

Agilent 6100 系列 四极杆 LC/MS 系统

入门指南





© Agilent Technologies, Inc. 2011

根据美国和国际版权法,未经安捷伦科 技有限公司事先同意和书面许可,不得 以任何形式、任何方式(包括存储为电 子版、修改或翻译成外文)复制本手册 的任何部分。

手册部件号

G1960-97080

版本

版本A, 2011年9月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc. 5301 Stevens Creek Blvd. Santa Clara, CA 95051

在有新文件替换之前,本指南适用于 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 B.03.01 版或更新版本的安捷伦化学 工作站软件。

如果您对本指南有任何建议,请发送电 子邮件至 feedback_lcms@agilent.com。

声明

本书内容在将来的版本中如有变动, 恕不另行通知。此外,在适用法律 允许的最大范围内,安捷伦对本手 册以及此处包含的任何信息不作任 何明示或默示担保,包括但不仅限 于针对某一特殊用途的适销性和适 用性的默示担保。对于本手册或此 处包含的任何信息可能出现的错 误,或者因修改、使用本手册或此 处包含的任何信息或因其性能方面 的原因而造成的偶然或必然的损 失,安捷伦不承担任何责任。如果 安捷伦与用户签订了单独的书面协 议,其中涉及本书内容的声明条款 与这些条款冲突,则以单独协议中 的声明条款为准。

技术许可

本书对硬件和 / 或软件的介绍已获得特 许,未经许可,不得使用或复制。

权利限制说明

美国政府有限权利。授予联邦政府的软 件和技术数据权利仅限最终用户通常享 受的权利。根据 FAR 12.211(技术数据) 和 12.212(计算机软件),以及针对国防 部的 DFARS 252.227-7015(技术数据 - 商 业项目)和 DFARS 227.7202-3(商业计算 机软件或计算机软件文档的相关权利), 安捷伦提供软件和技术数据的通用商业 许可。

安全注意事项

小心

小心提示表示危险。提醒您注意 某个操作步骤、某项操作或类似 问题,如果执行不当或未遵照提 示操作,可能会损坏产品或丢失 重要数据。除非您已完全理解并 满足所指出的条件,否则请不要 忽视小心提示而继续进行操作。

警告

警告提示表示危险。提醒您注意 某个操作步骤、某项操作或类似 问题,如果执行不当或未遵照提 示操作,将导致人身伤害或死 亡。不要忽视警告提示,直至完 全理解和符合所指出的条件。

内容提要 ...

本指南提供了一系列的练习可帮助您了解 Agilent 6100 系列 LC/MS 系统的基本操作。

如果您对本指南有任何建议,请发送电子邮件至 feedback_lcms@agilent.com。

1 准备分析

使用以下练习来准备 LC,稀释磺胺演示样品,以及检查 MS 上的 调谐。

2 建立并运行扫描方法

了解如何为磺胺演示混合物建立扫描方法并采集数据。

3 定性数据分析

了解如何检查色谱图和质谱图以识别样品组分。在以下练习中,您 将处理在第2章中分析的磺胺样品的数据,或处理通过化学工作站 软件得到的数据文件中的数据。

4 建立并运行 SIM 方法

了解如何为磺胺演示混合物建立选择离子监测 (SIM) 方法并采集数据。

5 建立并运行一个序列

使用以下练习来建立一个自动序列,用于对各种浓度的磺胺混合物进行 SIM 分析,并使用此序列采集数据。

6 定量数据分析

了解当您需要确定样品组分的含量时如何分析数据。以下练习将使 用您用化学工作站软件得到的咖啡因数据文件。

目录

1 准备分析 7

练习 1. 准备 LC 以运行样品 8任务 1. 启动化学工作站 8

任务 2. 冲洗泵 9

任务 3. 准备分析用的色谱柱 10

练习 2. 准备分析用的样品 12

练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整 14

2 建立并运行扫描方法 15

练习 1. 建立全扫描采集方法 16任务 1. 输入 LC 采集参数 16任务 2. 输入 MS 采集参数 19

练习 2. 以全扫描方法采集数据 23任务 1. 输入样品信息 24任务 2. 采集数据 25

3 定性数据分析 27

练习 1. 显示并处理色谱图 28练习 2. 检查质谱 31

练习 3. 对色谱图进行积分 36

练习 4. 打印报告 40

4 建立并运行 SIM 方法 43
 练习 1. 建立 SIM 采集方法 44

- 任务 1. 调用您先前创建的扫描方法 44 任务 2. 输入 MS 采集参数 45
- 练习 2. 以 SIM 方法采集数据 48
 任务 1. 输入样品信息 49
 任务 2. 采集数据 50

5 建立并运行序列 51

练习 1. 建立一个序列 52
任务 1. 准备创建新序列 52
任务 2. 编辑序列参数 53
任务 3. 建立序列表 55
任务 4. 建立序列输出 58

练习 2. 运行序列 60

6 定量数据分析 61

练习 1. 创建用于定量分析的方法 62
任务 1. 创建新方法 62
任务 2. 设置定量分析的信号 63
任务 3. 对低浓度标样进行积分 65
任务 4. 设置一般校正参数 67
任务 5. 设置校正曲线 68
任务 6. 浏览改进校正的选项 72

练习 2. 处理样品并打印报告 73



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

准备分析

练习 1. 准备 LC 以运行样品 8
任务 1. 启动化学工作站 8
任务 2. 冲洗泵 9
任务 3. 准备分析用的色谱柱 10
练习 2. 准备分析用的样品 12
练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整 14

本章提供了一些可帮助您了解如何执行以下操作的练习:

- 准备用于分析的 LC 和色谱柱
- 准备在这些练习中分析用的样品
- 检查 MS 调谐设置并在必要时调整。

准备工作

- 订购样品:安捷伦电喷雾 LC 演示样品, 部件号 59987-20033。
- 订购色谱柱: Agilent ZORBAX SB-C18, 2.1 mm x 30 mm, 3.5 μm, 部件号 873700-902。
 - 您可以使用其他类似色谱柱,但是您可能需要调整 HPLC 条 件以得到良好的分离。
- 确保电喷雾源已安装。
- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南和 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统概念指南的第2章。



1 准备分析

练习 1. 准备 LC 以运行样品

练习 1. 准备 LC 以运行样品

对于以下任务,请尝试第一栏中的步骤。如果需要更多的帮助,请 遵循中间栏的详细说明。

任务 1. 启动化学工作站

步骤	详细说明	注释
1 打开"化学工作站"窗口。	 ・ 単击桌面上的 "化学工作站" 图标。 	 替代方法: ·从开始菜单选择: 所有程序>安捷伦化学工作站> 仪器1联机。

任务 2. 冲洗泵

对二元泵和四元泵使用这些说明。请参见化学工作站联机帮助,以 获取有关毛细管泵和纳流泵的说明。

步	骤	详细说明	注释
1	显示 "方法和运行控制"视图。	 ・ 在左下方的视图选择区域,单击 方法和运行控制。 う法和运行控制。 	
2	将泵置于待机模式。	 a 在 "仪器"菜单上单击更多泵 > 控制 HPLC 泵打开 "泵控制"对 话框。 b 选择待机并单击确定。 	替代方法: ・ 从"泵"上下文菜单中选择 待机 。
3	准备在这些进阶练习中使用的 溶剂。 • A – 5 mM 甲酸铵水溶液 • B – 5 mM 甲酸铵甲醇溶液	 a 在装有1升 HPLC 级水的容器中, 加入1mL的5M甲酸铵。 b 在装有1升 HPLC 级甲醇的容器 中,加入1mL的5M甲酸铵。 	 ・ 甲酸铵的部件号为 G1946-85021。 ・ 每安瓿含有 2.2 mL 的甲酸铵溶剂。
4	用您刚刚准备好的溶剂瓶替换原有 溶剂瓶。	 ・ 替 特 通 ゴ	
5	打开清洗阀。	 a 将泵前端的黑色吹扫阀逆时针旋转两圈。 b 将泵的出口管线放入 250 mL 或更大的大口杯中。 	
6	对流量和 B 分别输入 5 mL/min 和 50%,在通道 A 中使用水,在通道 B 中使用甲醇。	a 单击泵图标。 b 选择 设置泵 。 c 输入步骤6中的参数并单击 确定 。	・ 务必使用 HPLC 级溶剂。
7	开启泵并监视管线中的气泡。	 a 要开启泵,请单击"溶剂 输送(泵)"图标右下角的 小按钮。 b 监视汽泡。 	 吹扫大约3分钟以保证有3倍体 积的溶剂通过二元泵。 您也可以先单独吹扫每个通道, 以确保它们都不堵塞。

1 准备分析

任务 3. 准备分析用的色谱柱

步	骤	骤		注释	
8	当气泡消失、吹扫完成后, 对流量 和 B 分别输入 1 mL/min 和 100%。	a b c	右键单击泵图标。 选择 设置泵 。 输入步骤8中的新参数, 击 确定 。	然后单	
9	吹扫一会儿,然后关闭吹扫阀。	a b	继续吹扫一会儿。 关闭黑色阀。		有关冲洗泵的更多信息,请参见随 泵附带的参考手册。

任务 3. 准备分析用的色谱柱

在下几章的练习中,您将分析四种磺胺类化合物的混合物。要执行 以下章节中的分析,您必须先老化并平衡色谱柱。

步	· 骤	详	^连 细说明	汨	上释
1	断开色谱柱与检测器和 MS 的 连接。	a b c	通过单击"溶剂输送(泵)" 图标右下角的小按钮关 闭泵。 断开色谱柱与检测器和 MS 的 连接。 将色谱柱出口管线的开放端放入 大口杯中。	•	要避免检测器污染,可使色谱 柱的排出物直接进入废液大口 杯中。
2	用 100% 的甲醇以 1 mL/min 的流量 冲洗色谱柱 5 到 10 分钟。 • ZORBAX SB-C18, 2.1 mm 30 mm, 3.5 μm, 部件号 873700-902	a b	开启泵。 以任务 2(步骤 8)中的条件将甲 醇注入色谱柱。	•	柱箱附带的数据文件建议您用 20 到 30 倍柱体积的 100% 甲醇 (大 约为 5 到 7.5 mL)冲洗。

准备分析 1 任务 3. 准备分析用的色谱柱

连接。

	详细说明	注释
3 使用任务 2 (步骤 6)中调制的溶 剂如下老化色谱柱。 • 流速 – 0.4 mL/min • 100% B 持续 1/2 小时 • 50% B 持续 1/2 小时	 a 在"仪器"菜单中单击设置仪器 方法,打开"设置方法"对话框。 b 单击泵选项卡。 c 输入步骤 3 中的流速。 d 在溶剂 B 中,输入 100 并单击 应用。 e 等 30 分钟。 f 在溶剂 B 中,输入 50 并单击 应用。 g 等 30 分钟。 	 以 0.4 mL/min 的流速,校验色谱 柱应该产生大约 70 到 80 bar 的压 力(色谱柱出口不连接任何接头的情况下测量)。 在您执行了这些步骤之后,如果 通过色谱柱的泵压太高,请订购 色谱柱 SB-C18 (<i>部件号</i> 873700-902)替换。 如果您的色谱柱不是新的,则可 以缩短老化色谱柱的时间长度。
 4 以以下分析条件使色谱柱达到平 衡: 12% B 持续 1/2 小时,温度为 40 ℃ 	 a 在溶剂 B中, 输入 12 并单击 确定。 b 在"设置方法"对话框中单击 TCC 选项卡。 c 在温度中, 输入 40 并单击确定。 	 在您老化并平衡色谱柱的同时, 您可以完成本练习中的步骤 5, 然后进行本章中的其余练习。务 必先完成步骤 6,再进入下一章。
 5 当色谱柱平衡时,设置 MS 雾化 室的参数,这样它可以同时加热 并平衡。 干燥气流速:8L/min 雾化气压力:35 psig 干燥气温度:300°C 毛细管电压:3000 V 对于使用安捷伦喷射流技术的 6150: 鞘气流速:12 L/min 鞘气温度:360°C 喷嘴电压:0 V 	 a 右键单击系统视图上的 MSD 图标,并选择雾化室。 b 输入步骤5中介绍的参数。 c 单击确定。 d 在调谐 MS 之前请等待 10 分钟。 	
6 重新将色谱柱连接到 DAD 和 MS。		 完成"练习3.检查当前MS调 谐值并在必要时调整"时,可 以将色谱柱连接到DAD和MS, 也可以不连接;但是在开始 第2章"建立并运行扫描方 法"中的练习之前您需要重新

1 准备分析

练习 2. 准备分析用的样品

练习 2. 准备分析用的样品

在下几章的练习中,您将分析四种磺胺类化合物的混合物。电喷雾 LC 演示样品 (*部件号 59987-20033*),包含 5 只安瓿,其中以下 化合物各 100 ng/μL:

- 磺胺甲二唑 (M+H)⁺ = 271
- 磺胺二甲嘧啶 (M+H)⁺ = 279
- 磺胺氯哒嗪 (M+H)* = 285
- 磺胺二甲氧嗪 (M+H)⁺ = 311。





磺胺甲二唑

磺胺二甲嘧啶

磺胺氯哒嗪

磺胺二甲氧嗪

要执行以下章节中的分析,必须先以多种稀释比例准备样品。最后的浓度将为1、5和10 ng/μL。您还要准备一份溶剂空白。

准备分析 1 练习 2. 准备分析用的样品

步	骤	详	细说明	注	释
1	在 1-mL 自动进样瓶中按 1:10 稀释 原始样品。 • 最后的浓度为 10 ng/μL • 此样品将用于第 2 章中的扫描分 析,以及第 4 章和第 5 章中的 SIM 分析。	a b c	将 100 μL 的磺胺混合物注入自动 进样瓶中。 加入 900 μL 的 90:10 水:甲醇(含 有 5 mM 甲酸铵) (NH ₄ HCO ₂)。 盖好瓶盖。	•	原始磺胺混合物溶解在由 70%的 水与 30%的乙腈组成的混合溶 剂中。
2	在 1-mL 自动进样瓶中按 1:20 稀释 原始样品。 • 最后的浓度为 5 ng/µL • 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。	a b c	将 50 μL 的磺胺混合物注入自动 进样瓶中。 加入 950 μL 的 90:10 水:甲醇(含 有 5 mM 的甲酸铵)。 盖好瓶盖。		
3	在 1-mL 自动进样瓶中按 1:100 稀 释原始样品。 • 最后的浓度为 1 ng /μL • 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。	a b c	将 10 μL 的磺胺混合物注入自动 进样瓶中。 加入 990 μL 的 90:10 水: 甲醇(含 有 5 mM 的甲酸铵)。 盖好瓶盖。		
4	在 1-mL 自动进样瓶中准备一份溶 剂空白。 • 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。	a b	将 990 μL 的 90:10 水:甲醇 (含 有 5 mM 的甲酸铵)加入自动进 样瓶中。 盖好瓶盖。		

1 准备分析

练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整

练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整

MS 非常稳定,不需要经常调谐。通常,您可以一个月调谐一次, 或最多一周一次。您可以使用此练习中介绍的"检查调谐"程序来 确认 MS 是否已经过调整。

步骤	详细说明	注释
1 切换到"MSD调谐"视图。	 在左下方的视图选择区域,单击 MSD 调谐。 MSD Tune 	
2 选择调谐文件。	 a 在"选择调谐文件"对话框中, 选择 ATUNES.TUN。 b 保持缺省值正极性(标准)。 c 单击确定。 d 在"MSD调谐"视图的顶部附近的状态栏中,验证您是否可看到以下内容: 模式为 API-ES 源为 ESI (电喷雾) 	• 确保您对相应的源使用了相应的 调谐液。
3 运行检查调谐。	 在调谐菜单中,选择检查调谐。 请注意,"检查调谐"需要从上次自动调谐中获取的比较值。自动调谐通常在安装过程中运行。 	 "检查调谐"通常包括了您确认 MS设置是否正确所需要执行的 所有操作。 如果检查调谐指示您的 MS 设置 有问题,请继续执行步骤4和/ 或步骤5。
4 如果检查调谐报告建议您调整峰宽 或质心轴,请进行相应调整。	a 在调谐菜单中,选择调整质量 峰宽。 b 在调谐菜单中,选择校正质心轴。	
5 如果检查调谐报告显示灵敏度较差 (表示您的 MS 设置严重失调),请 运行全部"自动调谐"。	 ・ 从调谐菜单中,选择自动调谐 > 正极性。 	 此手册中的练习仅使用正离子模 式和标准扫描速度,因此不必对 负极性或快速扫描进行调谐。



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

建立并运行扫描方法

练习 1. 建立全扫描采集方法 16
任务 1. 输入 LC 采集参数 16
任务 2. 输入 MS 采集参数 19
练习 2. 以全扫描方法采集数据 23
任务 1. 输入样品信息 24
任务 2. 采集数据 25

以下练习说明了如何为演示样品(磺胺混合物)建立扫描数据采集 方法,以及如何使用此方法采集数据。

您在以下这些练习中输入的 LC 参数适用于标准的 Agilent 1100/1200/1260/1290 系列液相色谱 (LC) 系统。必须输入适用于 您的 LC 型号的 LC 参数。

要查看以下练习的结果,请参见第3章"定性数据分析"。

准备工作

2

- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南和 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统概念指南的第3章。
- 如第1章"准备分析"所述准备LC、色谱柱和样品。

对于以下几页中的任务,请尝试执行左边未详细说明的步骤。如果 需要更多的帮助,请遵循右边的详细说明。



2 建立并运行扫描方法

练习1.建立全扫描采集方法

练习 1. 建立全扫描采集方法

此练习可更改默认方法并将其另存为新方法。此练习包含以下几项 任务:

- 第16页的"任务1. 输入LC采集参数"
- 第 19 页的"任务 2. 输入 MS 采集参数"

任务 1. 输入 LC 采集参数

步骤	详细说明	注释
1 显示"方法和运行控制"视图。	・在"化学工作站"窗口左下方的 视图选择区域中,单击 方法和运 行控制 。	
2 打开方法 DEF_LC.M。	a 选择 文件 > 调用 > 方法 。 b 如果需要,请浏览至 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 选择 DEF_LC.M 并单击 确定 。	
3 以新名称 SULFA MS SCAN 1.M 保 存方法。	 a 选择文件 > 另存为 > 方法。 b 在对话框中为名称输入 SULFA MS SCAN 1.M。 c 单击确定。 d 在方法历史注释框中,输入注释。 e 单击确定。 	 此时用新名称保存方法可避免以 后意外覆盖默认方法。
4 输入进样量 1 μL 。	 a 在"仪器"菜单中单击设置仪器 方法,打开"设置方法"对话框。 b 单击 ALS 选项卡。 c 单击标准进样。 d 在进样量框中,输入1代表 1-μL 的进样。 	

建立并运行扫描方法 任务 1. 输入 LC 采集参数 2

步骤	详细说明	注释
5 输入泵参数。	 a 在"设置方法"对话框中单击泵 选项卡。 b 如下所示设置参数: 流速 =0.400mL/min 停止时间 =7.00 min 后运行时间 =3.00min 溶剂 A=88% 的水 溶剂 B=12% 的甲醇 	
6 建立梯度时间表,如下图所示。	 a 打开选项卡下部的时间表区域, 单击插入,然后输入第一行。 b 单击追加并输入第二行。 c 重复步骤 b 以输入第 3 行和 第 4 行。 	如下所示设置时间表参数: 第1行时间1:00, %B=12, 流速=0.4 第2行时间3:00, %B=100, 流速=0.4 第3行时间6:00, %B=100, 流速=0.4 第4行时间7:00, %B=12, 流速=0.4
7 输入柱温箱温度 40 °C。	a 在"设置方法"对话框中单击 TCC选项卡。 b 单击℃的选项按钮。 c 输入40.0 作为℃。	
8 输入二极管阵列检测器 (DAD) 的 参数。	 a 在"设置方法"对话框中单击 DAD选项卡。 b 如下所示输入参数: 使用信号 A: 波长 272 nm,带宽16 nm 参比波长: 360 nm,参比带宽100 nm 光谱存储:峰中的全部 峰宽: > 0.1 min c 单击确定关闭具有新设定值的 "设置方法"对话框。 	・ 在本例中使用了 DAD,但是也可 以使用可变波长检测器 (VWD)。

2 建立并运行扫描方法

任务1. 输入LC采集参数

步	骤	详细说明	注释
9	仅选择 "运行时选项表" 中的 "数 据采集 "。	 a 在"运行控制"菜单中单击运行 时选项表。 b 选中数据采集复选框。 c 单击确定。 	 虽然通常将"数据分析"包含在 "运行时选项表"中,但在以下 练习中您将在第3章"定性数据 分析"中查看这些结果。
10	将新参数保存到方法文件 SULFA MS SCAN 1.M 中。	a 选择 文件 > 保存 > 方法 。 b 在 方法历史注释 框中,输入注释。 c 单击 确定 。	

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤

详细说明

- 输入四极杆质谱仪 (MS) 的参数:
 信号 1、扫描模式和正极性
 - 扫描范围: 100 到 500
 - 碰撞诱导解离: 对于 Agilent 6120 型号,为 100 V; 对于 Agilent 6130 或 6150 型号, 为 125 V
 - · 增益: 1.00
 - 阈值: 150
 - 步径: 0.10
 - 峰宽: 0.05 min
 - 扫描数据存储: 压缩
 - 活动信号: 仅1

- a 右键单击系统视图上 的 MSD 图标,并选 择**设置** MSD 信号。 ≁
- b 输入步骤1所述的参数,如下图所示。注意输入与您的 MS 型号相应的碰撞诱导解离电压。
- c 单击确定。

注释

 为节省磁盘空间,通常可采集线 质谱图(扫描数据存储 = 压 缩)。但是,当您从完整蛋白质 或蛋白质酶解/肽中采集质谱 图时,您必须采集并解卷积轮廓 图质谱图。(扫描数据存储 = 全部)。

设罢∎sn信号		
MSD 控制	MSD 信号设置 (2)	
停止时间 (§): 无限制 ▼ 已禁用 FIA	信号 (2): 1 ▼ 模式: 扫描 ▼ 极性: 正 ▼ 作用 # # # # # # # # # # # # # # # # # # #	+ 1,0
常规 调谐文件 atunes tun ▼	时间 开/关 (瓜面) 1000 1000 1000 1000 1000 1000 1000 10	
高子源 (S) API-ES 峰宽 (W) 0.100 min 循环时间		25
1.06 sec/cycle 厂超速扫描①	排列 插入 添加 剪切 复制 粘贴	
✓ 时间滤光片 (2) 扫描数据存储 (G)	信号 2 模式: 扫描 极性: 正 ※ 循环时间:	#
压缩 ▼ 激活信号:	时间 开/关 质量范围 碰撞 增益 阀值 步径	
	1 <u>0.00</u> / 100.00 1000.00 70 1.00 150 0.10	
 ● 采集参数 Q) ○ 显示 EIC 参数 (Y) 	排列 插入 添加 剪初 复制 粘贴	
高级(&)	- 确定 (Q)	

2 建立并运行扫描方法

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤

- 2 输入离子源雾化室的参数:
 - 干燥气流速: 9 L/min
 - 雾化气压力: 40 psig
 - 干燥气温度: 300 °C
 - 毛细管电压: 3000 V
- 对于使用安捷伦喷射流技术的 6150:
 - 雾化气压力: 30 psi
 - 干燥气流速: 7 L/min
 - 干燥气温度: 350°C
 - 鞘气流速: 12 L/min
 - 鞘气温度: 360°C
 - 毛细管电压: 4000 V
 - 喷嘴电压: 0V
 - 碰撞诱导解离: 200 V
 - 倍增器增益:3

详细说明

- a 右键单击系统视图上的 MSD 图标,并选择雾化室。
- **b** 输入步骤 2 所述的参数,如下图所示。
- c 单击确定。

- 57 Horas	Terraria (1997)	1 _/T/H-*-	
「法雾化室:	API-ES -	C II	C ±
装的雾化室:	API-ES		0.75
温度、压力和流速-	ato D.L. Air		日山佐
壬燥气体流速 ∩/m		12.0	取入111
テル空にサ (…)	-) (1): 25		10.0
39 PL 38 (L) (0)	.g) (g). 35	55	100
十燥气体温度("	C) (<u>Y</u>): 350	350	350
汽化器温度("	C) (V) :	N/A	R/A
参数	귟	A	
毛细管电压	(V) (L): 3000	3000	
由是由语(40 (R) · N/A	N/A	
な世中国	00.00. 10.0	Jay a	
2 Lines Code	CONCERS IN IN	how	
时间表 (I)			~
时间	参数		值
插入(I) 添加	100 1100	复制C	1 粘贴(E)
			en l
确定(0)	取消	帮助(H	

对于使用安捷伦喷射流技术的所有型号 (6150 型号除外)

MSD Spray Chamber		×
Method Spray Chamber: AJS-ES Installed Spray Chamber: AJS-ES Temperatures, Pressure, and Flow	C ON C OFF	Parameters Positive Positive Regative Capillary Voltage (V): 1300 Corona Current (µA): N/A Nead Voltage (V): 0000 2000 2000
Actual Drying Gas Flow (I/min): 0.5 Nebulizer Pressure (psig): 1	Setpoint Maximum 12.0 13.0 35 60	Line Table Time (min) Parameter Value
Drging Gas Temperature (°C): 22 ⊻aporizer Temperature (°C):	250 350 N/A N/A	
Sheath Gas Temperature (°C): 28	150 150 3.0 12.0	Inset Append Cut Copy Easte
<u>D</u> K	Ca	ncel Help

注释

对于使用安捷伦喷射流技术的 6150 型号

建立并运行扫描方法 2 任务 2. 输入 MS 采集参数

步	- 骤	详细说明 注释	
3	建立以在整个运行过程中存储碰撞 诱导解离电压。	 a 右键单击系统视图上的 MSD 图标,并选择数据曲线。 b 选择碰撞诱导解离-1。 c 单击添加按钮。 d 单击确定。 	
		■SD 数据曲线	
		数据曲线 @) 可用 (Y) E細管电压 - 3 E細管电压 - 3 E細管电压 - 3 E細管电压 - 3 E細管电压 - 3 E細管电压 - 4 碰撞诱导解离 - 1	
		近似数据采集速率 ①: <mark>.5 ▼</mark> Hz 确定 ①	
4	保存方法。	 a 选择方法 > 保存方法以覆盖方法 SULFA MS SCAN 1.M。 b 在方法历史注释框中,输入注释。 c 单击确定。 	

2 建立并运行扫描方法 任务 2. 输入 MS 采集参数

a 选择 方法 > b 选中如下图月 c 单击 打印 按钮 <u>打印方法: 仪器 1</u> 方法打印选项: 远项 (1)	打印方法 。 _沂 示的复选框。 _扭 。	<u>全选 (A)</u>	- 4
打印方法: 仪器 1 方法打印选项: -选项 (11)		全选 (4)	
方法打印选项: - 选项 (盥) ☑ 方法信息 00		全选 (<u>A</u>)	
 ○ 万法变更历史 ○ 万法变更历史 ○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○ (○	① ② ③ ③ ○ ○ ○ ○ ○ ★ <	▼ 泵/柱温箱/芯片 (①) ▼ + 时间表	
一 数据分析 [1] ——			
「 掀音夜重 ① 厂 校正数据 ④		」 祝云事件 (U) F	
一选择打印输出方式	÷		
☞ 打印机 函		○ 文件 (2)	
	 ▽ 运行时选项表 ◇ (公器/采集 (1)) ▽ 检测器 (2) ▽ セ 川 印 表 ○ 数据分析 (2) ○ 丁 北 告 设置 (2) □ 校正数据 (2) ○ 法择打印输出方式 ○ 打印机 (2) 	 ▽ 运行时选项表 (£) (√器/采集 (±) (√ 检测器 (±)) (▽ 法祥器/AEC (▽ + 时间表 (▽ + 时间表 (▽ + 时间表 (○ 打印机 (£) (○ 打印机 (£) 	 ▽ 运行时选项表 (g) ◇ 松湯/采集 (1) ▽ 检测器 (2) □ ▽ 进祥器/AEC □ 泵/往温箱/芯片 (2) ▽ + 时间表 □ + 时间表 □ + 时间表 ◇ 数据分析 (2) □ 报告设置 (1) □ 〒 积分事件 (2) □ 校正数据 (2) □ □ 诸库检索与其他 (2) 违择打印输出方式: ○ 打印机 (2) ○ ○ 文件 (2) 打印 (2) 取消 帮助 (2)

建立并运行扫描方法 2

练习 2. 以全扫描方法采集数据

练习 2. 以全扫描方法采集数据

现在您已准备好用您刚刚创建的方法来采集磺胺混合物的数据。包含以下几项任务:

- 第 24 页的"任务 1. 输入样品信息"
- 第 25 页的"任务 2. 采集数据"



任务 1. 输入样品信息

	详细说明	注释
1 显示"单个样品"工具栏。	 ・ 在顶部工具栏中,单 文件 (2) 运 ・ 击单个样品图标。 	
1 显示"样品信息"对话框。	a 在"运行控制"菜单中单击 样 品信息。	
 输入样品信息: 操作者姓名 子目录: Sulfas 前缀: Sulfa scan 	a 输入步骤2所述的参数,如下图 所示。 b 单击 确定 。	•如果选择 前缀 / 计数器 ,则文件 名自动随运行次数递增。
 样品名称: Sulfas 10 ng/μL 注释: 扫描进阶练习 	操作者姓名 @): [您的名字 数据文件 @) 路径 [C:\Chem32\1\DATA\	子目录 (g): SUT_FAS 计数器: 0001 品瓶 1 (诺未输入则运行空白)
	样品名称 @): sulfas 10 ng/ul 样品量 (A): 0 内标量 (I): 0 目标信息 @): 注释 (I): 运行方法 (B) 确定	乘积因子 (L): 1 稀释因子 (L): 1 ● </td

任务 2. 采集数据

步	· 骤	详细说明	注释
1	将您准备好的 10 ng/μL 磺胺样品 瓶放置到自动进样器的位置 1 中。		 ・ 您在第 12 页的 "练习 2. 准备分 析用的样品" 中准备了此样品。
2	注入磺胺混合物样品。	・単击 单个样品 按钮开始运 Single Sample	行。 仅当从顶部工具栏中选择了单个样 品模式时才显示此按钮。
3	在数据采集过程中监视总离子色谱 图和 UV 色谱图。	a 在"联机图谱"窗口中, 更改按钮。 b 在可用信号列表中,选择 A:信号 = 272,16 参比 = 36 单击添加。 c 在"可用信号"列表中, MSD:信号1并单击添加 d 监视 MS 信号以确保基线	 单击 · 如果 MS 信号的基线波动大于 10%,则可能需要维护雾化器和 源室。请参见 Agilent 6100 系列单 0,100 并 四极杆LC/MS 系统维护指南。 选择 n。 浅稳定。
		编辑信号图谱	
		可选信号 (A) 柱温箱:温度 (左) 林温箱:温度 (右) MSD:信号 1 MSD:信号 2 MSD:信号 3 MSD:信号 4 MSD:信号 2 (CIC A) ▼	选定的信号 ⑤) 版加 A: 信号=254,4 参比=360,100 MSD: 信号 1 GIC A)
		- 窗口 ∑轴范围 【4 ▲ min [✔ 画零线 Q)	- MSD:信号 1 (EIC A) 类型:实测值 ⊻轴范围 3000000 号丰度 ▼ Y轴自动调整 (A) 偏移量 (2) 10 ■ %
		- 墙分收集器 ┏ 显示馏分收集标记	方法设置 ☑ 使用方法设置 应用于方法
		(

建立并运行扫描方法 任务 2. 采集数据 2

步骤 详细说明		注释
4 保存"联机图谱"窗口中的信号。	a 在编辑信号图对话框中,单击应 用于方法按钮。 b 保存方法。	
5 当分析完成时,查看结果。	• 要查看结果,请转到下一个练习。	 C18 色谱柱可能需要一次或两次进 样,才能完全老化好。在这些初始 进样过程中,无效的体积中的所 有物质都可能从色谱柱中洗脱。 重复这一过程,将会发生分离。



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

定性数据分析

3

练习 1. 显示并处理色谱图 28
练习 2. 检查质谱 31
练习 3. 对色谱图进行积分 36
练习 4. 打印报告 40

以下练习将使用您在第2章中生 成的数据文件。您也可以选择使 用通过化学工作站软件得到的 磺胺演示数据文件。 本章说明当您需要识别或确认样品组分时如何分析数据。

准备工作

- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南。
- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统概念指南中的"数据 分析"一章。
- 设置并运行第 2 章 "建立并运行扫描方法"中的采集方法,或 系统上 MSDEMO 数据文件夹中的 mssulfas.d 数据文件。

对于以下几页中的任务,请按任务显示的顺序依次执行。请尝试执 行左边未详细说明的步骤。如果需要更多的帮助,请遵循右边的详 细说明。



练习1.显示并处理色谱图

练习 1. 显示并处理色谱图

在此练习中,您将调用色谱图并更改色谱的显示。

步骤		详细说明	注释
1	显示 "数据分析"视图。	 ・ 在 "化学工作站"窗口的视图选择区域,单击数据分析。 義務分析 	
2	调用方法 SULFA MS SCAN 1.M。	a 选择 文件 > 调用 > 方法 。 b 浏览至文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 选择方法文件并单击 确定 。	 如果您刚刚完成前一练习,则此 方法已被调用。
3	显示"信号"工具组。	・ 单击 信号 图标,它靠 <u>M</u> 信号 近窗口的中间。	

练习 1. 显示并处理色谱图

步骤	详细说明	注释
 4 执行以下操作之一: 打开您在第2章中获取的数据文件 SULFA_SCAN00001.D。 打开位于 MSDEMO 文件夹中的数据文件 mssulfas.d。 	 a 选择文件 > 调用信号。 b 浏览到相应的文件夹: • C:\CHEM32\1\DATA\SULFAS 或 • C:\CHEM32\1\DATA\MSDEM(c :\CHEM32\1\DATA\MSDEM(c 选择数据文件。 d 如下所示设置其他参数并单击 确定。 	 有关调用信号的其他方法,请参见概念指南中的"数据分析"一章。 如果您想完成第4章"建立并运 了 SIM 方法",则您需要处理在 第2章中生成的数据文件。您还 需要来自此数据文件的报告以 设置 SIM 组。
	调用信号 : 仪器 1	X
	文件名 (Q): pssulfas.d Loadtest.d msSfrag.d msSgrag.d msporneg.	C件夹(P): 、、insdemo 取消 耐定 取消 耐定 取消 帮助(P) 同路 同路 同路(P): 2: 【信号细节 仪器曲线(C) 記 記 NADI A, Sig=270,20 Ref=360,100 SDI IIC, MS File, Fos, Scan
5 验证您是否看到 DAD 和 MS 色 谱图。	 a 检查您所看到的显示是否相似 于下图。 b 验证在顶部色谱图中是否看到 DAD 信号。 c 确认在底部色谱图中是否看到 MSD 信号。 	

练习1.显示并处理色谱图



练习 2. 检查质谱

在此练习中,您将了解如何显示质谱。选择背景(参比)质谱图, 以后可将该质谱图从目标峰的质谱图中扣除。您将了解如何显示一 个峰的单个质谱图和平均质谱图。



练习 2. 检查质谱

步	· 骤	详细说明	
3	在峰的左边,获取第一个参比质 谱图。	 a 要选择第一个参比 质谱图,单击此处 高亮显示的图标。 b 在色谱图窗口中,在峰前的色谱 基线处执行以下操作之一: · 单击可选择单个质谱图。 · 单击并拖动可选择一个平均质 谱图。 	
4	在峰的右边,获取第二个参比质 谱图。	 a 要选择第二个参比 质谱图,请单击此 处高亮显示的 图标。 b 在色谱图窗口中,请在峰后的色 谱基线处执行以下操作之一: 单击可选择单个质谱图。 单击并拖动可选择一个平均质 谱图。 	
5	查看您的参比质谱图。	 a 如果您无法看到此质谱图,请调整标识为参比质谱(a)窗口的大小和位置。 b 请注意两个背景质谱图——个在峰前,另一个在峰后。 	

定性数据分析 练习 2. 检查质谱 3

步骤	详细说明	注释
6 设置光谱选项以执行手动背景 扣除。	 a 单击该图标以显示"光 谱选项"对话框。 b 单击 MS 参比选项卡。 c 在参比光谱下,单击手动。 d 选中 Ref1 和 Ref2 的复选框。注意 您刚才所选的参比质谱图的时间 范围在此处指定。 e 单击确定。 	 在您更改选项之前,光谱选项应用于所有后续质谱图。 如果色谱基线在运行过程中有更改,请选择在时间上与每个目标峰接近的新参比质谱图。 在"数据分析"窗口的中间附近,您可以查看并更改背景扣除的设置。
	光谱 参比 显示 纯度 质谱 MS 参引 参比光谱	比 ms 显示) ・
		确定 取消 帮助

练习 2. 检查质谱

步骤		详	细说明	注	E释
7	获取第一 LC 峰的单个扣除了背景 的质谱图。	a b c	单击该图标以获取任意时间点的质谱。 在色谱图窗口中,单击 峰上的某处以获取质谱图。 为方便查看,请调整标识为 MS 质谱图的窗口的大小和位置(如果需要)。 验证质谱图是否与下图类似。	•	在用于采集演示数据文件 (mssulfas.d)的条件下,化合物的 洗脱顺序如下: 磺胺甲二唑, <i>m/z</i> = 271 磺胺氯哒嗪, <i>m/z</i> = 285 磺胺二甲嘧啶, <i>m/z</i> = 279 磺胺二甲氧嗪, <i>m/z</i> = 311 根据有机流动相与改良剂的不 同, 279 与 285 的洗脱顺序可能 会更改。



定性数据分析 3 练习 2. 检查质谱

步骤		详细说明	注释				
8	获取第一 LC 峰扣除背景后的平均 质谱图。	 a 单击该图标以获取一个 平均质谱。 b 在色谱图窗口中,单击 鼠标并从此峰上拖过,如下所示。 c 查看标识为 MS 质谱的窗口中的 平均质谱。 	 当色谱峰包括单一化合物时,平 均质谱图通常更准确。 				
	MSD1 TIC, MS File (C:\CHEM32\1\DATA\MSDE	MO'MSSULFAS.D) APCI, Soan					
2000000 1500000 1000000							
	0 =						
-	1.0 1./	1.8 1.9 2	2.1 min				
9							

积分"中的步骤 6 以获取一种更方 便,更快捷的质谱图显示方法。

练习 3. 对色谱图进行积分

练习 3. 对色谱图进行积分

在此练习中,您将了解设置积分事件以及对色谱图进行积分。即使 不关注定量,积分也有助于查找用于其他目的的峰值。例如,在积 分后,每个峰的质谱可随报告一起打印。

步骤	详细说明	注释
1 完整地显示总离子色谱图。	a 将所有隐藏色谱图窗口的质谱图窗口最小化。b 单击该图标以缩小。	
2 显示"积分"工具组。	・ 单击 积分 图标,它 靠近窗口的中间。	
定性数据分析 3

练习 3. 对色谱图进行积分



3 定性数据分析

练习 3. 对色谱图进行积分



定性数据分析 3 练习 3. 对色谱图进行积分

步	· 骤	详细说明	注释
5	将积分事件保存到内存中的方法。	• 单击该图标可退出并保存 积分结果。	 ・要将事件保存到磁盘上的方法 中,您还需要将方法保存到磁 盘,如第41章中的步骤3所述。
6	使用积分色谱图作为基础,以一 种更快捷的方式来显示扣除背景 的质谱图。	 a 单击光谱图标。 b 单击该图标以显示 "光谱选项"对话框。 c 单击 MS 参比选项卡。 d 在参比光谱下,单击自动。 e 单击确定。 f 单击该图标以获取峰顶 点处的质谱。 g 在色谱图窗口中,单击 第四峰上的某处以获取质谱图 h 验证质谱图是否与下图类似。 	 当您将参比光谱设置为自动时, 软件会自动地为每个峰选择参 比质谱图,如"光谱选项"对话 框中所述。 仅当对色谱图进行积分后,获取 峰顶点处质谱的图标才可用。无 论您单击峰的任何位置,都会获 取顶点处的质谱图。使用此工 具,您可以不需要在色谱图中放 大便可获取质谱图的准确位置。
		Apex Mass Spectrum of Peak 3.349 of MSSULFAS.D *MSD1 SPC, time=3.381 of C\CHEM32\11DATAMISDEMOMS 100 80 60 40 20 § 0	SSULFAS.D APCI, Soan
		150 200 250	300 350 400 450 500 m/z



练习 4. 打印报告

在此练习中,您将打印一份报告,该报告将在第4章"建立并运行 SIM 方法"中使用。

步骤	详细说明	注释
1 指定 LCMS 定性报告类型,并将报告打印到屏幕。	 a 选择报告 > 设定报告。 b 在"设定报告"对话框中的目标中,选中屏幕复选框。 c 在报告类型中,选择LCMS 定性。 d 检查其他设置是否如下所示。 e 单击确定。 	
设定报告: 仪器 3 輸出报告 「打印机(t)」 ▽ 屏幕(S) 「文件(t)] 文件类型 文件前缀 「□」」「」」」「」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」	定量结果 定量:百分比法 ▼ 基于: 峰面积 ▼ 排列方式:信号 ▼ 信号选项 @) 报告格式选项 採告格式选项 採告格式选项 採告格式选项 採告格式选项 「お加色谱峰加和表 8告 ○ 不报告 尺寸 打印比例(%页) 时间: 100 ● 响应: 40 ● 帮助	

定性数据分析 3

练习4.打印报告

步骤	详细说明	注释
2 打印报告。	 a 选择报告>打印报告。 b 稍候,查看"报告"窗口。 c 验证报告的第1页是否包含标题信息和积分色谱图。 d 在报告窗口的底部,单击下一步按钮。 e 验证报告的第2页是否显示了提取离子色谱图和第一色谱峰的质谱。 f 继续单击下一步按钮以查看三个其他色谱峰的结果。 g 在报告窗口的底部,单击打印按钮。这将打印此报告的一份硬拷贝。 h 在报告窗口的底部,单击关闭按钮。 	 如果您希望完成第4章"建立并运行 SIM 方法",请保存该硬拷贝,在设置 SIM 组时作为参考。 提取离子色谱图是峰纯度的指示器;如果保留时间未能一致,则峰很可能代表有多种化合物。
3 保存方法。	 a 选择文件 > 保存 > 方法以覆盖 方法 SULFA MS SCAN 1.M。 b 在方法历史注释框中,输入注释。 c 单击确定。 	 现在保存此方法,这样积分参数、光谱显示选项、报告设置和 其他数据分析设置将成为此方 法的一部分。

3 定性数据分析 练习 4. 打印报告



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

建立并运行 SIM 方法

4

练习 1. 建立 SIM 采集方法 44
任务 1. 调用您先前创建的扫描方法 44
任务 2. 输入 MS 采集参数 45
练习 2. 以 SIM 方法采集数据 48
任务 1. 输入样品信息 49
任务 2. 采集数据 50

以下练习说明了如何建立使用选择离子监测 (SIM) 的数据采集方法。建立用于演示样品(磺胺混合物)的方法,然后使用此方法运行样品。

要建立 SIM 方法,您将修改在第2章中创建的扫描方法。要建立 SIM 采集,需要所有四个磺胺化合物的以下信息:

- LC 保留时间
- 质谱图中离子的质量

您将从第3章中生成的报告中获取这些信息。

准备工作

• 完成本手册前面的练习。



4 建立并运行 SIM 方法

练习 1. 建立 SIM 采集方法

练习 1. 建立 SIM 采集方法

在此练习中,您将从现有的扫描方法开始并对其修改用于 SIM 分析。 保持 LC 条件不变,仅修改 MS 条件。包含以下几项任务:

- "任务 1. 调用您先前创建的扫描方法"(下文)
- 第 45 页的"任务 2. 输入 MS 采集参数"

任务 1. 调用您先前创建的扫描方法

步骤		详细说明	注释
4	显示 "方法和运行控制"视图。	 ・ 在 "化学工作站"窗口的视图选择区域,单击方法和运行控制。 う法和运行控制 	
5	打开方法 SULFA MS SCAN 1.M。	a 选择 文件 > 调用 > 方法 。 b 如果需要,请浏览至 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 选择 SULFA MS SCAN 1.M,然后 单击 确定 。	
6	以新名称 SULFA MS SIM 1.M 保存 方法。	 a 选择文件 > 另存为 > 方法。 b 在对话框中为名称输入 SULFA MS SIM 1.M。 c 单击确定。 d 在方法历史注释框中,输入注释。 e 单击确定。 	•现在保存方法以避免无意中覆盖 了扫描方法。

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
1 输入 SIM 分析用的色谱图峰宽度。	 a 右键单击系统视图上的 MSD 图标,并选择设置 MSD 信号。 b 当"设置 MSD 信号"对话框显示时,为峰宽输入0.05。 c 单击确定。 	 峰宽是重要设置。它用来计算相应的 SIM 驻留时间,从而为整个色谱峰提供足够的点,进而达到良好的定量效果。 峰宽定义为半幅全宽 (FWHM),即50%峰高处的宽度。

4 建立并运行 SIM 方法

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
2 用您从扫描分析的质谱图中获得 的 (最接近 0.1)质量建立第 1 个 SIM 图标: • 磺胺甲二唑:时间 0, SIM 离子 271 和 156。	 a 在 MSD 信号设置下,在信号1 下的模式中,选择 SIM。 b 在表中的碰撞诱导解离中,输入以下一项: 150,适用于 Agilent 6120 型号 200,适用于 Agilent 6130 或 6150 型号 c 在表中,将组1更改为磺胺甲二 唑,对于 SIM 离子,请参阅打印 输出中的质谱图并输入 271 离子 的质量(最接近 0.1)。 d 单击添加离子,并输入磺胺甲二 唑 156 离子的质量。 	 在此示例中,每个 SIM 组包括一 个准分子离子和一个碎片离子 用于确认。 注意,下图不显示第四种磺胺 药物。
	Set Up MSD Signals MSD Control ✓ Use MSD StopTime: noLimit ▼ FIA Disabled Tune File: atunes.tun ▼ Source: API-ES Peakwidth 0.00 ▼ Outrol 1 Outrol 1 Outrol 1 Outrol 1 Jatunes.tun 1 Source: API-ES Peakwidth 0.000 ▼ Sutface 2 Jature File: 3 Outrol Sutface Source: Add Ion Vitra Fast Scan Signal: ✓ Time Filter Scan Data Storage Signal: ✓ 1 Outrol Outrol Vitra Fasts 1 Outrol Outrol Vitra Fast Node: Scan P oblarity: Time(min) On/ Mass I 0.00 I 0.00 I 0.00 I 0.00 <td>SIM on Sample Target Masses : Positive ▼ % cycle time: 100.0 p SIM Frag- mentor Gain Dwell % Rel (msec) p SIM Frag- mentor Gain Dwell % Rel (msec) Dwell aethic 156.10 150 1.00 133 50.0 ^ 1271.00 150 1.00 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 1.00 133 50.0 Add Grp Cut Copy Paste Frag. Ramp % cycle time: \$ ss Range Frag- hold Gain Thres- hold Step High mentor Gain Thres- hold Step 0 1000.00 70 1.00 150 0.10</td>	SIM on Sample Target Masses : Positive ▼ % cycle time: 100.0 p SIM Frag- mentor Gain Dwell % Rel (msec) p SIM Frag- mentor Gain Dwell % Rel (msec) Dwell aethic 156.10 150 1.00 133 50.0 ^ 1271.00 150 1.00 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 92 33.3 285.00 150 1.00 133 50.0 Add Grp Cut Copy Paste Frag. Ramp % cycle time: \$ ss Range Frag- hold Gain Thres- hold Step High mentor Gain Thres- hold Step 0 1000.00 70 1.00 150 0.10

建立并运行 SIM 方法 4 任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤		详细说明	注释
3	 用您从扫描分析的光谱中获得的 (最接近 0.1)质量建立其余 SIM 图标: 磺胺氯哒嗪:时间 1.3, SIM 离子 285、287和156。 磺胺二甲嘧啶:时间 2.3, SIM 离子 279和186。 磺胺二甲氧嗪:时间 3.3, SIM 离子 311和156。 	 a 单击添加组并输入磺胺氯哒嗪的名称、开始时间和质量(大约为285)。 b 单击添加离子,并输入磺胺氯哒嗪156离子的质量。 c 单击添加离子,并输入磺胺氯哒嗪 287离子的质量。 d 重复这些步骤,直到已为其余化合物各输入了两个或三个离子。 e 单击确定关闭设置 MSD 信号对话框。 	 或者,不像这里所述的一样对每种化合物建立单独的组,而将<i>所有</i>SIM离子归入"组1",重命名为"磺胺类"。第一个SIM组最多可包含100个离子。 您可能需要调整每个SIM组的开始时间。请参阅第3章中的打印输出来确定开始时间,这样每个组的更改大约发生在色谱峰的中间。 如果磺胺氯哒嗪和磺胺二甲嘧啶之间的保留时间之差小于0.3分钟,则将这些离子合并为一组。 磺胺氯哒嗪另外还包括氯同位素(<i>m/z</i> 287)。
4	保存方法。	 a 选择方法 > 保存方法以覆盖方法 SULFA MS SIM 1.M。 b 在方法历史注释框中,输入注释。 c 单击确定。 	

4 建立并运行 SIM 方法

练习 2. 以 SIM 方法采集数据

练习 2. 以 SIM 方法采集数据

现在您已准备好用您刚刚创建的方法来采集磺胺混合物的数据。包含以下几项任务:

- 第49页的"任务1. 输入样品信息"
- 第 50 页的"任务 2. 采集数据"

任务 1. 输入样品信息

步骤	详细说明	注释
 1 显示 "单个样品"工具栏。	・ 在顶部工具栏中, 単 文件 (P) 运 击单个样品图标。	
1 显示"样品信息"对话框。	a 在 "运行控制"菜单中单击 样 品信息。	
 输入样品信息: 操作者姓名 子目录:Sulfas 前缀:Sulfa_SIM 	a 输入步骤 2 所述的参数,如下图 所示。 b 单击 确定 。	・如果选择 前缀 / 计数器 ,则文件 名自动随运行次数递增。
 祥品名称:磺胺10 ng/μL 注释: SIM 进阶练习 	詳価情報: (25) 操作者姓名 (0): 您的名字 数据文件 (0) 路径 C:\Chem32\1\DATA\ 「手动 (0) 「sulfas_sim (* 前缀/计数器 (2) 样品参数 (2) 样品参数 (2) 样品公称 (0): sulfas 10 ng/ul 样品金称 (0): sulfas 10 ng/ul 样品量 (a): (0) 内标量 (1): (0) 目标信息 (2): (2) 这行方法 (2) 确定	子目录 (g): SULFAS 计数器: 00001 (若未输入则运行空白) 乘积因子 (L): 1 稀释因子 (L): 1 稀释因子 (L): 1 ● </td

任务 2. 采集数据

步骤		详	细说明	注	释
1	将您准备好的 10 ng/μL 磺胺样品 瓶放置到自动进样器的位置 1 中。			•	您在第 12 页的 "练习 2. 准备分 析用的样品"中准备了此样品。
2	注入磺胺混合物样品。	•	单击 单个样品 开始按钮。 Single Sample	仅品	当从顶部工具栏中选择了 单个样 模式时才显示此按钮。
3	在数据采集过程中监视总离子色谱 图和 UV 色谱图。	a b	激活 "联机图谱"窗口。 监视 MS 信号以确保基线稳定。	•	如果 MS 信号的基线波动大于 10%, 则可能需要维护雾化器和源 室。请参见 Agilent 6100 系列单四 极杆LC/MS 系统维护指南。
4	当分析完成时,查看结果。	a b c	显示 "数据分析"视图。 调用您刚刚创建的数据文件。 检查 DAD 和 MS 色谱图。	•	如果您需要帮助,请遵循第 3 章 中第 28 页的 "练习 1. 显示并处 理色谱图"的常规过程。



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

建立并运行序列

5

练习 1. 建立一个序列 52
任务 1. 准备创建新序列 52
任务 2. 编辑序列参数 53
任务 3. 建立序列表 55
任务 4. 建立序列输出 58
练习 2. 运行序列 60

以下练习说明了如何建立一个序列,用于对演示样品(磺胺混合物)进行 SIM 分析以及如何使用此序列采集数据。

在此序列中,您将分析三种不同浓度的磺胺混合物:1、5和 10 ng/μL。您还要分析一份溶剂空白。

准备工作

- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南和 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统概念指南的第3章。
- 完成本手册前面的练习。

有关序列的详细信息,请参见*安捷伦化学工作站:了解您的化学工作站。*



5 建立并运行序列

练习1.建立一个序列

练习1.建立一个序列

任务1. 准备创建新序列



任务 2. 编辑序列参数

步骤	详细说明	注释
1 打开"序列参数"对话框。	・単击 序列>序列参数 。	 序列参数设置通用于序列中的所 有样品。
	序列参数: 仪器 1	X
	操作者姓名 (0): 您的名字 数据文件 路径 (2) C:\Chem32\1\DATA\	子目录 (S) [SULFAS
2 输入 操作者姓名 和 数据文件 的序 列参数。	 a 输入步骤1中显示的下列参数。 操作者姓名: <i>您的姓名</i> 子目录: Sulfas 前缀: Sulfa_seq 	 为避免覆盖数据文件,请为每个 序列输入一个新子目录。如果您 的计算机上没有此目录,将会创 建此目录。 系统会自动为子目录中的每个数 据文件创建唯一的文件名。

5 建立并运行序列

任务 2. 编辑序列参数

步骤	详细说明	注释
3 输入其余序列参数:	 a 输入下图所示的下列参数。 要运行的部分方法:依据;时间选项表 静置:10分钟,在调用新;之后 关闭:待机 未就绪超时:15分钟 序列注释:序列进阶练习 b 单击确定。 	 如果您仅要运行再处理(数据分 析),应在要运行的部分方法中 设置此内容。 养置允许仪器在调用新方法时达 到平衡。
	│依据运行时选项表 「 使用序列表信息 @) 在调用新方法后等待 10 分钟	▼ 后序列命令/宏 ©) STANDBY ▼ 未就绪超时 15 分钟
	- 条形码读取器	 で 仍然进祥 時不匹配 で 不进祥
	组分信息 组分开始位置 (2): 序列说明 (2):	Chemstore
	确定	取消 帮助 ⑪
	"后序列命令/宏"是关闭灯 等的便捷方法。在序列结束或: 错误时应用命令或宏。	、泵 "后序列命令 / 宏"的两个典型示 发生 例为: • MSSetState 是一个命令,它可以 将 MS 的状态更改为 "待机"。 请参见联机帮助了解命令。 • SHUTDOWN.MAC 是用于关闭系统 的宏,但在使用前必须自定义。

任务 3. 建立序列表

步骤

详细说明

- 1 建立序列表,以执行以下操作:
 - 运行空白的重复进样。
 - 运行三种不同浓度的磺胺混合物 的重复进样:1、5和10 ng/µL。
 - 使用在第4章 "建立并运行 SIM d 单击插入 / 批量输入向导的按 方法"中创建的方法 SULFA MS SIM 1.M.

а	选择 序列 > 序列表 。
b	选择序列表中的第一行。在序列
	表中的 行 下,单击数字 1 。
C	单击 剪切 按钮可以删除此行。

- 钮,如下所示。
- e 填写值并单击确定。

注释

- 在此步骤中,您将设置对所有样 品都通用的序列表的各部分。
- 您将在此练习的后期指定样品 名称。
- 有许多种方式可以将样品添加到 序列表中。此练习仅说明了其中 一种方法 — 使用插入 / 批量输 入向导。

列表 (<u>0</u>); 全部 1 行		- 位置指定 开始位置 增量 (B)	Ê(<u>©</u>) 1 1	
忽略其他样。				
覆盖已存在的	品类型 (M) 的值 (M)			
		•		
交正级别(业)	[内标量	
更新响应因	平均	~	乘积因子	
更新保留时	平均	~	稀释因子	
目隔			进样量	
	(正级别 (2) 巨新响应因 巨新保留时 可隔	2 二 行 住 町 直 (1) 2 正 叙 別 (2) 三 新 响 应 因 平均 三 新 响 应 因 平均 三 新 ශ 留 时 平均 可 隔	3 量 □ 打任的值 ①) ▼ TE级别 ②) I新响应因 平均 ▼ I新唱回日 平均 ▼ I新保留时 平均 ▼	Smith (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)

建立并运行序列 任务 3. 建立序列表 5

步骤	详细说明	
2 查看您创建好的序列表。	a 对照以下所示的表。b 注意任何不同之处,例如包含的 列和列宽。	 您的结果将有可能不同,但是在 下一步中您可以重新创建下面的 表格式。
	行 样品瓶 样品名称 1 样品瓶1 ng/ul sulfas 2 样品瓶2 ng/ul sulfas 3 样品瓶3 ng/ul sulfas 4 样品瓶4 ng/ul sulfas	方法名称 进祥次致/施 祥品类型 SULFAS MS SIM 1 2 祥品 SULFAS MS SIM 1 2 祥品
3 (可选)自定义序列表,以与步 骤 2 中的格式匹配。	 a 在对话框中的右下角, 单击该图标以自定义序 列表。 b 清除任何不必要列的复选框,如下所示。 c 增加样品名称列的宽度,如下所示。 d 减小方法名称列的宽度,如下所示。 e 单击确定。 	 有关您删除的任何列的说明,请 参见联机帮助。
	別 是否显示 列弦 祥品瓶 「 12 祥品名称 「 20 方法名称 「 35 进祥次数/瓶 「 12 祥品名称 「 20 方法名称 「 35 进祥次数/瓶 「 12 祥意公報 「 12 祥意公報 「 12 草新印度因子 18 更新印度因子 18 更新保留时间 17 间隔 14 草新印度因子 18 更新保留时间 17 前隔 14 草新印度因子 17 数据文件 25 进料量 15 LIMS ID 25 自动平衡 19	

建立并运行序列 5 任务 3. 建立序列表

步	₩	详	细说明		注释		
4	 将以下样品名称输入到表中: 样品瓶1-空 其余样品瓶-1、5和10 ng/μL 时的磺胺混合物 	a b	修改每个样品的 样品名称 ,如 所示。 单击 确定 。	ΤI			
			行 样品瓶 样品名称 1 样品瓶 1 blank 2 样品瓶 2 1 ng/ul sulfas 3 样品瓶 3 5 ng/ul sulfas 4 样品瓶 4 10 ng/ul sulfas		方法名称 SULFAS MS SIM 1 SULFAS MS SIM 1 SULFAS MS SIM 1 SULFAS MS SIM 1	进祥次数/瓶 2 2 2 2 2 2	样品类型 样品 样品 样品 样品
5	保存序列。	•	在序列工具组中单击 保 存序列按钮 。	ł			

Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统入门指南

5 建立并运行序列

任务 4. 建立序列输出

任务 4. 建立序列输出

步		详细说明	注释
1	建立序列以将一份简短的序列总 结打印到打印机。	 a 单击序列 > 序列输出。 b 选中打印序列总结报告复选框。 c 选中输出到打印机复选框。 d 单击设置按钮。 e 如下所示填写对话框。 f 单击"序列总结参数"对话框中的确定。 g 单击"序列输出"对话框中的确定。 	 除序列总结报告外,您还可以根据方法中的指定打印单独的样品报告。(在此练习中您不用打印单独的报告。) 有关序列报告的详细信息,请参见<i>安捷伦化学工作站:了解您的化学工作站。</i> 下面对话框所显示的设置将打印最简单的摘要报告。
		序列总结参数: 仪器 Ⅰ 激活报告: 报告格式: □ 1. 页眉 2. □ 2. 配置 3. □ 3. 序列 4. □ 4. 工作日志 □ 5. 方法 □ 6. 分析报告 □ 7. 统计标准样品 □ 8. 统计分析样品 □ 9. 摘要 □ 項二 取消	▼ ▼ 予
2	保存序列。	・在序列工具组中单击保 存序列按钮。	

建立并运行序列 5

任务 4. 建立序列输出

步骤	详细说明	注释
3 打印序列。	a 选择 序列>打印序列 。 b 选中如下图所示的复选框。 c 单击 打印 按钮。	如果您单击 全部打印 按钮,您将打 印序列的全部内容,而不只是您刚 才指定的项目。
	打印序列 仪器 1 序列打印设定: ▽ 序列参数 (2) ○ Chemstore 传输设置 (2) 序列表 ○ 社場打印號 ○ 祥島信息 (1) ○ 万法和进祥信息 (0) ○ 技工 (2) ○ 大律 ○ 大章 段 (2) 最大自定义字段 (2) 最大自定义字段 (2) ● 序列输出 (2) ○ 序列总结 (2)	输出方式 聞【1】 (1) (2) C:\Chem32\1\SEQUENCE\ <u> 下</u>) 取消 帮助(2)



练习 2. 运行序列

现在您已准备好用您刚刚创建的序列来采集数据。

步	骤	详	细说明	注释
1	确认您的序列是否包含四种样品。	•	验证自动进样器样品盘视图中显 示有四个样品。	
2	将第1章中准备的样品放置到自动 进样器中相应的位置上。			您在第 12 页的
3	注入样品。	•	单击"运行控制 栏"中的 序列 开 始按钮。	此按钮仅在您从主工具栏中选择了 "序列"模式后才可用。
4	(可选)对于第一个空白分析,在 数据采集过程中监视总离子色谱 图和 UV 色谱图。	a b	激活 "联机图谱"窗口。 监视 MS 信号以确保基线稳定。	当序列进程执行时,自动进样器样 品盘视图采用如下颜色编码: 灰色 - 已经分析的样品。 白色 - 样品尚未分析。 蓝色 - 当前的样品。
5	当序列完成时,查看 "序列总结 报告"。	a b	检索来自打印机的报告。 检查报告以确认是否所有样品都 已分析。	
6	当序列完成时,查看结果。	a b c d	显示 "数据分析"视图。 调用您刚刚创建的第一份数据 文件。 检查 DAD 和 MS 色谱图。 对其他数据文件重复步骤 b 和步 骤 c。	 如果您需要帮助,请遵循第3章 中第28页的"练习1.显示并处 理色谱图"的常规过程。 当您分析自己的样品时,可以建 立您自己的方法,为序列中的每 个样品自动生成数据分析报告。



Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 入门指南

定量数据分析

6

练习 1. 创建用于定量分析的方法 62
任务 1. 创建新方法 62
任务 2. 设置定量分析的信号 63
任务 3. 对低浓度标样进行积分 65
任务 4. 设置一般校正参数 67
任务 5. 设置校正曲线 68
任务 6. 浏览改进校正的选项 72
练习 2. 处理样品并打印报告 73

本章说明了如何使用化学工作站的"数据分析"来执行定量分析。 本章中的练习说明了一种简单的校正方法,该校正使用通过化学工 作站软件得到的数据文件。

准备工作

- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南。
- 阅读 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统概念指南中的"数据 分析"一章。
- 确保在化学工作站上已有咖啡因数据文件。检查 C:\CHEM32\1\DATA\MSDEM0下的文件。文件名 为 CAFCAL0X.D,其中 x 是从1到5的数字。



练习1. 创建用于定量分析的方法

练习 1. 创建用于定量分析的方法

在此练习中,您将创建一种校正方法,可以用于定量分析演示数据 中的咖啡因。

任务1. 创建新方法

在此任务中,您将调用一种缺省方法并以新名称保存。以后您可修 改这个新方法来创建校正方法。

步骤	详细说明	注释
1 显示 "数据分析"视图。	 在"化学工作站"窗口左下方的 视图选择区域中,单击数据分析。 数据分析 	
2 调用方法 DEF_LC.M。	a 单击 文件 > 调用 > 方法 。 b 浏览至文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 选择方法文件并单击 确定 。	
3 以新名称 CAFFEINE CAL.M 保存此 方法。	 a 选择文件>另存为>方法。 浏览至文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 在对话框的名称中,输入 CAFFEINE CAL.M。 d 单击确定。 e 在方法历史注释框中,输入注释。 f 单击确定。 	

任务 2. 设置定量分析的信号

任务 2. 设置定量分析的信号

在此练习中,您将把提取离子色谱图 (EIC) 添加到此方法的可用信 号列表中。然后您可以将此 EIC 添加到"信号细节"中,这样您 可以自动调用其余咖啡因标样的信号并对其积分。

步	- 骤	详细说明	注释
1	打开位于 MSDEM0 文件夹中的数 据文件 CAFCAL01.D。	 a 选择文件 > 调用信号。 b 浏览到文件夹: C:\CHEM32\1\DATA\MSDEMO。 c 选择数据文件 CAFCAL01.D。 d 如果需要,请清除使用"信号细 节"调用的复选框。 e 在信号框中,单击以 MSD1 TIC 开 头的信号。 f 单击确定。 	・有关调用信号的其他方法,请参 见 <i>概念指南</i> 中的 "数据分析" 一章。
2	提取咖啡因中的主离子。	a 选择 文件 > 提取离子 。 b 在 "离子1"中,输入195.1。 c 在 "离子2"中,输入195.1。 d 单击 确定 。 提取离子: 仪器 1 选择数据文件 <u>学、CHEMS2V1VDATAYMSUEMOYMSSUEFAS.0</u> 提取的离子表 输入要提取的离子。可以在列离子1内指定单个离 和离子2定义的范围指定离子。 <u>从信号细节中添加离子</u> <u>插入</u> ; <u>信号<u>离子1</u><u>离子2</u> <u>MSD1,Pos</u><u>195.1</u> 195.1</u>	 ・ 195 离子是 (M+H)⁺ 离子。 ※
3	显示"校正"工具组。	・ 单击 校正 图标,它 靠近窗口的中间。	

任务 2. 设置定量分析的信号

步骤	详细说明	注释
4 设置定量分析的信号。	a 执行以下操作之一: • 单击编辑当前方法信号 图标。 • 选择校正 > 信号细节。 b 在可用信号列表中,选择 MSD1 195, EIC=195.1:195.1。 c 单击添加到方法。 d 单击确定。	・ 只有当您调用了 步骤 2 中的 195 EIC 时, EIC 信号才可用。
	信号细节: 仪器 3	
	可选信号: MSD1 TIC, MS File, Pos, SIM, Frag. 80 插入行 添加行 ##R2行	▼ 添加到方法
	信号描述 MSD1 TIC, MS File, Pos, SIM, Frag: 80	」 <u> 开始 結束 延迟</u> 0.000 0.000 0.000
5 (可选)以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。	a 选择 文件 > 保存 > 方法 。 b 在 方法历史注释 框中,输入注释。 c 单击 确定 。	• 对于以下练习,您将经常保存方 法,但是您可以等到建立了所有 方法设置后再进行保存。

任务 3. 对低浓度标样进行积分

任务 3. 对低浓度标样进行积分

在此练习中,您将为校正方法建立积分参数。使用低浓度标样的原因是这通常是最难积分的。

步骤	详细说明	注释
1 显示"积分"工具组。	・単击 积分 图标,它 靠近窗口的中间。	
2 对色谱图进行积分。	 a 单击自动积分图标,它 靠近窗口的中间。 b 检查在使用这些初始设 置的情况下是否有五个积分峰。 	• 自动积分会估计初始积分参数, 然后执行积分。

任务 3. 对低浓度标样进行积分



任务 4. 设置一般校正参数

任务 4. 设置一般校正参数

1 建立校正参数。	
Caffeine external standard。 c 其余项目保持缺省设置,如下 所示。 d 单击 确定 。	
■ 校正设置: 仪器 3	
标题 [Caffeine external standard	
使用中晶改善 2. 米自氨基义件 祥品缺省值 I# 含量 0.0000 含量单位 ne/ul 乘积因子 1.0000 稀释因子 1.0000 輸着 缺省保留时间窗口 缺省校正曲线 分钟 \$ 公钟 \$ 参考峰 0.00 其它峰 0.00 其它峰 0.00 计算未校正峰 原点<包含	内标量

c 单击确定。

任务 5. 设置校正曲线

在此练习中,您可以对其余标样进行积分,并将所有标样都添加到 校正曲线中。

步骤	详细说明	注释
 1 显示 "校正"工具组。	・ 単击 校正 图标,它 靠近窗口的中间。	
2 将低浓度标样添加到校正曲 线中。	 a 执行以下操作之一: 单击新建校正表图标。 选择校正 > 新建校 正表。 b 单击自动设置级别1。 c 单击确定。 d 在"校正表"窗格(如下所示)中的化合物处,输入caffeine并在含量(含量)中输入0.5。 	 如果您的校正曲线显示消息提示 此曲线无效,请不要担心这一点。
■ 校正表		
输入 無除 插入 打印 确定 编号 保留时间 信号 化合物 1 2.581 MSD1TIC	帮助	

任务 5. 设置校正曲线

F骤	详细说明	注释		
调用第二个标样并对其积分。	 a 选择文件 > 调用信号。 b 在文件名中,选择 CAFCAL02.D。 c 选中使用 '信号细节'调用复选框。 d 选中调用后进行积分复选框。 e 检查您的对话框外观是否与下图 类似。 f 单击确定。 	 使用这些设置,只需一步即可完 成调用相应的信号并进行积分。 		
调用信号 : 仪蕃 3				
文件名(E): cafcal02.d cafcal03.d cafcal03.d cafcal05.d fia.d Loadtest.d ms3frag.d	文件夹 (E): c: \ \msdemo CHEM32 つ DATA で MSDEMO CECHA (A) の の の の の の の の の の の の の			
文件信息(I) ✓ 按照信号细节的规定调用	シを初語(U): <td></td>			
「高亏」目息 MSD: 259 SIM 「マ 调用后进行积分 「マ 从 BSB 调用 「 调用后进行积分并打印报告	信号: DAD1 A, Sig=272,4 Ref=450,80 MSD1 TLC, MS File, Pos, SIM, Frag: 80			

- - **1** b 在对话框中的**缺省含量** 中, 输入1并单击确定。 **c** 验证校正表现在是否有两个条目, 以及校正曲线是否包含两个点。

•

任务 5. 设置校正曲线

步骤					详细	旧说明			注	释	
5 将其余三个标样添加到校正表中: • CAFCAL03.D: 5 ng/μL • CAFCAL04.D: 25 ng/μL • CAFCAL05.D: 50 ng/μL			中:	 a 选择文件 > 调用信号。 b 在文件名中,选择下一个数据 文件。 c 验证色谱图是否已正确积分。 d 单击添加新级别图标。 e 在对话框中的缺省含量 中,输入步骤 5 中显示的 含量并单击确定。 f 验证校正表和校正曲线是否包含 新条目。 g 重复步骤 a 至步骤 f,直到添加了 所有标样。 h 请确认您的校正表与校正曲线的 外观是否如下图所示。 			-个数据 和积分。 量的 是 百 至 一 名 五 五 五 一 一 数据 一 一 数据 一 一 数据 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一	•	如有多个峰在色谱图中积分,可 使用保留时间来查找校正曲线 的正确峰。		
	校正表								- 🗆	×Ì	校正曲线
	输入 册	明除 折	i入… │_打印		帮助						wor年間, MSD11 TIC
	编号	保留时间	信号	化合物		级别	含量[ng/ul]	面积	<u>明应因子</u> 参	Ł	Area = 519.305/88*Amt +1140.4345
		2.581	MSD1 HC	则帮囚		1	0.500	100.000	5.0000e-3 合 1.0000e-2	<u> </u>	Rel. Res%(5): -7.517
						3	5,000	5000.000	1.0000e-3		25000-
						4	25.000	18000.000	1.3889e-3		
						5	50.000	25071.000	1.9943e-3		20000-

15000 -10000 -5000 .

0

t

20

相关系数: 0.97876

40 Amount[ng/ul]

任务 5. 设置校正曲线



任务 6. 浏览改进校正的选项

任务 6. 浏览改进校正的选项

此练习描述了其他校正表格式,这些格式提供了更多的校正选项。 您不需要这些选项来处理咖啡因演示数据,但是您可能在处理自己 的样品时需要它们。

			详细说明		注释		
1	浏览选项以更改校正曲线的构建 方式。	a b	选择 校正表选项 > 峰细节表 。 验证您是否可以在校正表中看到 这些列: • 曲线类型 • 原点 • 权重	•	注意,此校正表格式允许您更改 以下内容: • 曲线类型:校正曲线的类型 (线性和二项式等。) • 原点:原点(零点)的处理 方式。 • 权重:数据点的相对权重。		
2	浏览选项以添加确认离子。	a b	选择校正表选项 > 定性细节表。 验证您是否可以在校正表中看到 这些列: • 响应百分比(响应百分比) • +-(响应百分比窗口) • 峰用途 (峰的用途)	•	注意,此校正表格式允许您定义 以下内容: • 峰用途:校正使用峰的方式, 例如,作为主校正离子还是作 为确认离子使用 • 响应百分比:确认离子的预期 响应值,作为与主峰的百分比 • +-:预期百分比的窗口。		
3	显示校正表的原始选项。	a b	选择 校正表选项 > 概述 。 验证校正表的外观是否与第 70 章 上的步骤 5 中的相同。				
练习 2. 处理样品并打印报告

在此练习中,您将指定一个报告并通过处理一种标样(假设为样品)测试您的校正方法。打印结果报告。

步骤	详细说明	注释
 用以下设置指定报告: 报告输出方式:屏幕 外标法计算 (ESTD),基于面积 报告版面:细节 	 a 执行以下操作之一: 选择报告 > 设定报告。 单击指定报告图标。 b 输入在步骤1中介绍的参数,如下图所示。 c 单击确定。 	
设定报告	: 仪器 3 告 定量结果	
[打印	□ 【】 【】 【】 「□ 屏幕 〔2〕	_
厂 文件 文件 Rep	文件类型 基于: 峰面鏡 前缀 「」」」」」」」」」」」」 EMF ① 前缀 「」」」「」」」」」」」 EMF ② 加索 「」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」	
类型 报告格	[1万匹坝 型] 【1万匹坝 型] 【1万匹坝 型] 【1万匹坝 型]	1
□ 祥品 □ 添た □ こ 第	品信息显示在每一页 ①	
「色谱图」 「色谱图」 「〇		
	確定 取消 帮助	

6 定量数据分析

练习 2. 处理样品并打印报告

		详	细说明	注释
2	以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保 存此方法。	a b c	选择 文件 > 保存 > 方法 。 在 方法历史注释 框中,输入注释。 单击 确定 。	
3	调用中等浓度的标样。	a b	选择 文件 > 调用信号 。 在 文件名 中,选择 CAFCAL03.D。	
4	处理中层标样并打印报告。	a b c d f g	执行以下操作之一: • 选择报告>打印报告。 • 单击该图标以预览 结果。 验证报告的第1页是否包 含标题信息,积分的色谱图和外 标报告。 检查咖啡因含量是否约为 5 ng/μL。 在报告窗口的底部,单击下一步 按钮。 验证报告的第2页是否显示了校 正曲线,并用点线标识测量点。 (可选)在报告窗口的底部,单 击打印按钮,这样可得到一份硬 拷贝。 在报告窗口的底部,单击关闭 按钮。	・生成硬拷贝的另一种方 式是单击 打印报告 图标。

www.agilent.com

内容提要

当您进行本书中的练习时, 您将了解如何完成以下操作:

- 准备用于分析的 LC/MS 系统
- 建立用于扫描和选择离子 监测分析的方法
- 采集数据
- 建立自动样品分析的序列
- 执行定性和定量分析。

 ${}^{\textcircled{C}}$ Agilent Technologies, Inc. 2011

美国印刷 版本 A, 2011 年 9 月



G1960-97080

