

# LCQ Fleet 型液相色谱-质谱联用仪操作规程

---

---

## 一、开机与关机

1. 开机前，先检查氮气和氦气的压力是否满足分析要求。打开氦气钢瓶（纯度>99.995%）压力表总阀，调节分压表到 0.15MPa。打开氮气钢瓶（纯度>99.9%）压力表总阀，调节分压表到 0.4~0.6MPa。
2. 打开 FCQ Fleet 总电源开关，机械泵开始工作。此时勿打开电子开关。在此状态下抽真空 24 小时。
3. 抽完真空后，打开电子开关。取下离子源，取下用于密封的 APCI 电晕针并保存好，再装上离子源。
4. 关机：关机顺序与开机顺序相反，无特殊情况或长假，质谱仪不关机。

## 二、日常开机（机械泵未关闭时）

### 1. 开机前的准备工作

- 1.1 检查设备电源、流路、信号连接是否完好。
- 1.2 流动相：必须使用色谱纯的溶剂，若是选用进口的色谱纯试剂可以不经过微孔滤膜过滤，以免引入增塑剂等杂质。水或缓冲盐溶液要用新鲜制备的超纯水，经 0.45um 微孔滤膜抽真空过滤。夏天温度较高时，纯水或缓冲盐尽量每天更换，以免长菌。
- 1.3 流动相添加剂：不要使用无机酸、碱金属碱，它们会导致仪器腐蚀，推荐使用易挥发的有机酸和有机碱，如醋酸、甲酸、氨水等。表面活性剂易产生离子抑制作用，因而清洗用于液质的样品瓶等不要用洗涤剂表面活性剂。

### 2. 开机

- 2.1 先打开氮气总阀，慢慢调节分压表到 0.5MPa。
- 2.2 依次打开 FCQ Fleet 主机上的电子开关、高效液相色谱仪、自动进样器和 计算机。

2.3 仪器各部分开始自检。黑色的自检窗口显示质谱自检状态，待仪器显示待机状态时，仪器才可以正常使用。

2.4 打开计算机桌面上的“Instrument configuration”软件，对仪器进行配置。具体方法如下：  
选择 LCQ Fleet MS 选项，选择 configure，选择 MS Detector，点击 OK；选择 Dionex Chromatography MS Link，选择 configure，点击 OK；点击 Done 选项，仪器开始配置。

2.5 打开计算机桌面上的“Chromeleon Xpress”软件，选择 take over control，对高效液相色谱仪进行控制。设定流动相比例，打开 Purge 阀，在 More Options 中选择 Purge 操作，对液相色谱中的管路进行排气。5min 后排气结束，关闭 Purge 阀，设置流动相流速为 0.2ml/min，稳定仪器。

2.6 打开“LCQ tune”界面，对质谱仪各项参数进行设定。

(1) 离子源的选择：根据被分析样品的化学性质、分子量等选择不同的离子源。本机配置有 ESI 源（电喷雾离子源）和 APCI 源（大气压下化学电离离子源）。绝大多数的样品选用 ESI 源分析，尤其是有益于那些热不稳定化合物、中等到高级性化合物和大分子（蛋白/多肽）的样品分析。分子量较小的化合物、低极性到中等极性化合物等常选用 APCI 源进行分析。不同的离子源，液相流速也不一样。

离子源	流速范围	最佳流速	说明
ESI	1ul/min-1ml/min	200ul/min	一般来说，高流速需要高的毛细管温度和气体流速。
APCI	200 ul/min-2ml/min	500ul/min	一般来说，高流速需要高的鞘气和辅助气流量，但不需要提高毛细管温度。

对于 ESI 源，各项参数设定如下：

液体流速 (ul/min)	金属毛细管 (°C)	鞘气压力 (arb)	辅助气压力 (arb)	喷雾电压 (kv)
5.0	240	5	0	+3.5(-3.0**)
200	350	35	5	+4.0(-3.5**)

1000	400	75	20	+4.5(-4.0**)
当改变离子传输毛细管（或金属毛细管）的温度时一定要优化透镜电压 **负离子模式				

## (2) 真空度：

在“LCQ Tune”质谱控制软件中，点击界面上的“Vacuum”按钮，观察质谱真空状态。在“Ion Gauge”选择“On”的情况下，要求达到以下参数：

参数	单位	正常范围
高真空 ( ion gauge pressure )	10-5Torr	0.75-1.50
前极真空 ( convectron gauge pressure )	Torr	1.0-1.5
说明：高真空的数值越低，真空度越好；氦气使用完毕，或是未能氦气，也可能造成真空度很低；前极真空度的数值与离子源的温度有关，温度越高数值越小。		

## 三、方法和序列的建立

### 1. 建立分析方法

打开计算机桌面上的 Xcalibur 软件，选择 Thermo Xcalibur Roadmap，选择 Instrument setup，建立分析方法文件，分别对 Dionex Chromatography 和 FCQ Fleet MS 进行设定。在 Dionex Chromatography 中，需要设定柱温、泵、自动进样器等参数，在 FCQ Fleet MS 中设定质谱的采集时间、扫描模式、扫描范围以及正负离子检测模式等参数。一般而言，分析有机酸，选用负离子模式；有机碱，选用正离子模式。参数设定完毕，点击“check”，在确定所建立的方法无误后保存至目标文件夹。

### 2. 建立分析序列

方法建立后，回到 Thermo Xcalibur Roadmap，选择 Sequence setup 建立分析序列。按下

表要求填写相关项目：

序号	名称	设置要求
1	Sample Type	规定只选择“Unknown”
2	File Name	按 F2 在弹出的对话框中输入“样品名称”
3	Sample ID	填“1”
4	Path	谱图存储路径,根据要求进行设置
5	Inset method	选择“instrument setup”存储好的方法
6	Position	自动进样器中样品的位置；手动进样为“1”
7	Inject volume	进样体积

#### 四、测试样品

##### 1. 进样

当分析方法和分析序列均建立后，点击 Run Sample（分析单个样品）或是 Run Sequence（分析序列），开始采集信息，同时液相色谱开始进样。此时要确保样品进入质谱仪的探测器，而不是进入废液缸，即质谱主机上的“Load”灯亮。

##### 2. 谱图观察：包括在线观看和离线谱图两种。

2.1 在线观看：在 Thermo Xcalibur Roadmap 中，在 Instrument setup 下，右键 Qual Browser，选择 Open Sequence In Progress 可实时查看图谱情况

2.2 离线谱图：根据谱图保存的路径“Path”，可以离线查看相应的谱图。

#### 五、仪器的维护

## **1. 每次使用仪器后，要对仪器进行如下维护：**

1.1 在“I Spray Voltage ( 喷雾电压 )”不为 0 的情况下，用 50%甲醇-水为流动相冲洗 15min。

1.2 在“I Spray Voltage ( 喷雾电压 )”为 0 的情况下，用 50%甲醇-水为流动相冲洗 15min。

1.3 停液相流速，用“Sheath Gas Flow Rate ( 鞘气 )”吹管路 5min。

1.4 将“Capillary Temp ( 毛细管温度 )”降为 250°C，将先前取出的 APCI 电晕针重新堵封管路，以防灰尘进入；

1.5 在仪器处于“Standby”状态下，打开机械泵的气阀，振气 10min，关闭气阀。 1.6 关闭电子开关。

## **2. 每周维护仪器**

2.1 检查泵油高度和质量，如果需要的话，添加泵油。

2.2 如果仪器使用率很高时，每周一次清洗 API Stack ( 包括金属毛细管，Skimmer, Tube Lense )。

2.3 机械泵振气

## **3. 每月维护仪器**

3.1 检查氦气钢瓶压力和检漏。

3.2 检查氮气供应。

3.3 检查 LCQ 的校正，如果需要可以重新校正。

3.4 检查空气滤膜，必要可做清洗。

## **4. 每个季度维护仪器**

做全面的仪器校正；更换泵油。

注意：如果仪器的灵敏度严重下降并且无法恢复，请全面清洗 API Stack。