

气相色谱质谱仪  
GCMS-QP2010 系列  
操作指南  
适用于 GCMSsolution 版本 2.5

使用产品前请仔细阅读本说明书。  
请妥善保管本说明书以备今后参考。

 **SHIMADZU CORPORATION**  
KYOTO JAPAN

ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION

本页空白。

为保证对这个产品的安全使用，请遵守以下几点。

- ◆ 请遵循说明书中规定的步骤。
- ◆ 请遵守注意事项。
- ◆ 未经许可，切勿拆卸或改装本产品。
- ◆ 如需维修，请联系岛津公司技术支持部门。

Microsoft 和 Windows 是 Microsoft Corporation 在美国和其他国家 / 地区的注册商标。本文中提及的其他产品和公司名称是他们各自公司的商标或注册商标。

“Microsoft® Windows®” 缩写为 “Windows”。

<< 注意 >>

- © 2006 岛津公司。保留所有权利，未经岛津公司书面许可，不得以任何形式复制本文档的全部或部分内容。
- 本文档的内容可能会有改变，恕不另行通知，供应商也不承担任何义务。
- 尽管在本文档制作过程中非常小心，但如发现本出版物有任何差错或遗漏，岛津将尽快修正，但不一定在发现后立即修正。请通知我们任何差错或遗漏，在此深表谢意。
- 对于因遵循本文档的指导而造成的故障或伤害，岛津公司概不负责。
- 对于因用户操作使用设备所造成的错误或伤害，岛津公司均不负责。
- 产品在停产后的七 (7) 年之内将仍然提供部件更换服务。此后，可能终止提供此类部件。注意，非岛津公司制造的部件的可用性由相应的制造商决定。
- 由于不可预见的情况，个人计算机硬盘的内容可能会丢失。为了保护重要数据，务必经常备份。

© 2006 岛津公司。保留所有权利。

## 简介

感谢您选购 GCMS-QP2010 系列气相色谱质谱仪。本文档旨在向初次使用的用户讲解基本操作。详细信息（包括有关维护、检查方面的信息），请参阅说明书或本文档附录。

本文档要求用户必须学会使用 Windows。有很多与 Windows 相关的功能和术语，如果需要，请参阅《Windows 用户手册》。没有使用过 Windows 的用户，请在使用本操作手册前仔细阅读《Windows 用户手册》。

# 产品保证

岛津公司对本产品提供了以下保证。

## 详细信息

1. 期限: 如需有关产品保修期限的信息, 请联系岛津公司技术支持部门。
2. 条款: 如果在保修期间由于岛津公司的原因而造成故障, 我们将进行免费维修或更换部件。但是注意, 我们可能不会用型号相同的产品更换计算机及其外围设备和部件等使用寿命比较短的产品。
3. 不在保修范围内的项目: 以下项目即使在保修期内发生, 也不属于保修范围。
  - 1) 不正确使用造成的故障
  - 2) 由非岛津公司或岛津公司指定公司的其他方进行了维修或改装后造成的故障
  - 3) 使用了非岛津公司指定的硬件或软件而造成的故障
  - 4) 计算机病毒造成的设备故障以及数据和软件损坏 (包括操作系统)
  - 5) 断电和瞬时电压下降等电源问题造成的设备故障以及数据和软件损坏 (包括操作系统)
  - 6) 未按照正确的关机步骤给设备断电造成的设备故障以及数据和软件损坏 (包括操作系统)
  - 7) 非设备本身原因造成的故障
  - 8) 在高温、高湿、腐蚀气体或振动等极端环境条件下进行操作而发生的故障
  - 9) 火灾、地震和其他自然灾害、放射性或毒性物质的污染、战争、暴乱、犯罪行为和其他类型的不可抗力因素造成的故障
  - 10) 产品在初始安装后进行了移动或运输发生的故障
  - 11) 消耗性部件或其有关部件发生的故障注意: 软盘和 CD-ROM 等记录介质亦属于消耗性部件。

\* 若能提供产品的保修证或同类文件, 或之前签署了保修协议, 须以该类证书、文件或协议为准。须单独定义具有特别说明的产品的保修期或系统产品的保修期。

## 关于本操作指南

### 符号

本操作指南中使用下面描述的符号。

| 符号   | 含义  |
|------|---|
| ! 警告 | 表示潜在的灾难情况，如果不能避免，可能导致严重的人身伤害甚至死亡。         |
| ! 注意 | 表示潜在的灾难情况，如果不能避免，可能导致轻度至中等程度的人身伤害或设备损坏。   |
| @ 注  | 表示那些确保本产品正确使用的附加信息。                       |
| ^ 参考 | 表示相关信息的位置。                                |
| [ ]  | 表示屏幕上显示的项目，如按钮、菜单项、设置、窗口和图标。比如：单击 [ 确定 ]。 |

## 安全操作注意事项

这些安全操作注意事项包含重要的与安全相关的信息。使用本产品前，必须阅读这些安全操作注意事项，使用过程中，须严格遵守。

### ! 警告

- 对本产品进行内部维修具有潜在的危險性。此类维修须由岛津公司专门培训的专业人员执行。
- 未经许可，切勿拆卸或改装本产品。  
否则，可能导致不安全的事故。
- 使用或操作设备前，须通读说明书，务必遵守所述步骤。  
否则，可能引发潜在的安全问题。

### ■ 安装现场注意事项

#### ! 警告

- 气相色谱质谱仪使用的溶剂可能是可燃性或毒性溶剂。须在通风条件良好的室内安装本产品。  
否则，溶剂蒸发，可能会引发中毒事件或火灾。
- 切勿在含有易燃性气体的环境下使用本产品。  
否则，可能引发火灾。
- 切勿将任何易燃性物质靠近气相质谱仪背后的柱温箱排气装置存放。  
否则，可能引发火灾。
- 安装基面须平整、稳固，并足以承受本产品的重量。  
否则，可能发生设备翻倒或跌落。

#### @ 注

切勿将本产品安装于含有大量腐蚀性气体或灰尘的区域内。否则，设备的性能会受到不良的影响，使用寿命会缩短。

## ■ 高压气注意事项

### ! 警告

- 高压气气瓶用于供应载气。严格遵守气瓶供应商提供的说明书，小心地操作气瓶。  
否则，可能引发中毒事件或火灾。
    - 气瓶须置于通风条件良好且不受太阳光直射的露天区域内，使用管线把气体传输到室内。关于液化气体的使用，必需严格遵守相关法律。
    - 确保气瓶温度不超过 40 °C、气瓶周围 2 m 范围内无明火。
    - 确保安装地点通风条件良好，作为年检程序的一部分，使用肥皂水检查气体泄漏。使用易燃性气体（如乙炔、氢）或可燃性气体（如氧气、一氧化二氮）时，禁止在仪器安装地点周围 5 米区域内吸烟或使用明火。始终确保在附近提供常备灭火器。
    - 用绳或其他方式固定气瓶，防止滑落。
    - 务必使用无油减压阀。此外，切勿使用与气体接触的内表面有油迹的管线。
    - 用气后，请立即关闭主阀。
    - 每隔 3 个月，至少对压力计进行一次检查，以确定其是否能正常工作。
    - 免费提供提示氢气使用的警告标志（胶接铝牌）。如有特殊需要，请联系岛津公司技术支持部门。
- 经法律授准，方可使用 300 m<sup>3</sup> 或更大容量的气瓶。  
详细信息，请查阅高压气控制法、液化石油气安全规则、高压气安全通则及消防安全法。

## ■ 操作注意事项

### ! 警告

- 处理溶剂或向气相色谱质谱仪注入样品时，须佩戴护目镜。  
如果溶剂溅入眼睛，可能会造成眼睛失明。如果溶剂溅入眼睛，请立即用大量清水冲洗，并寻求医护治疗。
- 切勿将溶剂置于计算机、打印机或其他办公设备周围。  
否则，可能引发火灾或设备损毁。
- 设备周围不得使用易燃性喷剂（如发胶、杀虫剂）。  
否则，可能引发火灾。

## 应急处理

一旦出现紧急情况，如气相色谱质谱仪出现故障，请采用以下措施应急。  
恢复操作前，务必注意，如果需要，请联系岛津公司技术支持部门。

### ■ 紧急关机步骤

- 1 关闭气相色谱质谱仪。
- 2 关闭所有附件。
- 3 关闭载气、氢气和空气的供气管线的主阀。
- 4 断开电源。
  - ◆ 如果电源线接有开关，关闭开关。
  - ◆ 如果电源线连接到电源插座，拔下电源线插头。

本页空白。

# 内容

## 1 GCMSsolution 整体配置

---

|       |                   |   |
|-------|-------------------|---|
| 1.1   | 应用程序 .....        | 1 |
| 1.2   | 查看帮助 .....        | 1 |
| 1.2.1 | 在助手栏中显示帮助 .....   | 1 |
| 1.2.2 | 在菜单栏中显示帮助 .....   | 2 |
| 1.2.3 | 使用 F1 键显示帮助 ..... | 2 |

## 2 启动 GC/MS

---

|       |                  |    |
|-------|------------------|----|
| 2.1   | 打开电源 .....       | 3  |
| 2.2   | 检查消耗品和维修部件 ..... | 4  |
| 2.3   | 系统配置 .....       | 5  |
| 2.3.1 | 设置用于分析的组件 .....  | 5  |
| 2.3.2 | 检查色谱柱信息 .....    | 6  |
| 2.3.3 | 启用用于分析的组件 .....  | 8  |
| 2.4   | 真空系统启动 .....     | 9  |
| 2.5   | 检查泄漏 .....       | 10 |
| 2.6   | 自动调谐 .....       | 12 |
| 2.6.1 | 设置分析条件 .....     | 12 |
| 2.6.2 | 执行自动调谐 .....     | 13 |
| 2.6.3 | 检查自动调谐结果 .....   | 15 |

## 3 创建文件夹

---

|     |                    |    |
|-----|--------------------|----|
| 3.1 | 通过数据管理器创建文件夹 ..... | 17 |
|-----|--------------------|----|

## 4 定性分析

---

|       |                 |    |
|-------|-----------------|----|
| 4.1   | 创建方法文件 .....    | 19 |
| 4.1.1 | 设置自动进样器参数 ..... | 20 |
| 4.1.2 | 设置 GC 参数 .....  | 21 |
| 4.1.3 | 设置 MS 参数 .....  | 22 |
| 4.1.4 | 设置相似度检索参数 ..... | 23 |
| 4.1.5 | 保存方法文件 .....    | 24 |

|       |                  |    |
|-------|------------------|----|
| 4.2   | 重复自动调谐 .....     | 24 |
| 4.3   | 连续分析 .....       | 25 |
| 4.4   | 分析数据 .....       | 28 |
| 4.4.1 | 加载数据文件 .....     | 29 |
| 4.4.2 | 显示质谱图并扣除背景 ..... | 29 |
| 4.4.3 | 注册显示的质谱图 .....   | 31 |

## 5 定量分析

---

|       |                   |    |
|-------|-------------------|----|
| 5.1   | 创建方法文件 .....      | 35 |
| 5.1.1 | 创建组分表 .....       | 35 |
| 5.1.2 | 创建 SIM 表 .....    | 40 |
| 5.2   | 连续分析 .....        | 41 |
| 5.3   | 分析数据 .....        | 46 |
| 5.3.1 | 检查和修正校准曲线 .....   | 46 |
| 5.3.2 | 修正校准曲线后重新定量 ..... | 51 |
| 5.3.3 | 检查和修正定量结果 .....   | 53 |

## 6 关闭 GC/MS

---

|     |              |    |
|-----|--------------|----|
| 6.1 | 关闭真空系统 ..... | 55 |
| 6.2 | 关闭电源 .....   | 56 |

## 附录 A 文件格式

---

## 附录 B 使用数据浏览器

---

## 附录 C 维护

---

|     |                      |    |
|-----|----------------------|----|
| C.1 | 维护 .....             | 61 |
| C.2 | 重设使用频率和使用时间的步骤 ..... | 62 |

## 附录 D 单次分析（手动进样）

---

## 附录 E 显示色谱图

---

|     |                 |    |
|-----|-----------------|----|
| E.1 | 从碎片表显示色谱图 ..... | 67 |
|-----|-----------------|----|

|            |                 |    |
|------------|-----------------|----|
| <b>E.2</b> | 通过质谱显示色谱图 ..... | 68 |
|------------|-----------------|----|

## **附录 F**      **索引检索**

---

## **附录 G**      **打印报告**

---

|            |                            |    |
|------------|----------------------------|----|
| <b>G.1</b> | 打印图像（打印窗口中显示的质谱和色谱图） ..... | 71 |
| <b>G.2</b> | 创建报告 .....                 | 72 |
| G.2.1      | 使用模板 .....                 | 73 |
| G.2.2      | 使用以前创建的报告文件 .....          | 73 |
| G.2.3      | 手动设置报告格式 .....             | 74 |

本页空白。

# 1

# GCMSsolution 整体配置

## 1.1 应用程序

1

GCMSsolution 由下述应用程序组成。

针对特定的目的（如分析或数据处理），选择适用的应用程序。

| 图标   | 名称        | 描述                                |
|--|-----------|-----------------------------------|
| <br>GCMS Real Time Analysis | GCMS 实时分析 | 常用于启动 / 关闭仪器、设置配置和执行分析。           |
| <br>GCMS Analysis Editor   | GCMS 分析编辑 | 常用于在分析过程中脱机创建方法文件和批处理文件。          |
| <br>GCMS Postrun Analysis | GCMS 再解析  | 常用于执行定性和定量处理、打印报告和执行与数据处理相关的其他任务。 |
| <br>GCMS Browser          | GCMS 浏览器  | 常用于分析多重数据文件和打印报告。                 |

## 1.2 查看帮助

如果不知道如何执行某项步骤，请参阅如下所述的步骤的使用帮助。

### 1.2.1 在助手栏中显示帮助

1 在某一窗口的助手栏中，单击 [Guide] 图标，显示该窗口的详细说明。



## 1.2.2 在菜单栏中显示帮助

- 1 在某个窗口的菜单栏中，单击 [ 帮助 ] 菜单中的 [ 目录 ]，显示 [ GCMS Help Window ] 窗口。



### 在 [ 目录 ] 标签中检索

- 1 双击适用的主题。

### 在 [ 索引 ] 标签中检索

- 1 输入适用的字词。  
与该字词匹配的主题将出现在顶部。
- 2 选择适用主题，单击 [ 显示 ]。  
显示关于该主题的详细信息。

### @ 注

如果存在有关这个字词的多个实例，[ 已找到的主题 ] 窗口就会打开。从所显示的列表中选择适用主题，单击 [ 显示 ]。

### 在 [ 搜索 ] 标签中检索

- 1 输入适用的字词，单击 [ 搜索 ]。  
显示检索结果。
- 2 选择适用的主题，单击 [ 显示 ]。  
显示关于该主题的详细信息。

## 1.2.3 使用 F1 键显示帮助

- 1 按 [F1] 键。  
显示所打开窗口的帮助。

# 2

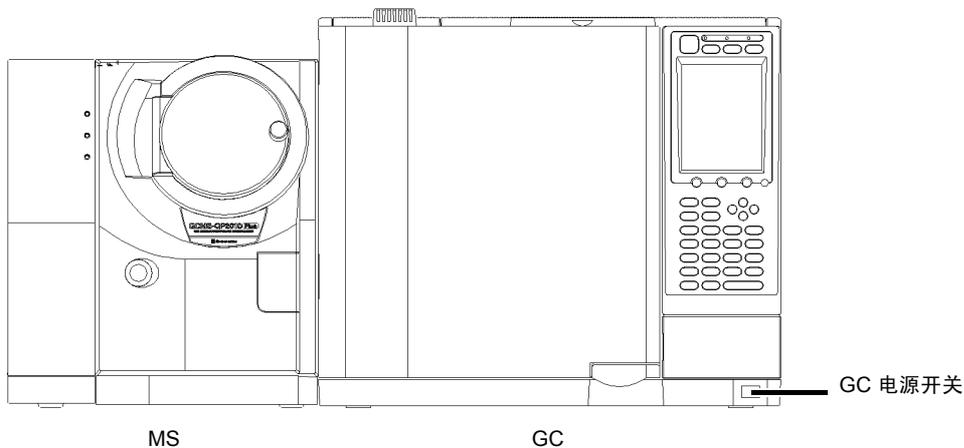
## 启动 GC/MS

### 2.1 打开电源

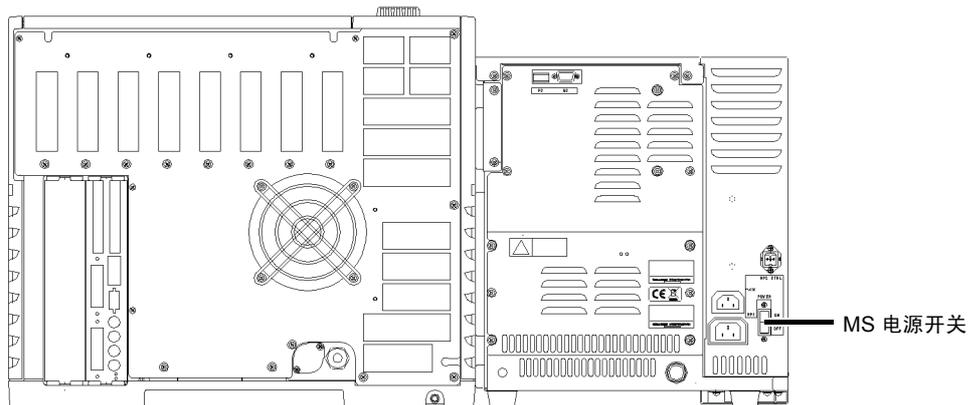
打开 GC/MS 单元和计算机的电源，执行以下步骤启动 GCMSsolution。

2

#### 1 打开 GC 电源。



#### 2 打开 MS 电源。



#### 3 打开计算机、打印机和显示器的电源。

- 4 双击  (GCMS 实时分析) 图标。  
[GCMS 实时分析] 程序启动。

## 5 单击 [确定]。



## 2.2 检查消耗品和维修部件

执行以下步骤，检查 GC/MS 消耗品的状态。

- 1 把光标移至显示器上某个消耗品的图标上，显示该消耗品的当前状态及建议的更换点。当消耗品接近所建议的更换点时，相应图标的背景就会变成黑色，以提醒用户。



### @ 注

更换分析柱时，或某消耗品超出建议的更换点时，参阅第 61 页的“附录 C 维护”进行维护。根据样品情况，适合的更换频率可能高于建议的更换频率。

## 2.3 系统配置

依据以下步骤，检查并设置用于分析的组件。

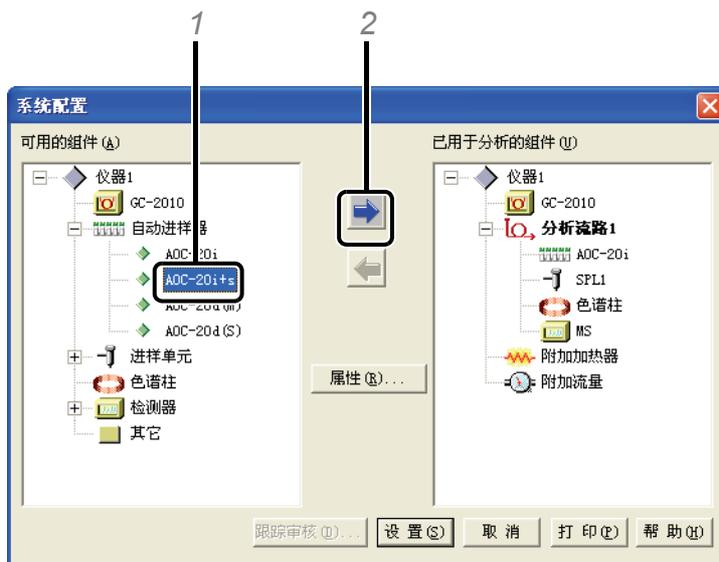
### 2.3.1 设置用于分析的组件

- 1 单击 [ 实时 ] 助手栏中的 [ 系统配置 ] 图标。  
[ 系统配置 ] 窗口打开。



2

- 2 检查设置过的 [ 用于分析的组件 ]。



如果用于分析的组件没有设置，则须：

- 1 在 [ 可用的组件 ] 中选择要使用的组件。
- 2 单击 ，在 [ 已用于分析的组件 ] 中注册该组件。

## 2.3.2 检查色谱柱信息

如果连接到仪器的色谱柱的信息与所设置的色谱柱信息不一致，分析结果可能会受负面影响。连接到另外一个柱时，务必更改此设置。

- 1 双击 [用于分析的模块] 中的  (色谱柱) 图标。  
[分析流路 # 组件] 窗口打开。

如果 [已登记的色谱柱] 中没有显示要使用的柱，则：

- 1 在 [已登记的色谱柱] 表中单击要使用的柱的名称。



- 2 单击 [选择]。  
[已登记的色谱柱] 下显示柱信息。

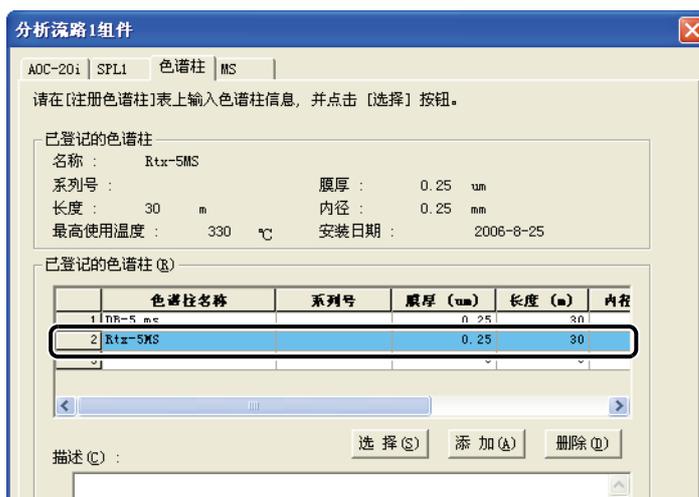


如果要使用的柱没有登记，则须：

- 1 单击 [ 添加 ]。  
添加一行。



- 2 输入色谱柱信息。

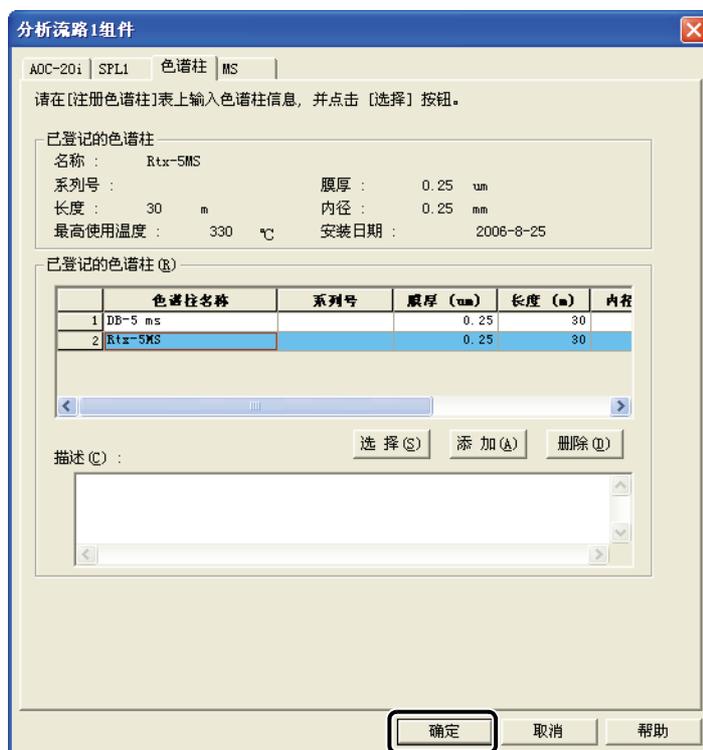


**@ 注**

“最高使用温度”通常作为分析的上限。

2

- 2** 单击 [ 确定 ]。  
返回 [ 系统配置 ] 窗口。



### 2.3.3 启用用于分析的组件

- 1** 单击 [ 设置 ]。  
系统配置信息被传输到仪器中。



## 2.4 真空系统启动

- 1** 单击 [ 实时 ] 助手栏中的 [ 真空控制 ] 图标。  
[ 真空控制 ] 窗口打开。



2

- 2** 单击 [ 自动启动 ]。  
真空系统启动。



- 3** 显示 [ 完成 ] 时，单击 [ 关闭 ]。



## 2.5 检查泄漏

**1** 启动真空系统后，等待 10 分钟。

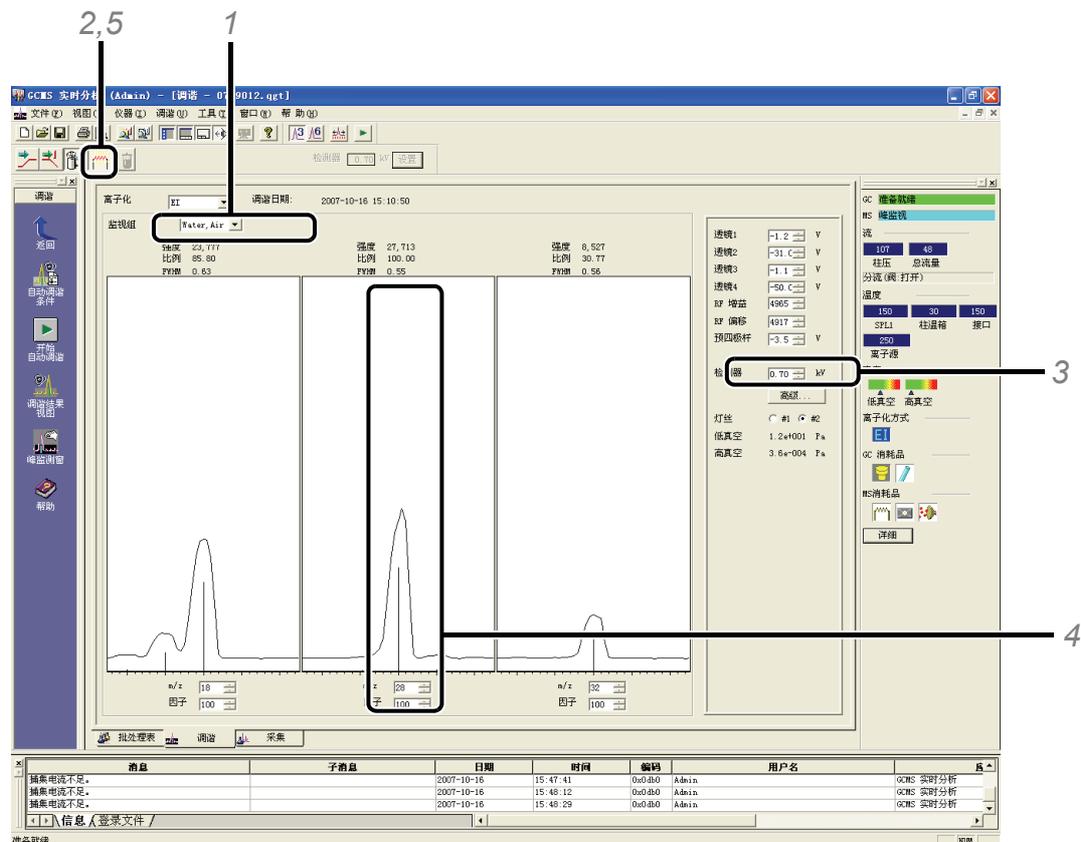
**2** 单击 [实时] 助手栏中的 [调谐] 图标。  
[调谐] 窗口打开。



**3** 单击 [调谐] 助手栏中的 [峰监测图] 图标。  
[峰监测] 窗口打开。



## 4 检查泄漏。



1 在 [ 监测组 ] 列表中，单击 [ 水、空气 ]。

2 单击  (灯丝开 / 关)，打开灯丝。

3 增加检测器电压，使  $m/z$  18 (水) 的峰高到显示窗口的 1/2 处。

4 比较  $m/z$  18 (水) 的峰高与  $m/z$  28 (氮气) 的峰高。

检查  $m/z$  28 (氮气) 的峰高是否为  $m/z$  18 (水) 的峰高的两倍以下。

### @ 注

如果  $m/z$  28 (氮气) 的峰高是  $m/z$  18 (水) 的峰高的两倍以上，就有可能发生空气泄漏。使用石油醚查找气体泄漏的位置。

### ^ 参考

关于如何使用石油醚查找气体泄漏的位置的详细信息，请查阅《系统用户指南》。

5 单击  (灯丝开 / 关)，关闭灯丝。

## 5 关闭 [ 调谐 ] 窗口。

显示消息 [ 是否保存当前的调谐文件? ]。单击 [ 否 ]。

## 2.6 自动调谐

启动仪器后，等待大约 2 小时（定性分析）或 4 小时（定量分析），然后，按以下步骤执行自动调谐。

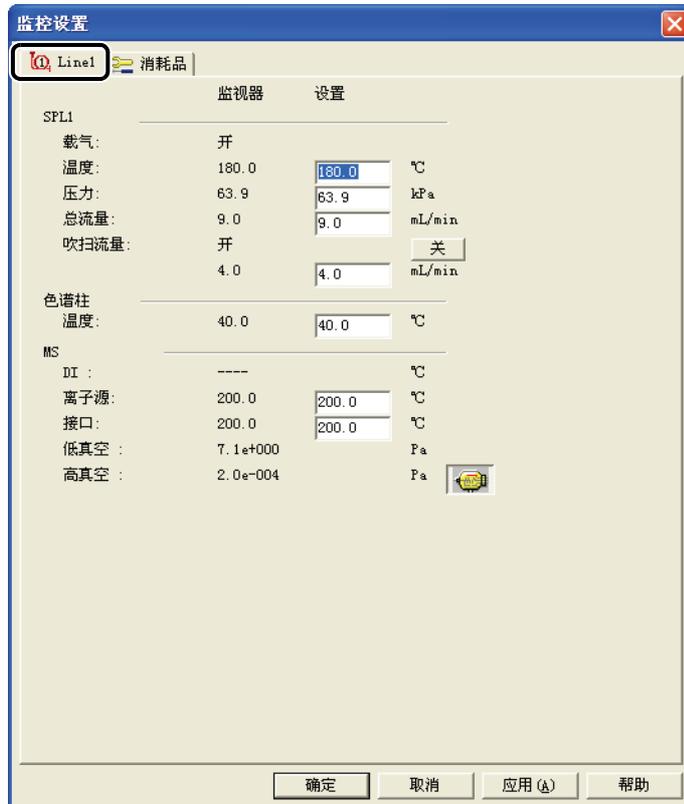
### 2.6.1 设置分析条件

若尚未创建任何分析条件，请从第 13 页的“2.6.2 执行自动调谐”开始。

- 1 在 [GCMS 实时分析] 窗口中，单击仪器监视器中的 [详细]。  
[监视器设置] 窗口打开。



- 2 单击 [Line 1] 标签，输入分析条件参数。



### 3 单击 [确定]。

将设置参数传输到仪器中。当这些参数值与设置相同时，显示 [GC: 准备就绪] 和 [MS: 准备就绪]。



2

## 2.6.2 执行自动调谐

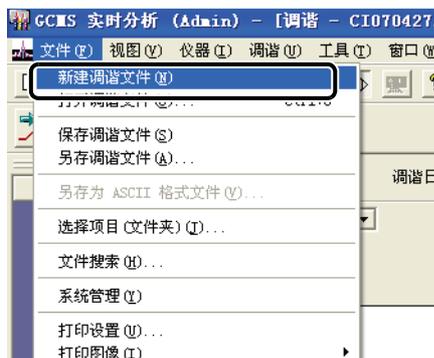
### 1 单击 [实时] 助手栏中的 [调谐] 图标。 [调谐] 窗口打开。



### 2 单击 [调谐] 助手栏中的 [峰监测视图] 图标。 [峰监测] 窗口打开。



### 3 单击 [文件] 菜单中的 [新建调谐文件]。



## 4 选择要使用的灯丝。



## 5 单击 [ 调谐 ] 助手栏中的 [ 启动自动调谐 ] 图标。

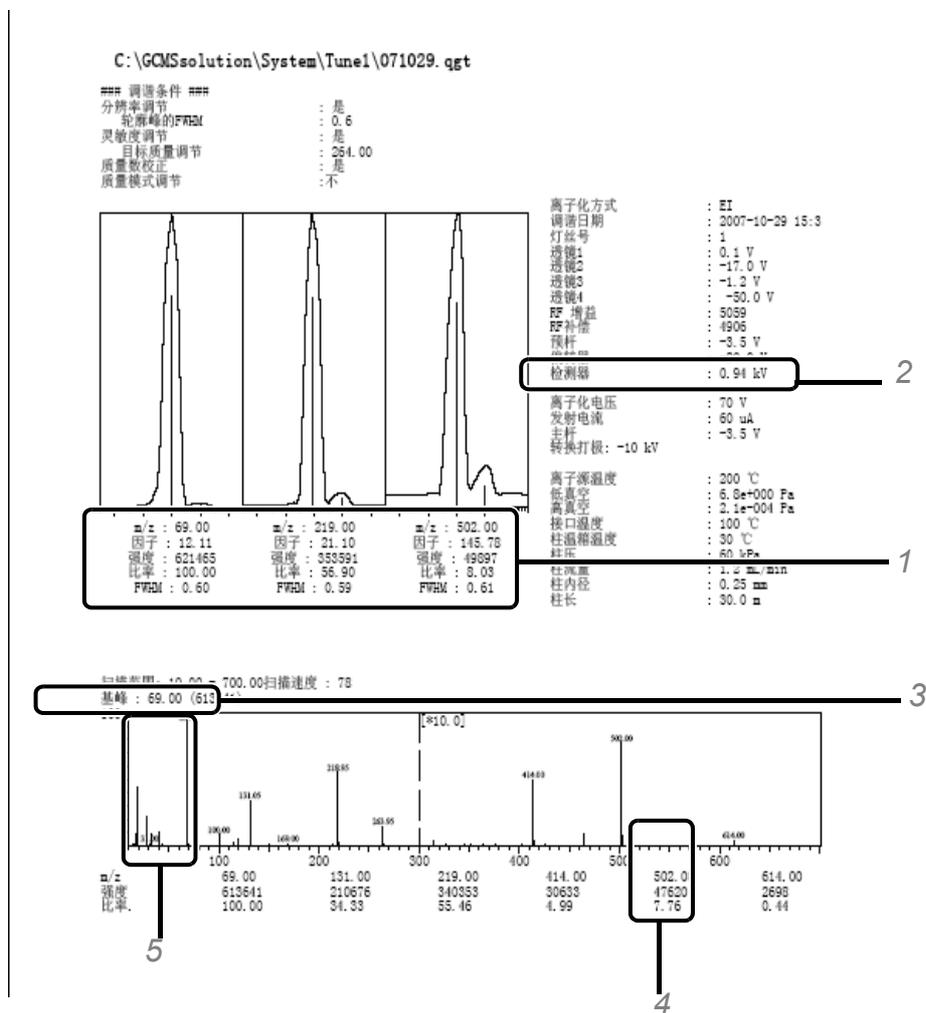


## 6 输入一个文件名，单击 [ 保存 ]，启动自动调谐。 自动调谐完成时，打印一份报告。

## 7 关闭 [ 调谐 ] 窗口。 显示消息 [ 是否保存当前的调谐文件? ]。单击 [ 是 ]。

## 2.6.3 检查自动调谐结果

## 1 检查自动调谐结果。



- 1 检查 FWHM（半高峰宽）值是否在 0.5 到 0.7 之间。
- 2 检查检测器电压是否超过 2 kV。
- 3 检查基峰值是 18 还是 69。
- 4 检查 m/z 502 的相对强度比率是否至少为 2%（对于单 TMP 模式：1%）。
- 5 检查 m/z 69 的峰强度是否至少是 m/z 28 的峰强度的两倍。

## ① 注

如果通过上述各项检查发现异常，离子源前门或柱连接区域发生空气泄漏，离子源受到污染，或柱安装不当，这样，就必须执行适当的维护。如果检测器电压在维护后仍然高于 2.0 kV，就必须更换检测器。

本页空白。

# 3

## 创建文件夹

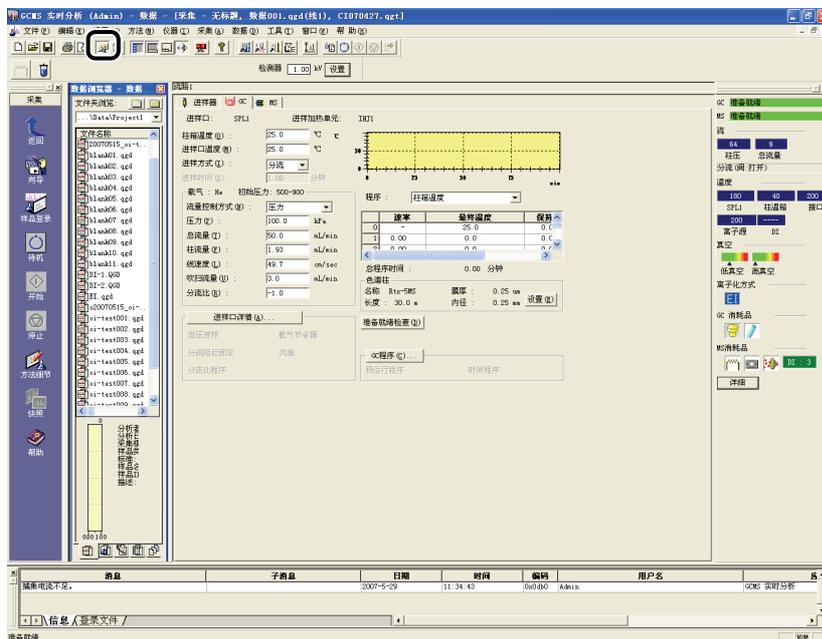
3

### 3.1 通过数据管理器创建文件夹

- 1 单击 [实时] 助手栏中的 [数据采集] 图标。  
[数据采集] 窗口打开。



- 2 单击工具栏中的  (数据管理器)，显示数据管理器。



- 3 单击  (方案 (文件夹) 选择)。  
[方案 (文件夹) 选择] 窗口打开。

- 4** 在 C 驱动器的“数据管理器”中选择 GCMSsolution 文件夹，单击 [新建文件夹]。  
[创建新文件夹] 窗口打开。



- 5** 输入文件夹名称，单击 [确定]。  
在 C 驱动器的 GCMSsolution 文件夹中，创建新文件夹并返回 [项目 (文件夹) 选择] 窗口。



- 6** 单击 [关闭]。

**@ 注**  
始终显示数据管理器。

# 4

# 定性分析

## 4.1 创建方法文件

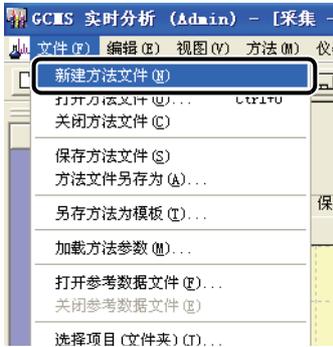
依据以下步骤，设置仪器（如自动进样器、GC、MS）参数和谱库检索参数。  
以下描述中没有涉及的参数，使用缺省值。

- 1 单击 [实时] 助手栏中的 [数据采集] 图标。  
[采集] 窗口打开。



4

- 2 单击 [文件] 菜单中的 [新建方法文件]。

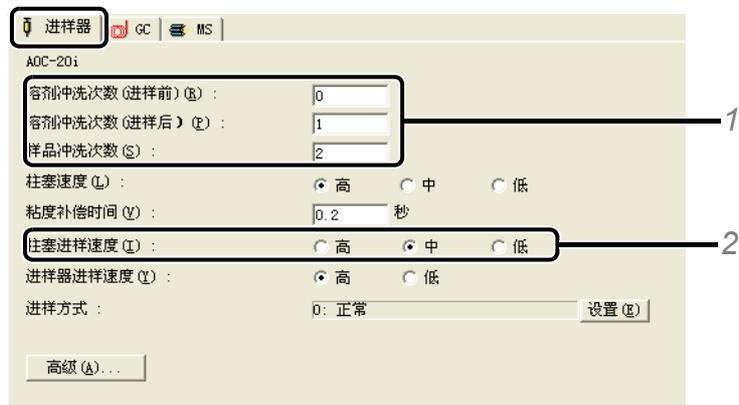


- 3 单击 [采集] 助手栏中的 [方法细节] 图标。  
[仪器参数] 窗口打开。



## 4.1.1 设置自动进样器参数

**1** 单击 [ 进样器 ] 标签，设置分析条件。

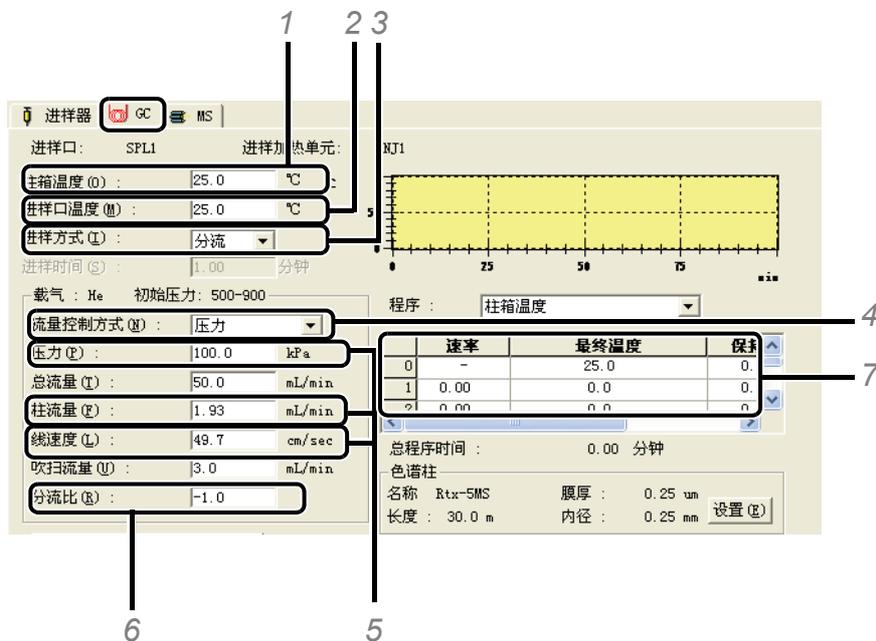


**1** 输入适于样品状态的清洗次数。

**2** 单击 [ 活塞速度 (注射) ] 中的 [ 高速 ]。

## 4.1.2 设置 GC 参数

1 单击 [GC] 标签，设置分析条件。



- 1 输入柱温箱的初始温度。
- 2 依据目标组分的沸点，输入进样口温度。
- 3 选择 [分流] 或 [不分流]。

### @ 注

设置进样模式

- 分流： 如果注入的样品体积大，选择这个模式（注入的样品体积：10 到 100 ng 或更多）。
- 不分流： 如果注入的样品体积小，选择这个模式（注入的样品体积：小于 10 ng）。

- 4 选择 [压力] 或 [线速度]。
- 5 参照下面的“载气的典型压力设置”，输入压力。同时，设置线速度。

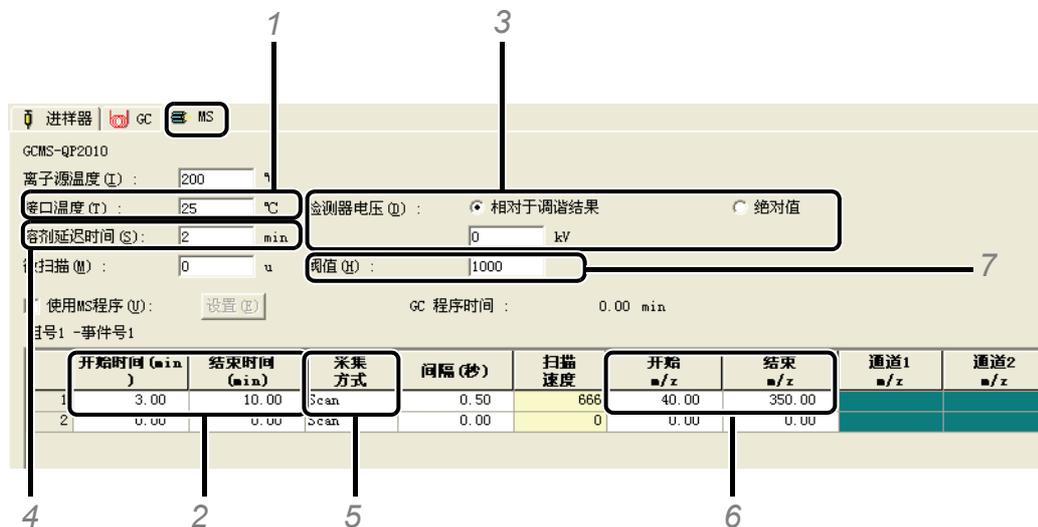
载气的典型压力设置

| 小口径毛细管柱<br>(I.D. 0.25 mm) |               | 大口径毛细管柱<br>(I.D. 0.32 mm) |              |
|---------------------------|---------------|---------------------------|--------------|
| 30 m                      | 60 m          | 30 m                      | 60 m         |
| 75 到 150 kPa              | 100 到 250 kPa | 30 到 50 kPa               | 50 到 100 kPa |

- 6 如果选择“分流”作为进样模式，输入分流比。如果选择“不分流”，输入“-1.0”。
- 7 设置分离目标组分的适用条件。

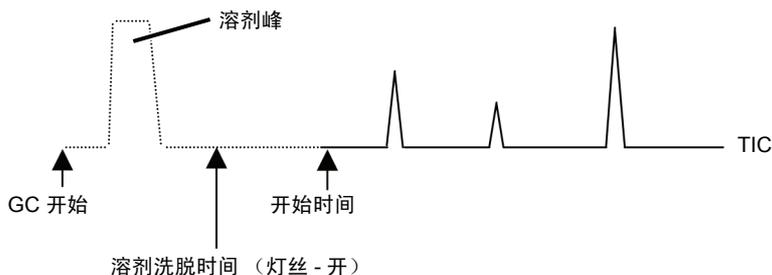
## 4.1.3 设置 MS 参数

1 单击 [MS] 标签，设置分析条件。



- 1 输入 [接口温度]。
- 2 输入测定目标组分的 [开始时间] 和 [结束时间]。  
首先，输入“0”至 GC 程序时间，然后执行一次分析，更改开始时间，取值应比溶剂峰中止显现的时间大（不小于）大概 0.5 分钟。
- 3 单击 [相对于调谐结果]。  
如果峰强度小，须输入一个介于 +0.1 到 +0.3 之间的取值。
- 4 步骤 2 中设置的开始时间减去 0.5，输入获得的值。

开始时间与溶剂脱出时间之间的关系



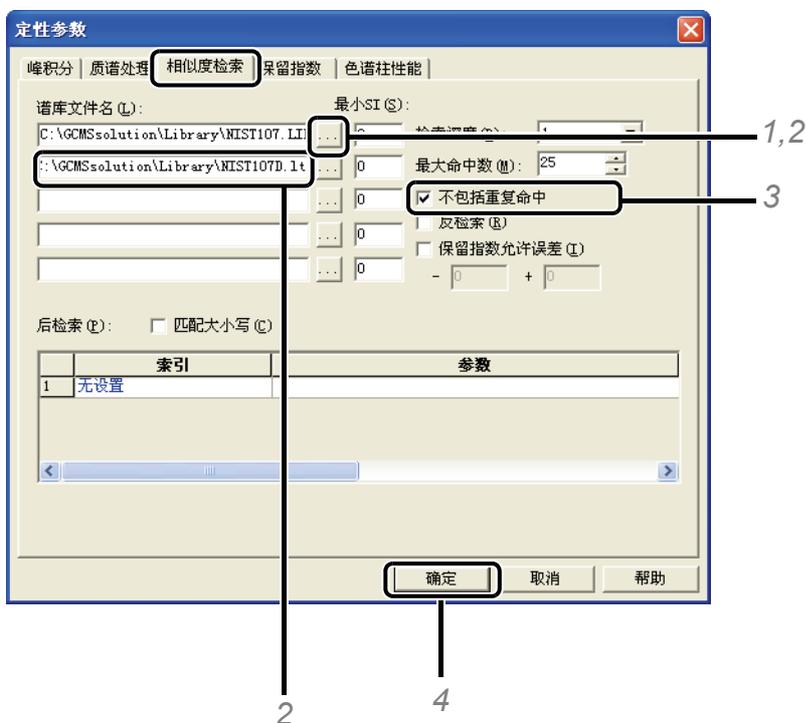
- 5 选择 [Scan]。
- 6 输入离子的质量范围，该质量范围以目标组分的分子量和误差幅度为基础。
- 7 输入“0”。

## 4.1.4 设置相似度检索参数

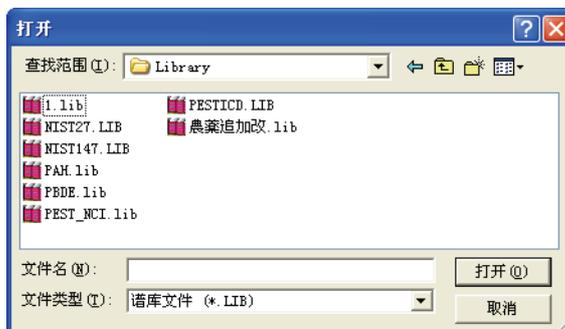
1 单击 [方法] 菜单中的 [定性参数]。



2 单击 [相似度检索] 标签，设置检索条件。



1 单击 [打开文件] 窗口打开。



- 2 打开本地磁盘 C 中 GCMSsolution 中的谱库文件夹，然后打开要使用的谱库。要删除库，选择谱库文件名，拖动谱库文件，按 [DELETE] 键。
- 3 选择 [不包括重复命中]。
- 4 设置完毕后，单击 [完成]，返回原始窗口。

## 4.1.5 保存方法文件

1 单击 [文件] 菜单中的 [方法另存为]。



2 打开已创建的文件夹。



3 输入文件名并单击 [保存]。



## 4.2 重复自动调谐

如果没有依据分析条件执行自动调谐，就须执行第 12 页的“2.6 自动调谐”中所规定的步骤。

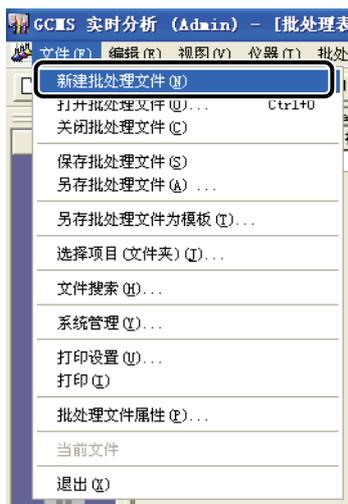
## 4.3 连续分析

创建批处理表，按以下步骤执行连续分析。

- 1 单击 [ 实时 ] 助手栏中的 [ 批处理 ] 图标。  
[ 批处理表 ] 窗口打开。



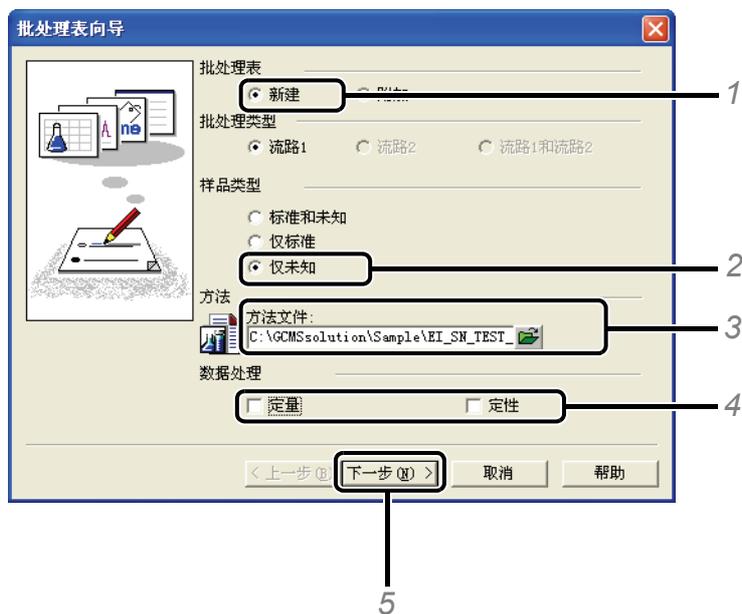
- 2 单击 [ 文件 ] 菜单中的 [ 新建批处理文件 ]。



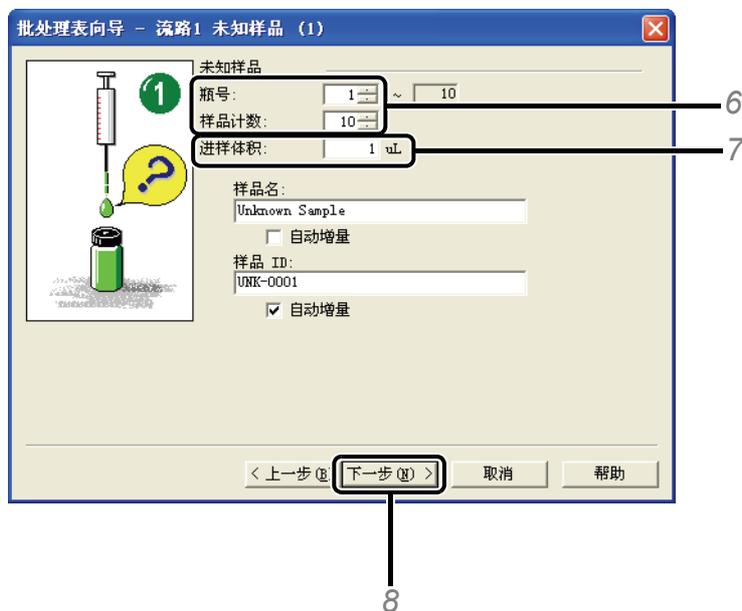
- 3 单击 [ 批处理 ] 助手栏中的 [ 向导 ] 图标。  
[ 批处理表向导 ] 窗口打开。



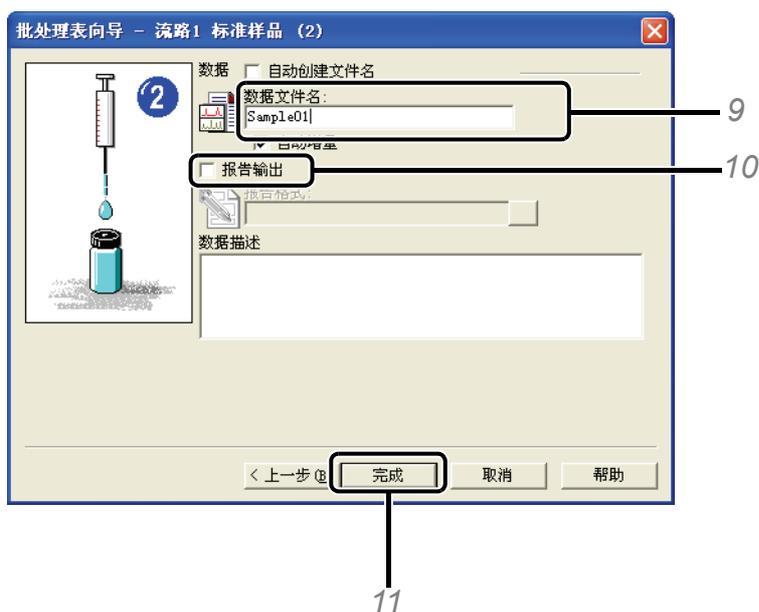
## 4 通过批处理表向导，进行合适的设置，创建批处理表。



- 1 单击 [ 新建 ]。
- 2 单击 [ 仅未知样品 ]。
- 3 单击 ，并指定要使用的方法文件。
- 4 取消选中两个 [ 数据处理 ] 项目。
- 5 单击 [ 下一步 ]。



- 6 输入 [ 瓶号 ] 和 [ 样品计数 ]。
- 7 输入 [ 进样体积 ]。
- 8 单击 [ 下一步 ]。



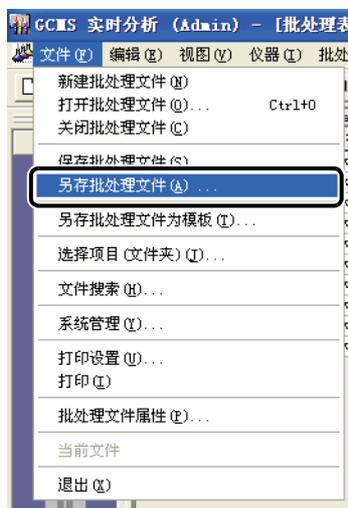
- 9 输入 [ 数据文件名 ]。  
如果文件名的结尾是一个数字，则文件按顺序命名。
- 10 取消选中 [ 报告输出 ]。
- 11 单击 [ 完成 ]。显示批处理表。

## 5 如有必要，更正批处理表的内容。

文件夹: C:\GCMSsolution\Data\Project1

|    | 样品瓶号 | 样品名称           | 样品 ID    | 样品类型  | 分析类型 | 方法文件        | 数据文件        | 级别号 | 进样时间 |
|----|------|----------------|----------|-------|------|-------------|-------------|-----|------|
| 1  | 1    | Unknown Sample | UNK-0001 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample01.qgd | 1   |      |
| 2  | 2    | Unknown Sample | UNK-0002 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample02.qgd | 1   |      |
| 3  | 3    | Unknown Sample | UNK-0003 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample03.qgd | 1   |      |
| 4  | 4    | Unknown Sample | UNK-0004 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample04.qgd | 1   |      |
| 5  | 5    | Unknown Sample | UNK-0005 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample05.qgd | 1   |      |
| 6  | 6    | Unknown Sample | UNK-0006 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample06.qgd | 1   |      |
| 7  | 7    | Unknown Sample | UNK-0007 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample07.qgd | 1   |      |
| 8  | 8    | Unknown Sample | UNK-0008 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample08.qgd | 1   |      |
| 9  | 9    | Unknown Sample | UNK-0009 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample09.qgd | 1   |      |
| 10 | 10   | Unknown Sample | UNK-0010 | 0:未知物 |      | ST_Plus.qgm | ample10.qgd | 1   |      |

## 6 单击 [ 文件 ] 菜单中的 [ 另存批处理文件 ]。



- 7 在保存方法文件的位置打开文件夹，输入文件名并保存文件。
- 8 把样品置入自动进样器。
- 9 单击 [批处理] 助手栏中的 [开始] 图标，执行批处理。



### @ 注

要停止批处理，单击 [批处理] 助手栏中的 [批处理] 助手栏中的



(停止) 图标。

## 4.4 分析数据

按以下步骤，处理扫描模式下测量到的数据（例如，显示质谱图和执行谱库检索）。

- 1 双击  (GCMS 再解析) 图标。  
[GCMS 再解析] 窗口打开。

- 2 单击 [再解析] 助手栏中的 [定性] 图标。

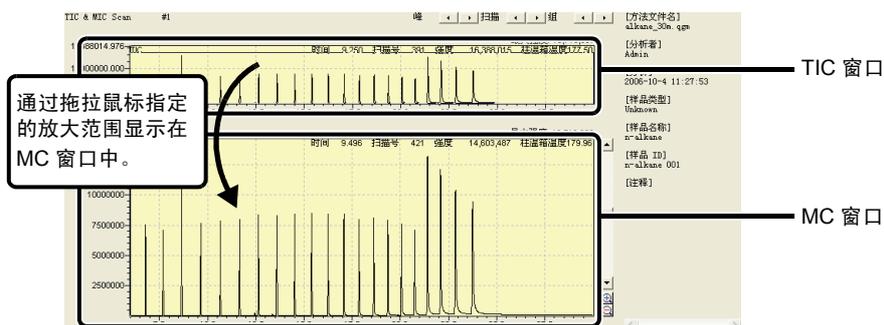


### 4.4.1 加载数据文件

- 1 参阅 第 59 页的“附录 B 使用数据浏览器”，双击要分析的数据文件。  
要分析的数据文件打开。

### 4.4.2 显示质谱图并扣除背景

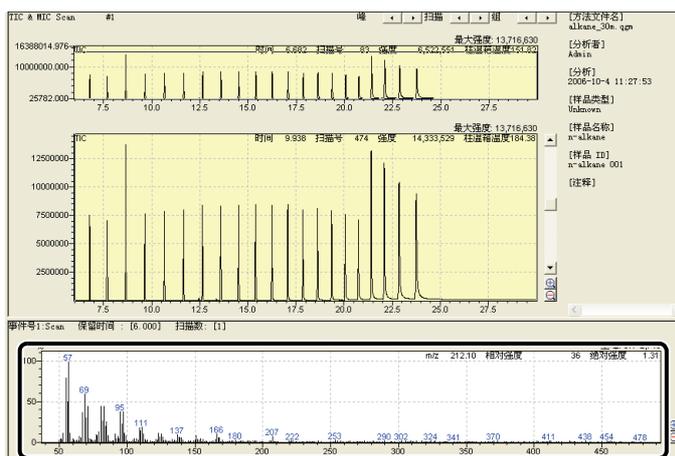
- 1 通过拖拉鼠标指定色谱图中要放大的范围。  
拖拉鼠标，显示峰顶点和基线。



#### @ 注

要重做放大，用鼠标右键单击 MC 窗口，在所显示的菜单中单击 [ 撤消缩放 ]。

- 2 移动鼠标至峰顶点并双击。  
显示峰顶点的质谱图。



如果显示的是峰顶点以外的位置，单击 **扫描** ，调整位置。



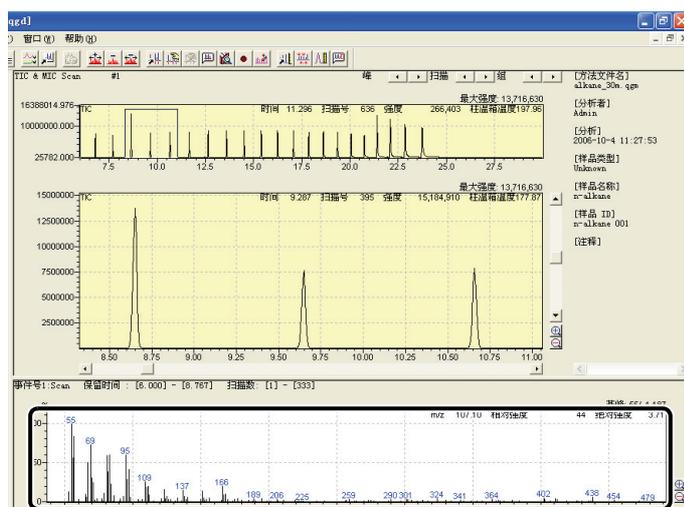
### @ 注

如果质谱图中显示的是红峰，说明超出了刻度。单击 **扫描** ，选择没有红峰的质谱图。

**3** 单击工具栏中的  (谱图差减)，把鼠标移入 MC 窗口。显示一栏。

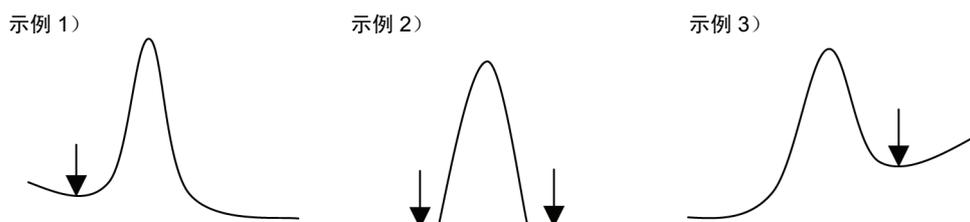


**4** 在背景处理位置处双击。显示减去背景的质谱。



### @ 注

以下类型的峰，处理用箭头所指的部分作为背景可得到清晰质谱图。

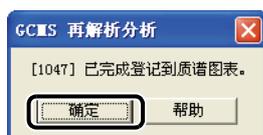


### 4.4.3 注册显示的质谱图

- 1 单击工具栏中的 （注册质谱图表）。  
在质谱图处理表中注册显示的质谱图。



- 2 单击 [确定]。



- 3 按第 29 页的“4.4.2 显示质谱图并扣除背景”中规定的步骤，注册其他全部目标化合物。

- 4 单击 [定性] 助手栏中的 [定性表] 图标。  
[定性表] 窗口打开。



- 5 单击 （最大化）。

|    | 质谱  |      |      | 背景   |      |      | 检索 | 报告                                  |
|----|-----|------|------|------|------|------|----|-------------------------------------|
|    | 扫描数 | 开始点  | 结束点  | 扫描数  | 开始点  | 结束点  |    |                                     |
| 1  | --- | 88   | 90   | 89   | 82   | 108  |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 2  | --- | 782  | 784  | 783  | 775  | 795  |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 3  | --- | 1048 | 1050 | 1049 | 1039 | 1068 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 4  | --- | 1137 | 1139 | 1138 | 1130 | 1184 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 5  | --- | 1187 | 1189 | 1188 | 1159 | 1181 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 6  | --- | 1231 | 1233 | 1232 | 1223 | 1251 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 7  | --- | 1253 | 1255 | 1254 | 1245 | 1287 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 8  | --- | 1466 | 1468 | 1467 | 1458 | 1478 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 9  | --- | 1507 | 1509 | 1508 | 1494 | 1558 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 10 | --- | 1878 | 1880 | 1879 | 1870 | 1897 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 11 | --- | 1968 | 1970 | 1969 | 1962 | 1977 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 12 | --- | 2146 | 2148 | 2147 | 2138 | 2158 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 13 | --- | 2381 | 2383 | 2382 | 2374 | 2390 |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 14 | 1   | ---  | ---  | ---  | ---  | ---  |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 15 | 1   | ---  | ---  | ---  | ---  | ---  |    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| 16 | 1   | ---  | ---  | ---  | ---  | ---  |    | <input checked="" type="checkbox"/> |

## 6 单击 [ 相似度检索 ] 菜单上的 [ 检索全部表格 ]。



[ 检索 ] 栏中显示 [ 完成 ]。

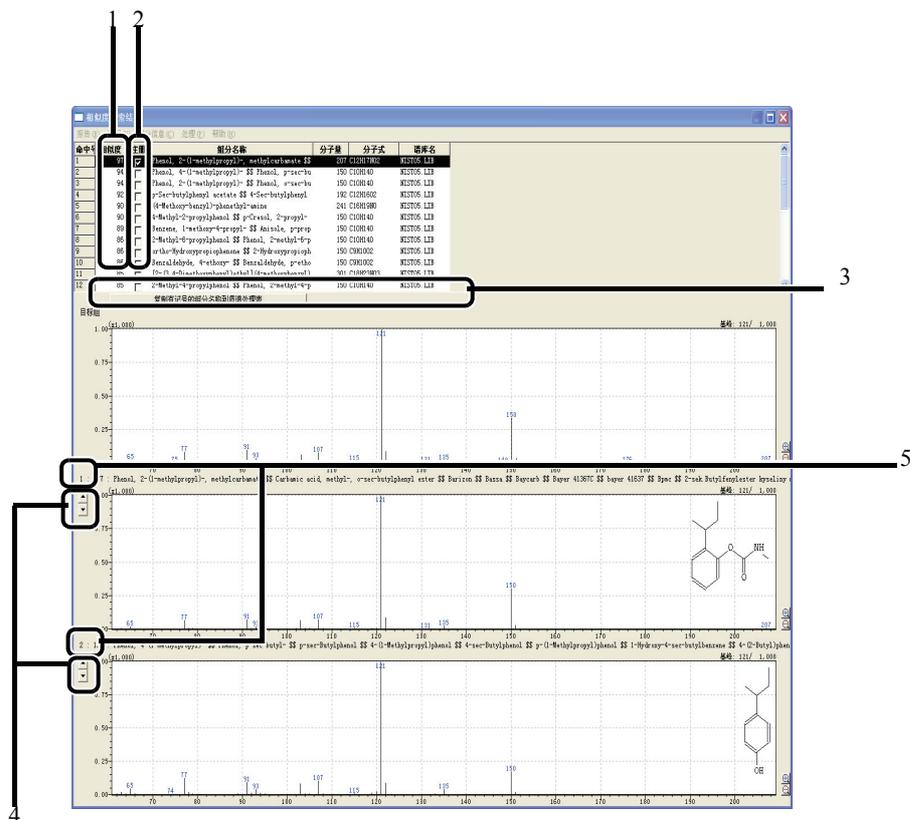
|   | 质谱  |      |      | 背景   |      |      | 检索 |
|---|-----|------|------|------|------|------|----|
|   | 扫描数 | 开始点  | 结束点  | 扫描数  | 开始点  | 结束点  |    |
| 1 | --- | 138  | 140  | 139  | 132  | 151  | 执行 |
| 2 | --- | 1157 | 1159 | 1158 | 1147 | 1170 | 执行 |
| 3 | --- | 1553 | 1555 | 1554 | 1544 | 1565 | 执行 |
| 4 | --- | 1686 | 1688 | 1687 | 1677 | 1698 | 执行 |
| 5 | --- | 1734 | 1736 | 1735 | 1725 | 1746 | 执行 |
| 6 | --- | 1823 | 1825 | 1824 | 1813 | 1836 | 执行 |
| 7 | --- | 1859 | 1861 | 1860 | 1849 | 1872 | 执行 |
| 8 | --- | 2236 | 2238 | 2237 | 2225 | 2249 | 执行 |
| 9 | --- | 2794 | 2796 | 2795 | 2786 | 2806 | 执行 |

### @ 注

要编辑质谱表，单击适用的行，然后单击 [ 编辑 ] 菜单中的适当项目。

## 7 双击质谱表中的第一行。 [ 相似度检索结果 ] 窗口打开。

8 单击适当的质谱图的左侧的  按钮，检查找到化合物的质谱图。



4

| 编号 | 说明                            |
|----|-------------------------------|
| 1  | 相似度：此值越靠近 100，质谱图的相似度越大。      |
| 2  | 要在质谱表中输入化合物名称，须在复选框中选择对应的化合物。 |
| 3  | 单击选择的化合物，把化合物名称复制到质谱表。        |
| 4  | 在找到的化合物的质谱之间进行切换。             |
| 5  | 已找到的化合物的检索数。                  |

9 检查完质谱之后，关闭 [ 相似度检索结果 ] 窗口。

10 按步骤 7 到 9，检查全部目标化合物的检索结果。

11 关闭 [ 定性表 ] 窗口。

12 单击工具栏中的  (保存)。  
定性表保存在数据文件中。



本页空白。

# 5

## 定量分析

### 5.1 创建方法文件

参阅 第 19 页的 “4 定性分析”，提前在质谱处理表中注册要定量分析的目标化合物的保留时间和质谱。

#### 5.1.1 创建组分表

1 启动 [GCMS 再解析] 程序，并单击 [再解析] 助手栏中的 [创建组分表] 图标。



2 从数据管理器打开保存有目标化合物的质谱处理表的数据文件。

3 单击 [组分表] 助手栏中的 [向导 (新建)] 图标。  
[组分表向导] 窗口打开。



## 4 选择 [使用当前质谱处理表] 并单击 [下一步]。



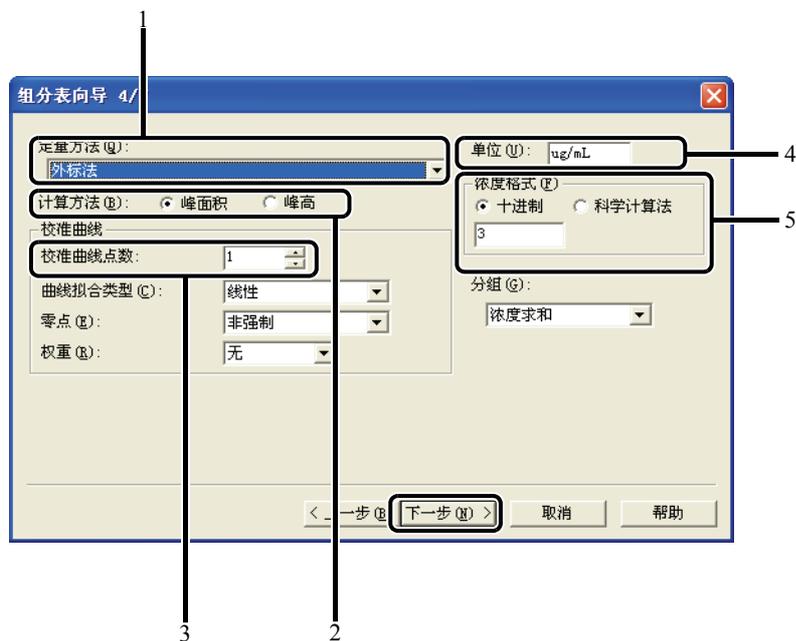
## 5 单击 [下一步]。



## 6 在质谱处理表中选一行，检查每个组分的质谱图，然后单击 [下一步]。



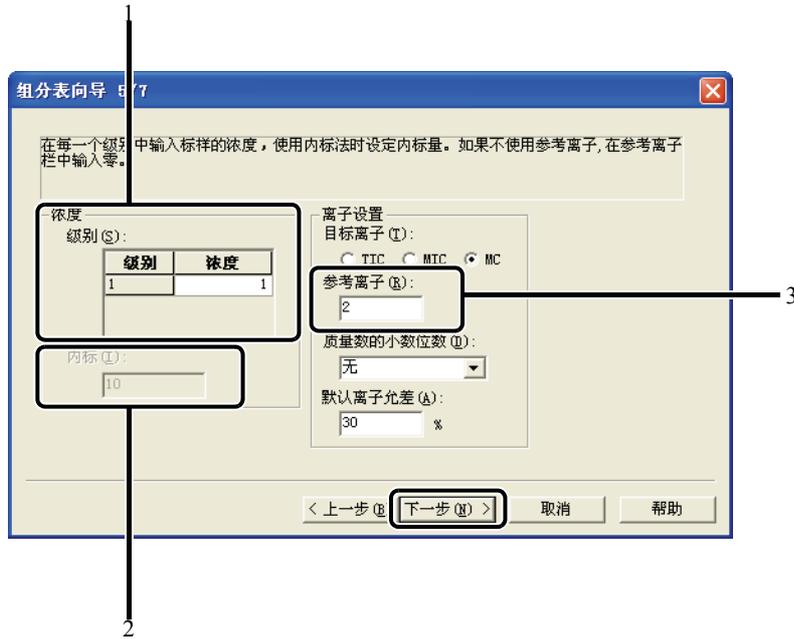
## 7 指定校准曲线的类型、定量方法及其他必需的参数，单击 [ 下一步 ]。



5

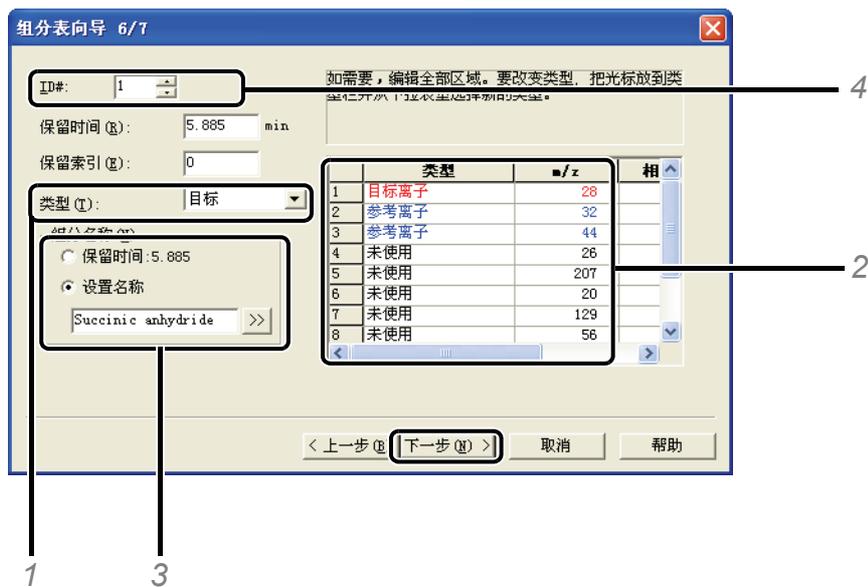
| 编号 | 项目     | 说明   |
|----|--------|--|
| 1  | 定量方法   | <ul style="list-style-type: none"> <li>外标： 通过使用标准样品中目标组分的绝对量（浓度）和它的峰面积或峰高值建立的校准曲线执行定量。</li> <li>内标： 内标被添加到样品，对样品进行分析，然后使用与内标峰相关的相对灵敏度和定量比之间的关系执行定量。</li> </ul> |
| 2  | 计算     | 选择 [ 面积 ] 或 [ 高度 ]。通常选择 [ 面积 ]。  |
| 3  | 校准级别个数 | 输入用于创建校准曲线的浓度级别个数。   |
| 4  | 单位     | 设置用于报告的浓度单位。   |
| 5  | 浓度的格式  | 设置用于表示浓度的有效数字的位数。  |

## 8 进行合适的浓度设置和测量离子设置，单击 [ 下一步 ]。



| 编号 | 项目     | 说明  |
|----|--------|---|
| 1  | 标准     | 设置标准样品的浓度。如果浓度因化合物的不同而有所变化，完成向导步骤之后必须进行必要的修正。 |
| 2  | 内标     | 如果选择内标方法，须输入“1”。                              |
| 3  | 参考离子个数 | 输入用于执行峰识别的参考离子的个数。                            |

## 9 设置每个化合物的类型、化合物名称及离子规格。输入全部化合物的必要信息后，单击 [ 下一步 ]。



- 1 在 [ 类型 ] 列表中选择 [ 目标 ]。  
设置内标时，选择 [ I.S. ]。
- 2 单击类型单元格，选择合适的 [ 目标离子 ]、[ 参考离子 ] 或 [ 未使用 ]。
- 3 自动输入质谱表中注册的名称。如果有空格，输入化合物名称。
- 4 通过修改 ID 号，修改显示的信息。

## 10 单击 [完成]。

创建新的化合物表。如果必要，对化合物表的内容进行校对。

| ID# | 名称              | 保留时间  | 保留指数 | m/z   | 类型 | 处理来自 | 处理到 |
|-----|-----------------|-------|------|-------|----|------|-----|
| 1   | Succinic anhy   | 5.885 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 2   | N-(N-Methyl)    | 6.100 | 0    | 32.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 3   | (3S)-(-)-3-Acet | 6.230 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 4   | D-Homo-24-n     | 6.370 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 5   | Oxime, metho    | 6.775 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 6   | Hydrazine, 2-   | 6.805 | 0    | 32.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 7   | 3-Ethyl-1,3-di  | 6.845 | 0    | 32.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 8   | Iron, tetracarb | 6.890 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 9   | 2,5-Pyrrolidine | 7.035 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 10  | 6-Azaspiro[2.5  | 7.105 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 11  | 2-Heptanol, a   | 7.145 | 0    | 43.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 12  | Decanohydra     | 7.190 | 0    | 32.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 13  | 16-Hexadeca     | 7.240 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 14  | 4-(2-Oxo-oxaz   | 7.265 | 0    | 40.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 15  | 13-Heptadecy    | 7.320 | 0    | 32.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |
| 16  | 16-Hexadeca     | 7.375 | 0    | 28.00 | 目标 | 缺省   | 缺省  |

### @ 注

要校对化合物表，就必须单击表右上角的  编辑，进入编辑模式。编辑完成时，单击

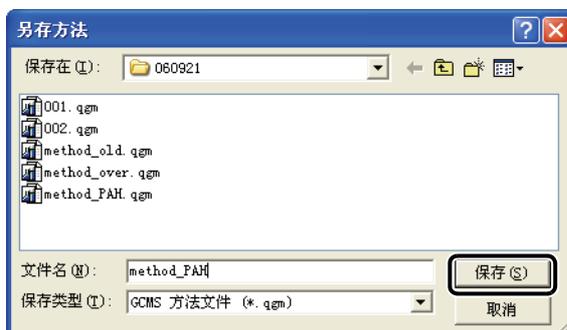
 查看，返回显示模式。

5

## 11 单击 [化合物表] 助手栏中的 [保存化合物表] 图标。



## 12 单击 [保存]。



这样就创建了扫描模式的定量方法。

### @ 注

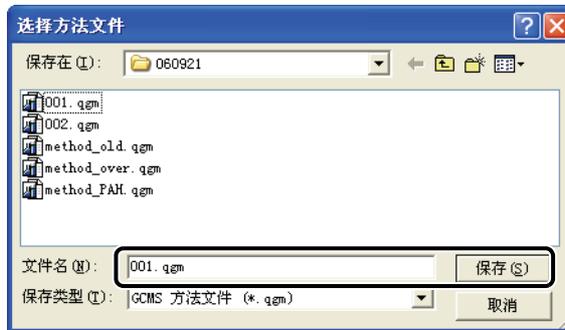
如需要更高的灵敏度，则须设置 SIM 模式的参数。

## 5.1.2 创建 SIM 表

1 单击 [化合物表] 助手栏中的 [创建 SIM 表 [COAST]] 图标。



2 输入文件名并单击 [保存]。



3 最大化 [自动 SIM 表 [COAST] 的创建] 的窗口。

4 选择 [SIM]。

通过调用组分表自动创建SIM表。请选择数据采集方式,按“更新SIM表”按钮。  
SIM: 表格中所有的化合物都用SIM方式采集。  
FAST: 表格中只有选中的化合物才同时进行Scan和SIM采集,没有选中的化合物只用Scan方式采集。

| 名称 | 保留时间            | m/z    | 参考离子   | 组分表 |
|----|-----------------|--------|--------|-----|
| 1  | Dichlorvos      | 6.250  | 195.00 | 1   |
| 2  | Fenobucarb      | 9.687  | 150.00 | 1   |
| 3  | Simazine        | 10.982 | 201.00 | 1   |
| 4  | Propoxafer      | 11.453 | 173.00 | 1   |
| 5  | Disinon         | 11.592 | 304.00 | 1   |
| 6  | TFM             | 11.592 | 266.00 | 1   |
| 7  | Iprothionos     | 12.017 | 204.00 | 1   |
| 8  | Fenitrothion    | 13.075 | 277.00 | 1   |
| 9  | Thiobencarb     | 13.287 | 100.00 | 1   |
| 10 | Isoprotichloraz | 15.133 | 290.00 | 1   |
| 11 | Isosathion      | 15.592 | 313.00 | 1   |
| 12 | CRF             | 16.487 | 317.00 | 1   |
| 13 | EPF             | 17.042 | 157.00 | 1   |

| 开始时间 | 结束时间 (min) | 通道1-m/z | 通道2-m/z | 通道3-m/z | 通道4-m/z | 通道5-m/z | 通道6-m/z | 通道7-m/z | 通道8-m/z | 通道9-m/z | 通道10-m/z | 通道11-m/z | 通道12-m/z |
|------|------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|----------|----------|
| 1    | 7.96       | 185     | 109     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 2    | 10.33      | 150     | 121     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 3    | 12.55      | 201     | 186     | 173     | 295     | 304     | 179     | 266     | 204     | 91      | 0        | 0        | 0        |
| 4    | 14.2       | 277     | 260     | 100     | 257     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 5    | 17.05      | 290     | 162     | 313     | 177     | 317     | 319     | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 6    | 18.14      | 157     | 168     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |

您可以通过在图上点击来改变结束时间和当前行的 m/z

## 5 单击 [更新 SIM 表]。

自动创建SIM (Scan/SIM)表 [COAST]

通过使用组分表自动创建SIM表。请选择数据采集方式,按“更新SIM表”按钮。

SIM 表中所有的化合物都用SIM方式采集。

FASST 表中只有选中的化合物才同时进行Scan和SIM采集,没有选中的化合物只用Scan方式采集。

选择数据采集模式

| ID# | 名称             | 保留时间   | m/z    | 参考离子 | 组分 |
|-----|----------------|--------|--------|------|----|
| 1   | Dichlorvos     | 6.250  | 185.00 | 1    |    |
| 2   | Fenobucarb     | 9.667  | 150.00 | 1    |    |
| 3   | Stroscinav     | 10.962 | 201.00 | 1    |    |
| 4   | Propoxaflor    | 11.433 | 173.00 | 1    |    |
| 5   | Diazinon       | 11.592 | 304.00 | 1    |    |
| 6   | TFN            | 11.892 | 266.00 | 1    |    |
| 7   | Iprobofos      | 12.017 | 204.00 | 1    |    |
| 8   | Fenitrothion   | 13.075 | 277.00 | 1    |    |
| 9   | Thiobencarb    | 13.287 | 100.00 | 1    |    |
| 10  | Isoprothiolane | 15.133 | 290.00 | 1    |    |
| 11  | Isosathion     | 15.592 | 313.00 | 1    |    |
| 12  | DFP            | 16.467 | 317.00 | 1    |    |
| 13  | EPN            | 17.642 | 157.00 | 1    |    |

| 通道 | 结束时间 (min) | 通道1-m/z | 通道2-m/z | 通道3-m/z | 通道4-m/z | 通道5-m/z | 通道6-m/z | 通道7-m/z | 通道8-m/z | 通道9-m/z | 通道10-m/z | 通道11-m/z | 通道12-m/z |
|----|------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|----------|----------|
| 1  | 7.98       | 185     | 109     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 2  | 10.33      | 150     | 121     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 3  | 12.65      | 201     | 196     | 173     | 255     | 304     | 179     | 264     | 204     | 91      | 0        | 0        | 0        |
| 4  | 14.2       | 277     | 260     | 100     | 257     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 5  | 17.05      | 290     | 162     | 313     | 177     | 317     | 319     | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |
| 6  | 18.14      | 157     | 169     | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0       | 0        | 0        | 0        |

您可以通过在图上点击来改变结束时间和跟踪的 m/z

更新SIM表(U)

确认 取消 帮助(H)

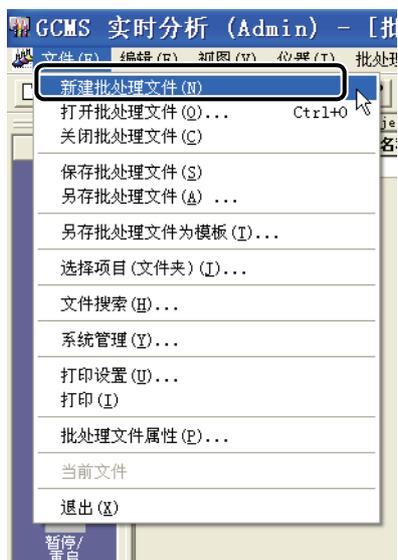
- 6** 自动创建 SIM 表。检查色谱图和 SIM 表, 如果不需要任何改动, 单击 [确认]。如果需要改动, 参考帮助。这样就创建了 SIM 模式的定量方法。

## 5.2 连续分析

创建连续分析所必需的批处理表, 通过以下步骤执行批处理。

- 1** 启动 [GCMS 实时分析] 程序, 并单击 [实时] 助手栏中的  (批处理) 图标。[批处理表] 窗口打开。

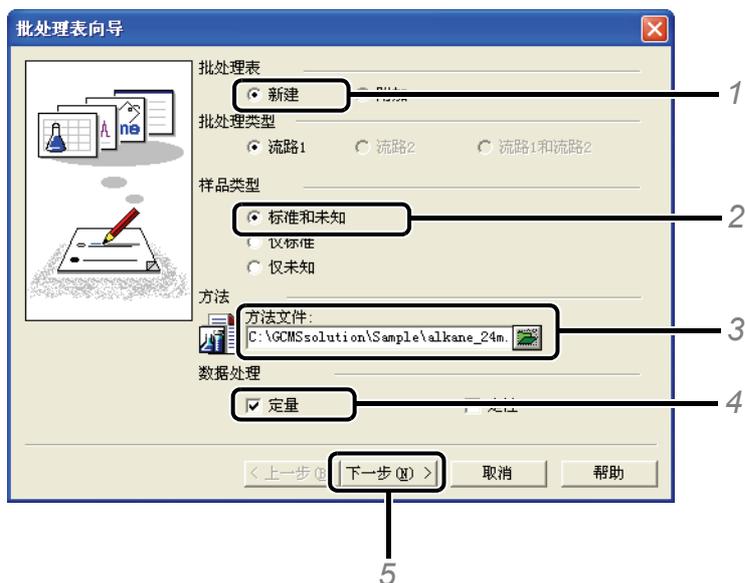
## 2 单击 [文件] 菜单中的 [新建批处理文件]。



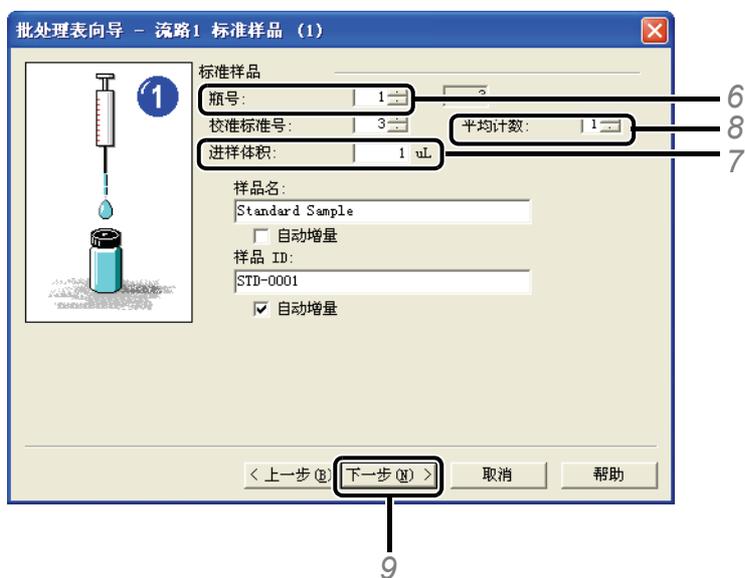
## 3 单击 [批处理] 助手栏中的 [向导] 图标。 [批处理表向导] 窗口打开。



## 4 通过批处理表向导，进行合适的设置，并创建批处理表。



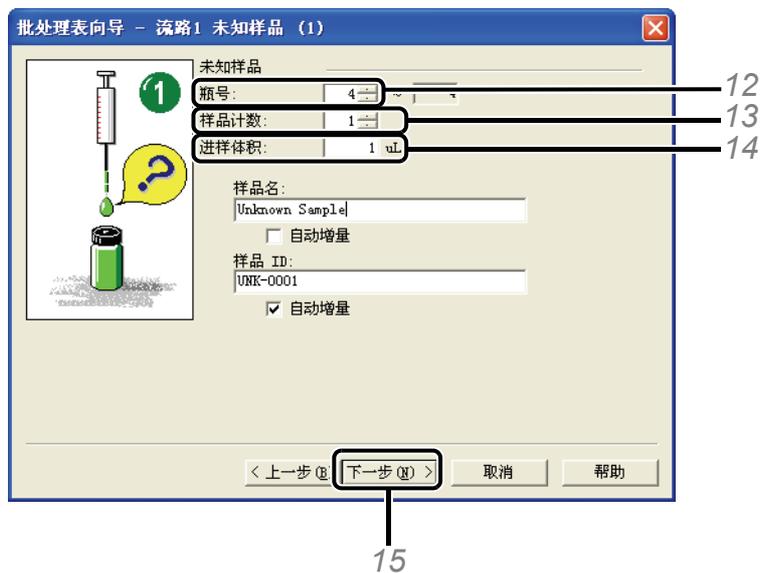
- 1 选择 [新建]。
- 2 选择 [标准和未知样品]。
- 3 单击  并指定要使用的方法文件。
- 4 选择 [定量]。
- 5 单击 [下一步]。



- 6 输入 [瓶号]。  
校正点的个数自动从方法中加载。
- 7 输入 [进样体积]。
- 8 输入 [平均计数] (如重复次数)。
- 9 单击 [下一步]。



- 10 输入 [ 数据文件名 ]。  
如果文件名的结尾是一个数字，就须依序对文件进行命名。
- 11 单击 [ 下一步 ]。



- 12 输入 [ 瓶号 ]。
- 13 输入 [ 样品计数 ]。
- 14 输入 [ 进样体积 ]。
- 15 单击 [ 下一步 ]。



- 16 输入 [数据文件名]。  
如果文件名的结尾是一个数字，则文件按顺序命名。
- 17 取消选中 [报告输出]。
- 18 单击 [完成]。  
显示批处理表。

## 5 如果必要，修改批处理表。

文件夹: C:\GCMSsolution\Data\Project1

|   | 样品瓶号 | 样品名称           | 样品 ID    | 样品类型     | 分析类型  | 方法文件        | 数据文件    | 级别号 | 进样体积 |     |
|---|------|----------------|----------|----------|-------|-------------|---------|-----|------|-----|
| 1 | 1    | Standard Sampl | STD-0001 | 1:标准:(I) | IT QT | ST_Plus.qgm | 001.qgd | 1   | 1    | (修) |
| 2 | 2    | Standard Sampl | STD-0002 | 1:标准     | IT QT | ST_Plus.qgm | 002.qgd | 2   | 1    | (修) |
| 3 | 3    | Standard Sampl | STD-0003 | 1:标准     | IT QT | ST_Plus.qgm | 003.qgd | 3   | 1    | (修) |
| 4 | 4    | Standard Sampl | STD-0004 | 1:标准     | IT QT | ST_Plus.qgm | 004.qgd | 4   | 1    | (修) |
| 5 | 5    | Standard Sampl | STD-0005 | 1:标准     | IT QT | ST_Plus.qgm | 005.qgd | 5   | 1    | (修) |
| 6 | 6    | Standard Sampl | STD-0006 | 1:标准     | IT QT | ST_Plus.qgm | 006.qgd | 6   | 1    | (修) |
| 7 | 7    | Unknown Sample | UNK-0001 | 0:未知物    | IT QT | ST_Plus.qgm | 007.qgd | 1   | 1    | (修) |

## 6 单击 [文件] 菜单中的 [另存批处理文件]。



## 7 在保存方法文件的位置打开文件夹，输入文件名并保存文件。

**8** 把样品置入自动进样器。

**9** 单击 [ 批处理 ] 助手栏中的 [ 开始 ] 图标，执行批处理。



@ 注

要停止批处理，单击  (停止) 图标。

## 5.3 分析数据

### 5.3.1 检查和修正校准曲线

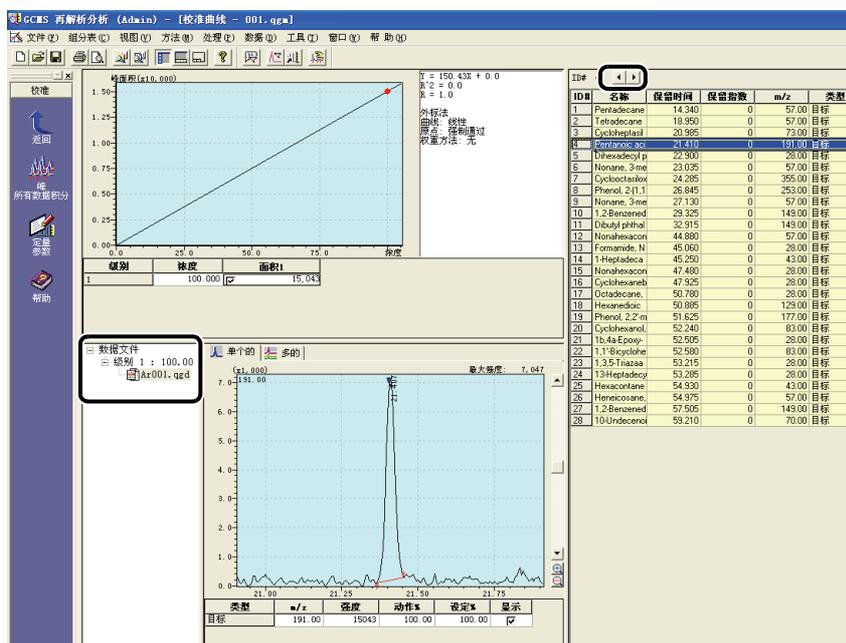
**1** 启动 [GCMS 再解析] 程序，并单击 [再解析] 助手栏中的 [校准曲线] 图标。



**2** 从数据管理器打开分析过程中使用的方法文件。



### 3 在化合物表中选择一个化合物，单击校准曲线水平。检查所创建的校准曲线和色谱图。



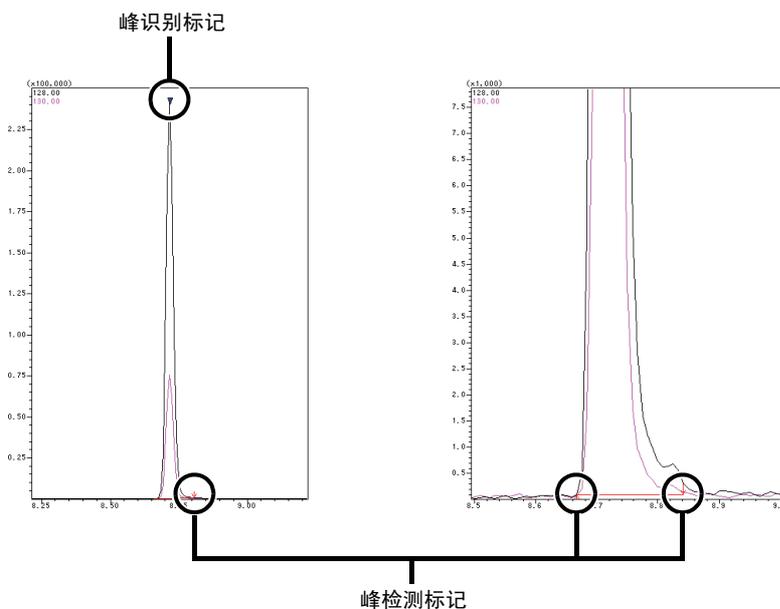
#### ^ 参考

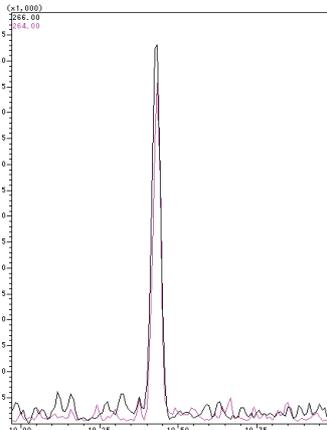
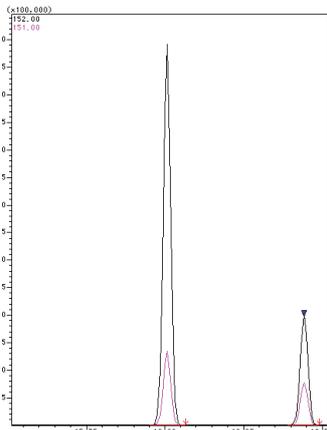
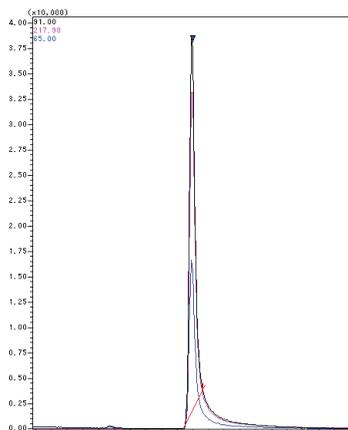
如果没有识别或检测到任何峰，请参阅第 49 页的“手动识别和手动峰积分”，执行识别或峰积分。

#### @ 注

执行自动峰积分（ 峰检测标记）后，在色谱图中检测到峰。

检测到的峰受到基于保留时间和离子比率（ 峰识别标记）识别的影响。



| 色谱图  | 对策              |
|--|-----------------|
| <p>没有检测到峰。</p>                | <p>执行手动峰积分。</p> |
| <p>检测到峰，但是，识别到的却是不同的峰。</p>   | <p>执行手动识别。</p>  |
| <p>检测到峰，但是，没有正确地执行峰积分。</p>  | <p>执行手动峰积分。</p> |

## 4

修正校准曲线后，单击工具栏中的  (保存)，保存方法文件。

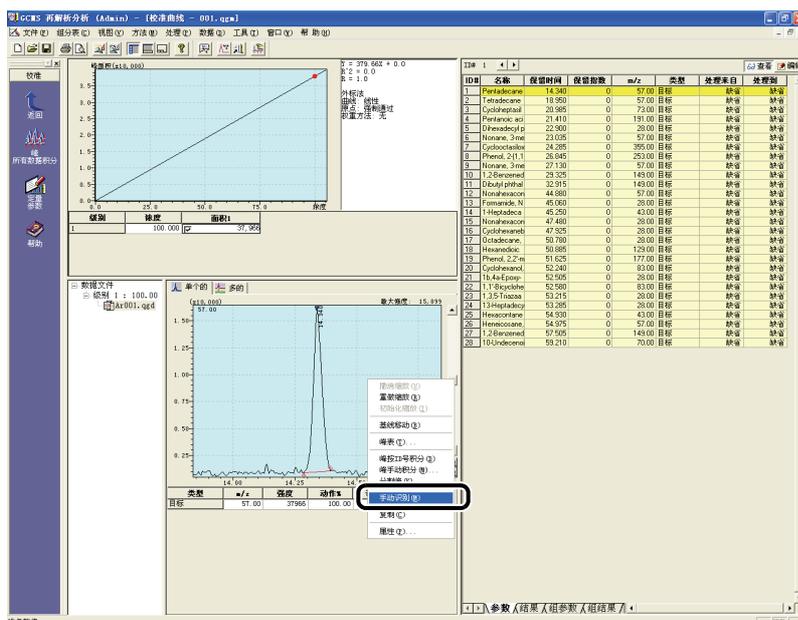


## 手动识别和手动峰积分

如果没有识别或检测到任何峰，通过执行以下步骤，执行识别或峰积分。

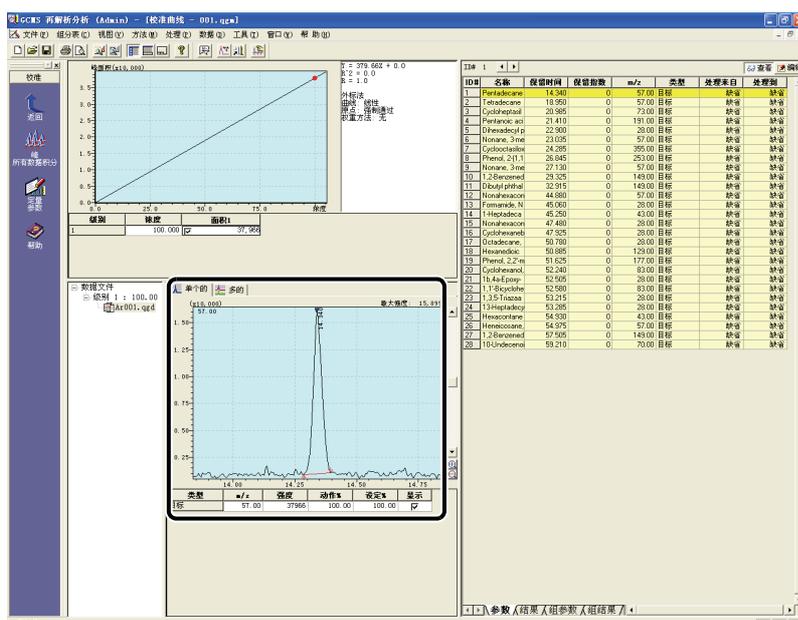
### 手动识别

- 1 用鼠标右键单击色谱图，从所显示的菜单中选择 [ 手动识别 ]。显示一栏。



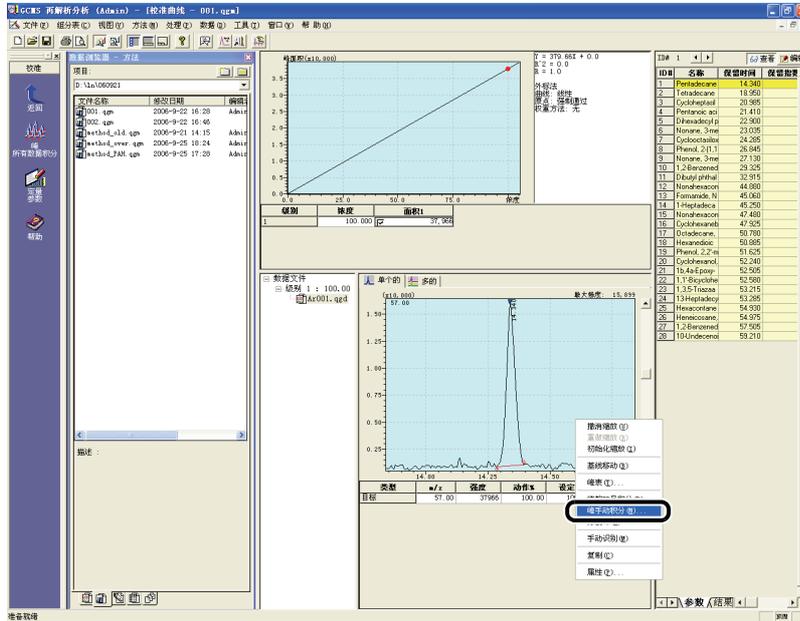
5

- 2 单击要识别的峰的顶端。识别峰。

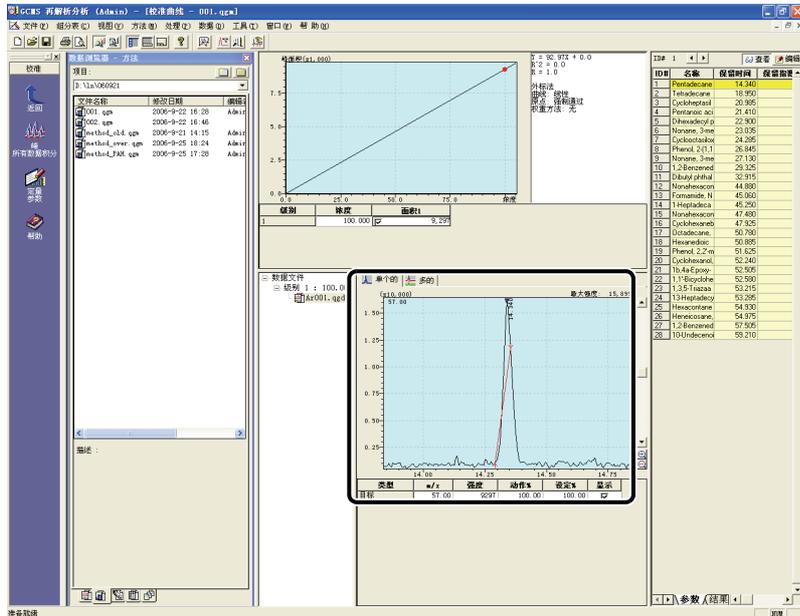


## 手动峰积分

- 1 用鼠标右键单击色谱图，从所显示的菜单中选择 [手动峰积分 ...]。显示一栏。

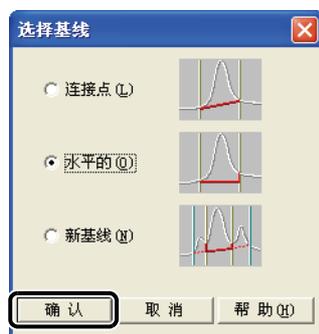


- 2 从峰的起点拖动鼠标到终点。



### 3 选择基线，单击 [ 确定 ]。

峰被积分和识别。



## 5.3.2 修正校准曲线后重新定量

修正校准曲线后，重新定量未知样品的数据。

### 1 单击 [ 再解析 ] 助手栏中的 [ 批处理 ] 图标。

[ 批处理表 ] 窗口打开。



### 2 单击 [ 批处理 ] 助手栏中的 [ 选择数据文件 ] 图标。



5

### 3 选择用于量化的数据文件，单击 (添加)，注册数据文件。



### 4 单击 [ 确定 ]。 显示批处理表。给批处理文件指定一个名称并保存。

| 文件夹: D:\ln\060921 |       |         |            |       |             |           |     |           |                             |   |
|-------------------|-------|---------|------------|-------|-------------|-----------|-----|-----------|-----------------------------|---|
|                   | 样品名称  | 样品 ID   | 样品类型       | 分析类型  | 方法文件        | 数据文件      | 级别号 | 内标量       | 报告输出                        | 报 |
| 1                 | Ar001 | Ar-0001 | 1:Standard | IT QT | 921\001.qgm | Ar001.qgd | 1   | 1 1 1 1 1 | <input type="checkbox"/> 打印 |   |
| 2                 | Ar002 | Ar-0002 | 0:Unknown  | IT QT | hod_PAH.qgm | Ar002.qgd | 1   | 1 1 1 1 1 | <input type="checkbox"/> 打印 |   |
| 3                 | Ar003 | Ar-0003 | 0:Unknown  | IT QT | hod_PAH.qgm | Ar003.qgd | 1   | 1 1 1 1 1 | <input type="checkbox"/> 打印 |   |

### 5 单击 [ 批处理 ] 助手栏中的 [ 开始 ] 图标。 使用修正后的校准曲线重新定量数据。



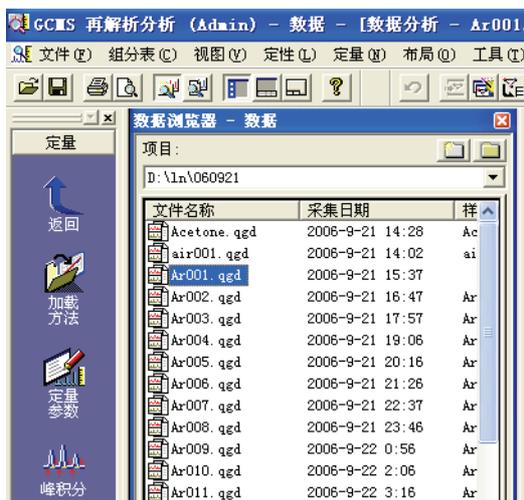
### 5.3.3 检查和修正定量结果

检查未知样品的定量结果。

- 1 单击 [再解析] 助手栏中的 [定量] 图标。



- 2 从数据管理器，打开要检查的数据文件。

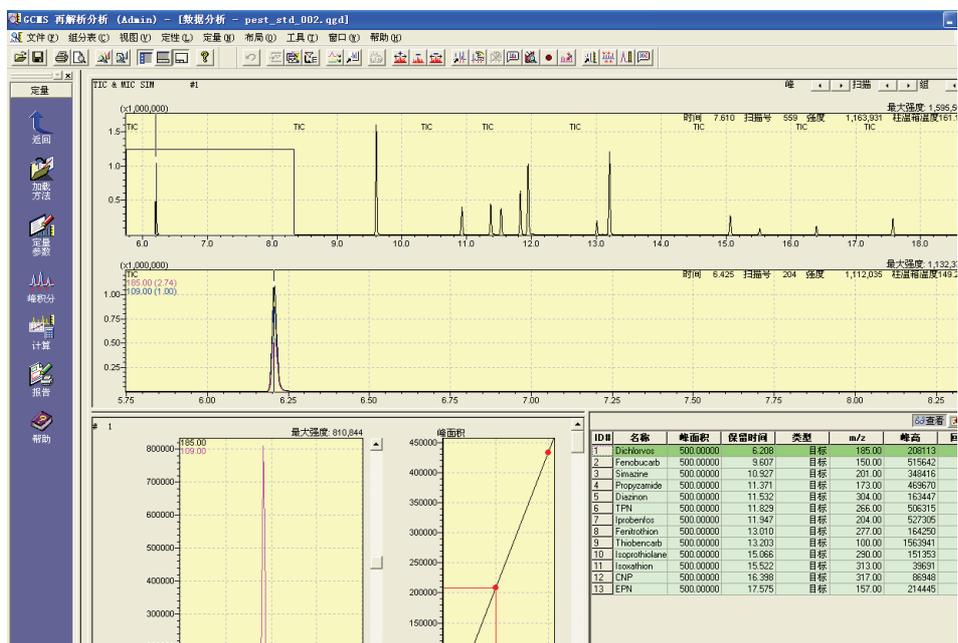


5

- 3 单击 [化合物表视图] 中的 [结果] 标签。  
显示定量结果。

| ID# | 名称                   | 峰面积     | 保留时间   | 类型 |
|-----|----------------------|---------|--------|----|
| 1   | Pentadecane          | 100.000 | 14.340 | 目标 |
| 2   | Tetradecane          | 100.000 | 18.948 | 目标 |
| 3   | Cycloheptasiloxane   | 100.000 | 20.986 | 目标 |
| 4   | Pentanoic acid, 5-   | 100.000 | 21.407 | 目标 |
| 5   | Dihexadecyl phosph   | 100.000 | 23.018 | 目标 |
| 6   | Nonane, 3-methyl-    | 100.000 | 23.038 | 目标 |
| 7   | Cyclooctasiloxane,   | 100.000 | 24.293 | 目标 |
| 8   | Phenol, 2-(1,1-dime  | 100.000 | 26.842 | 目标 |
| 9   | Nonane, 3-methyl-    | 100.000 | 27.131 | 目标 |
| 10  | 1,2-Benzenedicarb    | 100.000 | 29.327 | 目标 |
| 11  | Dibutyl phthalate    | 100.000 | 32.913 | 目标 |
| 12  | Nonahexacontanoi     | 100.000 | 44.882 | 目标 |
| 13  | Formamide, N-(4,6-   | 100.000 | 44.985 | 目标 |
| 14  | 1-Heptadecanol, a    | 100.000 | 45.245 | 目标 |
| 15  | Nonahexacontanoi     | 100.000 | 47.250 | 目标 |
| 16  | Cyclohexanebutan     | 100.000 | 47.929 | 目标 |
| 17  | Octadecane, 1-iod    | 100.000 | 50.778 | 目标 |
| 18  | Hexanedioic acid,    | 100.000 | 50.895 | 目标 |
| 19  | Phenol, 2,2'-methyl  | 100.000 | 51.625 | 目标 |
| 20  | Cyclohexanol, 2-m    | 100.000 | 52.497 | 目标 |
| 21  | 1b,4a-Epoxy-2H-cy    | 100.000 | 52.471 | 目标 |
| 22  | 1,1'-Bicyclohexyl, 4 | 100.000 | 52.497 | 目标 |
| 23  | 1,3,5-Triazaadama    | 100.000 | 52.880 | 目标 |
| 24  | 13-Heptadecyn-1-o    | 100.000 | 52.880 | 目标 |
| 25  | Hexacontane          | 100.000 | 54.928 | 目标 |

## 4 单击化合物表中的化合物名称，检查 [ 定量视图 ] 中的色谱图。 查看色谱图中的峰识别 / 检测标记和基线时，检查结果。



### ^ 参考

如果必要，参照第 49 页的“手动识别和手动峰积分”执行识别或峰积分。

## 5 检查完结果后，单击工具栏中的 (保存)。 保存数据文件。



# 6

## 关闭 GC/MS

### 6.1 关闭真空系统

- 1 单击 [实时] 助手栏中的 [真空控制] 图标。  
[真空控制] 窗口打开。



- 2 单击 [自动关机]。  
关闭真空系统。



- 3 显示 [完成] 时，单击 [关闭]。



## 6.2 关闭电源

通过执行与打开电源的步骤相反的步骤，关闭电源。

**^ 参考**

关于如何打开电源的详细信息，请参阅 [第 3 页](#) 的 “[2.1 打开电源](#)”。

- 1** 退出正在运行的 [GCMS 实时分析] 程序和所有其他程序。
- 2** 关闭计算机、打印机和显示器的电源。
- 3** 关闭 MS 单元的电源。
- 4** 关闭 GC 单元的电源。

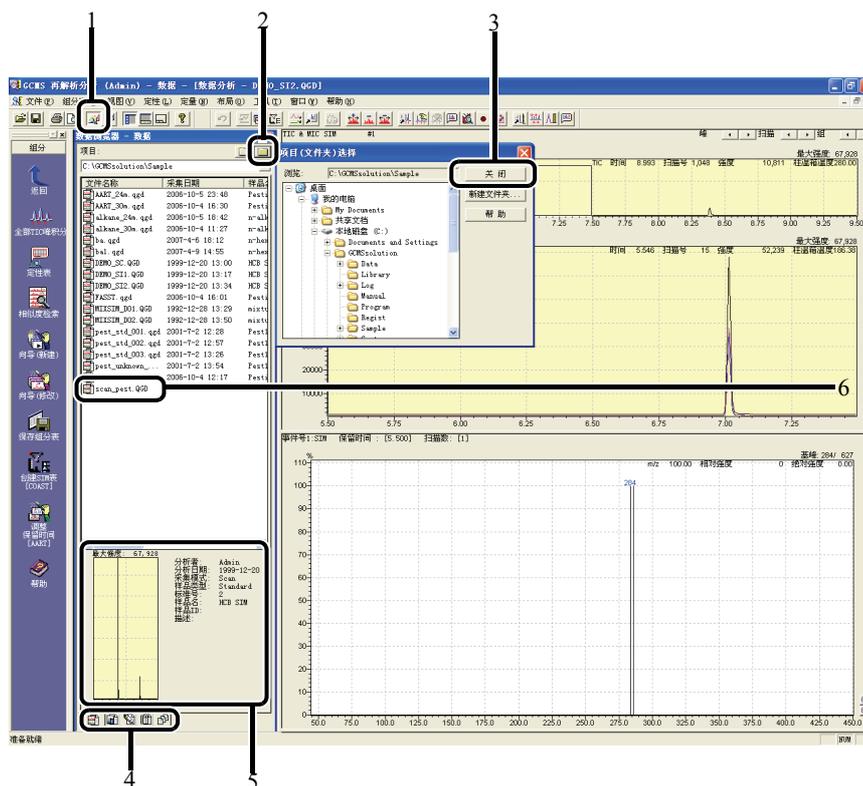
GCMSsolution 使用如下规定的文件格式。

| 文件名    | 图标  | 扩展名  | 文件内容  |
|--------|---|------|---|
| 数据文件   |    | .qgd | 除采集的原始数据（如色谱图和质谱）外，还保存下述信息。 <ul style="list-style-type: none"> <li>• 计算结果（如面积值与浓度）</li> <li>• 状态信息（如采集数据时的柱温度和错误状态）</li> <li>• 分析过程中使用的方法文件的内容（包括用于分析的配置设置）</li> <li>• 报告格式文件的内容（输出报告时）</li> <li>• 批处理文件的内容（执行批处理时）</li> <li>• 分析过程中使用的调谐文件的内容</li> </ul> |
| 方法文件   |    | .qgm | 保存分析条件、峰积分参数、化合物表等。<br>因为编辑方法时保存了配置设置，所以在加载方法文件时要检查配置设置，确保其符合当前设置。此外，也要把创建的校准曲线保存在方法文件中。  |
| 报告格式文件 |   | .qgr | 保存用于输出报告的报告格式信息，如布局信息和详细的设置。<br>一旦生成报告格式文件，就可重复使用它输出同样格式的报告。  |
| 批处理文件  |  | .qgb | 保存用于执行自动连续处理的批处理表。<br>[GCMS 实时分析] 程序和 [GCMS 再解析] 程序可使用同样的文件。  |
| 调谐文件   |  | .qgt | 保存执行仪器调节（调谐）的条件和调谐结果。   |
| 谱库文件   |  | .lib | 这些文件用于注册用于执行相似度检索的化合物信息和质谱数据。<br>谱库文件包括公用谱库文件（如 NIST 和 Wiley）和专用谱库文件。   |

本页空白。

# B 使用数据浏览器

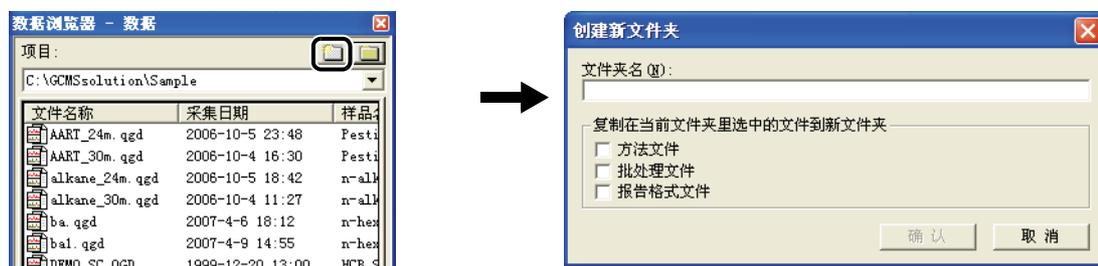
通过使用数据浏览器功能，使加载数据变得非常简单。  
始终显示数据浏览器。



| 编号 | 说明   |
|----|--|
| 1  | 单击工具栏中的  （数据浏览器），打开/关闭 [数据浏览器] 窗口。            |
| 2  | 单击  （项目（文件夹）选择），打开 [项目（文件夹）选择] 窗口，然后单击适用的文件夹。 |
| 3  | 单击 [完成]，关闭 [项目（文件夹）选择] 窗口。   |
| 4  | 单击一个标签，显示相应类型的文件。  |
| 5  | 单击文件名 (6)，显示相应的文件信息。   |
| 6  | 双击适合的文件，加载数据。  |

**① 注**

[ 创建新项目 ( 文件夹 ) ] 可用于把文件从数据浏览器中当前打开的文件夹复制到新建的文件夹中。



# C 维护

## C.1 维护

如果必要，依据 [ 维护 ] 窗口中的下述步骤，更换或清洗消耗品，并在必要时维护部件。

- 
 双击 **GCMS Real Time Analysis (GCMS 实时分析)** 图标。  
[GCMS 实时分析] 窗口打开。

- 单击 [ 帮助 ] 菜单中的 [ 维护 ]。  
[ 维护 ] 窗口打开。

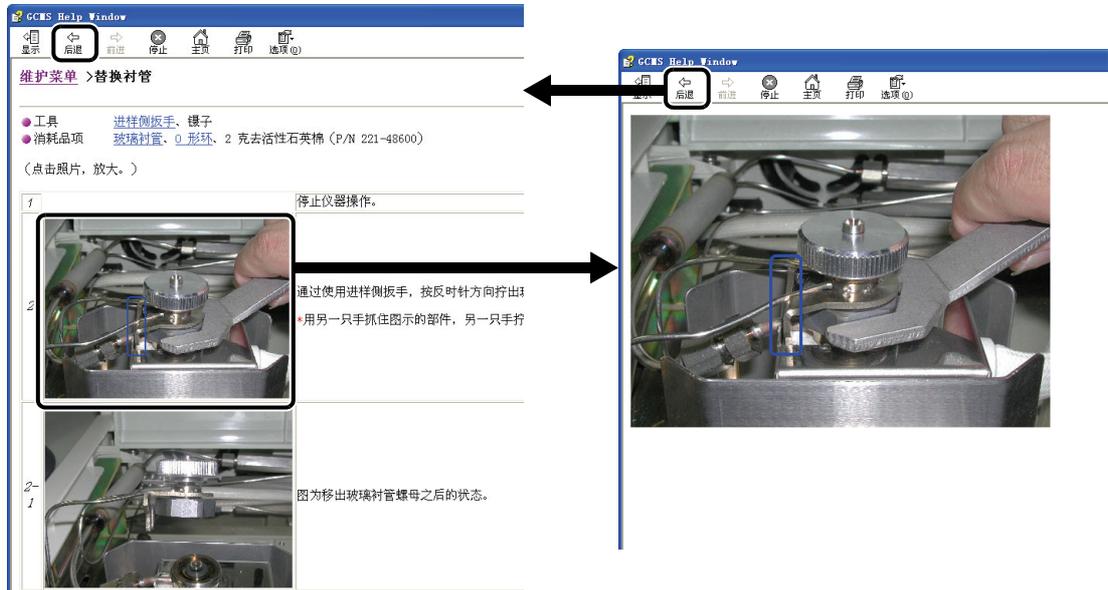


- 仔细阅读注意事项，然后在维护菜单中单击适当的项目。



## 4 遵循屏幕上的指导执行维护。

单击一个图像，放大图像。单击放大窗口中的 [ 上一步 ]，返回原始窗口。



单击 [ 上一步 ], 从步骤 3 重复上述过程, 执行另外一个维护项目。

完成维护后, 关闭维护窗口。

执行维护完毕后, 按以下 “C.2 重设使用频率和使用时间的步骤” 中所述的步骤重设使用频率和使用时间。

## C.2 重设使用频率和使用时间的步骤

GCMSsolution 的仪器监视器记录消耗品的使用频率和使用时间。

更换消耗品或清洁离子源之后, 按以下所述步骤重设使用频率和使用时间。

### 1 在 [GCMS 实时分析] 窗口中, 单击仪器监视器中的 [ 详细 ]。



**2** 在 [ 监控设置 ] 窗口中单击 [ 消耗品 ] 标签，然后单击 [ 重置消耗品 ]。



**3** 如果必要，单击 [ 清除 ]，清除要维护的消耗品项目，或在使用时间单元格里输入“0”，然后单击 [ 确认 ]。  
返回上一个窗口。



**4** 在 [ 监控设置 ] 窗口中，单击 [ 确定 ]。  
关闭窗口。

本页空白。

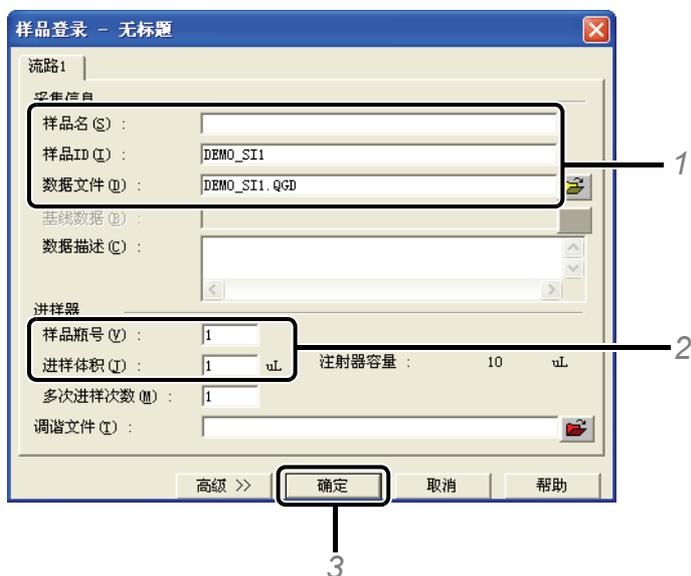
# 单次分析（手动进样）

使用自动进样器逐个分析样品或通过手动进样进行分析时，执行以下步骤。

- 1 单击 [实时] 助手栏中的 （数据采集）图标。  
[采集] 窗口打开。
- 2 单击工具栏中的 （打开）按钮，然后加载方法文件。
- 3 单击 [采集] 助手栏中的 [样品登录] 图标。



[样品登录] 窗口打开。



- 1 输入 [样品名] 和 [数据文件]。
- 2 使用自动进样器时，输入放置样品的 [瓶号] 和 [进样体积]。
- 3 单击 [确定]。

## 4 单击 [采集] 助手栏中的 [待机] 图标。

将方法文件设置传输到仪器。

在 GC 和 MS 准备完成时，[开始] 图标变绿，说明可以选择这个图标了。



## 5 进样并按 GC 单元键盘上的 [开始] 按钮。

使用自动进样器时，放置样品，然后单击 [开始] 图标。

### @ 注

要在完成前停止分析，单击 [采集] 助手栏中的 （停止）图标。

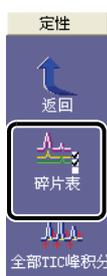
# E 显示色谱图

分析用于定性分析的数据时显示合适的的质量色谱图使得分析更加简单。

如果要显示的色谱图的  $m/z$  未知，按第 69 页的“附录 F 索引检索”中规定的步骤预先检索该值。

## E.1 从碎片表显示色谱图

- 1 单击 [定性] 助手栏中的 [碎片表] 图标。  
[MC 碎片表] 窗口打开。

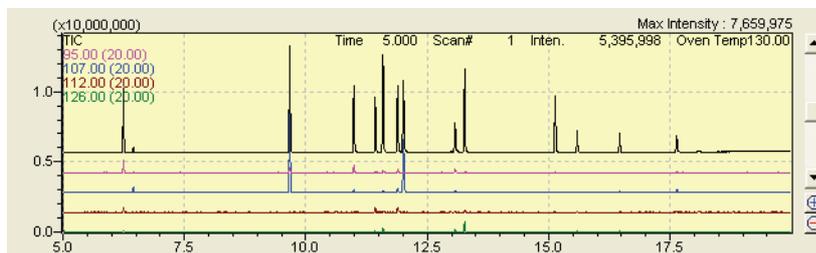


- 2 在 [m/z] 和 [系数] 栏输入适当的值，在 [显示] 栏中选择相应的单元格，单击 [确定]。  
MC 窗口中显示一幅质量色谱图。

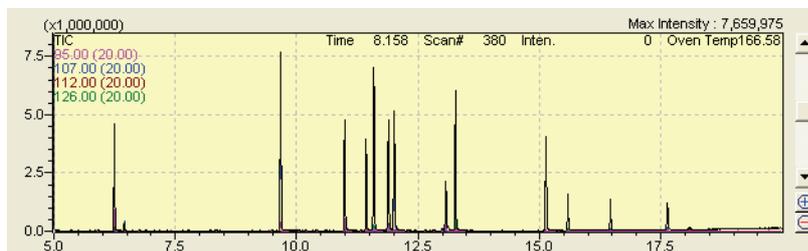


启用 / 禁用表中的 [ 基线漂移 ]，显示可以改变为如下所示。

- 有基线漂移



- 无基线漂移



## E.2 通过质谱显示色谱图

- 1 在质谱图中，拖动鼠标，指定和扩大包含相关离子的范围。
- 2 移动鼠标至要显示的离子峰并双击。  
MC 窗口中显示一幅质量色谱图。

### @ 注

要删除质量色谱图，就须取消 [MC 碎片表] 窗口中的 [显示] 栏中的相关的单元格。

# F 索引检索

可以在谱库中检索到与目标化合物（如质谱及有关文件结构的信息）相关的信息。

- 1 单击 [再解析] 助手栏中的 [谱库编辑器] 图标。



- 2 在 [文件] 菜单中单击 [打开谱库]，打开要使用的谱库。

- 3 单击 [索引]，选择适当的项目。

| 索引    | 参数       | 上标/下标 | 命中号    |
|-------|----------|-------|--------|
| 1 系列号 | 1-147198 | 不必设置  | 147198 |
| 2 无设置 |          | 不必设置  | 0      |
| 3 无设置 |          | 不必设置  | 0      |
| 4 无设置 |          | 不必设置  | 0      |
| 5 无设置 |          | 不必设置  | 0      |

- 4 在 [参数] 中，输入与该项目相对应的信息。

- 5 在 [索引检索] 菜单中，单击 [开始]。

显示结果。

直至找到目标组分，添加新的索引项目。

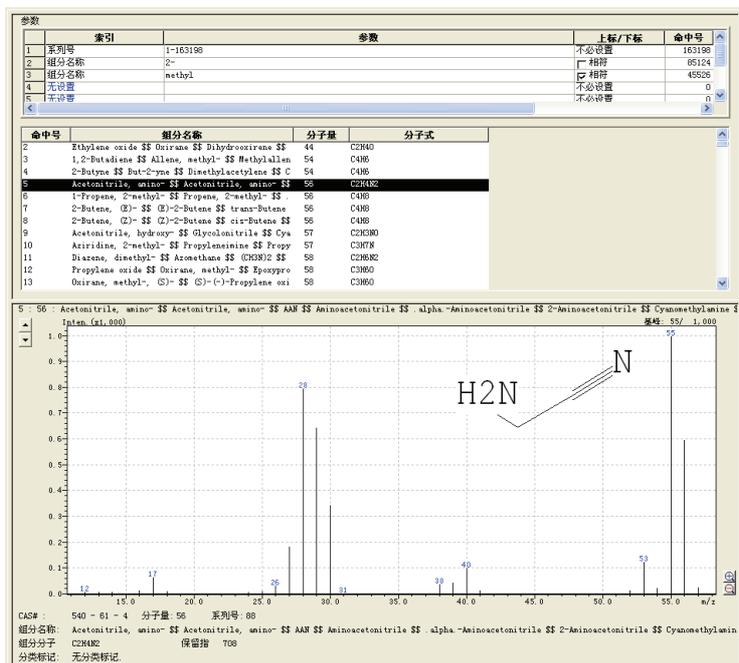
新分析 (Admin) - [谱库编辑器 - NIST05.LIB (163,198 质谱)]

图(V) 命中列表(H) 目标组分信息(A) 组分信息(C) 索引检索(I) 工具(T) 窗口(W) 帮助(H)

开始(S)

| 索引     | 参数       | 上标/下标                                  | 命中号    |
|--------|----------|--|--------|
| 1 系列号  | 1-163198 | 不必设置                                   | 163198 |
| 2 组分名称 | 2-       | <input type="checkbox"/> 相符            | 0      |
| 3 组分名称 | methyl   | <input checked="" type="checkbox"/> 相符 | 0      |
| 4 无设置  |          | 不必设置                                   | 0      |
| 5 无设置  |          | 不必设置                                   | 0      |

## 6 确认适用的信息（如质谱图或结构）。



使用以下两种方法，从 GCMSsolution 输出报告。

- 打印图像：自动将显示窗口中的图像转换成一份报告。
- 创建报告：制定报告格式，并手动输出。

## G.1 打印图像（打印窗口中显示的质谱和色谱图）

- 1 打开 [GCMS 再解析] - [数据分析] 窗口中适用的数据。  
针对定性和定量窗口输出相同的报告。
- 2 按报告所指定的方式，在窗口中显示色谱图和质谱。
- 3 将光标移到 [文件] 菜单上的 [打印图像]，并单击 [编辑格式]。  
[报告] 窗口打开。



- 4 使用鼠标调整大小。

**5** 编辑之后，单击 [ 报告 ] 助手栏中的 [ 打印 ] 图标。



**6** 输出报告后，关闭 [ 报告 ] 窗口。

## G.2 创建报告

通过创建报告，设置报告格式之后或使用已创建的模板，输出报告。  
把要输出的结果（如质谱信息）预先注册为数据报告的一部分。

**1** 在 [ GCMS 再解析 ] - [ 数据分析 ] 窗口中，打开适用的数据。  
针对定性和定量窗口输出相同的报告。

**2** 单击 [ 定性 ] 或 [ 定量 ] 助手栏中的  (报告) 图标。

## G.2.1 使用模板

- 1 单击 [文件] 菜单中的 [新建格式文件]。
- 2 单击 [使用新模板]，指定适用的模板，然后单击 [确定]。

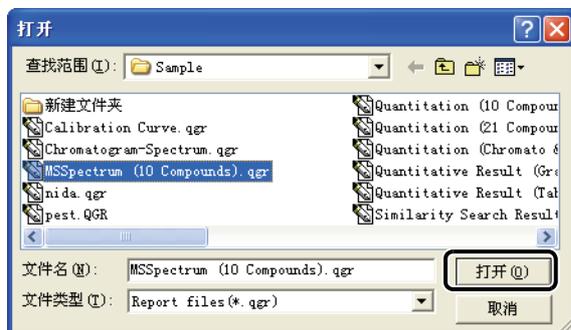


### @ 注

如果没有显示选择窗口，单击 [工具] 菜单中的 [选项]，显示 [设置选项] 窗口，然后在 [新文件] 标签中，为报告格式文件选择 [在新建文件上提示]。

## G.2.2 使用以前创建的报告文件

- 1 单击 [文件] 菜单中的 [打开格式文件]。
- 2 选择报告文件，单击 [打开]。



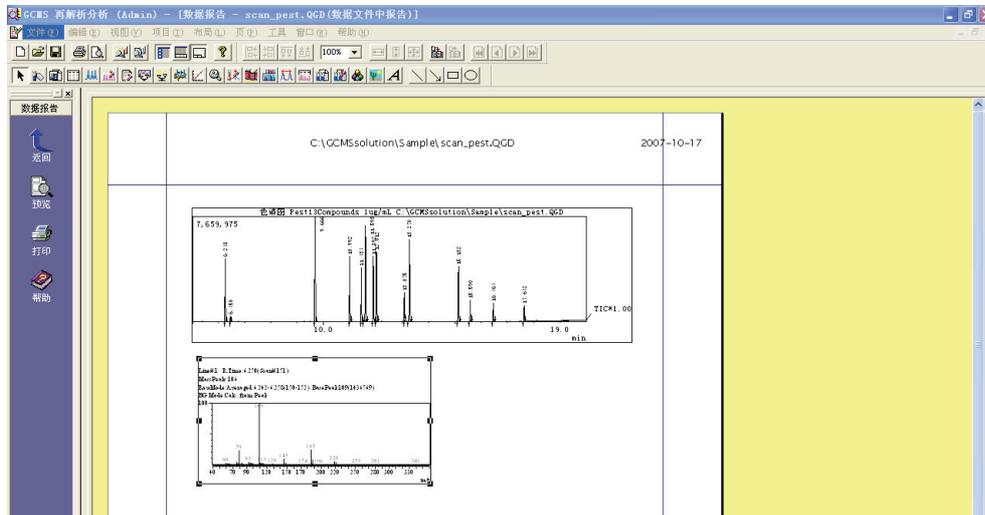
G

## G.2.3 手动设置报告格式

**1** 选择要打印的信息的标签，或在 [ 项目 ] 菜单中选择适用的项目。

| 图标  | 名称   | 说明   |
|---|------|--|
|    | 样品信息 | 选择打印样品信息。                                    |
|    | 方法   | 选择打印方法。                                      |
|    | 峰表   | 选择打印定性表中的峰表。                                 |
|    | 色谱图  | 选择打印色谱图（TIC、MIC 和 MC）。                       |
|    | 质谱图  | 选择打印质谱处理表中已注册的质谱。                            |
|    | 质量数表 | 选择打印谱图已在谱图处理表注册的质量数表。                        |
|  | 定量图  | 选择打印定量结果中获得的色谱图和定量值。                         |
|  | 定量表  | 选择打在印定量结果中获得的表。                              |
|  | 校准曲线 | 选择打印校准曲线。                                    |
|  | 调谐   | 选择打印执行数据采集时获得的调谐结果。                          |
|  | 谱库检索 | 选择打印所获得的质谱表中已注册的质谱的谱库检索结果。<br>• 必须在质谱表中执行检索。 |

**2** 用鼠标指定打印范围。



### 3 设置 [属性] 并单击 [确定]。



#### ^ 参考

关于属性设置的详细信息，请参阅帮助。

#### @ 注

要再次显示属性，用鼠标右键单击一个项目，在显示的菜单中单击 [属性]。

### 4 在预览模式下，检查报告输出的内容。

### 5 打印报告。

如有必要，命名并保存所创建的报告文件。

本页空白。