

# 液相色谱-质谱联用（LC-MS）使用指南及注意事项

高洁

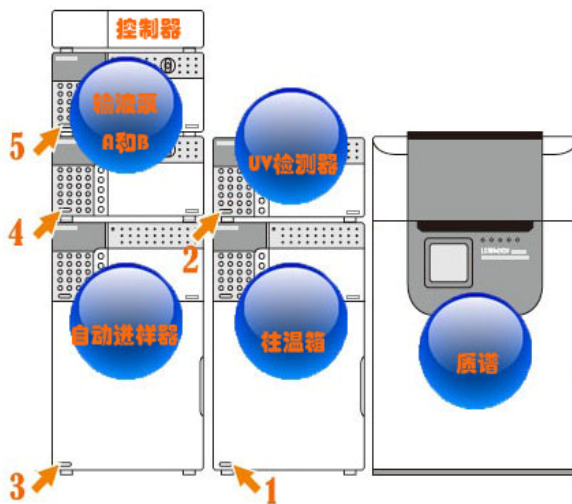
生物站 A308 仪器型号: 岛津 LCMS-2020

## 1. 开机

### 1.1 开机前准备

- 确认氮气畅通，液氮罐 GAS 出口压力表指针在 0.7~0.8MPa 之间。压力不够时，将其对面的增压阀拧大，使压力达到要求，若压力还不够，说明需要更换液氮。
- 确认流动相溶剂瓶内液体够用（流动相 A-娃哈哈小瓶装纯净水，B 为乙腈，分别加千分之零点三五的 HPLC 级三氟乙酸），液面要没过吸滤头。
- 打开 UV 检测器箱门，将三通与质谱分流接头连接。

### 1.2 开机过程



开机顺序为 1 2 3 4 5 6，关机顺序为 6 5 4 3 2 1。

### 1.3 打开电脑之后

- 打开分析程序。
- 将 MS 配置到程序中。

方法如下：

Main→System Configuration→LCMS→上方蓝箭头→OK

听到“滴”一声后，页面显示液相与质谱绿色 ready 状态，说明 LC 与 MS 均与程序连接良好。

## 2. 进样

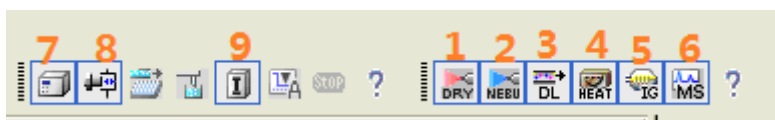
### 2.1 样品准备

- 浓度：0.1 mg/ml 左右
- 溶剂：流动相（乙腈 水 甲醇），若以上均不溶，用少量 DMSO 溶解再稀释到以上溶剂中
- 过滤膜！！
- 样品瓶要确保无尘

### 2.2 仪器准备

- 打开之前设定好的 Method File→Download（目的是将仪器参数从程序配置到仪器）
- 如果刚刚开机的话，各个部件还未预热，需要把各个部件打开。

打开顺序为：1234567（7 打开后 8 和 9 自动打开）



#### 1) 如果方法中的分子量扫描范围不是你需要的，重新设置：

- 在下图中，Scan (+) Scan (-) 分别为正负离子扫描设置。
- 扫描速度=扫描范围 / 扫描周期，扫描速度在 1000u/second 左右比较好，所以改变扫描范围之后，要相应地改变扫描周期，使扫描速度在 1000 左右。
- 扫描范围为 m/z 50-2000，一般设置 100 以上起始，因为溶剂中 100 以下小分子杂质较多，终止分子量一般为目标分子量的二倍稍高。

2) LC 洗脱程序设置，设置方法与 HPLC 相似。（一般化合物都可以使用宋志建的 fast 方法，需要修改的可以询问王怀民，高洁）。

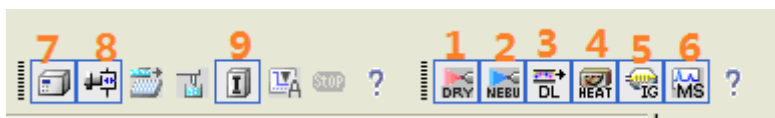
3) UV 检测器波长设置。根据自己化合物的基团的设置。

4) 全部设置完毕后，

- 单击 Start Single Run，在弹出的对话框中修改 Data Method，命名为你自己的样品名。
- 输入样品架号（Tray name，左边很多排的为 1 号架，右边只有一排的为 0 号架）
- 样品号（Vial#，放置在样品架的几号孔中）
- 进样量（Inject Volume，一般为 1-10  $\mu$ l，根据样品浓度自行决定）
- 单击 OK

## 3. 进样完毕

日常进样完毕后，要关闭 6 和 8，注意 9 要保持开启状态



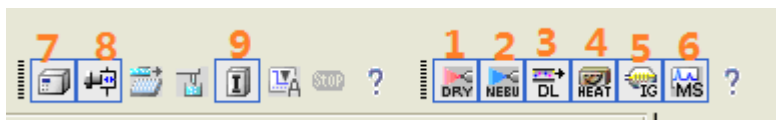
### 3. 关机

每晚九点开始冲柱，最后进样完毕的人通知高洁。

冲柱方法：

将 UV 检测器内的三通上的 MS 分流接头拆下，盖好丝堵。

顺次关闭 6、5、4、3，温度降到室温后，打开雾化室，擦洗，顺次关闭 2、1，钢针堵上 DL 入口。



将 MS 从程序中脱离，Main→System Configuration→LCMS→下方红箭头→OK  
之后在 Data Acquisition 页面，打开方法路径

**C:\LabSolutions\method\Wash\SHUT DOWN.lcm**

Start Single Run 页面

vial#: -1

tray name: 1

inject volume: 0

Data File 路径

**C:\LabSolutions\DATA\Wash\washxxxx.lcm**

弹出对话框提示检测器全关，是否继续采集数据，单击是。

开始冲洗色谱柱，1 小时后冲洗完毕，关闭电脑，关闭控制器，关闭其他部件。

#### 4. 注意事项

- 样品浓度不要过高，样品必须过滤膜。
- 放置样品瓶后，要把样品架推到底。
- 进样后要认真填写仪器使用记录，并在后面注明进的样品的化学结构。
- 进完样后要及时处理样品架上自己的样品，清洗样品瓶。
- 同时打开的数据文件数量最多为两个。
- 每次换溶剂后都要 **Purge** 两个 **pump**。
- 每晚九点以后停止进样，开始冲洗色谱柱。