

首次使用 MassWorks 推荐实验条件

当 MassWorks 在您的气质或液质上的首次使用时，强烈推荐先进行简单，容易控制的实验，随后再进行更复杂的实验。首先进行简单的连续注射进样实验，它能简单快速方便地展示 MassWorks 给您的仪器带来更广泛的用途。

液质联用系统流动注射进样实验设计

将一个纯的待测化合物与一或二个校正标准物质混合，为了得到好的质谱信噪比，建议待测物和校正物的浓度为 10-20 μ M，并根据化合物性质和仪器条件调整浓度，最终待测化合物和校正标准物质的质谱响应，经过必要的平滑处理后，希望的信噪比为 100:1 或更高。标准校正离子与待测分析物质量数差值不超过 50 Da，两个标准校正离子的质量数包夹待测分析物是比较理想的，而且校正离子和待测分析物不能有任何干扰。如果发送数据给 Cerno 是为了评价性能，您需要提供标准校正离子的元素组成。

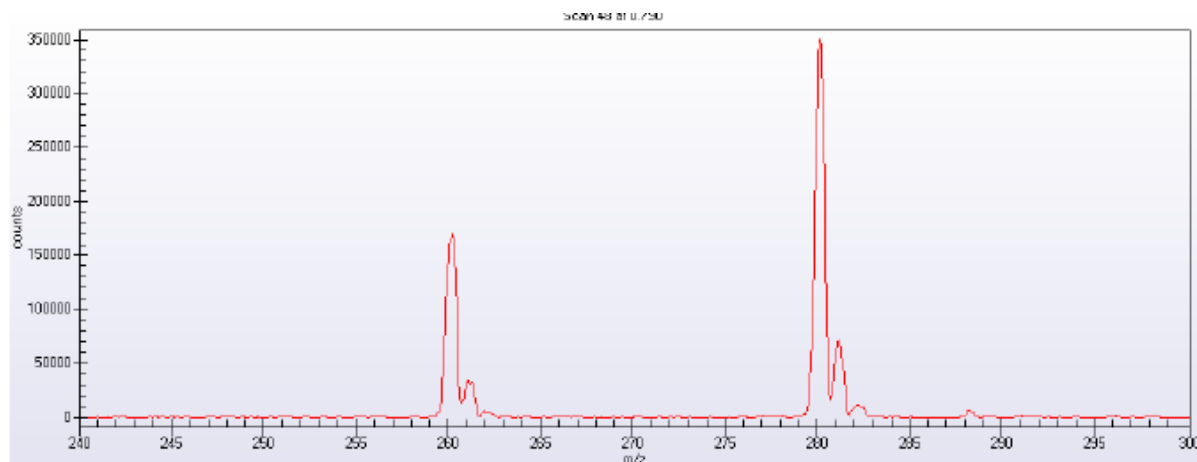


图 1. 分析物 (260 Da) 和校正物 (280 Da) 的典型流动注射质谱扫描图。注意谱图是非常干净的，没有任何干扰，标准离子与分析物相差 20 Da。当没有特殊的调谐时，在单同位素峰边可清楚的看到其 M+1 峰，结果是令人满意的。

气质联用系统的外标实验设计

当一个类似流动注射的进样到气质系统时，使用标准校正样品做为外标注入系统是最容易的。一些气质联用系统有内置的校正标样，能很容易地能引入质谱系统去校正。通常使用全氟三丁胺，它提供了非常有用的质量校正范围，EI 源为 50-500 Da，CI 源为 200-700 Da。

根据下面的“数据采集”，首先运行校正标样，通常需要测定 1-2min。将系统中的校正标样冲洗完后，立即利用正常 GC 方法运行分析物。

数据采集

最重要的是，数据必须在轮廓模式（有时也叫连续模式）下采集。

质心数据不适用于 MassWorks 校正！

2006 Pittcon 获得创新新产品大奖

0.5 Da 的四极杆质谱采样间隔最多为 0.1 Da，任何过滤参数应该被设定在最低值，以保证最小的数据过滤。下图是 Agilent LC MSD 参数设置的例子：

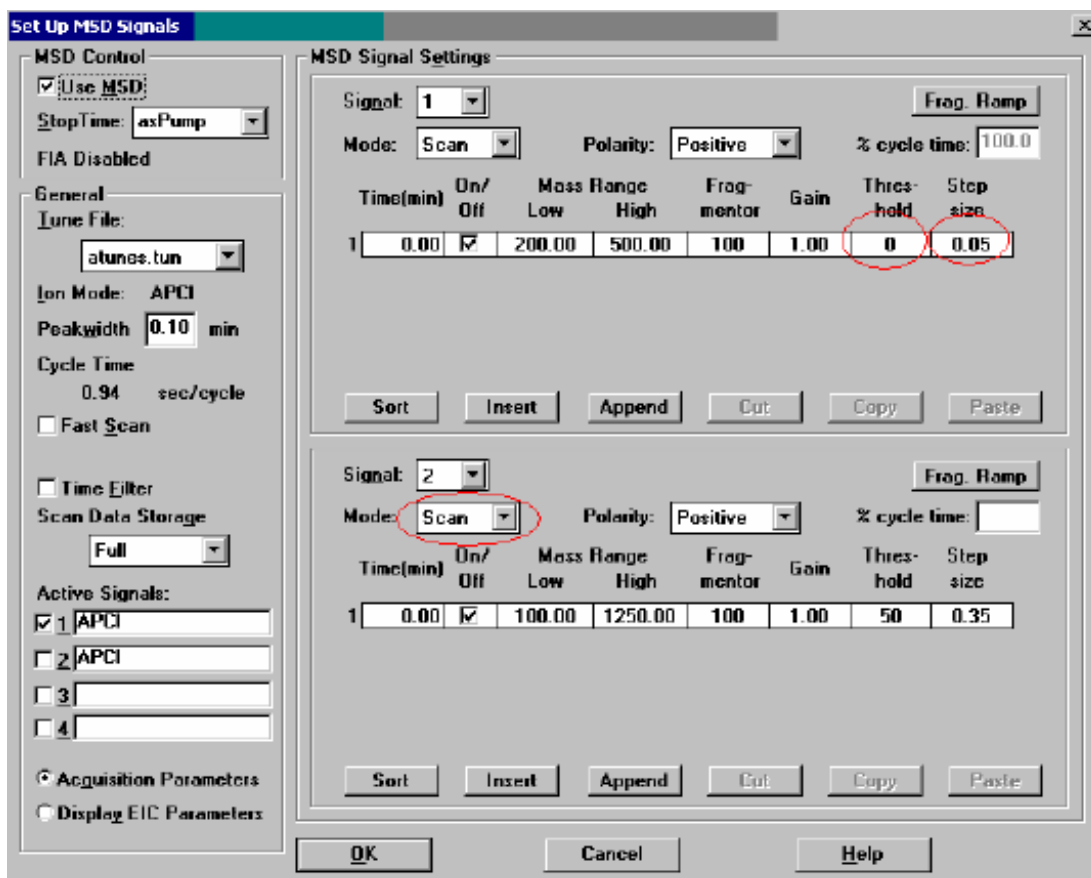


图 2 用于 MassWorks 校正 Agilent LC MSD 的典型参数设置。注意，阈值设为零，这是非常关键的，设定合适的步幅尺寸用于样品峰数据采集，为了得到轮廓图数据，数据采集模式被设定为扫描（Scan），扫描数据存储也应该设定为全部质谱数据（Full）模式。

连续注射进样，调整离子化条件得到稳定的采集信号，然后至少采集 1-2min 的质谱数据，允许采集多次扫描数据（100 或更多），然后，用 MassWorks 分析。数据采集完成，检查分析物或标准物的数据信号，是否有检测器饱和现象，这能够很容易地通过观察 M 和 M+1 峰的比例来识别，如果 M+1 峰的相对丰度比理论值更大，检测器信号很可能饱和。另外，平坦的峰高或在单个同位素上倒峰的出现都是检测器饱和的信号。

如果检测器信号是饱和，将不会得到好的分析结果！

必要时，应稀释样品重复测试，直到没有检测器信号饱和现象出现。为预防饱和现象出现，推荐通过稀释样品，连续进样不同浓度的样品进行测试，Cerno 检测使用具有好的信噪比的数据进行分析。

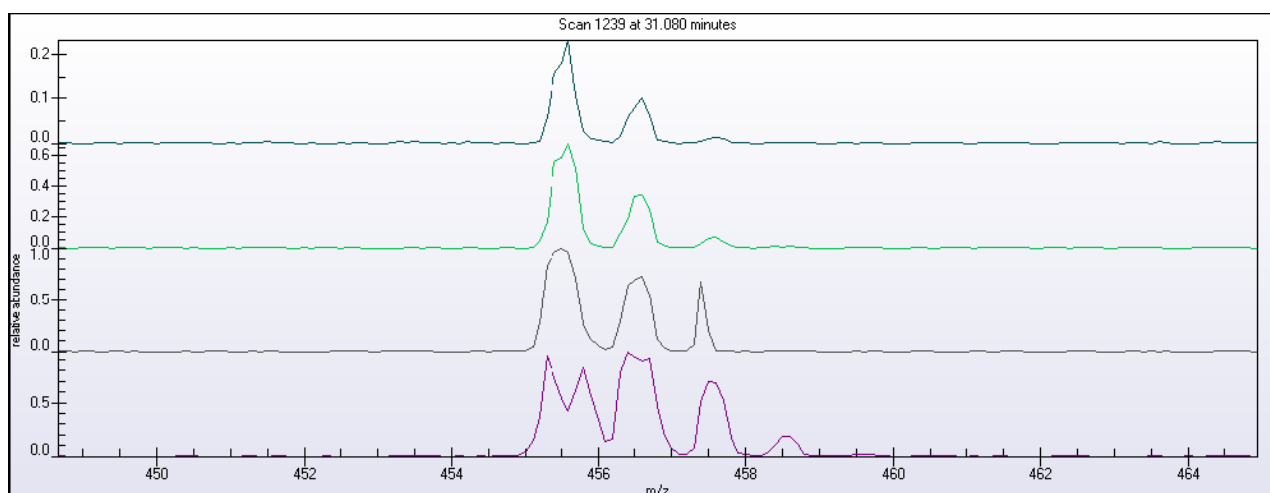


图 3 未饱和到极度饱和信号的对比。从上到下，分别为未饱和、中等饱和、高度饱和和极度饱和信号。

关于离子阱的注意事项

不像四极杆和 TOF 仪器，在某些离子阱仪器上得到高质量准确度是有一定局限性的。由于空间电荷效应，尽管经过 MassWorks 校正，传统的离子阱质谱得到的质量准确度大约为 30-80 mDa。例如，Thermo 的离子阱质谱，质量准确度是阱的几何形状、阱中的离子浓度和化学组成的函数，大容量新阱的设计在一定程度上降低了这些因素的影响，但得到高质量准确度的能力仍比典型的四极杆设计低 10 倍。具有较大内部容量的线性离子阱，ABI/Sciex Q TRAP 的空间电荷效应被很好的控制，可得到小于 10-20 mDa 的质量误差。另一个控制离子阱内在质量误差的方法，避免利用连续注射进样方式将全部离子同时捕获在阱内，而是利用良好的 LC 分离，使不同离子在不同时间分别被捕获在阱内。

尽管由于空间电荷效应的限制，Cerno 研究发现，很多情况下经过 MassWorks 校正后，未知物的元素组成仍然可以得到，尽管质量准确度不高，这是通过校正的线形谱图去匹配未知物的同位素轮廓图来实现的，校正的线形谱图提供了完美的同位素轮廓，同位素轮廓是化合物的特性，不同化合物有不同的同位素轮廓，Cerno 称这种方式为 CLIPS（校正的线形谱图搜索），它克服了质量准确度的局限性。当然，它也可以在已经得到了高的质量准确度时，通过元素组成，更好的实现未知物的识别。例如，可以帮助 Q-TOF 或其它高分辨质谱实现唯一的化合物确认。

发送数据用于 MassWorks 评价

一旦质谱数据被得到，请联系绿绵公司或 Cerno。由于文件比较大，通常需要利用 FTP 发送，然而有些单位可能屏蔽了 FTP 发送，如果文件不是很大，可以通过邮件附件的方式发送。对于某些仪器（Agilent 和 Waters），需要发送整个文件夹；对于 ABI/Sciex 仪器，仅仅需要发送*.wiff 文件和*.wiff.scan 文件（如果存在）；Thermo 仪器，仅需要发送*.raw 文件。如果是利用外标法进行的 GC 实验，要确保发送了校正物和分析物的实验数据。最简单的方式是将多个文件压缩到一个压缩文件中，这可以在 Windows XP 中实现，选择文件或文件夹，点击鼠标右键，选择“发送到压缩文件夹”，将得到的*.zip 文件加到邮件附件或通过 FTP 发送给 Cerno 或绿绵公司。

在提供原始数据的同时，也应该提供以下信息：

- 标准校正离子的元素组成
- 想得到未知物的精确质量准确数还是元素组成

- 仪器型号和运行模式
- 您的联系方式

如果需要其它必要信息，我们将联系您。

cerno
BIOSCIENCE

 绿绵科技
Lumiere Tech Ltd.

绿绵科技有限公司

北京市海淀区北四环西路68号左岸工社806室（100080）

电话：010-82676061/2/3/4/5

传真：010-82676068

沈阳市和平区南一马路109号力创大厦503室（110001）

电话：024-23879100/23878588

传真：024-23876558

邮件：info@lumtech.com.cn

<http://www.lumtech.com.cn>