



Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统

快速入门指南

从哪里获得更多信息	2
配置图	3
化学工作站视图	5
基本操作	20
操作提示	27
故障排除提示	29
安全警告	32

此版本的化学工作站软件 (B.03.01 SR1) 和 Agilent 6100 系列 LC/MS 仪器包含了许多改进以为您的实验室分析提供更快的通量。

新增功能

- 更快的正 / 负极性的切换，最少 20 msec 的扫描间隔时间，从而可为 6130 和 6140 模型每秒提供多达 10 个光谱（5 个正极和 5 个负极）
- 6130 和 6140 模型的质谱色谱峰更窄，且在处于半高处的峰宽与相应的紫外检测器峰宽最接近之处的谱带加宽最小
- 支持 G6110A 模型上的溶剂分流阀套件和多模式源
- 6130 和 6140 模型的运行之间的循环周期缩短到 10 秒或更短
- 噪声减小
- 支持 HPLC 芯片箱（仅用于 Agilent 6140 模型）
- 提高了以 10kDa/s 对 6140 模型进行超高速扫描时的数据质量
- 提高了以 5kDa/s 对 6130 模型进行快速扫描时的数据质量
- 支持 PDF 打印



Agilent Technologies

从哪里获得更多信息

使用下列资源可以了解如何使用 Agilent 6100 系列 LC/MS 系统。

在线帮助

使用在线帮助可以了解本《快速入门指南》中未提供的详细信息。在线帮助可通过下列方式显示：

- 单击工具栏上的**帮助**按钮。
- 从**帮助菜单**选择**帮助**主题。
- 在大多数对话框中单击**帮助**按钮可以显示特定任务的帮助。

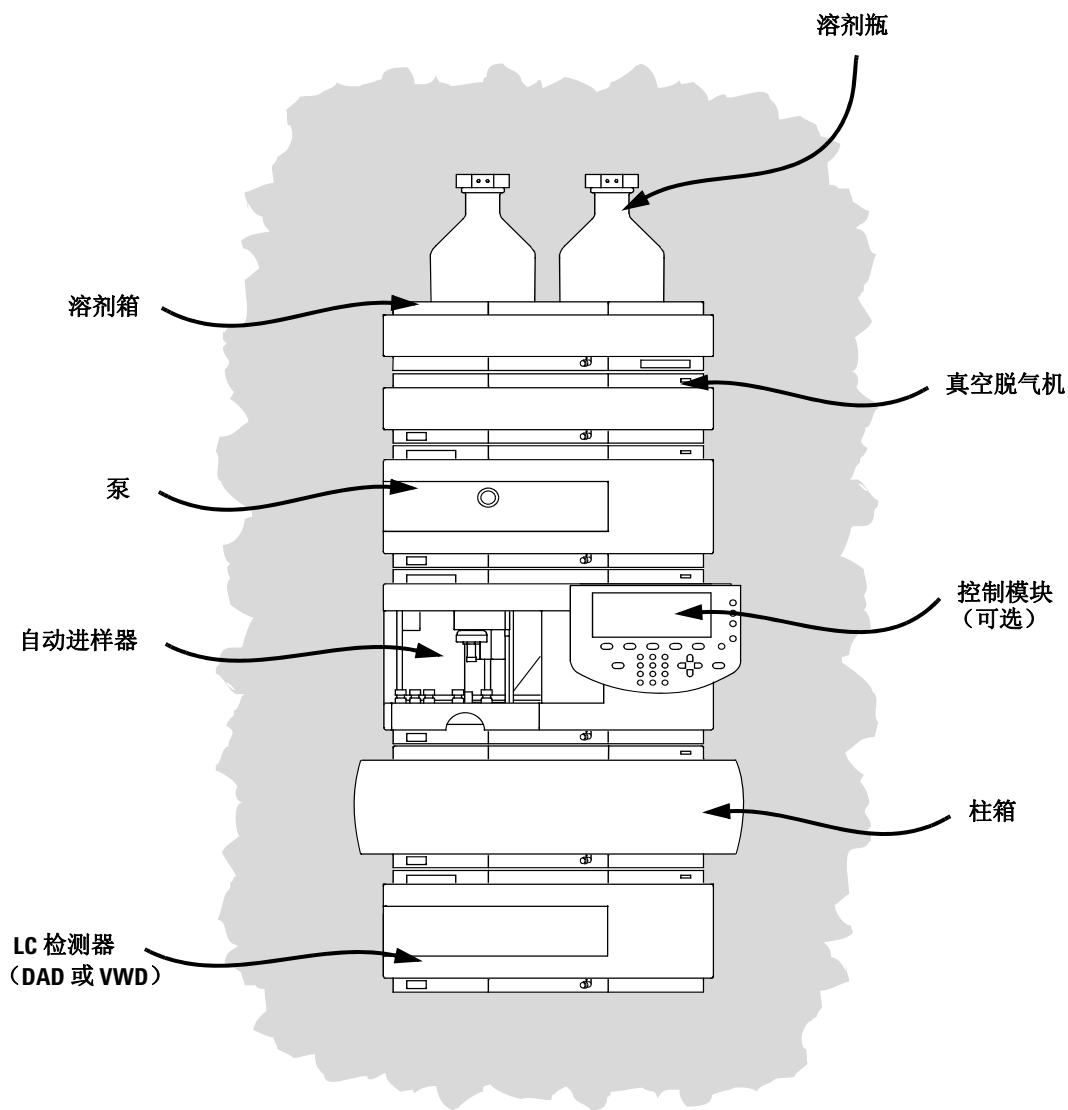
手册

本系统附带下列 PDF 格式的手册。

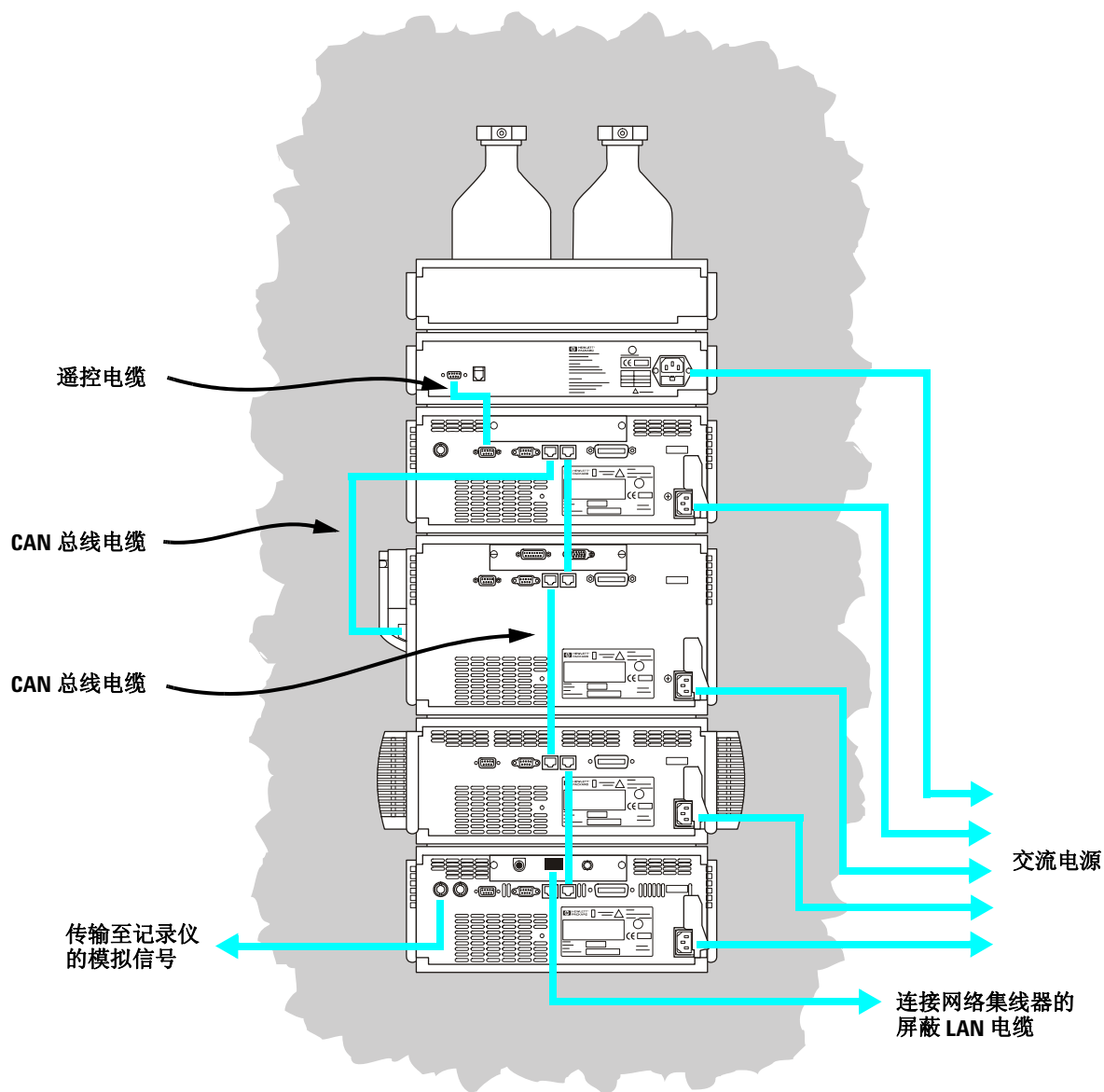
- *Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统快速入门指南*
- *Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统安装指南*
- *Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统维护指南*
- *Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 概念指南*
- *Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 上手指南*

配置图

1100 或 1200 系列 LC



LC 电缆连接



化学工作站视图

LC/MS 四极杆化学工作站软件由下列视图组成：方法和运行控制、数据分析、报告格式、认证 (OQ/PV)、诊断和 MSD 调谐。菜单项和工具栏按钮会根据当前视图而有所不同。您可以通过每种视图执行一组特定的任务。

单击屏幕左下角的任一视图按钮可以切换到其它视图，如下所示。



您也可以从**视图**菜单选择其它视图。

方法和运行控制视图

可以在这一视图中设置方法并调整仪器参数，以一次性或按自动序列进样和采集数据。

数据分析视图

可以在这一视图对色谱和光谱执行各种数据处理任务，还可以同时查看质谱和 UV 信号。常见任务包括积分、定量、检测峰纯度和解卷积。分析完数据后，可以选择一种预定义的报告类型。

报告版面设计视图

可以在这一视图中设计自定义的报告模板，以呈现化学工作站所产生的数据。

认证 (OQ/PV) 视图

在这一视图中，Agilent 服务工程师可以测定系统是否按可预计的方式运行。这有助于遵循优良实验室规范 (GLP)，而且某些政府机构也可能会做如此要求。

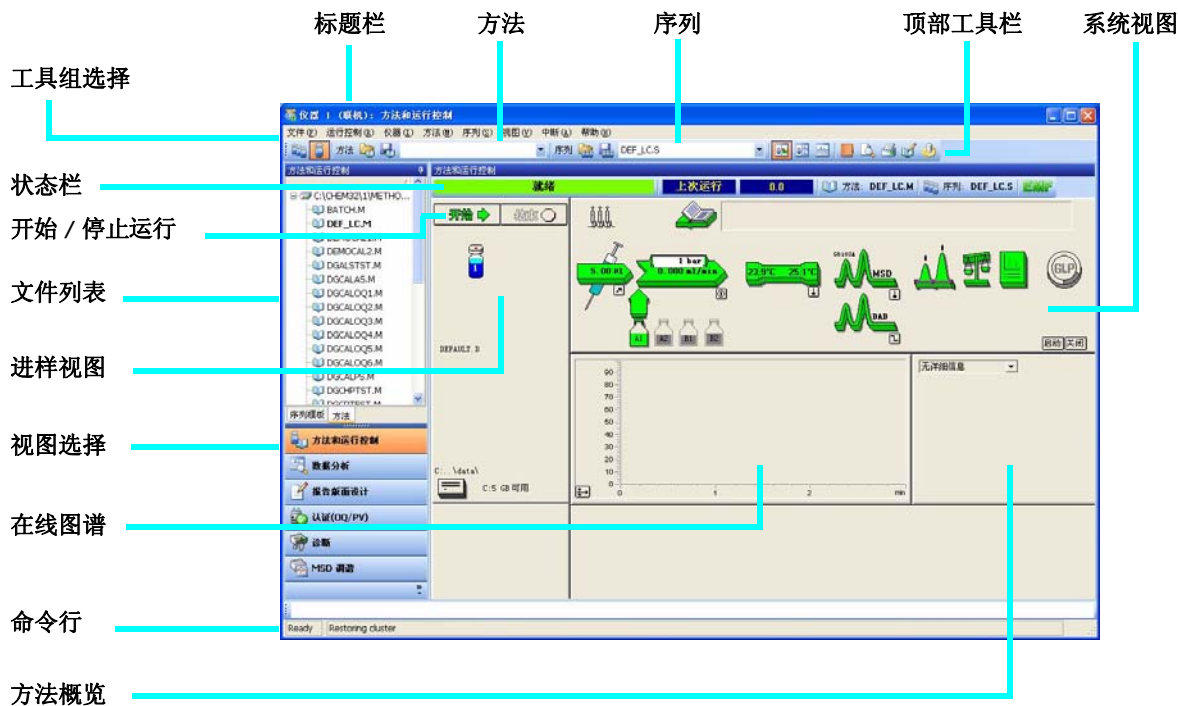
诊断视图

可以在这一视图中运行测试，以诊断仪器问题并获取解决这些问题的信息。早期维护预报 (EMF) 功能可以在问题发生前提醒您对系统进行维护。

MSD 调谐视图

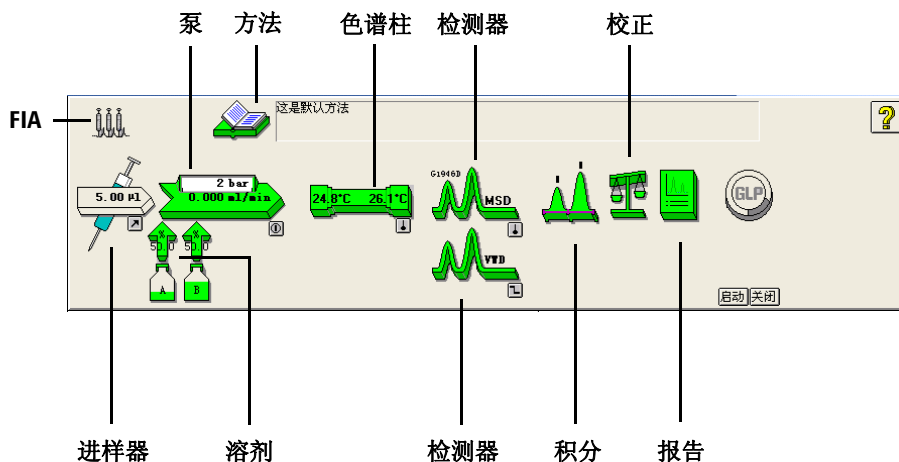
可以在这一视图中自动校正 LC/MS 四极杆，也可以手动设置特定类型分子的 MS 参数。

方法和运行控制视图

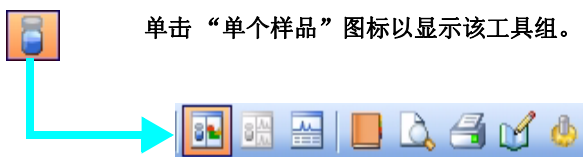


化学工作站视图

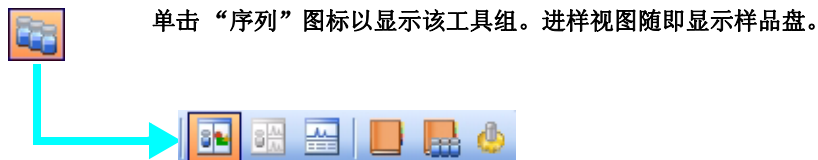
系统视图 系统视图的每个图标都表示系统中的一个组件或模块。如果要编辑方法参数或打开特定组件的在线帮助，请单击图标。



单个样品工具组 这一工具组可用于对方法进行处理并对单个样品进行分析。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。

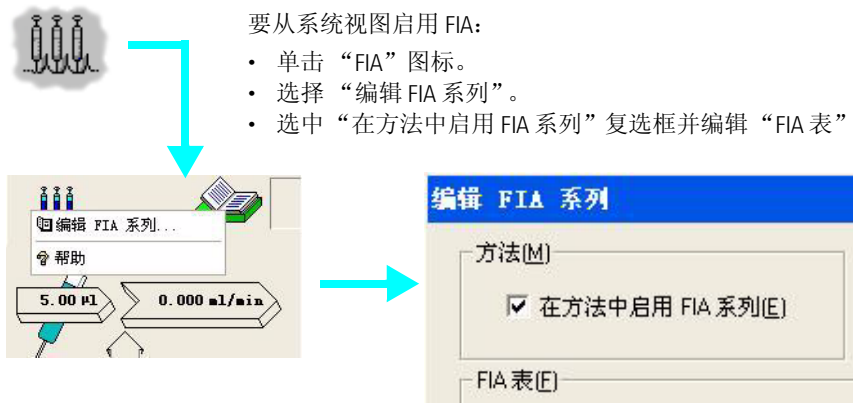


序列工具组 这一工具组可用于对序列进行处理并对多个样品进行自动分析。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。

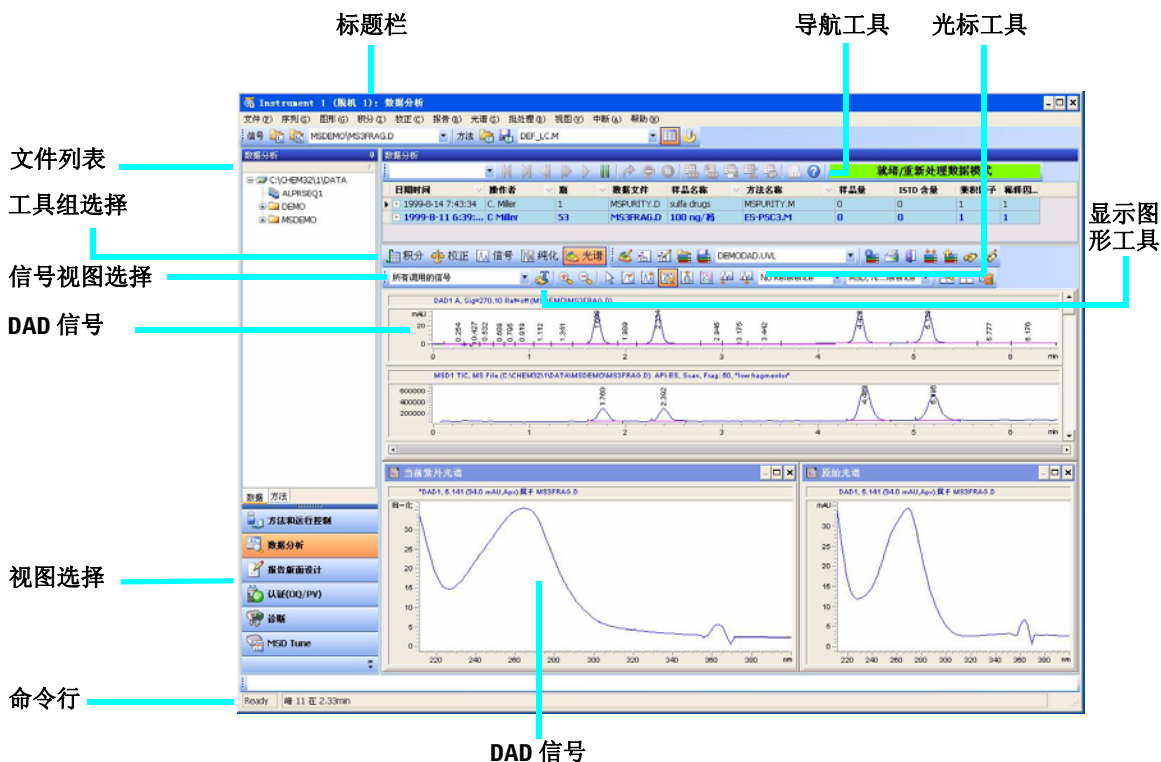


流动注射分析 (FIA)

这一工具组可用于将多个样品绕过色谱柱直接注入检测器。结果会发送到单个数据文件。FIA 可以用于方法开发或用于不需要色谱的应用。



数据分析视图



常用工具组

这一工具组始终显示在“数据分析”视图中。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



图形工具组

这一工具组可用于处理图形显示。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。

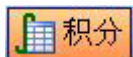


单击“图形”图标以显示工具组，它会出现在图谱窗口的右侧。

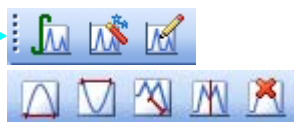


积分工具组

这一工具组可用于对色谱图执行积分和报告任务。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



单击“积分”图标以显示该工具组。

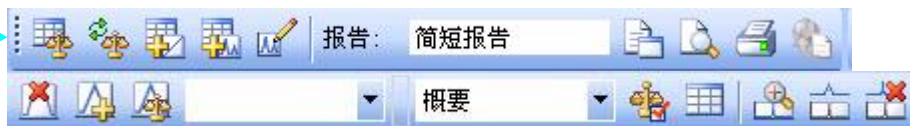


校正工具组

这一工具组可用于对定量执行校正任务。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



单击“校正”图标以显示该工具组。

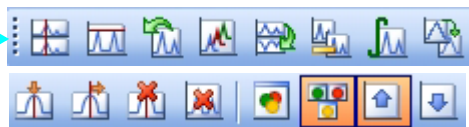


信号工具组

这一工具组可用于以图形方式处理 UV 或 MS 信号。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



单击“信号”图标以显示该工具组。



纯度工具组

这一工具组可用于以图形方式处理纯度数据。



单击“纯度”图标以显示该工具组。

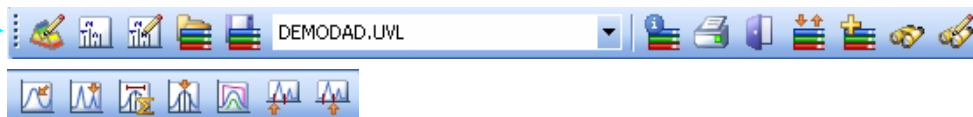


光谱工具组

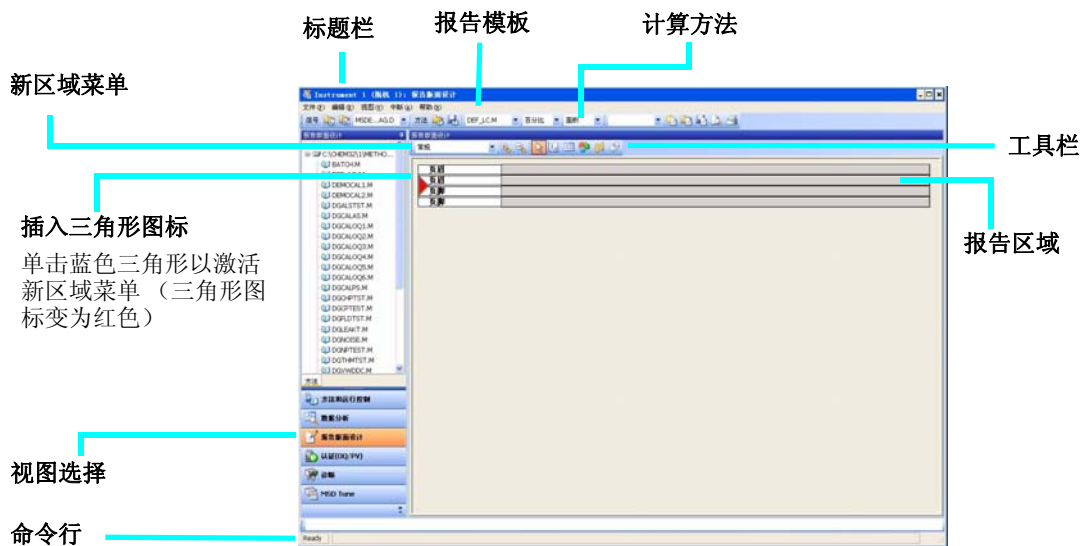
这一工具组可用于执行光谱处理任务。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



单击“光谱”图标以显示该工具组。



报告格式视图



报告格式工具组

这一工具组显示在“报告格式”视图中。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



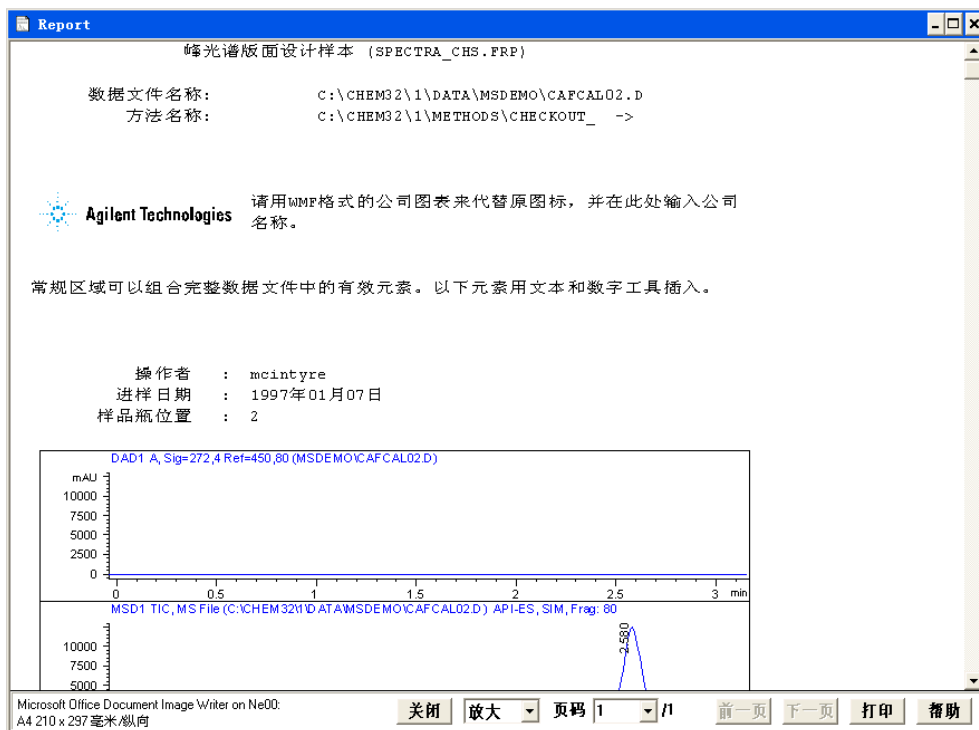
报告格式提示

- 根据在线帮助中的说明编辑或创建报告格式。
- 要测试报告格式，可以从下拉列表框中选择一种计算方法，以定义结果的计算方式。
- 调用数据文件。结果会调用到使用选定计算方法的报告模板中。
- 选择文件 / 添加到报告格式，将完成的报告模板添加到可用的报告格式列表。现在，您便可以在方法中使用自定义的报告。

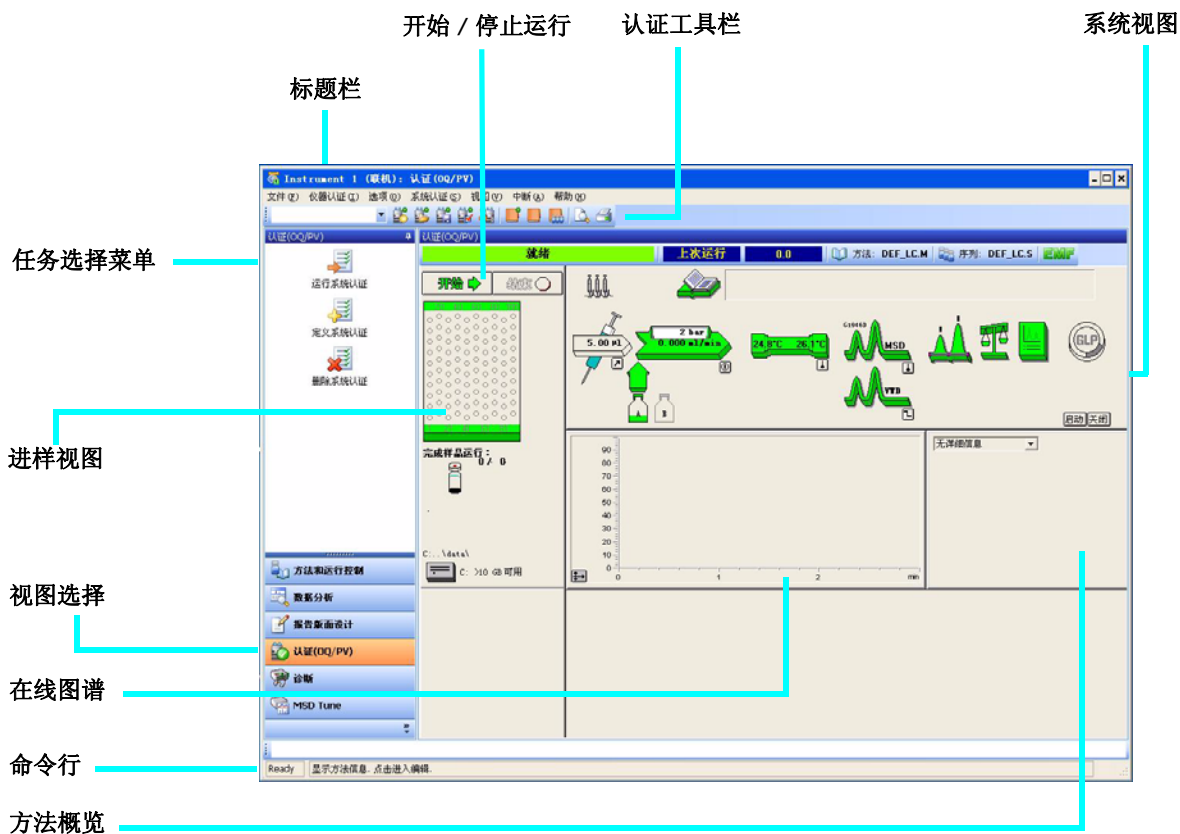
样品报告格式（位于 \Chem32\repstyle）

模板	说明
SIMPLE.FRP	包含色谱图和每个已校正化合物的校正曲线。
NESTED.FRP	显示如何嵌套子区域。
SPECTRA.FRP	显示如何包含光谱。
PURITY.FRP	显示如何包含峰纯度数据。
ESTD.FRP	使用与标准 ESTD 报告相同的元素，便于您自定义外标报告。
AREAPCT.FRP	使用与标准面积百分比报告相同的元素，便于您自定义面积百分比报告。
LIBRARY.FRP	使用库检索结果的自定义报告。您必须已调用指定光谱库的方法。

打印预览按钮



认证 (OQ/PV) 视图



Agilent 服务工程师可以利用“认证 (OQ/PV)”视图，根据预定义的性能标准来测试分析仪器和化学工作站软件是否运行正常。

- 操作验证 (OQ)

“操作验证”是指设备相关的系统或子系统，按计划在整个代表性或预期的操作范围内执行的认证（有记录）。

- 性能认证 (PV)

“性能认证”是指处理以及（或）所有与处理相关的系统，按计划在所有预期的操作范围内执行的认证（有记录）。

- 系统视图** 系统视图的每个图标都表示系统中的一个组件或模块。
- 认证工具栏** 从**视图**菜单选择**显示顶部工具栏**，便会显示“认证”工具栏。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。

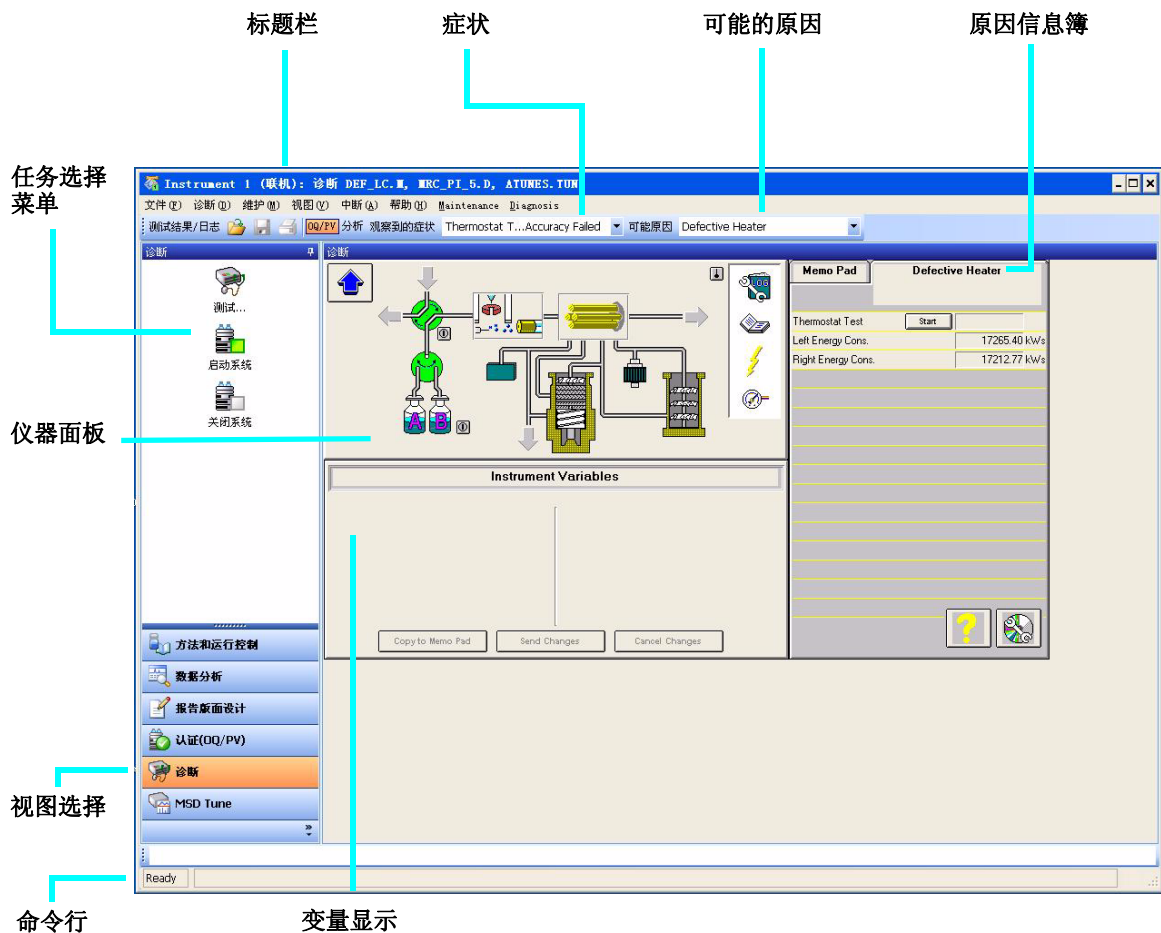


可用测试 化学工作站软件附带以下认证测试，可供 **Agilent** 服务工程师使用。有关这些测试的详细信息，请参见在线帮助。

- VWD 波长准确度
- 强度
- 钬
- 温度准确度
- 噪音、流量和温度
- DAD 波长准确度
- 进样器精度 *
- 检测器线性 / 交叉污染 *
- 进样器线性 *
- 梯度组成

* 这些测试可用于验证 LC/MS 四极杆的性能。

诊断视图



这一视图可用于在系统上进行诊断和维护操作。

诊断工具栏 从视图菜单选择显示顶部工具栏，便会显示“诊断”工具栏。将光标移至按钮上方可以查看相关说明。



MSD 调谐视图



MSD 调谐工具组

这一工具组显示在“MSD 调谐”视图中。



调用 LC/MS 四极杆调谐文件。



校正质心轴。



保存当前调谐文件。



更改雾化室参数。



生成轮廓图并扫描报告。



编辑用于手动调谐的 LC/MS 四极杆参数。



自动调谐 LC/MS 四极杆并打印调谐报告。



采集多次扫描并将结果发送到数据文件。

基本操作

启动和关闭系统

任务	说明	注释
启动系统	<ol style="list-style-type: none"> 1 在“方法和运行控制”视图中，单击系统视图上的打开按钮。 2 设置 LC 条件（泵、色谱柱加热器和检测器）。 3 根据在线帮助中MSD 雾化室对话框主题的描述，设置 LC/MS 四极杆雾化室条件。 系统预热需要 15 分钟。 	<p>该步骤假定系统是在真空条件下，且 LC 和 LC/MS 四极杆连接正确。同时还假定液体流路的设置正确。</p>
将系统置于待机模式	<ol style="list-style-type: none"> 1 使用纯流动相冲洗系统，以确保流路中没有缓冲液。这样可避免雾化器堵塞。雾化器发生堵塞可能会引起高压，进而损坏 LC 流通池。比较好的方法是使用不带缓冲液的流动相（如 50:50 水 / 乙腈）冲洗流路（包括色谱柱）5 至 10 分钟。 2 在系统视图中单击关闭。将所有模块设置为待机模式（在系统视图中标为灰色）。 LC/MSD 四极杆处于待机状态时，雾化器的压力为 20 psi、干燥气体的流速为 3 L/min、干燥气体的温度为 300°C、APCI 汽化室的温度为 325°C（如果有）。同时，将 MS 流选择阀设置为 LC 到废液口。 	<p>整夜或是很长一段时间不打算分析样品时，请将系统置于待机模式。当 LC/MS 四极杆处于待机状态时，雾化器和干燥气体会保持较低的流量。</p>

调谐 LC/MS 四极杆

使用 LC/MSD 四极杆作为 LC 检测器时，质谱将与 LC 色谱图中的每一个数据点相关联。要获得高质量且准确的质谱，必须优化 LC/MSD 四极杆：

- 使灵敏度达到最高
- 保持可接受的分离度
- 确保准确的质量指定

调谐是指调整 LC/MSD 四极杆参数以达到上述目标的过程。优化 LC/MSD 四极杆参数后，必须将它们保存至调谐文件 (.tun)。该调谐文件随后要在采集样品数据所使用的方法中指定。

不需要经常进行自动或手动调谐。LC/MSD 四极杆在调谐之后非常稳定。通常只需一个月、最快一周后再进行调谐。

启动真空后，应等待约 12 小时再调谐或操作 LC/MS 四极杆，因为分析器需要 12 个小时才能达到热平衡。在 LC/MSD 四极杆达到热平衡之前创建的调谐文件或采集的数据，可能会出现质量指定错误和其它项目不准确的情况。

任务	说明	注释
使用自动调谐	<ol style="list-style-type: none"> 1 在“MSD 调谐”视图中，从调谐菜单选择自动调谐或单击自动调谐工具栏按钮。 2 查看调谐完成后自动打印的调谐报告。 	使用自动调谐以自动调整 LC/MS 四极杆的性能。

任务	说明	注释
使用检验调谐	<ol style="list-style-type: none"> 1 从调谐菜单选择检验调谐。 2 查看“检验调谐”报告。如果值超出可接受的范围，建议进行调整。 	使用“检验调谐”快速确定 LC/MSD 四极杆是否已调谐正确。它会对调谐质量执行一次轮廓图扫描，并将峰宽和质量轴与目标值进行比较。
使用手动调谐	<ol style="list-style-type: none"> 1 从调谐菜单选择手动调谐。 2 设置所需的质量分离度（调整宽度增益和宽度补偿）。 3 校正质心轴（调整质量增益和质量补偿）。 4 通过源离子光学（碰撞诱导解离、锥孔体、透镜 1、透镜 2、八极杆峰和八级杆强度）优化离子传输。 5 调整信号强度（设置光圈并调整倍增器增益）。 <p>请注意，碰撞诱导解离和增益是方法参数。碰撞诱导解离会影响离子传输和解离。有关详细信息，请参见在线帮助。</p>	<p>“手动调谐”适用于以下情况：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 为达到最大灵敏度必须牺牲部分分离度时 • 要专门对很小的质量 (<150 amu) 进行调谐时 • 要使用标准调谐液以外的化合物进行调谐时

采集 LC/MS 数据

采集模式

有三种数据采集模式：

- 对单个样品运行某种方法
- 对多个样品运行某个序列
- 运行 **FIA** 系列

采集数据时请注意以下事项：

- 所有这三种采集模式均要求使用适当的方法。
- 样品可以手动进样，也可以使用 **ALS** 进样。
- 必须始终从软件开始运行。
- 一个 **FIA** 方法无法用于序列，但多个 **FIA** 方法可以按顺序运行。

编辑方法并开始运行

知道要使用的采集模式后，需要设置相应的方法。方法可以在“方法和运行控制”视图中设置。

说明	注释
<p>1 选择方法 / 调用方法或单击工具栏上的打开方法按钮。从列表中选择方法。</p>	
<p>2 选择方法 / 编辑完整方法。单击系统视图上的方法图标也可以使用该项。</p>	<p>显示一系列对话框，让您设置方法和仪器参数。</p>
<p>3 选择要编辑的方法部分（选择所有部分以熟悉可用的方法参数）。</p>	<p>有关可用项的说明信息，请单击以下任一对话框的帮助按钮。</p>
<p>4 添加您希望显示在报告中的方法注释。</p>	
<p>5 设置仪器参数：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 设置泵参数 • 设置进样器参数 • 设置 DAD（或 VWD）参数 • 设置柱温箱参数 • 设置 MS 四极杆信号 • 设置 MS 四极杆雾化室 	
<p>6 设置“数据分析”参数：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 设置信号细节 • 编辑积分事件 • 指定报告参数 • 选择仪器曲线 • 选择校正曲线 • 设置校正表 • 查找离子参数 	
<p>7 填写“运行时选项表”。</p>	
<p>8 使用不同的名称保存该方法。选择方法 / 方法另存为或单击工具栏上的保存方法按钮。</p>	<p>如果您熟悉可用选项，可以使用系统视图菜单快速访问特定的方法参数，不必再编辑整个方法过程。</p>
<p>9 准备好运行后，单击开始按钮。</p>	

使用解卷积

解卷积是指将质谱从多电荷离子转换为计算分子量的过程。

对质谱解卷积

说明	注释	
1 在“数据分析”视图中，调用电喷雾 MS 数据文件。TIC 随即显示。		
2 生成您要解卷积的 MS 光谱（选择光谱任务工具组并使用光谱选择工具来选取目标光谱）。	请注意，这些操作是对全扫描模式下采集的数据执行的。	
3 单击 进入解卷积工具 按钮以设置解卷积显示区域。		
4 显示光谱时，单击 查找离子 按钮以找到要在解卷积中使用的质量。		
5 检查已找到的离子。噪音非常多的数据或未分辨区域中的数据通常需要进行特殊的设置才能找到离子。		您可以使用 查找离子选项 按钮来优化找到的离子组。
6 单击 编辑解卷积参数 按钮以更改参数。		
7 单击 运行解卷积 按钮开始解卷积过程。		解卷积完成后，窗口右上方会显示组分。电荷状态则显示在右下方的窗口中。
8 从“组分”列表中选择特定的组分以查看单个组分或多组组分。	也可以单击 预览解卷积报告 按钮 或单击 打印报告 按钮。	 
9 也可以从“组分列表”框中选择组分，然后单击 删除组分 按钮。		这一操作将从原始光谱中删除选定组分的峰。然后，您可以使用这一新光谱，继续上面的步骤 4。
10 重复该过程。		

解卷积报告

解卷积报告包含每个选定组分的摘要信息，以及组分中每个峰如何构成组分分子量的详细信息。报告的第一部分会按照百分比相对丰度分级组分，这有助于估计不纯物的百分比。

请注意，即使数据与高斯曲线完全拟和，但由于存在其它错误（例如质心轴指定的错误或未分辨的化学不纯物），实际分子量可能还是与计算的分子量不同。

“解卷积”软件是“G2720AA 生物分析软件”包的一部分，该软件可选。

操作提示

- 请**定期**备份数据和方法，避免因文件意外覆盖、删除或者磁盘驱动器发生了硬件问题而导致数据丢失。
- 整夜或是很长一段时间不打算分析样品时，请将系统置于待机模式。
- 验证所使用的调谐文件是否适用于样品。
- 将“调谐”报告保存在“MS 工作日志”中以供今后参考。
- 定期维护系统可以减少问题的发生。请记录维护情况。
- 使用“诊断”视图中的“维护工作日志”和 EMF 功能，有助于您追踪需要维护的时间并记录在线维护情况。
- 每天或每次轮班前冲洗样品路径并清洗雾化室、毛细管末端和雾化护罩。每周检查前极真空泵液位。
- 雾化室出口软管必须连接到**仅**用于源的实验室出口（与前极真空泵的出口软管完全分离）。否则，废弃物就可能转移至产生化学噪音的雾化室出口。
- 样品需要进行过滤。它们应该含盐而且不含清洁剂（如果没有使用色谱）。
- 如果有紫外检测器，请将其连接到 LC/MS 四极杆。尝试使用低扩散管线最小化色谱峰加宽。
- 为避免色谱带加宽，请确保所有管线连接都没有死体积。必要时，使用零死体积 (ZDV) 接头。
- 在 LC 进口接头上使用指形拧紧接头。接头凹陷可能会挤压滤芯。
- 如果使用 APCI，则最佳流速为 1.0 ml/min。范围从 0.5 到 1.5 ml/min。

操作提示

- 有关何时使用 SIM、压缩扫描和全扫描采集模式，请参见下表。

任务	模式
采集包含大量多电荷分析物样品的电喷雾数据。	全扫描
使用未知组分（小分子）分析混合物。	扫描
使用含量未知（定量）的已知组分分析混合物。	扫描或 SIM
识别混合物底层是否存在一些已知组分。	SIM
使用 SL MS 四极杆上的快速色谱，但不想丢失峰。	快速扫描
使用 6140A SL-HT MS 四极杆上的快速色谱，但不想丢失峰。	超快扫描

故障排除提示

无峰

- ✓ 验证是否存在来自雾化器的喷雾。
- ✓ 验证毛细管电压是否设置正确。
- ✓ 验证 LC/MS 四极杆是否调谐正确。
- ✓ 验证 LC/MS 四极杆压力是否在正常范围内。
- ✓ 检查干燥气体的流速和温度。
- ✓ 验证碰撞诱导解离是否设置正确。

质量准确度低

- ✓ 重新校正质心轴。
- ✓ 验证用于调谐的离子是否分布在样品离子的质量范围内并显示强烈而稳定的信号。

信号微弱

- ✓ 检查溶液的化学成分。验证正在使用的溶剂是否适用于样品。混合样品可能存在一个或多个组分的信号抑制。
- ✓ 验证样品是否新鲜并存储正确。
- ✓ 验证 LC/MS 四极杆是否调谐正确。
- ✓ 检查雾化器状态。
- ✓ 清洗毛细管入口。
- ✓ 检查毛细管是否损坏和污染。

信号不稳定

- ✓ 验证干燥气体的流速和温度对于正在使用的溶剂流量是否正确。
- ✓ 验证溶剂是否已彻底脱气。切勿对蛋白质样品使用超声波脱气。
- ✓ 验证 LC 反压稳定；这表示溶剂流量稳定。

光谱噪音大

- ✓ 使用适当的滤质器值。
- ✓ 检查喷雾的形状。雾化器可能已损害或设置不正确。
- ✓ 验证干燥气体的流速和温度对于正在使用的溶剂流量是否正确。
- ✓ 验证溶剂是否已彻底脱气。切勿对蛋白质样品使用超声波脱气。
- ✓ 验证 LC 反压稳定；这表示溶剂流量稳定。
- ✓ 如果使用水作为流动相的一部分，则验证水已进行去离子处理 (>18M Ω)。

出现液滴、没有雾化、退出雾化器

- ✓ 验证雾化气体压力的设置足够高，可应对所使用的 LC 流量。
- ✓ 检查雾化器中针的位置。
- ✓ 中止溶剂流量并卸下雾化器组件。使用放大镜检查雾化器末端是否损坏。

无流量

- ✓ 验证 LC 是否打开且正确的瓶内装有足够的溶剂。
- ✓ 查看是否有 LC 错误消息。
- ✓ 检查是否堵塞。修复或更换堵塞的组件。
- ✓ 检查是否泄露。
- ✓ 验证 MS 流选择器阀是否设置为 **LC 至 MSD**。

不想要的解离

- ✓ 碰撞诱导解离设置过高。
- ✓ 电离引起解离（APCI 与电喷雾）。
- ✓ APCI 温度过高。

安全警告

特定用途

禁止不按制造商规定的方式使用 LC/MS 四极杆。

安全等级

LC/MS 四极杆是 1 级安全仪器，按照国际电工委员会 1010-1 出版物以及“测量、控制和试验室用电气设备安全性要求”进行设计和测试。

堆放结构

警告

不要将三个以上的任意种类的 LC 模块堆放在 LC/MS 仪器顶部。LC 模块的堆放多于三个很有可能不稳固并且有危险。

将 LC 模块放置在 LC/MS 四极杆上方也很不方便。因为这样放，溶剂瓶和一些 LC 控制键就很难够到，而且维护 LC/MS 四极杆时还要拆开并卸下 LC 模块才行。

警告

只有氮气可用作干燥气体和雾化器气体。在雾化室中，如果空气、氧气或其它气体与溶剂和高电压相结合，可能会导致爆炸。

警告

切勿将 LC/MS 四极杆连接到未配有保护性接地线的电源上。否则，可能会导致操作人员触电并损坏仪器。

警告

切勿中断 LC/MS 四极杆内外的保护性导体或断开保护性接地端。否则，可能会导致操作人员触电并损坏仪器。

警告

切勿在仪器连接电源的情况下调整、维护或修理打开的仪器。只有经培训的人员才能进行这些操作，因为他们能够防范所存在的危险。

警告

对电子或涡轮控制器进行维护前，请先关闭主断路器并断开电源线。**LC/MS** 四极杆前端的电源开关并不能完全切断仪器电源。

安全警告

www.agilent.com

内容提要

本书包含：

- 新增功能
- 从哪里获得更多信息
- 配置图
- 化学工作站视图
- 基本操作
- 操作提示
- 故障排除提示
- 安全警告

© Agilent Technologies, Inc. 2007-2008

中国 印刷
2008 年 1 月



G1960-97026