**LCMS样品要求**

为保证及时准确的出具分析数据结果，减少由于样品不适宜造成的仪器故障，影响合成和分析工作效率，特对送分析测试中心的样品提出以下几点要求。同时也对送样信息的填写提出了具体的规范化要求。  
**第一部分: 样品预处理注意事项**  
一、LC-MS样品预处理  
1. 样品中不得含有强酸、强碱，如含有上述物质，需进行处理，以保证批pH值在2~7.5之间。样品中不得含有硼氢化钠，对于加入甲醇后会产生强碱的体系(如有氢钠)的样品请务必在送样前进行处理。  
2. 如果体系中含有大量的无机盐，需要进行处理，以防止无机盐析出，堵塞分析柱。同时大量的无机盐存在会污染质谱离子源部分，甚至影响样品的信号。  
3.如果反应体系中使用了一些质谱信号响应十分强的物质，如：三乙胺，四丁基溴化铵，三苯基氧磷等，送样前请进行处理，尽量减少此类物质在样品中的残留，以避免造成目标物质质谱信号的抑制。  
4.对于应用了金属类催化剂（如钯类催化剂）的反应体系时，请务必进行处理后再送样。这类金属催化剂往往很容易在LCMS分析体系内残留，质谱信号非常强，将严重影响后面样品的正常测试。  
5.测试样品中要尽量避免含有紫外吸收比较强的溶剂，如：苯，甲苯，吡啶等。  
6.对于监控反应的样品（如反应液或用乙酸乙酯，二氯，三氯萃取后的反应液，过柱用烷烃溶剂等）取适量后用甲醇，乙腈等稀释到适当浓度。  
7. 发货或纯度测定的样品尽可能的用色谱级的甲醇，乙腈，水溶解；如果这些溶剂的溶解性不好，可用较好溶的溶剂先溶解后再用色谱甲醇，乙腈稀释到合适的浓度；另外，有些发货的样品需要用220nm，可用DMSO或DMF溶样（发货样品尽量避免含有乙酸乙酯，二氯等溶剂），然后再用色谱甲醇，乙腈稀释到合适的浓度，因为这两个溶剂的峰保留时间短，不会与样品峰重叠。发货样品送固体的请注明所需溶剂。  
8.被测样品或样品中含有剧毒物质或刺激性气味，请注意，实验员务必要标示清楚并告知分析员，以便采取防护措施。  
9.样品必须经过0.22um的过滤器过滤（过滤后样品必须澄清，无絮状物），否则不予测试。  
**第二部分：送样量及样品处理的要求**  
1.对于已经纯化的样品，最好去除溶剂，用点样毛细管沾取少量放入样品管，并稀释至0.5mL，用0.22μm的滤器过滤即可。  
2.对于反应体系样品，如果在薄层上点一下，斑点即很清晰，说明浓度适中，取0.2mL放入样品样管，稀释至0.5mL，用0.22μm的滤器过滤即可。  
3.如果需要点多次才能在薄层上见到，就需要酌情增加。  
4.样品浓度特别小或特别大的请及时向分析员说明。  
5.要选择能完全溶解样品的溶剂，稀释处理后的样品需要澄清。浓度过小或过大要备注说明。

6．样品处理过程尽量不要使用一次性的塑料吸管，否则会引入杂质