1. TUJUAN

Tujuan prosedur ini dtubuhkan adalah untuk memberikan arahan yang jelas bagi langkah atau tatacara bagaimana menjalankan analisis sampel menggunakan peralatan Liquid Chromatography Mass Spectrometer Triple Quadropole

2. SKOP

Terpakai untuk pengguna dari Jabatan Kimia.

3. PROSEDUR ARAHAN

3.1 Ringkasan pengoperasian LC-MSQQQ

Hidupkan komputer perisian

↓

Penukaran bahan pelarut

↓

Penigisian Column

↓

Pergi ke `Data Acquisition'

↓

Proses pembersihan

↓

Mencipta rekod prosedure

↓

Menyimpan rekod prosedure

↓

Mencipta/penyimpanan rekod untuk menganalisa sampel

↓

Proses Analisis sampel

↓

Analisis Data

3.2 Hidupkan Komputer Perisian

i. Buka semua peralatan:

- Tekan buka/ tutup butang pada setiap peralatan.
- Lampu pada peralatan itu akan menunjukkan warna `Oren' sebagai tanda didalam keadaan bersedia (seperti gambar rajah di bawah).
- Warna yang berkaitan menunjukkan tanda sebagai:

Buka	Amaran	Tutup

Gambar rajah 3.2.1 : Binary pump

Gambar rajah 3.2.2 : Sampler

UV DAD (If use)

Gambar rajah 3.2.3: Column

Gambar rajah 3.2.4 : UV DAD

ii. Hidupkan komputer
(Username: Admin)
(Password: 3000hanover)

3.3 Penukaran Bahan Pelarut

- Terdapat empat saluran yag digunakan, iaitu A1 A2 B1 B2,
- * Pelajar hanya dibenarkan menggunakan saluran A1 and B1 sahaja

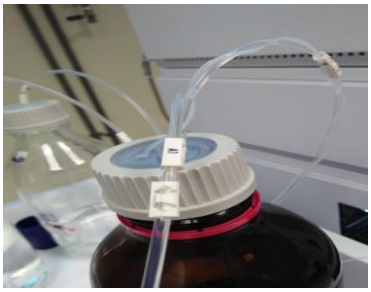
Penting:

- A1: Air Tulen (LC-Grade)

**Pertimbangan untuk bahan penambahan campuran (*buffer) :*

- Bahan jenis mudah meruap
- Pastikan kepekatan dibawah 10Mm.
- Contoh campuran bahan penambahan:

  - ✓ *Ammonium Acetate* (pH 6-7)
  - ✓ *Ammonium Formate* (pH 5-6)
  - ✓ *Acetic Acid* (pH 3.8-5.8)
  - ✓ *Trifluoroacetic Acid* (pH 1-2)
  - ✓ *Formic Acid*



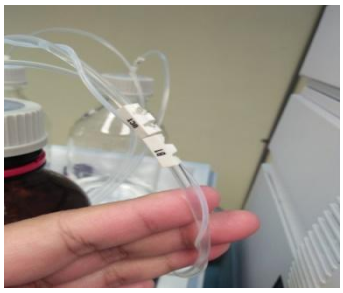
*Gambar rajah 3.3.*1 : Saluran A1

** Sekiranya bahan penambah (*Buffer)* bukan meruap perlu digunakan, guna kan bahan penambah dimana anion/ cation nya adalah tidak meruap.

Contoh:

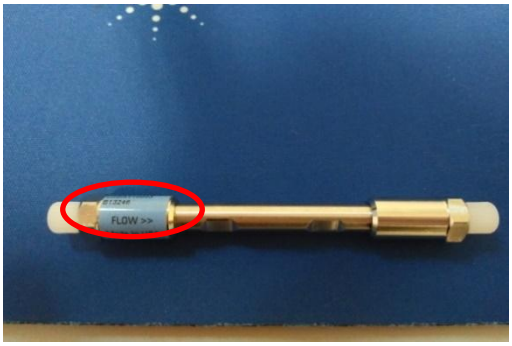
- ✓ *Phosphate*
- ✓ *Sulphates*
- ✓ *Borates*

- B1 : Bahan pelarut Organik (LC-Grade)
  - ✓ *Methanol*
  - ✓ *Ethanol*
  - ✓ *Propanol*
  - ✓ *Isopropanol*
  - ✓ *Butanol*
  - ✓ *Acetonitrile*
  - ✓ *DMSO * At lower solvent percentages (`10% or less)*
  - ✓ *Acetic Acid*
  - ✓ *Acetone*



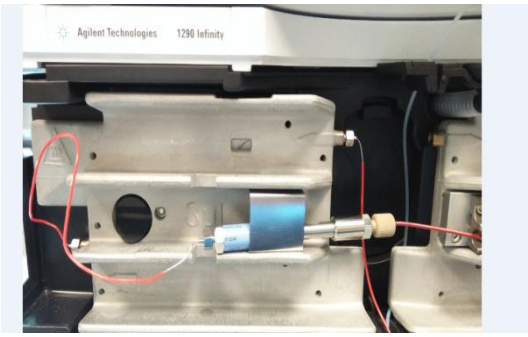
Gambar rajah 3.3.2 : Saluran B1

3.4 Pemasangan *Column*



Gambar rajah 3.4.1 : Column

- Pastikan kedudukan yang betul sebelum memasang *column*



Gambar rajah 3.4.2: Column Compartment

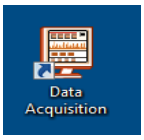
- Gunakan tangan untuk mengetatkan column dibahagian penyambung plastik.
- Gunakan alatan yang disediakan untuk mengetatkan *Column* dibahagian penyambung besi.

- Alatan yang disediakan:
  Untuk ketatkan – mengikut arah jam
  Untuk longgarkan- mengikut lawan arah jam

Gambar rajah 3.4.3 : Alatan yang disediakan

3.5 Perisian (Data Aquisition)

- Klik `Data Acquisition' icon



- Paparan seperti di bawah akan dipaparkan

Gambar Rajah 3.5.1: Paparan tetapan utama

Klik pada suis Buka/tutup untuk semua peralatan

↓

Tunggu sehingga keluar warna hijau untuk menunjukkan instrumen dalam keadaan`bersedia'

3.6 Pembersihan sistem dan *column*

* Penting untuk menjaga ketahanan column dan juga sistem instrumentasi

- ✓ Klik kanan di ***Binary Pump*** kekunci
- ✓ Pilih ` ***Control'*** → tetapan untuk masa, komposisi, dan pengeluaran pelarut → Ok
  * Digalakkan untuk menggunakan masa yang panjang bagi tujuan pembersihan column
- ✓ Klik kanan di ***Binary Pump*** tab
- ✓ Pilih ***`Purge On'***
  *Periksa column untuk memastikan tiada kebocoran pelarut

Jika

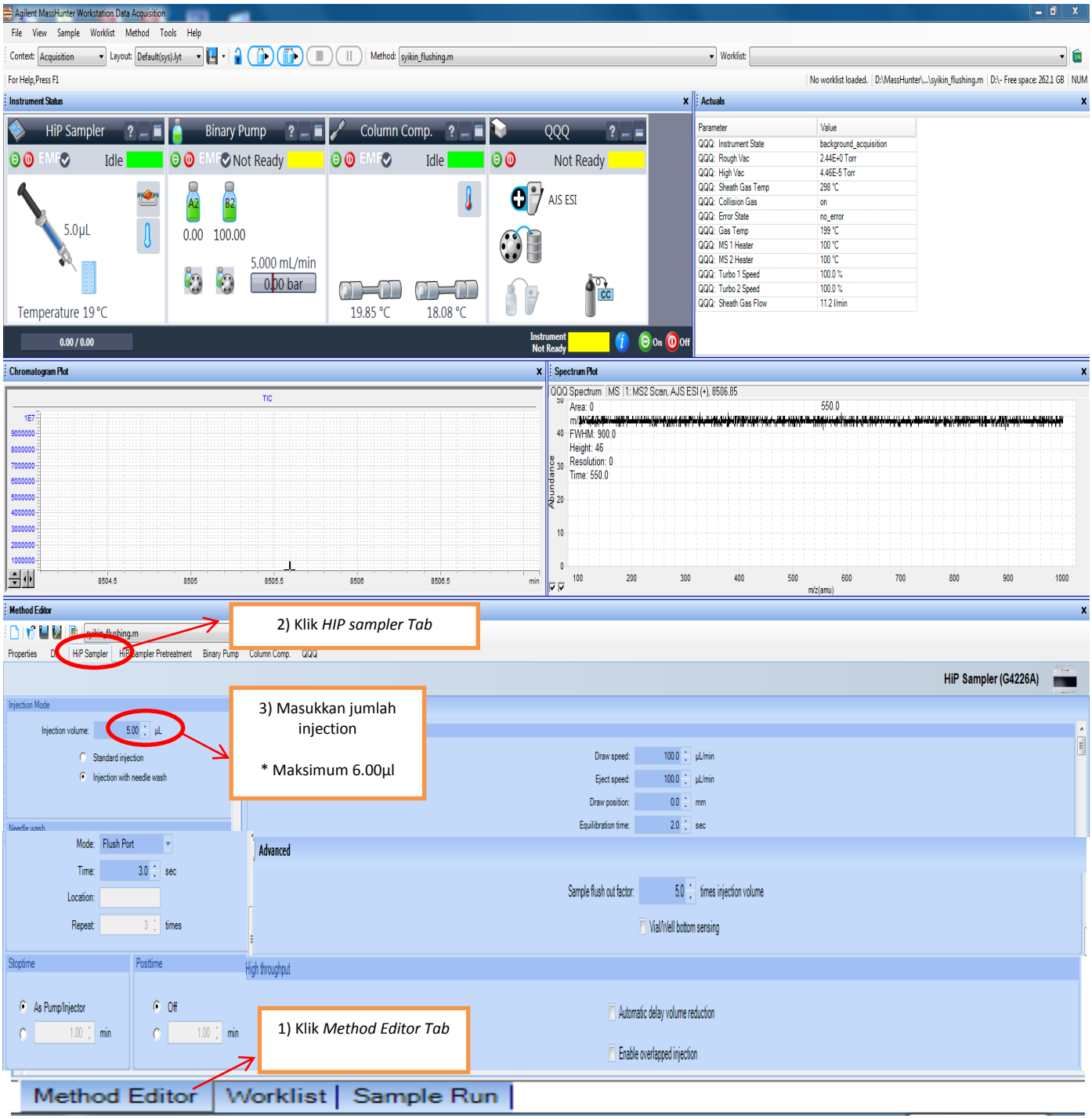
Ya
- Tutup kekunci *Column*
- Lap dan ketatkan *Column*

Tidak
- Biarkan sistem

3.7 Merekod prosedure *Qualitative Analysis*:

Method editor → *Worklist/ sample* → *Data Processing*

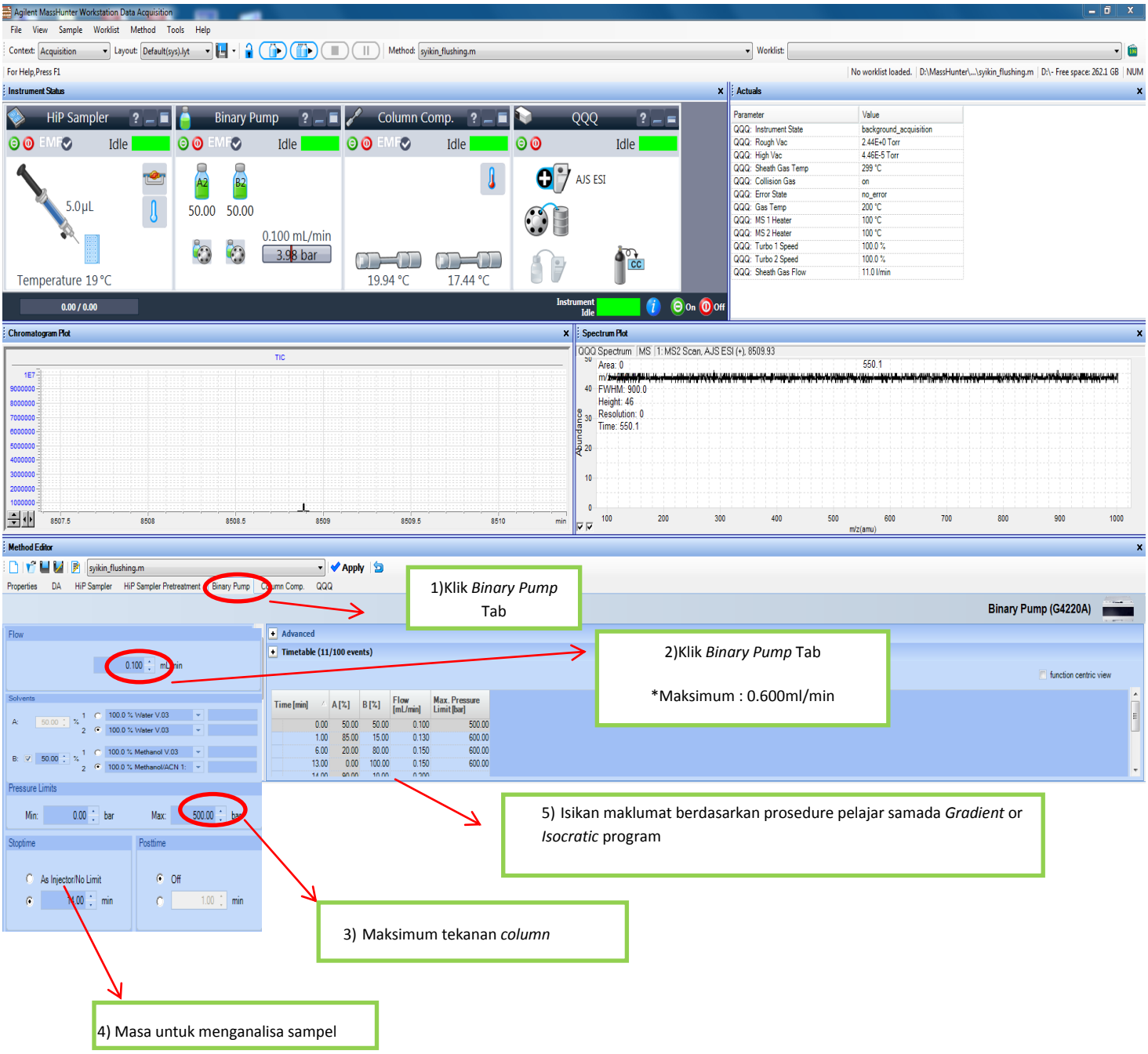
a) *HIP Sampler* (rujuk gambar rajah di bawah)



Gambar rajah 3.7.1 : Paparan untuk penetapan prosedur (Hip Sampler)

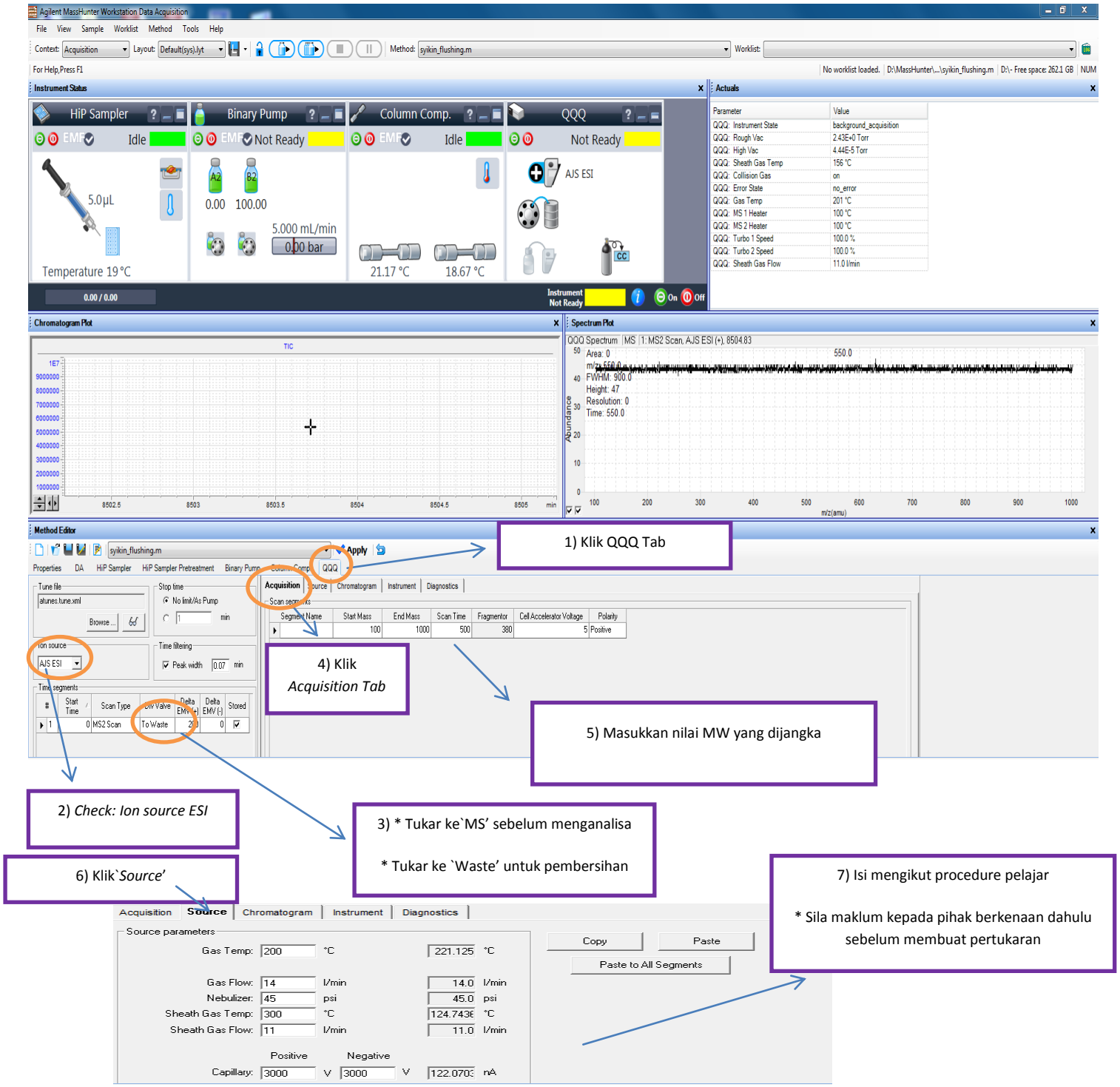
Tetapan lain tidak boleh ditukar selain mendapat kebenaran dari kakitangan yang bertanggungjawab.

b) *Binary Pump*



Gambar rajah 3.7.2 : Paparan untuk penetapan prosedur (Binary Pump)

c) QQQ (Mass Spectrometer)



Gambar rajah 3.7.3 : Paparan untuk penetapan prosedur (MS QQQ)

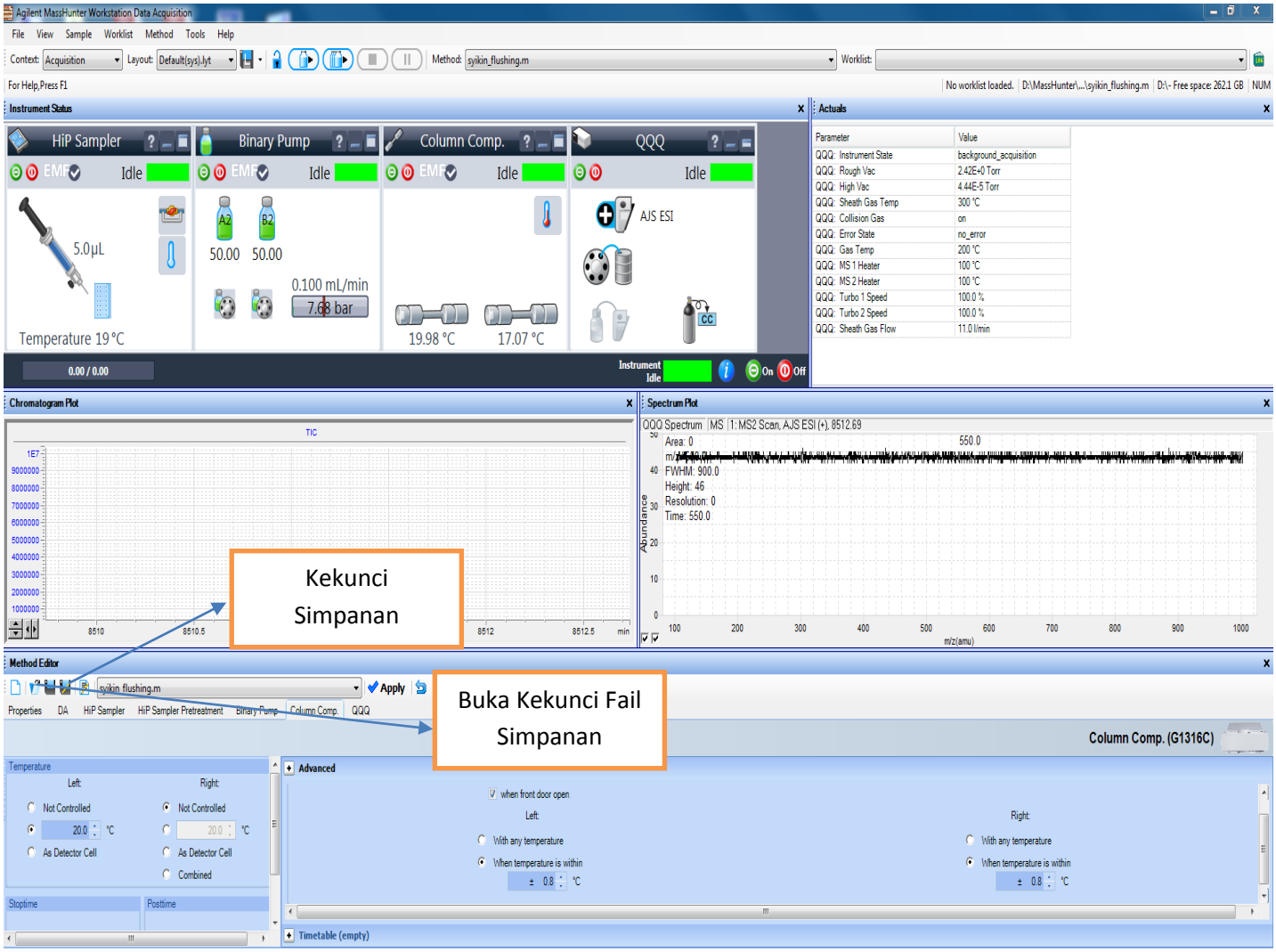
3.8 Menyimpan prosedure

- Setelah semua maklumat dimasukan, untuk menyimpan prosedure/method yang telah di edit :

Klik `*Save As*' → Cipta satu dokumen *eg* : (DrAzman_iman) → ok

- Untuk Membuka dokumen

Klik `*Open folder*' → Cari Fail → ok



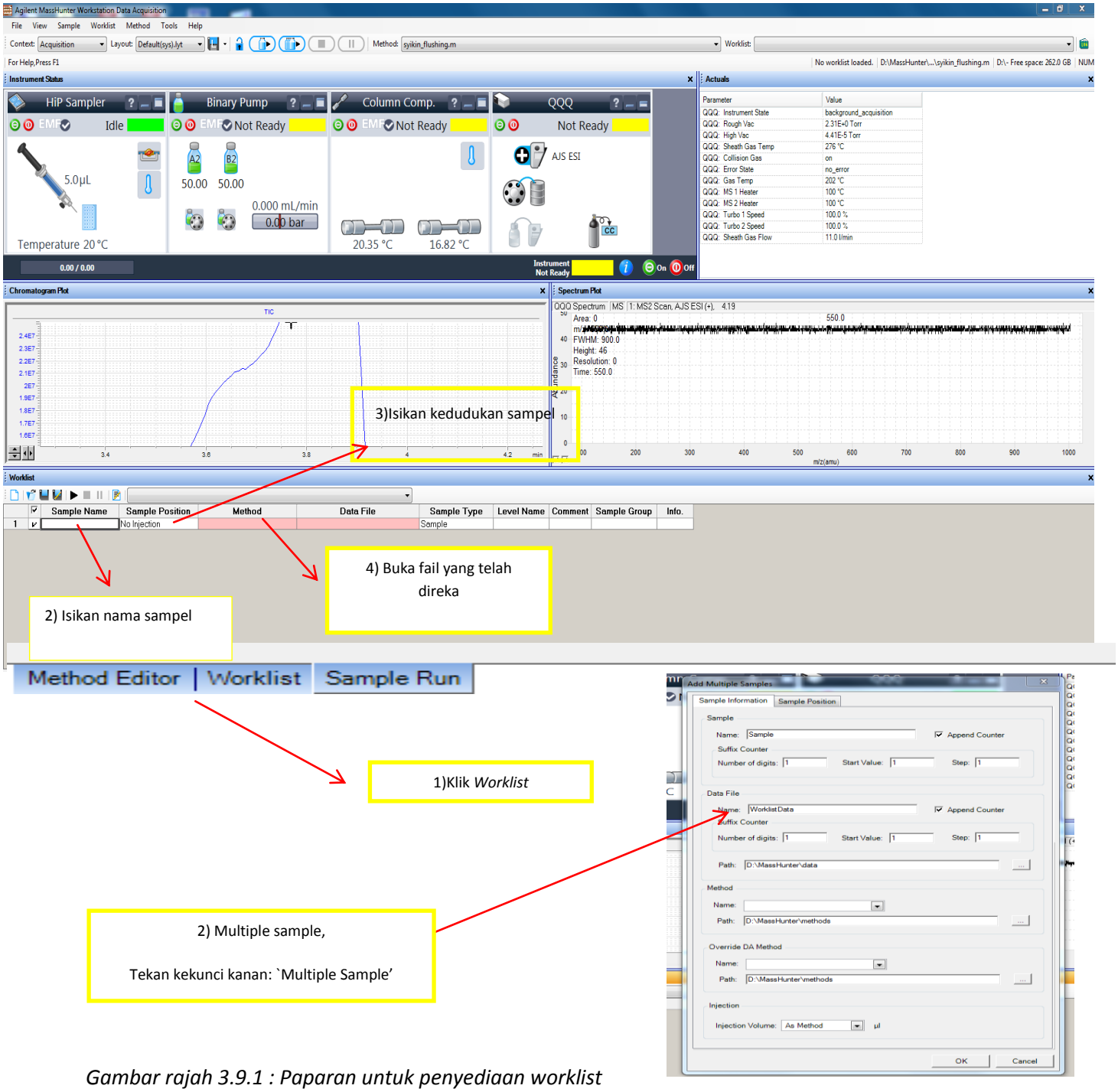
Gambar rajah 3.8.1 : Paparan untuk penyimpanan prosedure dan pembukaan fail simpanan

3.9 Mencipta/ Menyimpan rekod analisa sampel

a) Untuk bilangan sampel yang banyak

- *Method editor* → *Worklist/ sample run* → *Data Processing*

* Sekiranya bilangan sample banyak, pelajar boleh menggunakan *`Worklist'*



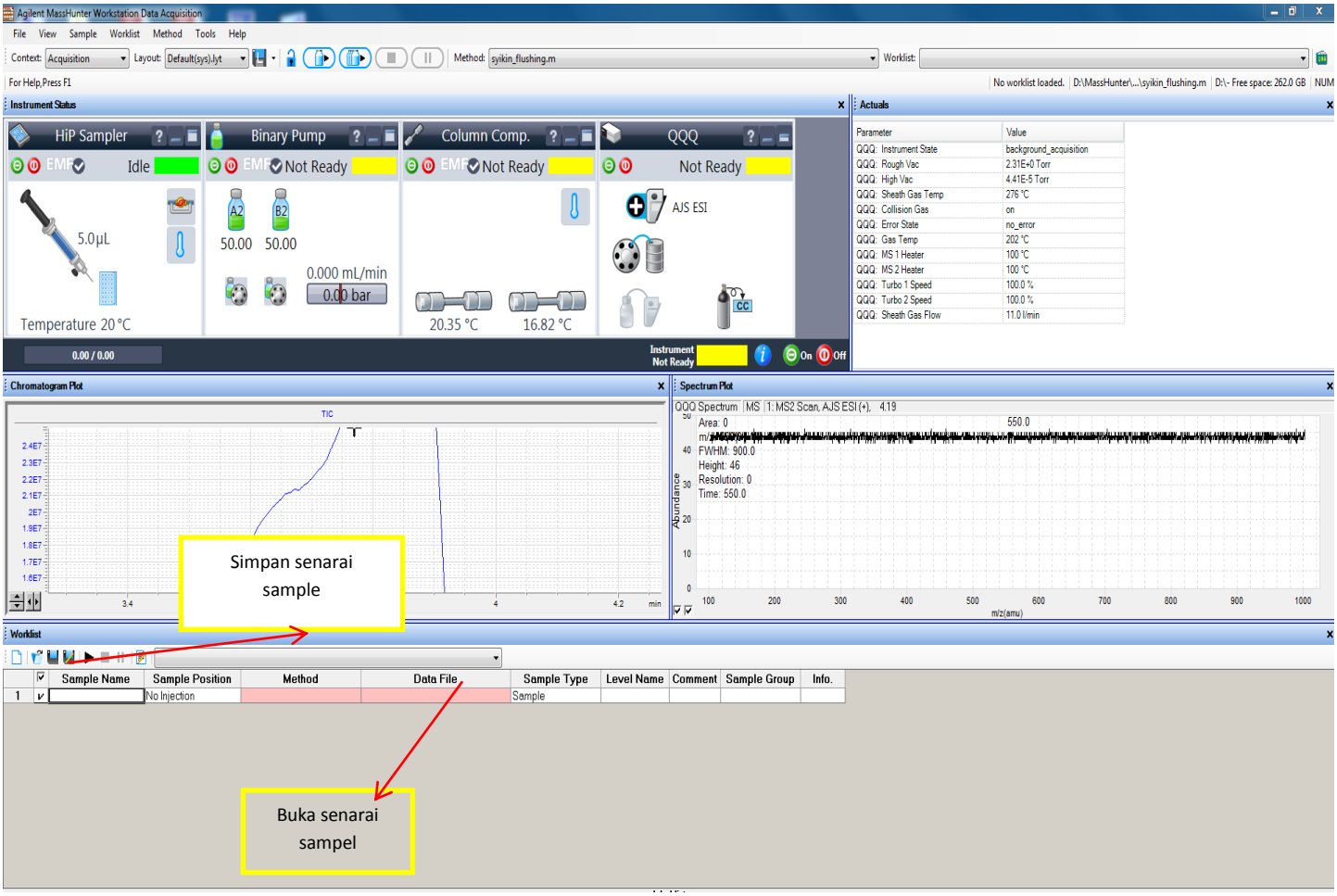
Gambar rajah 3.9.1 : Paparan untuk penyediaan worklist

- Penyimpanan *Worklist:* Setelah maklumat diisi,

Klik *Save As* → cipta fail *Cth* : (DrAzman_iman worklist) → ok

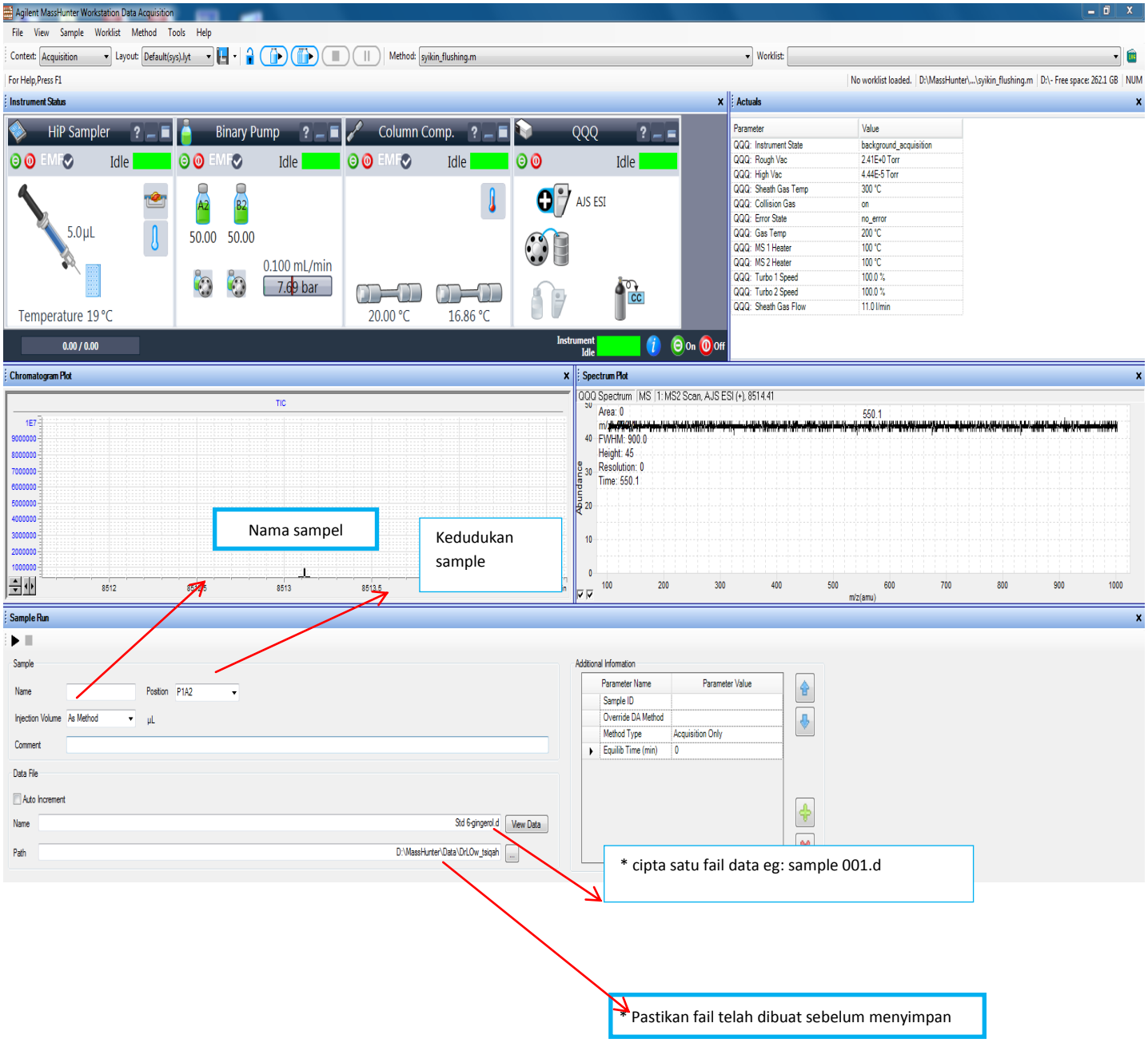
- Membuka fail:

Kllik `*Open Worklist*' → Cari fail → ok



Gambar rajah 3.9.2 : Paparan untuk penyimpanan dan buka fail simpanan bagi sampel banyak.

b) Analisa untuk satu sampel sahaja



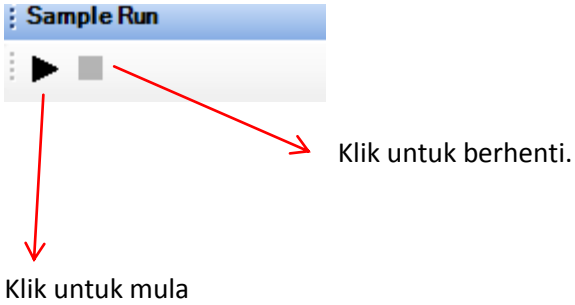
Gambar rajah 3.9.3 :Paparan untuk penyimpanan data bagi satu sampel

3.10 Proses Analisis Sampel

Setelah semua maklumat prosedure dan juga senarai sampel telah dibuat, sila semak semua maklumat yang telah dimasukkan dari (3.3 – 3.12) sebelum menekan butang mula.

Tunggu sehingga semua peralatan instrument dalam keadaan bersedia dimana warna 'Hijau' akan ditunjukkan atau dalam keadaan *Idle*, sila rujuk gambar rajah

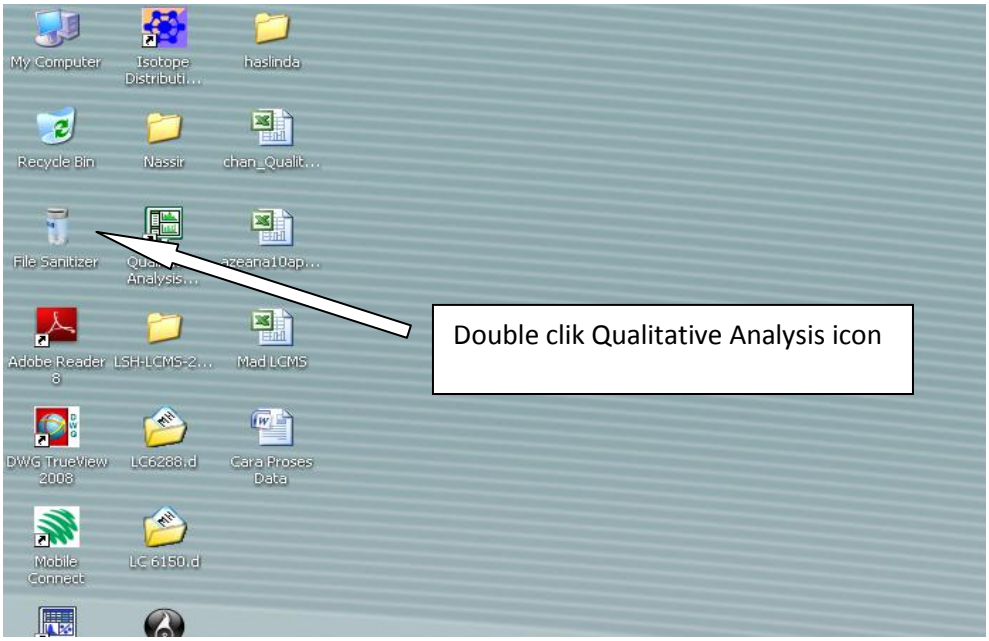
- Klik 



Gambar rajah 3.10.1 : ikon untuk mula dan berhenti

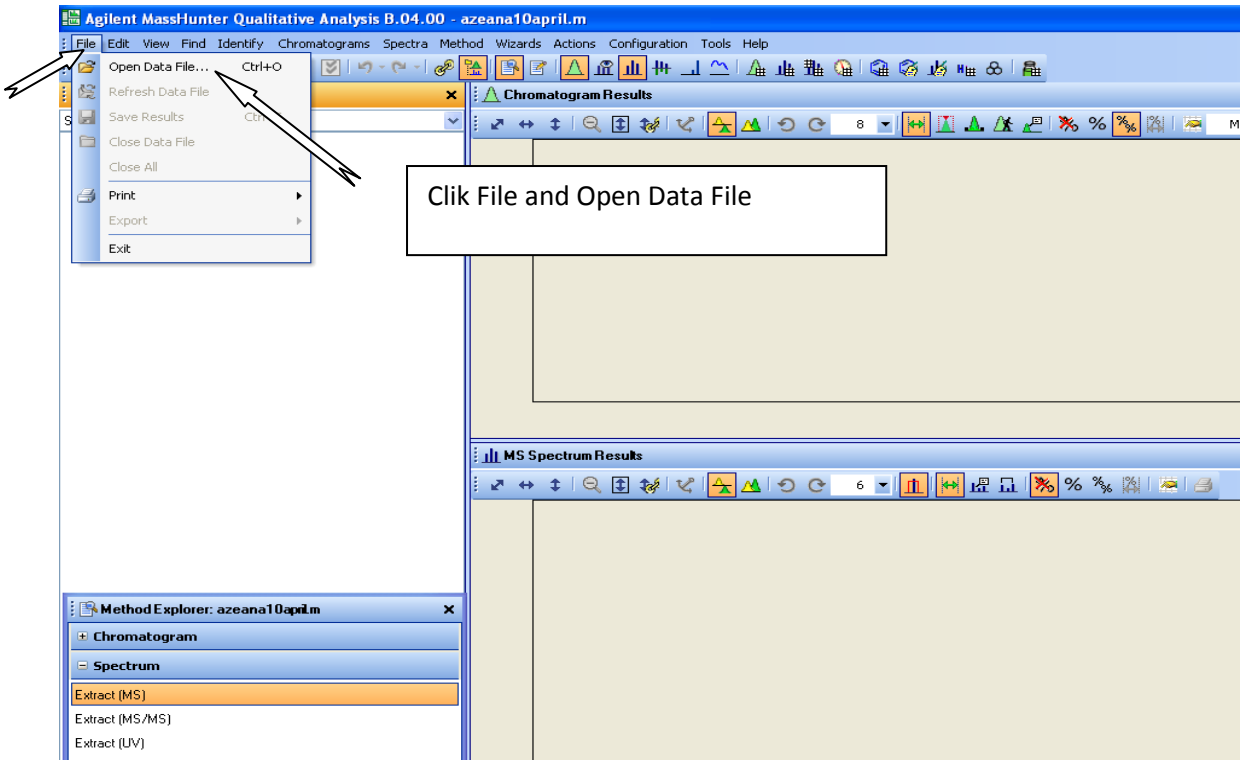
3.11 Analisis Data

3.11.1 Memproses data, sila rujuk gambar rajah



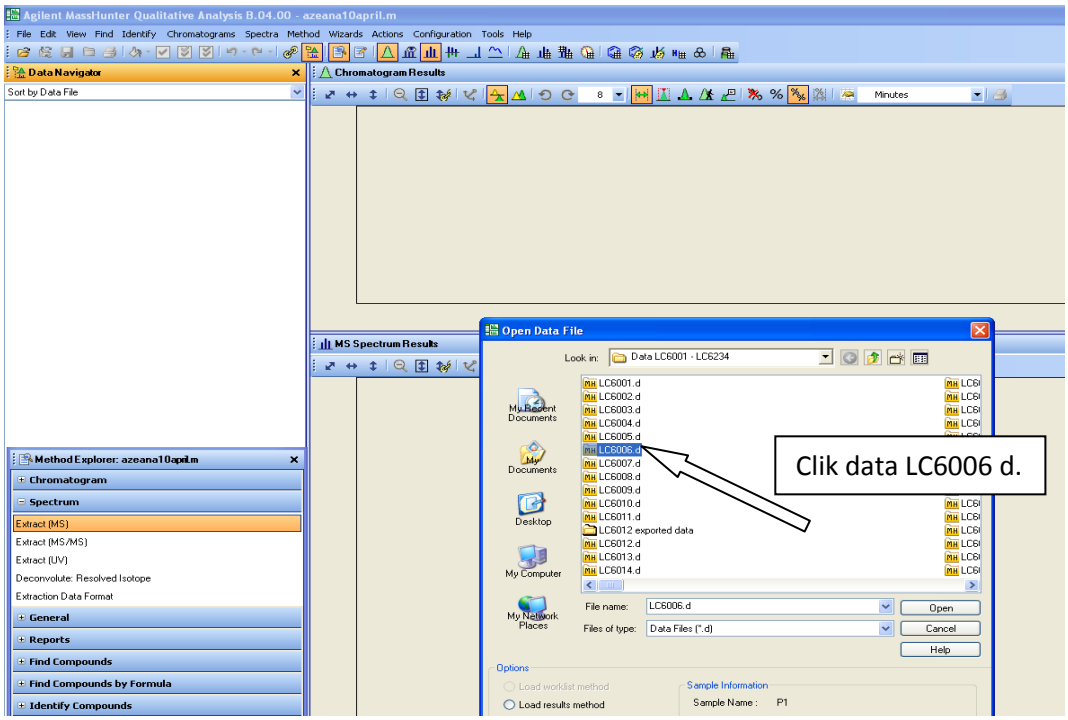
Gambar rajah 3.11.1

i. Membuka fail data (sila rujuk gambar rajah di bawah)



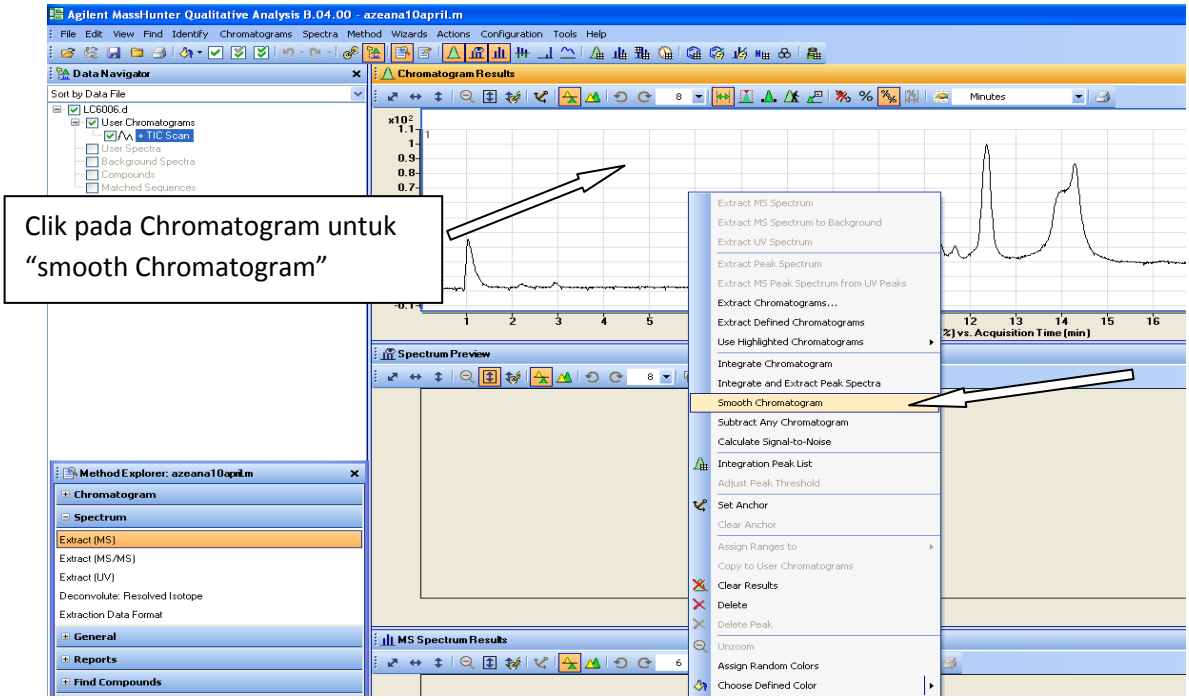
Gambar rajah 3.11.2

ii. Clik data :contoh LC6006.d untuk dapatkan Chromatogram.



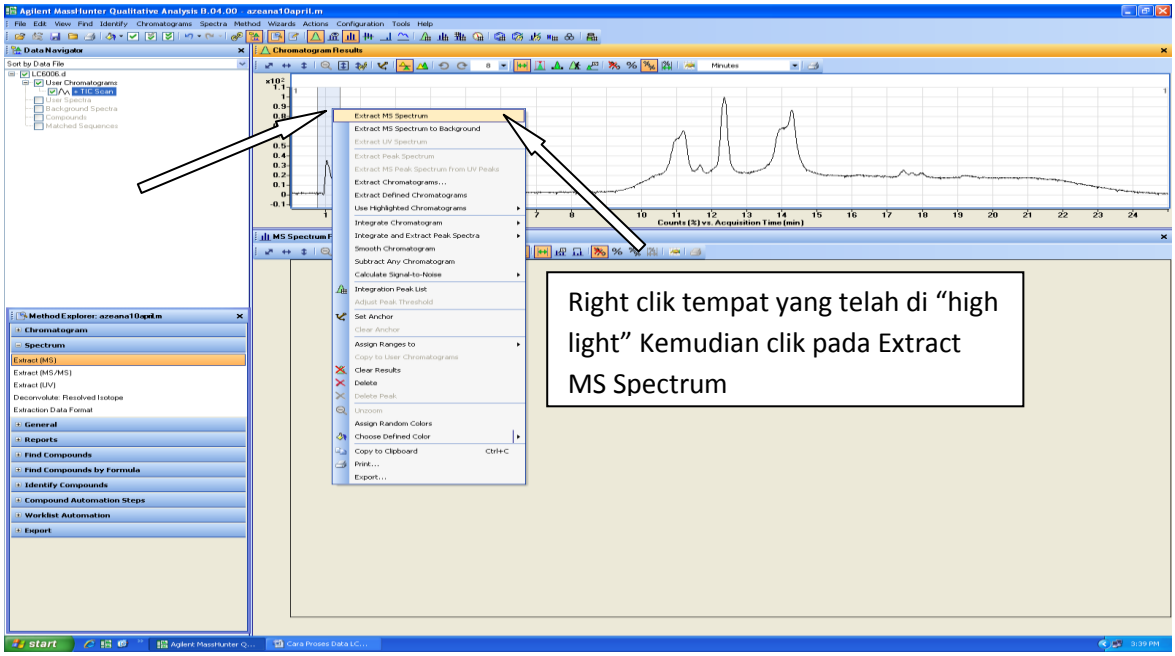
Gambar rajah 3.11.3

iii. Untuk mendapatkan Chromatogram yang kemas.



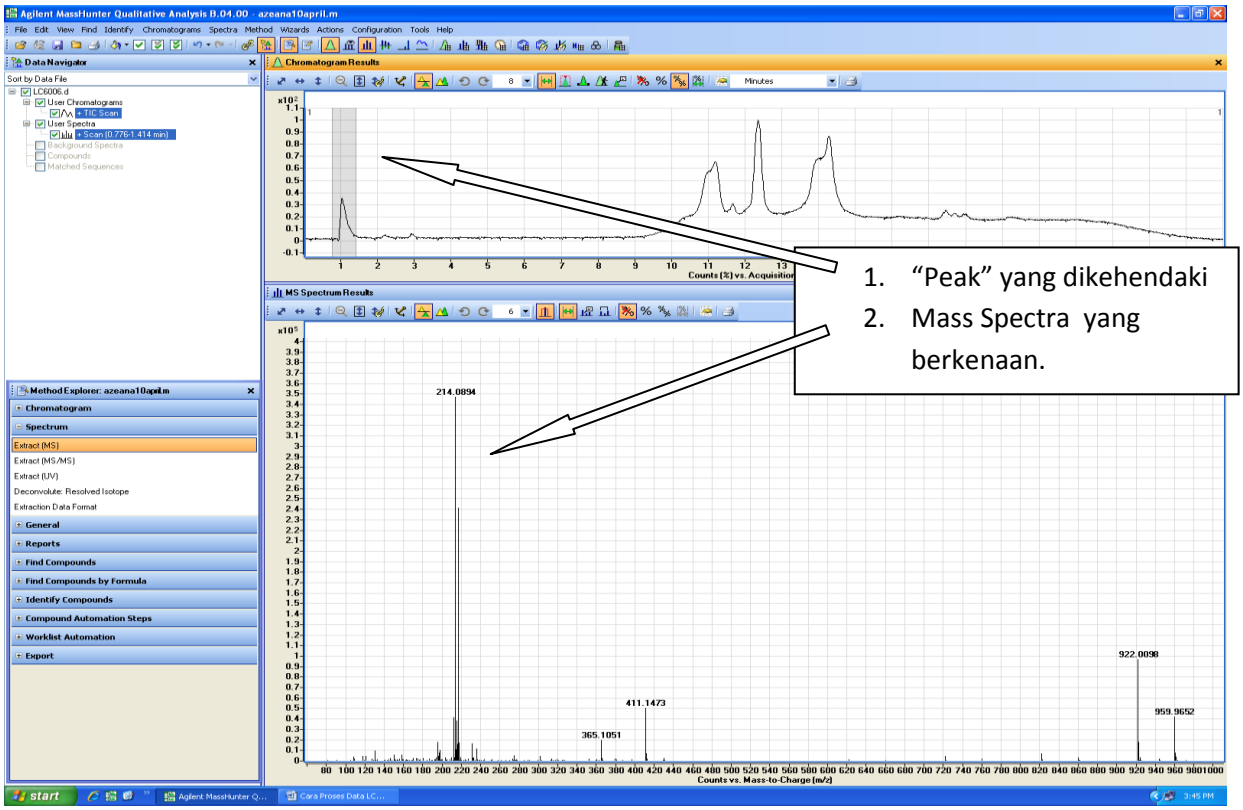
Gambar rajah 3.11.4

iv. Untuk mendapatkan Extract MS Spectrum "highlight peak" yang berkenaan.



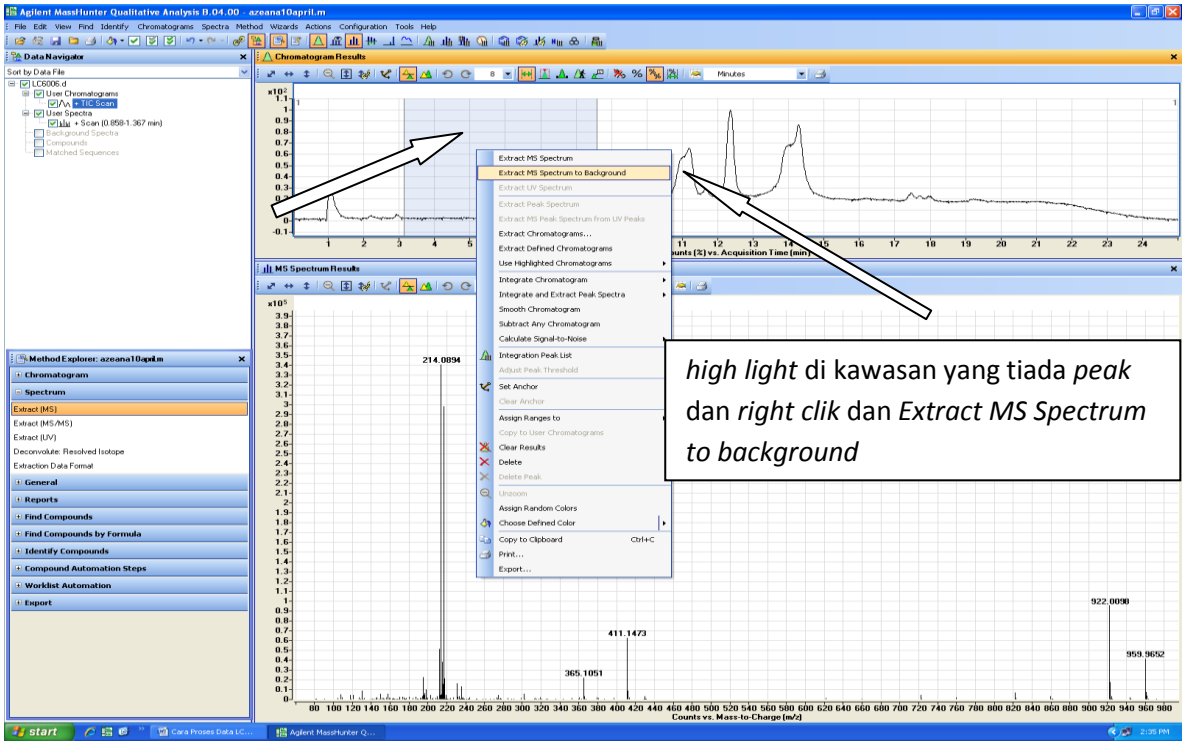
Gambar rajah 3.11.5

v. Keputusan.



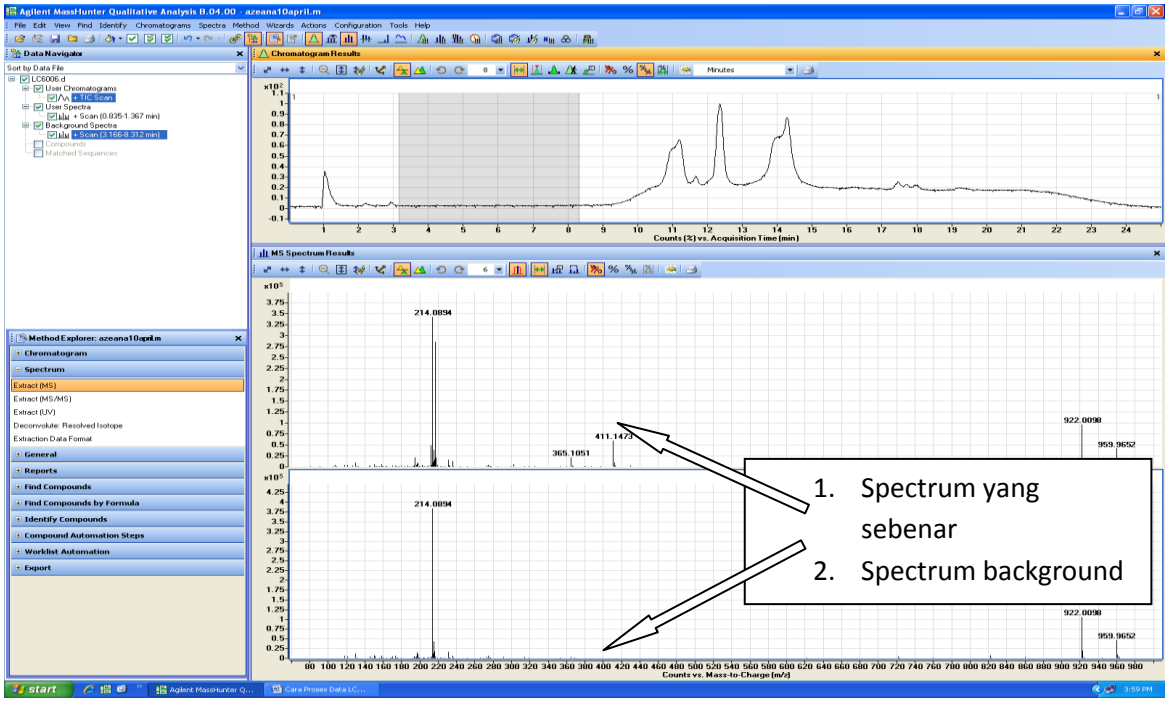
Gambar rajah 3.11.6

vi. Untuk “Extract MS Spectrum to background”



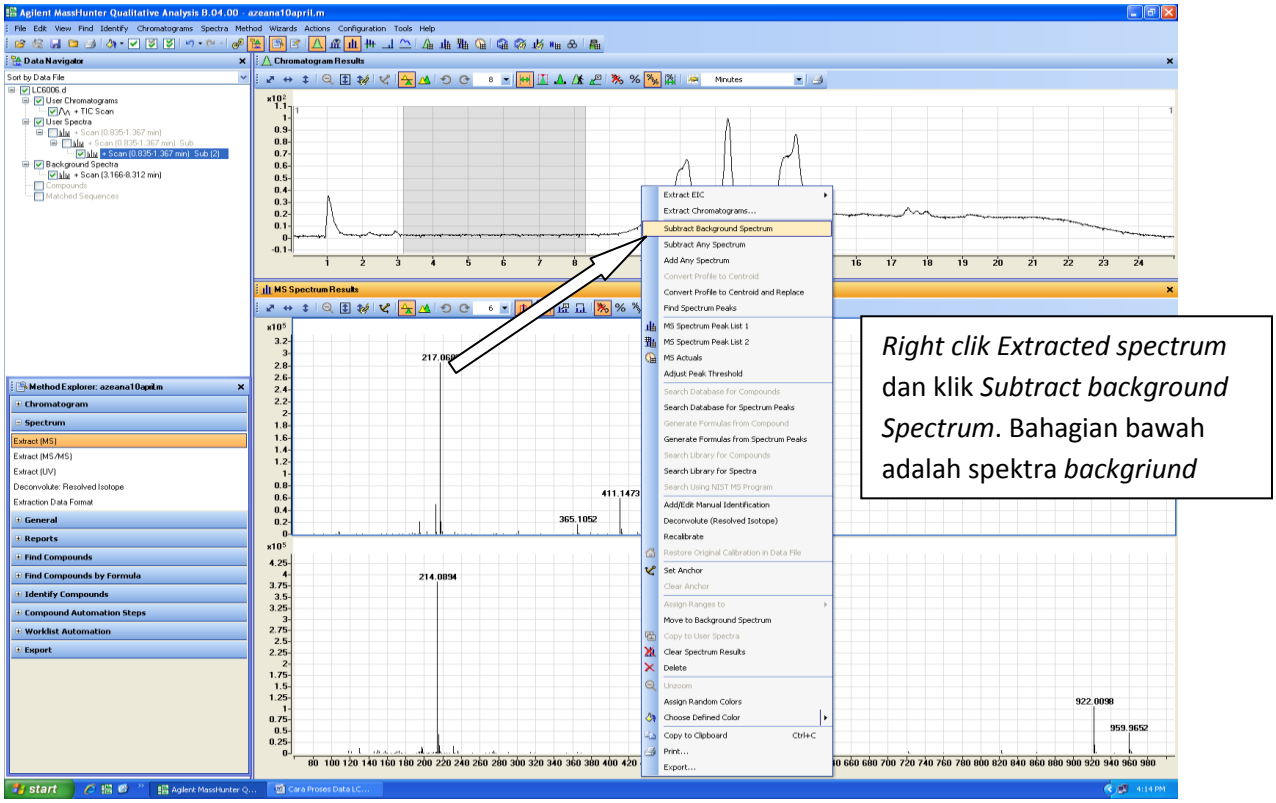
Gambar rajah 3.11.7

vii. Keputusan.



Gambar rajah 3.11.8

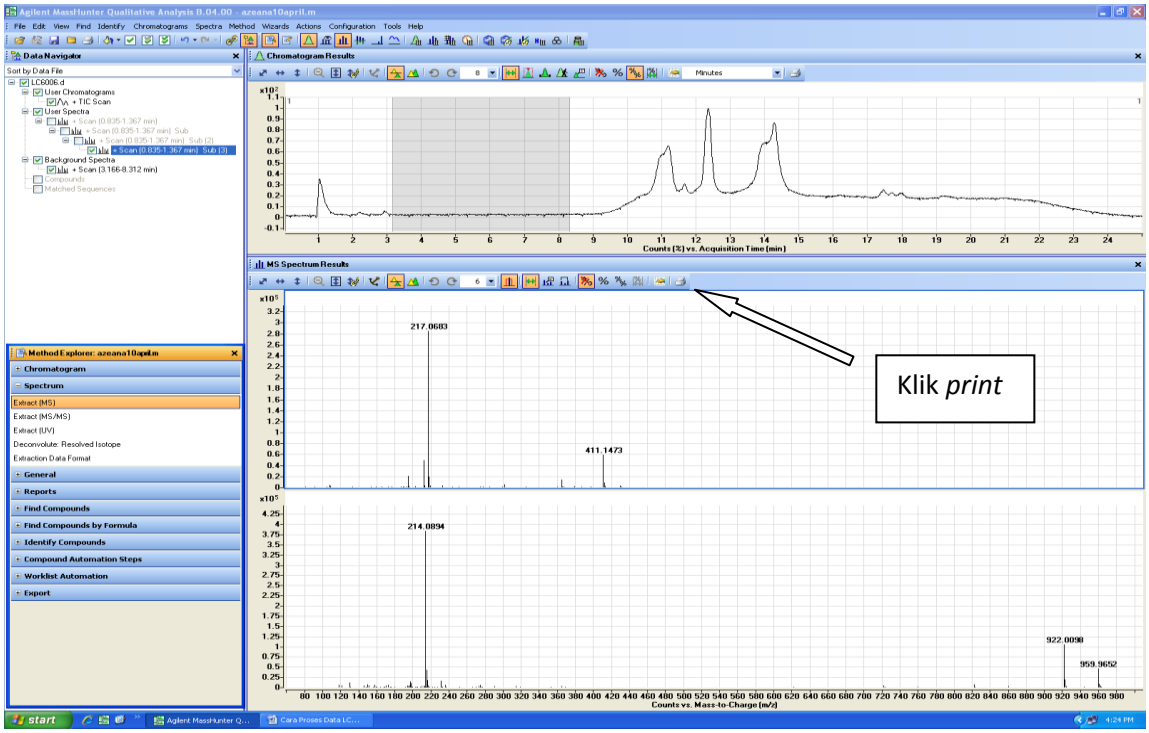
viii. Untuk mendapatkan Spectrum asal tanpa spectrum Background.



Gambar rajah 3.11.9

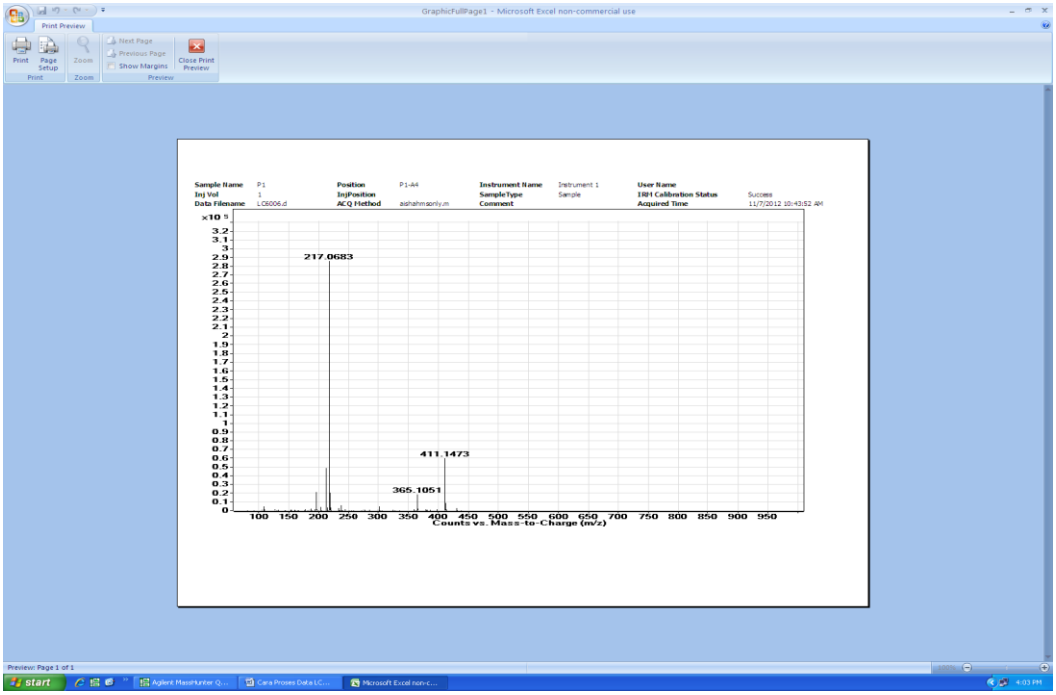
3.11.2 Mencetak Data

i. Rujuk gambar rajah di bawah



Gambar rajah 3.11.2.1

ii. Contoh *Printed MS Spectrum*.



Gambar rajah 3.11.2.2

SEMAKAN	DISEDIAKAN	DISEMAK	TARIKH	CATATAN
1	Siti Nur Faridatul Asyikin Binti Said Nor Lela Binti Md Ali Mohamad Akasah	Norzalida Zakaria	1.08.2018	Isu kali pertama