

# 戴安 U3000 与禾信质谱联用线性范围

田琴琴, 朱辉

(广州禾信仪器股份有限公司, 广州 510530)

**摘要:**将赛默飞世尔高效液相色谱戴安 U3000 与禾信 API-TOFMS1000 串联, 进行检测实验, 证明自行搭建的 LC-TOFMS 性能能达到检测要求。

**关键词:** 线性;LC-TOFMS

## 1 实验条件

### 1.1 样品信息

利血平 (2ppb、50ppb、100ppb、2000ppb)

### 1.2 仪器设备

Theromfisher 高效液相色谱戴安 U3000、禾信 API-TOFMS1000

### 1.3 色谱条件

色谱柱型号: Biopearl-HC Column C18, 5 $\mu$ m, 2.1 $\times$ 150mm

流量: 0.2ml/min, 雾化气 0.3Mpa, 辅助气 0.1 Mpa, 色谱流动相为 100%甲醇, 柱压 53bar。

采集卡: 安捷伦 ADC 采集卡

## 2 实验方法

**2.1** 实验找出不同进样量的最佳采集卡参数 (输入量程和偏移电压)。

**2.2** 在上述采集卡参数优化的情况下 (0-50pg 采用 1V 的输入量程和 0.5V 的偏移电压; 100pg-500pg 采用 2.5V 的输入量程和 1V 的偏移电压), 进行线性范围实验, 分别将进样量为空白、2pg、10pg、20pg、50pg、100pg、200pg、500pg 的利血平样品进样 7 次, 检测仪器的线性范围。

**2.3** 继续优化采集卡参数之后 (0-2pg 采用 500mV 的输入量程和 0.2V 的偏移电压; 50pg-2000pg 采用 2.5V 的输入量程和 1V 的偏移电压), 分别将进样量为空白、2pg、50pg、100pg、200pg、500pg、1000pg、2000pg 的利血平样品进样 7 次, 检测仪器的线性范围。最后通过综合分析比较各组数据和峰型情况检验仪器性能是否达到检测要求。

## 3 实验记录

通过实验得出不同进样量的最佳采集卡参数如下表：

**表 1 不同进样量的最佳采集卡参数**

进样量	输入量程	偏移电压
<10pg	500mV	0.2V
<50pg	1V	0.5V
≥50pg	2.5 V	1 V

利血平进样量分别为空白、2pg、10pg、20pg、50pg、100pg、200pg、500pg 的实验数据如下：

**表 2 线性范围实验数据（脉冲模式）**

序号	峰面积								平均值	稳定性
	1	2	3	4	5	6	7	8		
空白	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2pg	66474	73345	695171	617351	637856	662316	591952	657549	7.2%	
	16	88	4	5	0	5	5	7.571		
10pg	30379	29372	286161	290175	291494	297029	265755	289735	4.1%	
	980	970	00	70	20	30	90	08.57		
20pg	44448	44424	434365	407445	388207	382700	522861	432044	10.9%	
	590	460	90	20	50	30	80	45.71		
50pg	81968	86010	879823	821196	783600	767948	740075	810347	6.2%	
	380	700	00	20	00	70	50	74.29		
100p g	23377	23616	233223	229550	235568	233863	232576	233531	0.9%	
	4000	3200	400	000	600	600	800	371.4		
200p g	52367	51789	516671	512983	521371	534362	525116	521725	1.3%	
	7800	5400	100	500	900	800	900	628.6		
500p g	14174	13964	139574	140229	140160	142400	142054	140828	0.9%	
	22000	13000	4000	0000	2000	8000	7000	9429		
线性 范围	$R^2=0.9974$									

利血平进样量分别为空白、2pg、50pg、100pg、200pg、500pg、1000pg、2000pg 的实验数据如下：

表 3 线性范围实验数据（直流模式）

序号	峰面积							平均值	稳定性	
	1	2	3	4	5	6	7			
空白	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
2pg	35156	29790	316652	330081	339268	340871		329391	5.9%	
	36	82	8	9	5	4		0.667		
50pg	14819	16629	162125	150054	138408	143619	142253	150136	6.9%	
	940	680	20	60	20	80	90	84.29		
100p	42402	44148	442236	446330	434289	436759	438946	437725	1.6%	
样	g	700	940	60	70	00	60	90	60	
品	200p	96717	97737	950795	984344	972393	995635	975445	974737	1.4%
	g	420	400	40	60	40	80	40	54.29	
	500p	29438	28763	292053	297754	297468	304556	305485	297047	2.1%
	g	2100	3100	800	800	300	900	200	742.9	
	1000	72269	69709	698650	697845	707249	704848	687251	702233	1.6%
	pg	5100	2400	800	200	300	300	400	214.3	
	2000	11888	12657	125301	126423	129947	128354	128957	126348	2.9%
	pg	08000	36000	6000	9000	2000	3000	9000	4714	
线性范围	$R^2=0.996$									

#### 4 数据分析

表 2 和表 3 两个线性范围实验，表 2 中采集卡参数为：0-50pg 采用 1V 的输入量程和 0.5V 的偏移电压，100pg-500pg 采用 2.5V 的输入量程和 1V 的偏移电压，表 3 中采集卡参数为：0-2pg 采用 500mV 的输入量程和 0.2V 的偏移电压，50pg-2000pg 采用 2.5V 的输入量程和 1V 的偏移电压。表 2 选择的是脉冲模式实验，表 3 选择的是直流模式实验，因为脉冲模

式信号太高，高进样量样品容易出现饱和现象。表 2 和表 3 的线性范围  $R^2$  分别为 0.9974 和 0.996，表 3 中每组进样量的稳定性更好。

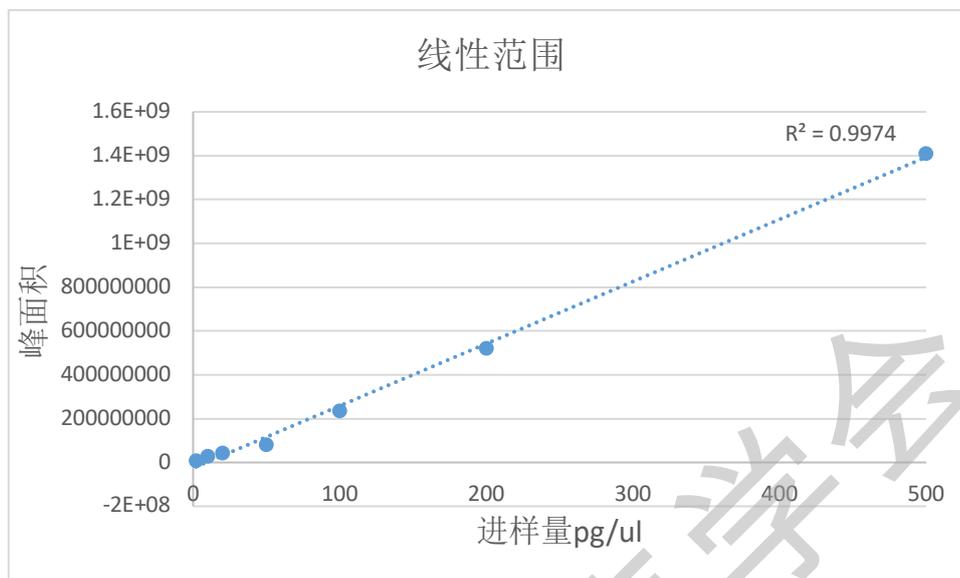


图 1 表 2 线性

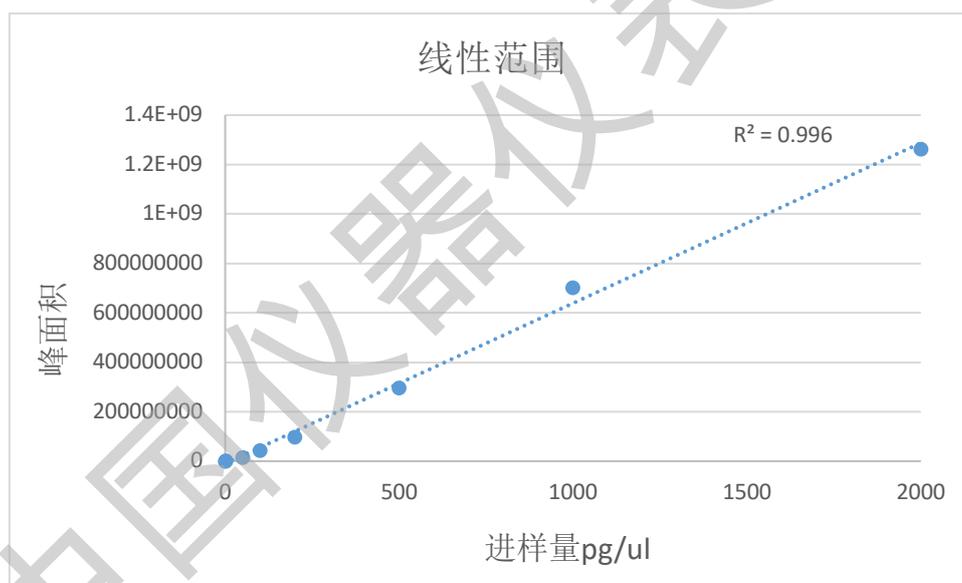


图 2 表 3 线性范围

## 5 实验小结

从表 2 和表 3 得出的实验结果说明赛默飞世尔高效液相色谱戴安 U3000 与禾信 API-TOFMS1000 串联，性能能达到检测要求。表 2 表 3 的实验条件不同，得出的结果相差不大，但是可以看出进一步对采集卡参数优化后表 3 每组进样量的稳定性比表 2 更好。另外表 2 比表 3 的线性更好的原因可能是表 2 的进样量在两个数量级内，而表 3 的进样量在 3 个数量级内，进样量范围太大，对样品浓度的配制精确度要求更高，使用的更多浓度梯度造成的误差就越大。

## 6 存在的问题及后续实验

6.1 优化离子源。

6.2 优化色谱柱。

6.3 优化配液精度。

中国仪器仪表教学网