

岛津制作所

气相色谱质谱联用仪

GCMS-QP2010

操作手册

USER'S MANUAL

安全操作注意事项

气相色谱质谱联用仪是用于定性、定量分析的仪器。

为了安全操作本仪器，请严格遵守下列事项。

- 1、请不要用于上述以外的目的。
- 2、请按操作说明书的顺序操作。
- 3、请遵守警告、注意事项所列的内容。
- 4、未经公司许可请不要擅自拆卸和改装。
- 5、仪器的维护或维修，请与本公司相关人员联系

在本操作说明书中，警告内容规定如下。



警告

如不防止此类事项，有可能导致死亡或重伤。



注意

如不防止此类事项，有可能导致轻伤或中度伤害。



注意：记载正确使用仪器的信息。



警告



指示高压危险。



指示高温部分，危险。



仪器的使用和操作，请在仔细阅读操作说明书的基础上，按说明书的操作顺序方法进行。如按其它方法操作，有可能产生危险。

操作注意事项

操作注意事项



警告

使用溶剂时，请戴上保护眼镜。溶剂溅入眼里，有可能造成失明。万一溶剂进入眼中，请立即冲洗，接受医生治疗。



警告

请不要把溶剂放在 PC、打印机的 AO 机器附近，以免引起火灾或故障。



警告

在本仪器旁，请勿使用易燃性喷雾剂（喷发剂、喷雾杀虫剂等），以免引起火灾。

高压气瓶使用上的注意事项



警告

气体的供应使用高压气瓶。使用高压气瓶时，需遵循下述事项。

- ① 高压气瓶设置在通风好，阳光不直射的室外，用管线通入室内。特别是易燃气体，必须遵守有关法规。
- ② 请注意，高压气瓶的温度通常不要高于40℃。另外，在2m以内严禁烟火。
- ③ 使用高压气瓶时，须注意室内通风，在使用前，用肥皂水等试验有否漏气。特别是在使用易燃性气体（乙炔、氢气，等）和助燃性气体（如氧气和氮氧化物）时，在使用该气体设备的5m以内严禁烟火。并需备有有效的灭火器。
- ④ 用夹子等固定住钢瓶以防倾倒。
- ⑤ 减压阀一定要使用无油阀。另外，与气体接触的管内面等处不要使用附着油的阀。
- ⑥ 气体使用完毕后立即关闭气瓶的阀。
- ⑦ 压力表每三个月检查一次它的功能。
- ⑧ 本公司有《氢气操作注意标牌》（铝制标牌），作为奉送品继续给予贴装，如有特殊需要，请向本公司提出，将免费赠送。

还有，在这些高压气体的操作上，如果气瓶的贮藏超过300m³以上时，需经法规允许。请参照高压气体安全法、液化石油气体安全规则，以及一般高压气体安全规则和消防法。

关于仪器设置场地的注意事项



警告

气相色谱质量分析仪使用的溶剂具有易燃性和毒性，室内需充分通风。否则易引起中毒或火灾。

请不要在有易爆性、可燃性气体的环境中使用，以免引起火灾。



警告

在 GC 背面的柱温箱排气口附近，请勿放置易燃物品，以免引起火灾。



警告

放置本仪器的台子需平稳，能承得住仪器的重量，以免仪器倾倒或掉落。



注意

请避免将仪器设置在有腐蚀性气体和尘埃多的场所，否则无法保证仪器的性能，或缩短仪器的使用寿命。

紧急情况处理

发现气相色谱质谱联用仪有异常情况时，请采取以下紧急情况处理措施。

而且，再度使用时，要特别小心，必要时请与本公司维修站有关人员联系。

紧急情况时的停止操作

- 1、 将气质联用的电源开关置于 OFF。
- 2、 将附属装置的电源开关均置于 OFF。
- 3、 关闭载气、氢、空气的管线阀门。
- 4、 切断电源供应。
 - 电源线联在电线板上时，请将电线板的开关置于 OFF。
 - 电源线接在插头上时，请拔掉电源线。

介绍

感谢您购买 GCMS - QP2010 系列产品，使用仪器前请仔细阅读本使用手册，以便更好地操作仪器，开发仪器的功能。

本手册要求使用者对于 Windows 有一定的使用经验，因为有大量的功能和细节参照于 Windows，经常需要查阅 Windows 使用手册。从未使用过 Windows 的用户请在使用本手册前阅读 Windows 使用手册。

使用本手册

在操作仪器前请阅读并理解本手册的内容。将本手册放于易拿取的地方。

窗口和对话框在引号中。

菜单序列由菜单名（或条款名）后加“>”表示，例如：

主菜单 > 下一级菜单 > 选择菜单

开始 > 设置 > 控制面板

文件 > 打印

当菜单序列项下带有对话框时，选择对话框用相同的方式：

方法 > 设置参数 > 常用图标

目 录

序言	iii
安全操作注意事项	iii
关于仪器设置场地的注意事项	iv
高压气瓶使用上的注意事项	v
操作注意事项	vi
紧急情况的处理	vii
使用本手册	viii
1. 前言	1
2. 操作流程	3
2.1 整体结构	3
2.2 操作流程	5
3. 装置的准备	7
3.1 接通电源	7
3.2 分析准备	8
3.2.1 进样口 (INJ 侧) 隔垫的安装	8
3.2.2 玻璃衬管的安装	9
3.2.3 柱的安装 (INJ 侧)	10
3.2.4 柱的安装 (MS 侧)	12
3.3 系统配置	14
3.3.1 分析中使用的单元的选择	14
3.3.2 单元的详细设定	15
4. 装置的起动、停止	17
4.1 真空系统的起动、停止	17
4.1.1 自动停止	17
4.1.2 自动起动	18
4.2 泄漏检验	18
5. 调谐	21
5.1 自动调谐	21
5.2 自动调谐结果的确认	24
6. 定性分析 (SCAN 方式)	25
6.1 分析条件的设定	25
6.1.1 “Wizard” 设置分析方法	26
6.1.2 GC 条件的确认、设定	32
6.1.3 MS 条件的确认、设定	33
6.1.4 相似性检索设定参数	35
6.1.5 方法文件的保存	36

目 录

6.2	数据采集	38
6.3	数据处理	39
6.3.1	调出数据	39
6.3.2	TIC 和 MIC 的调整	40
6.3.3	质谱的显示和扣除背景	41
6.3.4	质谱图的显示	44
6.3.5	谱库检索	45
6.3.6	登记目标化合物	48
7.	定量分析	53
7.1	定量分析的概要 (按选择离子检测)	53
7.2	SIM 方式的测定	55
7.2.1	设置方法	55
7.2.2	GC 和 MS 参数的设定	56
7.2.3	试样的分析	58
7.3	作校准曲线	59
7.3.1	登记目标化合物	59
7.3.2	定量参数的设定	64
7.3.3	汇集的输入	67
7.3.4	化合物表的编辑和保存	74
7.3.5	校准线的计算	75
7.4	未知样品的定量分析	78
8.	批处理 (连续分析)	81
8.1	创建并运行一个批处理文件	81
8.2	汇集 (批处理)	82
9.	报告打印	87
9.1	图象打印 (画面上的光谱、色谱图的打印)	87
9.2	生成报告	89
9.2.1	报告生成的过程	89
9.2.2	报告模板文件的生成	89
10.	质量保证 / 质量控制功能 (QA/QC)	93
10.1	方法的登记	93
10.1.1	GC/MS 性能评价的设定	95
10.1.2	校准线评价的设定	98
10.2	批处理和结果输出	100
10.2.1	批处理表设定例	102

1: 介绍

本书为使本仪器的直接操作人员了解正确的运转、维护、操作方法而编写。在本仪器运转前，请操作人员仔细阅读本书，做到充分了解。本书请保存在负责运转、维修的操作人员的手边，以备必要时查阅。

为使初用本仪器的人员操作仪器，本手册提供一些基本操作方法。详细的操作方法和仪器的维修请参阅 GCMS-QP2010 使用手册或在线的 GCMS 帮助。

预告

- (1) 本书的著作权为岛津制作所所有，未经本公司允许，不得转载翻印本书的部分或全部内容。
- (2) 本书的内容如有改变恕不预先通知。
- (3) 本书的内容经谨慎校阅，如有遗漏，请指正
- (4) 按本书内容运行的结果所产生的影响，本公司概不负责，特此奉告。
- (5) windows2000是美国微软公司的注册商标和商品名。

2.1 整体结构

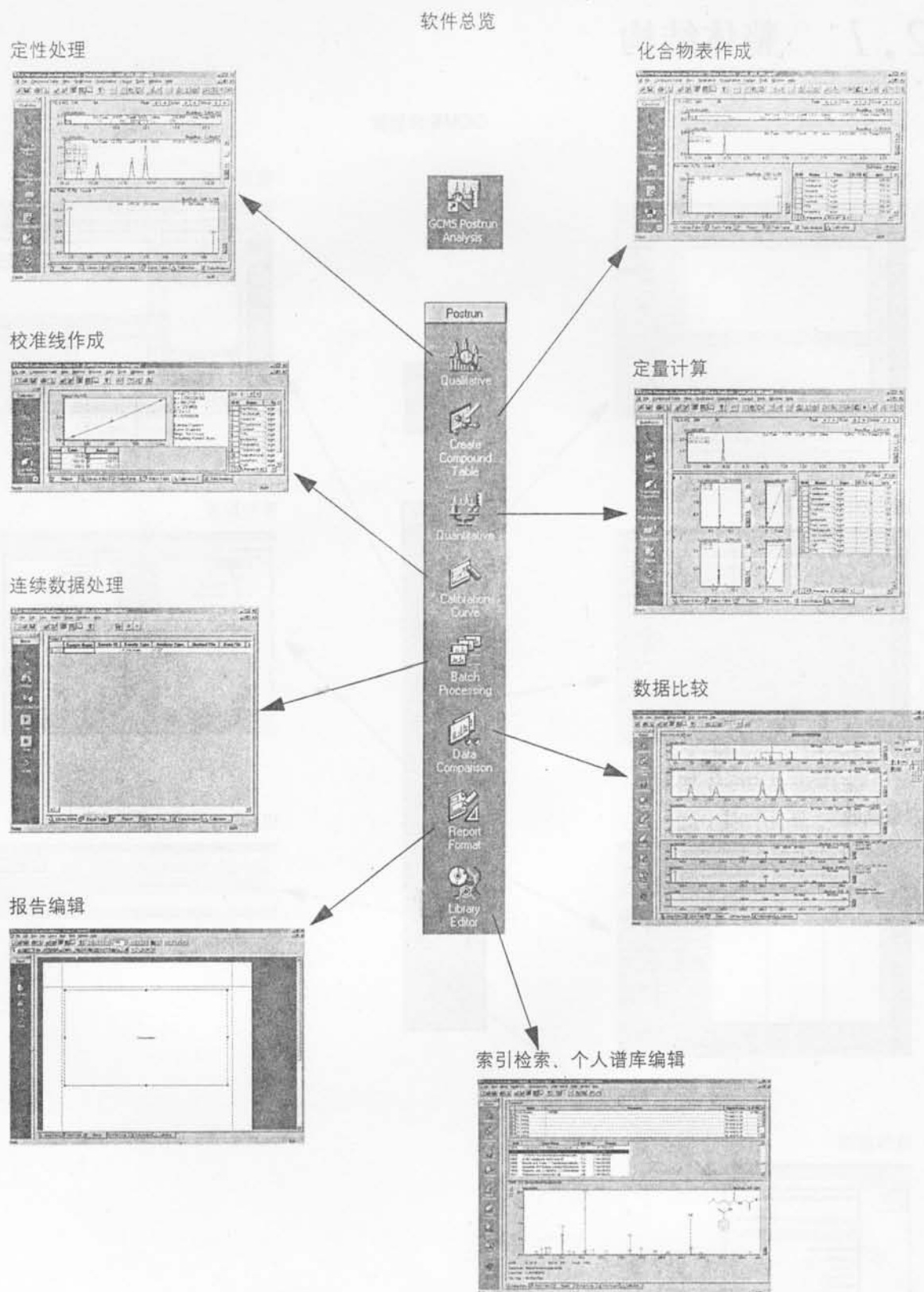
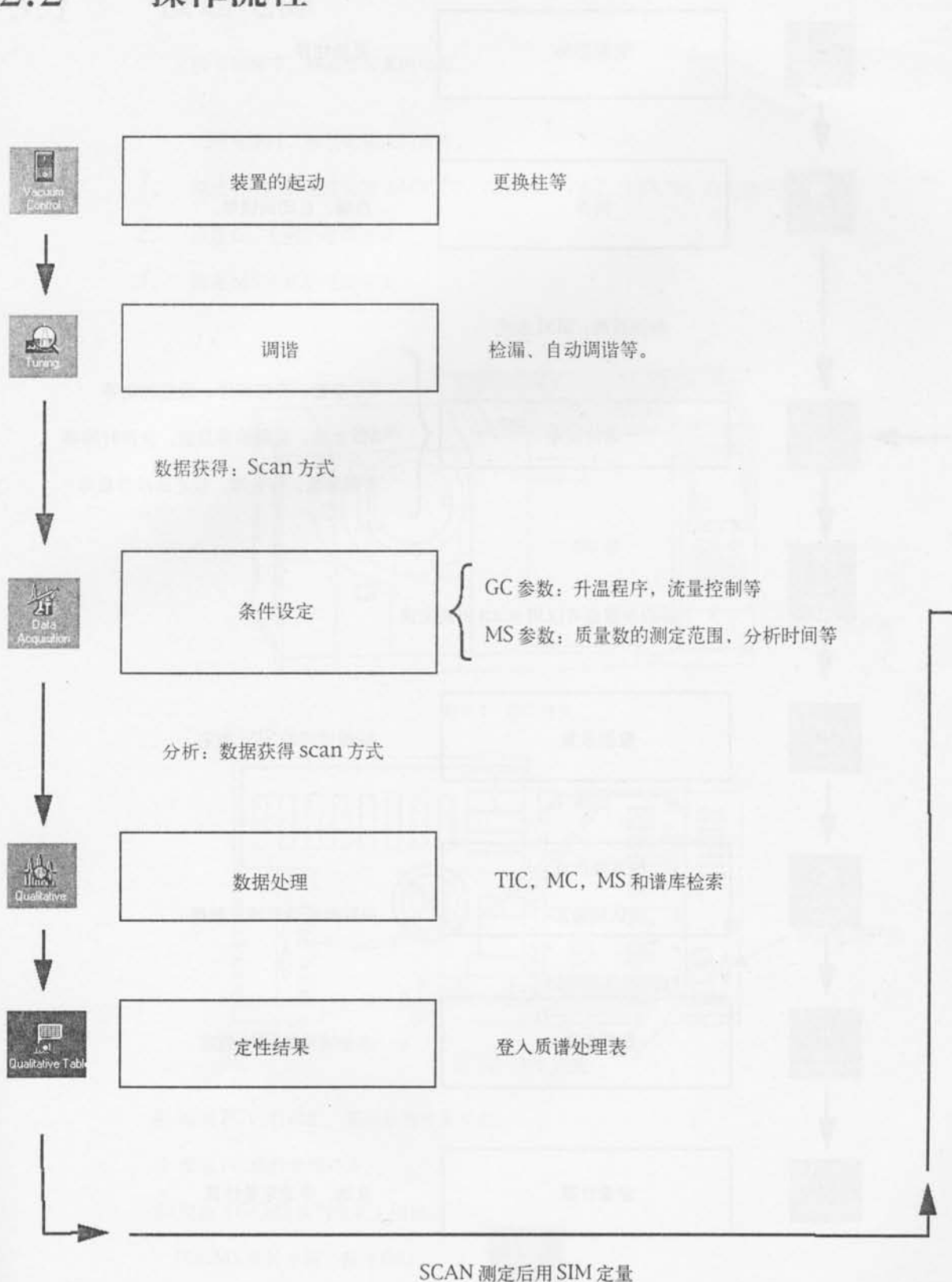
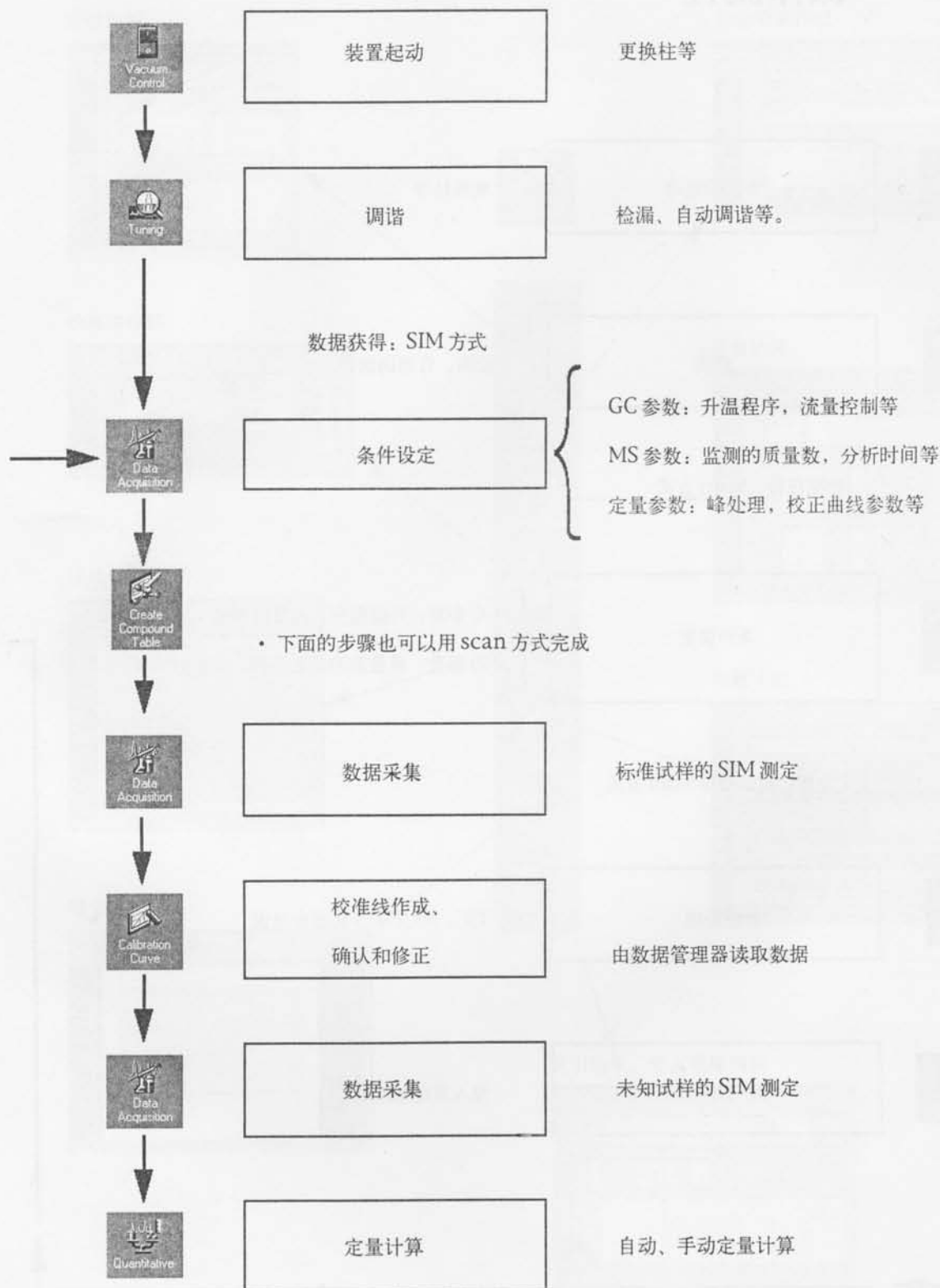


图 2.2 · GCMS 后分析辅助栏

2.2 操作流程



2.2 操作流程



3: 装置的准备

3.1 接通电源

按下列顺序，接通各装置的电源。

切断电源时，按与此相反的顺序。

1. 接通 GC 的前处理装置 (AOC20; /S, HS, P&T, PYR 等) 的电源开关。
2. 接通 GC 主机的电源开关。
3. 接通 MS 主机的电源开关。

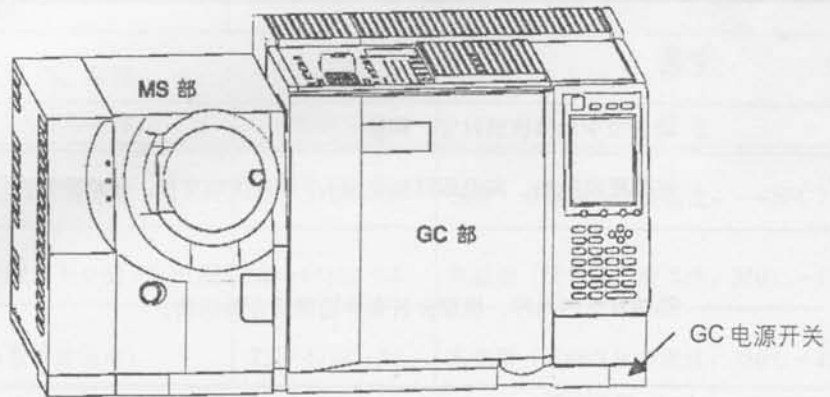


图 3.1 · GC 开关

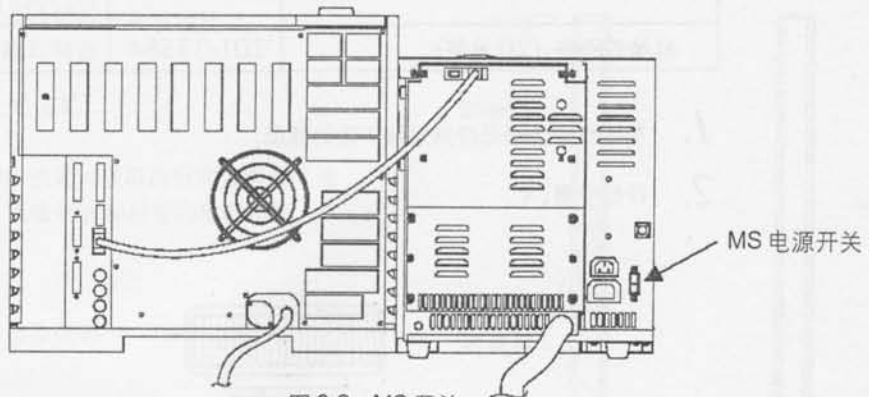


图 3.2 · MS 开关

- ④ 接通 PC 的打印机、显示器的电源开关。
- ⑤ 接通 PC 部的电源开关。
- ⑥ 双击「GCMS 实时分析」图标。

「GCMS 实时分析」程序启动。



3.2 分析准备

3.2 分析准备



注意

在进行下述步骤前真空系统必须关闭质谱放空

3.2.1 进样口 (INJ 侧) 隔垫的安装



注意

请勿空手触摸玻璃衬管，隔垫



定期更换隔垫。高温用隔垫使用大约 50 次后更换。使用次数在[系统检查]窗上表示。

隔垫有下列两种。根据分析条件选择适合的隔垫。

部件名称	部件编号	用途
高温用隔垫 (10 只装)	221-48398	进样口隔垫 (可在 350℃ 以上使用): GC/MS 标准
硅橡胶隔垫 (20 只装)	201-35584	进样口隔垫 (350℃ 以下)

1. 用手将隔垫螺母拧到紧挨下边的螺母。
2. 拧松半圈。

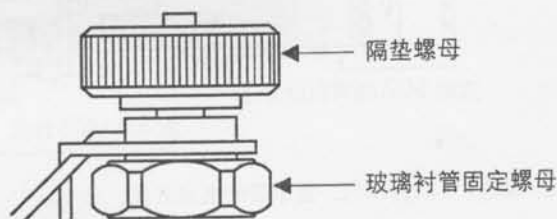


图 3.3 · 进样口外形图

3.2.2 玻璃衬管的安装

1. 选择合适的玻璃衬管和“O”型圈

玻璃衬管

部件名称	部件编号	用途
玻璃衬管 (分流用)	221-41444-01	分流进样法用
玻璃衬管 (不分流用)	221-48335-01	不分流进样法用
石英棉	221-48600	玻璃衬管的填充物
玻璃衬管 (硅烷化处理, 不分流用)	221-48876-03	5 只装

玻璃衬管用“O”型圈

部件名称	部件编号	用途
氟橡胶“O”型圈	036-11203-84	标准 (试样气化室温度: ~450℃)
石墨垫圈 (不分流/WBI用)	221-47222-84	高温用 (试样气化室温度: 350℃~450℃)
石墨垫圈 (分流用)	221-49393-84	高温用 (试样气化室温度: 350℃~450℃)

2. 确认石英棉的位置和填充量

• 石英棉位置

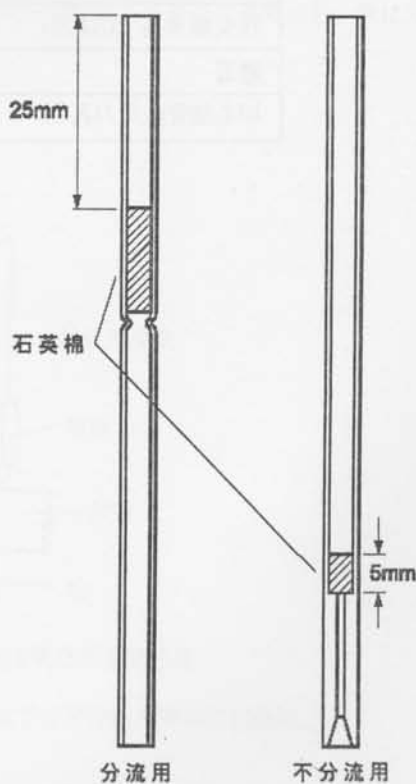
石英棉的位置对获取良好的分析重现性很重要。右图表示各种衬管的推荐位置。

• 石英棉填充量

标准大致如以下的量:

分流用约 10mg

不分流用约 2mg



3.2 分析准备

3. “O”型圈的安装

氟橡胶垫圈装到离玻璃衬管上端约4mm处。放置到气化室时将玻璃衬管推至碰到底部。这时垫圈处于离玻璃衬管上端3mm处。

4. 玻璃衬管的固定

使用进样口专用扳手小心地将玻璃衬管固定螺母拧紧。

3.2.3 柱的安装（进样口侧）

1. 为了确定压环的位置，螺母和压环装到柱上。
2. 将柱插入柱安装夹具（INJ）中，前端略露出，轻轻拧紧柱螺帽，用胶带确定位置。
3. 用切柱刀具，平整地切掉露出夹具（INJ用）的柱的前端部分。
4. 将柱从柱安装夹具（INJ用）上卸下。
5. 在柱装入INJ前，前端用丙酮等溶剂擦拭后，安装到INJ上。

部件名	P/N
贝斯培压环	670-15003-03 (0.25mm 柱用) 670-15003-04 (0.32mm 柱用)
柱安装夹具 (INJ用)	225-01453-95
螺母	670-11009
切毛细管柱用刀具	221-50595-91 (选购件)

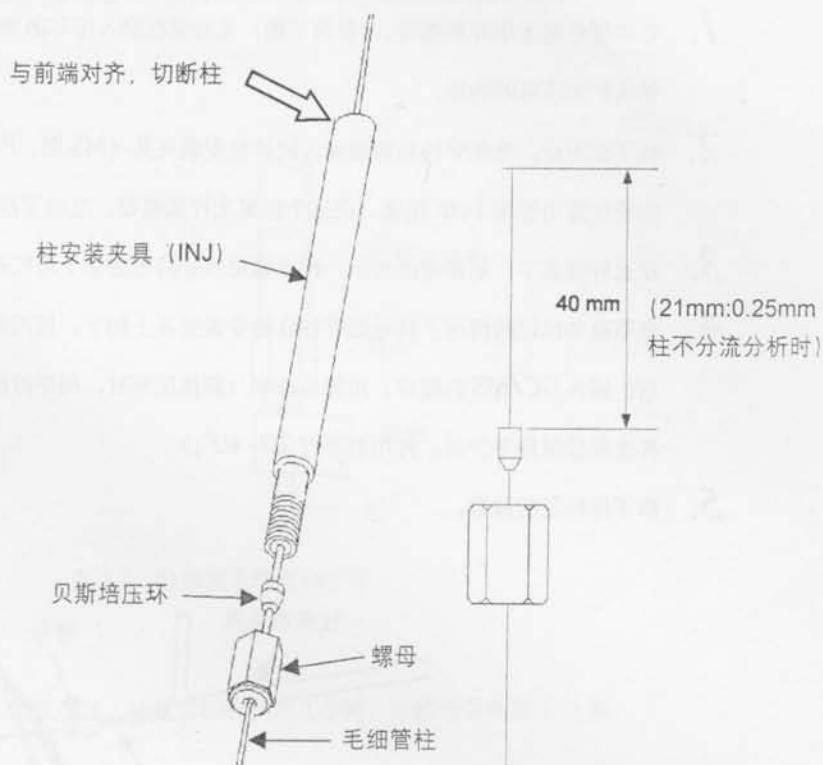


图 3.4 · 柱安装夹具使用方法



贝斯特压环不能像石墨压环一样能压到柱子上请用胶带等做记号，做记号的胶带可用一般办公用的玻璃纸胶带。

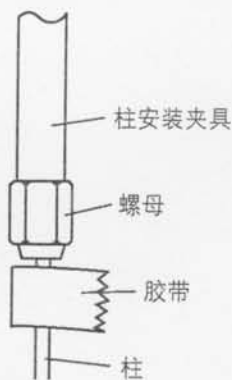


图 3.5 · 用胶带标注螺母和压环位置

柱安装到 INJ 侧后，取下胶带并用丙酮等溶剂擦拭。

3.2 分析准备

3.2.4 柱的安装 (MS 侧)

1. 毛细管柱套上压环和螺母。(参照下图) 毛细管柱穿入压环困难时, 用附件 0.4mm 的钻头扩大压环的内径。
2. 如下图所示, 毛细管柱的前端插入附件柱安装夹具 (MS 用, P/N225-01447-93), 毛细管柱露出管端 1cm 程度。在这个位置上拧紧螺母, 毛细管柱露出的部分切掉。
3. 在这种状态下, 如参考图所示, 拧有螺母部分的毛细管上用胶带做标记。
4. 在不碰动标记的情况下将毛细管柱从柱安装夹具上卸下, 用丙酮轻轻地擦拭毛细管柱后, 插入 GC/MS 的接口, 用螺母拧紧 (新换压环时, 用手拧后再用扳手拧 1/2 圈; 再次安装时用手拧后, 再用扳手拧 20~40°)。
5. 取下作标记的胶带。

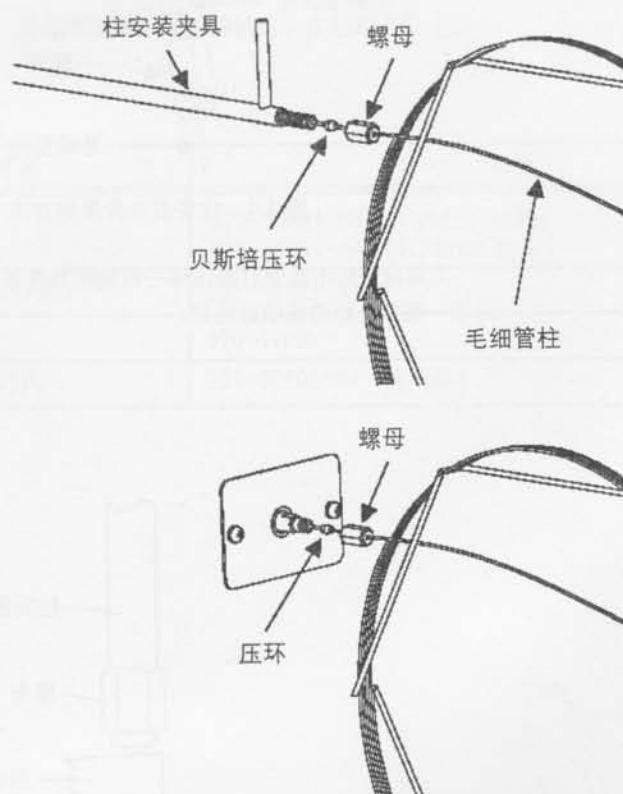


图 3.6 · 柱的安装 (MS 侧)



参考

MS 侧的安装, 为了减少背景噪声, 必需使用贝斯培压环。用胶带作柱上的螺母和压环的标记。作标记用的胶带使用一般办公用的玻璃纸胶带即可。

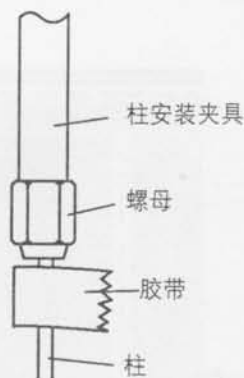


图 3.7 · 胶带固定螺母和压环



注意:

加热时贝斯培压环会轻微收缩, 柱子安装后加热几小时, 柱螺母需再紧 1/4 圈。

3.3 系统配置

3.3 系统配置

3.3.1 分析中使用的单元的选择

1. 选择实时分析辅助栏的[系统配置]图标。

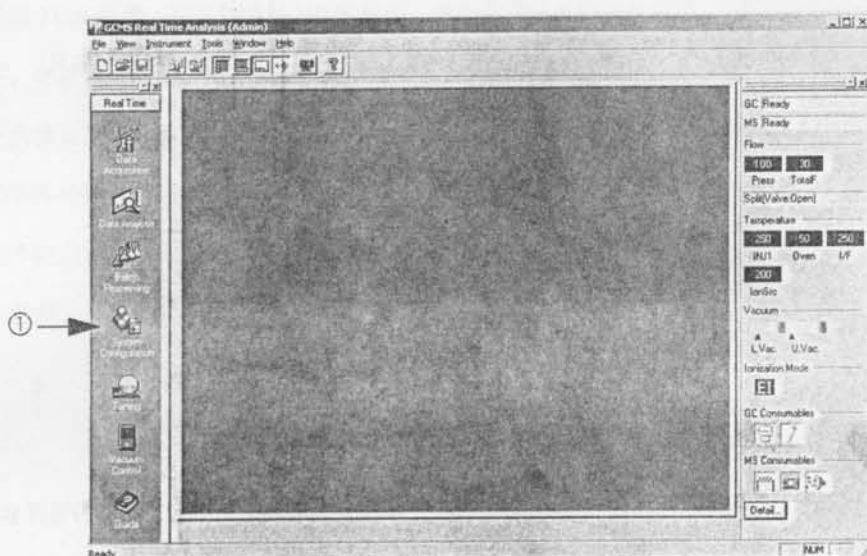


图 3.8 · 双击“系统控制”图标

2. 从左侧显示的「有效单元」中选择使用的单元。

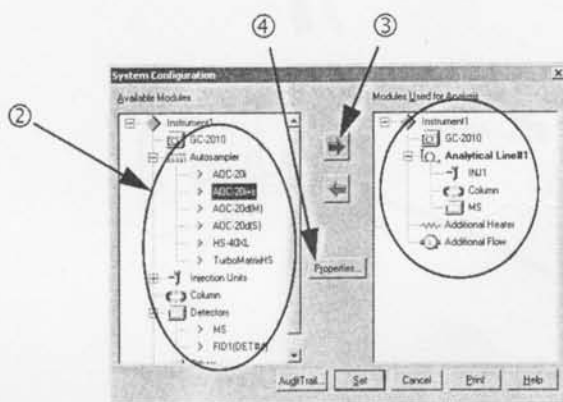


图 3.9 · 系统配置窗口

3. 点击蓝箭头。选择的单元登入「分析中使用的单元」。
4. 选择特性时可做单元的详细设定。

3.3.2 单元的详细设定

1. 自动进样器的设定

选择试样瓶容量和注射器容量。

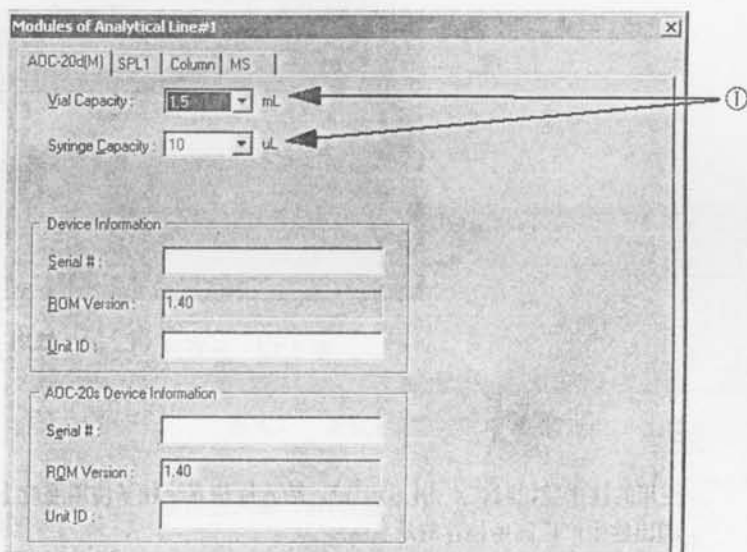


图 3.10 · 分析线 #1 指令组 - AOC-20d (M) 组

2. 进样口的设定

设定柱子的上限温度及进样口其它条件

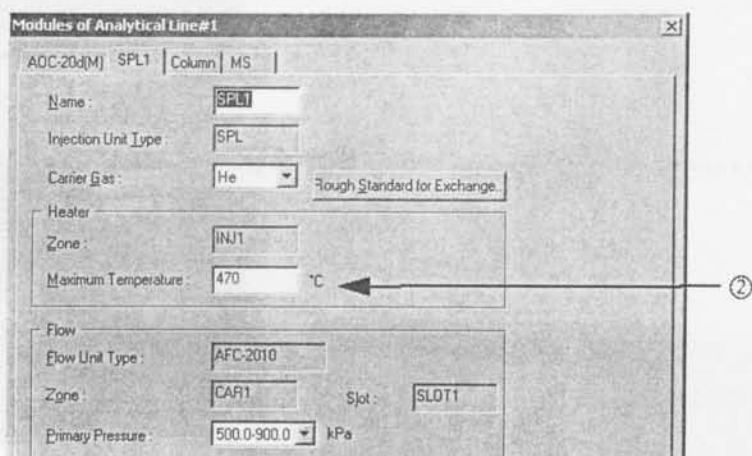


图 3.11 · 分析线 #1 指令组 - SPL1 组

3.3 系统配置

3. 柱的设定

从「登录柱」表中显示的柱中选择使用的柱，点击[选择]钮。

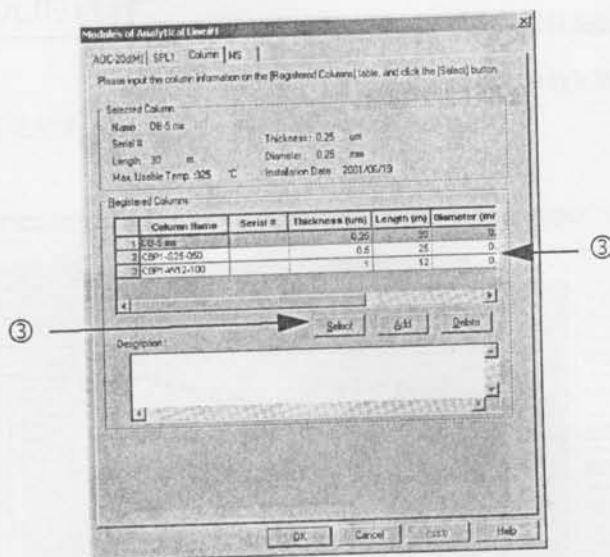


图 3.12 · 分析线 #1 指令组 - 柱组



注意

使用的柱未登记时，点击[追加]钮，输入柱信息。柱子使用温度上限，成为分析中的上限温度。不要超出柱生产厂商所推荐的最高温度。

4. MS 的设定

设定离子源盒的类型等。

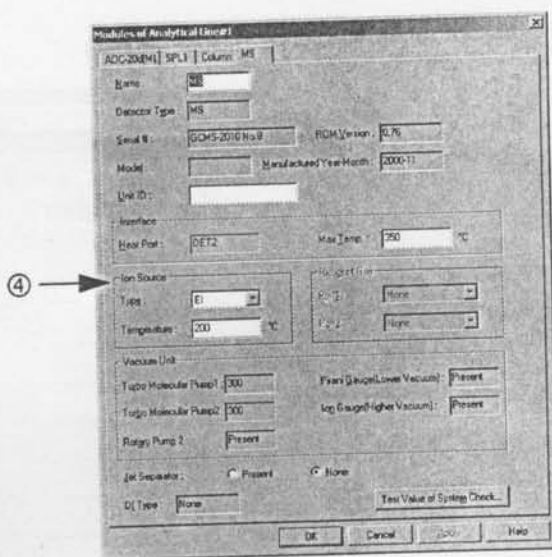


图 3.13 · 分析线 #1 指令组 - MS 组

点击[OK]，关闭「分析线的单元」画面。

点击[设定]，关闭「系统设置」画面。

4. 装置的起动、停止

4.1 真空系统的起动、停止

GC/MS 是在高真空条件下进行的分析。更换柱或维修时必需停机，开放为常压。

4.1.1 自动停止。

1. 点击「GCMS 实时分析」窗的分析辅助栏的“真空控制”图标。
2. 点击[自动停止]。

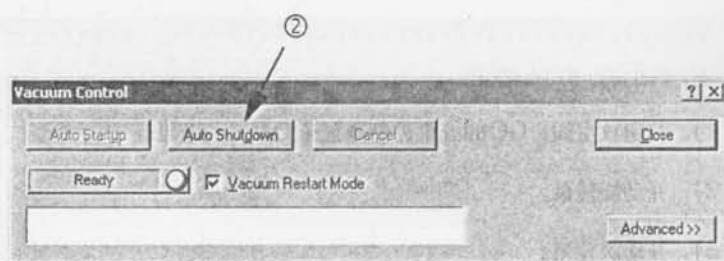


图 4.1 · “真空控制”窗口 - 自动停止



参考自动停止流程

- 1). 切断离子源的加热器，GC的所有调温通道的设定温度置于30℃。
- 2). 全部温度降至100℃以下时，MS停止。涡轮泵停止，旋转泵停止，放空阀被打开
- 3). GC系统和流量控制器关闭
- 4). 放空阀被关闭

自动停止完毕。

3. 确认装置停止。

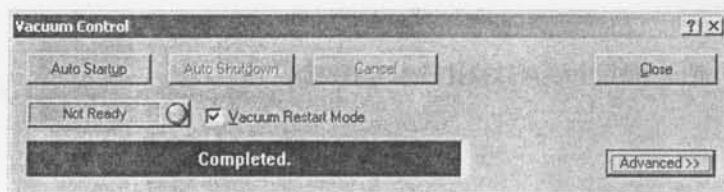


图 4.2 · “真空控制”窗口 - 自动关闭完成

4.2 漏泄检验

4.1.2 自动启动

1. 点击[自动启动 (U)]。

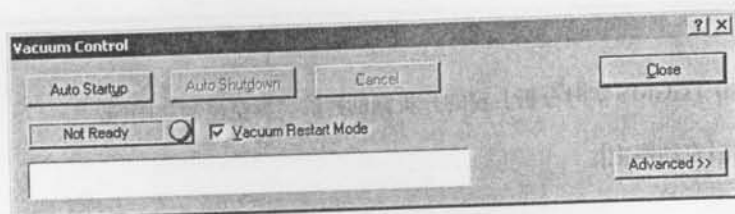


图 4.3 · “真空控制”窗口 - 自动启动



参考自动启动流程

- 1). 关闭放空阀，GC 的流量控制器置于 ON。
 - 2). 开动旋转泵。
 - 3). 开动涡轮泵。
 - 4). 涡轮泵准备完毕后，GC 系统和离子源加热器开启
- * 涡轮泵开动后 5 分钟涡轮泵的转数仍上不去时，显示错误信息，装置停机。

2. 显示准备完毕后，点击[关闭 (C)]，关闭「启动、停机」窗。
3. 等待约 10 分钟。
4. 进行泄漏检验

4.2 泄漏检验

1. 点击「实时分析」辅助栏中的[调谐]，打开调谐画面。



2. 点击调谐辅助栏中的[峰监视]打开峰监视画面。



3. 改变监视组为“水、空气。” m/z 改为 18 (H_2O), 28 (N_2) 和 32 (O_2)
4. 检测器电压设为 0.7KV。
5. 点亮灯丝。
6. 检测器的电压每次变化 0.1KV, 直到最强峰的高度达到显示窗的一半程度。(为了保护检测器饱和) 变更电压等时, 监视组为空白, 需重新设定。

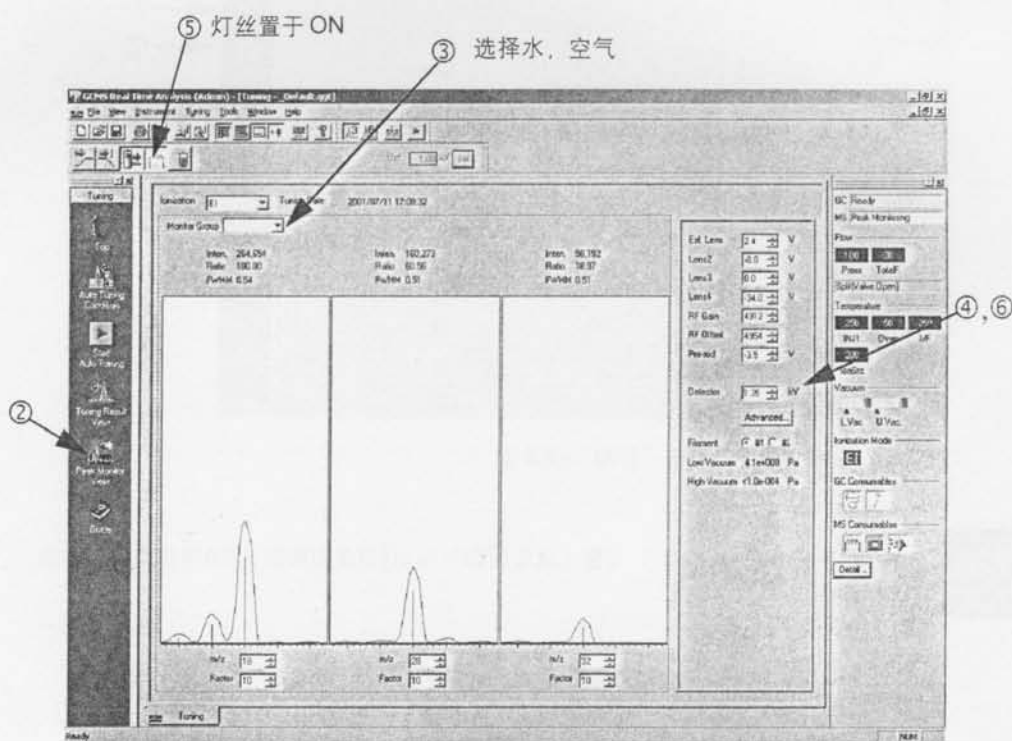


图 4.4 · 峰监视图

7. 确认峰强度。
m/z 28 (氮) 的强度在 m/z 18 (水) 强度的 2 倍以内时, 视为真空正常。如果 m/z 28 比 m/z 18 过大时, 视为空气泄漏, 必须检查。



笔记

泄漏检验后调谐画面结束时, 不要保存文件。设定 GC 柱温箱等的温度, 等到温度稳定。

5.1 自动调谐

装置启动后或离子源温度变更后, 约经 2 小时等待离子源的温度稳定后必须进行自动调谐。

1. 点击分析辅助栏的[调谐], 打开调谐画面。

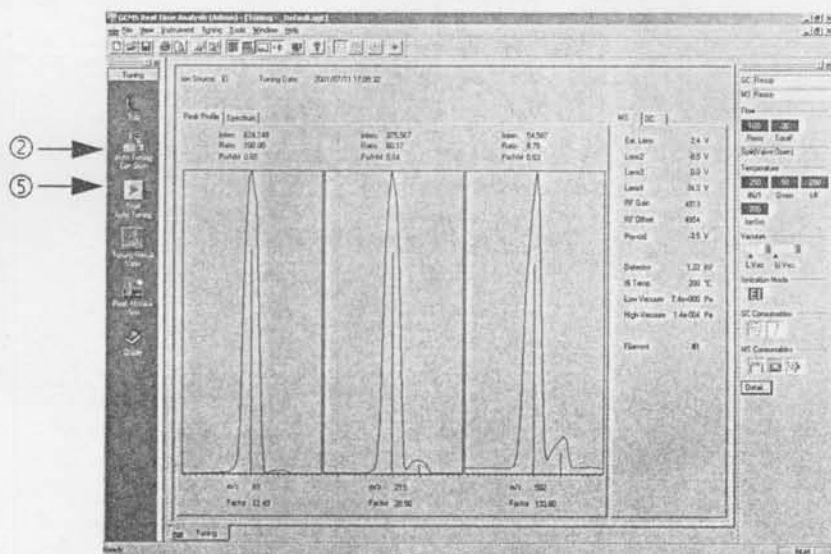


图 5.1 · “调谐” 窗口

2. 点击调谐辅助栏的[自动调谐条件]显示「调谐信息」窗。

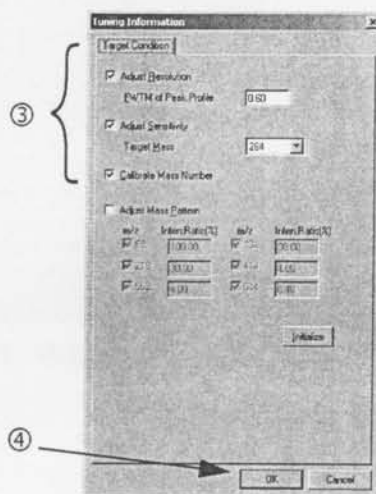


图 5.2 · “调谐信息” 窗口

5.1 自动调谐

3. 进行自动调谐，项目上加 标志。
4. 点击[OK]
5. 点击调谐辅助栏的[自动调谐开始]。自动调谐开始。

在自动调谐执行中显示如下图的[自动调谐]画面。

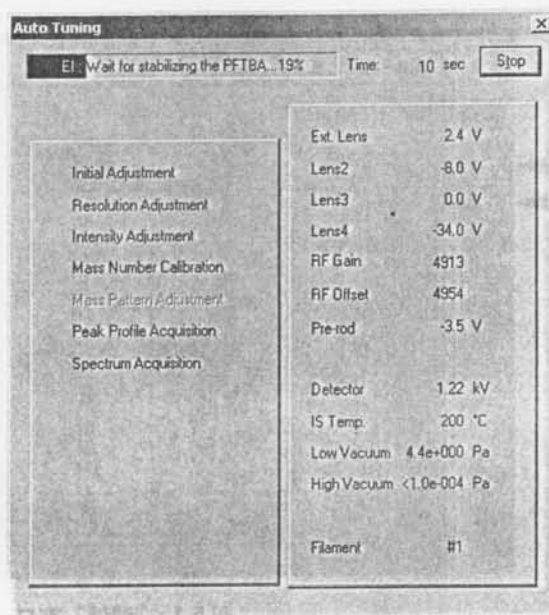


图 5.3 · “自动调谐” 窗口

结束后，输出如下图的自动调谐报告（参照 P23）。

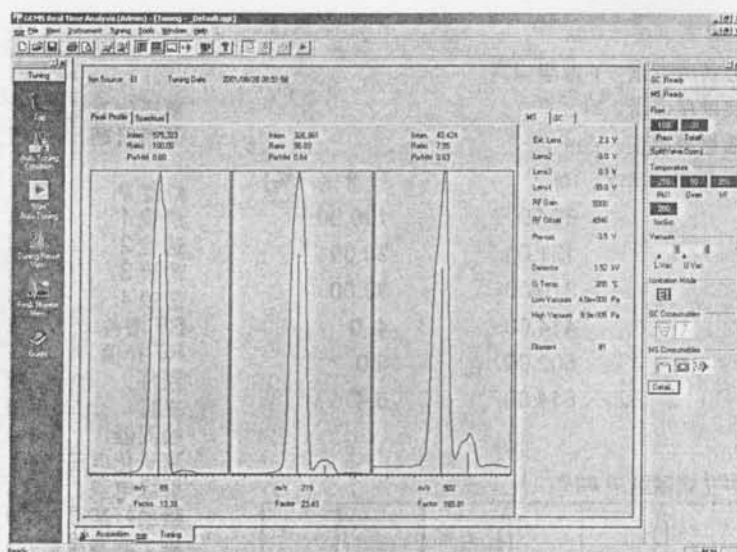


图 5.4 · 调谐结果

6. 选择[文件 (F)], 保存调谐文件。

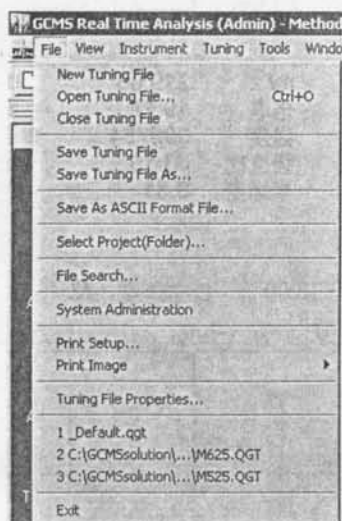


图 5.5 · 调谐窗口的文件菜单

7. 关闭调谐画面。

5.2 自动调谐结果的确认

5.2 自动调谐结果的确认

调谐条件

分辨率调谐: Yes 半峰宽

灵敏度调谐: Yes

质量数校正: Yes

质量数	强度比 (%)
69.00	100.00
131.00	30.00
219.00	30.00
414.00	4.0
502.00	4.0
614.00	0.4

离子化方式: EI

调谐日期: 2001/07/13

14: 30: 59

灯丝 #: 1

透镜 1: 0.6v

透镜 2: -28.0v

透镜 3: 0.5v

透镜 4: -40.0v

RF 增益: 5000

RF 补偿: 4926

预杆: -3.5v

主杆: -3.5v

检测器: 1.03kv

离子化电压: 70v

射级电流: 60 μ A

转换打拿极: -10kv

离子源温度: 170 $^{\circ}$ C

低真空: 1.6 e +001Pa

高真空: 9.7 e +004pa

接口温度: 200 $^{\circ}$ C

柱温箱温度: 40 $^{\circ}$ C

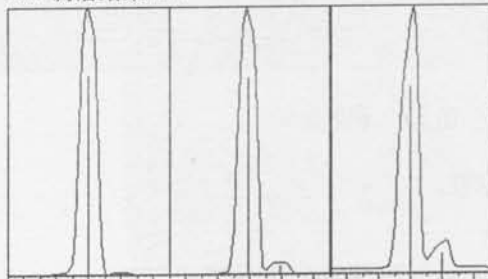
柱进口压力: 150Kpa

柱流量: 3.6mL/min

柱内径: 0.32mm

柱长: 60.0m

调谐结果



m/z: 69.00
 倍率: 12.38
 强度: 631489
 强度比: 100.00
 半峰宽: 0.60

m/z: 219.00
 倍率: 19.17
 强度: 398754
 强度比: 63.15
 半峰宽: 0.61

m/z: 502.00
 倍率: 138.31
 强度: 533.76
 强度比: 8.45
 半峰宽: 0.61

扫描范围: 10.000~700.00 扫描速度: 78

基峰: 69.00(618168)

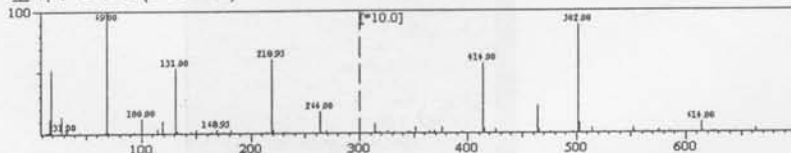


图 5.6 · 调谐报告

· 检验项目

- 1). 用 m/z 18, 28 的离子强度比确认真空是否泄漏。强度 (m/z 18) 应 > 强度 (m/z 28)。
- 2). 检测器的增益应在 2KV 以下。2KV 以上时, 需要进行更换检测器等维修。

6: 定性分析 (SCAN 方式)

6.1 分析条件的设定

1. 点击分析辅助栏的[数据采集]

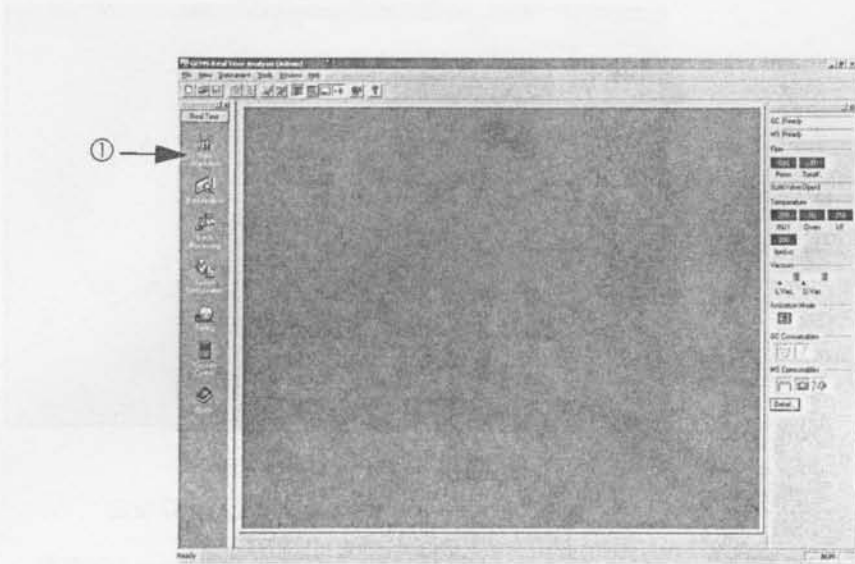


图 6.1 · “实时分析” 窗口

2. 点击数据采集辅助栏的[wizard]

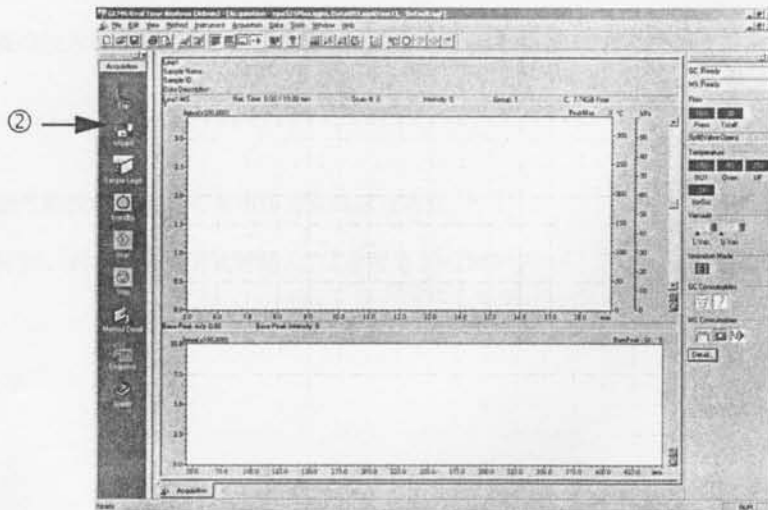


图 6.2 · “采集” 窗口

6.1 分析条件的设定

6.1.1 使用“wizard”设置分析方法

wizard 步骤 1: -AOC 设定-

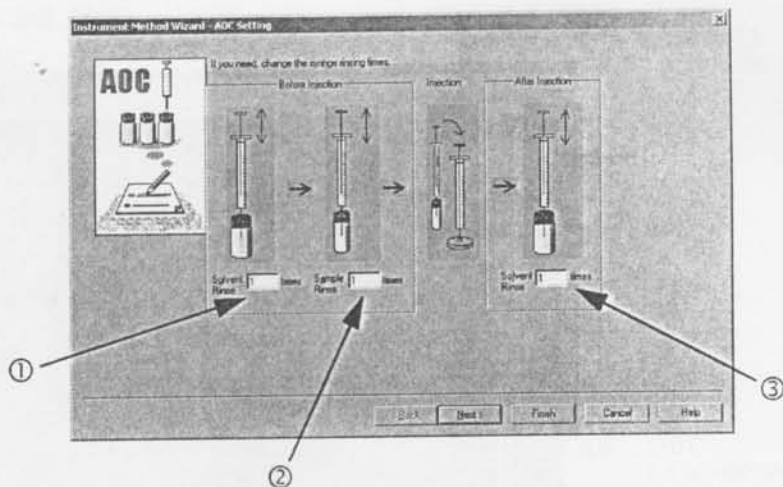


图 6.3 · “wizard” 设置分析方法 - AOC 设定

1. 在进样前的溶剂清洗次数上输入 1。
2. 在试样清洗次数上输入 1。
3. 在进样后溶剂清洗次数上输入 1。

6.1 分析条件的设定

wizard 步骤 2 :

-GC 设定 1-

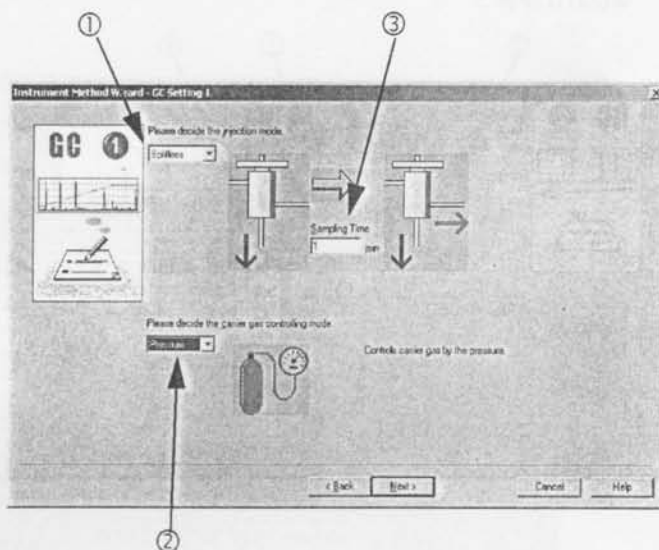


图 6.4 · “wizard” 设置分析方法 -GC 设定

1. 选择试样进样方式，参考进样方式的选择



参考进样方式的选择

分流式：试样注入量大时选择。（试样量 10ng~100ng 以上）

不分流式：试样注入量小时选择（试样量不足 10ng）

直接注入式：使用大口径柱时选择。

2. 选择载气的控制方法。可使用压力或线速度方式

3. 取样时间：只在不分流方式时输入。（通常为 1~2min）

6.1 分析条件的设定

汇集 Step3: -GC 设定 3- wizard 步骤 3

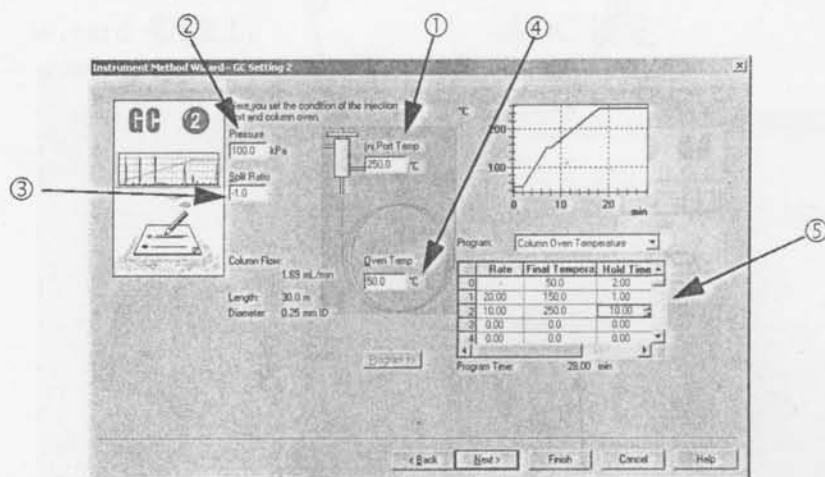


图 6.5 · wizard 步骤 3-GC 设定 3

1. 输入气化室温度。不要超出柱子的最高使用温度
2. 输入载气压力。可设置压力程序

表 6.1 载气压力设定的大致标准

小口径毛细管柱 (内径 ϕ 0.25mm)		宽口径毛细管柱 (内径 ϕ 0.32mm)	
30 m	60 m	30 m	60 m
75 - 150 kPa	100 - 250 kPa	30 - 50 kPa	50 - 100 kPa

3. 输入分流比 (只分流分析时)。
4. 柱温箱温度: 输入最初的柱温箱温度。
5. 输入柱温箱的程序。

6.1 分析条件的设定

wizard 步骤: -MS 设定 1-

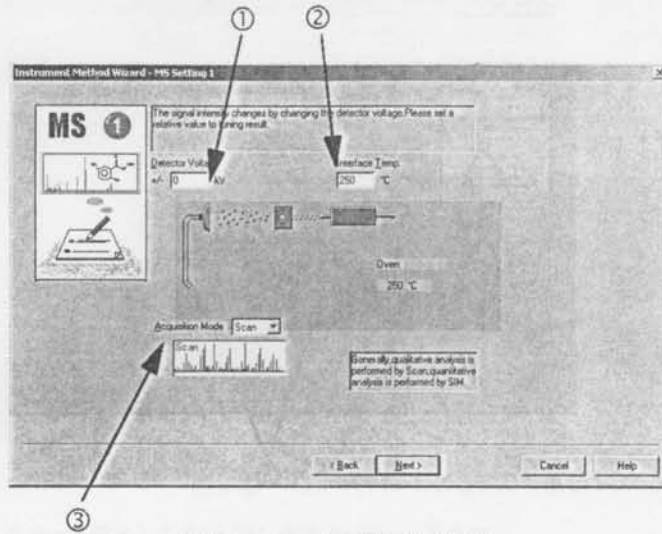


图 6.6 · wizard 步骤 - MS 设定

1. 设定检测器电压（通常为0~+0.3V）。此处的设定值会自动加到调谐电压上。
2. 设定接口温度（200℃~280℃）。不要超出柱子的最高使用温度。
3. 选择测定方式。Scan 通常用于定性或高浓度样品的分析，SIM 常用于低浓度和最小的通道干扰。

6.1 分析条件的设定

wizard 步骤 5:

-MS 设定 2-

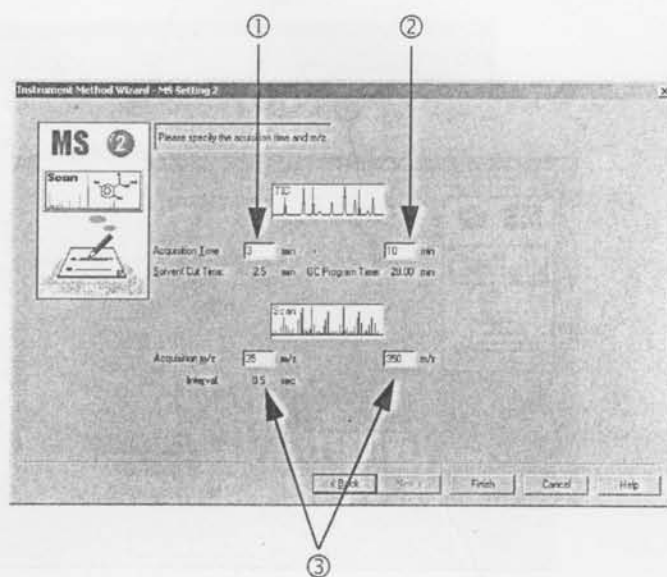


图 6.7 · wizard 步骤 -MS 设定 2 (选择 Scan 方式时)

1. 输入测定开始时间。数据开始采集，灯丝在溶剂切除后的 0.5 分钟开启
2. 输入测定结束时间（通常在 GC 柱温箱的程序时间内设定）。
3. 输入开始 m/z 和结束 m/z

开始 m/z: 输入 35 以去除 H₂O (18), N₂ (28) 或 O₂ (32) 输入 m/z 10, 20, 29 测定分子量低的化合物时 (20 去除 H₂O, 29 去除 H₂O 和 N₂)

结束 m/z: 目标化合物最大分子量的 +50~100 程度

6.1 分析条件的设定

wizard 步骤 6: - MS 设定 2 (SIM) -
MS 设定 2 (SIM 设定时)

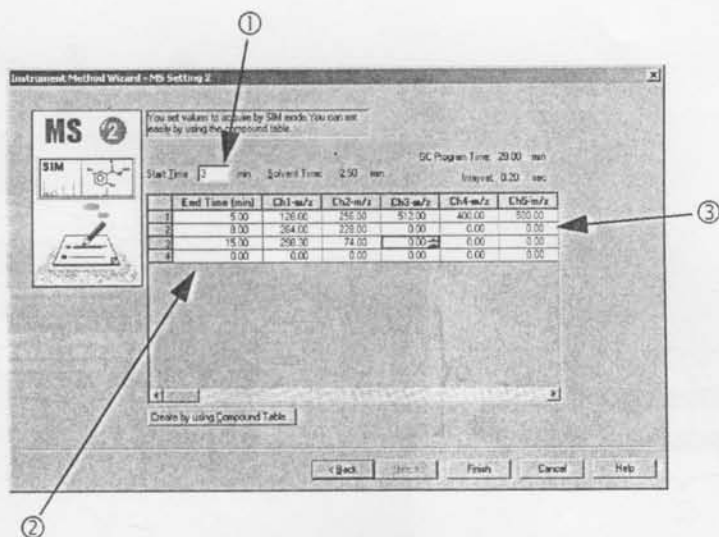


图 6.8 · wizard 步骤 -MS 设定 2 (选择 Scan 方式时)



1. 输入测定开始时间。同上①
2. 输入各组的测定结束时间。(参照分析对象的保留时间)
3. 输入测定的 m/z。

注意

作成后的分析条件必须保存

6.1 分析条件的设定

6.1.2 GC 条件的确认设定

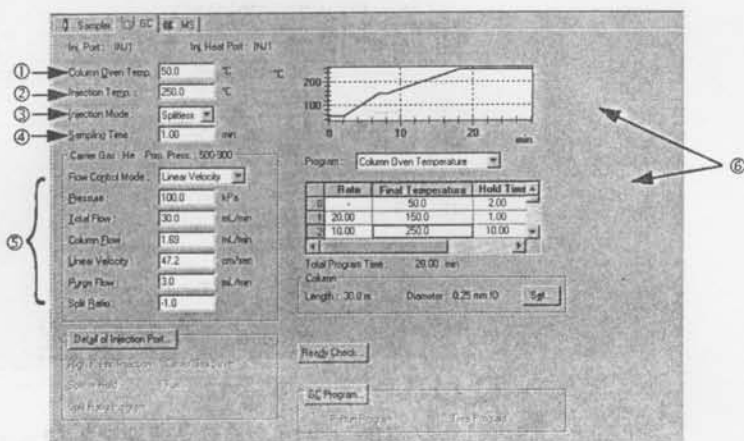


图 6.9 · GC 参数设定

- ① 柱温箱温度： 柱温箱的最初温度
- ② 气化室温度： 气化室的温度 (0~450℃)
- ③ 进样方式： 选择流路控制方式
- ④ 取样时间 (分)： 从试样注入到分流流路打开的时间 (不分流分析时)
- ⑤ 设定载气的参数



载气压力设定的大致标准

毛细管柱 (内径 ϕ 0.25mm)		毛细管柱 (内径 ϕ 0.32mm)	
30m	60m	30m	60m
75 ~ 150kPa	100 ~ 250kPa	30 ~ 50kPa	50 ~ 100kPa
* 柱流量不足 15mL/min 时使用。			

⑥ 选择程度中的柱温箱温度，压力，清洗流量。

- 柱温箱温度： 柱升温条件
- 压力： 载气压力程序
- 清洗流量： 清洗流量程序

6.1 分析条件的设定

6.1.3 MS 条件的确认、设定

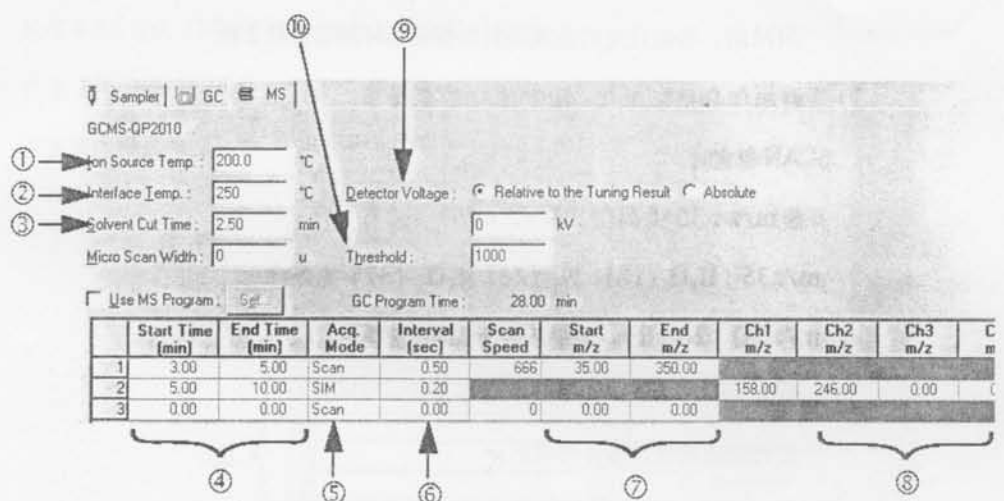


图 6.10 · MS 参数设定

- 1) 离子源温度：离子源的温度
- 2) 接口温度：MS 的接口温度
- 3) 溶剂切除时间：溶剂切除时间前灯丝置于 OFF 状态（为保护灯丝）。溶剂的出现时间因分析条件和溶剂种类的不同而异，随分析条件变更。
- 4) 开始时间和结束时间：设定分析的开始、结束时间。（1 组 SCAN 测定时）。在分析时结束时间可延长。
- 5) 测定方式：选择 Scan 或 SIM 方式，在一次分析时 Scan 和 SIM 测定方式都可使用

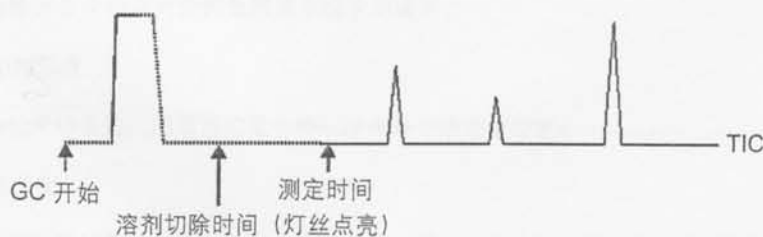


图 6.11 · GC 开始时间

6.1 分析条件的设定

6) 间隔 (秒)

SCAN 时: 质谱数据采集的间隔

由试样的分离条件确定间隔。通常 0.5~1 秒

SIM 时: 各组设定的全通道的数据采集时间通常 0.2 秒

7) 开始 m/z 和结束 m/z: 测定 m/z 的范围

SCAN 测定时

开始 m/z: 35 或 10, 20, 29

m/z 35: H₂O (18), N₂ (28) 或 O₂ (32) 除外时

m/z 10, 20, 29: 测定分子量低的化合物时。

结束 m/z: 目标化合物最大分子量的 +50~100

※扫描速度经计算自动求出。

8) ch (n) m/z: SIM 测定时的 m/z, n 是通道号码

9) 检测器电压 (KV): 配合试样浓度设定。低浓度样品检测器电压高

绝对值: 设定直接电压时使用。

根据调谐结果的相对值: 设定根据所使用的调谐文件中所设定电压的相对值时使用。

需加 + - 符号。

10) 阈值: 设定噪声水平。SCAN 方式采集数据时, 在此值以下的离子信号作为噪声处理。

6.1.4 设定相似性检索参数

1. 从菜单的[方法 (M)]中选择[定性处理参数 (Q)]
2. 点击「相似性检索参数」符号
3. 设定谱库检索参数。

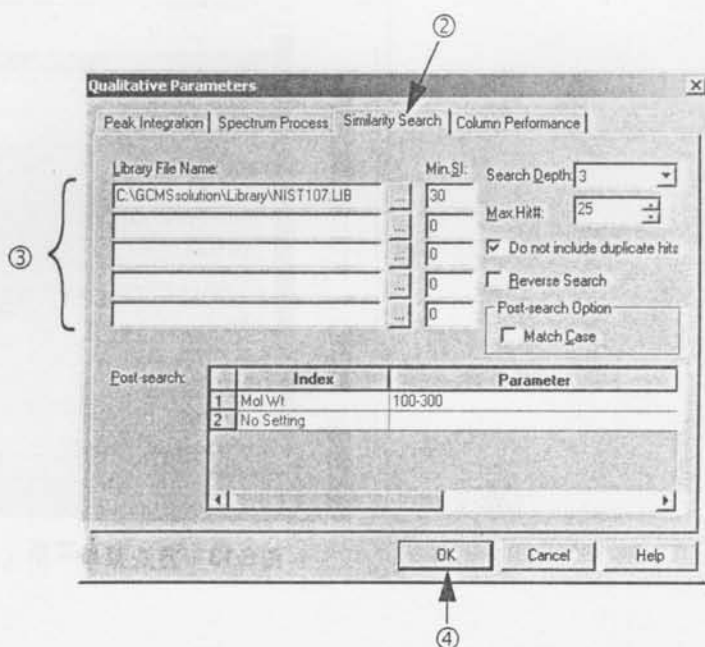


图 6.12 · 设置谱库检索参数



参考

· 谱库文件名

可选择达 5 个检索对象的公用谱库或专用谱库。

· 最小相似度

作为检索结果输出的质谱的最小相似度在每个谱库中设定。

· 检索深度

设定从检索对象的质谱中选出几个特征峰。用选出的峰进行预检索。设定的值越大，预检索中选择的化合物越少。化合物数越多，检索的时间越长

· 最大位数范围：(1-25)

设定检索结果中输出的化合物数。

4. 点击[OK]

6.1 分析条件的设定

6.1.5 方法文件的保存

1. 选择 File 下的 Save Method File As

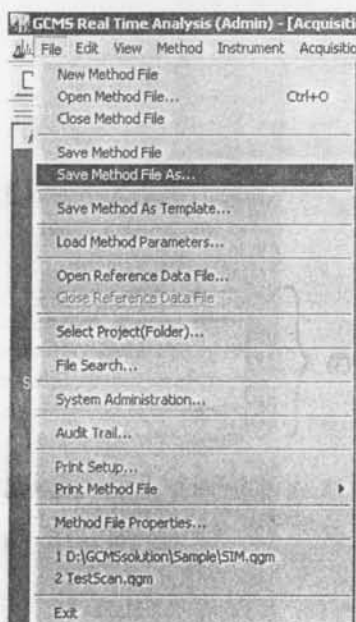


图 6.13 · 方法菜单

2. 输入最多达 255 字符的文件名称。自动加扩展名“·qgm”。
3. 点击 save

6.2 数据采集

1. 点击「数据采集」辅助栏的 Sample Login 图标[样品登记]显示「试样登记」画面。
2. 输入数据采集信息。



 A screenshot of a software dialog box titled "Sample Login - D:\GCMSolution\Sample\SIH.qgm". The dialog box is divided into several sections:

- Line 1**: A text field containing "Line 1".
- Acquisition Information**: A section containing several input fields:
 - Sample Name: []
 - Sample ID: []
 - Data File: Data005.qgd [Browse icon]
 - Baseline Data: [] [Browse icon]
 - Data Description: [] [Up/Down arrow icons]
- Sampler**: A section containing:
 - Vial #: [1]
 - Injection Volume: [1] uL Syringe Capacity: 10 uL
 - Multi Inj. Times: [1]
 - Tuning File: [] [Browse icon]
- Buttons**: At the bottom, there are four buttons: "Advanced >>", "OK", "Cancel", and "Help".

图 6.14 · “样品登记” 窗口

3. 输入样品名，数据文件名。数据文件名的扩展名自动附加。必须输入数据文件名和调谐文件名，调谐文件可以选择或自动使用最近的调谐结果，使用自动进样器时输入试样瓶号码、样品量。
4. 点击[OK]
5. 确认已设定在数据采集窗上显示的方法文件名、数据文件名、调谐文件名。

6.3 数据处理

6.3.2 TIC 和 MIC 的放大

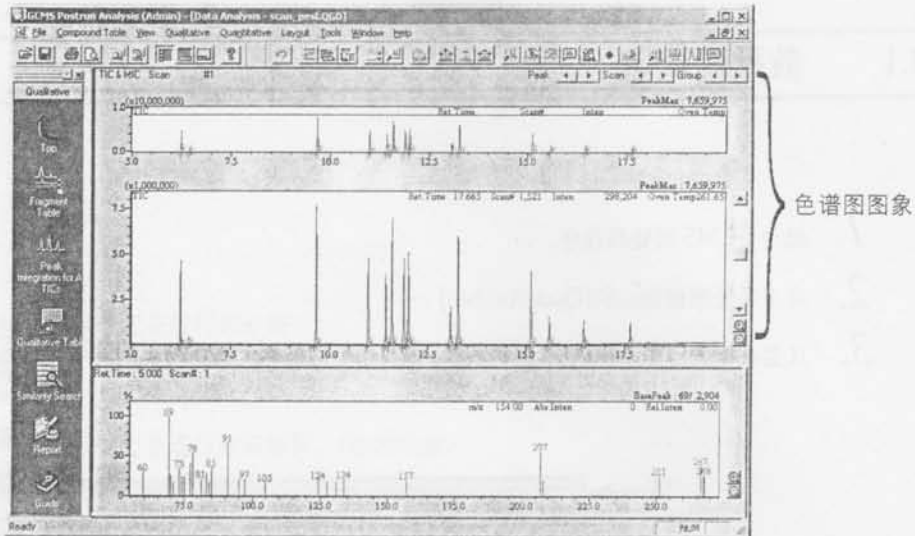


图 6.17 · 原始色谱图

1. 色谱图上需放大的范围用鼠标拖动（只需按左键移动）。选择的范围被放大显示。质谱也可同样放大显示。

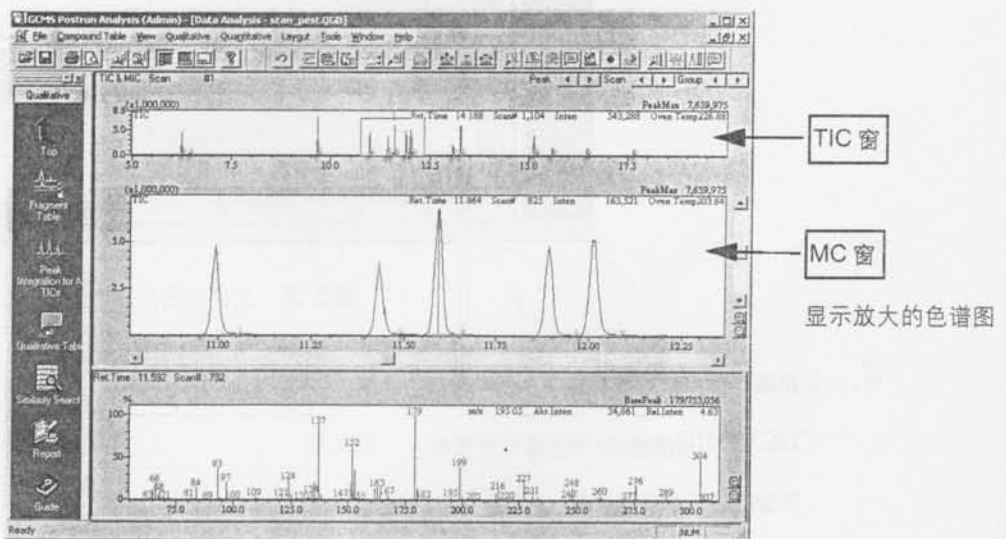


图 6.18 · 放大色谱图

2. 点击色谱图图象的 MC 窗上的鼠标的右键时显示菜单。

参考

鼠标右击显示的菜单

放大还原	上一次放大操作返回。
重新放大	取消「放大还原」的操作。
初始放大	画面成为未进行放大操作时的状态。
基线位移	显示色谱图的基线位移
碎片表	显示谱图的碎片信息可以选择显示 TIC 还是显示 MIC，还可以选择显示的 MC 质量数和倍数。
峰积分 TIC(所有组合)	显示定性参数窗口
MIC 表	设定 MIC 显示时的质量数范围。
光谱图平均	进行色谱图画面上拖动的时间范围的质谱的平均处理。
光谱的减算	用在色谱图画面上的双击，将其保留时间的质谱作为背景谱图进行减算处理。
用谱图平均做减算	色谱图画面上拖动的时间范围的质谱平均后，从显示的质谱中减算。
显示窗的设定	选择色谱图图象上的显示窗。这个设定存储在每个用户上。
复制	作成色谱图描绘画面上显示的色谱图的原文件，复制到剪贴板上。可粘贴到与原文件形式配套的应用软件上。
描绘特性	打开设定色谱图描绘画面的特性的画面。在此画面上也可设定色谱峰顶注解的显示状态。

6.3 数据处理

6.3.3 质谱的显示和背景扣除

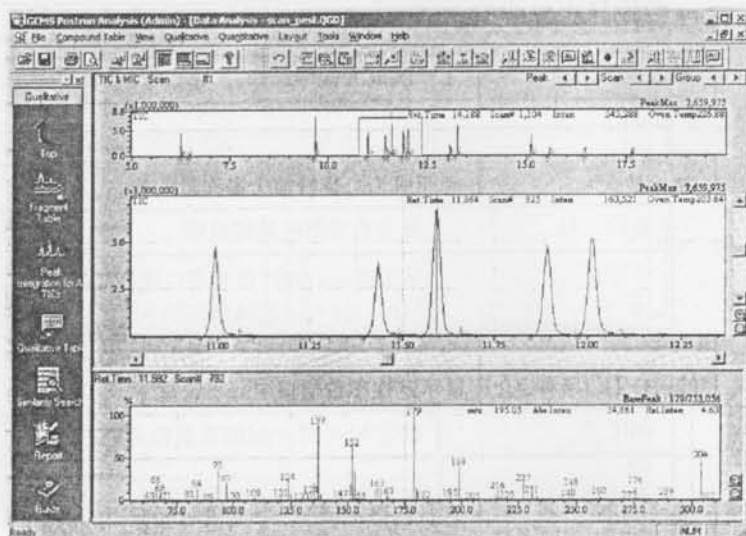


图 6.19 · “后处理窗口”

质谱的显示

移动光标到色谱图上的峰并双击，即可显示此处的质谱图



注意

在质谱上红色的峰，表示超出检测器的动态量程。左或右扫描箭头可用以移动光标进行一次任何一侧的扫描。红色峰的质谱图不会给出好的谱库匹配。

背景扣除

1. 显示峰的质谱。
2. 点击MC窗上的右钮，选择[质谱的减算(S)]。

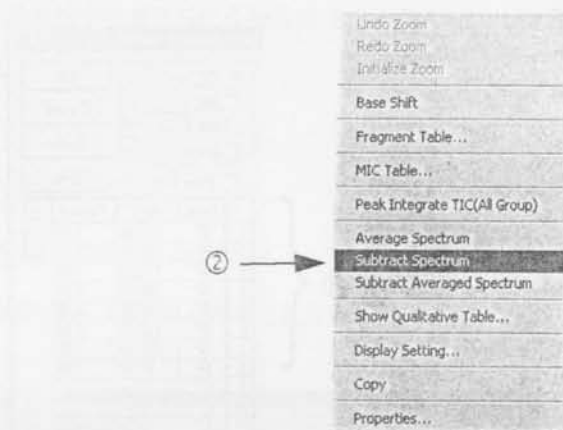


图 6.20 · 右击选择质谱减算

3. 双击色谱图上的背景位置上的左钮。



参考背景处理位置

像下面的峰，将↓部分作为背景进行处理时，会得到很清晰的质谱。

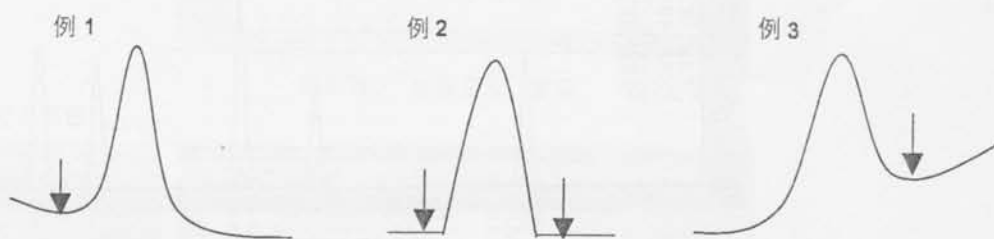


图 6.21 · 扣除背景处理方法

4. 显示背景已消除的光谱。
5. 选择工具栏  也可做同样的操作。

6.3 数据处理

6.3.4 质谱图的显示

1. 点击定性处理辅助栏的[碎片表]。

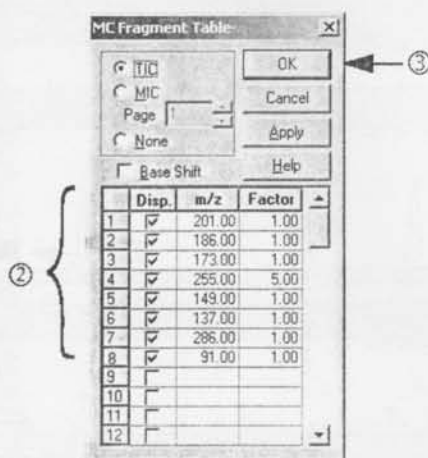


图 6.22 · 碎片表

2. 输入MC分段表上的 m/z、倍率、显示
3. 点击[OK]时，在MC窗上描绘质谱图。

另外，在MC窗上的基线位移上输入 时，可变更如下显示。

无基线移位

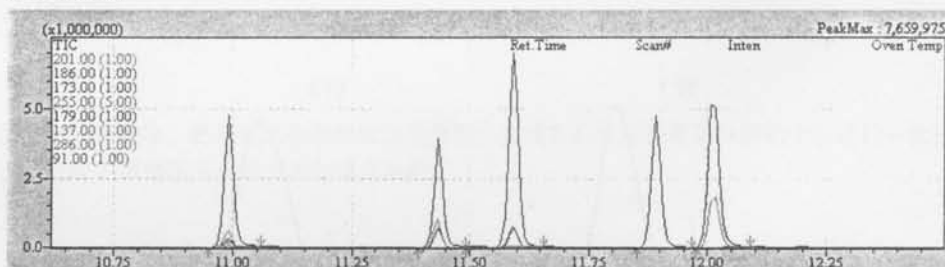


图 6.23 · 无基线移位

有基线移位

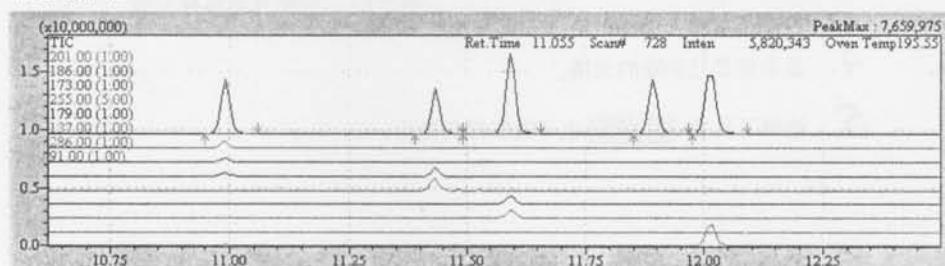


图 6.24 · 有基线移位

6.3.5 谱库检索

谱库检索有两种

- 相似性检索：检索未知质谱。
- 索引检索：从谱库的数据中检索目标化合物的质谱。

相似度检索

1. 显示检索的质谱。
2. 点击定性处理辅助栏中的[相似性检索]钮。
3. 显示检索结果。从菜单的[显示 (V)]中可选择比较显示，信息显示。



比较显示画面

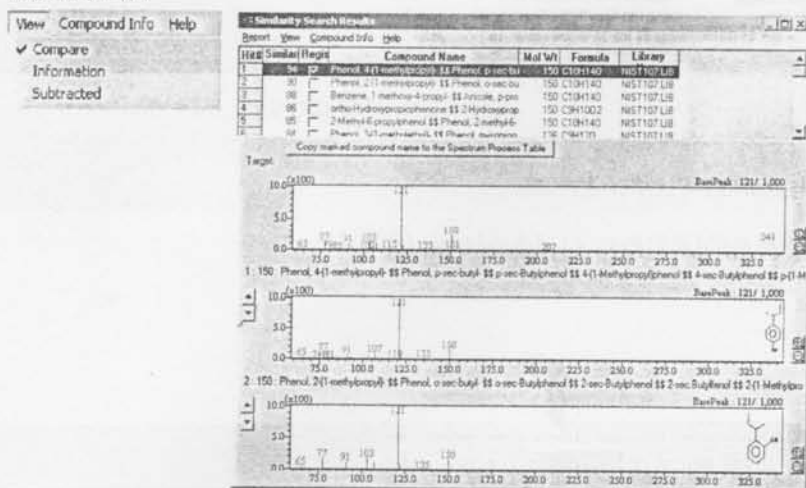


图 6.25 · “比较显示”窗口

信息显示画面

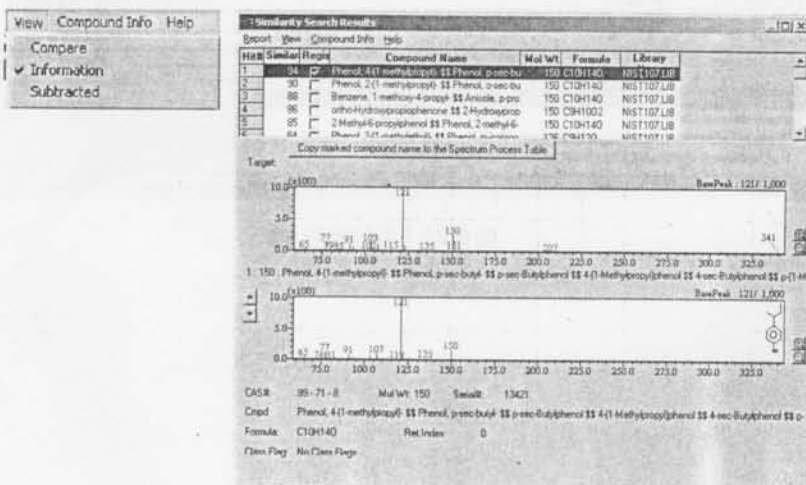


图 6.26 · “信息显示”窗口

6.3 数据处理

索引检索

为了在分析前预先从谱库中读取目标成分的质谱图结构等信息而使用。

1. 点击「后处理」辅助栏的[谱库编辑]。
2. 点击菜单栏的[文件]上的[打开谱库]，打开使用的谱库文件。
3. 点击索引，选择项目。

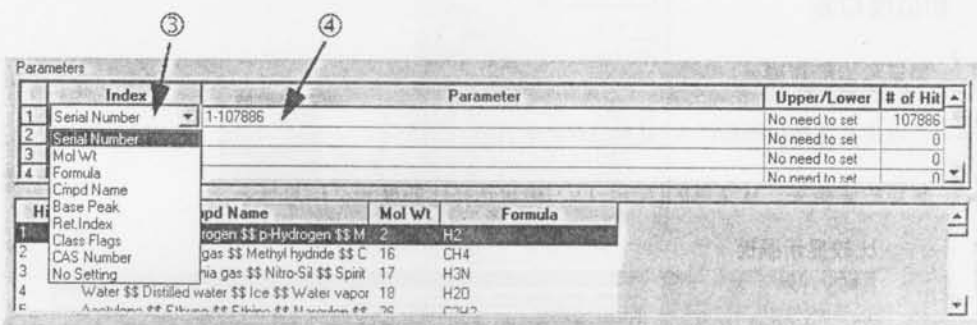


图 6.27 · 设置谱库参数

4. 输入与选择的索引相符合的参数。
5. 点击菜单栏的[索引检索 (1)]中的[开始 (S)]。

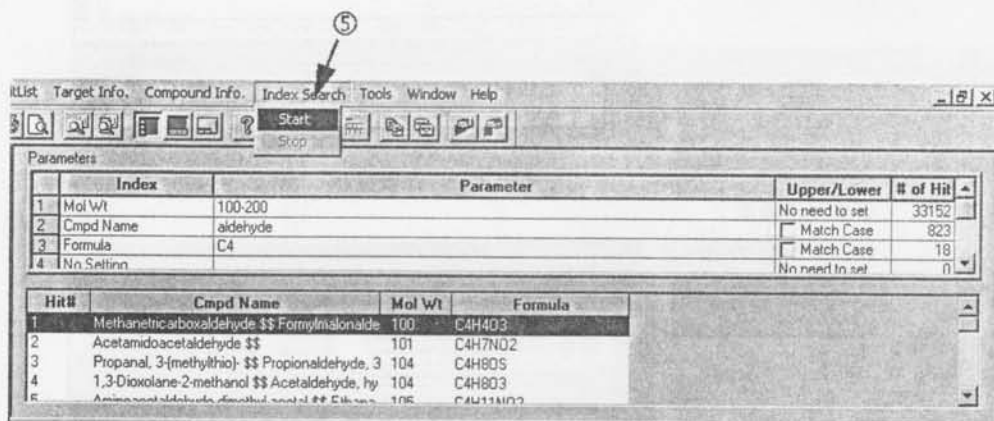


图 6.28 · 开始索引检索

6. 显示结果。

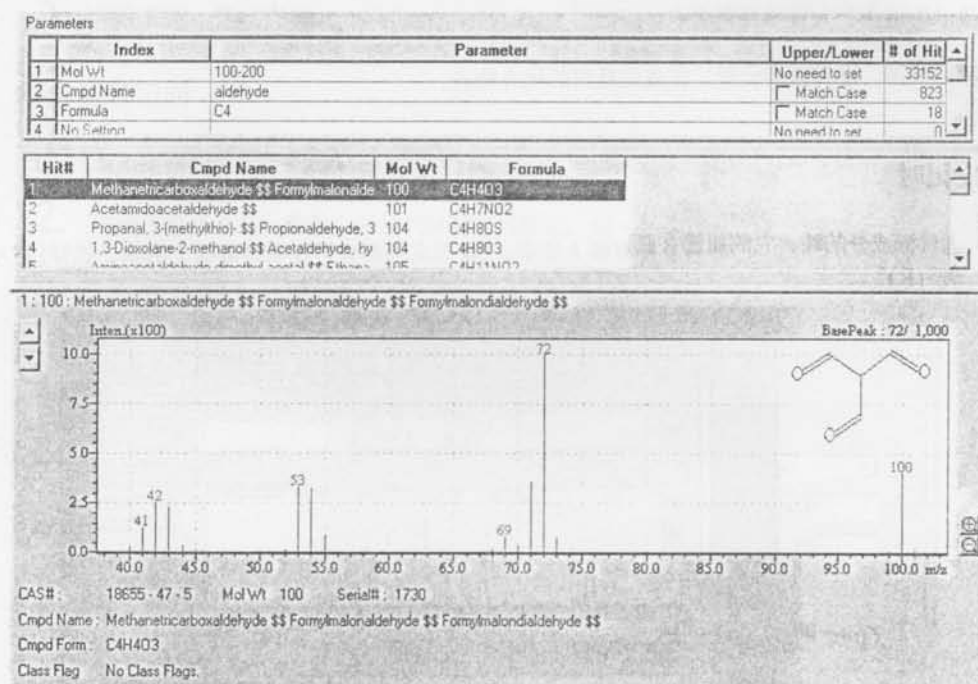


图 6.29 · 索引检索结果

6.3 数据处理

6.3.6 登记目标化合物

显示的谱图登入谱图处理表中。

输出质谱，进行谱库检索，作成定量用的化合物表。

手动登记时

1. 选目标成分的峰，它的质谱在画面上显示。(参照定性部分) 在质谱画面上右击，选择[登入谱图处理表 (R)]。

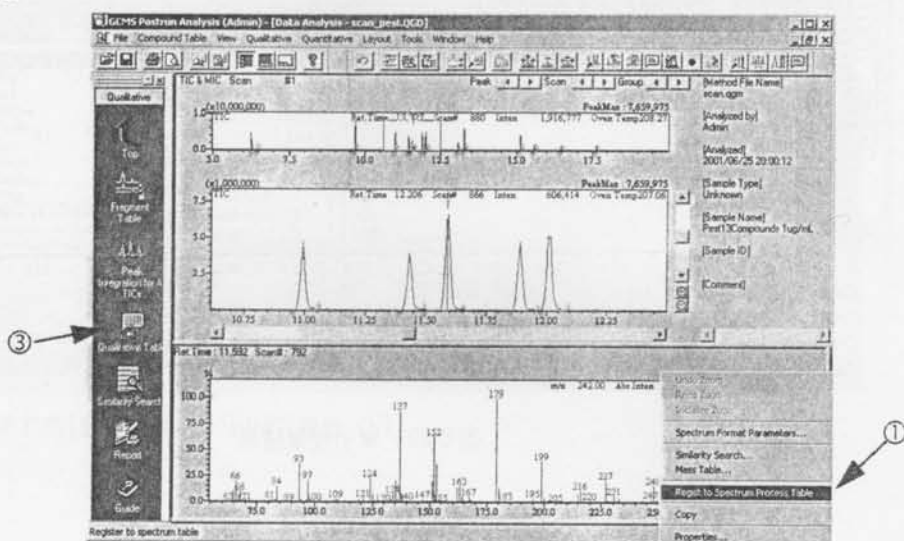



图 6.30 “定性处理”窗口

2. 同样登记全部目标成分。
3. 点击定性处理辅助栏的[定性处理表] ，打开「定性处理表」。

Ret. Ts	In	Ret. Time	StartRT	EndRT	Search	Report	
1	152	151	147	157	Done	✓	
2	174	176	171	180	Done	✓	
3	560	562	561	569	Done	✓	
4	719	721	720	715	728	Done	✓
5	772	774	773	768	780	Done	✓
6	791	793	792	790	800	Done	✓
7	827	829	828	823	837	Done	✓
9	841	843	842	838	852	Done	✓
9	963	971	970	966	973	Done	✓
10	982	984	983	987	1002	Done	✓
11	1216	1218	1217	1212	1226	Done	✓
12	1271	1273	1272	1266	1278	Done	✓
13	1376	1378	1377	1371	1383	Done	✓

图 6.31 “定性表”

4. 选择菜单的[相似性检索 (S)]中的[所有行的检索 (A)]

* 如果已做了谱库检索。谱库上登记的化合物名称可在编制化合物表时利用。

5. 保存数据，登记完毕。

自动登记时

1. 点击定性处理辅助栏的[全 TIC 的峰积分]。

2. 选择「定性参数」参数，画面的[峰积分]标记。输入参数。

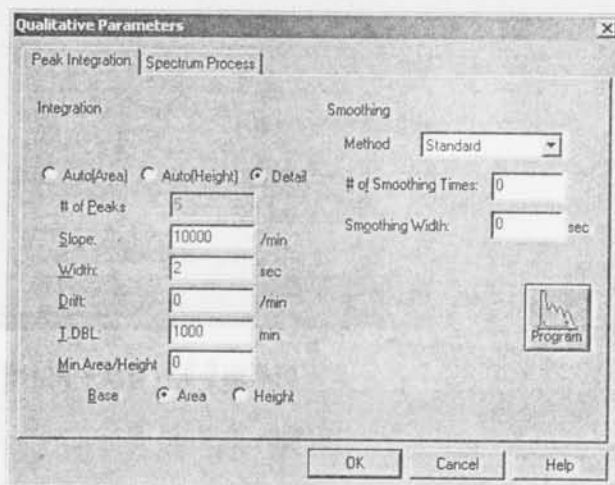


图 6.32 · 定性参数-峰积分表



参考

- 峰形处理: 自动峰形处理时使用的参数。
- 自动 (面积 / 高度): 为了形成最大峰数, 自动检测面积 / 高度大的峰。
- Detail: 进行以参数为基础的峰形处理。
- Slop: 峰的起点、终点上的倾斜界限。
- Width: 识别噪声和峰的参数, 设定最小峰宽
- Drift: 设定基线变动的参数。(通常 0= 自动判断)
- T.DBL: Slope 和 Width 随时间一起变更的参数 (GC 恒温分析时使用)

6.3 数据处理

- 平滑处理: 从以下两种方法中选择。(不使用时选择无)
- 标准: 平均移动法, 设定高度和次数。
- Savitzky-Golay: Savitzky-Golay 法。设定点数。

3. 选择「定性处理参数」画面的[谱图处理参数]标记。输入参数。

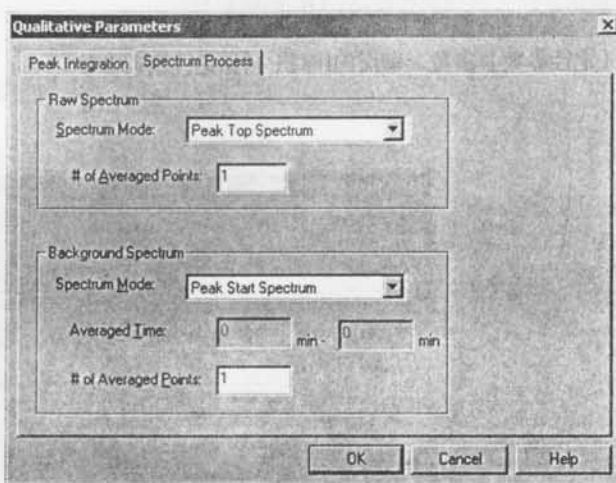


图 6.33 · 定性参数 - 谱图处理表



参考

- 原始质谱: 设定质谱的参数。
- 峰顶质谱: 用以峰顶为中心的[平均点数]设定的点数进行平均。
- 峰起点至终点平均: 峰的起点至终点进行平均。
- 背景质谱: 设定背景参数。
- 峰起点质谱: 选择峰的起点作为背景。
- 平均点 #: 选择峰的终点作为背景。

4. 点击[OK]关闭「定性处理参数」画面, 完成峰处理。结果登入「定性处理表」

5. 点击定性处理辅助栏的[定性处理表]



6. 选择[TIC]标记。换成「TIC表」画面。选择所有行，从菜单的[编辑 (L)]中选择[登入质谱处理表 (R)]。

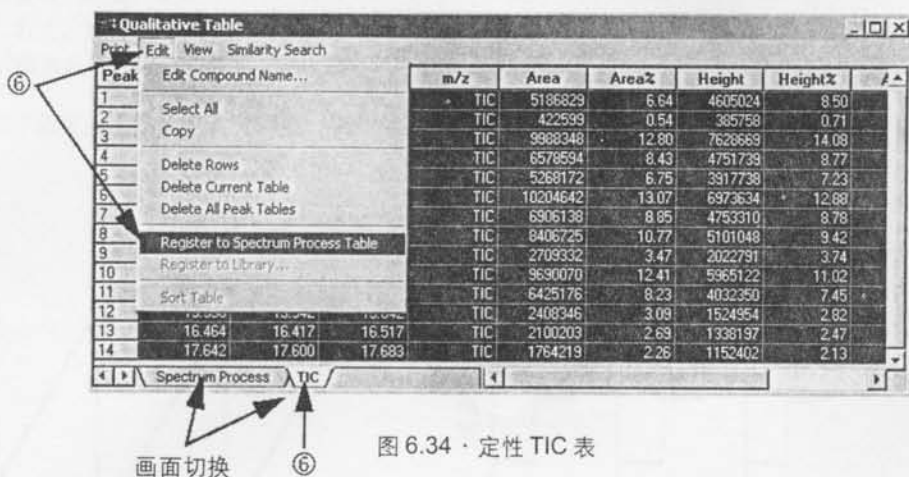


图 6.34 · 定性 TIC 表

7. 点击[质谱处理表]标记，转换成「质谱处理表」画面。

选择菜单的[相似性检索 (S)]中的[所有行的检索 (A)]

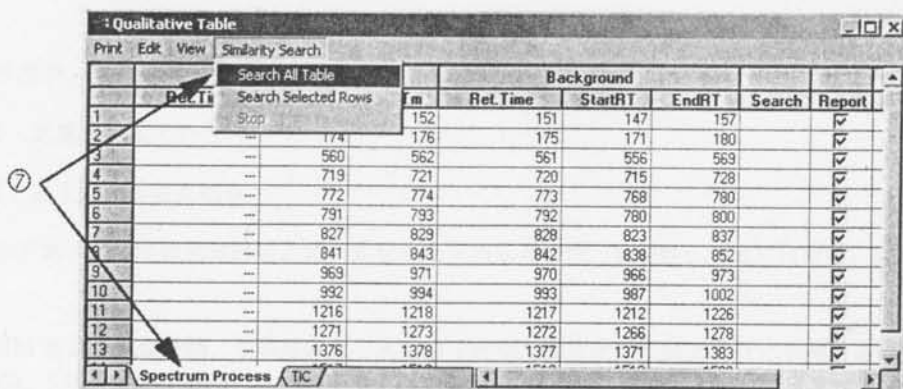


图 6.35 · 定性质谱处理表

8. 保存数据，登记完毕。

登记完成后，生成化合物表。