

文件编号：Q/WU FLHA19010007R021

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

# 理化公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 单四极杆液质联用仪 Waters H-class/SQD2 标准操作规程

2019 年 8 月 5 日发布

年 月 日实施

---

理化公共实验平台 发布

理化公共实验平台



理化公共实验平台

# 目录

1. 目的 .....	1
2. 范围 .....	1
3. 职责 .....	1
4. 重要说明 .....	1
5. 实验室安全管理规范 .....	1
6. 质谱实验室仪器设备管理规范 .....	2
6.1. 单四极杆质谱仪器预约与使用 .....	2
6.2. 预约制度 .....	2
6.3. 培训考核制度 .....	3
7. 实验内容 .....	4
6.1. 样品的准备 .....	4
6.2. Masslynx 软件简介 .....	4
6.2.1 项目/文件新建 .....	4
6.2.2 MS Tune 软件操作 .....	5
6.2.3 数据保存与处理 .....	12
6.2.4 实验结束处理 .....	13

理化公共实验平台

## 1. 目的

建立单四极杆液质联用仪直接进样标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用单四极杆液质联用仪直接进样的用户。

## 3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报设备管理员。

3.2. 设备管理员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

## 4. 重要说明

4.1. 进入实验室, 请仔细阅读实验室粘贴的安全管理规定;

4.2. 严禁将自己授权的门卡转借他人, 一旦发现将进行禁用处理;

4.3. 禁止将实验无关人员带入实验室;

4.4. 请严格按送样要求进行制样。由于样品问题导致 ESI 毛细管堵塞或配件的更换, 费用 将由操作者所在课题组承担

4.5. 实验操作前请核对清洗仪体积及背景气压 0.6-0.7MP a

4.6. MS tune 界面操作, 开机先开气体, 再点击 operate; 关机先点击 standby 再关气体

4.7. NAS 网盘是本实验室唯一获取数据的有效 途径, 禁止用 U 盘、移动硬盘 等进行拷贝

4.8. 请严格按仪器操作规程进行操作, 实验过程中有任何不确定或报错 必须联系技术人员, 否则造

4.9. 成损伤或 实验室损失的, 操作人将承担 责任并进行通报批评。

## 5. 实验室安全管理规范

5.1. 严格遵守色质谱实验室的各项安全注意警示标识。

5.2. 色质谱实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

5.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃、枪头丢弃在常规垃圾箱中。

5.4. 实验室应保持整洁, 严禁摆放与实验无关的物品如食品和饮料。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。

5.5. 当没有气体时, 严禁开启仪器。

5.6. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与核磁谱仪工作站电脑连接。

5.7. 空压机房所处的房间应使用空调, 要保持室内空气干燥, 在潮湿的季节应该除湿。至少每周检查一次有无积水。

## 6. 色质谱实验室仪器设备管理规范

### 6.1. 单四极杆质谱仪器预约与使用

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约, 并按照要求登记预约信息。校内用户使用的流程包括:

- (1) 大仪网进行预约/送样申请;
- (2) 按规定制样;
- (3) 进入实验室进行登记;
- (4) 上机测试。

### 6.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 磁共振实验室制定了核磁共振谱仪 7\*24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前 2 小时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期最少提前一天预约机时。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前 2 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间, 将被取消一个月的预约资格。



预约时段		预约时间/每人	测试内容
周一至周五	09:00 至 22:00	每人次可预约最短机时为 60 分钟	一级质谱

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用;
- (5) 不可擅自做变温实验, 如有需求请务必联系技术员;
- (6) 核磁共振原始数据不允许在仪器工作站上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 6.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试-初、中、高三级 SOP) 及相应数据处理。

培训结束后, 培训者需管理人员监督下进行 5 次左右操作, 培训者根据自己的掌握程度, 联系技术员进行上机考核, 初级考核合格后, 可在管理人员监督下上机操作, 一周后复考;

仪器管理员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者授权在相应级别所允许的 *可操作实验*<sup>a</sup> 范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解质谱的基本原理及其应用的多学科背景知识;

- (2) 熟悉质谱仪器，电喷雾离子源的原理、构造及各部分的功能，严格遵守仪器部件的开关顺序，在突然停电能及时处理仪器并上报，关注仪器各部件有无异常；
- (3) 熟练掌握单四极杆质谱的软件系统，严格按照标准操作规程操作，防止因人为操作不当造成仪器故障，认真做好仪器的使用及故障记录。

## 7. 实验内容

### 7.1. 样品的准备

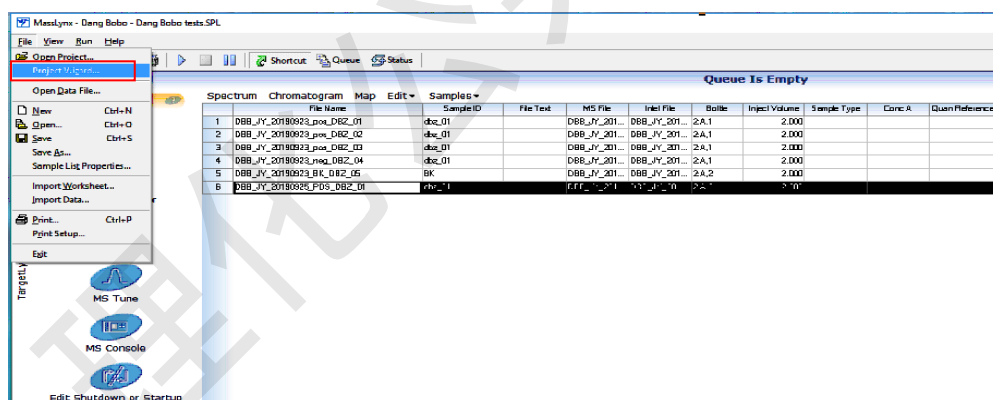
去盐；溶剂：乙腈/甲醇/水或以上两种混合溶剂，严禁测试遇到乙腈/甲醇/水析出的样品溶液；3) 样品浓度：1-2 ppm；样品量：2-5 ml；制备溶液之后，过 0.22  $\mu\text{m}$  的滤膜。

### 7.2. Masslynx 软件简介

#### 7.2.1 项目/文件新建

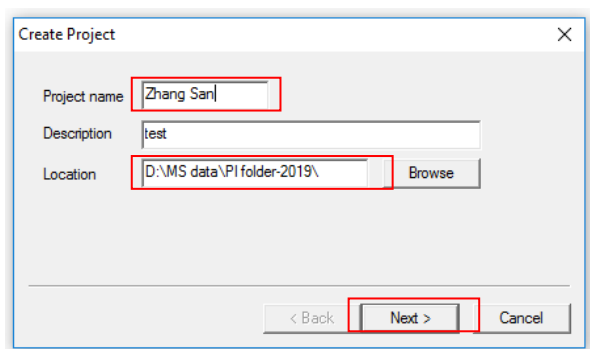
Masslynx软件主界面：

Step1: File-project wizard

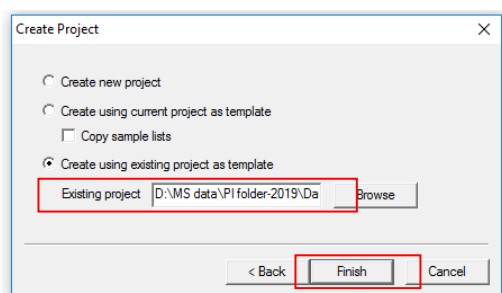


Step2: 输入所属课题组负责人姓名，点击Next。

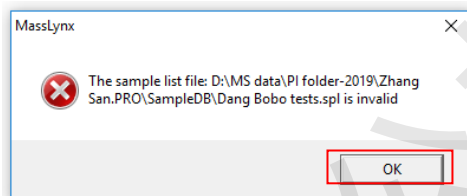
如张三，输入 Zhang San



Step3:选择 create using existing project as template,点击Finish



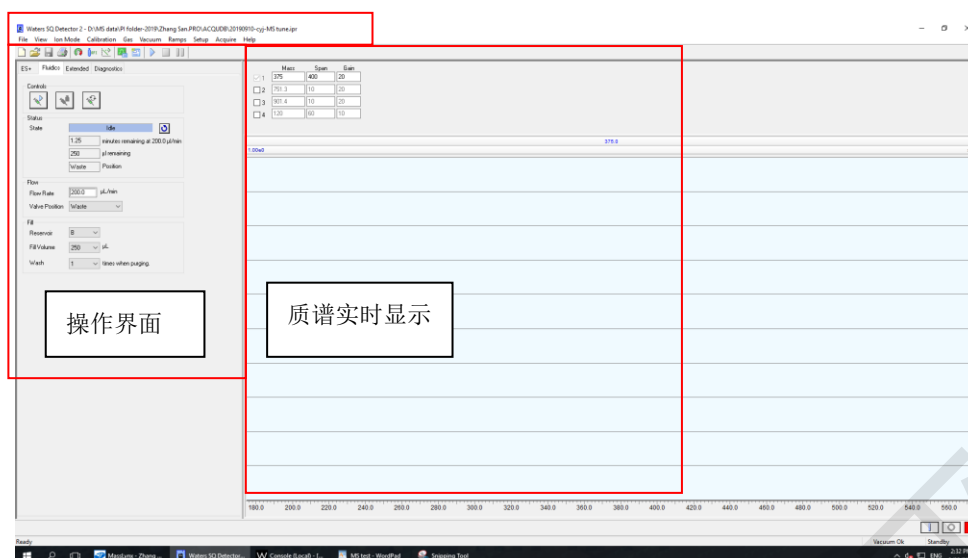
Step4:点击OK



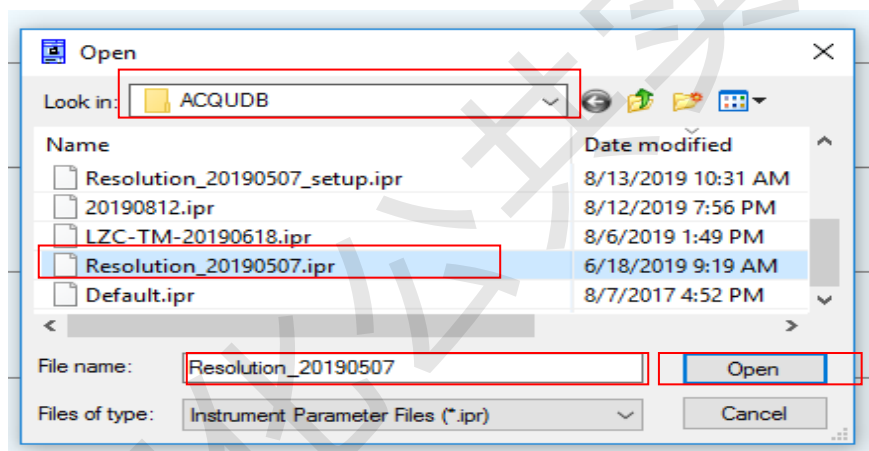
## 7.2.2 MS Tune 软件操作

Step1: Masslynx 主界面, 点击MS Tune界面, 弹出Masslynx SQ detector2质谱操作界面

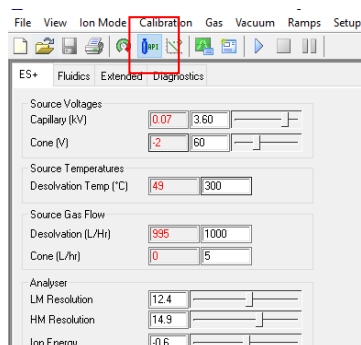
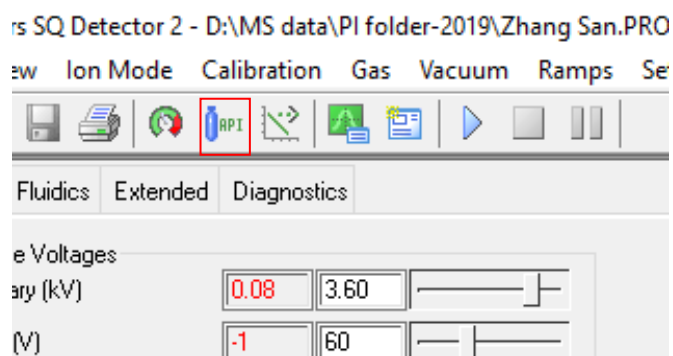




Step2: Masslynx SQ detector2质谱操作界面,File-open,选择Resolution\_20190507.ipr方法文件, 点击open。Masslynx SQ detector2质谱操作界面右上角将显示当前方法为Resolution\_20190507.ipr

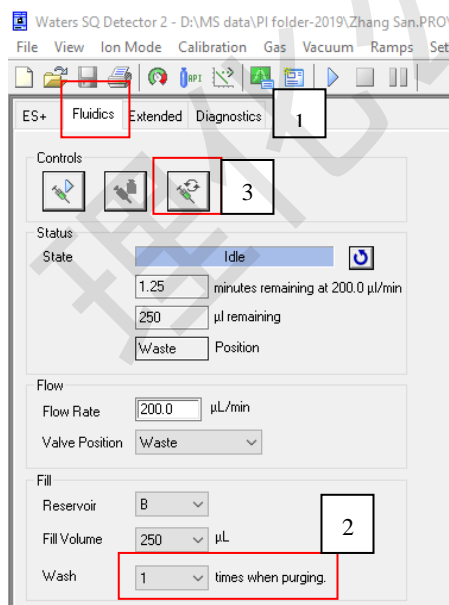


Step3: 在Masslynx SQ detector2质谱操作界面,快捷方式图标行,点击API气罐图标,随后仪器会发出“啪”的一声,且点击后API图标,加上阴影,表示气体加载成功。

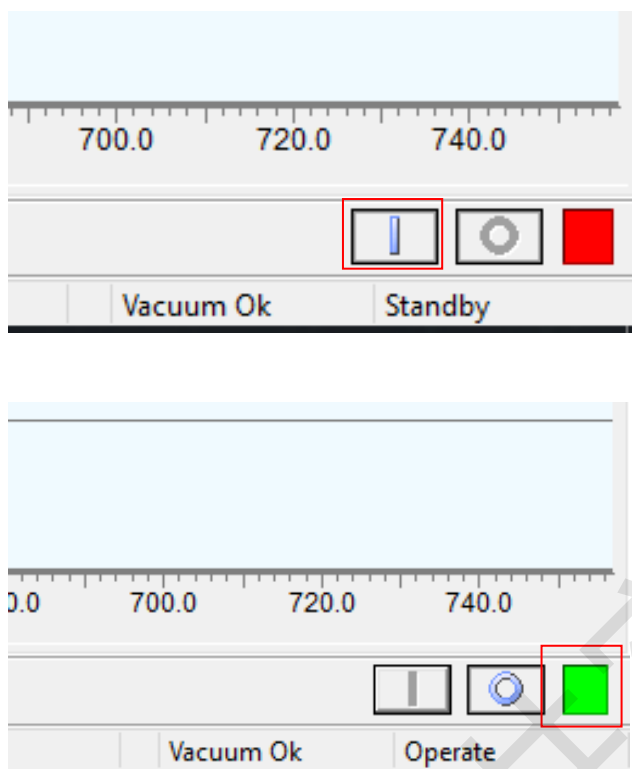


Step4: 在Masslynx SQ detector2质谱操作界面。先将空白样品或清洗液放置质谱直接进样B口；选择Fluidics子选项，wash次数设为1，点击purge，进行测试前管路冲洗,当显示idle，表明冲洗结束。

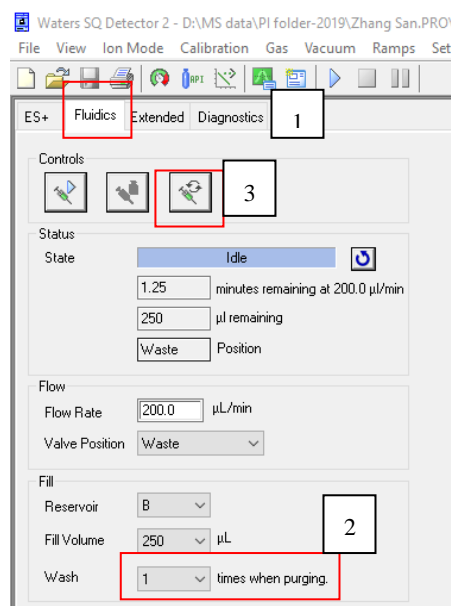
注意：请确保有足量的清洗液。



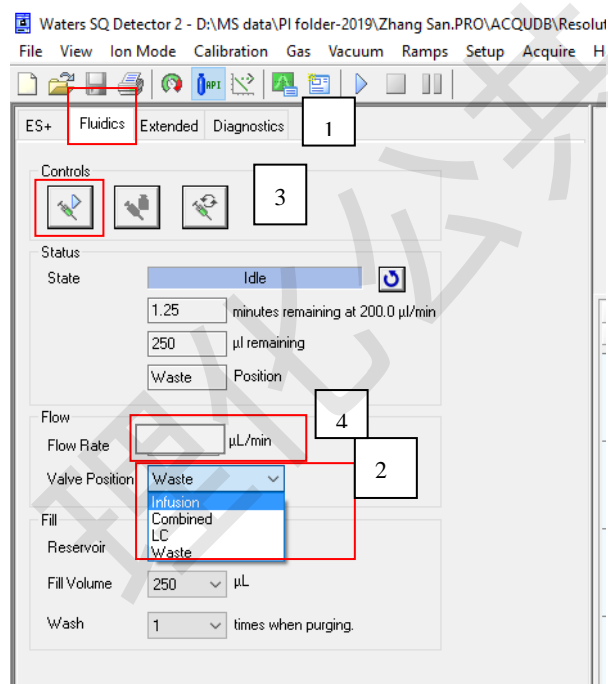
Step5: 在Masslynx SQ detector2质谱操作界面, 在step4操作的同时, 加载质谱, 具体方法为在右下角, 点击operate按钮, 点击之后, 运行状态图标变为绿色, 说明质谱已开始运行。

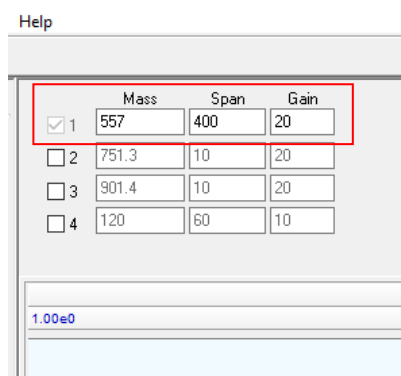


Step6: 在step5, step6的基础上, 确保背景没有自己样品的目标质谱峰, 将样品瓶放置在质谱直接进样B口; 选择Fluidics子选项, wash次数设为1, 点击purge, 仪器再一次冲洗管路, 并吸取B位置上的样品, 体积为250  $\mu\text{l}$ 。

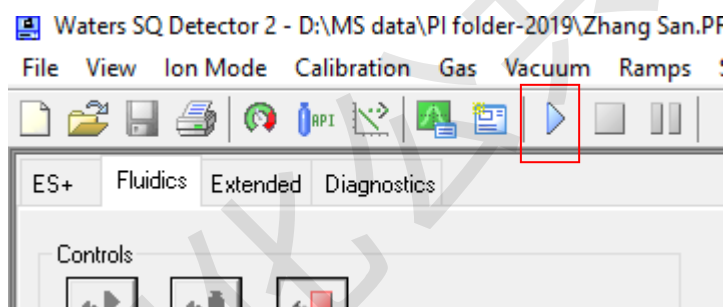
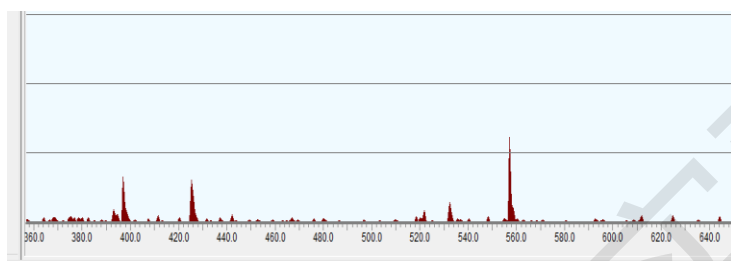


Step 7: 上述操作完成后, 在Fluidics界面, 将Valve position 设到infusion位置, 点击start infusion按钮, 流速设为10 ul/min。质谱窗口, 设置目标离子的质荷比和合适的span区域, gain设为16。





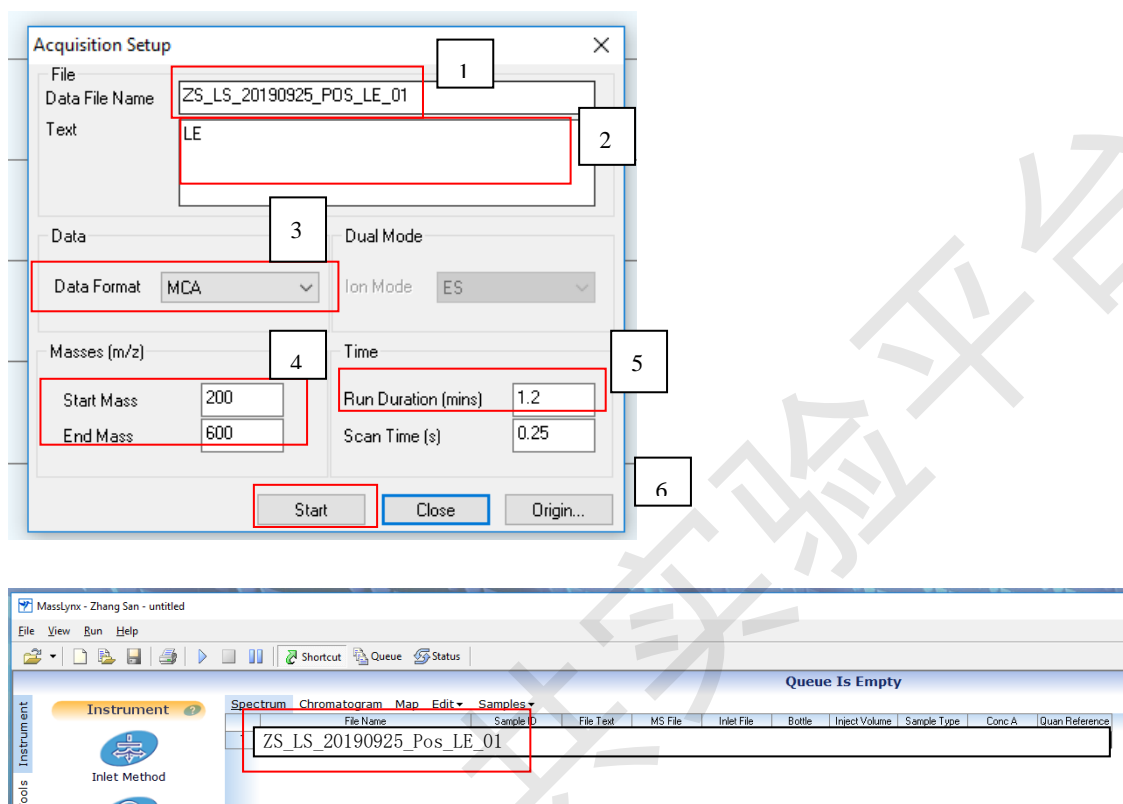
Step8: 当质谱显示窗口出现目标质荷比, 在快捷图标栏, 点击Acquire三角形图标, 进行数据采集。弹出数据采集编辑窗口。



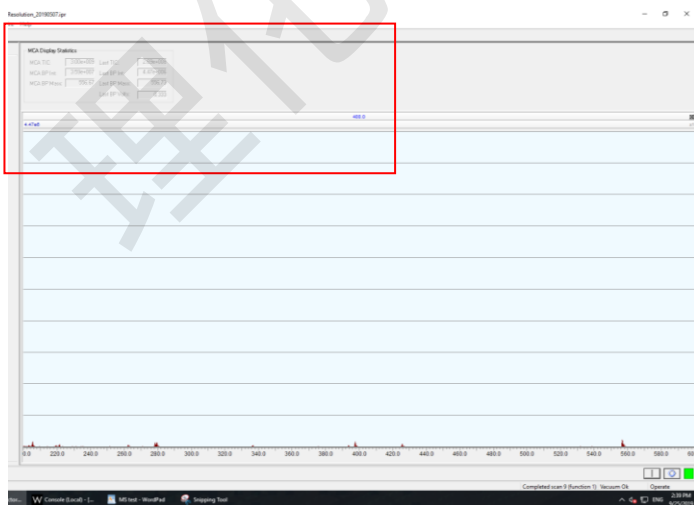
Step 9:在弹出数据采集编辑窗口, (1) 编辑文件名, 编辑规则: 导师姓名缩写\_个人首字母缩写\_日期\_离子模式\_样品编号\_采集编号。如张三的学生李四在2019年9月25日采用正离子模式测试LE样品, 则编辑文件为: ZS\_LS\_20190925\_Pos\_LE\_01; (2) 文本编辑窗口: 个性化输入, 比如可编辑样品具体信息; (3) Data Format: MCA(累计模式), Continuum(连续采集轮廓图模式), Centroid(中心点, 棒状图模式), 推荐使用MCA模式; (4) 设置扫描质量范围。根据样品分子量自定义, 由于溶剂通常存在很多小分子, start mass 建议大于200, end mass和start mass需包含目标质荷比; 建议以

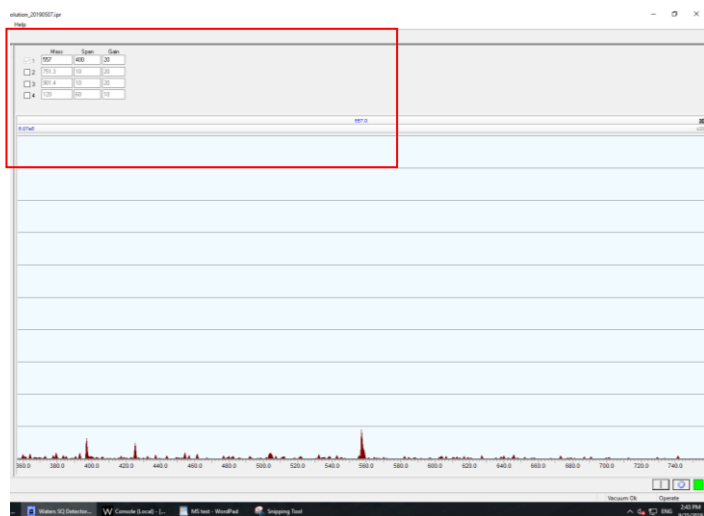


目标品质荷比加减200; (5)run duration times(信号采集时间), 不超高1.5min, 信号明显, 建议设 0.2-0.3min; 以上所有信息输入完毕, 请复制文件名 ZS\_LS\_20190925\_Pos\_LE\_01;6) 点击start按钮



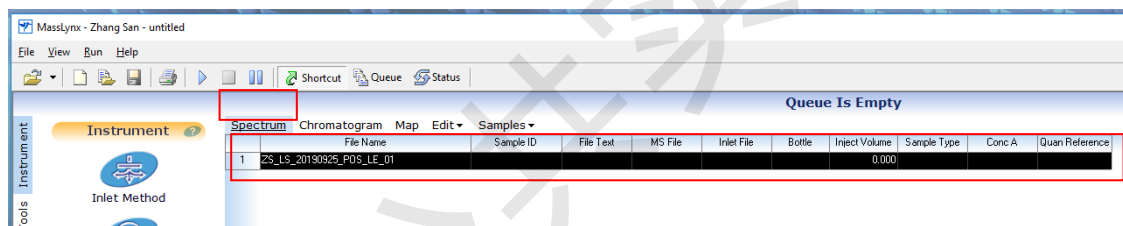
Step10:上一步操作(step9), 点击start之后, 在Masslynx SQ detector2质谱操作界面显示灰阶, 为采集状态, 此时严禁进行任何操作。数据采集结束, 质谱操作界面恢复正常。





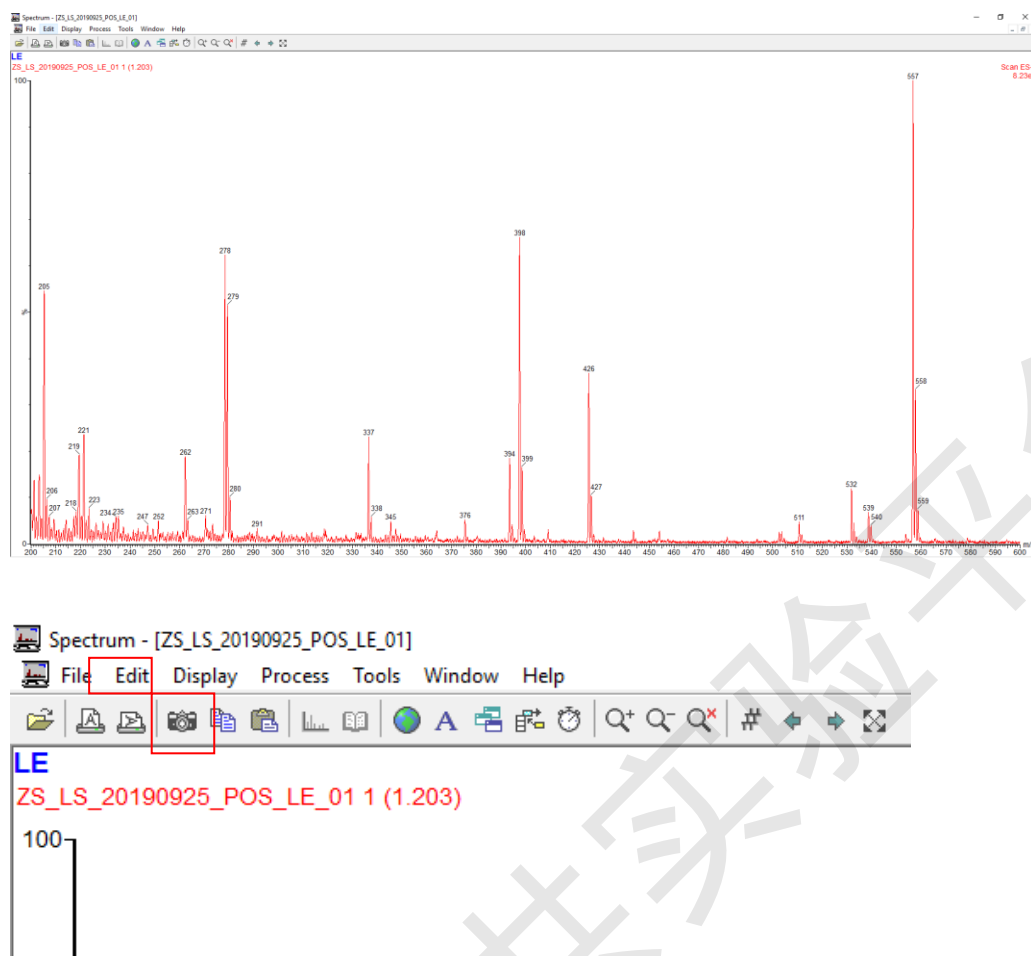
### 7.2.3 数据保存与处理

Step1: 在Masslynx操作主界面, File Name复制数据采集中的文件后, 选中该行后, 点击Spectrum, 出现采集的质谱数据;



Step2: 在step1操作后, 弹出质谱图, File Name复制数据采集中的文件后, 选中该行后, 点击Spectrum, 出现采集的质谱数据。点击照相机界面, 复制质谱图, 打开电脑中的Paint画图, 粘贴并另存;

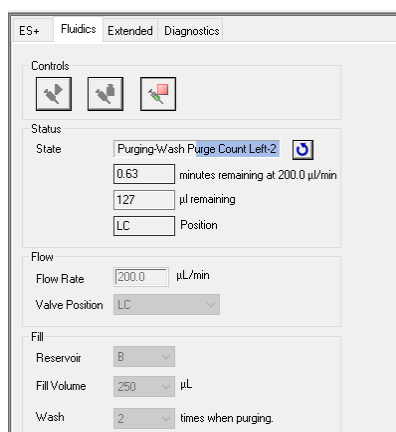
选择edit-copy spectrum lists复制质谱原始二维数据, 新建text document文本文件进行粘贴即可。该txt文本可以进一步用origin进行处理。



Step3: 数据禁止采用U盘或硬盘进行下载传输。打开Internet browser浏览器, 选择已收藏的学校NAS网盘, 点开。登录上传自己的数据; 或者将处理好的数据暂时存在在桌面, 由技术员上传到网盘, 用户通过链接下载。

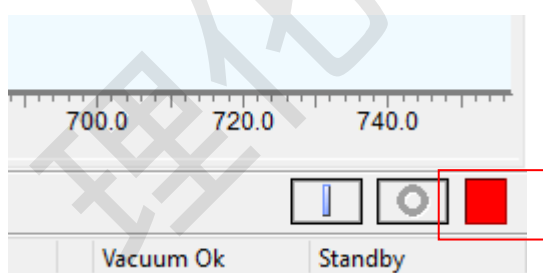
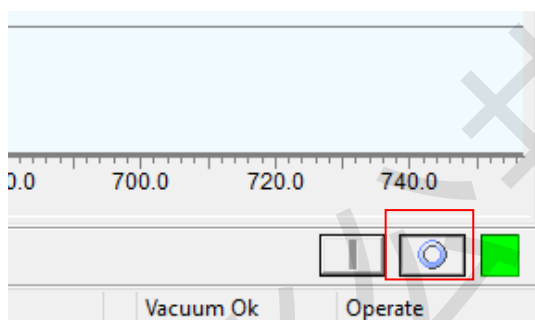
#### 7.2.4 实验结束处理

Step1: 实验结束之后, 需要对流路进行清洗, 确保没有自己样品的没有残留。将清洗试剂瓶放置在质谱直接进样B口; 选择Fluidics子选项, wash次数设为2, 点击purge, 仪器再一次冲洗管路, 并吸取B位置上的清洗剂, 体积为250 ul。

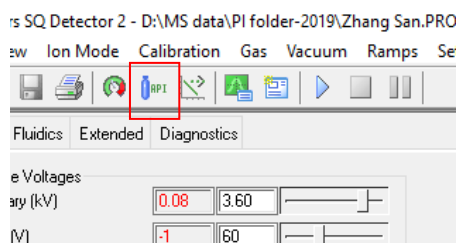
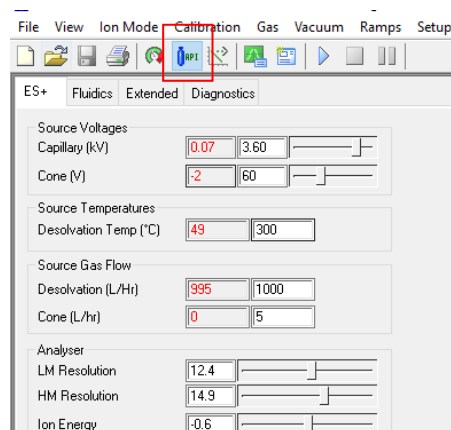


Step 2:清洗结束, 将Valve position 设到infusion位置, 点击start infusion按钮, 流速设为10 ul/min。观察是否有残余样品的质谱峰。有, 继续清洗, 步骤同step1 和step2。没有残余信号, 说明清洗干净, 进行下一步操作。

Step3: 在Masslynx SQ detector2质谱操作界面在右下角, 点击standby按钮, 点击之后, 运行状态图标变为红色, 说明仪器处于待机状态。



Step4:在Masslynx SQ detector2质谱操作界面, 快捷方式图标行, 点击API气罐图标, 随后仪器会发出“啪”的一声, 且点击后API图标, 阴影去除, 表示气体卸载成功。



Step 5: 退出学校基理系统。

Step 6: 实验结束, 请整理实验桌并将自己的测试样品带出实验室。

请注意: 使用前先检查谱仪状况, 一切正常方可操作; 一旦开始实验, 默认为使用前谱仪状况良好; 使用过程中出现故障须立即联系技术员; 测试后请及时取回样品。

## 8. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 9. 记录

Q/WU FLHS021 单四级杆液质联用仪 Waters H-class/SQD2 使用记录

使用记录													20__年	
日期 (月.日)	使用人	课题组 导师	样品名称 或代号	检测方式(√)		测试内容(√)			样品 数	样品位置 (自动进样)	文件名 导师名首字母- 使用人名首字 母-日期-数字	仪器使用后状态		备注
				送样	自主	MS	LC-MS	定量				正常	报错及问 题描述	
05.06	张三	王五	蛋白质		√	√			2	/	WW-ZS-20190506001	√		

\*\*请注意：使用前先检查谱仪状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前谱仪状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。