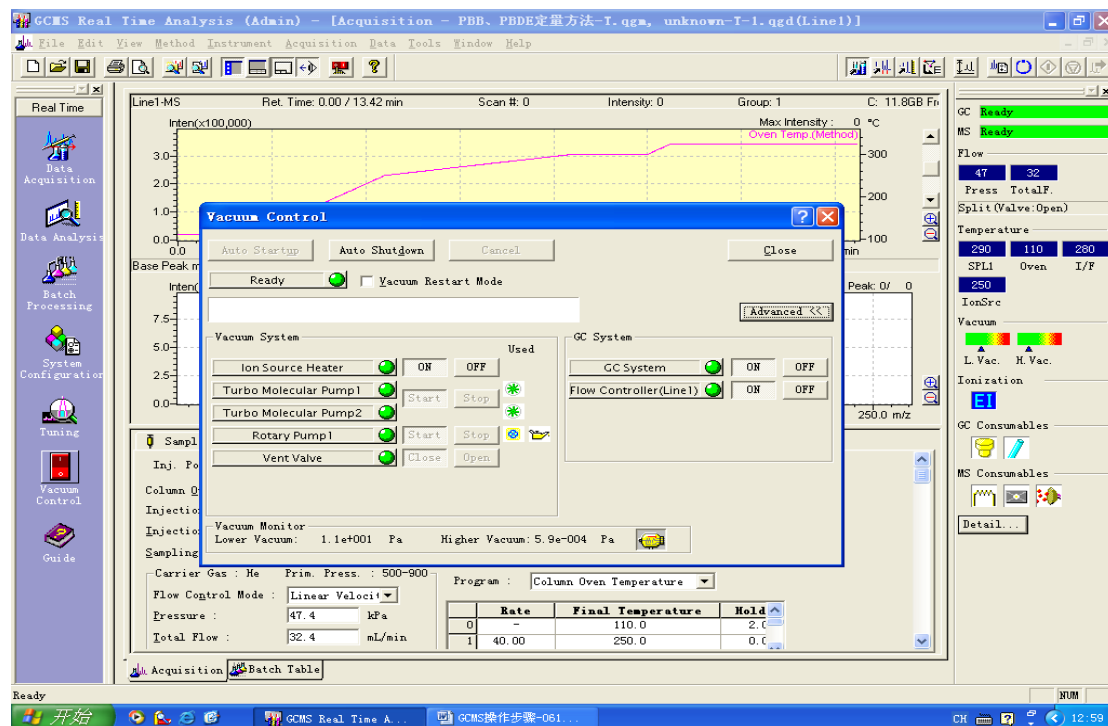
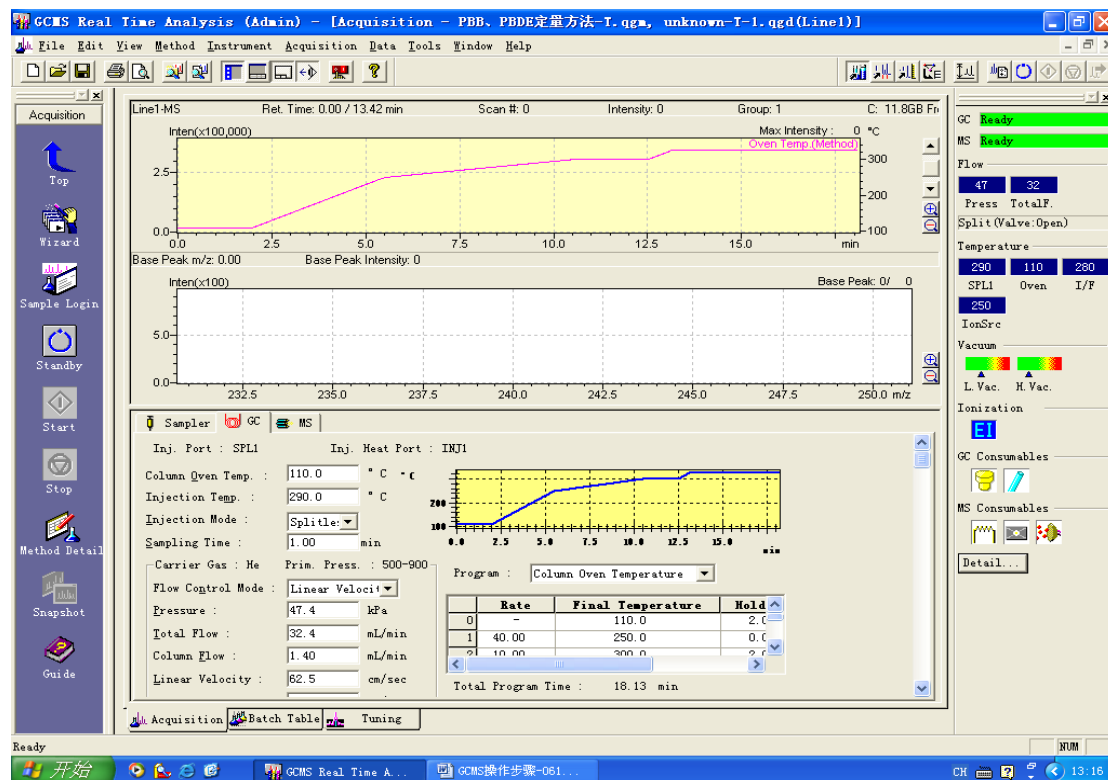


- 1) 打开载气
- 2) 打开质谱电源、气相电源、电脑电源，
双击“实时分析 GCMS Real Time Analysis”，连接 GCMSMS。在系统配置 MS 组件中去除“使用 CID 气”→点击辅助栏中的“Vacuum Control”→点击“Auto Startup”启动真空。



- 3) 点击辅助栏“数据采集”，编辑 AOC-20I、GC、MS 参数---- 保存方法(Q3-SCAN 方法-定性方法)



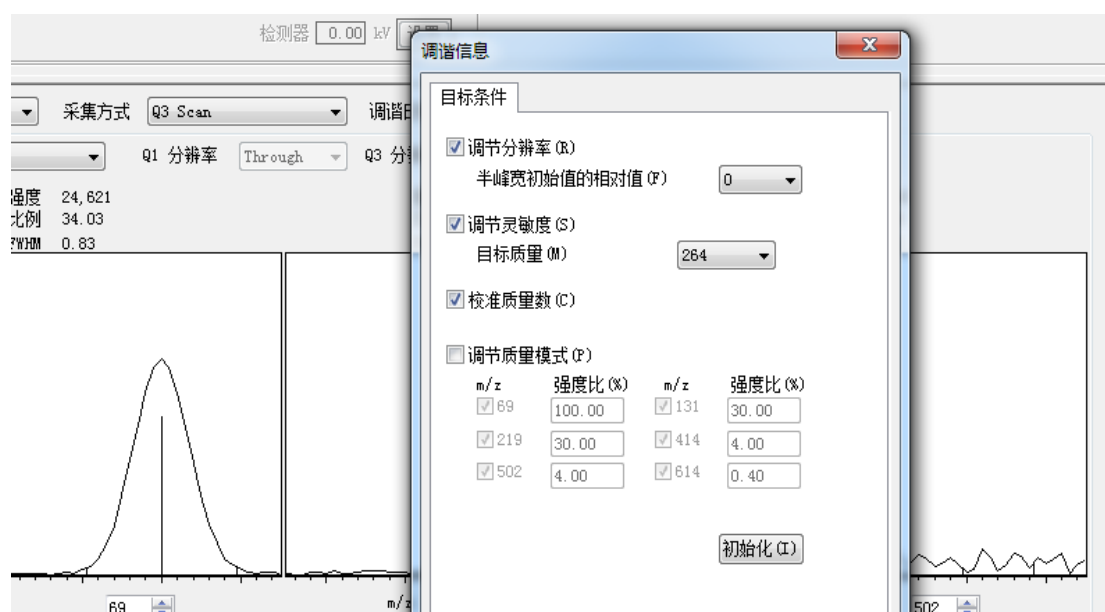
4) 等仪器准备就绪约 2 小时, 点击辅助栏的“调谐”, 点击“峰监测窗”, 选择“监测组”中的 Water、Air, 打开灯丝按钮, 查看系统是否漏气。检查漏气: 比较 18 (水峰) 和 28 (氮气峰) 质量数的强度。

仪器不漏气: 1. 18 (水峰) 强度大于 28 (氮气峰) 强度

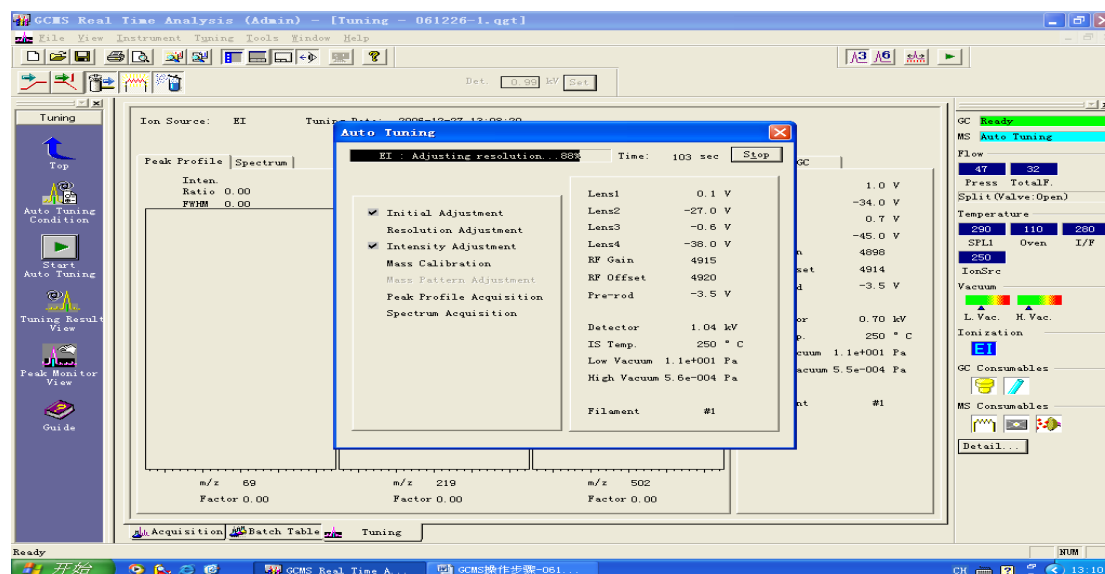
2. 28 (氮气峰) 强度大于 18 (水峰) 强度, 但 28 的强度在 18 强度的 2 倍以内

如果 28 的强度超过 18 强度的 2 倍, 再查看 28 与 32 (氧气峰) 的强度比是否约为 4:1, 如是则表明有空气泄漏, 检查泄漏点。如强度比远大于 4 倍, 则氮气可能因载气氦气不纯或管路中空气过多而引入。

5) 打开 Q3-SCAN 方法, 点击工具栏“采集”——“下载初始参数”, 下载 Q3-SCAN 方法, 等待约 2 小时, 在体系配置 MS 组件中选择“使用 CID 气”, 仪器就绪后, 点击辅助栏“调谐”--工具栏“文件”--新建调谐文件--选择正常调谐模式--自动调谐条件 (辅助栏)--0、264--OK

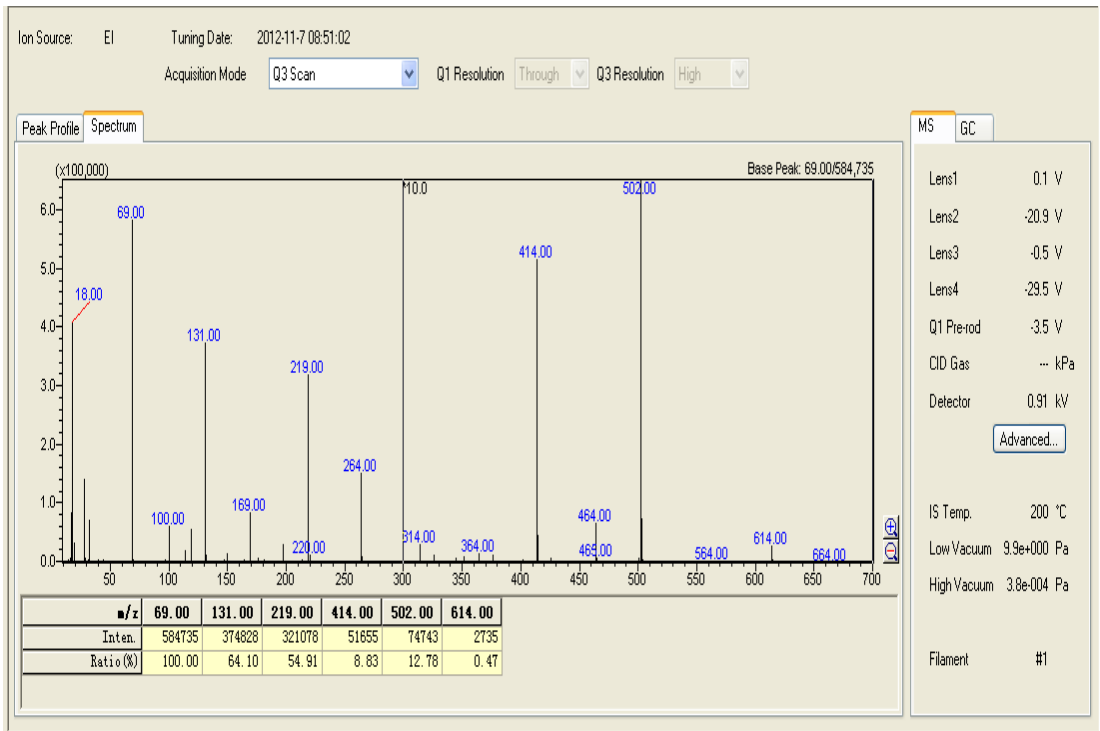
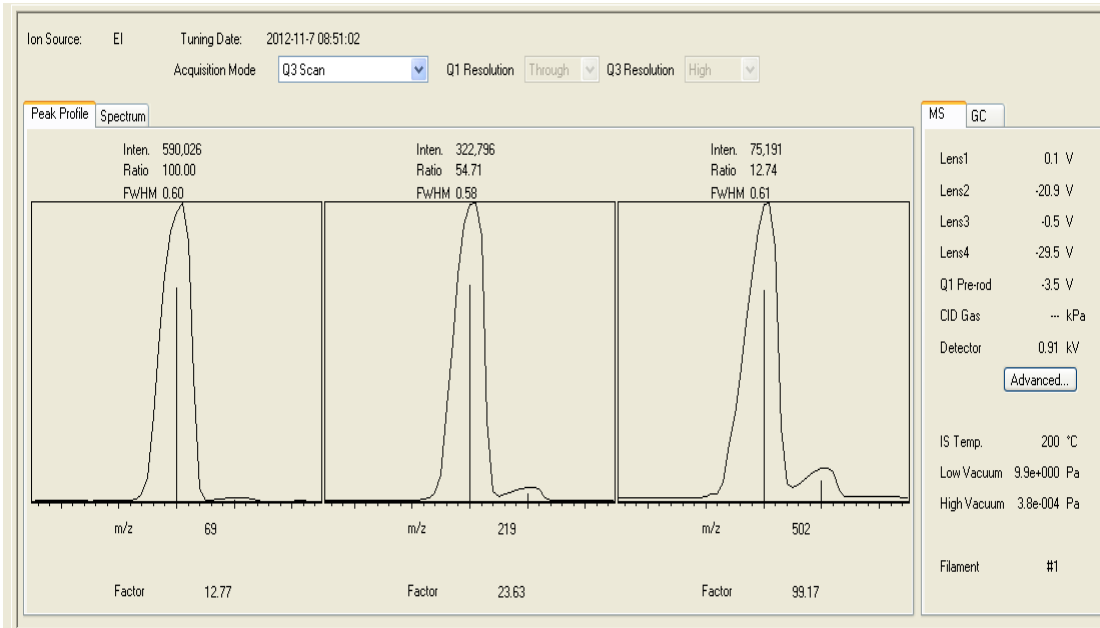
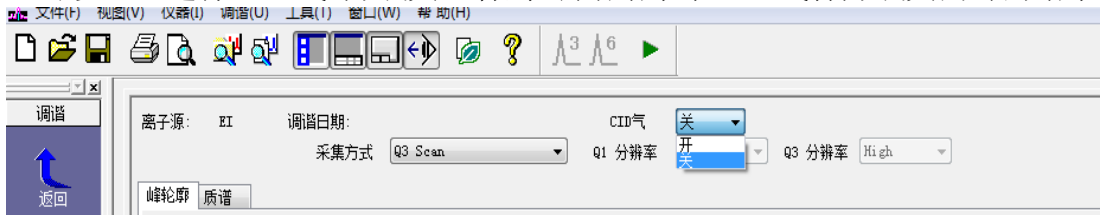


6) 文件 (工具栏) ---保存调谐条件, 输入文件名称“ xxxx ”---开始自动调谐 (辅助栏)



7) 文件（工具栏）---另存调谐文件—覆盖调谐文件 “ xxxx ”。

可以通过选择CID气 开或关查看到:调谐结果中CID气打开或关闭时的结果。



调谐结果判定:

- 1) 检查峰形是否有明显的分叉，峰形是否对称。
- 2) 检查 FWHM(半高峰宽)值是否在 0.6 ± 0.1 范围内。
- 3) 检查检测器电压是否超过 1.5 kV。
- 4) 检查基峰值是否是 18 或 69。
- 5) 检查 m/z 502 的相对强度比率是否大于为 2%。
- 6) 检查 m/z 69 的峰强度是否至少是 m/z 28 峰强度的两倍。

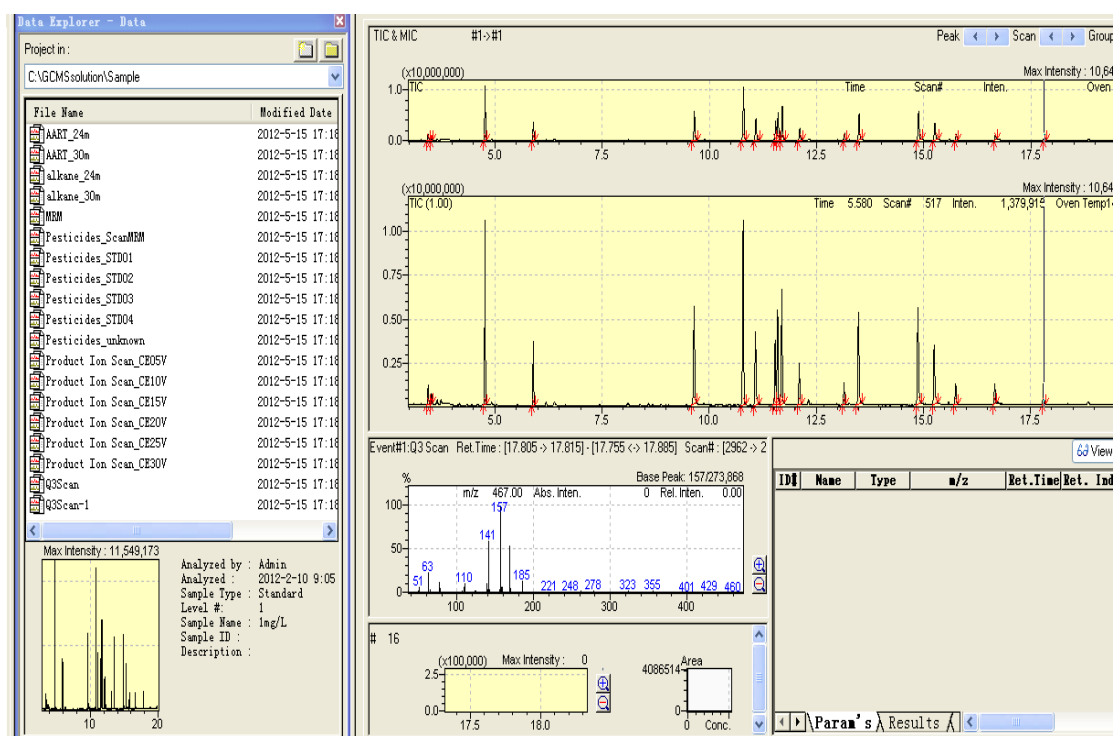
8) 点击（辅助栏）“数据采集”，编辑数据文件名称，进样量等信息，确认 MS 参数中不使用 CID 气进行分析 Q3SCAN---待机--采集标准品 Q3-SCAN 数据文件。

☒ 不使用CID气进行分析 (Q3 Scan) (N) GC 程序时间: 0.00 min 循环时间(L)...

	组分名称	开始时间 (min)	结束时间 (min)	采集 方式	间隔(sec)	扫描 速度	开始 m/z	结束 m/z
1-1		3.00	10.00	Q3 Scan	0.300	1666	45.00	500.00

9) MRM 方法参数优化:

A 创建组分表和碎片离子扫描方法



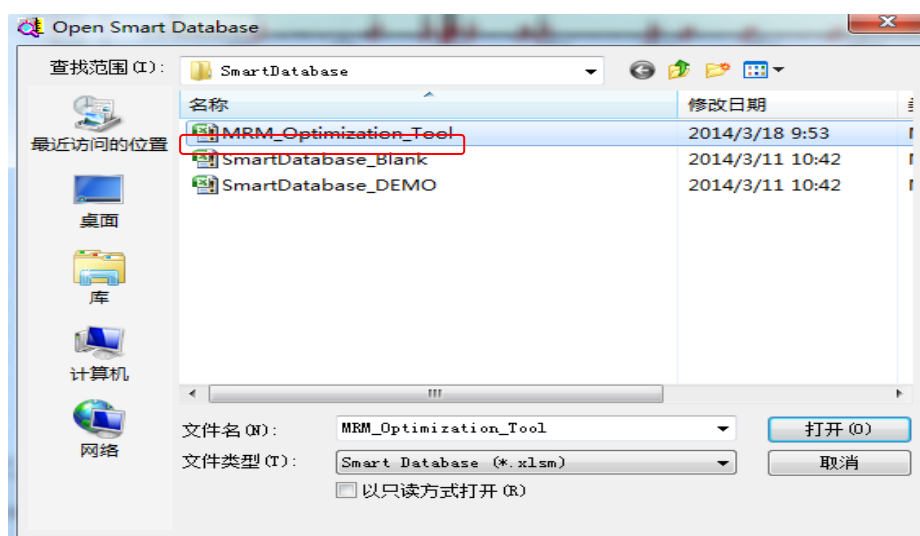
双击“后处理 GCMS Postrun Analysis”--点击辅助栏“定性”，打开标准品的 Q3-SCAN 数据文件，选择要处理的峰，点击扣除背景后进行相似度检索

，确定为目标组分，点击相似度检索结果中“”将该化合物注册质谱处理表→辅助栏“创建组分表”，辅助栏中“向导(新建)”制作组分表→选择“使用当前质谱处理表”→“定量方法”选择“外标法”，“计算”选择“面积”，“校准曲线”选择 3，“曲线类型”选择“线性”，“零点”选择“非强制通过”，“单位”选择“ $\mu\text{g/Kg}$ ”→“标准液浓度”填入标准品的实际浓度值，“质量数小数点位数”选择离子小数位数，“缺省离子允差”填入 50→根据化合物输入化合物名称，选择“目标离子”与“定性离子”→完成→保存→点击工具栏“文件”下的“方法另存为”，保存文件名为“Product Ion 方法”，点击辅助栏

“COAST”--保存方法，选择界面中“碎片离子扫描”，根据测定组分选择合适的时间段一确定。

B 创建碎片离子扫描批处理表

，打开“MRM_Optimization_Tool”，启用宏命令。



在“Create_MethodBatch”表中，选择语种为中文，点击“方法文件”打开“Product Ion 方法”。输入电压范围，电压间隔(可以算出需要进样次数)，进样次数(若标样不够要可多加若干瓶标液)。点击“创建批处理文件”创建 MRM CE 电压优化批处理表。

创建批处理文件

批处理文件路径C:\GCMSsolution\Sample\TQ8030\2014618_pro-ion-scan.qgb

语言

最优化参数

方法文件

sample\SampleData(TQseries)\pro-ion-sc...

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

C 运行碎片离子扫描批处理表

在实时分析软件打开电压优化批处理表，运行批处理采集电压优化数据。

GCMS 实时分析 (Admin) - [批处理表 - 2014618_pro-ion-scan.qgb]

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 仪器(I) 批处理(B) 工具(T) 窗口(W) 帮助(H)

批处理

返回

设置

向导

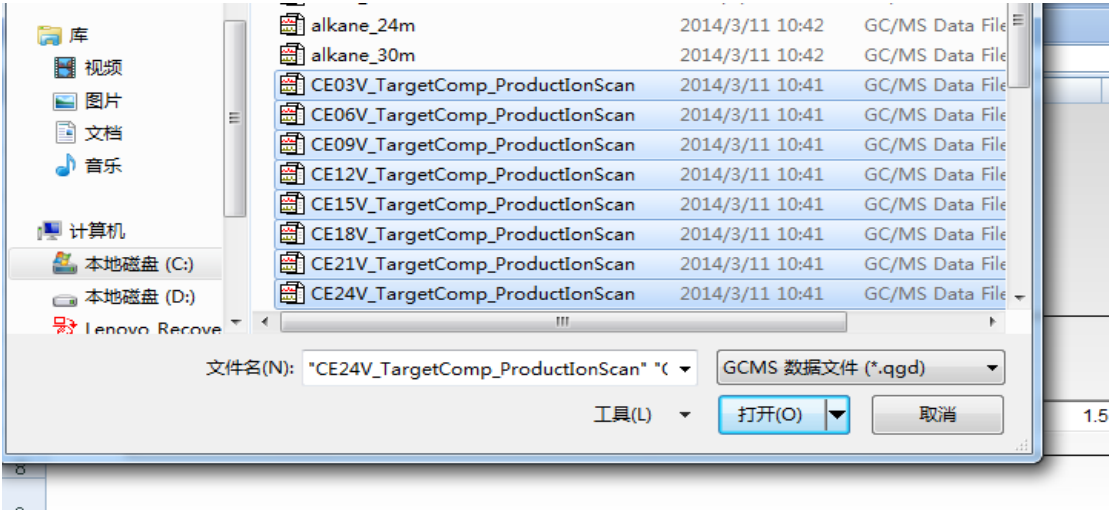
开始

暂停/重启

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	内标量	报告输出
1	1		0:未知物	IT QT	an.qgm	E03V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
2	1		0:未知物	IT QT	an.qgm	E06V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
3	1		0:未知物	IT QT	an.qgm	E09V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
4	1		0:未知物	IT QT	an.qgm	E12V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
5	1		0:未知物	IT QT	an.qgm	E15V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
6	2		0:未知物	IT QT	an.qgm	E18V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
7	2		0:未知物	IT QT	an.qgm	E21V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
8	2		0:未知物	IT QT	an.qgm	E24V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
9	2		0:未知物	IT QT	an.qgm	E27V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
10	2		0:未知物	IT QT	an.qgm	E30V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
11	3		0:未知物	IT QT	an.qgm	E33V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
12	3		0:未知物	IT QT	an.qgm	E36V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
13	3		0:未知物	IT QT	an.qgm	E39V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
14	3		0:未知物	IT QT	an.qgm	E42V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
15	3		0:未知物	IT QT	an.qgm	E45V_pro-ion-scan.qgd	1	1	(级别1)	打印
16	1		0:	IT QT			1	1	(级别1)	打印

D 优化 CE 电压

打开“MRM_Optimization_Tool”表中的“MRM Optimization”， 点击“选择数据文件”，打开 CE 优化数据



No.	文件名	No.	组分名称	保留时间	保留指数	母离子1	事件1	母离子2	事件2
1	CE03V_TargetComp_ProductionScan.qgd	1	Dichlorvos	5.423	1245	109.000	1	185.000	2
2	CE06V_TargetComp_ProductionScan.qgd	2	Fenobucarb	8.243	1608	121.000	1	150.000	2
3	CE09V_TargetComp_ProductionScan.qgd	3	Simazine	9.499	1740	201.000	1	186.000	2
4	CE12V_TargetComp_ProductionScan.qgd	4	Propyzamide	9.946	1785	173.000	1	175.000	2
5	CE15V_TargetComp_ProductionScan.qgd	5	Diazinone	9.975	1788	179.000	3	304.000	4
6	CE18V_TargetComp_ProductionScan.qgd	6	Chlorthalonil	10.140	1803	266.000	5	264.000	6
7	CE21V_TargetComp_ProductionScan.qgd	7	Iprobenfos	10.549	1838	204.000	1	246.000	2
8	CE24V_TargetComp_ProductionScan.qgd	8	Fenitrothion	11.824	1941	277.000	1	260.000	2
9	CE27V_TargetComp_ProductionScan.qgd	9	Benthiocarb	12.265	1975	100.000	1	257.000	2
10	CE30V_TargetComp_ProductionScan.qgd	10	Isoprothiolane	14.907	2160	204.000	1	290.000	2
11	CE33V_TargetComp_ProductionScan.qgd	11	Isoxathion	15.742	2217	313.000	1	177.000	2
12	CE36V_TargetComp_ProductionScan.qgd	12	Chloritrofen	17.230	2316	317.000	1	287.000	2
13	CE39V_TargetComp_ProductionScan.qgd	13	EPN	19.288	2453	157.000	1	169.000	2
14	CE42V_TargetComp_ProductionScan.qgd								
15	CE45V_TargetComp_ProductionScan.qgd								

选择离子对数及产物离子扫描范围参数

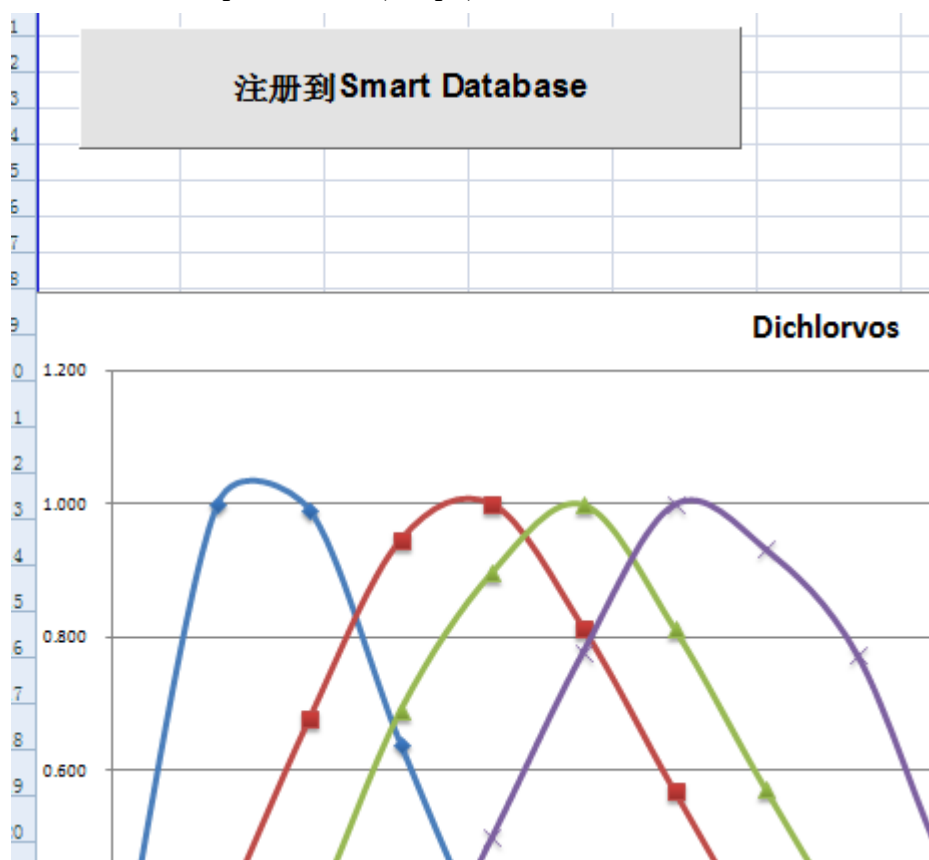
最优化参数

MRM transition数

碎片离子范围:开始 m/z - 结束 m/z - (母离子 -)

点击“MRM 最优化”，在“Result of Optimization (Graph)”自动生成 CE 优化曲线

在“Result of Optimization (Graph)”中点击“注册到 Smart Database”

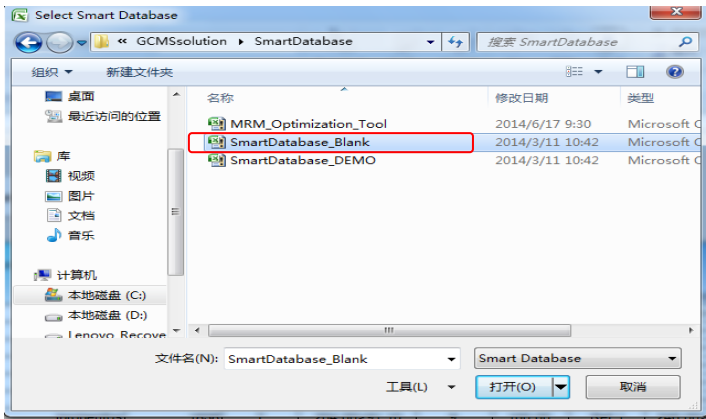


在“Result of Optimization (Table)”得到各组分的最佳 CE 电压及离子丰度比值。

序号	组分名称	保留指数	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
1	Dichlorvos	1245	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
2	Fenobucarb	1608	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
3	Simazine	1740	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
4	Propyzamide	1785	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
5	Diazinone	1788	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
6	Chlorthalonil	1803	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
7	Iprobenfos	1838	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
8	Fenitrothion	1941	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
9	Benthiocarb	1975	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
10	Isoprothiolane	2160	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
11	Isoxathion	2217	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
12	Chlormitrofen	2316	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
13	EPN	2453	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

E MRM 方法生成

在“Result of Optimization (Table)” 中点击“注册到 Smart Database”，打开“SmartDatabase_Blank”数据库



AART 用保留指数 “选择不启用 AART”

点击“输入”，选择“Product Ion 方法”——保存组分信息，选择“模板方法文件”为“Product Ion 方法”。点击“创建方法文件”，并确定。

MS表参数

MRM, SIM 参数

循环时间(MRM, SIM) 秒

所需处理时间: R.T. ± 分

扫描模式 ☐ ON ☒ OFF

扫描时间

事件时间 秒

扫描范围: 开始 m/z - 结束 m/z -

分析时间: 开始 R.T. - 结束 R.T. - 分

OK 取消

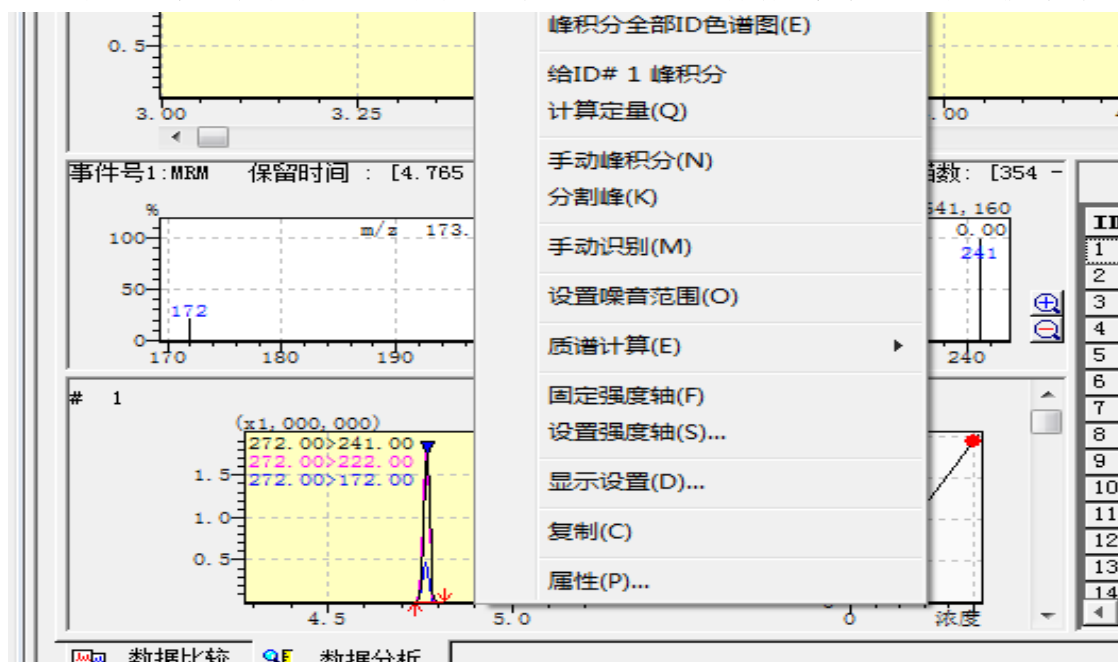
保存方法为“xxx-MRM”。实时分析中打开“xxx-MRM”方法，在MS参数中选择合适的检测器电压—保存。

10) “实时分析”---辅助栏“批处理”---编辑批处理表：进样瓶号、方法、数据文件等信息---点击辅助栏中“开始”，采集标准品各浓度的MRM数据文件。

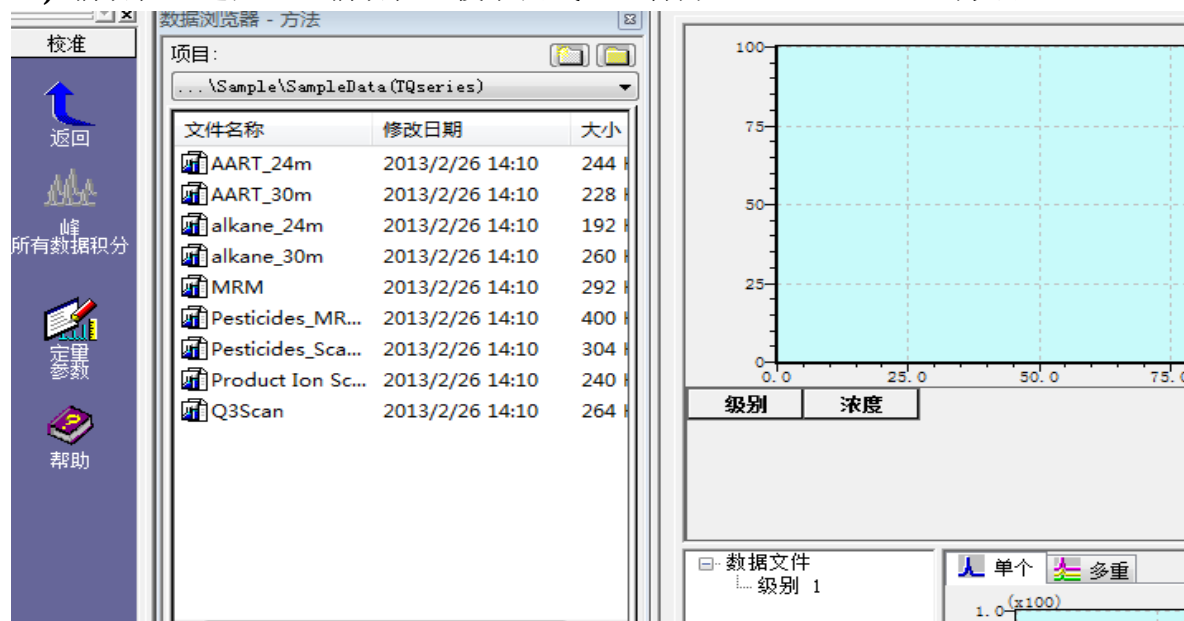
文件夹: C:\GCMSsolution\Sample\SampleData(TQseries)

	样品瓶	样品名称	样品 ID	样品类型	分析类型	方法文件	数据文件	数据描述	级别号
1	1	5ppb Pesticide	STD-0001	0:未知	IT QT	n Curve.qgm	TD01.qgd		1
2	2	10ppb Pesticid	STD-0002	0:未知	IT QT	n Curve.qgm	TD02.qgd		1
3	3	50ppb Pesticid	STD-0003	0:未知	IT QT	n Curve.qgm	TD03.qgd		1
4	4	100ppb Pestici	STD-0004	0:未知	IT QT	n Curve.qgm	TD04.qgd		1
5	5	unknown Pestic	UNK-0005	0:未知	IT QT	n Curve.qgm	noun.qgd		1

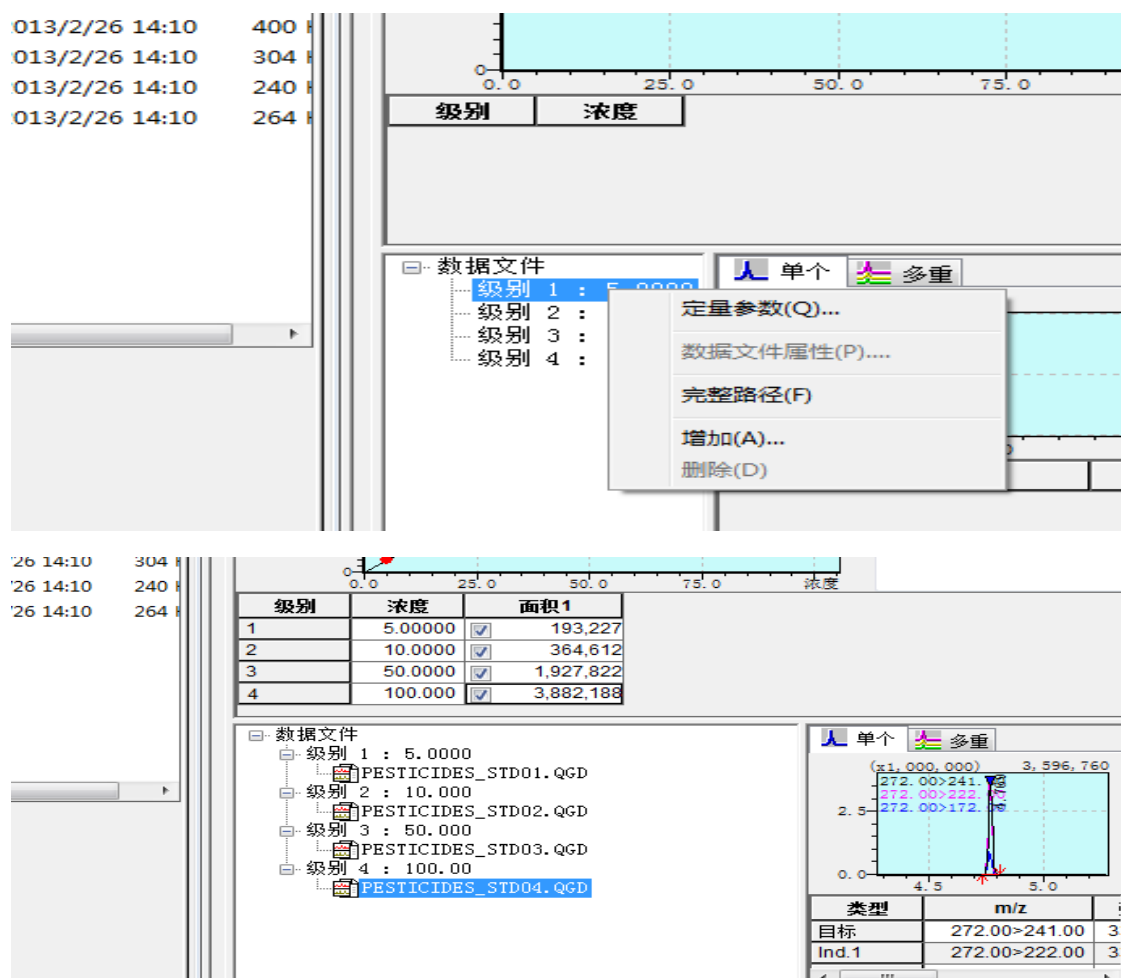
11) “后处理”---辅助栏“定量”---打开最低浓度点的MRM数据文件---MC图中右键单击，弹出菜单中选择“积分全部ID色谱图”，保存。依次处理各浓度数据。



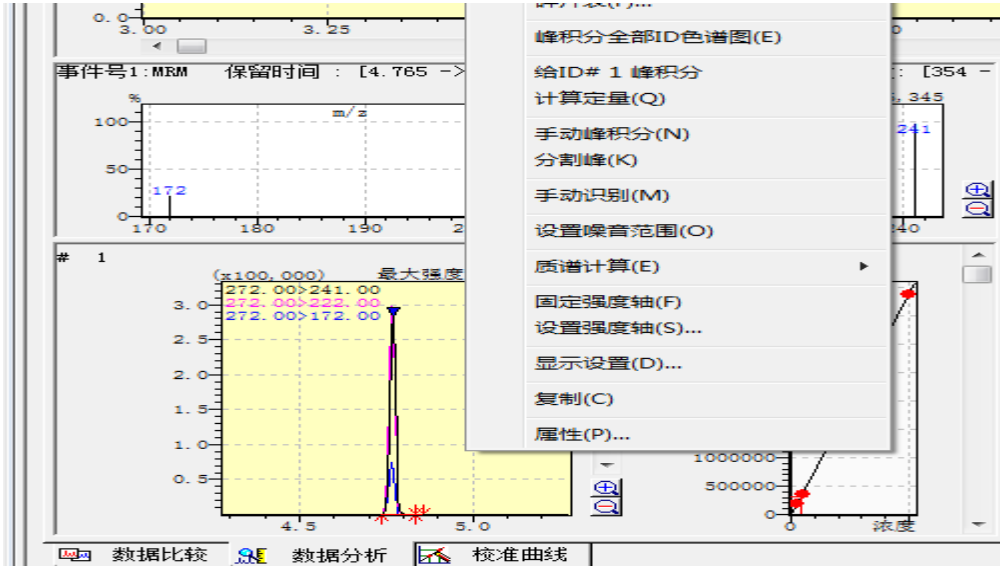
12) 辅助栏“返回”---辅助栏“校准曲线”---打开“XXXX-MRM”方法



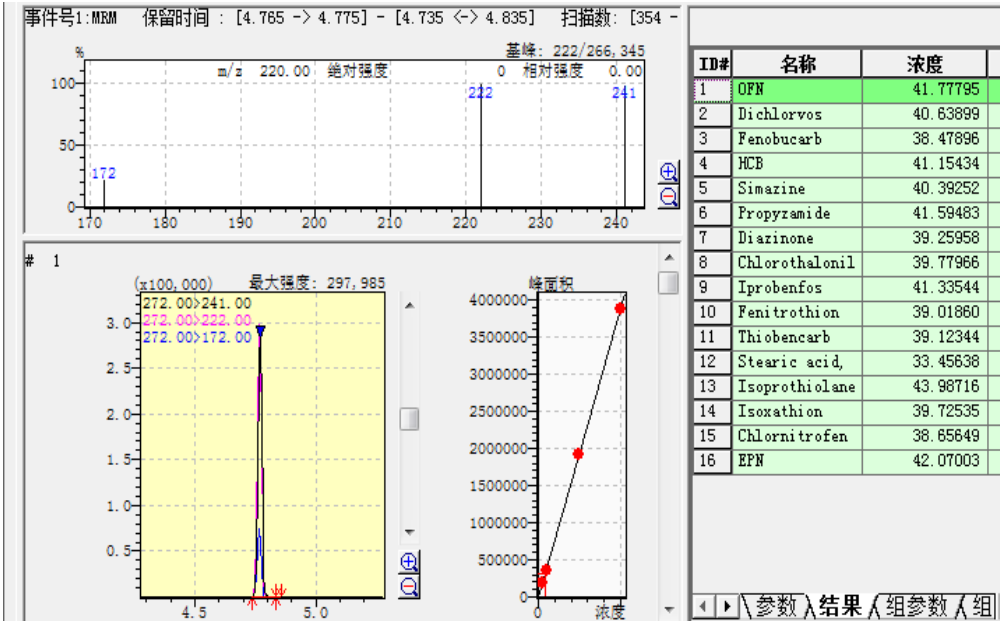
13) 右键单击级别浓度，弹出菜单中选择“增加”，选择该浓度对应的数据文件，依次增加各浓度数据，查看相关系数达到要求。保存。



14) “后处理”---辅助栏“定量”---打开未知样品数据文件---辅助栏“加载方法”---“XXXX-MRM”方法---OK---MC图中右键单击，弹出菜单中选择“积分全部ID色谱图”



对测定结果判定（保留时间、离子对、丰度比）



15) 查看结果：结果（组分表中）--测试液含量

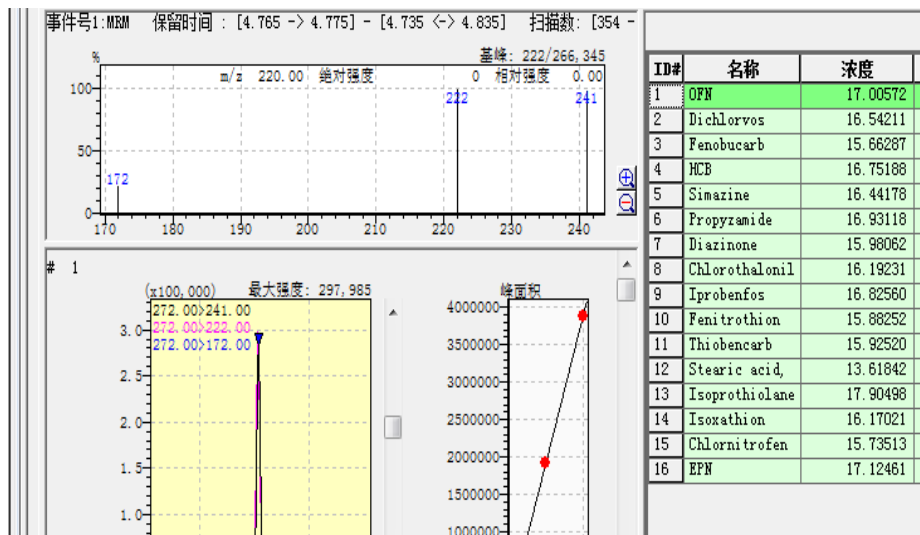
16) 点击工具栏“文件”下的“数据文件属性”，
分别输入：样品量和稀释因子

属性 - C:\GCMsolution\Sample\SampleData(TQseries)\Pesticides...

文件信息	描述	样品信息	原始文件
分析人:	Admin		
分析日期:	2012/2/10 4:15:33		
样品类型:	Unknown		
级别号:	1		
样品名称:	unknown Pesticides		
样品 ID:	UNK-0005		
内标量:	1		
样品量:	2.5467		
稀释因子:	5		
样品瓶号:	8		
进样体积:	1	x 1	进样

确定 取消 帮助

17) 辅助栏“计算”，得到的结果是样品中的含量。



18) 完成报告

