

气相色谱质谱联用仪

GCMS-QP 系列

GCMS-TQ 系列

（适用于 GCMSsolution 4.4 或更高版本）

GCMS 操作指南

方法创建篇

请仔细阅读本说明书，正确使用本产品。
请妥善保管本说明书以备随时查阅。

空白页

简介

使用本软件前请务必阅读使用说明书。

感谢您选购 GCMS-QP 系列或 GCMS-TQ 系列气相色谱质谱联用仪。

本操作指南旨在向初次使用本产品的用户说明基本操作方法。请仔细阅读本操作指南，按照说明内容正确使用本产品。

阅读完毕后请妥善保管本操作指南，以备随时查阅。

本操作指南以用户掌握 Windows 的基本操作为前提编写。关于 Windows 的操作方法，请参阅相关产品随附的说明书等文件。

重要事项

- 如果用户或使用场所发生改变，请务必将本操作指南转交后续用户。
- 如果本操作指南丢失或损坏，请立即与您所在区域内的岛津分公司联系。
- 为确保安全操作，本操作指南中记载了安全注意事项。使用本产品前请仔细阅读“安全操作注意事项”。
- 为确保安全使用本产品，请委托您所在区域内的岛津分公司进行安装、调试或搬动仪器后的重新安装。

声明

- 本操作指南版权归株式会社岛津制作所所有。未经岛津公司许可，不得转载、复制部分或全部内容。
- 本操作指南内容如有改动，恕不另行通知。
- 本操作指南内容力求准确，如有错误或疏漏敬请谅解。
- 对于按照本操作指南的说明内容使用产品所造成的影响，岛津公司不承担任何责任，敬请谅解。
- 对于客户使用设备所产生的后果，岛津公司不承担任何责任，敬请谅解。
- 个人计算机的硬盘内容可能因意外事故丢失。为保护重要数据，请您务必进行备份。
- Microsoft、Windows、Windows 7、Windows 10 是美国 Microsoft Corporation 在美国及其他国家的注册商标。
本操作指南中记载的其他公司名称和产品名称均为各公司的商标或注册商标。此外，本书中不对 TM、® 标记进行明确说明。
- Microsoft® Windows® 简记为 Windows。
- 本产品备件的供货期为产品停产后 7 年。之后可能无法提供。敬请谅解。非本公司生产部件的供货期请参考有关厂家规定。

© 2016 Shimadzu Corporation. All rights reserved.

本操作指南是日文版《气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP 系列 GCMS-TQ 系列 适用于 GCMSsolution 4.4 或更高版本 GCMS 操作指南 方法创建篇》（225-28622）（修订版 A 2016 年 10 月）的译文。

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. 责任范围：
 - 1) 任何情况下本公司均不对用户的误工费、间接性损害和衍生性损害负任何责任。也不对因第三方向用户提起的损坏赔偿负任何责任。
 - 2) 任何情况下本公司的最高赔偿金额均不超过该仪器价格。
4. 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。
 注释	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。
 提示	有助于操作的信息。
[]	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

- 请委托您所在区域内的岛津分公司进行维修。
否则可能引发火灾、导致操作人员触电、受伤。
- 未经许可，切勿拆卸或改装本产品。
否则可能导致操作人员触电或仪器短路，也可能导致人员受伤或仪器发生故障。
- 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

- 气相色谱质谱联用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。
本产品并未采用防爆结构。可能引发火灾或导致人员触电。
- 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。
- 操作台需平稳，并足以承受本产品的质量。
否则，可能发生设备翻倒或跌落。

注意

切勿将本产品安装于含有大量腐蚀性气体或灰尘的房间内。否则，设备的性能会受到不良的影响，使用寿命会缩短。
切勿在引起仪器结露的环境下使用。否则可能导致仪器无法正常运行。

■ 高压气瓶注意事项

警告

- 高压气瓶用于供应载气。严格遵守气瓶供应商提供的说明书，谨慎操作。
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，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。
 - 请勿将高压储气瓶放置在温度可能达 40 °C 以上的场所。
 - 确保安装地点通风条件良好，操作前需使用检漏仪检查气瓶是否漏气。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。还需在附近配备灭火器。
 - 请使用固定架或锁具等工具固定高压储气瓶，防止其翻倒。
 - 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。
 - 不使用时，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。
- 有关高压气瓶的使用注意事项，请参考国内相关的法律和法规。操作时请您务必遵守。

■ 操作注意事项

警告

- 处理溶剂或向气相色谱质谱联用仪注入样品时，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，如气相色谱质谱联用仪出现故障，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 关闭气相色谱质谱联用仪。
- 2 关闭所有附件。
- 3 关闭载气、CID 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。



空白页

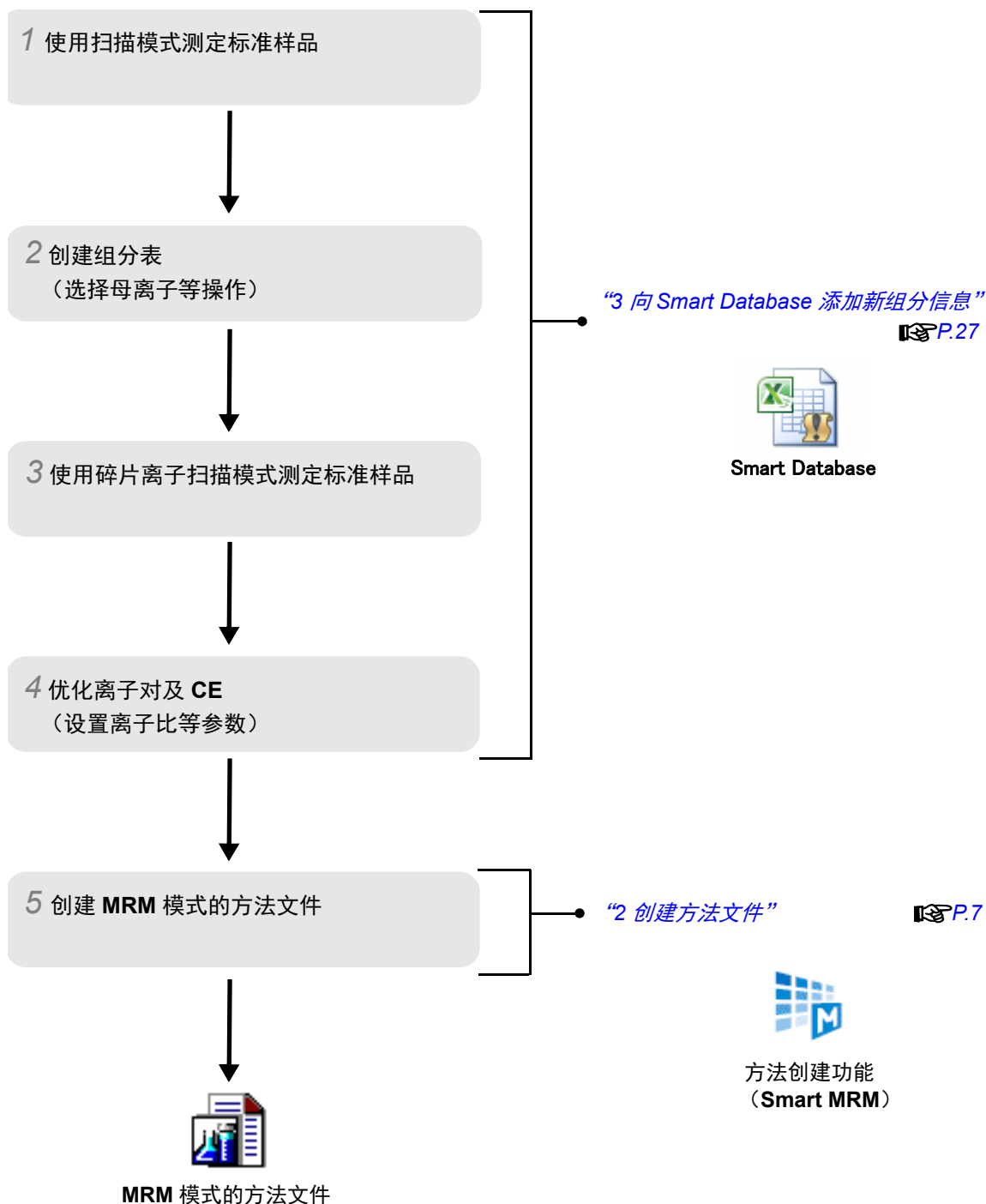
目录

1	概述	1
1.1	测定模式	1
1.1.1	GCMS-QP系列的测定模式	1
1.1.2	GCMS-TQ系列的测定模式	2
1.2	Smart Database概述	3
1.2.1	Smart Database的存储位置	3
1.2.2	配置要求	3
1.2.3	支持仪器	3
1.2.4	组成	4
1.2.5	方法创建功能（Smart MRM / Smart SIM）	5
1.2.6	保留时间自动调整功能（AART）	6
2	创建方法文件	7
2.1	使用Smart Database创建方法文件的流程	7
2.2	分析的准备作业	7
2.3	测定和识别正构烷烃	8
2.3.1	测定正构烷烃混合标准溶液	8
2.3.2	识别正构烷烃	8
2.4	创建组分表及MS表	10
2.4.1	打开Smart Database	10
2.4.2	设置参数	12
2.4.3	选择目标组分	13
2.4.4	设置测定模式	15
2.4.5	选择离子	16
2.4.6	创建MS表	17
2.5	修改方法文件	20
2.5.1	调整测定条件	20
2.5.2	设置定量参数	22
2.5.3	调整识别参数	25
3	向Smart Database添加新组分信息	27
3.1	向各种Smart Database添加新组分信息的流程	27
3.2	分析的准备作业	27

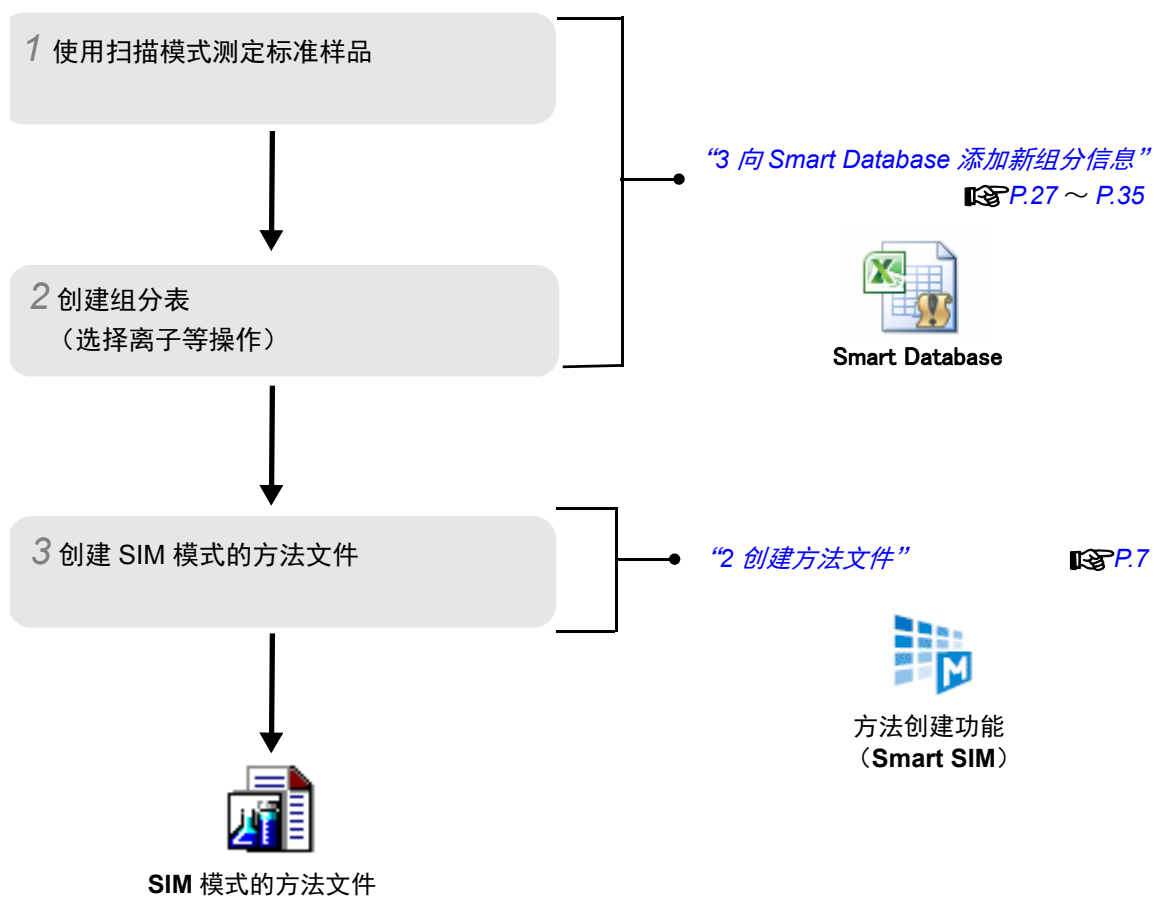
3.3	创建扫描模式的定量方法文件	28
3.3.1	使用扫描模式采集目标组分的数据	28
3.3.2	创建组分表	28
3.3.3	将保留指数登录到组分表	28
3.3.4	创建定量方法文件	32
3.4	添加新组分信息	33
3.5	优化离子对和CE TQ	36
3.5.1	创建碎片离子扫描模式方法文件	36
3.5.2	使用碎片离子扫描模式采集数据	38
3.5.3	确定离子对及其最佳CE	40
3.6	添加MRM模式信息 TQ	45
附录 A	创建其他测定模式的方法文件	49
A.1	创建扫描模式方法文件	49
A.2	创建包含多种测定模式的方法文件	51
A.2.1	创建扫描和MRM同时测定方法文件 TQ	51
A.2.2	创建扫描和SIM同时测定方法文件	55
A.2.3	创建包含SIM和MRM测定的方法文件 TQ	58
附录 B	不使用AART功能而调整保留时间	61
附录 C	使用AART调整方法文件的保留时间	63
C.1	测定正构烷烃混合标准溶液	63
C.2	识别正构烷烃	63
C.3	使用AART调整方法文件的保留时间	63

MRM 模式的方法文件创建流程 TQ

如果已创建 Smart Database （岛津公司数据库：包含 Smart Pesticides Database 等内容），请执行 [第 7 页的“2 创建方法文件”](#) 之后的操作。



SIM 模式的方法文件创建流程



Smart Database是Microsoft Excel格式的文件。

文件内已存储组分信息（组分名称、保留时间、离子（ m/z ）、离子比、标准质谱等），可用于创建各种测定模式的方法文件。

此外，也支持从现有方法文件或MRM最优化工具（MRM_Optimization_Tool.xlsm）添加组分信息。

本书对使用Smart Database创建方法文件的步骤、以及在Smart Database内登录组分信息的步骤进行说明。如果不使用Smart Database创建方法文件，请参考《GCMS操作指南 - 基本操作篇》的“5.1 创建方法文件”。

1.1 测定模式

下面对本书中记载的测定模式进行说明。

1.1.1 GCMS-QP系列的测定模式

扫描：每隔一定时间测定已设质量范围内的所有离子（ m/z ）。
主要用于定性分析。

SIM：有选择性地仅测定特定离子（ m/z ）。可进行高灵敏度的定量分析，与扫描模式相比，灵敏度可提高10～50倍。

1.1.2 GCMS-TQ系列的测定模式

GCMS-TQ系列的质量分析器配备2种类型的四极杆质量过滤器（Q1和Q3）和碰撞室（Q2）。使离子通过Q1和碰撞室（透过模式）后，可选择扫描模式或SIM模式（与GCMS-QP系列相同）。

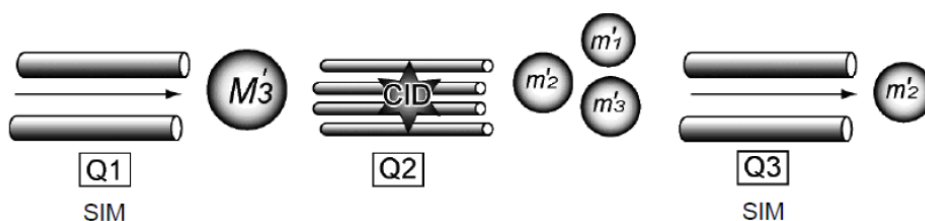
分析模式	Q1	碰撞室	Q3
Q3 Scan	透过模式		扫描
Q3 SIM	透过模式		SIM

此外，在Q1选择特定离子（母离子），并使母离子在碰撞室内与氦气发生CID（Collision-Induced Dissociation：碰撞诱导解离）反应，从而生成碎片离子。将Q1和Q3的模式进行组合后，可选择以下4种测定模式：

分析模式	Q1	碰撞室	Q3
母离子扫描	扫描	CID	SIM
碎片离子扫描	SIM		扫描
中性丢失扫描	扫描		扫描
MRM	SIM		SIM

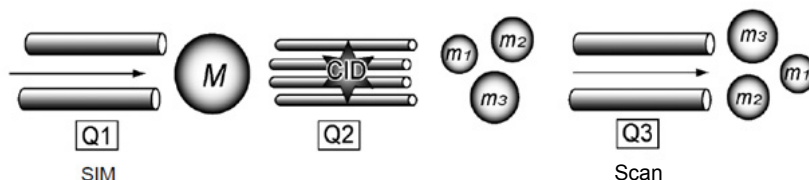
MRM（多反应监测）：

Q1和Q3均固定为特定 m/z ，测定离子对（由特定母离子生成的碎片离子）。所以与SIM模式相比，不易受杂质影响，可以高精度的定量分析。因此，适用于基体纯度高的样品内所含微量组分的定量分析。



碎片离子扫描：

Q1固定为特定 m/z ，在Q3测定经CID反应生成的所有碎片离子。可使用得到的碎片离子质谱调整最佳MRM测定条件（离子对及其碰撞能量）。



1.2 Smart Database概述

1.2.1 Smart Database的存储位置

安装GCMSsolution时，将在以下文件夹内安装初始设置的Smart Database：

文件夹	C:\GCMSsolution\SmartDatabase
初始设置的Smart Database	SmartDatabase_Blank.xlsm
正构烷烃的组分表登录专用方法文件	AART_SmartDatabase_default.qgm



注释

初始设置的Smart Database（SmartDatabase_Blank.xlsm）内未登录组分信息。

1.2.2 配置要求

Smart Database的配置要求如下所示：

操作系统	Windows 7 专业版 SP1 32位版本， 64位版本 Windows 10 专业版 64位版本
Excel	Microsoft Excel 2010（32位版本）， Excel 2013（32位版本）
工作站软件	GCMSsolution Ver4.20或更高版本

1.2.3 支持仪器

使用Smart Database创建的方法文件可用于以下仪器：

GCMS-TQ系列：GCMS-TQ8030， GCMS-TQ8040， GCMS-TQ8050

GCMS-QP系列：GCMS-QP2010 Ultra， GCMS-QP2010 SE， GCMS-QP2020



注释

使用Smart Database创建的方法文件不支持GCMS-QP2010、 GCMS-QP2010 Plus和GCMS-QP2010S。



注释

在各章节的标题中通过以下标记注明支持的仪器。

TQ

：仅适用于GCMS-TQ系列仪器的操作步骤。

1.2.4 组成

Smart Database由以下3张表格（sheet）组成。

- [Database] 表

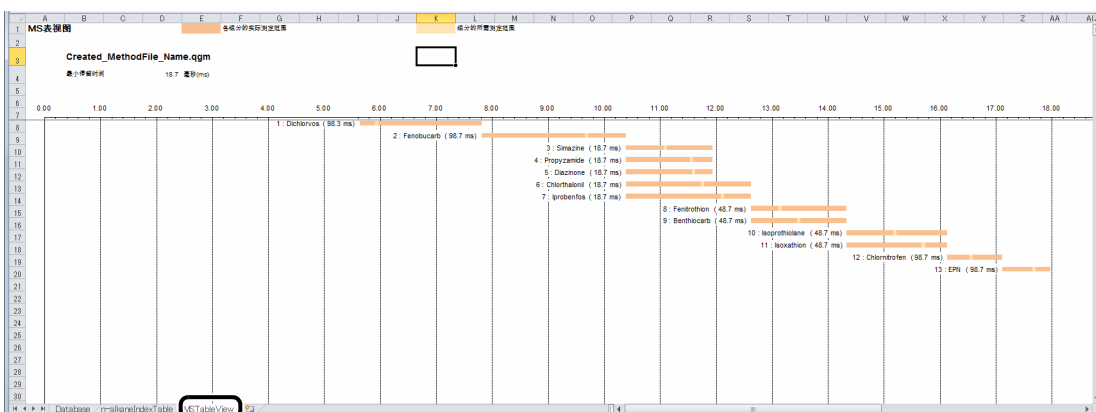
用于保存组分名称、保留指数、CAS号、MRM离子对、扫描及SIM测定用离子、标准质谱等各组分信息的表格。

此外，可以创建用于测定目标组分的方法文件。

The screenshot shows the 'Database' table in the Smart Database software. The table has columns for '组分名称 (C)', '保留指数 1', '保留指数 2', '保留指数 3', 'CAS号', '用户字段1', '用户字段2', '用户字段3', '评价', '离子1', '离子2', '离子3', '离子4', '离子5', '离子6', '离子7', '离子8', '离子9', '离子10', '离子11', '离子12', '离子13', '离子14', '离子15', '离子16', '离子17', '离子18', '离子19', '离子20', '离子21', '离子22', '离子23', '离子24', '离子25', '离子26', '离子27', '离子28', '离子29', '离子30'. The table lists various compounds such as Dichlorvos, Fenobucarb, Simazine, Propyzamide, Diazinon, Chlorothalonil, Fenitrothion, Benthiocarb, Isoprothiolane, Isocathion, Chlorotrofen, and EPN. The 'Database' sheet is highlighted in the bottom left corner.

- [MSTableView] 表

可以通过图表确认 [Database] 表所创建的方法文件内各组分的测定范围。



- [n-alkaneIndexTable] 表

可以查看 [Database] 表创建方法文件时所用正构烷烃（n-alkane，用于调整保留时间）的信息。

数据文件: C:\GCMsSolution\Sample\SampleData(TQseries)\alkane_30m.qgd			
ID号	组分名称	保留时间	保留指数
1	C10	3.927	1000
2	C11	4.697	1100
3	C12	5.520	1200
4	C13	6.436	1300
5	C14	7.445	1400
6	C15	8.509	1500
7	C16	9.591	1600
8	C17	10.668	1700
9	C18	11.718	1800
10	C19	12.735	1900
11	C20	13.713	2000
12	C21	14.652	2100
13	C22	15.551	2200
14	C23	16.419	2300
15	C24	17.249	2400
16	C25	18.049	2500
17	C26	18.822	2600
18	C27	19.568	2700
19	C28	20.286	2800
20	C29	20.977	2900
21	C30	21.651	3000
22	C31	22.367	3100

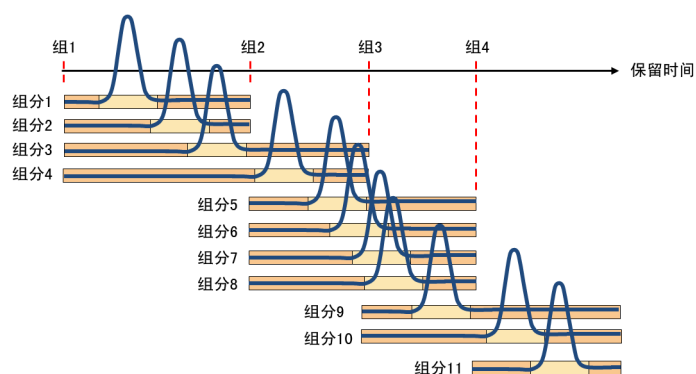
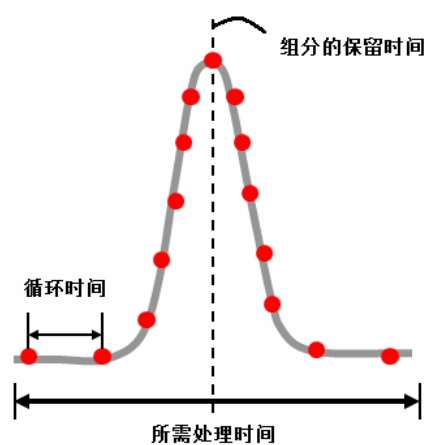
1.2.5 方法创建功能（Smart MRM / Smart SIM）

Smart Database的方法创建功能可根据所需处理时间及循环时间灵活创建方法文件。

通过使用本功能，可以轻松创建方法文件，用于在MRM模式或SIM模式下对多种组分进行高灵敏度测定。

所需处理时间：以各组分为中心的数据采集时间范围

循环时间：数据采集间隔



使用方法创建功能创建的MS表示意图

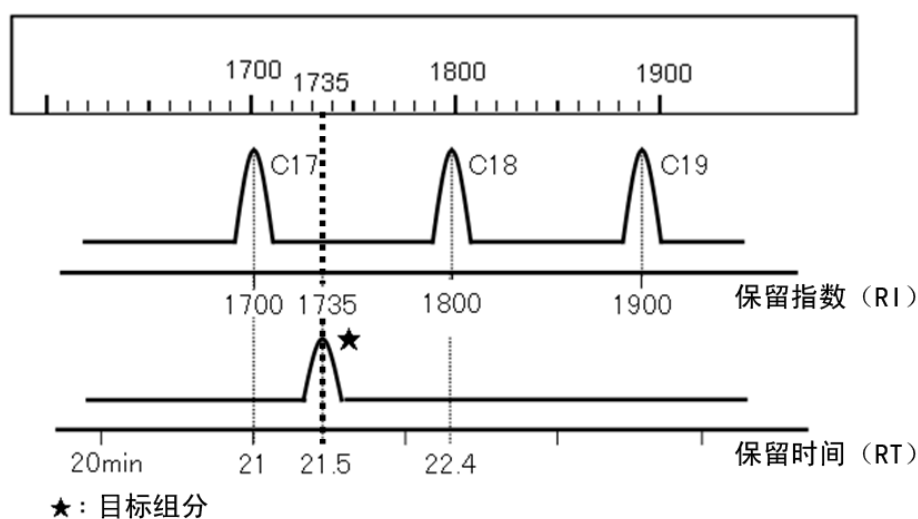
1.2.6 保留时间自动调整功能（AART）

截断色谱柱或更换为不同批次的色谱柱后，各成分的保留时间将发生改变。因此，必须测定标准样品并调整MS仪器参数及组分表的设置时间。

保留时间自动调整功能（AART: Automatic Adjustment of Retention Time）可根据为组分分配的保留指数，对保留时间进行批量调整。使用AART即可对数百种组分的保留时间进行批量调整。

如果使用保留指数，则必须使用计算保留指数时的分析条件及同规格色谱柱进行测定。

保留指数：以恒定的升温速度提升色谱柱温度后，正构烷烃将按照碳数递增的顺序以近似相等的间隔洗脱，因此，可将保留时间换算为正构烷烃的碳数，用该虚拟碳数表示保留时间。该虚拟碳数称为亚甲基单位值，其100倍值即为保留指数。



<正构烷烃混合标准溶液>

Cat.No.560295 Custom Retention Time Index Standard（正己烷溶液），100 ug/mL, 1 mL

组分：C7~C33 正构烷烃

浓度：C15, C30~C33 各200 ug/mL 其他为100 ug/mL

制造厂商：Restek Corporation

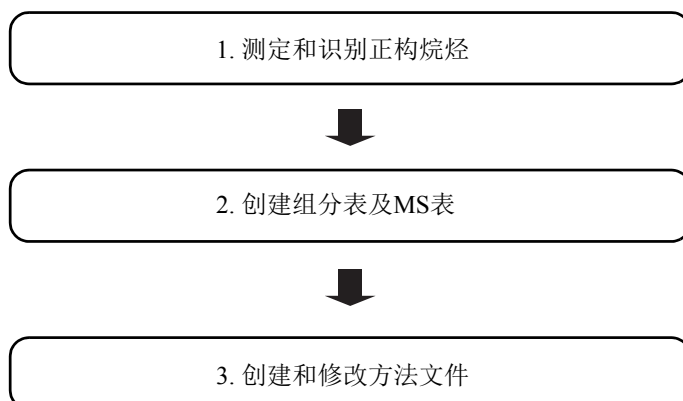
2

创建方法文件

本章对使用Smart Database创建方法文件的步骤进行说明。

2.1 使用Smart Database创建方法文件的流程

创建方法文件的流程如下所示：



2.2 分析的准备作业

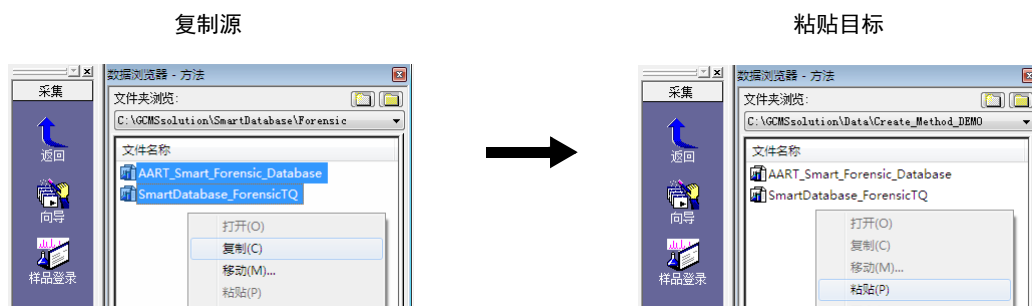
请安装支持所用Smart Database的分析色谱柱，并进行系统配置和自动调谐。同时请创建各文件的保存文件夹。



注释

操作方法请参考《GCMS操作指南-基本操作篇》。

如已获取岛津公司的Smart Database，请从以下文件夹复制并粘贴方法文件。



2.3 测定和识别正构烷烃

测定正构烷烃混合标准溶液，用于调整Smart Database内登录的保留时间。根据目标组分的保留时间和正构烷烃的识别结果调整登录的目标组分保留时间（AART功能）。

参考

如果要求不使用AART功能，直接调整Smart Database的保留时间，请参考第61页的“附录B 不使用AART功能而调整保留时间”。

2.3.1 测定正构烷烃混合标准溶液

- 1 使用正构烷烃分析专用方法文件测定5 μ g/mL的正构烷烃混合标准溶液。

	样品编号	样品名称	分析类型	方法文件	进样体积
1	1	n-Alkane 5ug/mL	IT QT	AART_Smart_Forensic_Database.qgm	1



注释

请根据分析条件适当更改正构烷烃的调整浓度。以上为无分流进样分析的示例。

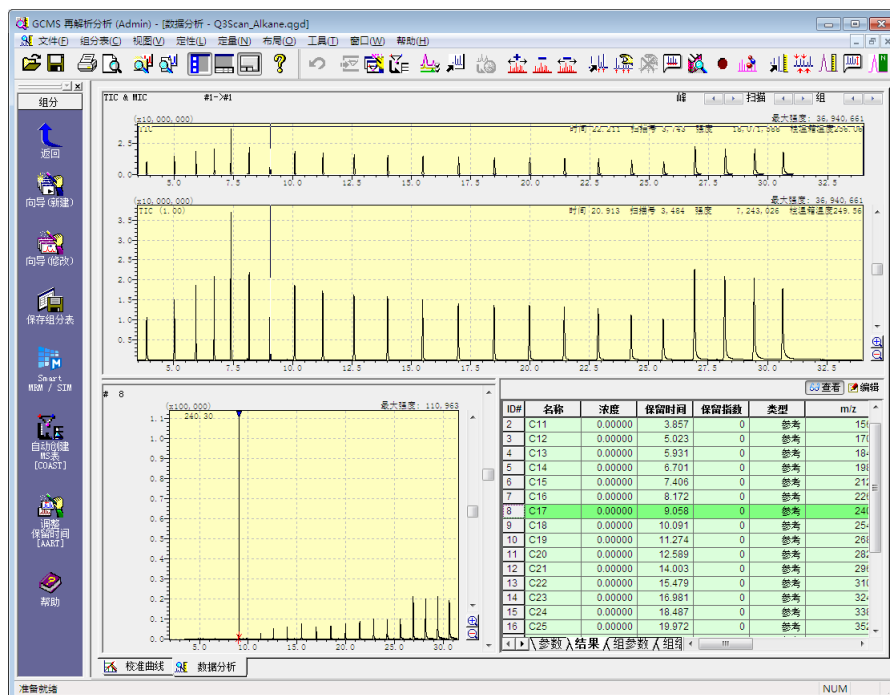
2.3.2 识别正构烷烃

- 1 启动 [GCMS 再解析] 程序，单击 [再解析] 助手栏的 （创建组分表）图标。
打开 [创建组分表] 模式的窗口。
- 2 加载第8页的“2.3.1 测定正构烷烃混合标准溶液”的步骤所采集的5 μ g/mL正构烷烃的数据文件。

3 确认和修改识别结果。 错误识别时，请执行手动识别或手动峰积分，以便正确识别。



检测的正构烷烃数量与组分表内登录的正构烷烃数量可能因测定条件而有所不同。



4 分析结束后，单击工具栏的 (保存) 按钮。 将在数据文件内保存识别结果。 为方便后续操作，请勿关闭正构烷烃的数据文件。

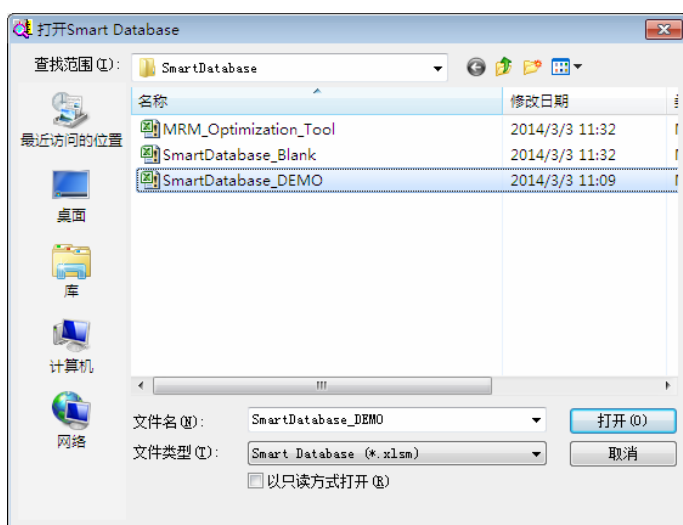
2.4 创建组分表及MS表

本节对使用Smart Database创建方法文件组分表及MS表的步骤进行说明。

2.4.1 打开Smart Database

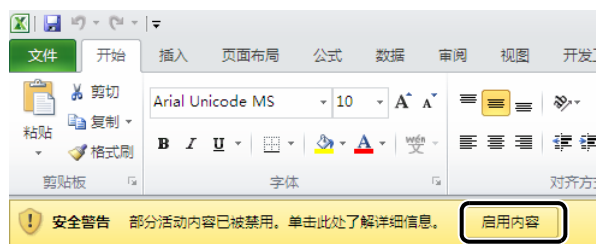
1 单击 [组分] 助手栏的  (Smart MRM/SIM) 图标。
打开Smart Database窗口。

2 选择需使用的**Smart Database** (Excel文件), 单击 [打开]。
打开目标Smart Database。

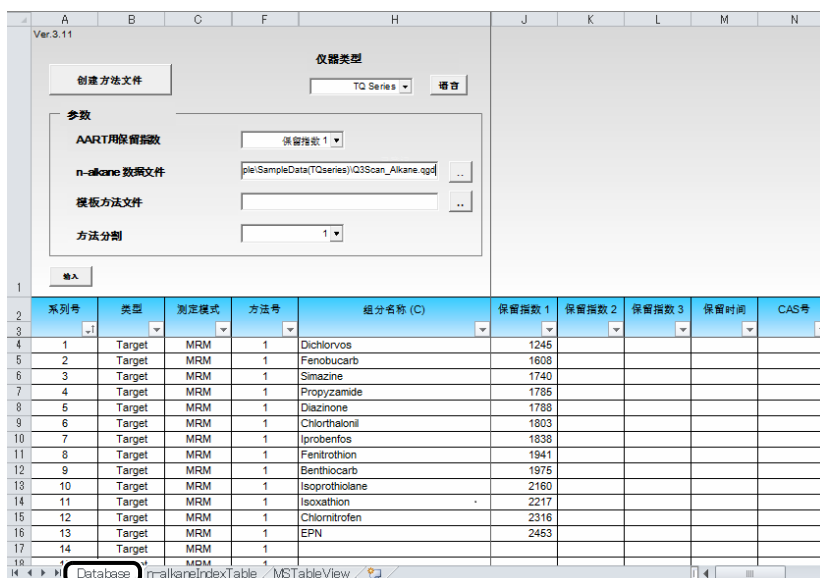


注释

如下图所示, Excel的信息栏内显示 [安全警告] 时, 单击 [启用内容]。



3 显示 [Database] 表。



4 在 [仪器类型] 中选择使用的仪器。



5 单击 [语言] 按钮，设置组分语言和显示语言后，单击 [OK]。



组分语言：选择组分名称的标记语言。可以选择简体中文、英文和日文。

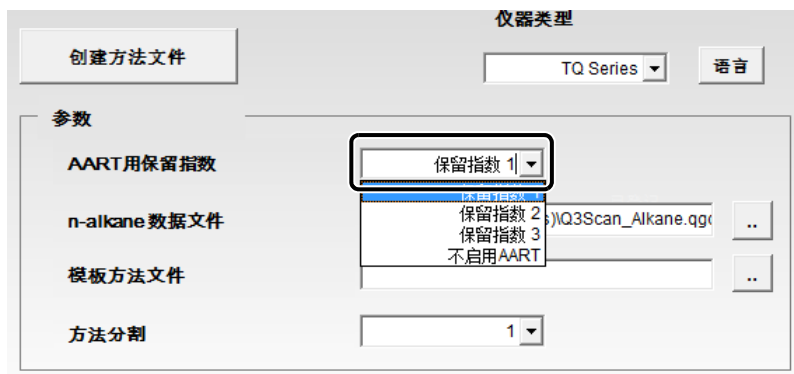
显示语言：选择Smart Database的窗口显示语言。



此处设置将保存至Smart Database。

2.4.2 设置参数

1 从 [AART用保留指数] 的下拉菜单中选择仪器中安装的分析色谱柱的保留指数。



2 确认已加载第 8 页的“2.3 测定和识别正构烷烃”中打开的数据文件。



3 单击 [模板方法文件] 的  (加载文件) 按钮，选择模板方法文件。





待建方法文件内除MS表以外的GC/MS分析条件（GC分析参数、检测器电压等）及分析参数（定量参数、定性参数等），将使用模板方法文件内指定文件的设置值。



注释

如果使用SmartDatabase Ver.3.00，将无法通过本步骤的操作指定模板方法文件。除MS表以外的GC/MS分析条件将设置为指定的[n-alkane 数据文件]的条件。关于分析参数，如果在[AART用保留指数]中选择[保留指数1]～[保留指数3]，将设置为初始文件（参考下述文件名）的条件。如果在[AART用保留指数]中选择[不启用AART]，将设置为[模板方法文件]内指定方法文件的条件。

GCMS-TQ 系列：GCMSsolution安装文件夹的\System\SmartDB_MethodTQ.qgm

GCMS-QP 系列：GCMSsolution安装文件夹的\System\SmartDB_Method.qgm



注释

参数内[详细]按钮的设定，仅适用于异味分析系统的分析。通常情况下，没有必要变更此设定。

2

2.4.3 选择目标组分

1

对于无需测定的组分，使用[Delete]键删除[类型]栏的“Target”，设为空白栏。

创建组分表时不会反映无需测定的组分（[类型]栏为空白的行）。当测定化合物作为内部标准物质进行测定时设定为“ISTD”。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)
1	Target	MRM	1	Dichlorvos
2	Target	MRM	1	Fenobucarb
3	Target	MRM	1	Simazine
4	Target	MRM	1	Propyzamide
5		MRM	1	Diazinone
6		MRM	1	Chlorthalonil
7	Target	MRM	1	Iprobenfos
8	Target	MRM	1	Fenitrothion
9	Target	MRM	1	Benthiocarb
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane
11	Target	MRM	1	Isoxathion
12	Target	MRM	1	Chloritrofen
13	Target	MRM	1	EPN



注释

将[类型]设定为“ISTD”时，请设定[ISTD组]的数值。不设定[ISTD组]的数值的情况下，创建方法时会出现错误，而导致无法创建方法。



已设混合标准溶液信息的Smart Database可以通过以下步骤，仅将混合标准溶液内所含组分设置为测定对象。

参数

AART用保留指数: 保留指数 1

n-alkane 数据文件: e:\SampleData(TQseries)\Q3Scan_Alkanes.qg

模板方法文件: p(TQseries)\SmartDatabase_MethodTQ.qgm

方法分割: 1

输入

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)
1	Target	MRM	1	Dichlorvos
2	Target	MRM	1	Fenobucarb
3	Target	MRM	1	Simazine
4	Target	MRM	1	Propyzamide
5	Target	MRM	1	Diazinone
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil
7	Target	MRM	1	Iprobenfos

筛选

1

2

- 1 勾选需使用的混合标准溶液。
可以选择多种混合标准溶液。
- 2 单击 [筛选] 按钮。
仅将所选混合标准溶液内所含组分自动设置为 “Target”，并重新排序。



需将组分的排列顺序恢复原状时，请通过 [系列号] 单元格进行升序排列。

系列号

类型

测定模式

方

升序(S)

降序(Q)

按颜色排序(I)

2.4.4 设置测定模式

设置MRM模式或SIM模式等测定模式。

- 需创建扫描模式的方法文件时，请参考第49页的“附录A.1 创建扫描模式方法文件”。
- 需为各组分单独指定MRM模式、SIM模式或扫描模式后进行测定时，请参考第51页的“附录A.2 创建包含多种测定模式的方法文件”。

1 确认目标组分的「测定模式」栏已设置为“MRM”。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)
1	Target	MRM	1	Dichlorvos
2	Target	MRM	1	Fenobucarb
3	Target	MRM	1	Simazine
4	Target	MRM	1	Propyzamide
5		MRM	1	Diazinone
6		MRM	1	Chlorthalonil
7	Target	MRM	1	Iprobenfos
8	Target	MRM	1	Fenitrothion
9	Target	MRM	1	Benthiocarb
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane
11	Target	MRM	1	Isoxathion
12	Target	MRM	1	Chlornitrofen
13	Target	MRM	1	EPN



需使用Q3SIM模式或SIM模式进行测定时，请从第1行「测定模式」单元格的下拉菜单中选择“SIM”，通过复制和粘贴操作在目标组分的「测定模式」栏内设置“SIM”。

2

2.4.5 选择离子

- 使用MRM模式时，选择用于定量的离子对（目标离子）和用于识别的离子对（参考离子）。
- 使用Q3SIM模式或SIM模式时，选择目标离子和参考离子。

初始状态下已选择离子1、离子2等。需更改时，请确认质量及比率并进行选择。

[类型] 栏内设置为“T”时可用作目标离子，设置为“Ref.”时可用作参考离子。最多可以设置1个目标离子和5个参考离子。

1 确认登录的离子对或离子。

2 需更改或添加离子时，从 [类型] 单元格的下拉菜单中进行选择。

<使用MRM模式测定的组分>

MRM transition

离子1				离子2				离子3			
类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
T	109.00>79.00	6	100.00	Ref.1	185.00>93.00	15	53.77	Ref.2	185.00>109.00	18	19.14
T	121.00>77.10	21	100.00	Ref.1	150.00>121.10	12	66.40	Ref.2	121.00>103.10	15	52.78
T	201.00>173.10	6	100.00	Ref.1	201.00>186.10	6	34.31	Ref.2	201.00>138.20	12	26.46
T	173.00>145.00	15	100.00	Ref.1	175.00>147.00	15	60.66	Ref.2	173.00>109.10	27	50.00
T	304.00>179.10	15	100.00	Ref.1	179.00>137.20	18	84.83	Ref.2	179.00>122.20	24	70.27
T	264.00>168.00	24	100.00	Ref.1	266.00>170.00	24	70.64	Ref.2	266.00>168.00	27	67.68
T	204.00>91.10	9	100.00	Ref.1	204.00>121.10	27	41.41	Ref.2	246.00>204.00	6	32.95
T	277.00>260.10	6	100.00	Ref.1	277.00>109.10	15	69.49	Ref.2	260.00>125.00	12	35.35
T	100.00>72.10	6	100.00	Ref.1	257.00>100.10	12	18.85	Ref.2	257.00>72.10	21	9.27
T	204.00>118.00	6	100.00	Ref.1	290.00>118.00	12	51.38	Ref.2	290.00>204.10	6	45.53
T	177.00>130.00	9	100.00	Ref.1	313.00>177.10	9	42.97	Ref.2	177.00>116.10	12	38.24
T	317.00>287.00	12	100.00	Ref.1	317.00>196.00	24	51.24	Ref.2	287.00>196.10	15	42.86
T	169.00>141.10	6	100.00	Ref.1	169.00>77.10	21	51.94	Ref.2	157.00>77.10	21	43.74

<使用SIM模式测定的组分>

Scan或SIM用m/z

离子1			离子2		
类型	m/z	比率	类型	m/z	比率
T	109.0	100.00	Ref.1	185.0	27.75
T	121.0	100.00	Ref.1	150.0	31.94
T	201.0	100.00	Ref.1	186.0	64.73
T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.83
T	179.0	100.00	Ref.1	152.0	55.46
T	266.0	100.00	Ref.1	264.0	78.02
T	204.0	100.00	Ref.1	91.0	202.13
T	277.0	100.00	Ref.1	260.0	82.52
T	100.0	100.00	Ref.1	72.0	48.69
T	189.0	100.00	Ref.1	118.0	187.42
T	177.0	100.00	Ref.1	105.0	250.72
T	317.0	100.00	Ref.1	319.0	97.90
T	157.0	100.00	Ref.1	169.0	68.44

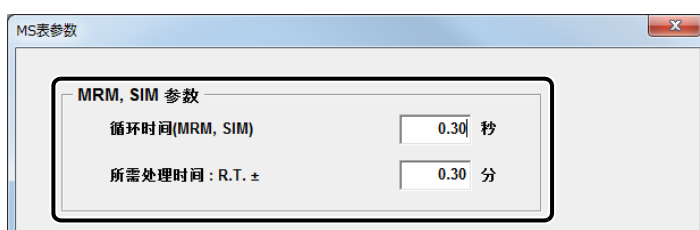
2.4.6 创建MS表

设置用于创建MS表的参数。

- 1 单击「创建方法文件」按钮。
打开「MS表参数」窗口。



- 2 输入参数。



- 循环时间（MRM，SIM）

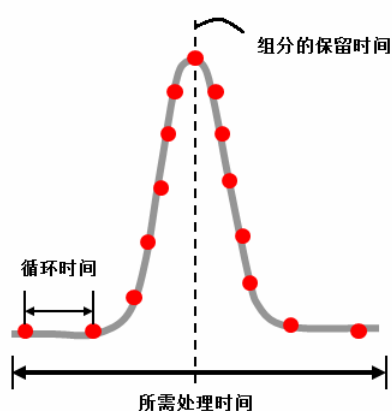
1个组内设置的所有组分的事件时间总和。例如，设置为0.3 sec后，则每0.3秒对各组分进行数据采集。为确保良好的重复性，每个峰需要10个以上的数据采集点。但是，如果缩短循环时间，处理1个离子对或离子所需要的时间也将缩短，灵敏度也将下降。

推荐值：0.2–0.5 sec

- 所需处理时间

表示以各组分的保留时间为中心进行测定的时间范围。例如，设置为0.3 min后，将在保留时间 ± 0.3 分钟（0.6分钟内）的范围内采集各组分的数据。请使用创建的方法文件测定标准样品或未知样品，确认保留时间的偏差。确认杂质等因素导致的保留时间偏差及峰宽（拖尾等）后，在必要时进行设置。

推荐值：0.2–0.5 min



**注释**

此处设置的要求处理时间适用于所有测定对象化合物。需要个别指定特定化合物的要求处理时间的情况下，请按照下述所示，在 [Database] 表中，设定需要变更的化合物的 [要求处理时间的个别指定] 列的数值。

设定例子

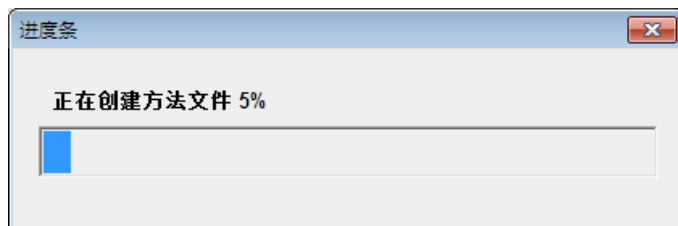
组分名称 (C)	要求处理时间的个别指定 R.T. - X min	要求处理时间的个别指定 R.T. + Y min
Dichlorvos		
Fenobucarb		
Simazine		0.50
Propyzamide		
Diazinone	0.50	0.50
Chlorthalonil		
Iprobenfos		

另外，对设置为空白的化合物，则使用在 [MS 表参数] 对话框中设置的要求处理时间。只有化合物需要设定的要求处理时间与 [MS 表参数] 对话框的设置不同时，方可使用。

3

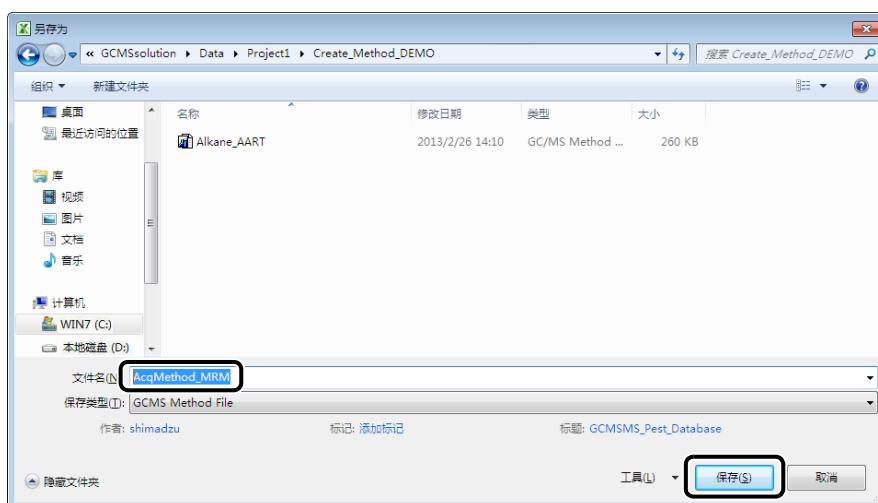
单击 [OK]。

显示 [进度条] 窗口。根据步骤2中设置的参数，自动创建已设置MS表和组分表的方法文件。

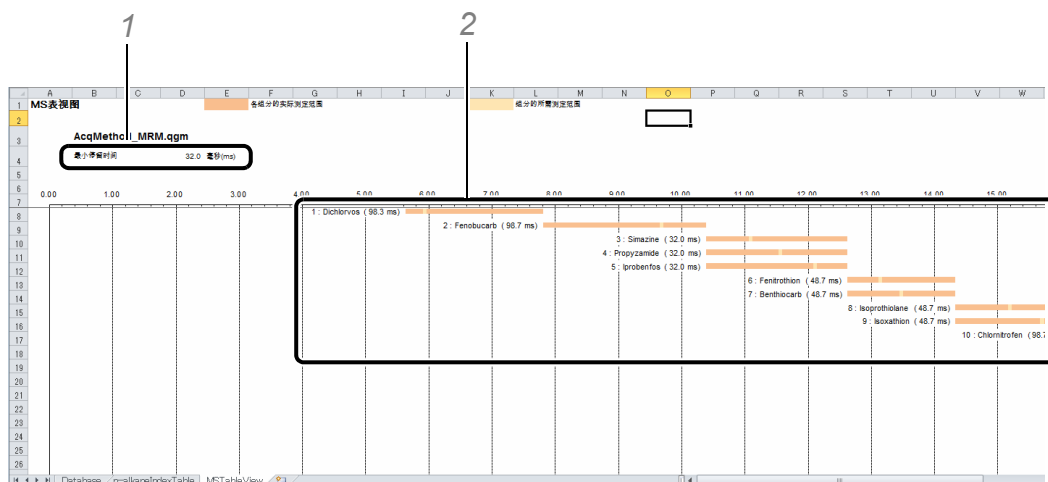


4

创建方法文件后将显示 [另存为] 窗口。为文件命名后，单击 [保存] 按钮。显示 [MSTableView] 表。



5 在此可以确认目标组分的MRM及SIM测定时间范围。



提示

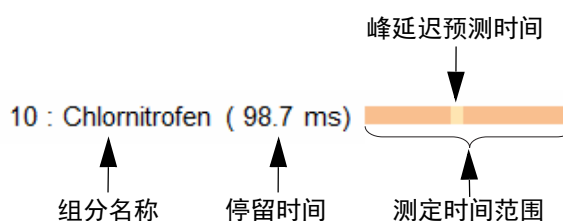
1 可在 [MSTableView] 表内确认所有目标组分的最短停留时间。

最小停留时间

18.7 毫秒(ms)

停留时间：各目标组分的每个离子对（每个离子）的测定时间称为停留时间。停留时间越长，测定时的灵敏度越高。

2 可确认各目标组分的每个离子对（每个离子）的停留时间。



6 命名并保存Smart Database。



2.5 修改方法文件

2.5.1 调整测定条件

请使用创建的方法文件测定标准样品或未知样品。

确认采集数据的灵敏度及分离效果，如有必要，应调整方法文件。

提高分离效果： 1. 更改为不受基体影响的离子对或离子

提高灵敏度： 1. 更改为强度更高的离子对或离子

2. 减少离子对或离子的数量（例：将参考离子设置为1个）

3. 增大检测器电压

4. 分割方法文件

■ 更改检测器电压

按照第16页的“2.4.5 选择离子”的步骤进行更改。

■ 更改检测器电压

1 打开 [数据采集] 窗口，加载第17页的“2.4.6 创建MS表”中保存的方法文件。

2 设置 [MS] 标签的 [检测器电压]。

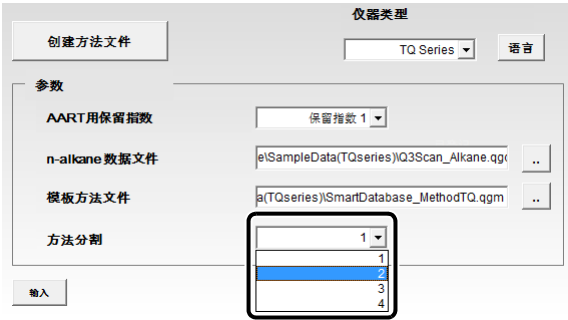
SIM模式：	[相对于调谐结果]	0.1 – 0.3kV
MRM模式：	[绝对值]	1.6 – 2.0kV

3 覆盖保存方法文件。

■ 分割方法文件

根据目标组分数量（300种组分以上）、所选离子对数量或离子数量，停留时间可能极其短暂。灵敏度不高时，可以通过分割方法文件延长停留时间。

- 1
- 2
- 打开已命名并保存的Smart Database的 [Database] 表。
从 [方法分割] 的下拉菜单中选择 “2”。



将在 [方法号] 列内交替设置测定方法文件的编号。
确认目标组分所分配的方法文件。
可以根据需要更改方法号。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)
1	Target	MRM	1	Dichlorvos
2	Target	MRM	2	Fenobucarb
3	Target	MRM	1	Simazine
4	Target	MRM	2	Propyzamide
5	Target	MRM	1	Diazinone
6	Target	MRM	2	Chlorthalonil
7	Target	MRM	1	Iprobenfos
8	Target	MRM	2	Fenitrothion
9	Target	MRM	1	Benthiocarb
10	Target	MRM	2	Isoprothiolane
11	Target	MRM	1	Isoxathion
12	Target	MRM	2	Chlornitrofen
13	Target	MRM	1	EPN

- 3
- 单击 [创建方法文件] 按钮。
此后请按照第 17 页的 “2.4.6 创建MS表 ” 的步骤进行操作。
根据分割数量保存方法文件。

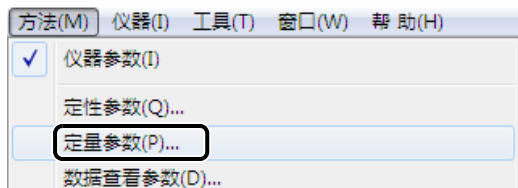
2.5.2 设置定量参数

进行定量分析时，需设置校准曲线信息。

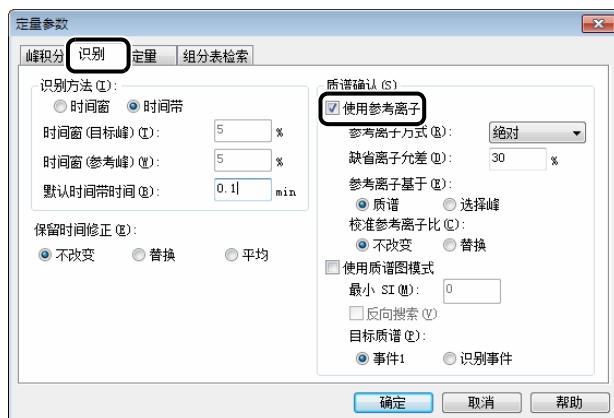
1 启动 [GCMS实时分析] 程序，打开 [采集] 窗口。

2 加载已调整测定条件的方法文件。

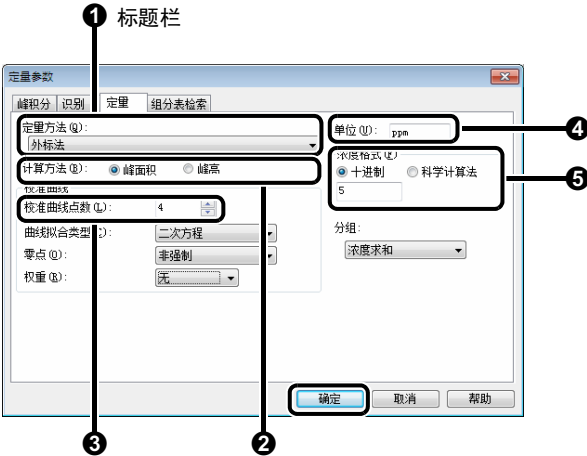
3 单击 [方法] 菜单的 [定量参数]。



4 单击 [识别] 标签，勾选 [使用参考离子]。
如果已预先勾选 [使用参考离子]，则无需执行本操作。



5 单击 [定量参数] 标签，输入定量方法等参数。



2

编号	项目	说明
①	定量方法	- 外标法：通过使用标准样品中目标组分的绝对量（浓度）和其峰面积或峰高绘制的校准曲线执行定量。 - 内标法：将内标添加到样品，对样品进行分析，依照内标化合物，用相对灵敏度率和定量率之间的关系定量执行。
②	计算方法	选择 [峰面积] 或 [峰高]。通常选择 [峰面积]。
③	校准曲线点数	输入校准曲线浓度级别数。
④	单位	设置用于报告的浓度单位。
⑤	浓度格式	设置用于表示浓度的有效数字的位数。

6 单击 [组分表] 标签, 根据需要修改组分表。



- 1 使用内标法进行定量时, 将内标物的 [类型] 栏更改为 [ISTD]。如图所示, 目标组分与校正用内标物的 [ISTD] 栏内应设置相同数值。
- 2 输入用于绘制校准曲线的标准样品浓度。
需批量设置浓度时, 请输入第1行浓度值, 选择该行并复制后, 选择需设置的所有行, 粘贴浓度值。
所有内标物的浓度级别栏内均请输入“1”。

7 单击 [确定]。

8 单击工具栏的 (保存), 覆盖保存方法文件。

9 请使用创建的方法文件测定标准样品及未知样品。

	样品编号	样品名称	样品类型	分析类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1	Pesticides_STD01	1.标准 (I)	IT QT	AcqMethod_MRM.qgm	Pesticides_STD01.qgd	1
2	2	Pesticides_STD02	1.标准	IT QT	AcqMethod_MRM.qgm	Pesticides_STD02.qgd	2
3	3	Pesticides_STD03	1.标准	IT QT	AcqMethod_MRM.qgm	Pesticides_STD03.qgd	3
4	4	Pesticides_STD04	1.标准	IT QT	AcqMethod_MRM.qgm	Pesticides_STD04.qgd	4
5	5	Unknown Sample	0.未知物	IT QT	AcqMethod_MRM.qgm	Pesticides_unknown.qgd	1

2.5.3 调整识别参数

如果目标组分的浓度较低或受杂质影响，将可能难以对目标组分进行自动识别。虽能检测出目标组分，但显示以下信息时，可通过调整识别参数，降低自动识别的难度。

1 Dichlorvos 在时间窗/时间带范围内没有发现峰。

识别范围内未检测出峰时的信息

7 Iprobenfos 参考离子比率不匹配。

已测组分的参考离子比超出允许误差时的信息



• 关于识别范围

设置根据保留时间进行识别时的允许误差。有2种设置方法，分别为“时间窗”和“时间带”。升温分析通常选择“时间带”。

[时间带]：使用绝对时间设置峰顶的允许时间范围。

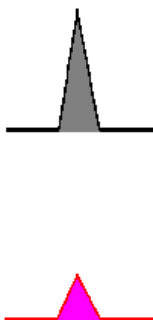
允许时间范围（分钟）= 标准保留时间（分钟）± 时间带（分钟），假设标准保留时间为5.0分钟，时间带为0.5分钟，根据5.0分钟±0.5分钟，可以得到允许时间范围为4.5分钟至5.5分钟。

• 关于离子比允许误差

设置根据参考离子比进行识别时的允许误差。有2种设置方法，分别为“绝对允许”和“相对允许”。如果选择“相对允许”，将根据各组分的离子比设置允许误差。

参考离子比较小时

(例) 目标离子 : 100 %
参考离子 : 20 %
离子比允许误差: 30 %

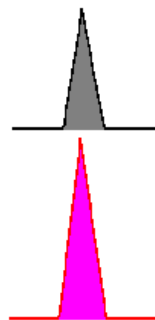


[绝对允许]
 $20 \pm 30\% = 0 \sim 50\%$
→ 即使未检测出参考离子，仍能进行识别

[相对允许]
 $20 \pm 20 \times \frac{30}{100} \% = 14 \sim 26\%$

参考离子比较大时

(例) 目标离子 : 100 %
参考离子 : 400 %
离子比允许误差: 30 %



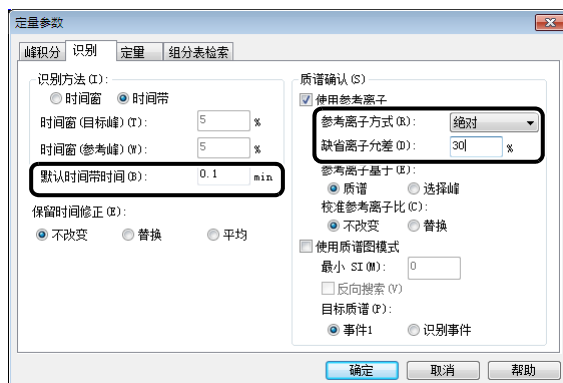
[绝对允许]
 $400 \pm 30\% = 370 \sim 430\%$
→ 离子比的限定范围变窄

[相对允许]
 $400 \pm 400 \times \frac{30}{100} \% = 280 \sim 520\%$

1 启动 [GCMS 再解析] 程序，单击 [再解析] 助手栏的  (定量) 图标。

2 打开标准样品或未知样品的测定数据。

3 单击 [定量] 助手栏的  (峰积分) 图标，自由更改下图黑框内的值后单击 [确定]。



4 确认结果，如有必要，应重复步骤3的操作，更改识别参数的值。

5 如需分别为各组分更改识别参数的值，应单击组分表右上的 [编辑]，对每行更改参考离子的允许误差或时间带。

查看 编辑		
参考离子	时间带	
185.00>133.00-185.00>109.00	0.300	
150.00>121.10-121.00>103.10	缺省	
201.00>186.10-186.00>91.00	缺省	
175.00>147.00-173.00>109.10	缺省	
179.00>137.20-179.00>122.20	缺省	
266.00>168.00-266.00>170.00	缺省	
204.00>121.10-246.00>204.00	缺省	
277.00>109.10-277.00>125.00	缺省	

参考离子比率 - ID#: 1 - Target m/z: 109.00>79.00		
参考号	比率	允许误差
1	48.62	70
2	18.19	10
3	0.00	缺省
4	0.00	缺省
5	0.00	缺省



注释

如果组分表内未显示 [时间带] 项目，请在组分表上右击，选择 [表样式] 后，在显示项目内添加 [时间带]。

6 单击组分表右上的 [显示]，选择 [文件] 菜单的 [方法文件另存为] 后，保存方法文件。



使用创建的方法文件进行日常分析。

对分析色谱柱进行维护 (截断或更换) 后，需要调整组分表的保留时间。请参考第 63 页的“附录 C 使用 AART 调整方法文件的保留时间”进行调整。

方法文件内未登录保留指数时，请使用扫描模式测定目标组分，并参考第 61 页的“附录 B 不使用 AART 功能而调整保留时间”再次创建方法文件。

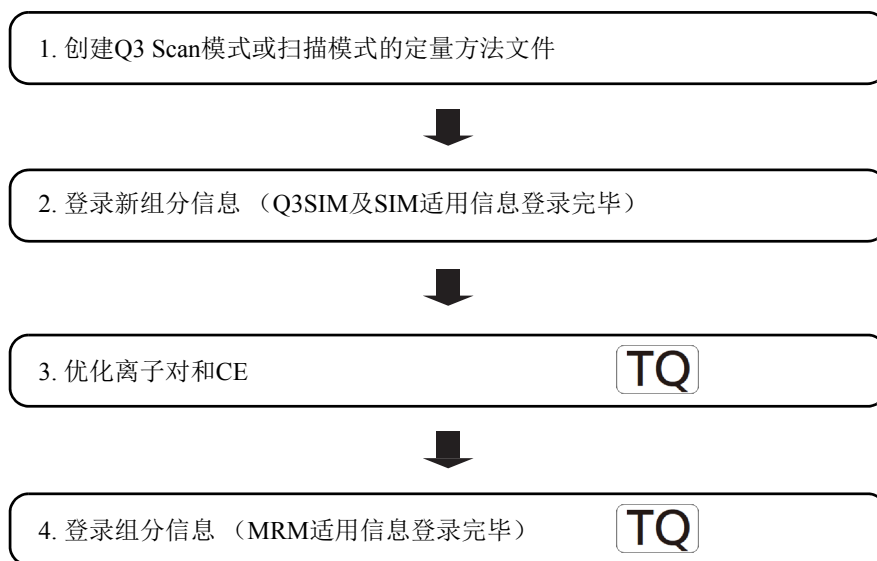
3

向Smart Database添加新组分信息

本章对向Smart Database添加新组分信息的步骤进行说明。

3.1 向各种Smart Database添加新组分信息的流程

登录新组分信息的流程如下所示：



3

3.2 分析的准备作业

请安装支持所用Smart Database的分析色谱柱，并进行系统配置和自动调谐。同时请创建各文件的保存文件夹。

📖 参考

操作方法请参考《GCMS操作指南-基本操作篇》。

3.3 创建扫描模式的定量方法文件

制备新组分（使用内标法进行定量时也包括内标物）的混合标准溶液（1~10 mg/L），使用扫描模式进行测定。

3.3.1 使用扫描模式采集目标组分的数据

请使用扫描模式的方法文件，对混合标准溶液进行数据采集。

操作方法请参考《GCMS操作指南-基本操作篇》的“4 定性分析”。

3.3.2 创建组分表

根据混合标准溶液的测定数据创建组分表，并在方法文件内保存该组分表。操作方法请参考《GCMS操作指南-基本操作篇》的“5.1.1 创建组分表”。目标离子和参考离子应设置质量较大（选择性强）、强度较高（灵敏度高）的离子（ m/z ）。此时事先覆盖保存测定数据文件。

3.3.3 将保留指数登录到组分表

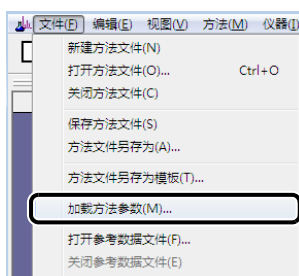
测定并识别正构烷烃，将目标组分的保留指数登录组分表。

- 新建Smart Database时，请按照以下操作步骤创建正构烷烃测定专用方法文件后，执行数据采集。
- 在现有Smart Database内登录保留指数时，请使用目标Smart Database所对应的正构烷烃测定专用方法文件，执行步骤8之后的操作。
- 无需在Smart Database内登录保留指数时，请执行第33页的“3.4 添加新组分信息”之后的操作。

1 单击 [GCMS实时分析] 程序 [实时] 助手栏的  （数据采集）图标。

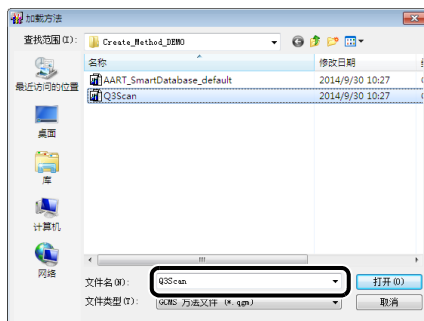
2 复制C:\GCMSsolution\SmartDatabase内保存的AART_SmartDatabase_default.qgm，粘贴至第27页的“3.2 分析的准备作业”中创建的文件夹后打开。

3 选择 [文件] 菜单的 [加载方法参数]。
打开 [加载方法] 窗口。

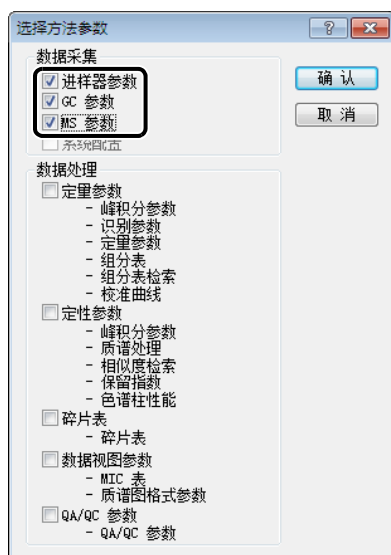


4 选择第 28 页的“3.3.1 使用扫描模式采集目标组分的数据”中使用的目标组分方法文件，单击 [打开]。

打开 [选择方法参数] 窗口。



5 勾选 [数据采集] 内的所有参数，单击 [确认]。



6 在 [MS参数] 的 [开始m/z] 和 [结束m/z] (测定质量范围) 内输入 50 - 500。

7 命名并另存方法文件。(例 Alkane_AART.qgm)

8 测定 5 µg/mL 的正构烷烃混合标准溶液。

	样品瓶号	样品名称	分析类型	方法文件	进样体积
1	1	n-Alkane 5ug/mL	IT QT	Alkane_AART.qgm	1



注释

请根据分析条件适当更改正构烷烃的调整浓度。以上为无分流进样分析的示例。

9

单击 [GCMS 再解析] 程序 [再解析] 助手栏的  (创建组分表) 图标, 加载正构烷烃的数据文件。

10

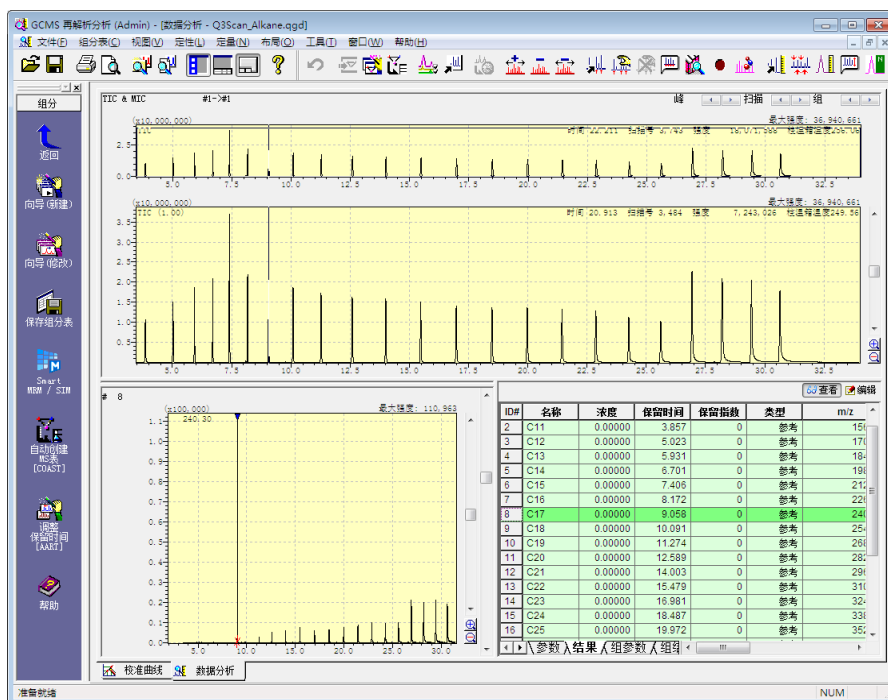
确认和修改识别结果。

错误识别时, 请执行手动识别或手动峰积分, 以便正确识别。



提示

检测的正构烷烃数量与组分表内登录的正构烷烃数量可能因测定条件而有所不同。



11

分析结束后, 覆盖保存数据文件。

将保存识别结果。

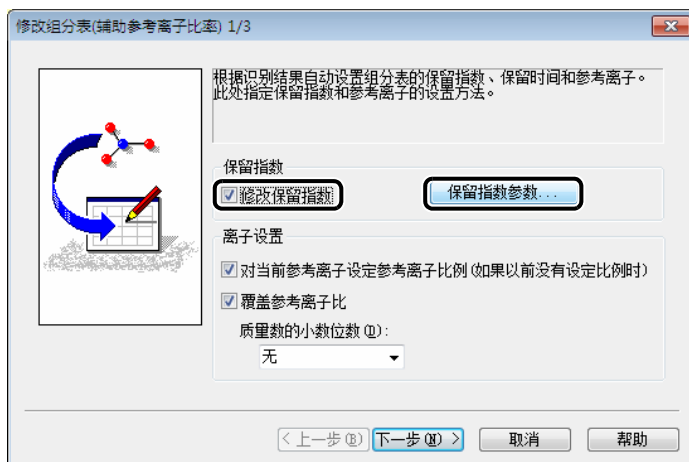
12

加载第 28 页的 “3.3.2 创建组分表” 中保存的目标组分数据文件。

13

单击 [组分] 助手栏的  (向导 (修改)) 图标。
打开 [修改组分表] 窗口。

- 14** 勾选 [修改保留指数]，单击 [保留指数参数] 按钮。
打开 [定性参数] 窗口。

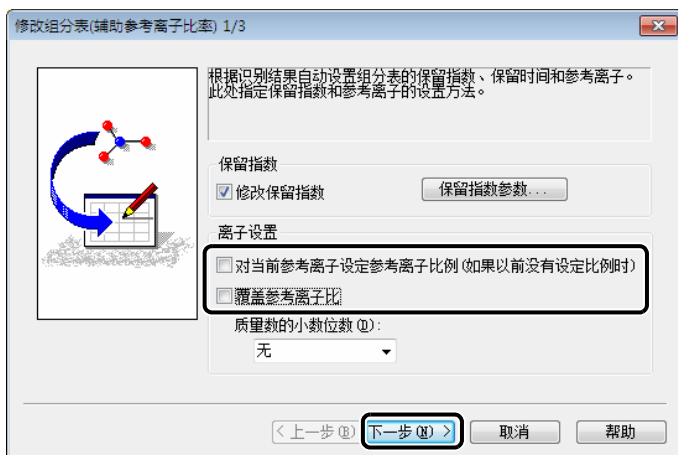


- 15** 单击 [从数据文件加载] 按钮，加载步骤11中保存的正构烷烃数据文件。
将加载正构烷烃的识别结果。



- 16** 单击 [确定]，关闭窗口。

- 17** 将 [离子设置] 下的所有选项取消勾选，依次单击 [下一步] 后，单击 [完成]。
保留指数将登录到组分表。



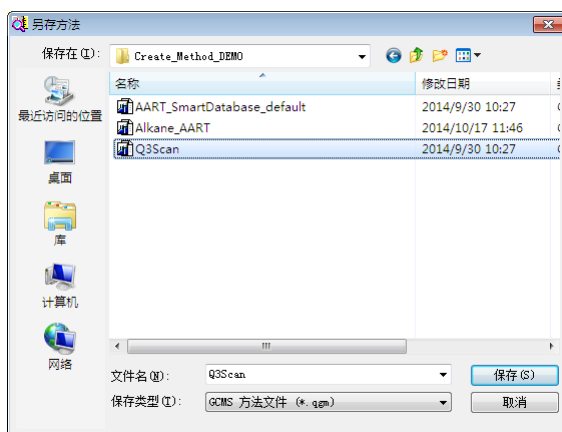
3.3.4 创建定量方法文件

在目标组分的扫描模式方法文件内覆盖保存已登录保留指数的组分表。同时覆盖保存数据文件。

- 1** 保存数据文件。



- 2** 单击 [文件] 菜单的 [方法文件另存为]，覆盖保存为目标组分扫描模式的方法文件。



3.4 添加新组分信息

通过简单操作即可将组分信息从创建的定量方法文件登录数据库。

- 新建Smart Database时，请打开C:\GCMSolution\SmartDatabase内的“SmartDatabase_Blank.xls”，命名并另存文件。
- 在现有Smart Database内添加组分信息时，请打开现有Smart Database。

1 打开**Smart Database**，显示 **[Database]** 表。

2 在现有**Smart Database**内进行添加时，从 **[AART用保留指数]** 的下拉菜单中选择分析所用色谱柱的 **[保留指数]**。

新建Smart Database时无需执行本项操作。



3 单击 **[输入]** 按钮。

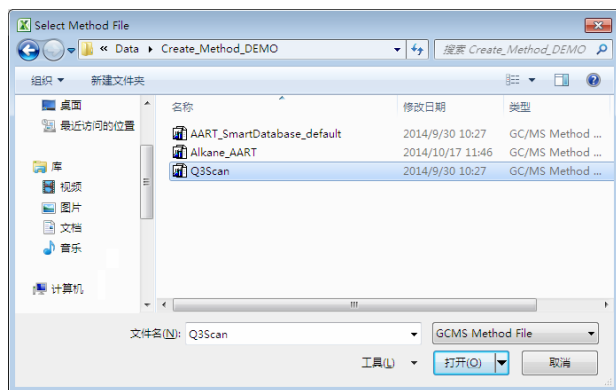
显示方法文件的选择窗口。

输入

系列号	类型	测定模式	方法号
1	Target	MRM	1
2	Target	MRM	1
3	Target	MRM	1

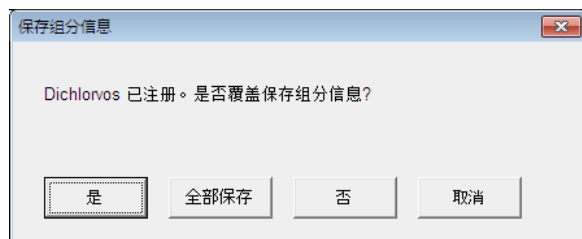
4 选择第 32 页的“3.3.4 创建定量方法文件”中保存的扫描模式定量方法文件，单击 [打开] 按钮。

组分名称、离子 (m/z)、保留指数、保留时间及标准质谱将登录到Smart Database。



提示

Smart Database中已登录组分信息时，将显示以下确认信息。



是： 登录并覆盖确认信息中提示组分的信息。

全部保存：对需登录的所有组分登录并覆盖信息。

否： 不登录确认信息中提示组分的信息，跳过该组分。

取消： 停止登录。

- 通过组分名称是否一致判断是否为同一组分。
- 登录并覆盖时，不会覆盖保留指数。
- 登录并覆盖Scan或SIM用 m/z 时，将删除Smart Database内登录的所有Scan或SIM用 m/z 。但不会删除MRM离子对。

5 覆盖保存Smart Database。

将登录适用于扫描模式及SIM模式的组分信息。

如需创建SIM模式的方法文件，请执行第7页的“2 创建方法文件”之后的操作。

导入					Scan或SIM用m/z					
系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	类型	m/z	比率	类型	m/z	比率
1	Target	MRM	1	Dichlorvos	T	109.0	100.00	Ref.1	185.0	27.75
2	Target	MRM	1	Fenobucarb	T	121.0	100.00	Ref.1	150.0	31.94
3	Target	MRM	1	Simazine	T	201.0	100.00	Ref.1	186.0	64.73
4	Target	MRM	1	Propyzamide	T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.83
5	Target	MRM	1	Diazinone	T	179.0	100.00	Ref.1	152.0	55.46
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil	T	266.0	100.00	Ref.1	264.0	78.02
7	Target	MRM	1	Iprobenfos	T	204.0	100.00	Ref.1	91.0	202.13
8	Target	MRM	1	Fenitrothion	T	277.0	100.00	Ref.1	260.0	82.52
9	Target	MRM	1	Benthiocarb	T	100.0	100.00	Ref.1	72.0	48.69
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane	T	189.0	100.00	Ref.1	118.0	187.42
11	Target	MRM	1	Isoxathion	T	177.0	100.00	Ref.1	105.0	250.72



提示

- 已存有MRM模式定量方法文件时，从上述步骤3)开始重新操作，并选择现有MRM模式定量方法文件即可添加MRM模式适用信息。此时，如果组分名称相同，将在登录完毕的SIM模式适用信息的同一行内骤行添加。
- 关于 [用户字段] 及 [筛选]，请参考第47页。

3

3.5 优化离子对和CE TQ

使用MRM模式进行测定时，通过优化离子对及其碰撞能量（CE），可以实现高灵敏度测定。因此，可在第33页的“3.4 添加新组分信息”所创建的Smart Database内添加优化的离子对及其CE。

3.5.1 创建碎片离子扫描模式方法文件

根据Q3 Scan模式下采集的标准样品数据文件，创建碎片离子扫描模式方法文件。

1 单击 **[GCMS 再解析]** 程序 **[再解析]** 助手栏的 （创建组分表）图标。

2 打开第32页的“3.3.4 创建定量方法文件”中保存的数据文件。



提示
Q3 Scan模式的目标离子和参考离子将设置为母离子。每种组分均同时使用多个母离子测定离子对时，设置的母离子数不能超过2个。



注释

因为碎片离子扫描模式需在CID所生成的碎片离子绝对数量较少的状态下进行测定，所以，如果设置的母离子数量较多，可能导致灵敏度低。

3 单击 **[组分]** 助手栏的 （自动创建MS表 **[COAST]**）图标。

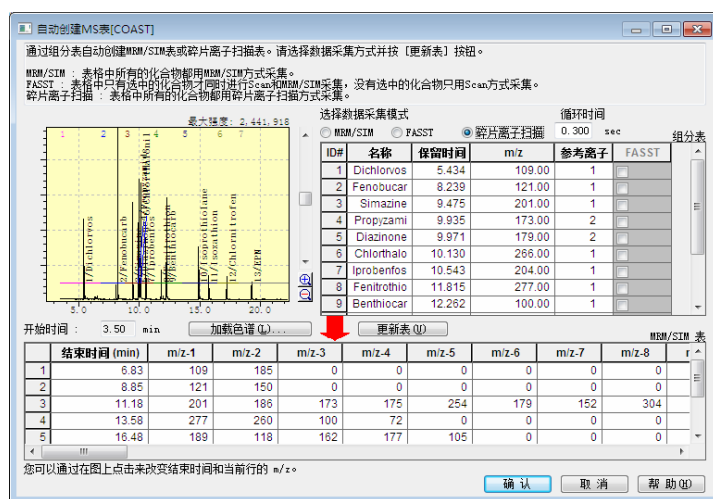
打开 **[选择方法文件]** 窗口。

4 命名（应便于识别为碎片离子扫描模式的方法文件）并单击 **[保存]**。

（例：**TargetComp_ProductionScan.qgm**）

打开 **[自动创建MS表]** 窗口。

5 在 **[选择数据采集模式]** 中选择 **[碎片离子扫描]**。



6 根据需要修改表格。



为确保获得理想的灵敏度，建议将1组（=行）内设置的 m/z 控制在4个以内。如有必要，请执行分组、分割方法文件等操作。

请按照以下步骤进行分组（例：将组3分成2个组）：

1. 单击SIM表的第3行。
2. 在表格上右击，选择 [插入行]。
3. 单击插入的行，通过拖动鼠标，放大色谱图上需划分的部分。
4. 在显示组分名称的峰上和峰中心附近单击。

组3即可分成2个组。

7 单击 [确认]。 将创建碎片离子扫描模式方法文件。

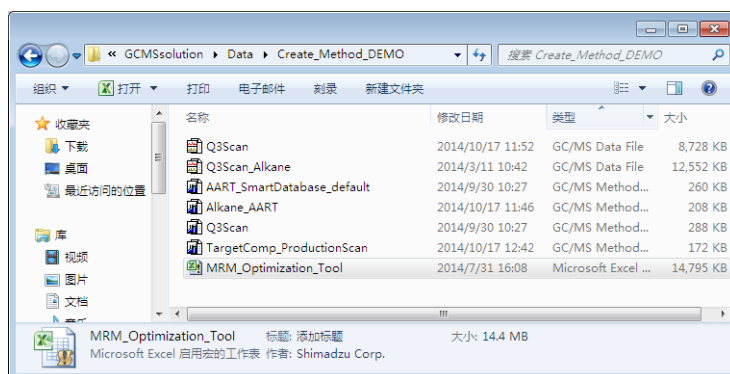


碎片离子扫描模式将自动设置为采集从“ m/z 50”至“母离子的 $m/z + 15$ ”的所有碎片离子。

3.5.2 使用碎片离子扫描模式采集数据

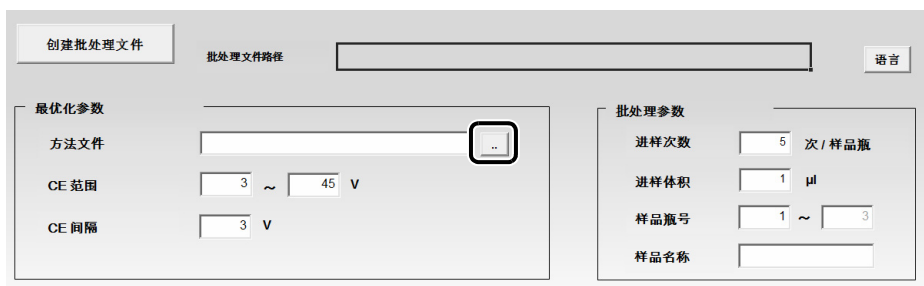
下面对使用MRM最优化工具（MRM_Optimization_Tool.xlsm）以3 V为单位设置CE的多个方法文件（碎片离子扫描模式），以及批处理文件的自动创建步骤进行说明。

- 1 复制C:\GCMSsolution\SmartDatabase内保存的MRM_Optimization_Tool.xlsm，粘贴至第27页的“3.2 分析的准备作业”中创建的文件夹内。

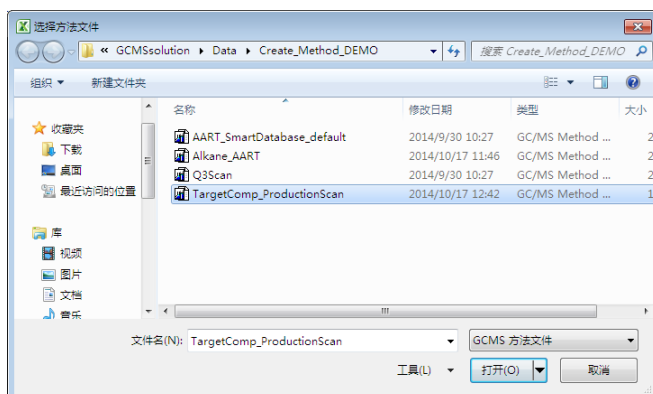


- 2 打开复制的MRM最优化工具，显示 [Create_MethodBatch] 表。

- 3 单击 [方法文件] 的 （加载）按钮。
打开 [选择方法文件] 窗口。



- 4 打开第36页的“3.5.1 创建碎片离子扫描模式方法文件”中创建的碎片离子扫描模式方法文件。



5 输入CE最优化参数。

CE范围： 可设置范围为0V至60V。通常设置为3 V至45 V。

CE间隔： 使用此处设置的V间隔创建多个方法文件。

例如，CE范围设置为3 - 45 V，CE间隔设置为3 V时，将自动创建CE为3、6、9.....42、45 V的调整用方法文件（15个）

3

6 输入用于创建批处理文件的参数。

进样次数：设置1个样品瓶的采样次数。



提示
从1个样品瓶采样时，注射器可以插入10次。使用样品清洗注射器的次数设置为1次时，可以重复分析5次。

进样体积：设置进样体积。

样品瓶号：设置采样的起始样品瓶号。结束样品瓶号将在根据步骤5的CE设置计算所需方法文件数，并根据进样次数计算所需样品瓶数后自动显示。

样品名称：根据需要设置样品名称。

7 单击「创建批处理文件」按钮。

打开「保存批处理」窗口。

8

命名并保存。

[批处理文件路径] 内将显示所建批处理文件的路径。

创建批处理文件

批处理文件路径: C:\GCMSolutionData\Project\Sample Project 201405 201405 TargetComp_ProductionScan.qgm

语言

最优化参数

方法文件: Sample_Project\TargetComp_ProductionSca ..

CE 范围: 3 ~ 45 V

CE 间隔: 3 V

批处理参数

进样次数: 5 次 / 样品瓶

进样体积: 1 µl

样品瓶号: 1 ~ 3

样品名称:

步骤4中所加载方法文件的保存文件夹内将新建文件夹（以日期命名），用于保存各CE设置值的方法文件和批处理文件。

9

将打开创建的文件夹，以便确认内容。

10

使用创建的批处理文件测定混合标准样品（1-10 mg/L）。

将使用便于识别CE设置值的名称自动为数据文件命名。

	样品瓶号	样品名称	分析类型	方法文件	数据文件
1	1		IT QT	CE03V_TargetComp_ProductionScan.qgm	CE03V_TargetComp_ProductionScan.qgd
2	1		IT QT	CE06V_TargetComp_ProductionScan.qgm	CE06V_TargetComp_ProductionScan.qgd
3	1		IT QT	CE09V_TargetComp_ProductionScan.qgm	CE09V_TargetComp_ProductionScan.qgd
4	1		IT QT	CE12V_TargetComp_ProductionScan.qgm	CE12V_TargetComp_ProductionScan.qgd

3.5.3 确定离子对及其最佳CE

使用MRM最优化工具，以第38页的“3.5.2 使用碎片离子扫描模式采集数据”中采集的多个数据文件为基础，确定离子对及其最佳CE。

1

显示第38页的“3.5.2 使用碎片离子扫描模式采集数据”中打开的MRM最优化工具的 [MRM Optimization] 表。

选择数据文件

MRM 最优化

最优化参数

MRM transition数: 3

碎片离子范围: 开始 m/z - 结束 m/z: 50 - (母离子 - 1.5)

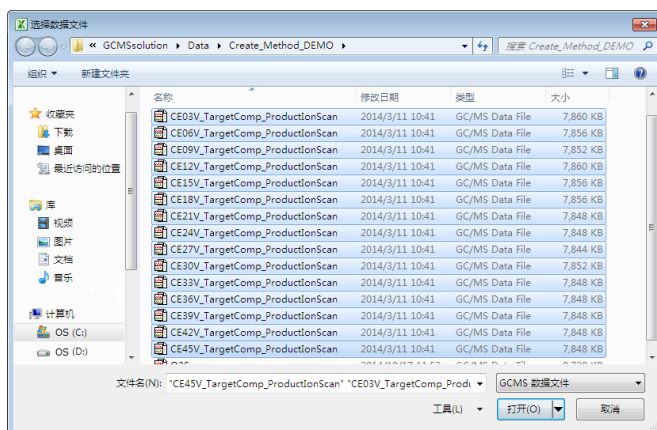
文件名称	No.	组分名称	保留时间	保留指数

2

单击 [选择数据文件] 按钮。

打开 [选择数据文件] 窗口。

- 3 拖动鼠标选择第 38 页的“3.5.2 使用碎片离子扫描模式采集数据”中采集的所有数据文件，单击 [打开]。
加载组分信息。



注释

如果加载的数据中存在未执行定量峰积分的数据，或全体数据内存在未识别的组分，将显示以下信息。此时，请对数据执行定量峰积分并识别所有组分后，再次加载数据。



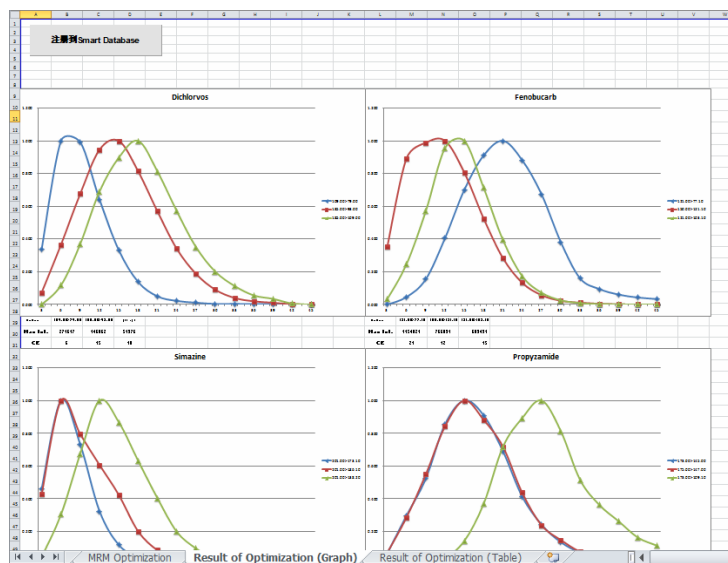
- 4 输入最优化参数。

MRM 离子对数: Smart Database内最多可以登录10个离子对。
碎片离子范围: 输入分析碎片离子的质量范围（开始 m/z 和结束 m/z ）。
结束 m/z 以母离子—设置值的形式指定。
质量小的碎片离子选择性较差，因此通常设置为开始 m/z : 50、结束 m/z : 母离子 (m/z) —2。

- 5 单击 [MRM最优化] 按钮。

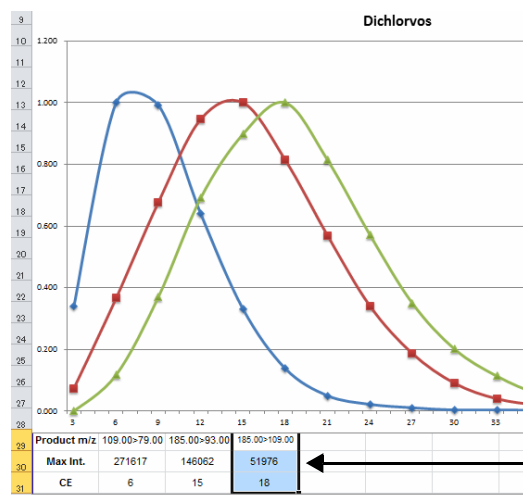
将在碎片离子扫描范围中设置的质量范围内，根据MRM 离子对数中设置的数量，按强度递减的顺序选择离子对。

6 显示 [Result of Optimization (Graph)] 表，确认图表。



提示

图表将按离子对强度递减的顺序显示。可以使用 [Delete] 键删除不需要的离子对后，选择需登录的离子对。



此外，如需删除不需要的离子对图表显示，应通过单击选择需删除的图表，从右键菜单选择 [删除]。

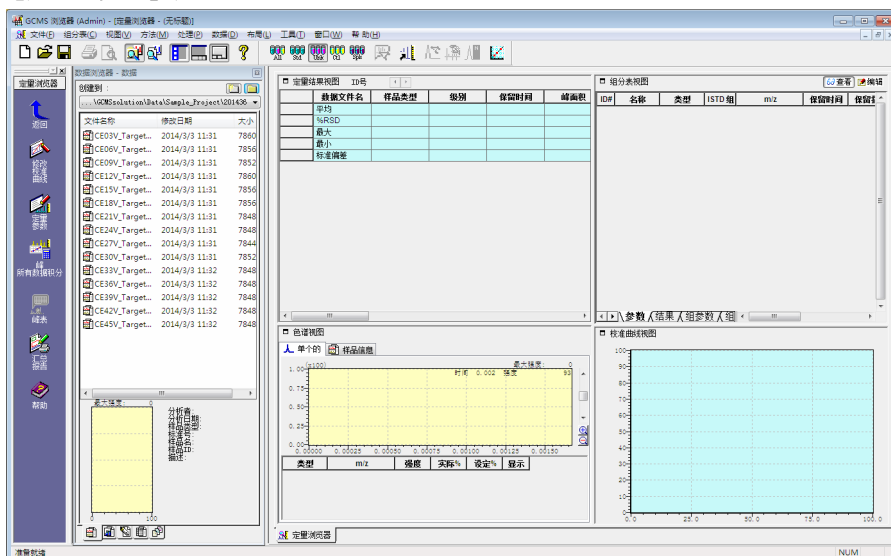


■ 图表形状异常时的修改方法

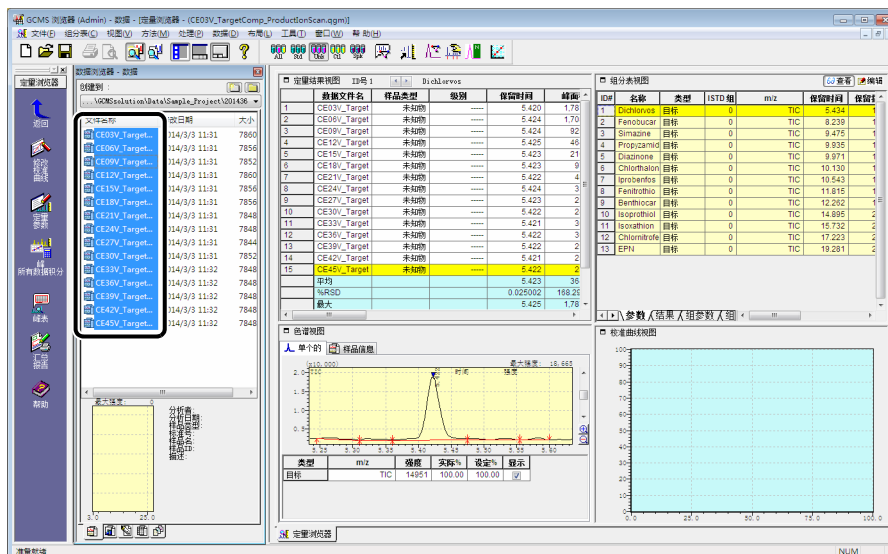
根据所选母离子，有时在碎片离子扫描模式下无法获得理想的灵敏度，此时离子对的最优化图表可能呈现异常形状。下面对使用采集的数据文件修改形状异常的目标组分图表进行说明。

1 单击  (GCMS浏览器) 图标，启动 [GCMS浏览器] 程序。

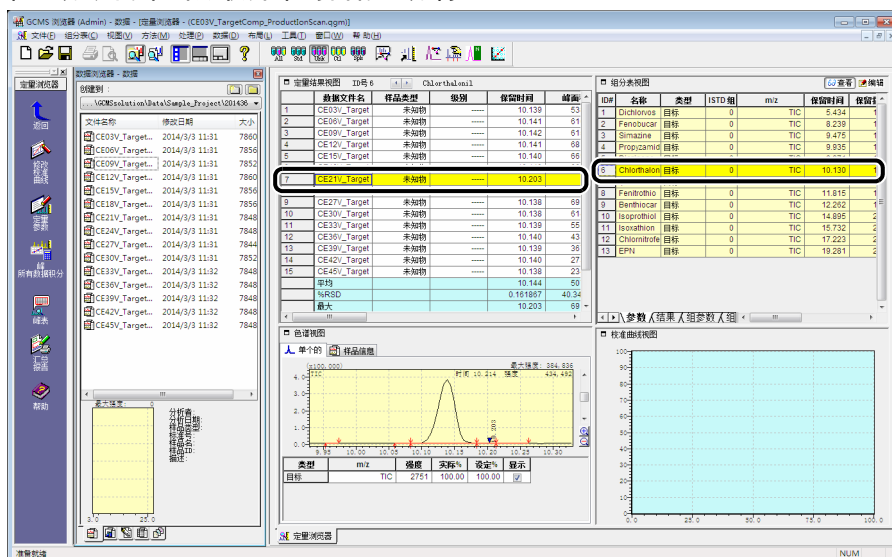
2 单击 [浏览器] 助手栏的  (定量浏览器) 图标。
打开 [定量浏览器] 窗口。



3 通过拖放操作从 [数据浏览器] 加载第 38 页的“3.5.2 使用碎片离子扫描模式采集数据”中采集的所有数据文件。

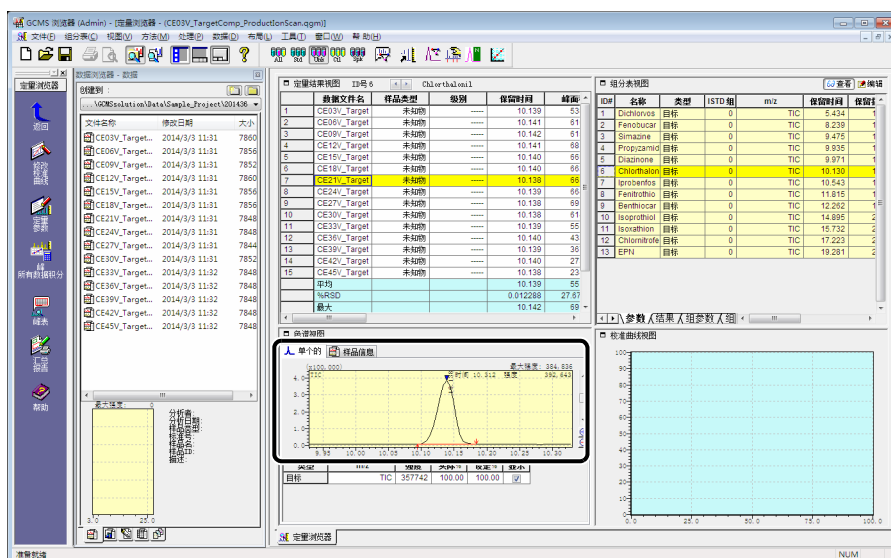


在组分表内单击形状异常的目标组分行。



5 对总离子流色谱图（TIC）进行手动峰积分。

请对所有数据文件进行确认和手动峰积分，以便根据积分结果提取质谱并优化CE。



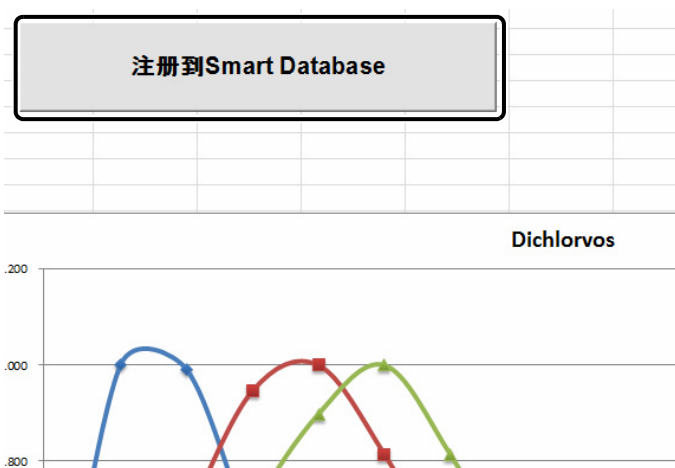
6 单击工具栏的  (保存)。

7 从第 40 页的“3.5.3 确定离子对及其最佳CE”的步骤5开始重新操作。

3.6 添加MRM模式信息 TQ

在第33页的“3.4 添加新组分信息”中保存的Smart Database的同一组分内添加MRM模式信息。

- 1 单击 [注册到Smart Database] 按钮。
打开 [选择Smart Database] 窗口。



提示

也可利用 [Result of Optimization (Table)] 表的 [注册到Smart Database] 按钮，在Smart Database内登录信息。此时，如果存在不需要的离子对或组分，可在 [Result of Optimization (Table)] 表上使用 [Delete] 键执行删除后，选择需登录的离子对或组分。

注册到Smart Database										
序列号	组分名称	保留指数	离子1				离子2			
			类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
1	Dichlorvos	1245	T	109.00>79.00	9	100.00	Ref.1	185.00>93.00	12	55.41
2	Fenobucarb	1608	T	121.00>77.10	21	100.00	Ref.1	150.00>121.10	9	71.31
3	Simazine	1740	T	201.00>173.10	6	100.00	Ref.1	201.00>186.10	6	34.51
4	Propyzamide	1785	T	173.00>145.00	18	100.00	Ref.1	175.00>147.00	18	63.31
5	Diazinon	1789	T	304.00>179.10	15	100.00	Ref.1	179.00>137.20	18	90.07
6	Chlorfalonil	1803	T	264.00>168.00	27	100.00	Ref.1	266.00>168.00	27	88.42
7	Iprobenfos	1838	T	204.00>91.10	9	100.00	Ref.1	204.00>121.10	27	46.22
8	Fenitrothion	1941	T	277.00>260.10	6	100.00	Ref.1	277.00>109.10	15	52.74
9	Benthiocarb	1975	T	100.00>72.10	6	100.00	Ref.1	257.00>100.10	12	16.89
10	Isoprotolane	2161	T	204.00>118.00	6	100.00	Ref.1	290.00>204.10	6	57.41
11	Isokathion	2217	T	177.00>130.10	12	100.00	Ref.1	177.00>116.10	12	36.91
12	Chlorimetrofen	2316	T	317.00>287.00	12	100.00	Ref.1	317.00>196.00	27	54.60
13	EPN	2453	T	169.00>141.10	9	100.00	Ref.1	157.00>77.10	21	53.53

使用
[Delete] 键
删除



注释

化合物的名称被登录在Smart Database中显示化合物名称的一列中。在其他化合物名称列登录化合物名时，在Smart Database对 [语言] 中的 [组分语言] 进行设置，保存文件后可进行登录。

2 打开需添加信息的Smart Database。 从MRM优化工具登录离子对及其CE、离子比信息。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)
1	Target	MRM	1	Dichlorvos
2	Target	MRM	1	Fenobucarb
3	Target	MRM	1	Simazine
4	Target	MRM	1	Propyzamide
5	Target	MRM	1	Diazinone
6	Target	MRM	1	Chlorothalonil
7	Target	MRM	1	Iprobenfos
8	Target	MRM	1	Fenitrothion
9	Target	MRM	1	Benthiocarb
10	Target	MRM	1	Isoprotolane
11	Target	MRM	1	Isosathion
12	Target	MRM	1	Chlorfenvinphos
13	Target	MRM	1	EPN
14	Target	MRM	1	

离子1				离子2				离子3			
类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
T	109.00>79.00	6	100.00	Ref.1	185.00>93.00	15	53.77	Ref.2	185.00>109.00		
T	121.00>77.10	21	100.00	Ref.1	150.00>121.10	12	66.40	Ref.2	121.00>103.10		
T	201.00>173.10	6	100.00	Ref.1	201.00>186.10	6	34.31	Ref.2	201.00>138.20		
T	173.00>145.00	15	100.00	Ref.1	175.00>147.00	15	60.66	Ref.2	173.00>109.10		
T	304.00>179.10	15	100.00	Ref.1	179.00>137.20	18	84.83	Ref.2	179.00>122.20		
T	264.00>168.00	24	100.00	Ref.1	266.00>170.00	24	70.64	Ref.2	266.00>168.00		
T	204.00>91.10	9	100.00	Ref.1	204.00>121.10	27	41.41	Ref.2	246.00>204.00		
T	277.00>260.10	6	100.00	Ref.1	277.00>108.10	15	68.49	Ref.2	290.00>125.00		
T	100.00>72.10	6	100.00	Ref.1	257.00>100.10	12	18.85	Ref.2	257.00>72.10		
T	204.00>118.00	6	100.00	Ref.1	290.00>118.00	12	51.38	Ref.2	290.00>204.10		
T	177.00>130.00	9	100.00	Ref.1	313.00>177.10	9	42.97	Ref.2	177.00>116.10		
T	317.00>287.00	12	100.00	Ref.1	317.00>196.00	24	51.24	Ref.2	287.00>196.10		
T	169.00>141.10	6	100.00	Ref.1	169.00>77.10	21	51.94	Ref.2	157.00>77.10		

如需创建MRM模式的方法文件，请执行第7页的“2 创建方法文件”之后的操作。



已登录适用于扫描模式及SIM模式的组分信息时，将显示以下确认信息。选择 [全部保存]。

是： 登录并覆盖确认信息中提示组分的信息。

全部保存： 对需登录的所有组分登录并覆盖信息。

否： 不执行覆盖，并在最后一行登录确认框内所示组分的信息。

取消： 停止登录。

- 通过组分名称是否一致判断是否为同一组分。
- 登录并覆盖时，不会覆盖保留指数。
- 覆盖登录时，将删除Smart Database内登录的所有MRM离子对。但不会删除Scan或SIM用m/z。

3 覆盖保存已添加MRM模式信息的Smart Database。



用户字段：

可以在用户字段内自由输入信息。也可以更改标题名称。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	用户字段1	用户字段2	用户字段3
1	Target	MRM	1	Dichlorvos			
2	Target	MRM	1	Fenobucarb			
3	Target	MRM	1	Simazine			
4	Target	MRM	1	Propyzamide			
5	Target	MRM	1	Diazinone			
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil			
7	Target	MRM	1	Iprobenfos			
8	Target	MRM	1	Fenitrothion			
9	Target	MRM	1	Benthiocarb			
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane			
11	Target	MRM	1	Isoxathion			
12	Target	MRM	1	Chlornitrofen			
13	Target	MRM	1	EPN			

筛选：

从已添加信息的Smart Database创建方法文件时，使用“筛选”即可简单选择目标组分。

在需批量选择的组分单元格内输入小写“x”，根据类型更改标题名称。

筛选

☐ ☐ ☐ ☐ ☐ ☐ ☐

	A	B	C	D	E	F	G
							x
x	x					x	
x		x		x			
		x		x			
		x					
x	x						
		x			x		
		x					
x							
	x		x		x		

4 如需保存分析结果，应在MRM最优化工具内命名并保存。

空白页

创建其他测定模式的方法文件

第 49 页的“附录 A.1 创建扫描模式方法文件”将对使用扫描模式测定目标组分时所需方法文件的创建方法进行说明。

第 51 页的“附录 A.2 创建包含多种测定模式的方法文件”将对同时使用多种测定模式测定目标组分时所需方法文件的创建方法进行说明。

A.1 创建扫描模式方法文件

1 将 [类型] 列为 [Target] 的所有组分的 [测定模式] 列设置为 [Scan]。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1
1	Target	Scan	1	Dichlorvos	1245
2	Target	Scan	1	Fenobucarb	1608
3	Target	Scan	1	Simazine	1740
4	Target	Scan	1	Propyzamide	1785
5	Target	Scan	1	Diazinone	1788
6	Target	Scan	1	Chlorthalonil	1803
7	Target	Scan	1	Iprobenfos	1838
8	Target	Scan	1	Fenitrothion	1941
9	Target	Scan	1	Benthiocarb	1975
10	Target	Scan	1	Isoprothiolane	2160
11	Target	Scan	1	Isoxathion	2217
12	Target	Scan	1	Chloritrofen	2316
13	Target	Scan	1	EPN	2453

2 确认 [Scan或SIM用m/z] 的目标离子和参考离子设置。
需更改或添加离子时，从 [类型] 单元格的下拉菜单中进行选择。

Scan或SIM用m/z

离子1			离子2		
类型	m/z	比率	类型	m/z	比率
T	109.0	100.00	Ref.1	185.0	27.75
T	121.0	100.00	Ref.1	150.0	31.94
T	201.0	100.00	Ref.1	186.0	64.73
T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.83
T	179.0	100.00	Ref.1	152.0	55.46
T	266.0	100.00	Ref.1	264.0	78.02
T	204.0	100.00	Ref.1	91.0	202.13
T	277.0	100.00	Ref.1	260.0	82.52
T	100.0	100.00	Ref.1	72.0	48.69
T	189.0	100.00	Ref.1	118.0	187.42
T	177.0	100.00	Ref.1	105.0	250.72
T	317.0	100.00	Ref.1	319.0	97.90
T	157.0	100.00	Ref.1	169.0	68.44

3 确认 [参数] 的设置后, 单击 [创建方法文件] 按钮。

仪器类型: TQ Series

语言: [按钮]

创建方法文件

参数

AART用保留指数: 保留指数 1

n-alkane 数据文件: mple\SampleData(TQseries)\Q3Scan_Alkane.qgd

模板方法文件: leData(TQseries)\SmartDatabase_MethodTQ

方法分割: 1

显示 [MS表参数] 窗口。

设置扫描测定参数。将事件时间设置为0.3秒。结合目标组分的分子量设置测定质量范围的开始 m/z 和结束 m/z 。请进行1次样品测定, 根据需要进行修改。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM): 0.30 秒

所需处理时间: R.T. ±: 0.30 分

扫描模式 ☒ ON ☐ OFF

扫描时间

事件时间: 0.3 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z : 45 - 500

分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T.: 3 - 28 分

OK Cancel

参考

关于扫描参数的说明, 请参考第51页的“附录A.2.1 创建扫描和MRM同时测定方法文件”的步骤5。

- 4 单击 [OK] 按钮。
显示 [另存为] 窗口。输入名称（应便于识别为扫描模式的方法文件），单击 [保存] 按钮。



创建扫描模式方法文件时，不会向 [MSTableView] 表输出测定范围。

A

A.2 创建包含多种测定模式的方法文件

下面对使用多种模式测定目标组分时所需方法文件的创建方法进行说明。

第51页的“附录A.2.1 创建扫描和MRM同时测定方法文件”同时使用扫描模式和MRM模式测定目标组分的方法文件

第55页的“附录A.2.2 创建扫描和SIM同时测定方法文件”同时使用扫描模式和SIM模式测定目标组分的方法文件

第58页的“附录A.2.3 创建包含SIM和MRM测定的方法文件”使用SIM模式测定任意组分，使用MRM模式测定其他组分的方法文件

将分别对以上三种文件的创建方法进行说明。

A.2.1 创建扫描和MRM同时测定方法文件 TQ

- 1 将 [类型] 列为 [Target] 的所有组分的 [测定模式] 列设置为 [MRM]。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1
1	Target	MRM	1	Dichlorvos	1245
2	Target	MRM	1	Fenobucarb	1608
3	Target	MRM	1	Simazine	1740
4	Target	MRM	1	Propyzamide	1785
5	Target	MRM	1	Diazinone	1788
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil	1803
7	Target	MRM	1	Iprobenfos	1838
8	Target	MRM	1	Fenitrothion	1941
9	Target	MRM	1	Benthiocarb	1975
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane	2160
11	Target	MRM	1	Isoxathion	2217
12	Target	MRM	1	Chlornitrofen	2316
13	Target	MRM	1	EPN	2453

- 2 确认 [MRM transition] 的目标离子和参考离子。
需更改或添加离子时, 从 [类型] 单元格的下拉菜单中进行选择。

MRM transition

离子1				离子2				离子3			
类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
T	109.00>79.00	6	100.00	Ref.1	185.00>93.00	15	53.77	Ref.2	185.00>109.00	18	19.14
T	121.00>77.10	21	100.00	Ref.1	150.00>121.10	12	66.40	Ref.2	121.00>103.10	15	52.78
T	201.00>173.10	6	100.00	Ref.1	201.00>186.10	6	34.31	Ref.2	201.00>138.20	12	26.46
T	173.00>145.00	15	100.00	Ref.1	175.00>147.00	15	60.66	Ref.2	173.00>109.10	27	50.00
T	304.00>179.10	15	100.00	Ref.1	179.00>137.20	18	84.83	Ref.2	179.00>122.20	24	70.27
T	264.00>168.00	24	100.00	Ref.1	266.00>170.00	24	70.64	Ref.2	266.00>168.00	27	67.68
T	204.00>91.10	9	100.00	Ref.1	204.00>121.10	27	41.41	Ref.2	246.00>204.00	6	32.95
T	277.00>260.10	6	100.00	Ref.1	277.00>109.10	15	69.49	Ref.2	260.00>125.00	12	35.35
T	100.00>72.10	6	100.00	Ref.1	257.00>100.10	12	18.85	Ref.2	257.00>72.10	21	9.27
T	204.00>118.00	6	100.00	Ref.1	290.00>118.00	12	51.38	Ref.2	290.00>204.10	6	45.53
T	177.00>130.00	9	100.00	Ref.1	313.00>177.10	9	42.97	Ref.2	177.00>116.10	12	38.24
T	317.00>287.00	12	100.00	Ref.1	317.00>196.00	24	51.24	Ref.2	287.00>196.10	15	42.86
T	169.00>141.10	6	100.00	Ref.1	169.00>77.10	21	51.94	Ref.2	157.00>77.10	21	43.74

- 3 确认 [参数] 的设置后, 单击 [创建方法文件] 按钮。

仪器类型: TQ Series 语言

创建方法文件

参数

AART用保留指数: 保留指数 1

n-alkane 数据文件: mple\SampleData(TQseries)\Q3Scan_Alkane.qgd ..

模板方法文件: leData(TQseries)\SmartDatabase_MethodTQ ..

方法分割: 1

显示 [MS表参数] 窗口。

- 4 将 [扫描模式] 更改为 [ON]。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM): 0.30 秒

所需处理时间: R.T. ± 0.30 分

扫描模式: ☒ ON ☐ OFF 合计循环时间: 0.40 sec

扫描时间

事件时间: 0.10 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z: 45 - 500

分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T.: 3 - 28 分

OK 取消

5

设置MRM测定参数和扫描测定参数。

(循环时间 (MRM, SIM)、所需处理时间、扫描参数内的事件时间、扫描范围、分析时间)

扫描参数

事件时间:

设置扫描测定事件的时间。

进行扫描/MRM同时测定和扫描/SIM同时测定时, [事件时间] 与 [循环时间 (MRM, SIM)] 的和值即为合计循环时间。将在 [合计循环时间] 内显示数值。仅进行扫描测定时, 此处设置的值即为循环时间。

推荐值

扫描/MRM或扫描/SIM测定: 0.1 sec

扫描测定: 0.3 sec

扫描范围:

设置扫描测定 m/z 的范围。

分析时间:

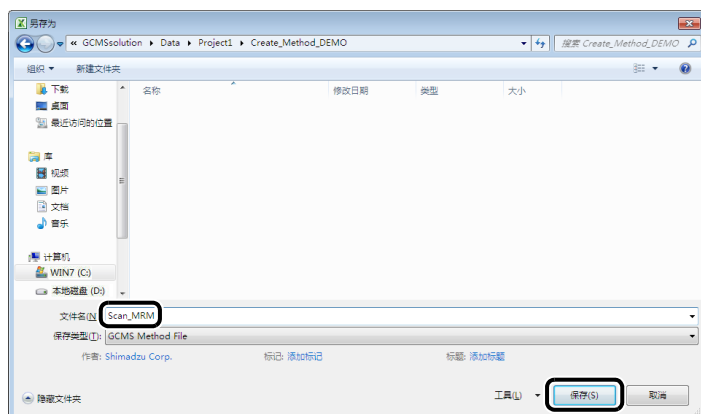
设置测定开始时间和结束时间。

参考

关于MRM和SIM参数的说明, 请参考第17页的“2.4.6 创建MS表”的步骤2。

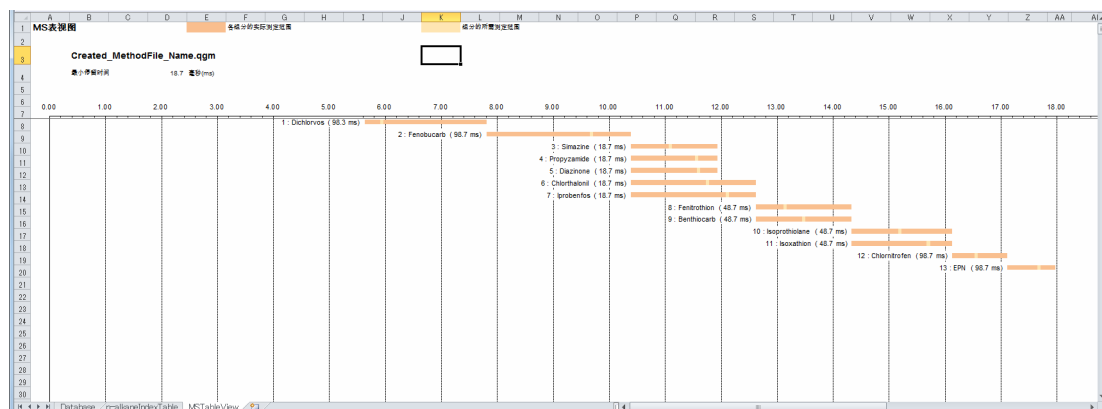
A

- 6 单击 [OK] 按钮。
显示 [另存为] 窗口。为方法文件输入名称，单击 [保存] 按钮。



自动显示 [MSTableView] 表格。

可以在表内确认目标组分的MRM模式测定范围。



A.2.2 创建扫描和SIM同时测定方法文件

1 将 [类型] 列为 [Target] 的所有组分的 [测定模式] 列设置为 [SIM]。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1
1	Target	SIM	1	Dichlorvos	1245
2	Target	SIM	1	Fenobucarb	1608
3	Target	SIM	1	Simazine	1740
4	Target	SIM	1	Propyzamide	1785
5	Target	SIM	1	Diazinone	1788
6	Target	SIM	1	Chlorthalonil	1803
7	Target	SIM	1	Iprobenfos	1838
8	Target	SIM	1	Fenitrothion	1941
9	Target	SIM	1	Benthiocarb	1975
10	Target	SIM	1	Isoprothiolane	2160
11	Target	SIM	1	Isoxathion	2217
12	Target	SIM	1	Chlornitrofen	2316
13	Target	SIM	1	EPN	2453

2 确认 [Scan或SIM用m/z] 的目标离子和参考离子设置。
需更改或添加离子时，从 [类型] 单元格的下拉菜单中进行选择。

Scan或SIM用m/z

离子1			离子2		
类型	m/z	比率	类型	m/z	比率
T	109.0	100.00	Ref.1	185.0	27.75
T	121.0	100.00	Ref.1	150.0	31.94
T	201.0	100.00	Ref.1	186.0	64.73
T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.83
T	179.0	100.00	Ref.1	152.0	55.46
T	266.0	100.00	Ref.1	264.0	78.02
T	204.0	100.00	Ref.1	91.0	202.13
T	277.0	100.00	Ref.1	260.0	82.52
T	100.0	100.00	Ref.1	72.0	48.69
T	189.0	100.00	Ref.1	118.0	187.42
T	177.0	100.00	Ref.1	105.0	250.72
T	317.0	100.00	Ref.1	319.0	97.90
T	157.0	100.00	Ref.1	169.0	68.44

3 确认 [参数] 的设置后，单击 [创建方法文件] 按钮。

仪器类型

创建方法文件

TQ Series 语言

参数

AART用保留指数 保留指数 1

n-alkane 数据文件 mple\SampleData(TQseries)\Q3Scan_Alkane.qgd ..

模板方法文件 leData(TQseries)\SmartDatabase_MethodTQ ..

方法分割 1

显示 [MS表参数] 窗口。

4 将 [扫描模式] 更改为 [ON]。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM) 0.30 秒

所需处理时间: R.T. ± 0.30 分

扫描模式 ☒ ON ☐ OFF 合计循环时间 0.40 sec

扫描时间

事件时间 0.10 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z 45 - 500

分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T. 3 - 28 分

OK 取消

5 设置SIM测定参数和扫描测定参数。

(循环时间 (MRM, SIM)、所需处理时间、扫描参数内的事件时间、扫描范围、分析时间)

👉 参考

关于MRM和SIM参数的说明, 请参考第17页的“2.4.6 创建MS表”的步骤2。

关于扫描参数的说明, 请参考附录第51页的“附录A.2.1 创建扫描和MRM同时测定方法文件”的步骤5。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM) 0.30 秒

所需处理时间: R.T. ± 0.30 分

扫描模式 ☒ ON ☐ OFF 合计循环时间 0.40 sec

扫描时间

事件时间 0.10 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z 45 - 500

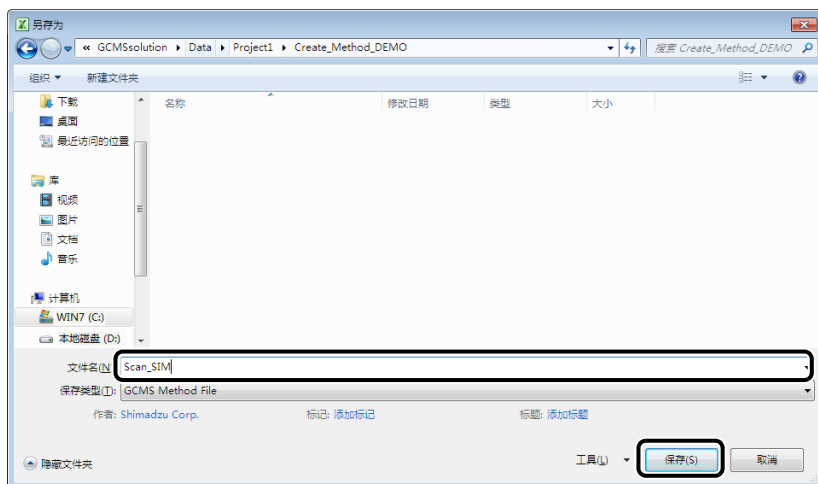
分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T. 3 - 28 分

OK 取消

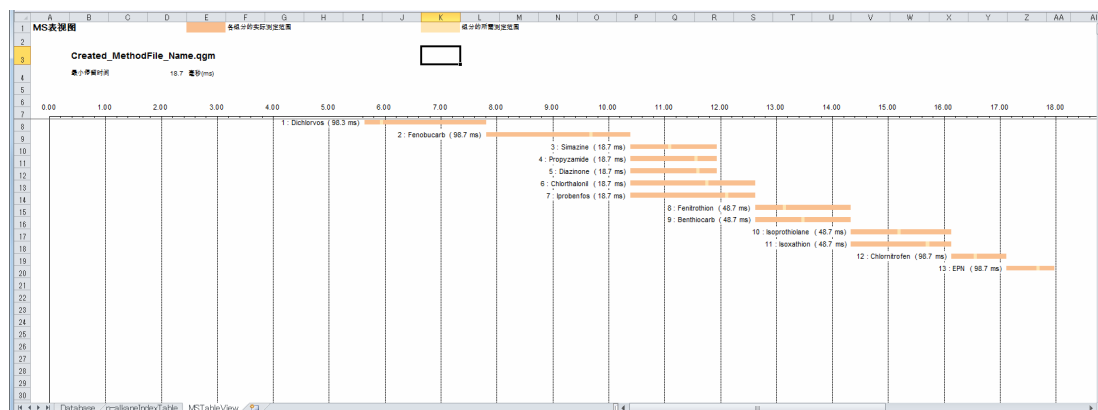
6

单击 [OK] 按钮。

显示 [另存为] 窗口。为方法文件输入名称，单击 [保存] 按钮。



将自动显示 [MSTableView] 表。可以在表内确认目标组分的SIM模式测定范围。



A.2.3 创建包含SIM和MRM测定的方法文件 TQ

1 将 [类型] 列为 [Target] 的所有组分的 [测定模式] 列设置为 [SIM] 或 [MRM]。

系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1	保留指数 2
1	Target	SIM	1	Dichlorvos	1245	
2	Target	SIM	1	Fenobucarb	1608	
3	Target	MRM	1	Simazine	1740	
4	Target	SIM	1	Propyzamide	1785	
5	Target	SIM	1	Diazinone	1788	
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil	1803	
7	Target	SIM	1	Iprobenfos	1838	
8	Target	SIM	1	Fenitrothion	1941	
9	Target	SIM	1	Benthicarb	1975	
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane	2160	
11	Target	SIM	1	Isoxathion	2217	
12	Target	SIM	1	Chlornitrofen	2316	
13	Target	SIM	1	EPN	2453	

2 对于需进行MRM测定的组分，应确认 [MRM transition] 的目标离子和参考离子。

MRM transition

离子1				离子2				离子3			
类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
T	109.00>79.00	6	100.00	Ref.1	185.00>93.00	15	53.77	Ref.2	185.00>109.00	18	19.14
T	121.00>77.10	21	100.00	Ref.1	150.00>121.10	12	66.40	Ref.2	121.00>103.10	15	52.78
T	201.00>173.10	6	100.00	Ref.1	201.00>186.10	6	34.31	Ref.2	201.00>138.20	12	26.46
T	173.00>145.00	15	100.00	Ref.1	175.00>147.00	15	60.66	Ref.2	173.00>109.10	27	50.00
T	304.00>179.10	15	100.00	Ref.1	179.00>137.20	18	84.83	Ref.2	179.00>122.20	24	70.27
T	264.00>168.00	24	100.00	Ref.1	266.00>170.00	24	70.64	Ref.2	266.00>168.00	27	67.68
T	204.00>91.10	9	100.00	Ref.1	204.00>121.10	27	41.41	Ref.2	246.00>204.10	6	32.95
T	277.00>260.10	6	100.00	Ref.1	277.00>109.10	15	69.49	Ref.2	260.00>125.00	12	35.35
T	100.00>72.10	6	100.00	Ref.1	257.00>100.10	12	18.85	Ref.2	257.00>72.10	21	9.27
T	204.00>118.00	6	100.00	Ref.1	290.00>118.00	12	51.38	Ref.2	290.00>204.10	6	45.53
T	177.00>130.00	9	100.00	Ref.1	313.00>177.10	9	42.97	Ref.2	177.00>116.10	12	38.24
T	317.00>287.00	12	100.00	Ref.1	317.00>196.00	24	51.24	Ref.2	287.00>196.10	15	42.86
T	169.00>141.10	6	100.00	Ref.1	169.00>77.10	21	51.94	Ref.2	157.00>77.10	21	43.74

对于需进行SIM测定的组分，应确认 [Scan或SIM用m/z] 的目标离子和参考离子设置。

需更改或添加离子时，从 [类型] 单元格的下拉菜单中进行选择。

Scan或SIM用m/z

离子1			离子2		
类型	m/z	比率	类型	m/z	比率
T	109.0	100.00	Ref.1	185.0	27.75
T	121.0	100.00	Ref.1	150.0	31.94
T	201.0	100.00	Ref.1	186.0	64.73
T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.83
T	179.0	100.00	Ref.1	152.0	55.46
T	266.0	100.00	Ref.1	264.0	78.02
T	204.0	100.00	Ref.1	91.0	202.13
T	277.0	100.00	Ref.1	260.0	82.52
T	100.0	100.00	Ref.1	72.0	48.69
T	189.0	100.00	Ref.1	118.0	187.42
T	177.0	100.00	Ref.1	105.0	250.72
T	317.0	100.00	Ref.1	319.0	97.90
T	157.0	100.00	Ref.1	169.0	68.44

3 确认 [参数] 的设置后, 单击 [创建方法文件] 按钮。

仪器类型: TQ Series 语言: 中文

参数

AART用保留指数: 保留指数 1

n-alkane 数据文件: mple\SampleData(TQseries)\Q3Scan_Alkanes.qgd ..

模板方法文件: leData(TQseries)\SmartDatabase_MethodTQ ..

方法分割: 1

显示 [MS表参数] 窗口。

4 设置MRM和SIM测定参数 (循环时间 (MRM, SIM) 和所需处理时间)。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM): 0.30 秒

所需处理时间: R.T. ± 0.30 分

扫描模式: ☐ ON ☒ OFF

扫描时间

事件时间: 0.10 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z: 45 - 500

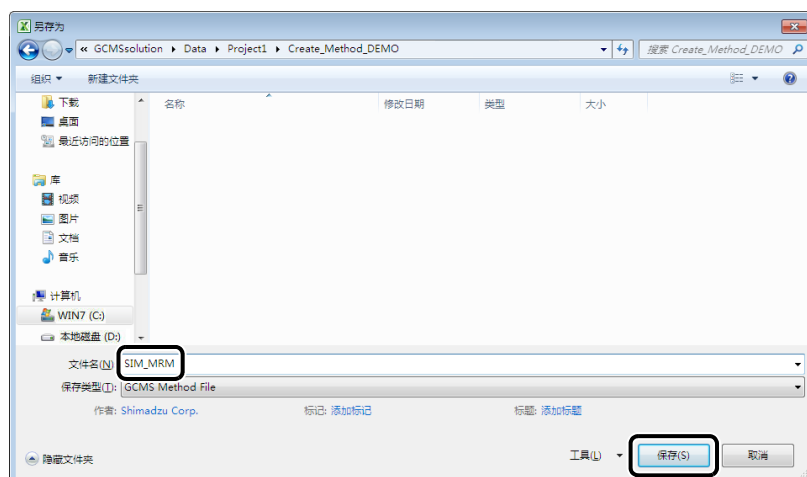
分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T.: 3 - 28 分

OK 取消

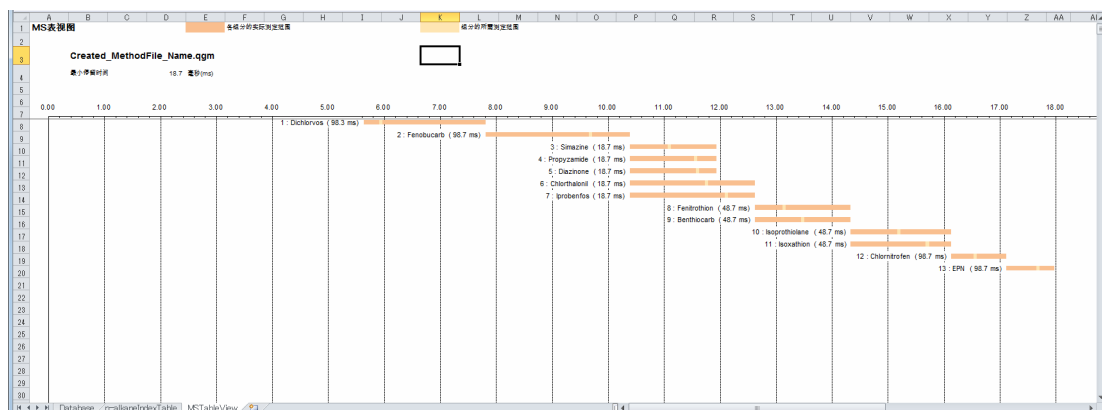
参考

关于MRM和SIM参数的说明, 请参考第17页的“2.4.6 创建MS表”的步骤2。

- 5 单击 [OK] 按钮。
显示 [另存为] 窗口。为方法文件输入名称，单击 [保存] 按钮。



将自动显示 [MSTableView] 表。可以在表内确认目标组分的MRM模式和SIM模式测定范围。



不使用AART功能而调整保留时间

首先参考 第 49 页的 “附录 A.1 创建扫描模式方法文件”，创建扫描模式方法文件。

使用扫描模式测定目标组分，根据识别结果设置保留时间。

因为不使用保留指数而直接设置保留时间，所以需要预先正确识别目标组分。

1 执行 第 10 页的 “2.4.1 打开Smart Database” 的步骤。

2 从 [AART用保留指数] 的下拉菜单中选择 [不启用AART]。



3 单击 [模板方法文件] 的 .. (加载文件) 按钮，选择预先创建的扫描模式方法文件。

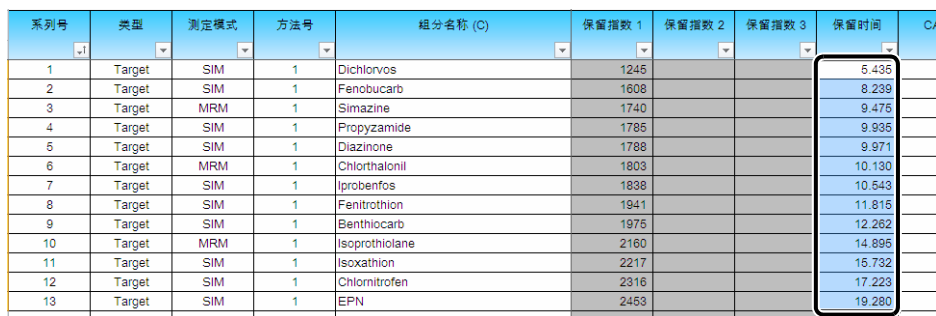


- 4** 复制组分表内识别结果的保留时间，粘贴至**Smart Database**的〔保留时间〕列。
 粘贴前请先确认组分表与〔Database〕中的组分排序是否一致。



ID#	名称	浓度	保留时间	保留指数	类型	m/z	峰面积
1	Dichlorvos	0.00000	5.435	0	目标	109.00	779614
2	Fenobucarb	0.00000	8.239	0	目标	121.00	1537617
3	Simazine	0.00000	9.475	0	目标	201.00	251134
4	Propyzamid	0.00000	9.935	0	目标	173.00	376322
5	Diazinone	0.00000	9.971	0	目标	179.00	303677
6	Chlorthalon	0.00000	10.130	0	目标	266.00	671998
7	Iprobenfos	0.00000	10.543	0	目标	204.00	256094
8	Fenitrothion	0.00000	11.815	0	目标	277.00	85275
9	Benthiocarb	0.00000	12.262	0	目标	100.00	1293121
10	Isoprothiolol	0.00000	14.895	0	目标	189.00	142127
11	Isoxathion	0.00000	15.732	0	目标	177.00	61943
12	Chlornitrofen	0.00000	17.223	0	目标	317.00	66554
13	EPN	0.00000	19.280	0	目标	157.00	143671

使用 [Ctrl] + [C] 键复制。



系列号	类型	测定模式	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1	保留指数 2	保留指数 3	保留时间	CA
1	Target	SIM	1	Dichlorvos	1245			5.435	
2	Target	SIM	1	Fenobucarb	1608			8.239	
3	Target	MRM	1	Simazine	1740			9.475	
4	Target	SIM	1	Propyzamide	1785			9.935	
5	Target	SIM	1	Diazinone	1788			9.971	
6	Target	MRM	1	Chlorthalonil	1803			10.130	
7	Target	SIM	1	Iprobenfos	1838			10.543	
8	Target	SIM	1	Fenitrothion	1941			11.815	
9	Target	SIM	1	Benthiocarb	1975			12.262	
10	Target	MRM	1	Isoprothiolane	2160			14.895	
11	Target	SIM	1	Isoxathion	2217			15.732	
12	Target	SIM	1	Chlornitrofen	2316			17.223	
13	Target	SIM	1	EPN	2453			19.280	

使用 [Ctrl] + [V] 键粘贴。

- 5** 执行第 13 页的“2.4.3 选择目标组分”的操作。

使用AART调整方法文件的保留时间

C.1 测定正构烷烃混合标准溶液

测定正构烷烃混合标准溶液，用于调整保留时间。

 参考

操作方法请参考第8页的“2.3.1 测定正构烷烃混合标准溶液”。

C.2 识别正构烷烃

打开已测正构烷烃的数据文件，进行识别。

 参考

操作方法请参考第8页的“2.3.2 识别正构烷烃”。

C.3 使用AART调整方法文件的保留时间

1

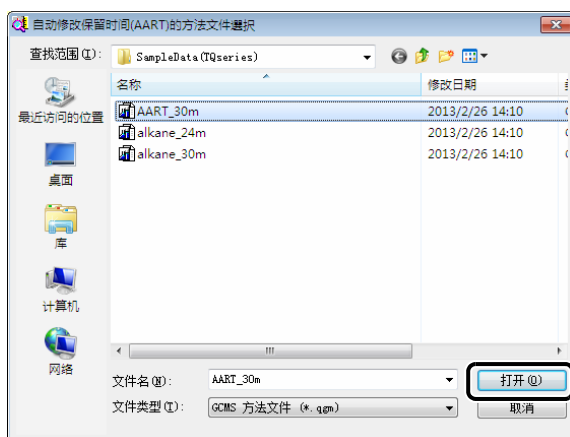
单击 [组分] 助手栏的



(调整保留时间 [AART]) 图标。

2

选择需调整保留时间的方法文件，单击 [打开]。



3 确认正构烷烃的识别结果，单击 [下一步]。



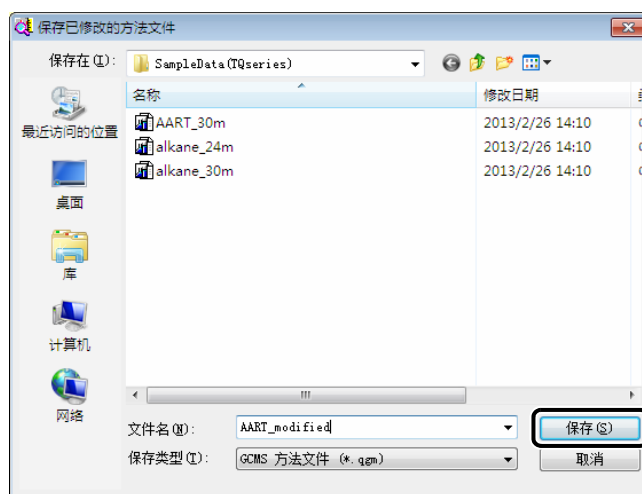
4 确认调整后的保留时间，单击 [完成]。



提示

如果勾选 [修改MS仪器参数的时间]，也将自动调整MRM模式或SIM模式方法文件内的MS仪器参数（分组等）。

5 在 [保存已修改的方法文件] 窗口中为方法文件命名，单击 [保存]。



至此已完成使用AART调整方法文件保留时间的操作。可以通过AART进行调整的设置时间如下所示。



组分表

[保留时间]、[处理开始时间]、[处理结束时间]、[程序时间]

MS仪器参数 (选项)

[开始时间]、[结束时间]、[MS程序时间]

修改的方法文件



注释

经AART功能调整后，MS仪器参数的 [开始时间] 可能早于 [溶剂延迟时间]。此时，请在 [GCMS分析] 程序的 [数据采集] 窗口中打开AART功能修改的方法文件，将 [溶剂延迟时间] 更改为 “[开始时间] -0.5分钟”。

C

空白页