

使用Empower™样品组生成器自动创建用ACQUITY™ QDa检测器进行分析的色谱方法

Margaret Maziarz, Paul D. Rainville

Waters Corporation

这是一份应用简报，不包含详细的实验部分。

摘要

要优化离子源-质谱(MS)参数以增强信号，需要基于一系列电离变量创建多种色谱方法。本技术简报说明了使用Empower™样品组生成器软件自动创建色谱方法，并搭配ACQUITY QDa质谱检测器进行分析，从而研究探头温度和锥孔电压对盐酸美金刚灵敏度的影响。

优势

- 使用Empower样品组生成器自动快速创建Empower仪器方法、方法组和样品组方法，同时改变色谱参数
 - 为Waters ACQUITY LC仪器、光学检测器和ACQUITY QDa质谱检测器生成色谱方法
-

简介

MS离子源电离参数的优化对于在液-质联用(LC-MS)中进行高灵敏度分析起着重要作用。通常研究电离参数（例如电离模式、锥孔电压或探头温度）以增强MS信号并达到目标分析物的低检测限。要研究不同电离参数及其范围对

灵敏度的影响，需要基于一组变量仔细创建多种色谱方法。然而，手动创建和验证这些方法十分耗时且容易出错。

Empower样品组生成器(SSG)可自动创建仪器方法、方法组和样品组方法，同时更改色谱参数。根据实验设计，在样品组方法中自动创建和构造Empower方法组和仪器方法，作为准备运行的进样序列。自动创建色谱方法尽可能地减少了手动过程中可能出现的抄录错误和生成方法所花费的时间。

本技术简报说明了如何使用Empower SSG自动创建色谱方法，以联用ACQUITY QDa质谱检测器和Arc™ Premier系统进行分析。ACQUITY QDa用于检测无发色团的盐酸美金刚，这是一种常用于治疗与阿尔茨海默病相关的痴呆症的药物¹。我们研究了QDa电离参数（探头温度和锥孔电压）对美金刚分析方法灵敏度的影响。

结果与讨论

盐酸美金刚缺乏UV检测所需的发色团，但使用ACQUITY QDa质谱检测器可产生稳定的MS信号²。表1中总结了本研究中使用的方法条件。使用浓度为1 mg/mL的甲醇浓缩储备液制备浓度为10 ng/mL的90:10水/甲醇标准溶液，并通过MS检测进行灵敏度研究。

盐酸美金刚的分析方法条件

系统：	Arc Premier系统、2998 PDA和 ACQUITY QDa
色谱柱：	CORTECS™ C ₁₈₊ , 2.7 μm, 3 mm x 75 mm (P/N: 186007401)
柱温：	45 °C
流动相：	A: 0.1%甲酸水溶液 B: 0.1%甲酸的乙腈溶液
进样体积：	3.0 μL

MS检测： ACQUITY QDa质谱检测器(Extended Performance)

- 电离模式： ESI+
- 单离子扫描(SIR)： 180.2 Da
- 探头温度： 600 °C
- 锥孔电压： 15 V
- 毛细管电压： 0.8 kV
- 数据： 棒状图

清洗溶剂： 灌注/样品清洗液： 50:50水/甲醇

密封清洗液： 90:10水/乙腈

梯度表

步骤	时间	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线
1	初始	1.00	95.0	5.0	6
2	2.5	1.00	10.0	90.0	6
3	3.5	1.00	10.0	90.0	6
4	3.6	1.00	95.0	5.0	6
5	6.0	1.00	95.0	5.0	6

按照下述步骤，使用Empower SSG自动创建色谱方法，以研究探头温度（600、500和400 °C）和锥孔电压（5、10、15和20 V）对盐酸美金刚灵敏度的影响。

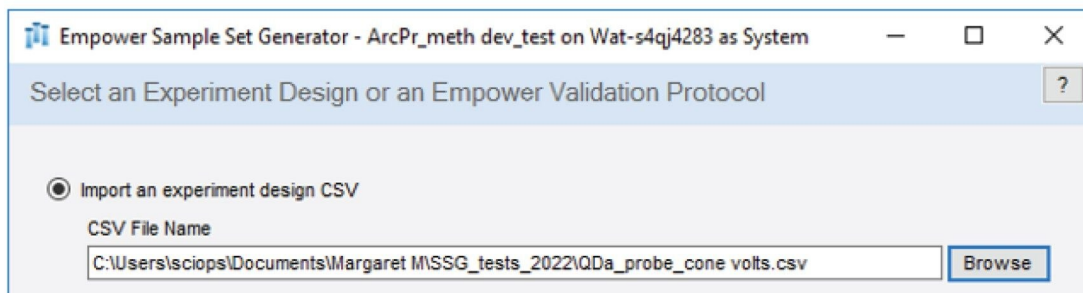
- 将包含QDa变量的逗号分隔值(CSV)文件导入Empower SSG（图1）。实验设计包括MS条件与不同探头温度和锥孔电压的组合。
- 从Empower项目加载一个基本样品组方法到Empower SSG，其中包括方法组和仪器方法以及分析的系统配置。

- 研究因子探头温度和锥孔电压与Empower设置相关联（图2）。
- 在最终生成样品组方法之前定义最终设置（进样组、平衡时间和方法名称）（图3）。

完成上述步骤后，Empower SSG根据实验设计自动创建样品组方法，作为准备运行的进样序列（图4）。

Empower仪器方法和方法组会自动创建并内置于样品组方法中。样品组方法包括实验名称和12个具有不同探头温度和锥孔电压的方法组。按照用户的指示，在运行开始时添加平衡步骤和空白进样。如果没有Empower SSG，用户需要手动创建12个仪器方法和方法组，该过程耗时且容易出错。通过Empower SSG自动生成方法，可减少时间和抄录错误，确保所有色谱运行均按照正确创建的方法完成。使用ACQUITY QDa检测器采集的Empower数据如图5所示。实验运行中的峰数据表明，探头温度为600°C和锥孔电压为15 V时，盐酸美金刚的灵敏度最高，产生的信噪比(s/n)值最高（图5A）。

A. 导入CSV文件，其中包含待测变量的实验设计



B. 查看实验研究的内容

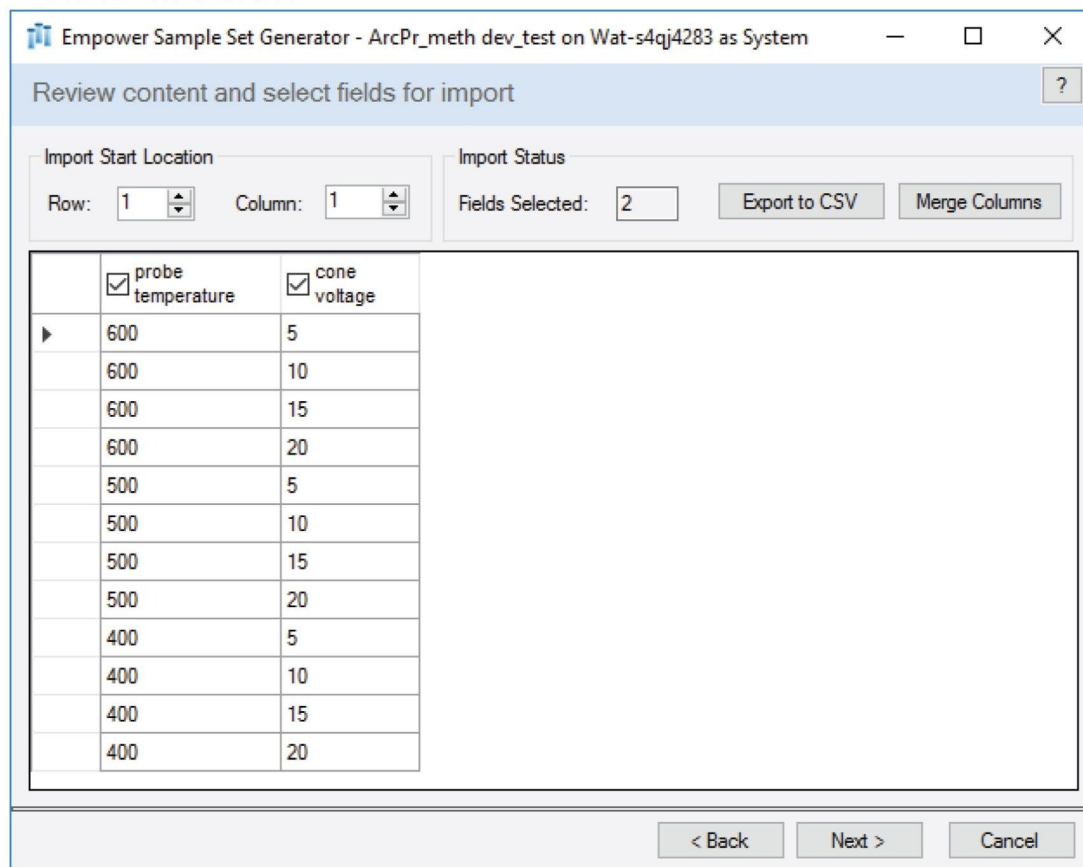


图1.使用Empower SSG创建色谱方法。导入CSV文件(A)并查看实验设计(B)。

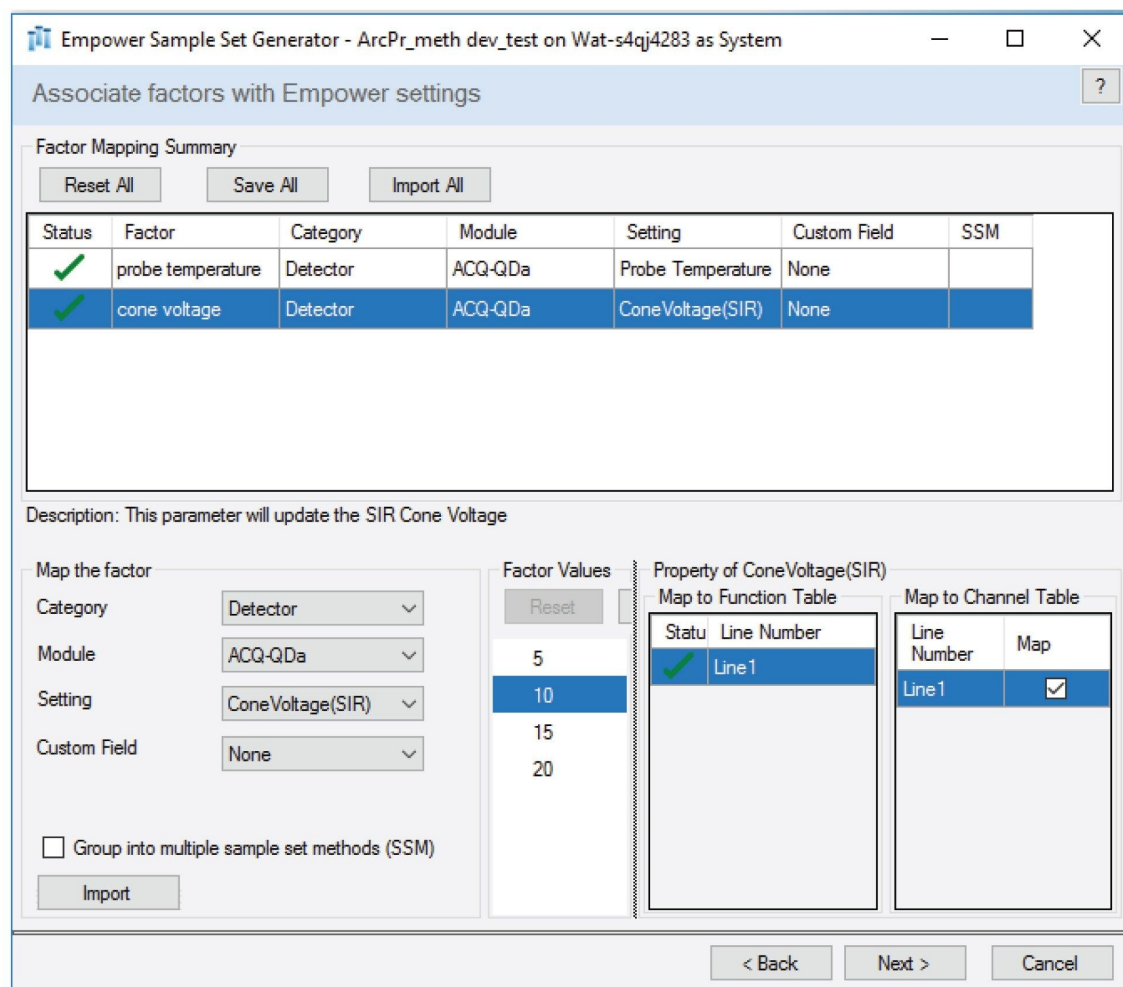


图2. Empower SSG。将因子或仪器变量与 Empower 设置相关联。

Empower Sample Set Generator - ArcPr_meth dev_test on Wat-s4qj4283 as System

Final Generation Settings

Preparation Information

Number of Preparations/Experiment:

Number of Injections/Preparation:

Insert Injection Panel

Injections	At the Beginning	On Instrument Method Change	On Preparation Factor Change	On Sample Concentration Change	Number of Injections
Blank	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	2
System Suitability1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
System Suitability2	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Standard	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

Insert Equilibration Line

Sample Set Generator will insert an Equilibration line when there is a change in chemistry between sample lines

Equilibration Run Time (Minutes):

Enter Sample Set Method, Method Set and Instrument Method Name

Sample Set Method Name:

Method Set Name:

Instrument Method Name:

< Back Generate Cancel

图3. Empower SSG生成方法的最终设置。


	Plate /Well	# of Injs	SampleName	Function	Method Set / Report or Export Method	Probe Temp	Cone Voltage	Run Time (Minutes)
1				Equilibrate	Memantine_QDa_1			10.00
2	1:A,1	2	Memantine_1	Inject Samples	Memantine_QDa_1	600	5	6.50
3	1:A,2	1	Memantine_1	Inject Samples	Memantine_QDa_1	600	5	6.50
4	1:A,2	1	Memantine_2	Inject Samples	Memantine_QDa_2	600	10	6.50
5	1:A,2	1	Memantine_3	Inject Samples	Memantine_QDa_3	600	15	6.50
6	1:A,2	1	Memantine_4	Inject Samples	Memantine_QDa_4	600	20	6.50
7	1:A,2	1	Memantine_5	Inject Samples	Memantine_QDa_5	500	5	6.50
8	1:A,2	1	Memantine_6	Inject Samples	Memantine_QDa_6	500	10	6.50
9	1:A,2	1	Memantine_7	Inject Samples	Memantine_QDa_7	500	15	6.50
10	1:A,2	1	Memantine_8	Inject Samples	Memantine_QDa_8	500	20	6.50
11	1:A,2	1	Memantine_9	Inject Samples	Memantine_QDa_9	400	5	6.50
12	1:A,2	1	Memantine_10	Inject Samples	Memantine_QDa_10	400	10	6.50
13	1:A,2	1	Memantine_11	Inject Samples	Memantine_QDa_11	400	15	6.50
14	1:A,2	1	Memantine_12	Inject Samples	Memantine_QDa_12	400	20	6.50

图4.使用Empower SSG生成的样品组方法。

A. 实验运行中的峰数据

Empower 3 Peak_summary report						
Channel Name: QDa 1: SIR Ch1						
Proc. Chnl. Descr.: 1: QDa Positive(+) SIR Ch1 180.20						
	SampleName	RT	Probe Temp (C)	Cone Voltage (V)	Height	USP s/n
1	Memantine_3	1.775	600	15	36023	72
2	Memantine_2	1.797	600	10	35715	68
3	Memantine_4	1.832	600	20	32793	40
4	Memantine_7	1.792	500	15	31467	60
5	Memantine_6	1.818	500	10	29286	36
6	Memantine_8	1.771	500	20	28327	48
7	Memantine_11	1.782	400	15	25978	50
8	Memantine_1	1.761	600	5	24986	40
9	Memantine_10	1.803	400	10	24413	39
10	Memantine_12	1.822	400	20	23552	28
11	Memantine_5	1.775	500	5	20856	39
12	Memantine_9	1.779	400	5	17530	33

B. 10 ng/mL美金刚标准品溶液（溶于90:10水/甲醇）的色谱图

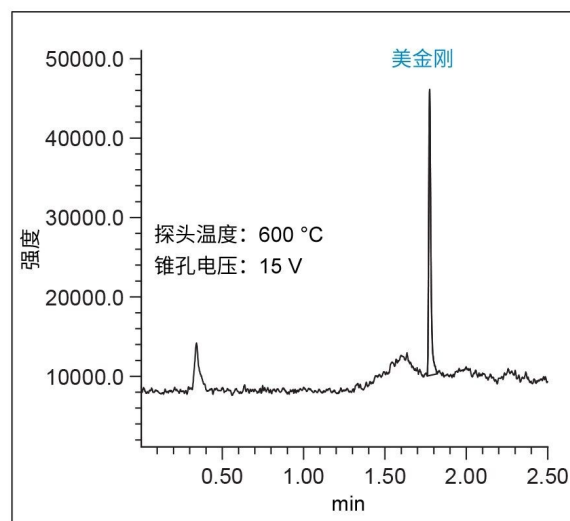


图5. Empower数据。实验运行中的峰数据(A)和美金刚标准溶液的代表性色谱图(B)。

结论

使用Empower样品组生成器自动创建色谱方法，搭配ACQUITY QDa质谱检测器进行分析，从而研究电离参数（探头温度和锥孔电压）对盐酸美金刚灵敏度的影响。Empower仪器方法和方法组会自动创建，并内置于样品组方法中，作为准备运行的进样序列。自动生成方法可减少与手动过程相关的抄录错误和耗时。

Empower样品组生成器可自动创建色谱方法用于各种应用，包括在Waters ACQUITY液相色谱系统和检测器上执行的方法开发和验证。

参考资料

1. <https://www.webmd.com/drugs/2/drug-77932-377/memantine-oral/memantine-oral/details> <

<https://www.webmd.com/drugs/2/drug-77932-377/memantine-oral/memantine-oral/details> .

2. Maziarz M, Wrona M, McCarthy SM.应用QDa质谱检测定量分析药片制剂中无发色团盐酸美金刚的优势.沃特世应用纪要, 720005179ZH, 2014.

特色产品

Arc Premier系统 <<https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135083359>>

2998光电二极管阵列(PDA)检测器 <<https://www.waters.com/1001362>>

ACQUITY UPLC PDA检测器 <<https://www.waters.com/514225>>

Empower色谱数据系统 <<https://www.waters.com/10190669>>

720007775ZH, 2022年11月



© 2024 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[使用条款](#) [隐私策略](#) [商标](#) [招聘](#) [法律和隐私声明](#) [危险化学品生产经营许可证](#) [Cookie](#) [Cookie设置](#)

沪ICP备06003546号-2 京公网安备 31011502007476号