

Tips on Tips

在线针头 PicoTips®使用注意事项

感谢你购买New Objective的在线纳升级喷雾针头，包括 SilicaTips™、TaperTips™和PicoFrits™，都是用于纳升级喷雾的最高精度的针头。



不同的厂家生产各种各样的电喷雾离子源(ESI)，针对仪器系统使用精确的 PicoTip 针头可以帮助提高使用性能。本文提供帮助你成功使用 PicoTip 的几个注意事项。也请注意各个生产厂家的安全注意事项以及本文结尾的安全陈述。

PicoTips®的开包和处理

注意：处理 PicoTips®时请戴上 ANSI 认可的安全眼镜。

PicoTips®有增强传导多层镀层(U.S. Patent 5,788,166)，提供优良的电化学稳定性和相对于 ESI 溶剂曝光和起弧的耐久性。镀层操作时要格外小心，机械摩擦能损坏镀层。永远不要用手直接接触针尖，建议使用高质量、精制的无齿纹镊子。New Objective 销售这些工具附件，包括所有高质量工具(切割刀、专用镊子、尺子等)。你必须正确的处理 PicoTips®，这些工具附件信息，详见我们的产品目录和网站。(产品号：TIP-KIT).

PicoTips®粘连固定在盒内。准备使用时，用镊子夹出 PicoTips®。要将针尖一端首先夹出，以避免针尖接触到任何表面。使用前，应小心地将针头的另一端(后端、无针尖的一头)截去 2-4mm，因为这一端有可能进入颗粒而导致针尖阻塞。

石英毛细管切割

正确切割石英毛细管是非常重要的，但在 PicoTips®针头使用准备过程中经常会被忽视。平整光滑的切割可以保持与另外毛细管的低死体积连接。切割时不能产生阻塞流动的颗粒物质是非常重要的。切割最好用高质量的金刚石刀或蓝宝石切割工具。New Objective 的 1mm 宽金刚石切割刀可以提供一致的平面切割并最小产生颗粒。不推荐廉价的碳化物切割工具，因为它会导致低质量(粗糙的)切割断面并产生许多细小颗粒。

- 1) 将管子放在平整清洁的表面上，使切割工具垂直于毛细管表面，如图 1。切割刀笔杆应该垂直于管孔。
- 2) 轻轻按下，**不要**横向锯动。你只需要刻开聚酰亚胺涂层，小心地不要太用力，以避免产生粗糙截面和许多颗粒。
- 3) 轻轻沿管轴方向拉开，接触点应该很容易分离。如果不能分离，请在多使点劲重复上述步骤。

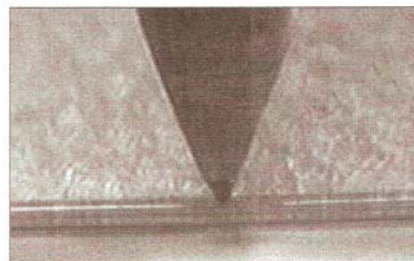


图 1. 切割工具的正确方式

建议用 100x 的光学显微镜检查针尖后端是否被颗粒污染。

安装 PicoTips®

熔融石英PicoTips®可以容易地使用任何种类的零或低死体积的两通与“外部世界”对接，这种两通许多商家都有销售。我们建议使用Upchurch的MicroTight®系列，专用于不同直径毛细管的连接。通过采用外径 1/16”的PEEK™套管，内径又适用于不同石英毛细管外径，因此可以用于标准 1/16”的HPLC。要避免使用可能产生颗粒的石墨垫圈。New Objective提供与Upchurch配套的接头工具(产品号：FSFK-1)，详见我们的产品目录和网站。

镀层风格

尽管许多用户使用我们的标准镀层PicoTips® (产品号：-CE-) 可以获得稳定的性能，但一些用户发现在工作期间过度电弧因为过电压条件而损害了发射针头的性能。虽然大大改善了发射针头镀层，但持续电弧仍会损坏针尖镀层，降低或阻止了稳定的工作。这种问题好的解决方案是使用后端镀层(产品号：-D-)。高电压接触是通过PEEK™两通内部接触方式。因为后端镀层仅应用于发射针头的针尖另一端，因此远离电弧。

喷雾

警告：在仪器内部插入或去掉 PicoTips®前，一定要确信所有电压都在接地电位。

使用前，发射针头应该正确并安全地安装在 ESI 发射针头固定装置上。确保 PicoTips®上的导电镀层与施加电压“接触点”之间紧密可靠接触，针尖终端位置应该在质谱入口 1-5mm 处。

施加高电压

启动零(接地)电位，慢慢增大 ESI 系统电压直到观察到离子或喷雾流，如果你的系统提供有监视点。虽然它的变化很大程度上取决于你的 ESI 设计，但喷雾应该在 1000 至 1500 伏电位差之间启动。为优化施加电压，监控离子流的同时增加 ESI 电位。对于大多数系统，可以获得稳定的离子流平台。最理想的设置点一般是通过平台起点前的电压找到。有时，特别是没有携带有机溶剂喷雾时，启动 ESI 喷雾流所需要的电压相当高(超过 2.0kV)；如此高的电压会产生样品浪费。在喷雾稳定后电压通常会降下来，离子流不再浪费并且伴随样品流速降低。

通常，出现稳定放电前的最大电压是 3.0-3.5 kV。针尖的薄壁结构不能承受针尖和内部之间的拉长电弧。使用 PicoTips®时应避免产生电弧的电位。过高电位导致需要较高的流速，而又不能获得总离子流。

流速

仪器之间性能有很大变化，很大程度上取决于设置参数。流速性能上的最重要影响因素是溶剂成分，电场强度和背压力。较低流速工作，要选择较小直径的 PicoTips®。针尖大小列表详见目录和网站。PicoTips®通常可以支持稳定的 ESI 一定范围的流速。例如，5 μ m 针尖可以在小于 25 nL/min 至 100 nL/min 流速范围工作。

SilicaTips™ 最普通尺寸的大约流速如下：

产品号	流速 (nL/min)
FS360-75-30	300-1000
FS360-75-15	200-500
FS360-50-8	50-300
FS360-20-5	20-100

详见目录中流速完整列表

故障排除

系统中气泡导致离子强度反常下降

气泡会严重破坏喷雾稳定。小气泡可以从连接两通、高电压接触电解或溶剂中溶解气体产生。所有接头改用足够气密或液密接头，可以将气泡降低到最小。允许一定时间让剩余气体从系统中流出。如果气泡仍然存在，可以尝试使用比传输管路内径要小的 PicoTips®。这可能产生足够的背压，并减少或消除溶剂和电解中产生的气体。

发射针尖上形成微珠

当施加电压不足以维持稳定喷雾时，发射针头上就形成微珠。微珠一般在 LC 水系梯度部分形成，因为在水系条件下，理想的电位最高。因为大多数分析不在高含水条件下洗脱，所以这并不会降低系统性能。如果增大电压没有帮助，可能意味着流速太高。许多客户报告，使用较小的 PicoTips®很少有形成微珠问题。

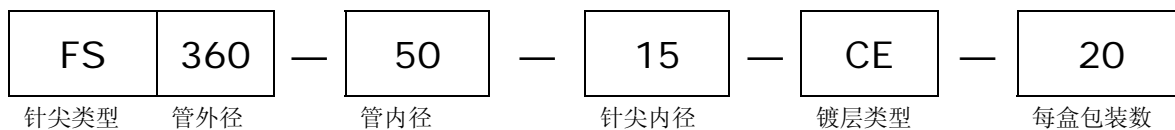
离子信号降低

导电镀层退化会降低离子信号。依据经验，我们建议出现这种情况时更换针头。如果使用后端镀层 PicoTips®，在针尖后端截去一小节石英管，可以重新建立电接触。截去不均匀镀层的石英管，新镀层暴露在两通内以建立电喷雾。

针头内看不见流动

该原因可能是因为颗粒阻塞。颗粒可以用 100x 光学显微镜看到。在线过滤可以有效减少阻塞和延长针头寿命。使用蒸馏过的 HPLC 级瓶装水能获得最好结果。

产品规格



如果订购 SilicaKit-360，可得到如下六支针头：

产品号	管外径	管内径	针尖内径	数量
FS360-75-15	360 μ m	75 μ m	15 +/- 1.5 μ m	3
FS360-50-8	360 μ m	50 μ m	8 +/- 1 μ m	3
FS360-20-5	360 μ m	20 μ m	5 +/- 1 μ m	3

安全提示

警告：电喷雾离子化过程需要使用可能致命的高压电流。使用这类仪器时，需要仔细阅读生产厂商的安全建议。除生产厂商培训认可的专业人员外，任何人不得随意维修或改动仪器。禁止使用有缺陷、损坏或出现故障的这类仪器，否则可能会导致严重的伤残或死亡事故。

安装这类仪器应该由获得过相关电气规则资格认证过的人员来执行。这类仪器也应该由有经验的人员来使用。

依据所有设备生产厂商提供的安全建议，保证有安全的工作场所和所有必须的安全设施。使用前，要仔细检查所有设备和离子化针头。损坏的、碎裂的或破碎的针头都不要再使用。处理熔融石英管和发射针头可能会导致人身伤害事故，包括皮肤和眼睛伤害。使用符合 ANSI Z87.1-1989 要求的安全眼睛或护目镜。所有时间都应该带上防针刺和化学品的手套。

Tips on Tips

离线针头 PicoTips®使用注意事项

感谢你购买New Objective的离线纳升级喷雾针头，包括GlassTips™、EconoTips™和QuartzTips™，都是用于纳升级喷雾的最高精度的针头。



不同的厂家生产各种各样的电喷雾离子源(ESI)，针对仪器系统使用精确的 PicoTip 针头可以帮助提高使用性能。本文提供帮助你成功使用 PicoTip 的几个注意事项。也请注意各个生产厂家的安全注意事项以及本文结尾的安全陈述。

PicoTips®的开包和处理

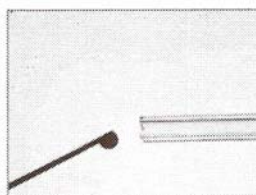
注意：处理 PicoTips®时请戴上 ANSI 认可的安全眼镜。

PicoTips®有增强传导多层镀层(U.S. Patent 5,788,166)，提供优良的电化学稳定性和相对于 ESI 溶剂曝光和起弧的耐久性。镀层操作时要格外小心，机械摩擦能损坏镀层。永远不要用手直接接触针尖，建议使用高质量、精制的无齿纹镊子。New Objective 销售这些工具附件，包括所有高质量工具(切割刀、专用镊子、尺子等)。你必须正确的处理 PicoTips®，这些工具附件信息，详见我们的产品目录和网站。(产品号：TIP-KIT).

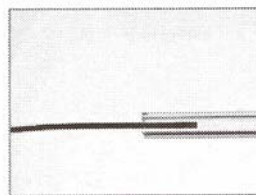
PicoTips®粘连固定在盒内。准备使用时，用镊子夹出 PicoTips®。要将针尖一端首先夹出，小心不要碰到针尖或无意挂擦掉导电镀层，因为不合适或粗糙处理会损坏镀层。抬起针头针尖部分，保证针尖远离包装底部。发射针头很结实，但还是不要让针尖接触到任何表面。

上样和连接

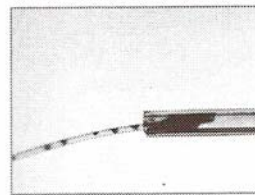
对于各种广泛的应用，PicoTips®发射针头的上样方式没有一种是最好的。因为 PicoTips®有开放针尖，不推荐用桌面离心机填充。除非转速保持很低，否则会因旋转过快使样品甩出。如果你必须要这么做，可以先用空白溶液试验一下。离线 PicoTips®是通过毛细作用填充的特殊截面形状的管子。这种形状帮助填入针尖的锥体区域，防止气泡阻碍液体流动。熔融石英针头和上样枪头是用于样品引入的两种最普通装置，详见下图。



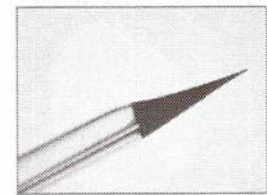
管尖样品准备载
入 PicoTip 后面



仔细将管尖插进
PicoTip 后面



轻轻将样品推进
PicoTip 后面



毛细作用将样品拉
到针尖处

熔融石英针头

PicoTips[®] 可以用传统的石英针头替代不锈钢针头的注射器方便地填充。这些注射器来自 Hamilton 或其他厂商。(例如, 购买 Hamilton 的“RNFS”式样的注射器, 型号为 1701- RNFS 产品号为 87404, 长 10cm, OD 170 μm 的熔融石英针头)。熔融石英针头可以到达针尖 0.2mm 内。填充针尖的 OD 必须小于 PicoTip 玻璃管的 ID。

将填充针头插入 PicoTip 的后端, 如图 1 所示。在不损坏填充针头或 PicoTip 的前提下, 尽可能深地将针头插入 PicoTip 中(不需要到达锥体区域, 因为毛细作用将填满针尖。但样品最初载入离锥体越近, 毛细作用就会越快)。

慢慢将样品注入 PicoTip 中。粗心快速的注入会导致大量气泡或产生样品“泡沫”。尤其是浓缩的蛋白质和肽类样品容易产生这种泡沫。(为防止这种现象产生, 1-5 μL 样品注入时间应该约 5 秒钟)。大多数注射器限制最大体积为 10 μL

慢慢从 PicoTip 中抽回填充针头。针尖将通过毛细作用填满。如果在针尖末梢看到气泡, 不要惊慌, 因为从针尖样品喷雾, 毛细作用将提供连续的供给并消除锥形区域的气泡, 如图 2 所示。

上样枪头

另一种针尖填充装置是一次性管状上样枪头。选择最小 OD 的上样枪头。OD 小于或等于 0.35mm 的上样枪头对填充离线 PicoTip 特别好。Eppendorf[®]或其他厂商的微型上样枪头是用于给微型胶上样(产品号: 2235-165-6)

尽可能深地将上样枪头插入 PicoTip 的后端, 慢慢将 1-5 μL 液体注入发射针头, 同时取出上样枪头。典型的上样枪头长度不够伸到发射针头的针尖区域, 虽然样品只从 PicoTip 后端填充, 但毛细作用会将样品带到针尖。好的经验是等几分钟让毛细填充作用发生。建议用 50-100x 透射光(而不是反射光)显微镜检查填充效果。

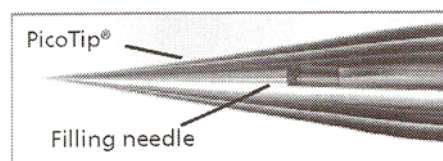
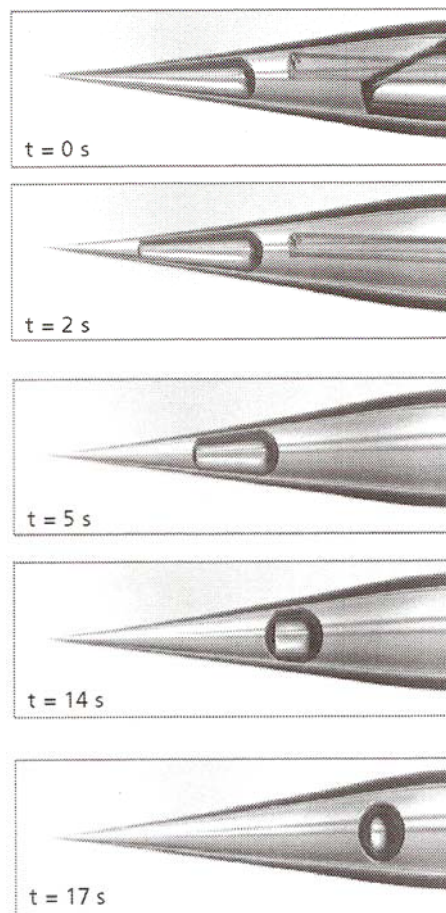


图 1. 离线 PicoTips[®]用熔融石英针头上样



喷雾

警告：在仪器内部插入或去掉 PicoTips®前，一定要确信所有电压都在接地电位。

使用前，发射针头应该正确并安全地安装在 ESI 发射针头固定装置上。确保 PicoTips®上的导电镀层与施加电压“接触点”之间紧密可靠接触，针尖终端位置应该在质谱入口 1-5mm 处。

因为 PicoTips®(U.S. Patent 5,788,166) 被制作成精确的特殊尾部用于低流速，因此使用前不需要截断至入口的针尖末端。这样做会导致不能对 PicoTip 控制针尖直径、壁厚和针尖形状，因此我们不推荐。

施加高电压

启动零(接地)电位，慢慢增大 ESI 系统电压直到观察到离子或喷雾流，如果你的系统提供有监视点。虽然它的变化很大程度上取决于你的 ESI 设计，但喷雾应该在 600 至 1000 伏电位差之间启动。为优化施加电压，监控离子流的同时增加 ESI 电位。对于大多数系统，可以获得稳定的离子流平台。最理想的设置点一般是通过平台起点前的电压找到。有时，特别是没有携带有机溶剂喷雾时，启动 ESI 喷雾流所需要的电压相当高(超过 1.5kV)；如此高的电压会产生样品浪费。在喷雾稳定后电压通常会降下来，离子流不再浪费并且伴随样品流速降低。

通常，出现稳定放电前的最大电压是 1.6-2.5 kV。玻璃针尖的薄壁结构不能承受针尖和入口之间的拉长电弧。使用 PicoTips®时应避免产生电弧的电位。过高电位导致样品快速消耗，而又不能获得总离子流。

溶剂

有机溶剂的比例可以比传统 70-80%的水平减少 0-30%。降低有机溶剂比例通常会减缓针尖杂物残存，因此延长针尖寿命。

使用无微粒的纯水(2%乙酸，无蛋白质或其它分析物质)，针尖寿命通常超过 50 小时连续喷雾时间。建议使用 HPLC 级或更好的溶剂以优化性能。

流速

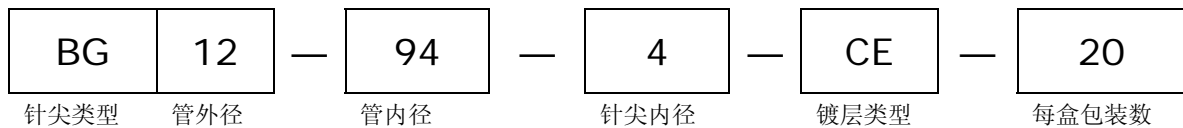
仪器之间性能有很大变化，很大程度上取决于设置参数。理想流速的大致范围如下：

产品号	理想流速 (nL/min)
Econo10	20-80
Econo12	20-80
BG##-##-2-CE	20-80
BG##-##-4-CE	40-100
QT##-##-2-CE	20-80

流速性能上的最重要影响是溶剂成分，电场强度和背压力。较低流速工作，要选择较小直径的 PicoTips[®]。针尖大小列表详见目录和网站。

PicoTips[®]通常可以支持稳定的 ESI 一定范围的流速。例如，4 μ m 针尖可以在小于 25 nL/min 至 100 nL/min 流速范围工作。

产品规格



安全提示

警告：电喷雾离子化过程需要使用可能致命的高压电流。使用这类仪器时，需要仔细阅读生产厂商的安全建议。除生产厂商培训认可的专业人员外，任何人不得随意维修或改动仪器。禁止使用有缺陷、损坏或出现故障的这类仪器，否则可能会导致严重的伤残或死亡事故。

安装这类仪器应该由获得过相关电气规则资格认证过的人员来执行。这类仪器也应该由有经验的人员来使用。

依据所有设备生产厂商提供的安全建议，保证有安全的工作场所和所有必须的安全设施。使用前，要仔细检查所有设备和离子化针头。损坏的、碎裂的或破碎的针头都不要再使用。处理熔融石英管和发射针头可能会导致人身伤害事故，包括皮肤和眼睛伤害。使用符合 ANSI Z87.1-1989 要求的安全眼睛或护目镜。所有时间都应该带上防针刺和化学品的手套。