

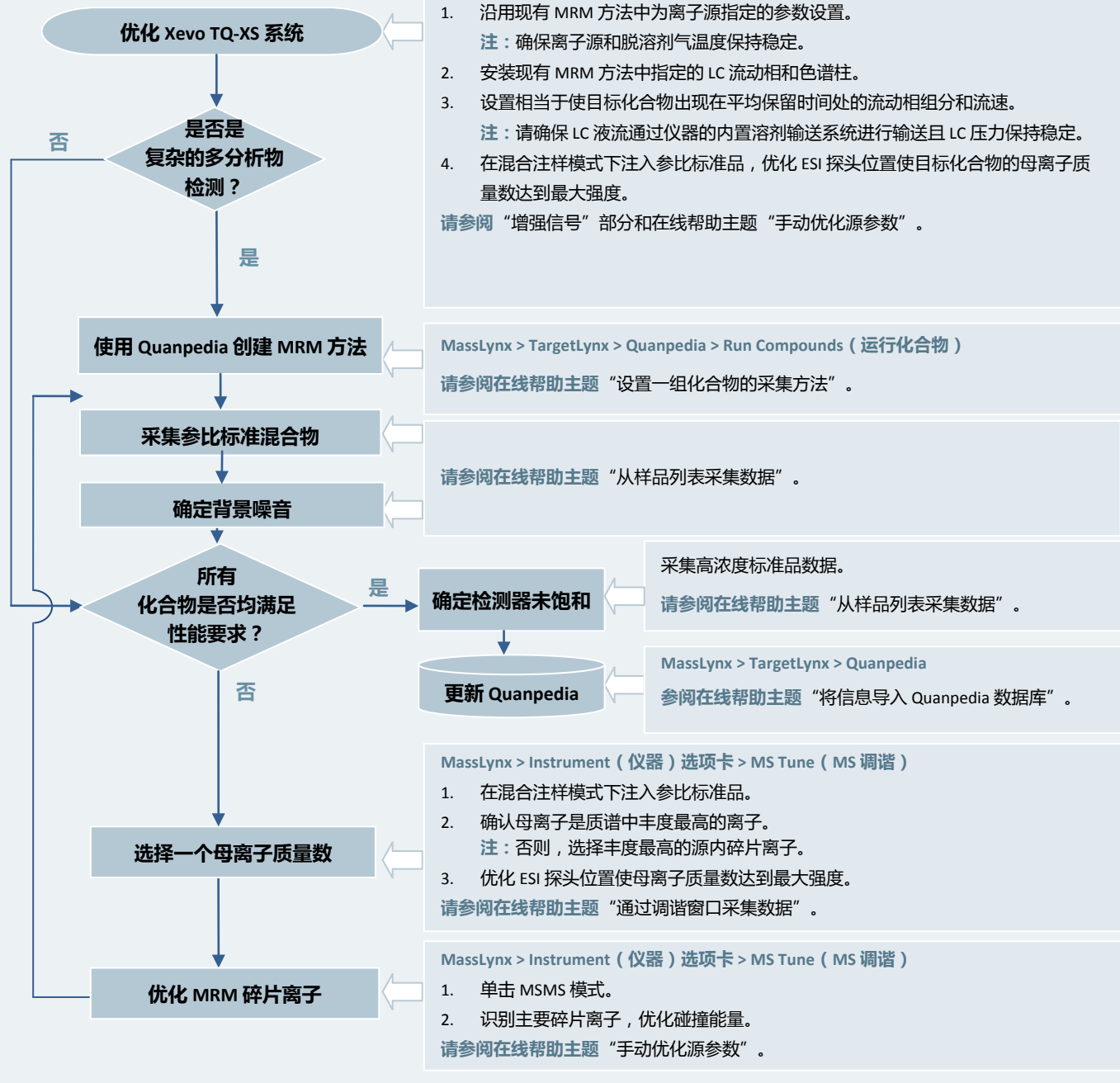
本文档将说明如何把多反应监测 (MRM) 方法从灵敏度较低的 MS 系统转换至 Xevo TQ-XS MS 系统。由于 Xevo TQ-XS MS 与其它系统在样品锥口和 StepWave 技术方面存在差异，因此用户必须按如下所示的步骤优化采集方法：

MRM 方法优化

要求：确保 Xevo TQ-XS MS 的校正是有效的。

工作流程

每个工作流程步骤中，> 表示选择菜单命令、从一个菜单移至另一菜单或执行任务的路径。



最大程度提高灵敏度

降低背景噪音

- 使用高质量的超纯溶剂、缓冲剂和添加剂（LC/MS 级，预过滤）。
- 确保 LC 系统是洁净的（请参阅“清洗 LC 系统”）。
- 考虑使用其它样品制备技术，例如 Oasis PRiME HLB 净化（请访问 www.waters.com）。在样品制备过程中有效消除基质干扰具有以下优点：
 - 通过简化色谱分离提高信噪比
 - 降低由于基质不一致引起的分析结果差异性
 - 回收率更高，结果一致性更出色
 - 最大程度降低基质效应
 - 延长色谱柱寿命
 - 浓缩目标分析物

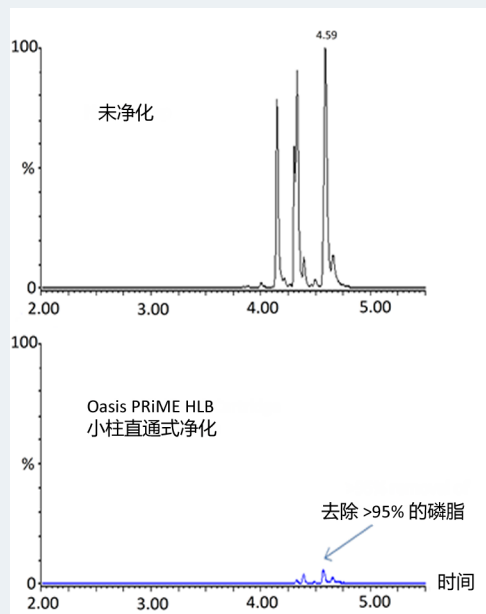
要制备组织样品：

1. 向 2.5 g 样品加入 10 mL 用 80:20 乙腈/水配制的 0.2% 甲酸，然后涡旋此溶液。
2. 以 12000 rpm 离心处理 5 min。
3. 在 1-2 psi 压强下，取 0.5 mL 上清液通过 Oasis PRiME HLB 小柱。
4. 使用 10 mM 甲酸铵缓冲液 (pH 4.5) 按 1:3 的比例稀释净化后的样品。

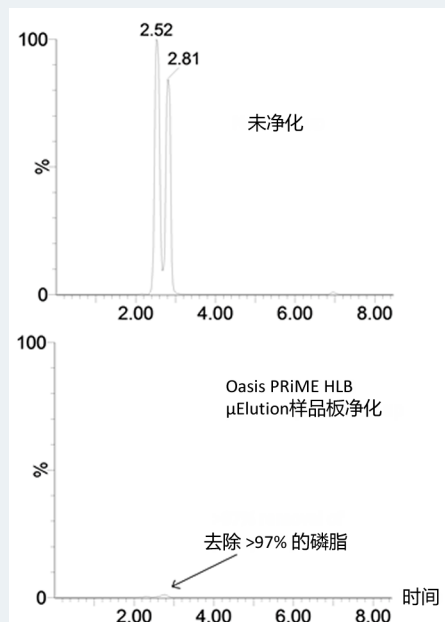
要制备血浆样品：

1. 使用 300 μ L 4:1 的甲醇/硫酸锌沉淀 150 μ L 血浆。
2. 以 3220 rpm 离心处理 10 min。
3. 使用 900 μ L 4% H_3PO_4 稀释上清液，然后将其上样至 Oasis PRiME HLB μ Elution 样品板。
4. 使用 200 μ L 25% 甲醇清洗两次。
5. 使用 25 μ L 90:10 乙腈/甲醇洗脱两次。
6. 使用 50 μ L 25% 甲醇进行稀释。

显示有效去除虾提取物中 >95% 磷脂的色谱图：



显示有效去除血浆中 >97% 磷脂的色谱图：



Waters、“THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.”、ACQUITY、MassLynx、Oasis 和 Xevo 是 Waters Corporation 的注册商标。所有其它商标均为其各自所有者的专有资产。

©2016 Waters Corporation。于英国印制。2016 年 5 月 LB-PDF 715004992ZH，修订版 A

Xevo TQ-XS 质谱仪仅可用于研究，不适用于诊断操作。

Waters
THE SCIENCE OF
WHAT'S POSSIBLE.®

上海市浦东新区
金海路 1000 号
金领之都 13 栋
邮编：201206

最大程度提高灵敏度

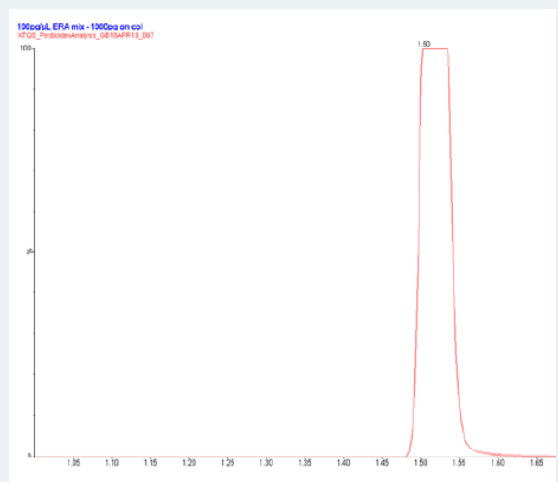
增强信号

- 请务必优化用于待分析化合物的离子源参数设置。
- 对于每种化合物，请务必优化至少两个 MRM，并对其信号强度和信噪比进行比较。
- 按照“工作流程”部分的手动优化步骤，在混合注射模式下输送标准溶液，确保流动相流速和组分与洗脱标准化合物时要使用的流速和组分保持一致。
- 要优化信号：
 1. 将离子探头放置在靠近采样锥孔的位置，然后将此探头（沿水平和垂直方向）逐步移走，直到信号强度开始降低为止。
注：一次分析中需要为所有化合物选择一个位置。
提示：对于 ionKey 操作，要提高峰前的信噪比，请将调节器放置在远离锥孔的位置。
 2. 在 ESI 模式下，优化毛细管电压（在 APCI 模式下，优化电晕电流和电压）以达到最大信号强度（对于典型 UPLC 流量，大约为 0.5kV）。
注：一次分析中需要为所有化合物选择一个设置。
 3. 优化 ESI 脱溶剂气温度（在 APCI 模式下，优化探头温度）。
注：如果温度过低，则无法实现有效电离。如果温度过高，离子束可能会不稳定，热不稳定化合物的性能会降低。
一次分析中需要为所有化合物选择一个设置。

4. 对于分析中的每种化合物，

- a. 确定最佳锥孔电压。
 - b. 确定适合采用软电离模式还是正常电离模式。
 - c. 确定碰撞能量值是否为最佳值。
- 请务必确定最高浓度标准品不会使检测器达到饱和（如强度为 $1.38e9$ 的平顶色谱峰所示）。请根据需要稀释样品。

显示检测器达到饱和状态的示例色谱：



提高

LC/MS 系统稳定性

样品稀释

增强灵敏度之后，用户可使用的稀释样品更多，优点如下：

- 降低基质抑制效应
- 改善色谱峰形状
- 减少离子源中的污染

LC 液流转移

要减少离子源中的污染，请在色谱运行的开始和结束阶段将液流从色谱柱转移至废液中。

请参阅在线帮助主题“向方法中添加定时事件”。

清洗 LC 系统

要求：

- 确保 LC 系统未连接到质谱仪。
- 确保 ACQUITY 色谱柱未连接。
- 安装分析时将会使用的进样定量环和柱后管路。
- 使用持续时间不少于 3 min 的 LC 方法。
- 定期使用 IPA 冲洗 ESI 探头。

溶剂	ACQUITY 样品管理器位置
酸清洗剂 — 1:1:1:1 异丙醇:丙酮:甲醇:10% 甲酸	1:1
碱清洗剂 — 10% 氨水	1:2
异丙醇	1:3

要清洗 LC 系统：

1. 使用酸清洗剂灌注系统：
 - 冲洗所有 ACQUITY 管路 5 min。
 - 灌注所有注射器至少 10 个灌注循环。
 - 灌注密封件清洗液至少 5 min。
2. 使用碱清洗剂灌注系统：
 - 冲洗所有 ACQUITY 管路 5 min。
 - 灌注所有注射器至少 10 个灌注循环。
 - 灌注密封件清洗液至少 5 min。
3. 使用酸清洗剂灌注两根主要溶剂管路 3 min，将碱清洗剂保留在其它管路中。
4. 采用方法 A 取样品瓶 1:1 中的样品执行 25 次进样（最大体积）。
5. 采用方法 B 取样品瓶 1:2 中的样品执行 25 次进样（最大体积）。
6. 使用碱清洗剂灌注系统：
 - 冲洗所有 ACQUITY 管路 5 min。
 - 灌注所有注射器至少 10 个灌注循环。
 - 灌注密封件清洗液至少 5 min。
7. 取样品瓶 1:3 中的样品，采用方法 A 执行 15 次进样（最大体积），采用方法 B 执行 10 次进样（最大体积）。

方法 A，流速 0.3 mL/min

时间 (min)	%A 或 A1	%B 或 B1
0.00	95	5
0.50	95	5
2.00	5	95
2.50	5	95
3.00	95	5

方法 B，流速 0.3 mL/min

时间 (min)	%C 或 A2	%D 或 B2
0.00	95	5
0.50	95	5
2.00	5	95
2.50	5	95
3.00	95	5

附加

信息

用户也可以访问 Waters 网站，www.waters.com。

资源	部件号
Xevo TQ-XS 在线帮助	通过仪器控制台访问
ACQUITY 系统在线帮助	通过仪器控制台访问
Quanpedia 在线帮助	通过 Waters MassLynx 软件访问
主要污染物及其污染源	715004193ZH
控制 UPLC/MS 和 HPLC/MS 系统中的污染	715001307ZH

Waters、“THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.”、ACQUITY、MassLynx、Oasis 和 Xevo 是 Waters Corporation 的注册商标。所有其它商标均为其各自所有者的专有资产。

©2016 Waters Corporation。于英国印制。2016 年 5 月 LB-PDF 715004992ZH，修订版 A

Xevo TQ-XS 质谱仪仅可用于研究，不适用于诊断操作。

Waters
THE SCIENCE OF
WHAT'S POSSIBLE.®

上海市浦东新区
金海路 1000 号
金领之都 13 栋
邮编：201206