**LC-MS日常使用规范**

COC李鹏飞课题组 陈凯

1. **开机**
2. 开机前应观察液氮罐的分压表的压力在**0.5-0.7 MPa**间。
3. **开机顺序**：电脑-进样器电源（连续使用时可以不关电源）-进入工作站Masslynx-其它部分电源。**（Attention：质谱电源短期内不关）**。
4. 打开氮气- operate，等待Desolvation Temp达到300℃后-开UPLC泵，平衡系统。**开气-开MS-开LC，关机时按照相反的方向。**
5. 分别编辑UPLC(Inlet)和MS(MS Tune和MS Method)方法，可以直接调用已经设定好的方法。
6. 设定流动相为梯度的初始比例（新换流动相时，要将相应的管路prime（**prime是强效脱气，比purge更有效**））,增加流速至0.1 mL/min，待压力稳定后，增加流速到0.2 mL/min，加载Inlet Method，平衡色谱柱，一般5 min即可。
7. 创建样品表：**要确认样品盘和样品瓶的位置正确，样品瓶的必须盖盖。**自动进样时，不能开启进样门。
8. **应注意的系统参数：**

**UPLC：柱压≤15000 psi**；一般0.3流速时，柱压≤6000psi。

**MS：真空度：开气前，1.0×10-4；开气后，3.0-5.0×10-4**。

**关机**

1. 清洗源：缓慢停止UPLC泵，然后将流动相改为90 %的乙腈，缓慢增加流速至0.2 ml/min，冲洗20 min。
2. 冲洗色谱柱：断开UPLC和MS（将LC进MS的方式切换到Waste），用乙腈0.2 ml/min冲洗10 min。
3. 冲洗色谱柱过程中：关闭气路-关闭高压（切换到standby状态）-设定Source Temp为60℃-待Desolvation Temp将到50℃下后-关闭N2-关闭液氮瓶上的增压阀。**关LC(若需冲柱子切换到waste)-关MS（切换至standby）-关气。**
4. 不用关闭软件和电脑，只关闭电脑显示器。

**注 意 事 项**

1. 实验室**温度应保持在18-22℃**。**不要尝试改变空调设置！**
2. 注意清洁卫生。每日实验结束后，**打扫仪器室桌面与地面，保持实验室整洁**。
3. 每日实验结束后，**记录当天的仪器使用情况于仪器使用记录本上**，包括仪器使用起止时间与出现问题的解决方案，并**签上操作者的名字**。
4. UPLC共有7个液体管路，分别为：A、B、C、D、purge、SW1和SW，使用前应查看相应体积，以便及时添加。另更换试剂时要对相应的管路进行prime。

常用：A：乙腈；B ：甲醇；

C ：WATER；D：90 %乙腈；

**水相应每天更换**。

1. **流动相不能使用盐和其它不挥发性物质，如磷酸等**。常用的流动相调节剂有甲酸、醋酸和氨水等。
2. 样品处理方法：过0.22 μm有机滤膜或高速离心。
3. 整个实验结束后，**自动进样瓶，针泵进样瓶用水冲洗干净后用洗液浸泡**10分钟，再用蒸馏水冲洗，烘干后送回质谱室。自动进样瓶小盖不能用洗液清洗，浸泡于蒸馏水中，超声30 min，晾干。**所有容器都不能用洗洁精等表面活性剂清洗！**
4. 质谱室的电脑**禁止插U盘、光盘和软盘**，只能输出不能输入，输出实验数据时，应使用刻录光盘。
5. **每周用甲醇-水（50:50）清洗一级锥孔**。
6. 使用ESI源时，流速在**0.2-0.3 mL/min, 每周打开油泵上的旋钮一次， 振气20 min**。
7. 使用APCI源时，流速在**0.8 mL/min**左右，**每天振气20 min**。