentation (V)	RF Lens (V)
1	<input checked="" type="checkbox"/> Tyr6	Positive	997.55	490.165	30.68	1939516.56	0	171.39

Source Optimization Results						
Select	Compound	Polarity	Spray Voltage (V)	Sheath Gas (Arb)	Aux Gas (Arb)	Sweep Gas (Arb)
1	<input checked="" type="radio"/> c1	Positive	0	2.8	0	0

## 采集样品数据

本章介绍了如何使用 Tune（调谐）应用程序手动采集样品数据，以及如何在运行仪器方法采集样品数据之前使用 Xcalibur 数据系统启动仪器。数据系统计算机自动将采集的数据保存到硬盘。

**注释** 进一步操作前，检查以下设置：

- 在 Calibration（校正）窗格中，确保所有校正已更新。
- 连接 Ready Out（信号输出）线缆（未提供）和触点闭合线缆，以避免样品损失。参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 建立连接手册（TSQ Endura and TSQ Quantiva Getting Connected Guide）*。

### 目录

- [使用 Tune（调谐）应用程序采集样品数据](#)
- [使用 Xcalibur 数据系统采集样品数据](#)

## 使用 Tune（调谐）应用程序采集样品数据

### ❖ 若要采集样品数据文件

1. 打开 Data Acquisition（数据采集）窗格（图 21），然后进行以下操作：



a. （可选）若要更改原始数据文件的存放文件夹，点击 **Browse（浏览）** 图标。

默认文件夹位于 *drive:\Thermo\Data*。

b. 在 File Name（文件名）框中，输入 **reserpine（利血平）**（或分析物的名称）。

若基本文件名已位于欲保存的位置，Tune（调谐）应用程序会增加一个包含年（*YYYY*）、月（*MM*）、日（*DD*）和时间（*HHMMSS*）的时间戳后缀。

c. 在 Sample Name（样品名）框中，输入分析物的名称（或其他适合的标记）。

## 9 采集样品数据

使用 Tune（调谐）应用程序采集样品数据

- d. 在 Comment（注释）框中输入对实验的注释。

例如，说明电离模式、扫描类型、扫描速度、样品量或者进样方法。该数据系统包含对原始数据文件标题信息的注释。


也可将此信息添加至由 Xcalibur XReport 报告应用程序创建的报告中。若要打开该应用程序，选择 **Start（开始） > All Programs（所有程序） > Thermo Xcalibur > XReport**。

- e. 在 Timed Acquisition（定时采集）项下，选择 **Continuously（连续）** 选项（采集数据直到停止采集）。

**图 21.** Tune（调谐）窗口上的 Data Acquisition（数据采集）窗格



2. 点击 **Record（记录）** 以启动数据采集。

Tune（调谐）参数达到指定设置后，数据采集过程开始，Record（记录）按钮上的小圆圈变红（）。

3. 准备就绪后，再次点击 **Record（记录）** 以停止采集。

Record（记录）按钮上的小圆圈变成灰色（不进行数据采集记录）。

有关查看已采集数据的更多信息，参阅 *Thermo Xcalibur 定性浏览器用户手册* (*Thermo Xcalibur Qual Browser User Guide*) 或者 Qual Browser Help（定性浏览器帮助）。



## 使用 Xcalibur 数据系统采集样品数据

Thermo Scientific 质谱仪应用程序（例如，Xcalibur 数据系统）可以控制已连接的外部设备。若 Xcalibur 应用程序可控制外部设备，其选择自动进样器作为序列运行的默认启动（触发）仪器。若 Xcalibur 应用程序无法控制外部设备，其选择质谱仪作为启动仪器，这表示用户必须将 Xcalibur 序列运行设置部分中的启动仪器更改为适用仪器。

按照以下步骤进行操作：

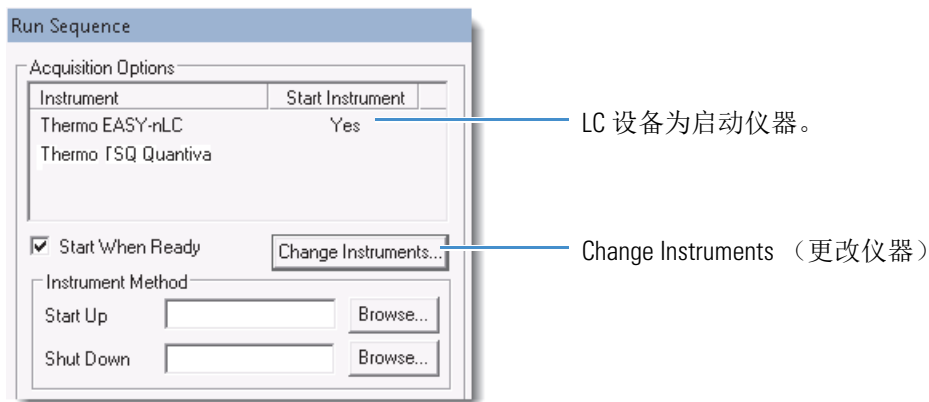
1. 若要选择外部启动仪器
2. 若要使用 Xcalibur 数据系统采集数据文件

### ❖ 若要选择外部启动仪器

1. 打开 Xcalibur 数据系统，然后选择 **View（视图） > Sequence Setup View（序列设置视图）** 以打开 Sequence Setup（序列设置）窗口。
2. 打开欲运行的序列，操作如下：
  - a. 点击 **Open（打开）** 按钮并浏览至合适的文件夹。
  - b. 选择序列（.sld）文件并点击 **Open（打开）**。
3. 选择 **Actions（操作） > Run Sequence（运行序列）** 或 **Actions（操作） > Run This Sample（运行该样品）** 以打开 Run Sequence（运行序列）对话框（图 22）。

Start Instrument（启动仪器）列中的 Yes（是）用于指示序列运行的默认启动仪器。

**图 22.** Run Sequence（运行序列）对话框（其中一部分）显示了已选择的启动仪器

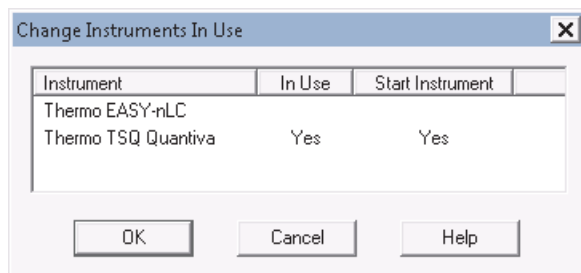


## 9 采集样品数据

使用 Xcalibur 数据系统采集样品数据

- 若 MS 的 Start Instrument（启动仪器）列中出现 Yes（是），或者若需要将启动仪器更改为其他设备，点击 **Change Instruments（更改仪器）** 以打开 Change Instruments In Use（更改使用的仪器）对话框（图 23）。

**图 23.** Change Instruments In Use（更改使用的仪器）对话框中显示其启动仪器为 MS



- 在 Start Instrument（启动仪器）列中，点击适合的触发设备（通常为自动进样器）右侧的空白字段，将“**Yes（是）**”移动到该区域。
  - 点击 **OK（确定）**。
- 在 Run Sequence（运行序列）对话框中，完成余下的选项。
  - 点击 **OK（确定）**。

启动仪器设置就此完成。

### ❖ 若要使用 Xcalibur 数据系统采集数据文件

有关说明，参阅 Xcalibur Help（Xcalibur 帮助）中的 Instrument Setup（仪器设置）和 Sequence Setup（序列设置）部分。

## 使用基本的 Tune（调谐）功能

本附录介绍了该手册中所使用的一些基本 Tune（调谐）功能。用户可通过按压切换按钮启用某些功能。有关 Tune（调谐）窗口的其他信息，参阅 Tune Help（调谐帮助）。

### 目录

- 打开 Tune（调谐）窗口
- 设置仪器的电源模式
- 检查仪器的读回状态
- 控制注射泵
- 设置数据类型
- 设置离子极性模式
- 设置 Tune Preferences（调谐偏好）
- 使用 Define Scan（定义扫描）窗格上的 Mass List Table（质量数列表表格）
- 使用 History（历史）窗格
- 使用 Favorites（收藏夹）窗格保存系统设置

## A 使用基本的 Tune（调谐）功能

打开 Tune（调谐）窗口

# 打开 Tune（调谐）窗口

### ❖ 若要打开 Tune（调谐）窗口

从 Windows 任务栏上，选择 **Start（开始） > All Programs（所有程序） > Thermo Instruments（Thermo 仪器） > model x.x Tune（型号 x.x 调谐）**（图 24）。

有关 Tune（调谐）应用程序中按钮和图标的信息及其所控制的功能，参阅 Tune Help（调谐帮助）。

图 24. Tune（调谐）窗口，显示了 Define Scan（定义扫描）窗格



## 设置仪器的电源模式

使用 Tune（调谐）窗口上的三种电源模式图标（图 24）设置 MS 的电源模式（开机、待机或关机）。

当拆卸 API 离子源室或喷雾插件时，MS 自动切换至关机模式。

在待机模式下，前方面板上的 System（系统）LED 灯变为黄色，MS 关闭电子倍增器、转换打拿极、API 离子源的 8 kV 电源、主 RF 电压和离子光学组件 RF 电压。辅助气、鞘气和吹扫气气流仍然打开，并返回至待机时的默认设置（2 个任意单位）。在不同电源条件下，MS 组件的打开 / 关闭状态列表，参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册 (TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual)* 中的第 6 章。

### ❖ 若要设置仪器的电源模式

点击想要设置的电源模式的图标（图 25）。

所选图标的中心从白色变成绿色。

图 25. 电源模式图标，显示了已选中的图标（模式）





## 检查仪器的读回状态

系统的读回图标位于 Tune（调谐）窗口的右上角。表 10 列出了不同的读回状态。

表 10. 仪器读回图标及其含义（第 1 页，共 2 页）

图标	背景颜色	含义
	绿色	系统参数在容许偏差范围内。
	绿色	系统在初始化。
	黄褐色	一项或多项设置正在改变。
	红色	出现错误。

表 10. 仪器读回图标及其含义（第 2 页，共 2 页）

图标	背景颜色	含义
	灰色	API 离子源已关闭。
	深灰色	MS 和数据系统之间无通信连接。

## 控制注射泵

按照以下步骤进行（若适用）：

- 若要打开或关闭注射泵
- 若要设置注射泵参数

### ❖ 若要打开或关闭注射泵

点击 **Syringe On (Off)（注射器开，关）** 在注射器打开和关闭之间切换（图 26）。

图 26. 注射器的切换按钮



### ❖ 若要设置注射泵参数


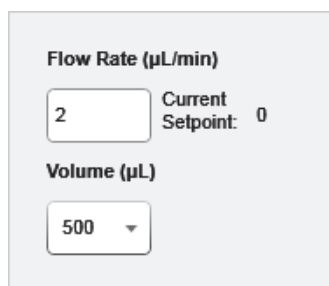
1. 点击 Syringe On/Off（注射器开 / 关）按钮旁边的下拉箭头，，打开注射器参数框（图 27）。

图 27. Syringe（注射器）参数框



2. 输入所需的参数值。

Tune（调谐）应用程序自动保存参数值。

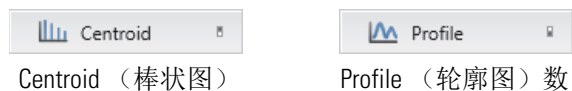
3. 再次点击下拉箭头，或者点击 Tune（调谐）窗口上的其他位置以关闭注射器参数框。

## 设置数据类型

### ❖ 若要设置数据类型

点击 **Centroid (Profile)** (棒状图, 轮廓图), 选择所需的数据类型 (图 28)。

图 28. 数据类型的切换按钮

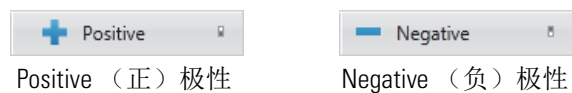


## 设置离子极性模式

### ❖ 若要设置离子极性模式

点击 **Positive (Negative)** (正, 负), 选择所需的极性模式 (图 29)。

图 29. 仪器极性的切换按钮



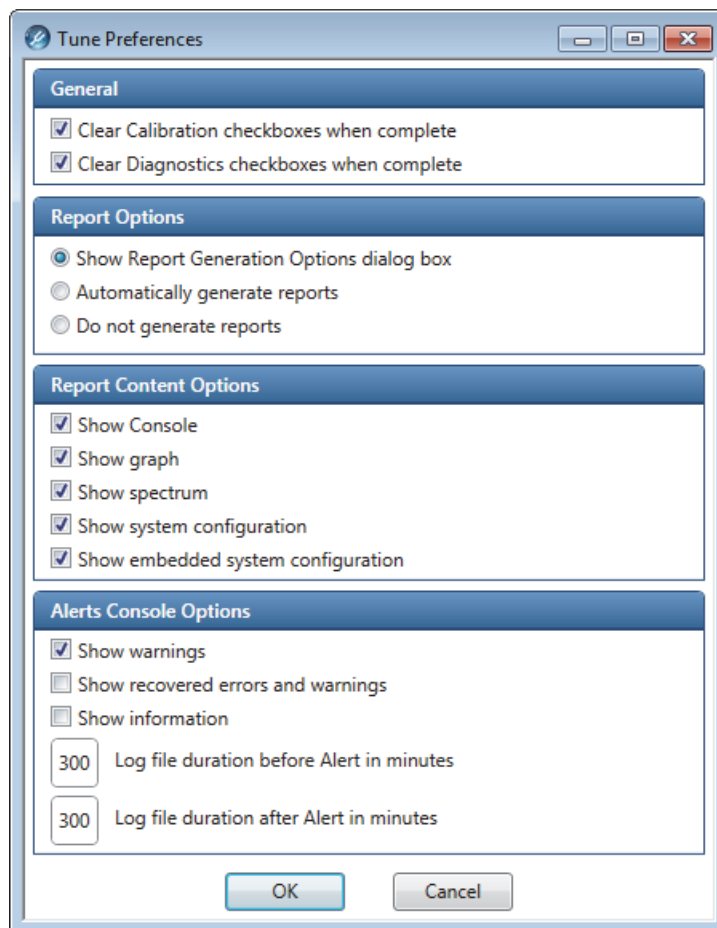
## 设置 Tune Preferences（调谐偏好）

用户可以根据偏好设置 Tune（调谐）应用程序的工作方式。

### ❖ 若要设置 Tune（调谐）偏好

1. 点击 **Options（选项）** 图标，，然后选择 **Preferences（偏好）**，打开 Tune Preferences（调谐偏好）对话框（图 30）。

图 30. Tune Preferences（调谐偏好）对话框



2. 在 General（常规）、Report Content Options（报告内容选项）和 Alerts Console Options（报警控制台选项）下，选择所有适用的选框。
3. 在 Report Options（报告选项）下方，选中其中一个选项，然后点击 **OK（确定）**。



## 使用 Define Scan（定义扫描）窗格上的 Mass List Table（质量数列表表格）

当用户选择 Define Scan（定义扫描）窗格上的 SIM Scan（Q1）（SIM 扫描，Q1）、SIM Scan（Q3）（SIM 扫描，Q3）或 SRM Scan（SRM 扫描）类型时，质量数列表表格就会出现。使用该表格指定扫描参数。若要为母离子设置不同的扫描参数，将参数添加至表中。


- 若要在表中添加一行
- 若要从表中删除一行
- 若要从表中删除多行
- 若要从表格中添加或移除扫描参数

### ❖ 若要在表中添加一行


执行下列操作之一：

- 点击 **Add Row（添加行）** 图标，。
- 右击表格，然后选择 **Add Row（添加行）**。

### ❖ 若要从表中删除一行

1. 选择一行的编号，使整行高亮显示。
2. 执行下列操作之一：
  - 点击 **Delete Selected Rows（删除已选行）** 图标，。
  - 右击已选行，然后选择 **Delete Selected Rows（删除已选行）**。
  - 按键盘上的 DELETE 键。

### ❖ 若要从表中删除多行

1. 选中首行的编号，使整行高亮显示。
2. 执行下列操作之一：
  - 对于相邻的行或一组连续排列的行，按住 SHIFT 键并选择最后一行的编号。
  - 对于相邻的行或一组非连续排列的行，按住 CTRL 键并选择每行的编号。
3. 执行下列操作之一：
  - 点击 **Delete Selected Rows（删除已选行）** 图标，。
  - 右击已选行，然后选择 **Delete Selected Rows（删除已选行）**。
  - 按键盘上的 DELETE 键。

## A 使用基本的 Tune（调谐）功能

使用 Define Scan（定义扫描）窗格上的 Mass List Table（质量数列表表格）

### ❖ 若要从表格中添加或删除扫描参数


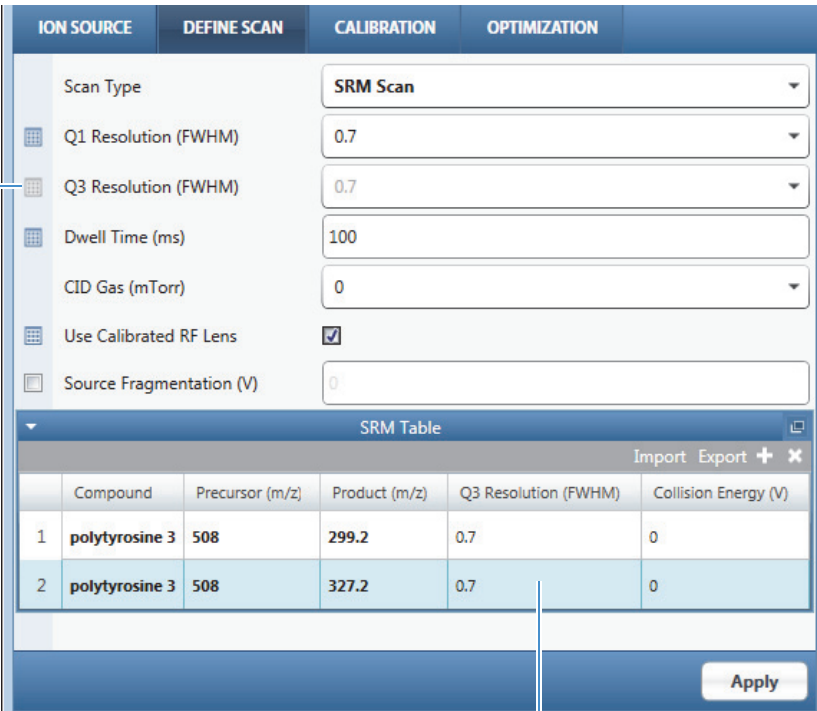
点击 **Table（表格）** 图标一次，，将相邻的扫描参数添加至表格中。再次点击图标，从表格中移除该参数。

图 31 显示了 Q3 Resolution（Q3 分辨率）被添加至 SRM 表格的示例。

图 31. 选定 Q3 Resolution（Q3 分辨率）并将其添加至 SRM 表格中



The screenshot shows the 'DEFINE SCAN' tab in the software interface. It features several configuration fields: Scan Type (SRM Scan), Q1 Resolution (FWHM) (0.7), Q3 Resolution (FWHM) (0.7), Dwell Time (ms) (100), CID Gas (mTorr) (0), Use Calibrated RF Lens (checked), and Source Fragmentation (V) (0). Below these fields is the 'SRM Table' with columns for Compound, Precursor (m/z), Product (m/z), Q3 Resolution (FWHM), and Collision Energy (V). Two rows are visible, both for 'polytyrosine 3' with a precursor of 508. The first row has a product of 299.2 and a Q3 Resolution of 0.7. The second row has a product of 327.2 and a Q3 Resolution of 0.7. An 'Apply' button is at the bottom right.

选定 Q3 Resolution（Q3 分辨率）。

Compound	Precursor (m/z)	Product (m/z)	Q3 Resolution (FWHM)	Collision Energy (V)
1 polytyrosine 3	508	299.2	0.7	0
2 polytyrosine 3	508	327.2	0.7	0

Q3 Resolution（Q3 分辨率）出现在表格中。

### ❖ 若要从文件中导入质量数列表

1. 点击 **Import（导入）** 以打开 Open（打开）对话框。
2. 浏览至一个 CSV（Microsoft Excel™）.txt 或 .xml 文件，然后点击 **Open（打开）**。  
质荷比列表出现在表格中。

### ❖ 若要将质量数列表导出至文件中

1. 填写完成质荷比的列表。
2. 点击 **Export（导出）** 以打开 Save As（另存为）对话框。
3. 浏览至某个位置，输入文件名，然后选择一种文件类型（.csv、.txt 或 .xml）。
4. 点击 **Save（保存）**。

## 使用 History（历史）窗格

当用户在 Ion Source（离子源）或 Define Scan（定义扫描）窗格上点击 Apply（应用）时，Tune（调谐）应用程序将这条改动记录到 History（历史）窗格中。该改动记录记录了通过 Tune（调谐）应用程序对仪器状态作出的所有更改。

History（历史）窗格中的更改记录如下：

- 当更改 Ion Source（离子源）或 Define Scan（定义扫描）窗格上的参数并点击 Apply（应用）时，Tune（调谐）应用程序创建一条更改记录。
- History（历史）窗格在创建日期下面以子项目的形式显示所有更改记录。更改记录的最大数量是 100。
- 用户可显示一项更改记录的参数：双击该记录或右键点击并选择 Load（载入）。红色参数与其默认值不同。
- 用户可将一项更改记录的参数提交至 MS：双击该记录或右键点击并选择 Apply（应用）。
- 若更改记录中的 API 离子源类型与当前的 API 离子源类型不同，这条更改记录无效。

## 使用 Favorites（收藏夹）窗格保存系统设置

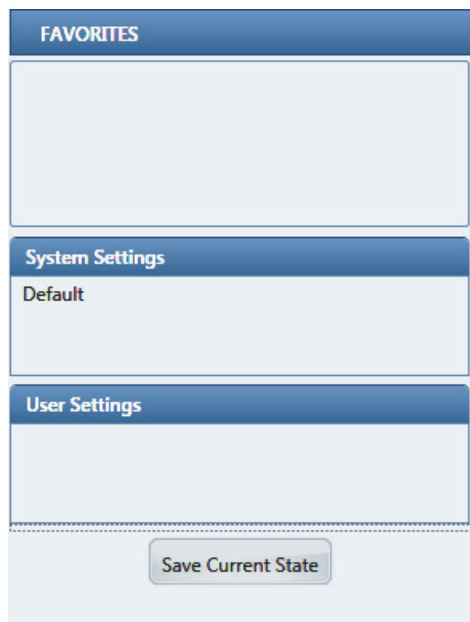
用户可手动将 API 离子源和扫描参数的当前设置保存在 Favorites（收藏夹）窗格中。

- 若要创建收藏夹状态
- 若仅载入一个收藏夹状态或应用一个收藏夹状态
- 若要重命名收藏夹状态
- 若要删除收藏夹状态

### ❖ 若要创建收藏夹状态

1. 在 Tune（调谐）窗口中，修改 Ion Source（离子源）或 Define Scan（定义扫描）窗格中的参数。
2. 点击 **Apply（应用）** 或 **Export（导出）**。
3. 点击 **Favorites（收藏夹）** 选项卡以显示 Favorites（收藏夹）窗格（图 32）。

**图 32.** Favorites（收藏夹）窗格



4. 点击 **Save Current State（保存当前状态）**，然后在框中输入一个唯一名称（图 33）。

**图 33.** State（状态）名称框



5. 再次点击 **Save Current State（保存当前状态）** 以保存该状态。

新的收藏夹状态出现在 Favorites（收藏夹）列表的首位。用户可输入多达 100 种状态。

❖ **若仅载入一个收藏夹状态或应用一个收藏夹状态**

在 User Settings（用户设置）下方，右击状态名，然后选择以下其中一项：

- **Load（载入）**，用于仅显示适用参数框中的关键参数。
- **Apply（应用）**，用于将关键参数提交至质谱仪。

用户可点击 Apply（应用），无需先载入参数。

❖ **若要重命名收藏夹状态**

1. 在 User Settings（用户设置）下方，右击状态名，然后选择 **Rename（重命名）**。
2. 输入一个不同的名称并按 ENTER 键。

❖ **若要删除收藏夹状态**

在 User Settings（用户设置）下方，右击状态名，然后选择 **Delete（删除）**。

## 冲洗进样组件

本附录介绍了正离子和负离子校正完成后，从一种分析溶液换成另一种分析溶液之前，如何冲洗进样组件（样品传输线、样品管和喷雾插件）。

此外，Thermo Fisher Scientific 建议用户定期清洗离子吹扫挡锥、喷雾锥和离子传输管，防止 API 离子源腐蚀并保持其最佳性能。良好操作规范为：每日仪器运行结束时，以 50:50 甲醇 / 水溶液流通 LC 系统冲洗进样组件，然后清洗或冲洗离子吹扫挡锥和离子传输管。若使用含非挥发性缓冲液的流动相或进样高浓度样品，可能需要更频繁地清洗这些部件。注意，冲洗离子吹扫挡锥和离子传输管无须放空系统。

有关如何清洗离子吹扫挡锥、喷雾锥和离子传输管的说明，参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册 (TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual)* 中的第 8 章。



**注意事项** 离子传输管安装完成后，不要使用清洁溶剂冲洗，因为这会将残留物冲洗至质谱仪。

### 目录

- 附件
- 校正后冲洗进样组件

## 附件

表 11 列出了用于冲洗和清洗特定组件必需的附件。



### 注意事项 避免接触有害物质。

法律规定化学品生产商和供应商必须以化学品安全说明书（MSDSs）或安全说明书（SDSs）的形式为客户提供最新的健康和安全信息。MSDSs 和 SDSs 必须对实验室人员开放，可供他们随时查阅。这些说明书对化学品进行了描述并总结了特定化合物的有毒有害信息。也提供了正确处理化合物的方法、发生意外暴露时的急救方法以及溅出或泄漏时的补救措施。

阅读所使用的每一种化学品的 MSDS 或 SDS。根据标准安全程序存储和处理所有化学品。当使用溶液或腐蚀性物质时，务必佩戴保护手套和防护眼镜。也要根据 MSDS 或 SDS 的指导存储废液、使用适当的通风设施及处理所有实验室试剂。

表 11. 冲洗和清洗附件

描述	部件号
手套，丁腈	Fisher Scientific™ 19-120-2947 <sup>a</sup>  Unity Lab Services: <ul style="list-style-type: none"><li>• 23827-0008（中号）</li><li>• 23827-0009（大号）</li></ul>
丙酮，LC/MS 级	Fisher Scientific: AX0120-2
甲醇，Optima™ LC/MS 级	Fisher Scientific: A456-1
水，Optima LC/MS 级	Fisher Scientific: W6-1

<sup>a</sup> 有多种规格。

## 校正后冲洗进样组件

本章介绍了校正完成后如何使用注射器冲洗进样组件（样品传输线、样品管和喷雾插件）。为了得到最佳结果，采集分析物的数据之前按照本步骤进行操作。

**提示** 也可以使用 LC 泵以流速为 200–400  $\mu\text{L}/\text{min}$  的 50:50 甲醇 / 水溶液冲洗进样组件及 API 离子源约 15 分钟。

### ❖ 若要冲洗进样组件

1. 关闭注射泵的流路。
2. 将质谱仪置于 **Standby（待机）** 模式。
3. 按照以下步骤拆卸注射泵上的注射器：
  - a. 抬起注射器上的注射器架。
  - b. 按住推动器模块的释放按钮，并将模块滑至左边。
  - c. 拆卸支架上的注射器。
  - d. 小心从注射器转接头组件上的 Teflon 管上移除注射器针头。
4. 按照以下步骤清洗注射器：
  - a. 使用 50:50 的甲醇 / 水溶液冲洗注射器。
  - b. 使用丙酮多次冲洗注射器。
5. 按照以下步骤冲洗样品传输线、样品管和喷雾插件：
  - a. 将含 0.1% 甲酸的 50:50 的甲醇 / 水溶液（或其他适合的溶剂）装入干净的注射器中。
  - b. 小心将注射器针头重新插到注射器转接头组件上的 Teflon 管上。
  - c. 缓慢推压注射器活塞，使用上述溶液冲洗样品传输线、样品管和喷雾插件。
  - d. 将注射器针头从注射器转接头组件上拆卸下来。

冲洗进样组件的步骤就此完成。负离子校正完成后重复该步骤。





## 制备聚酪氨酸校正溶液

本附录介绍了如何为 H-ESI 模式制备聚酪氨酸 1-3-6 校正溶液。该步骤涉及使用具有潜在毒性的化学品，包括甲醇（表 12）和聚酪氨酸（参阅[化学品套件](#)的内容）。



### 注意事项 避免接触有害物质。

法律规定化学品生产商和供应商必须以化学品安全说明书（MSDSs）或安全说明书（SDSs）的形式为客户提供最新的健康和​​安全信息。MSDSs 和 SDSs 必须对实验室人员开放，可供他们随时查阅。这些说明书对化学品进行了描述并总结了特定化合物的有毒有害信息。也提供了正确处理化合物的方法、发生意外暴露时的急救方法以及溅出或泄漏时的补救措施。

阅读所使用的每一种化学品的 MSDS 或 SDS。根据标准安全程序存储和处理所有化学品。当使用溶液或腐蚀性物质时，务必佩戴保护手套和防护眼镜。也要根据 MSDS 或 SDS 的指导存储废液、使用适当的通风设施及处理所有实验室试剂。

### 重要信息

- 切勿过滤溶液。过滤溶液会引入污染物。
- 切勿使用塑料吸液管制备溶液。塑料产品会释放干扰分析的邻苯二甲酸盐。

表 12. 推荐附件（第 1 页，共 2 页）

描述	部件号
<b>化学品</b>	
甲酸（改性剂），Optima™ LC/MS 级	A117-10X1AMP
Optima LC/MS 级甲醇	Fisher Scientific: A456-1
Optima LC/MS 级水	Fisher Scientific: W8-1

表 12. 推荐附件 (第 2 页, 共 2 页)

描述	部件号
设备	
手套, 丁腈	Fisher Scientific™ 19-120-2947 <sup>a</sup>
	Unity Lab Services:
	• 23827-0008 (中号)
	• 23827-0009 (大号)
安全防护眼镜或护目镜	—

<sup>a</sup> 有多种规格。



**注意事项** 当使用溶剂或腐蚀性物质时, 始终穿着防护服、手套和安全防护眼镜, 并使用适合的挥发性物质吸收装置。在通风橱下制备溶液。

❖ **若要制备聚酞氨酸校正溶液**

1. 在通风橱中, 取下聚酞氨酸 1-3-6 小瓶的盖子。
2. 向小瓶中加入 20 mL 含 0.1% 醋酸的 50:50 甲醇 / 水溶液。
3. 盖上盖子并摇动小瓶, 直至所有固体溶解。

## 安装套件

TSQ Endura 或 TSQ Quantiva MS 装运时附带一些套件。本附录列出了本手册说明部分中所需的组件。有关套件及其内容物的完整列表，参阅 *TSQ Endura 和 TSQ Quantiva 硬件手册* (*TSQ Endura and TSQ Quantiva Hardware Manual*)。

### 目录

- 化学品套件
- MS 校正套件
- 性能指标套件

## 化学品套件

**重要信息** 要记住下列有关校正和 reserpine（利血平）溶液储存的注意事项：容器开启后需冷藏。长期储存条件为在 2–8 °C（36–46 °F）下冷藏。

**表 13.** 化学品套件（P/N 80100-62006）

条目	数量	部件号
聚酪氨酸 1-3-6 标准、固体（CS Bio Company Inc., CS0272S）	1	00301-22925
TSQ Reserpine（利血平）溶液套件（含 reserpine（利血平）标准，100 pg/μL，5 × 1 mL，P/N HAZMAT-01-00081）	1	80100-62033
LCMS 性能测试套件（仅供现场维修工程师使用）	1	HAZMAT-01-00044

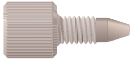



## MS 校正套件

表 14. MS 校正套件 (P/N 80000-62013)

图	条目	数量	部件号
	套圈, 手拧, 天然 PEEK	2	00101-18196
	手拧接头, 一件式天然 PEEK, 10-32	1	00109-99-00016
	手拧接头, 两件式天然 PEEK, 双翼, 10-32	2	00101-18081
	手拧接头, 两件式, 单翼, 10-32	2	00101-18195
	接地两通, 零死体积 (ZDV), 不锈钢, 孔口为 1/16 in., 通孔为 0.010 in. (0.25 mm), 10-32	1	00101-18182
	HPLC 两通, 黑色 PEEK, 10-32, 通孔为 0.01 in.	1	00101-18202
—	注射器, GC, 气密, 500 $\mu$ L, 51 mm 长	1	00301-01-00040
—	管线, 天然 PEEK, 1/16 in. OD, 0.0025 in. ID, 长 28 cm (11 in.)	2	80000-22032
	<b>注释</b> 此管用于校正溶液, 流速低于 50 $\mu$ L/min。		
—	管线, 红色 PEEK, 1/16 in. OD, 0.005 in. ID, 长 0.6 m (2 ft)	1	00301-22912
—	管线, 红色 PEEK, 1/16 in. OD, 0.005 in. ID, 长 18 cm (7.1 in.)	2	80000-22053
	<b>注释</b> 此管适用的流速等于或大于 50 $\mu$ L/min。		
—	Teflon™ FEP 管线, 1/16 in. OD, 0.03 in. ID, 长 3 cm (1.2 in.)	1	00301-22915

## 性能指标套件

表 15. 性能指标套件 (P/N 80100-62008)

图	条目	数量	部件号
—	色谱柱, HPLC, 20 × 2.1 mm ID, Hypersil GOLD AQ™ C18, 1.9 μm 微粒	1	00109-01-00013
	手拧接头, 一件式天然 PEEK, 10-32	10	00109-99-00016
	针口, PEEK	1	00110-22030
	样品定量环, 2 μL, PEEK	1	00110-16012
—	注射器, 气密, 500 μL	1	00301-19016
—	管线, 红色 PEEK, 1/16 in. OD, 0.005 in. ID, 长 3 cm (10 in.)	1	00301-22912
	T型三通, HPLC, PEEK, 孔径 1/16 in., 通孔为 0.020 in. (0.5 mm) 通孔, 10-32 (提供手拧接头)	1	00101-18204



# 术语表

A B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z

## A

**APCI 喷雾电流** APCI 离子源内带电粒子携带的离子电流。APCI 电晕放电电压会根据需要作出相应的变化，以维持所设置的喷雾电流。

**API 离子源** 液相色谱仪（LC）和质谱仪（MS）之间的样品接口。

**大气压化学电离（APCI）** 在大气压下操作的离子源内的一种软电离技术。电晕放电产生的电子通过对流动相蒸汽分子进行离子化启动该电离过程，从而形成反应气。

**大气压电离（API）** 使用大气压化学电离（APCI）、加热电喷雾电离（H-ESI）或纳喷雾电离（NSI）在大气压下执行的一种电离技术。

**大气压光电离（APPI）** 分子与光源的光子相互作用形成离子的一种软电离技术。

**辅助气** 当样品溶液离开 ESI 或 APCI（可选）喷雾插件时，帮助鞘气（同轴内气体）分散或蒸发样品溶液的同轴外气体（氮气）。

## C

**棒状图数据** 棒状图数据以两个参数表示质谱峰：质心（质量数的加权中心）和强度。数据以条形图的形式显示。归一化峰面积提供了质量数强度数据。

**电荷态** 表示一个分子（或加合离子）所具有的质子数（位于原子核中）和电子数之间的不平衡。若该物质具有的质子数比电子数多，其电荷数为正。若该物质具有的电子数比质子数多，其电荷数为负。

**碰撞能量** 离子与碰撞气体碰撞时消耗的能量。

**碰撞气体** 用来碰撞离子的中性气体。

**碰撞诱导解离（CID）** 在这种裂解方法中，离子被加速到高动能，然后与中性气体分子碰撞，例如氩气。该碰撞破坏了化学键，并将离子裂解为更小的碎片。

**转换打拿极** 一种高度抛光的金属表面，将质量分析器中的离子转换为次级粒子，然后进入电子倍增器。

## D

**切换 / 进样阀** 质谱仪上的阀门可以配置为定量环进样口或切换阀。

## E

**电子倍增器** 用于通过电子的二次发射放大电流的装置。电子倍增器可以含离散打拿极或连续打拿极。

**电喷雾电离（ESI）** 该电离技术为一种大气压电离技术，是目前最软的电离方式，可以将溶液中的离子转换为气相离子。

## F

**流速，注射泵状态** 根据当前实验方法中的定义，当前样品的注射泵进样流速单位为毫升每分钟 (mL/min) 或者微升每分钟 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )。

**前级泵** 用于抽空前级管路的泵。旋转叶片式真空泵为前级泵的一种。也可以指初级泵、机械泵、旋转叶片泵、低真空泵或真空泵。

**碎片离子** 一个离子碎片的带电裂解产物。这类离子可进一步裂解为分子量更低的其他带电分子或原子。

**全扫描类型** 用于提供完整质谱图，与选择离子监测 (SIM) 扫描类型相反，SIM 仅产生一个质量数。在全扫描模式下，质量分析器从第一个质量数连续扫描到最后一个质量数。也称作一级全扫描类型。

## H

**加热电喷雾电离 (H-ESI)** 一种大气压电离技术，采用电喷雾电离 (ESI) 与加热辅助气相结合的方法，将溶液中的离子转换成气相中的离子。

## I

**离子检测系统** 该系统是一种高灵敏度的离轴离子检测系统。其可产生高信噪比 (S/N)，并允许在正离子和负离子操作模式之间切换电压极性。离子检测系统包括两个  $\pm 12$  kVdc 转换打拿极和一个独立的打拿极电子倍增器。

**离子光学组件** 用于从 API 离子源到质量分析器的离子聚焦和传输。

**离子极性模式** 质谱仪可在以下两种离子极性模式中的任意一种下操作：正离子或负离子。

**离子吹扫挡锥** 一个可拆卸的锥形金属盖，固定在 API 离子传输管顶部，用作保护传输管入口的物理屏障。

**分离窗口** MS/MS 或  $\text{MS}^n$  扫描的目标质量数峰 (或峰簇) 窗口的基线宽度。

## L

**透镜** 提供离子束聚焦的元件。

## M

**质量分析** 该过程根据离子的质荷比 ( $m/z$ ) 分离各种离子，形成质谱图。

**质量分析器** 该设备通过其中一种技术测定离子质荷比 ( $m/z$ )。

**质谱仪** 用于电离样品分子，然后根据质荷比 ( $m/z$ ) 分离离子的仪器。得到的质谱图为用于分子识别的特征分布图。

**质谱图** 离子丰度测量值 vs. 质荷比的图示 (绘图)。质谱图是用于识别分子和确定样品化学组成的特征分布图。

**质荷比 ( $m/z$ )** 该缩写用于表示离子质量数 (单位 Da) 除以离子电荷数的量值。例如，对于离子  $\text{C}_7\text{H}_7^{2+}$ ,  $m/z = 45.5$ 。

**分子离子** 分子中去掉 (正离子) 或者加合 (负离子) 一个或多个电子后形成的离子，不包括分子裂解。

**MS 扫描模式** 只执行一级质量分析的扫描模式。MS 扫描模式的扫描类型有全扫描和选择离子监测 (SIM)。

## N

**纳升电喷雾电离 (nanoESI 或 NSI)** 一种电喷雾电离 (ESI) 技术，适用于流速为 1–20 nL/min (用于静态纳升电喷雾) 或 100–1000 nL/min (用于动态纳升电喷雾，也称 nanoESI nanoLC 梯度分离) 的样品和溶剂。

**nanoESI (NSI) 喷雾电流** nanoESI (NSI) 离子源内带电颗粒物的流动。NSI 喷针上的电压提供了电离颗粒物所需的电势。



**nanoESI (NSI) 喷雾电压** 该电压为施加到 nanoESI (NSI) 离子源内喷针上的高电压, 喷嘴出现液体时形成 NSI 喷雾电流。选中并设置 NSI 喷雾电压; NSI 喷雾电流为变量。

## P

**母离子** 可以裂解形成碎片离子的带电分子。这些碎片可以是带电离子或中性粒子。母离子可以是分子离子或分子离子的带电碎片。

**母离子质量数** 母离子的质荷比。目标母离子峰的中心位置, 单位为质荷比 ( $m/z$ )。

**子离子** 母离子裂解得到的带电碎片。

**子离子质量数** 子离子的质荷比。目标子离子峰的中心位置, 单位为质荷比 ( $m/z$ )。

**轮廓图数据** 以点对点绘图的方式表示质谱图的数据, 每个点具有相应的强度值。

## Q

**定性分析** 确定某个物质所含组分的化学分析。

**定量分析** 确定样品中某个特定物质的量或者浓度的化学分析。

## R

**相对标准偏差 (RSD)** 用于表示一组测量值相对该组平均值的离散水平。相对标准偏差的单位为平均值的百分比。相对标准偏差百分比的计算如下:

$$\%RSD = 100 \times (S/\bar{X})$$

其中  $S$  是标准偏差,  $\bar{X}$  是样品平均值。

**保留时间 (RT)** 进样后某个化合物的洗脱时间。化合物在色谱柱中的总保留时间。

## S

**扫描** 包含一个或多个微扫描。每次微扫描为一次质量分析 (离子进样和存储 / 扫描), 然后进行离子检测。在加合微扫描之后, 扫描数据被发送到数据系统进行显示或储存。质量分析器多极杆上 RF 和 DC 电压振幅的梯度变化将特定扫描范围内的离子按照从最低质量数到最高质量数的顺序进行传输。

**选择离子监测 (SIM) 扫描类型** 在该扫描类型中, 质谱仪仅采集并记录一个或几个选定质荷比值的离子流。

**鞘气** 当样品溶液从 H-ESI 或 APCI 喷嘴中喷出时, 该内部同轴气体 (氮气) 在 API 离子源中将样品溶液雾化为细雾。

**信噪比 (S/N)** 信号高度 ( $S$ ) 与噪声高度 ( $N$ ) 的比率。信号高度是指基线校正的峰高。噪声高度是指基线噪声的峰对峰高度。

**吹扫气** API 离子源内从吹扫挡锥后方流出的氮气。吹扫气有助于分散溶剂和减少加合物。

**注射泵** 以特定速率传输注射器内溶液的设备。

## T

**总离子流图 (TIC)** 一个质谱图整个扫描范围内的总离子流强度。



## 索引

## A

- APCI 模式
  - 描述 3
  - 直接进样, 可选连接 17
- API 离子源
  - 喷雾插件 11
  - 溶剂废液瓶, 连接 9
- APPI 模式
  - 描述 3
  - 喷雾插件, 选择 11
- 按钮, 开机 / 待机 / 关机 52
- 安全标准 iii

## B

- 步骤
  - API 离子源
    - 安装或拆卸 9
    - 喷雾插件
      - 安装或拆卸 11
      - 调整位置 12
    - 准备进行 MS 校正 10
  - 进样
    - 为进样设置 15
    - 组件, 冲洗 63
  - 进样技术
    - 高流速蠕动泵进样, 连接管线 19
    - 配置自动进样器的 HPLC, 连接管线 18
    - 手动或自动定量环进样, 连接管线 21
    - 直接进样, 连接管线 17
  - MS, 准备 API 离子源 7
  - 喷雾稳定性, 评价 32
  - 启动仪器, 从 Xcalibur 中选择 49
  - 收藏夹状态, 使用 59
  - Tune (调谐) 偏好, 设置 56
  - 校正测试、事先准备 MS 27
  - 真空, 抽真空 27

- 注射泵
  - 控制 54
  - 设置 15
- 注射器, 清洗 63

## C

- Change Instruments In Use (更改使用的仪器) 对话框 50
- 查看文档 xiv
- 窗格
  - Calibration (校正)
    - Options (选项) 页面 38
    - Status (状态) 页面 38
  - Data Acquisition (数据采集) 48
  - Define Scan (定义扫描) 52
  - Favorites (收藏夹) 60
  - History (历史) 59
  - Ion Source (离子源) 5
  - 优化 45

## D

- directive, WEEE v
- 电磁兼容性 iii
- 调谐参数
  - 化合物依赖 37
  - 质量数依赖 37
- 读回状态, 描述 53

## F

- FCC 合规性 iii
- 符号, 含义 xiv
- 附件 62, 65

## G

- 高流速蠕动泵进样技术, 示意图 16
- 管线连接, 入口 13

## H

- H-ESI 模式
  - 管路连接, 直接进样 17
  - 描述 2
- 合规性
  - FCC iii
  - 法规 iii
- 化学品, 储存防范措施 67
- 缓冲溶液, 描述 5

## J

- Instrument Setup (仪器设置) 窗口 6
- 极性模式
  - 参阅离子极性模式, 设置
- 监管合规性 iii
- 接地 (ZDV) 两通 68
- 进样管线, 与接地两通相连 17, 19, 21
- 进样技术, 示意图 16
- 进样组件, 冲洗 61
- 聚酪氨酸 1-3-6
  - 参阅校正溶液 36

## L

- LC 泵连接, 示意图 16
- LC 两通 68
- LC/MS 操作说明
  - APCI 模式 4
  - H-ESI 模式 4
  - NSI 模式 5
- LC/MS 实验, 连接管线 18
- 离子极性模式, 设置 55
- 离子传输管温度, 根据 LC 流速调整 4
- 联系我们 xvi
- 两通类型, 管路
  - 接地 (ZDV) 68
  - LC 68
  - T 形三通 69
- 流动注射分析, 描述 20
- 流速, 设置 4

## M

- MSDS 5

## N

- NSI 模式, 描述 3

## P

- PEEK 管, 特殊注意事项 13
- 配置自动进样器进样的 HPLC, 示意图 16
- 碰撞能量, 描述 44

## Q

- 启动仪器, 使用 Xcalibur 配置 49
- 气体流速, 根据 LC 流速调整 4
- 切换 / 进样阀
  - 阀位置指示器 25-26
  - 描述 24
- 清洗进样组件 61

## R

- Ready Out (信号输出) 线缆 47
- Record (记录) 按钮 48
- RF 透镜, 描述 43
- Run Sequence (运行序列) 对话框 (采集选项) 49
- 溶剂
  - 废液 9
  - 描述 5

## S

- SDS 5
- Skip Spray Stability Evaluation (跳过喷雾稳定性评价)
  - 复选框 38
- 色谱图, 显示 33
- 时间戳, 原始数据文件 47
- 实验模板, 分类列表 6
- 收藏夹参数状态 59
- 手动定量环进样, 示意图 16
- 数据采集
  - 按钮 48
  - Tune (调谐), 使用 47
  - Xcalibur, 使用 50
- 数据类型, 设置 55

## T

- Thermo Fisher Scientific 网站, 用户文档 xiv
- Tune (调谐) 应用程序
  - 打开 52
  - 基本功能 51
  - Preferences (偏好) 对话框 56
- 套件
  - 化学品 67
  - MS 校正 68
  - Performance Specification (性能指标) 69
- 图, 列表 xi

**W**

- WEEE directive v
- 文档, 获得 xiv
- 雾化器温度, 根据 LC 流速调整 4
- 污染, 防止 14, 29

**X**

- Xcalibur 文件类型, 序列 (.sld) 49
- Xcalibur 文件类型, 原始数据 (.raw) 47
- 校正
  - 参数 37
  - 注意事项 35
- 校正溶液
  - 峰值 36
  - 制备 65
- 序列运行, 通过 Xcalibur 启动仪器 49

**Y**

- 样品数据, 使用 Tune (调谐) 采集 47
- 样品损失, 防止 47
- 优化
  - API 离子源参数 44
  - API 离子源和化合物优化参数 44
  - 特殊注意事项 43
- 优化结果 (表格示例) 46
- 优化图示 (示例) 46

**Z**

- ZDV 两通 68
- 直接进样, 描述 17
- 质量数列表
  - 从 Tune (调谐) 中导出 58
  - 导入至 Tune (调谐) 58
- 指令
  - 法规 iii
- 质谱仪
  - 电源模式, 设置 53
  - 调谐参数 37
  - 管线连接 13
  - 流速, 设置 4
  - 校正参数 37
- 注射泵
  - 描述 23
  - 默认流速 23
- 注射器
  - 避免污染 29
  - 清洗 63
  - 转接头组件 14
- 注射器参数框 54

- 注射器转接头组件, 绘图 24
- 自动定量环进样, 示意图 16
- 最佳性能, 流速范围 2-3

