

PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO

Espectrômetro de Massas AB Sciex TripleTOF 5600+ (Calibração)

Elaborado em 20/08/2015 por Thiago Rosa Sampaio

Revisado em 12/07/2016 por Alan Ribeiro Mól

OBJETIVO

Estabelecer metodologias básicas para criação de métodos de espectrometria de massas.

1. CRIANDO UMA LISTA DE AMOSTRAS E SUBMETENDO NO LC-MS/MS

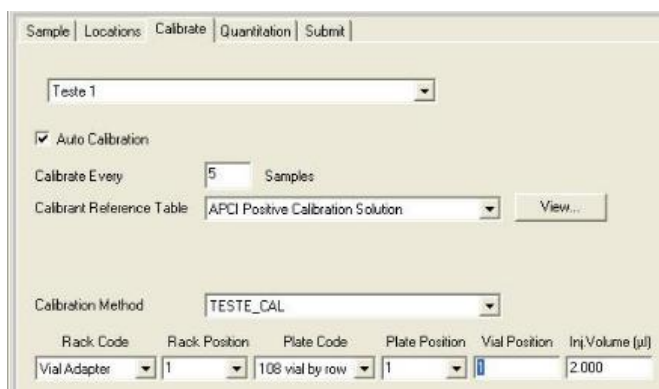
- 1.1. Na barra de navegação, abaixo de *Acquire*, duplo clique em *Build Acquisition Batch*. O modelo de edição de batch irá abrir (Figura 9).
- 1.2. Na janela *Sample tab*, em *Set*, digite um nome.
- 1.3. Clique em *Add Set*.
- 1.4. Clique em *Add Samples* para adicionar amostras ao novo set.
- 1.5. Na seção *Sample name*, no campo *Prefix*, digite o nome para as amostras no set.



Sample Name	Rack Code	Rack Position	Plate Code	Plate Position	Vial Position	Data File	Inj. Volume (µl)
1	001	Vial Adapter	1	108 vial by row	1	Teste 1	2.000
2	002	Vial Adapter	1	108 vial by row	5	Teste 1	2.000
3	003	Vial Adapter	1	108 vial by row	4	Teste 1	2.000
4	004	Vial Adapter	1	108 vial by row	5	Teste 1	2.000
5	005	Vial Adapter	1	108 vial by row	6	Teste 1	2.000

Figura 9. Tela de informações das amostras.


- 1.6. Ajuste todos os parâmetros, indique quantas amostras deseja adicionar e selecione OK.
- 1.7. No campo *Acquisition*, selecione o método que será utilizado para a análise.
- 1.8. No campo *Rack Code*, selecione a opção *Vial Adapter*, para todas as amostras.
- 1.9. No campo *Plate Code*, selecione a opção *108 vials by row*, para todas as amostras.
- 1.10. Os valores de *Rack Position* e *Plate Position* devem ser sempre 1, para todas amostras.
- 1.11. No campo *Vial Position*, coloque o número das posições dos vials, ou então deixe para que isso seja feito utilizando a aba *Locations*, que também pode ser usada para se conferir a posição dos vials.
- 1.12. Na aba *Calibrate* (Figura 10), selecione o conjunto (*Set*).
- 1.13. Novamente, no campo *Rack Code*, selecione a opção *Vial Adapter*.
- 1.14. Novamente, no campo *Plate Code*, selecione a opção *108 vials by row*.
- 1.15. Selecione a caixa *Auto Calibration*. Digite o número de amostras a serem adquiridas entre e as etapas de calibração.
- 1.16. Selecione a tabela de referência *Calibrant Reference Table* que será utilizado para calibrar o sistema. As principais são *APCI Positive/Negative Calibration Solution*, de acordo com a polaridade do experimento.
- 1.17. Selecione o método de calibração (*Calibration Method*) criado anteriormente. Por fim, especifique a posição do vial contendo a solução calibrante. Normalmente utiliza-se a posição 1 para o calibrante.
- 1.18. Em caso de dúvidas quanto a calibração, consulte o POP específico.



Rack Code	Rack Position	Plate Code	Plate Position	Vial Position	Inj. Volume (µl)
Vial Adapter	1	108 vial by row	1	1	2.000

Figura 10. Tela da aba *calibrate* do editor de batch.

ATENÇÃO: Antes de continuar, verifique se os campos *Rack Code*, *Rack Position*, *Plate Code* e *Plate Position* estão configurados corretamente, tanto na aba *Sample* quanto na aba *Calibrate*. Um erro de configuração nestes campos pode fazer com que a *Air Needle* tente perfurar a tampa do vial, o que amassaria sua ponta e tornaria necessário sua substituição.

- 1.19. Clique na aba *Submit* para abrir a janela de disparo das análises. Se desejar realizar apenas a calibração selecione uma amostra e então clique em *Submit* e selecione *Submit Selected Samples*. Para submeter todo batch basta clicar no botão *Submit*.
- 1.20. Clique em *View* → *Sample Queue* ou no primeiro ícone da terceira linha do menu.
- 1.21. Clique no ícone *Equilibrate* (), e deixe o método equilibrar por 5 a 15 minutos.
- 1.22. O sistema ficará em modo *Warming Up*, e após o tempo de equilíbrio entrará no modo *Ready*.
- 1.23. Com o sistema em modo *Ready*, na barra de menu clique em *Acquire* → *Start Sample*, ou clique no ícone com símbolo de “Play” no menu.

Nota: Em caso de dúvidas consulte algum dos responsáveis pelo equipamento ou o manual do usuário.



Figura 11. Abrindo a fila de análises (*Sample Queue*).

