

Agilent 7000C

气相色谱串联质谱仪 使用说明书

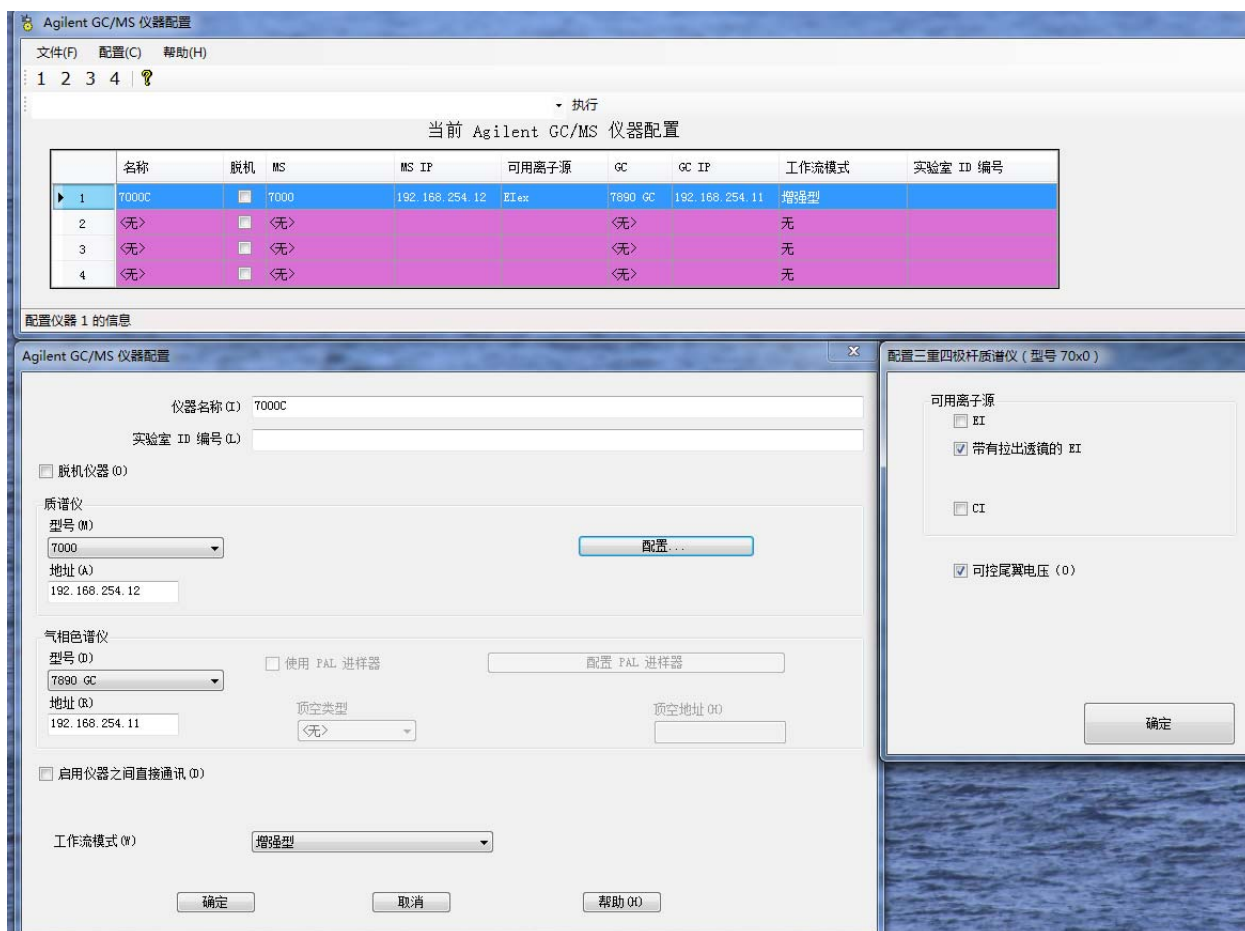
(入门用前必读)

青岛科技大学化工测试中心

2016-03-22

GC-MS/MS 7000C 是安捷伦公司生产的高灵敏度、全自动化、由计算机控制的气相色谱（7890B）三重四级杆串联质谱联用仪。本机配备TEKMAR 全自动吹扫捕集器。

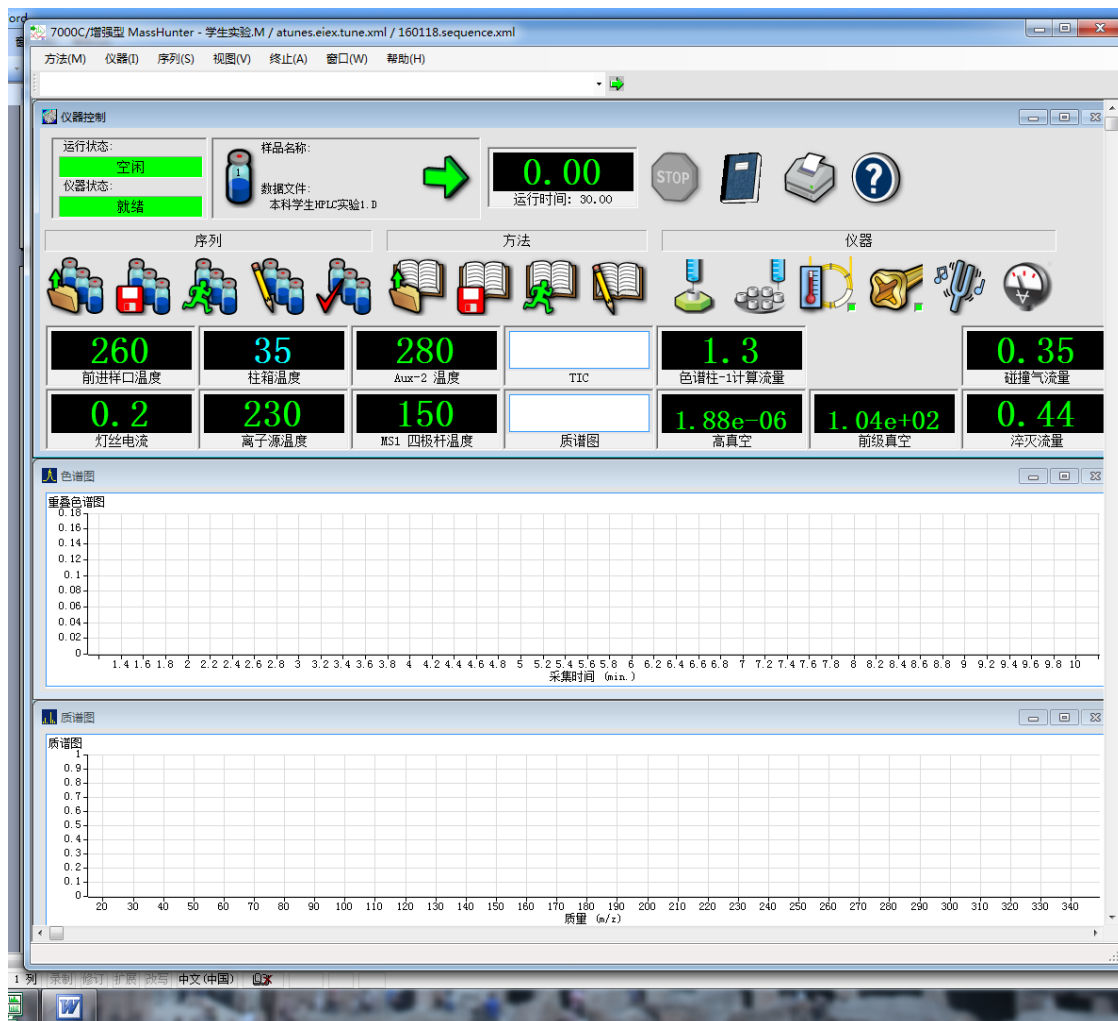
本机的配置



7000C 的基本操作

开机步骤:

- 1、打开载气（高纯氮）钢瓶减压阀，设置压力至 0.5MPa。打开另一碰撞气钢瓶（高纯氮）控制阀，设置减压阀压力至 0.15~0.75MPa。(载气和碰撞气纯度最低为 99.9995%)
- 2、打开计算机，登录(7000; 无密码)进入 Windows7 系统。
- 3、确认毛细管色谱柱已经装好。依次打开 7890B GC、7000C 质谱仪电源。若 MSD 真空腔内已无负压，则应在打开 MSD 电源的同时，必要时，将仪器最右侧的门向下抽拉开（拉扣手在黑色面板的下方），用手向里推前段真空腔的侧板螺丝，直至侧面板被紧固地吸牢，真空度上升），涡轮泵开始工作，等待大约 2min，仪器自检完毕。后段真空腔的侧板螺丝一般是拧上的，所以抽真空时不用推紧。
- 4、待 GC（显示开机正常）、MS（显示 Agilent 7000C GC-TQ）自检通过，在桌面双击“7000C”图标（数据采集软件图标）， 进入 MassHunter 数据采集化学工作站的主界面。



注意：上述界面中的碰撞气和淬灭流量已关闭。缺省开启时高真空度约为 8.27e^{-05} 。

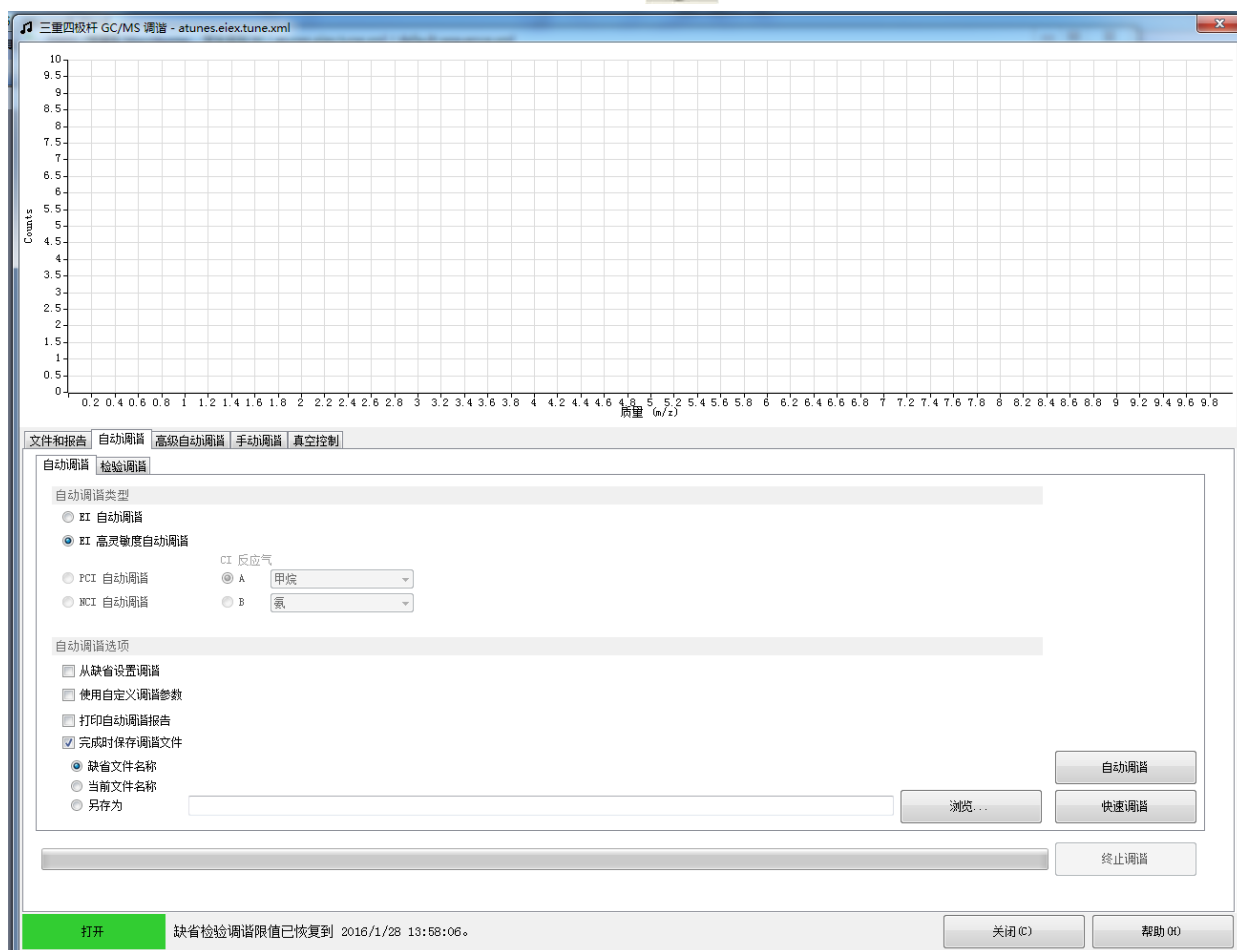
开机后要注意查看旋片式真空油泵运行状态，发热及噪声。点击工作站主界面右侧“仪器真空控制”，观察分子涡轮泵1运行状态。涡轮泵的速度在10min内应该达到95%以上。否则，说明系统漏气严重，旋片式真空油泵会停止运转，这时需要质谱仪重新加电，应检查并轻压质谱仪上的侧板，压正、放空阀要拧紧、柱子要接好。



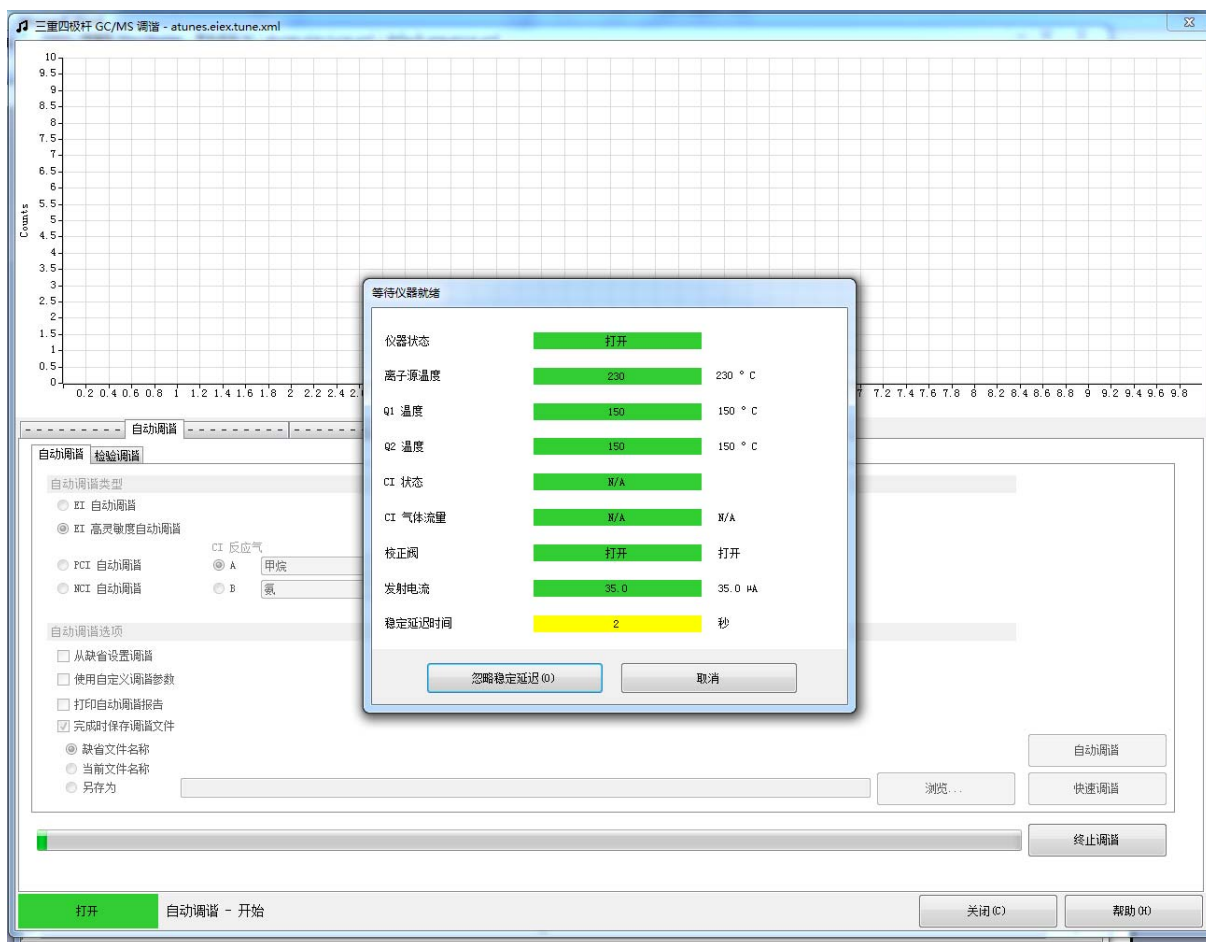
注意：仪器在高真空度达到约 8.27×10^{-5} ，至少稳定一个小时以上，将工作站主界面仪器进样口/进样类型，进样方式由通常的自动进样器改为“手动方式”，空走运行一次程序，才可以开始进样分析。这样做的目的是明确系统的洁净状态及延长灯丝的使用寿命。

自动和手动调谐步骤：

在仪器控制面板中, 点击调谐图标  , 进入调谐窗口。



在自动调谐的选项卡下的自动调谐类型中内, 选择所安装的离子源类型 (注意本机为 EI 高灵敏度自动调谐), 点击自动调谐按钮 (如涉及扩大质量范围等, 必要时要点击手动调谐)。



完成调谐后，注意在文件和报告选项卡中**保存**。调谐文件存为 atunes.ei.tune。也可以同时另存为其他名称，以备调用。支持中文名称文件。整个自动调谐过程完成需要 15 分钟。

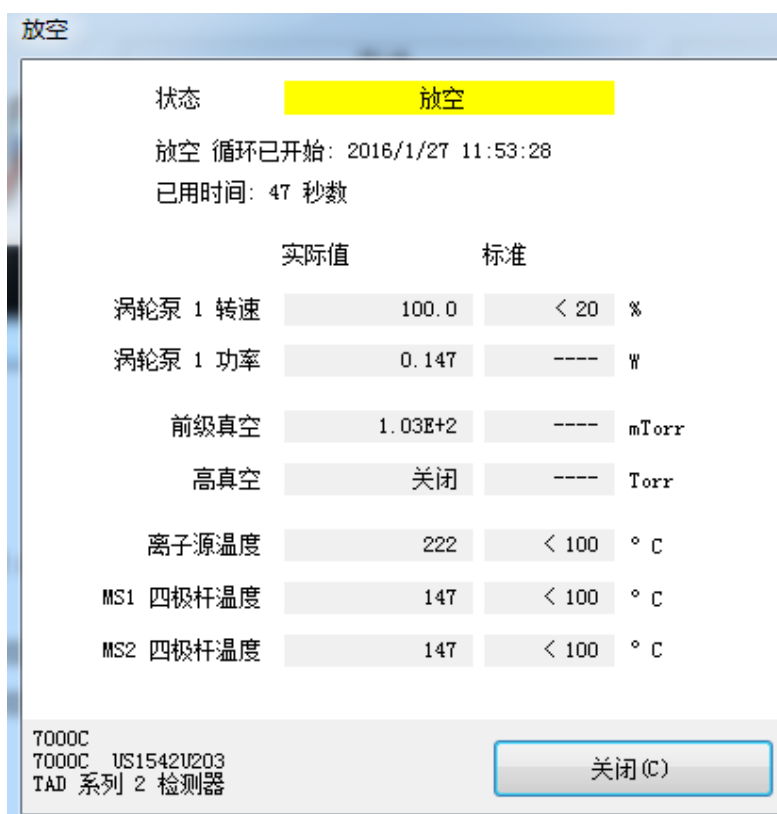
注意：仪器在重新配置后必须调谐。发现质量数出现差异时要进行调谐。清洗离子源后要调谐。一般情况下没有必要调谐，避免浪费调谐液（全氟三丁胺，PFTBA）。

关机步骤：

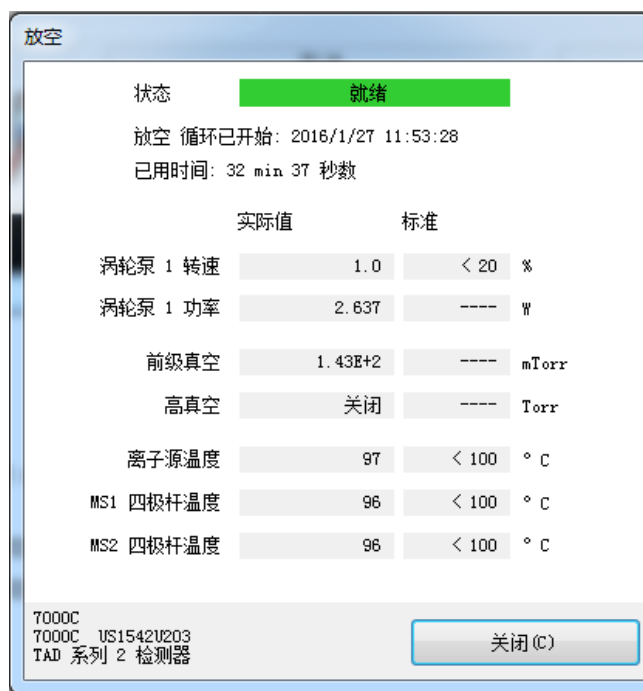
1、在主界面上调用“关机方法文件（路径 D: \Method）”或将 GC/MS

接口温度和 GC 柱箱温度设置为环境温度（室温）。

2、点击主界面最右侧的仪器真空控制，点击“放空”按钮。等待大约 40 分钟左右，分子涡轮泵转速完全降下来。再等待 GC/MS 接口和 GC 柱箱温度小于 100℃。



3、状态栏出现“就绪”提示后，旋片式真空油泵会自动断电。手动关闭 GC 和 MS 电源。

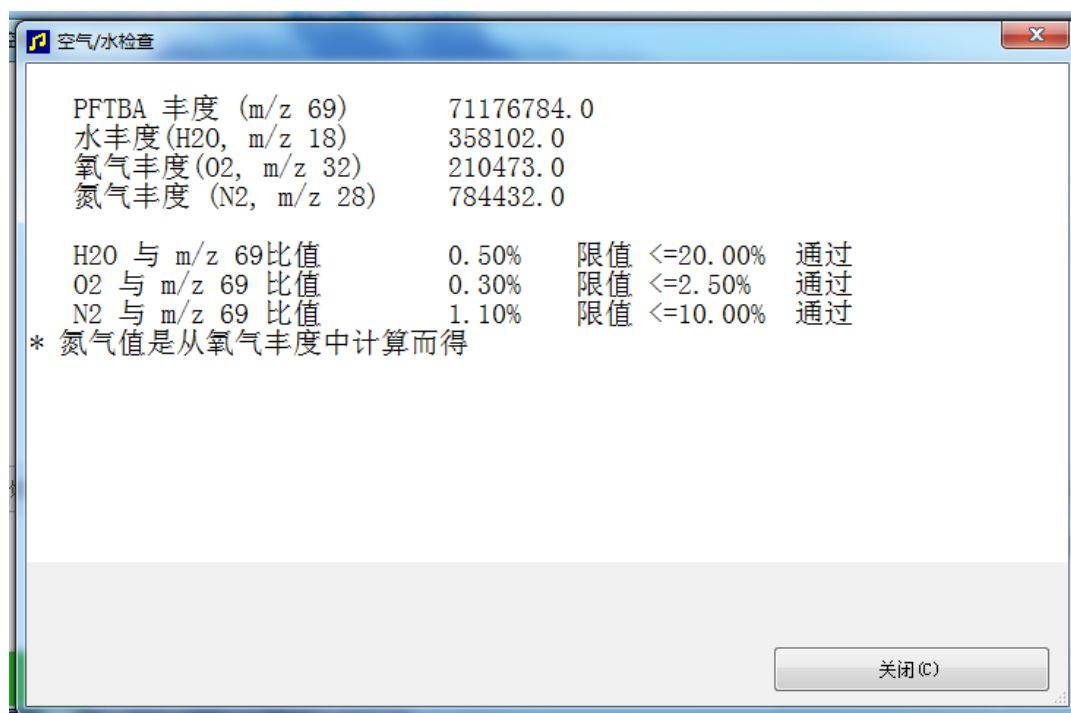


4、关闭载气高纯氮气及 QQQ 碰撞气（高纯氮气）。

5、如果使用吹扫捕集器，关闭主机、自动进样器电源和载气阀（主机后面）。

注意：如果使用氢气作为载气，请阅读随机手册“氢气安全”。十分注意防爆。

6、空气/水检查结果：



分析方法的建立：

增益的设置：

增益因子

EM 增益因子可调整检测器的信号灵敏度。**EM** 增益因子拥有不按倍增器寿命更改的优势。因此，使用增益因子可以对任何仪器提供更高的信号可重复性以及提供仪器之间的更好的一致性。

增益因子 1.0 表示检测器中的信号倍增（增益）值为 100,000。增益因子越高，信号灵敏度就越高，但同时也会降低 **EM** 的寿命。使用较高的增益因子还会导致校正曲线上方的非线性响应。建议使用允许获得所需检测限值的尽可能最低的增益。

三重四极杆的增益因子设置范围是 0.1 到 100。

增益因子和 **EM** 电压之间的关系存储在调谐文件中，并在调谐期间更新。

更换色谱柱步骤：

- 1 关机，打开质谱右侧面板（先用手分离上端，最后摘下端），逆时

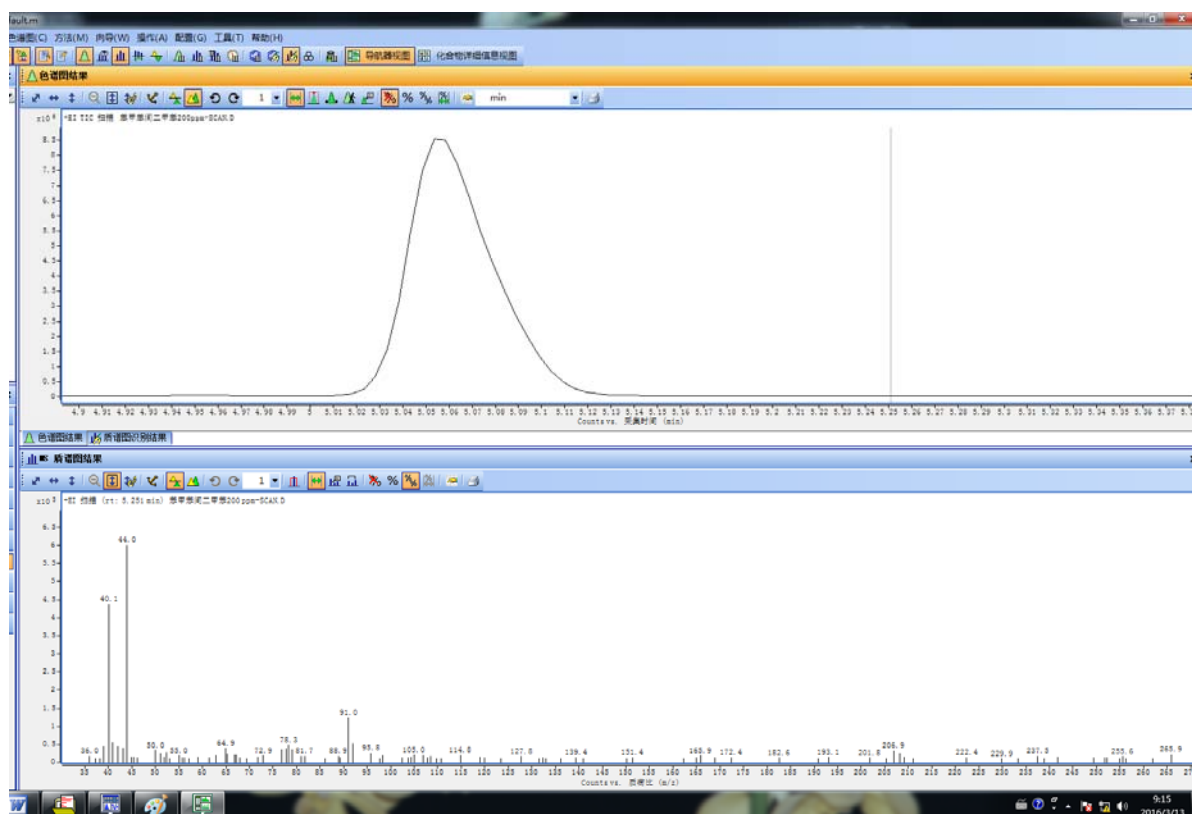
针扭开放空阀 (Vent valve)，彻底放空，否则真空吸住，无法卸下色谱柱。

2 安装色谱柱，进口（气化室出口）长度 4~6mm，出口（质谱接口进口）160mm（拧紧后色谱柱再无法移动）。注意要反复核对尺寸后再拧紧。建议最好安装色谱柱时，不要打开离子源室，避免漏气和污染。

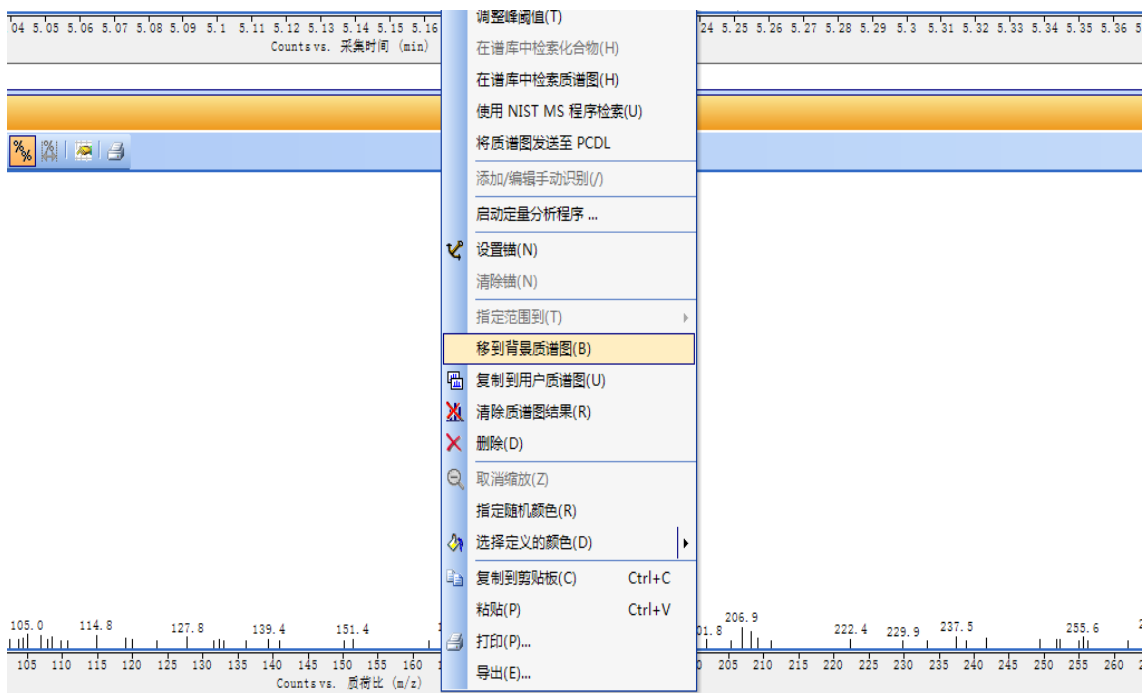
3 注意观察色谱柱的进出口是否被石墨屑或杂物阻塞或部分阻塞（可用放大镜观察）。发现阻塞，则需要用陶瓷刀切割（注意切割尺寸不要太大）。

样品质谱图扣除背景后检索的步骤：目的是提高检索的匹配度，避免定性错误。

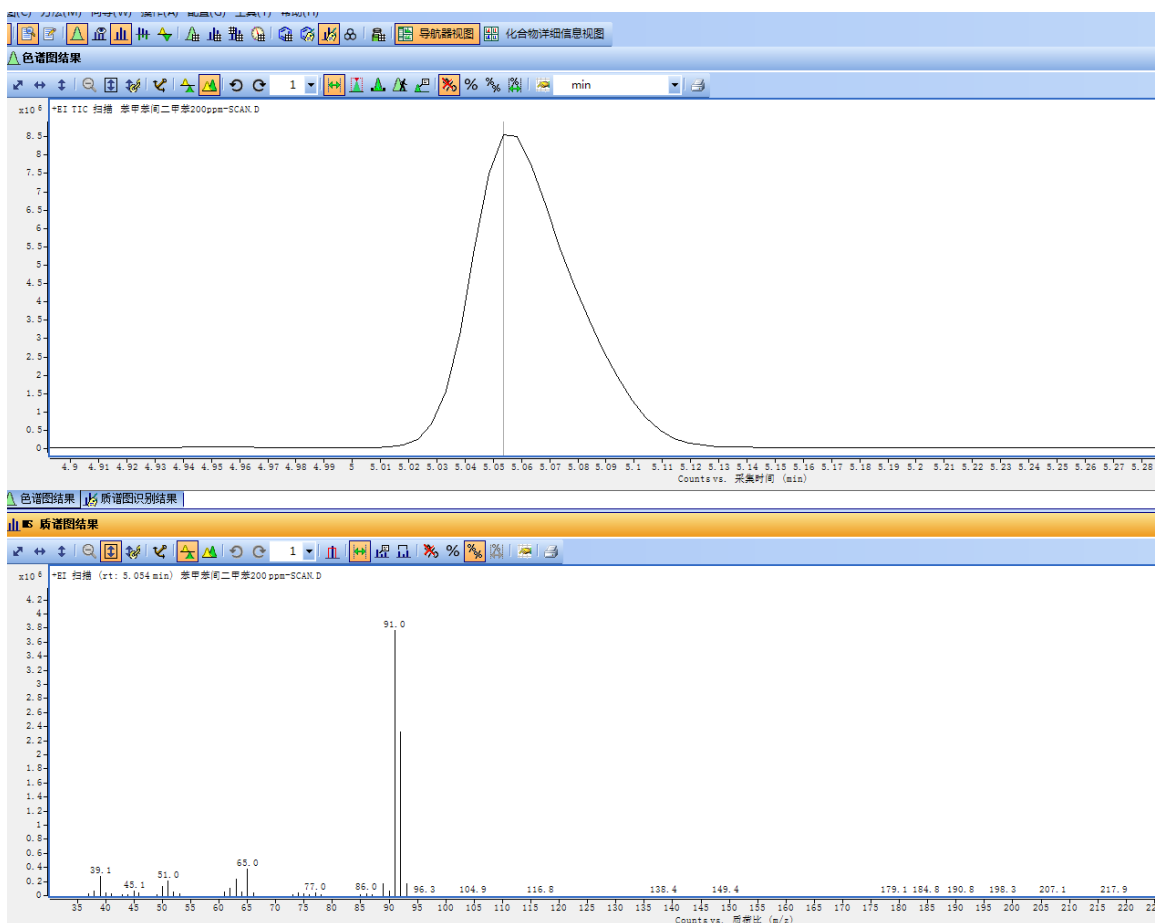
在电脑桌面上，双击图标 ，启动定性软件。打开 MS1 采集的 SCAN 文件。在总离子流图上的目标峰附近（按住鼠标右键拖动可以放大目标峰），单击鼠标左键，将鼠标停放在基线上（注意停放在没有组分流出的曲线上），双击左键后，在下方的 MS 质谱图结果显示区域出现相应的背景质谱图。



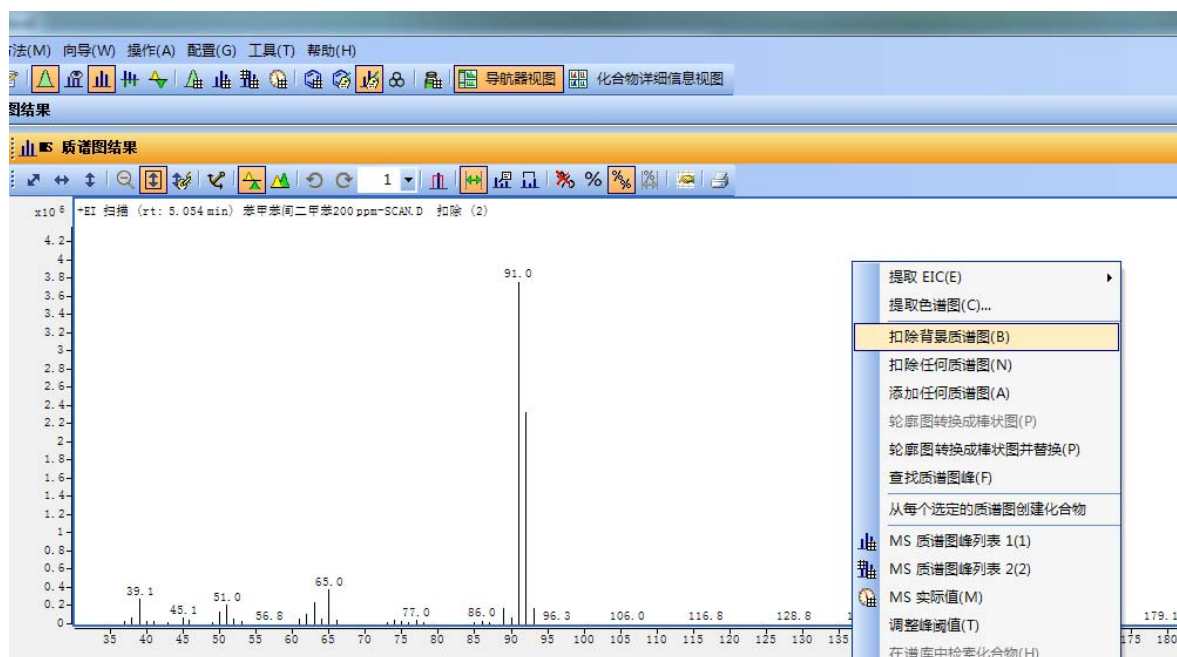
接着将鼠标转移放到质谱图显示区域，点击鼠标右键在展开的菜单上选择“移到背景质谱图”。



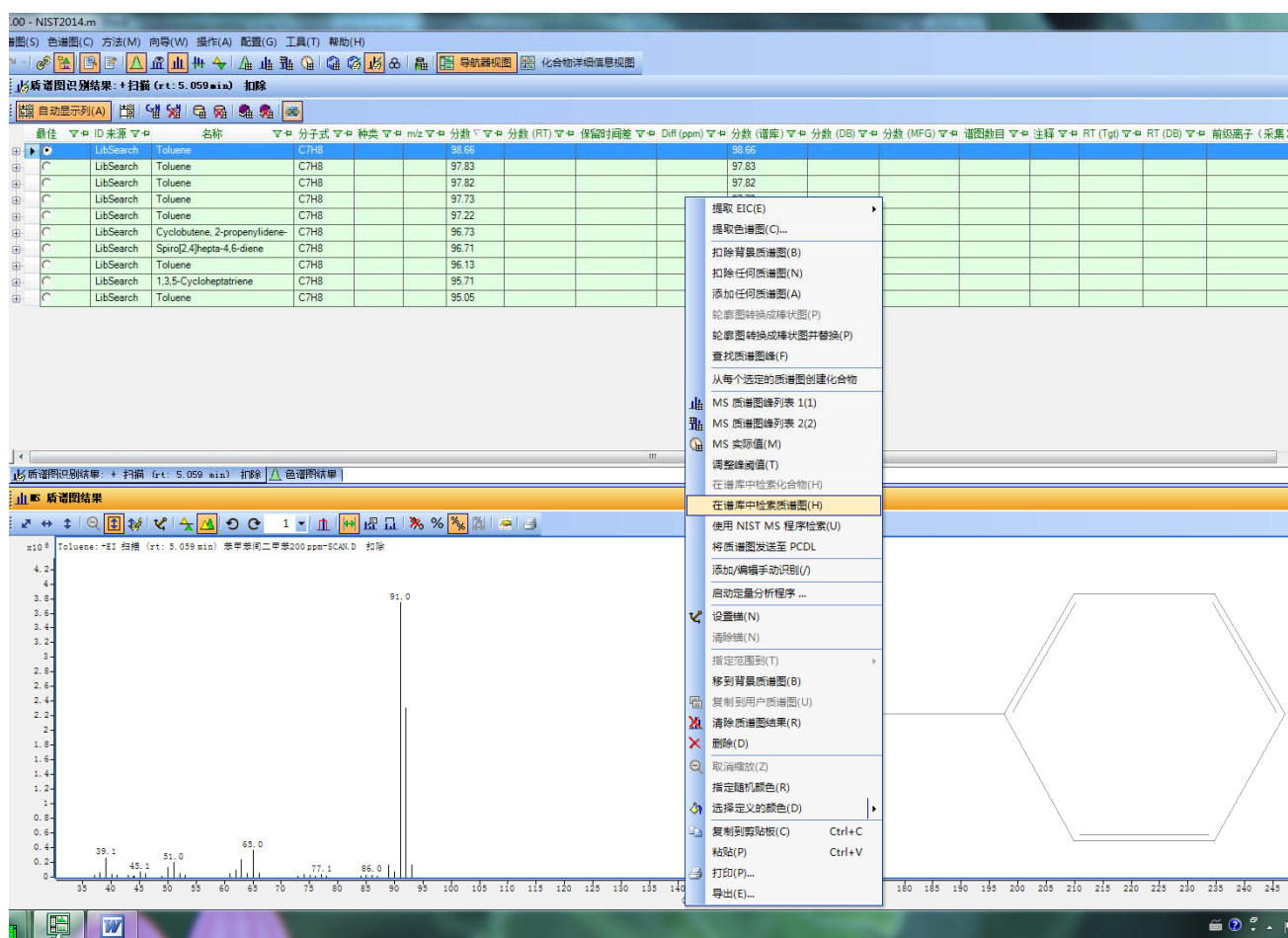
然后将鼠标移回到色谱图结果显示的目标峰上，接近最高点处鼠标左键双击，出现相应目标化合物的没有扣除背景的质谱图。



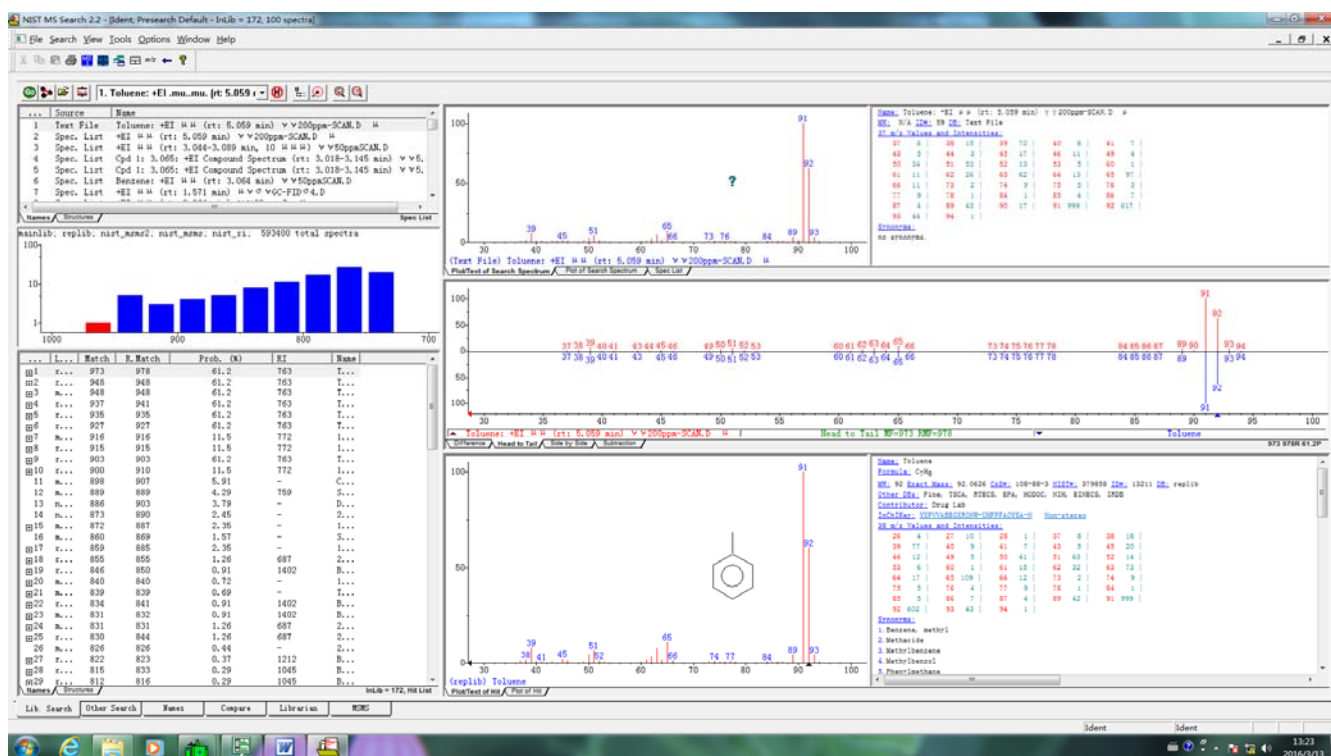
在质谱图上的显示区域鼠标右击在出现的菜单上选择“扣除背景质谱图”即完成扣除背景。质谱图左上方显示有“扣除”。鼠标右键可用菜单上“在谱库中检索质谱图”对目标化合物进行谱库检索；也可用“使用 NIST MS 程序检索”进行检索显示。



菜单点击上“在谱库中检索质谱图”的显示：



菜单上点击“使用 NIST MS 程序检索”的显示（注意需要对 NIST 2014 谱库提前进行定义）：



谱库路径选择和谱库方法文件生成：避免每次重新启动计算机要求配置谱库。

打开方法编辑器：检索谱库，添加谱库，找到谱库安装的路径，
选择后，保存方法文件。本机的方法文件路径：D:\LIBRARY\NIST2014.m

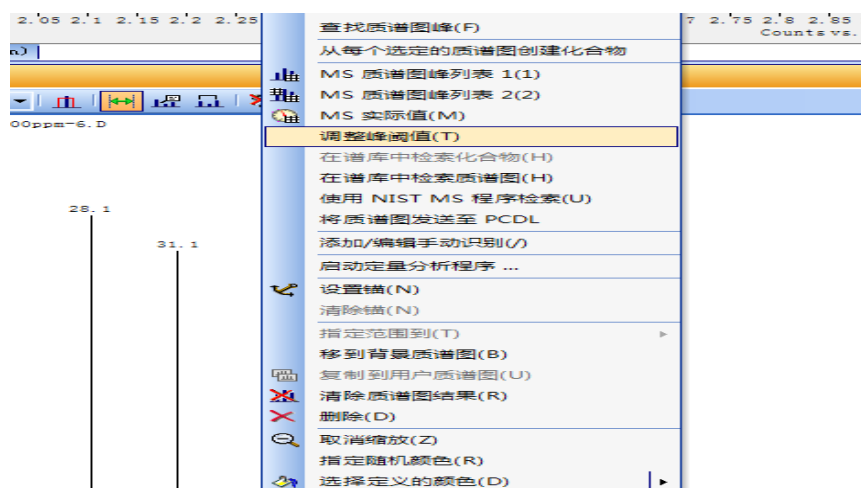
NIST2014 谱库检索的设置：

自动进样器指示灯的开关操作：

在气相色谱仪的控制面板上，按“Front injector”按键，再接着摁“▲”“▼”按键，在显示屏上出现“进样器指示灯”，摁“Off/No”按键就可以开关进样器指示灯。再按“Status”回到原来的界面。

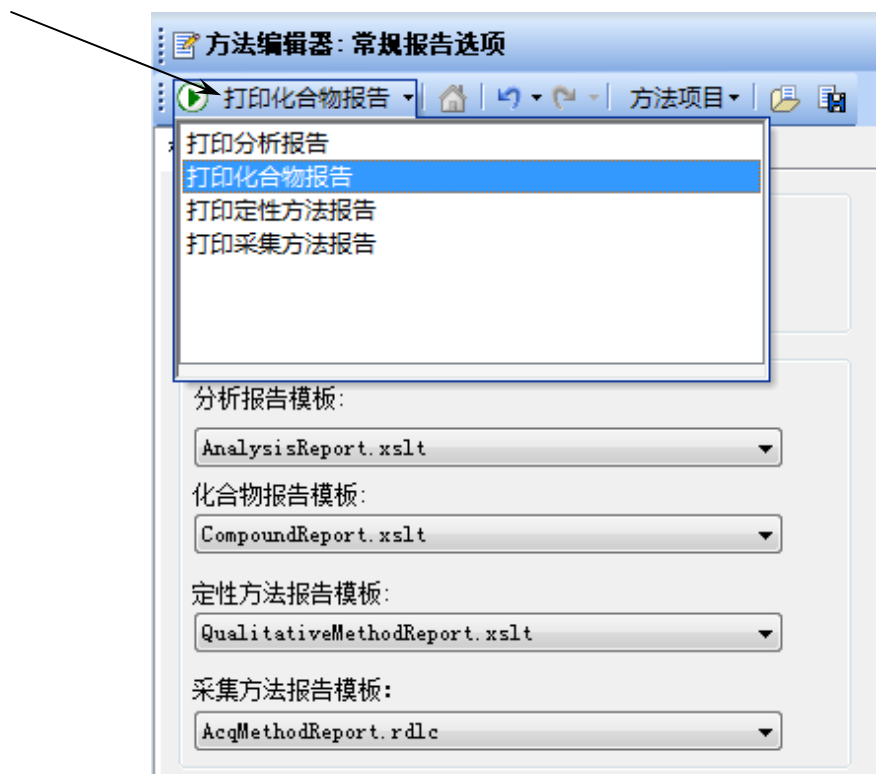
调整阈值显示方法：目的是制作出符合要求的质谱图。避免质荷比碎片显示值太多。

在质谱图的纵坐标处鼠标右键上下移动，上移放大下移缩小，将质谱图放大到合适大小后，在质谱图上右键鼠标在菜单上选择“调整峰阈值(T)”，在坐标的左下角出现蓝色小标，拖动横虚线到合适位置即完成。



定性分析报告：

用定性软件打开 SCAN 文件，用“方法管理器”中色谱图积分（MS）进行积分，弹出“方法编辑器”，积分器选择 Agile 2，点击积分色谱图。使用“方法管理器”中的“查找化合物”，点击“按积分查找”，点击“方法编辑器”，接着点击“按积分查找化合物”（注意峰过滤器的设置，积分所想得到的峰）。点击并选中“数据浏览器”中的“化合物”，右键，选择“在谱库中检索化合物”，接着选择谱库（打开方法，选择 NIST2014.m 或选择谱库），选择完毕后，再点击“在谱库中检索化合物”，检索完毕后，再点击“方法编辑器”中的“报告”在下拉菜单中选择“常规报告选项”，在弹出的“方法编辑器”对话框中按照用户自己的要求选择化合物报告类型（要预先选好报告的模板），如图中选择“打印化合物报告”单击后在弹出来的对话框点击确定后，弹出“文件另存为”对话框，将文件名输入相应的名字，即可生成定性化合物报告（PDF 格式）。



生成的报告文件存盘路径为 D:\MassHunter\reports。

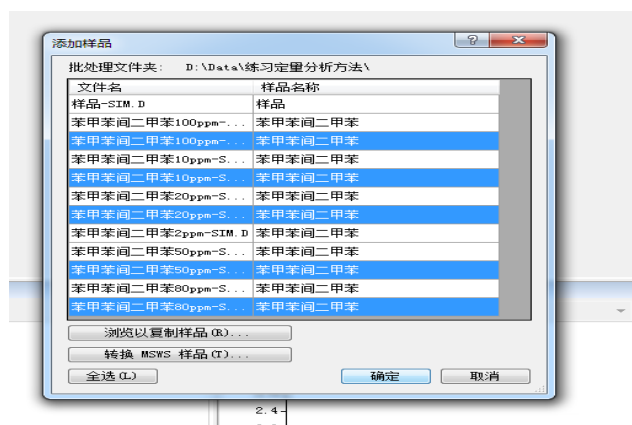
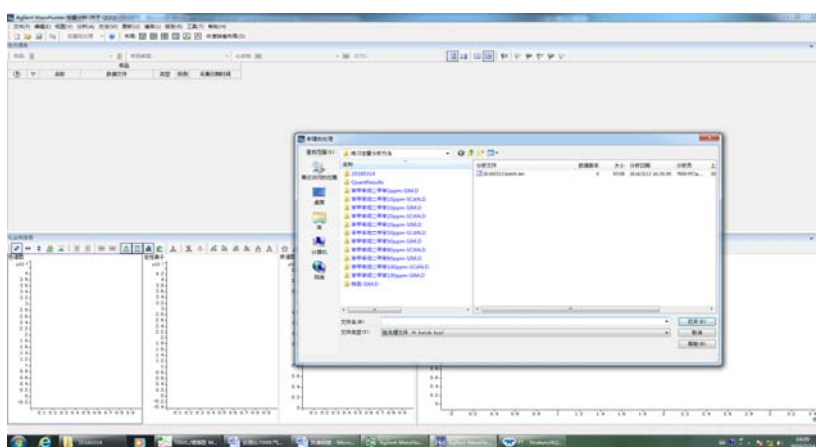
SIM 定量（内标法）

定量分析

建立标准曲线（包括单标校正）：

外标法：

鼠标左键双击“QQQ 定量分析”软件，进入定量分析界面，在界面中的“文件”菜单中点击“新建批处理”，在新出现的界面中输入文件名，点击打开，出现新的对话框



在新出现的对话框中选择要处理的样品，点击确定。所选样品出现在定量分析界面

Agilent MassHunter 定量分析 (关于 QQQ) - 练习定量分析方法 - 定量外标-1.batch.bin

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 分析(A) 方法(M) 更新(U) 谱库(L) 报告(R) 工具(T) 帮助(H)

定量批处理 布局: 恢复缺省布局(D)

批处理表

样品: 样品类型: <全部> 化合物:

名称	数据文件	类型	级别	采集日期时间
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯10 ppm-SIM.D	校正		2016/3/12 20:55
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯20 ppm-SIM.D	校正		2016/3/12 21:19
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯50 ppm-SIM.D	校正		2016/3/12 21:42
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯80 ppm-SIM.D	校正		2016/3/12 22:06
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯100 ppm-SIM.D	校正		2016/3/12 22:29

在级别方框中按照浓度高低依次填入 1,2,3,4,5，浓度最低的为级别 1

Agilent MassHunter 定量分析 (关于 QQQ) - 练习定量分析方法 - 定量外标-1.batch.bin

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 分析(A) 方法(M) 更新(U) 谱库(L) 报告(R) 工具(T) 帮助(H)

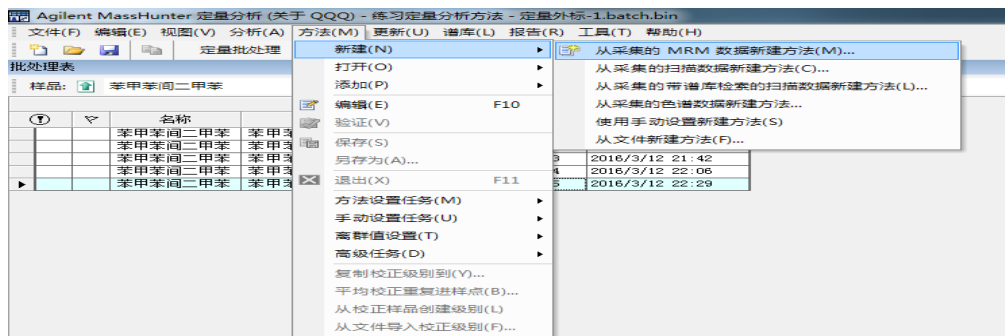
定量批处理 布局: 恢复缺省布局(D)

批处理表

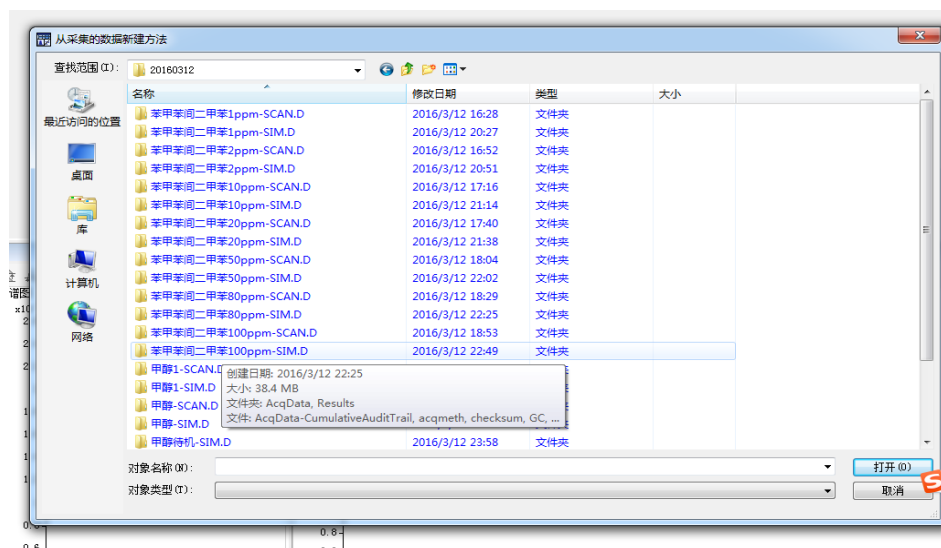
样品: 苯甲苯间二甲苯 样品类型: <全部> 化合物:

名称	数据文件	类型	级别	采集日期时间
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯10 ppm-SIM.D	校正	1	2016/3/12 20:55
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯20 ppm-SIM.D	校正	2	2016/3/12 21:19
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯50 ppm-SIM.D	校正	3	2016/3/12 21:42
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯80 ppm-SIM.D	校正	4	2016/3/12 22:06
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯100 ppm-SIM.D	校正	5	2016/3/12 22:29

接着在“方法”菜单中的“新建”选择“从采集的 MRM 数据新建方法(M)”



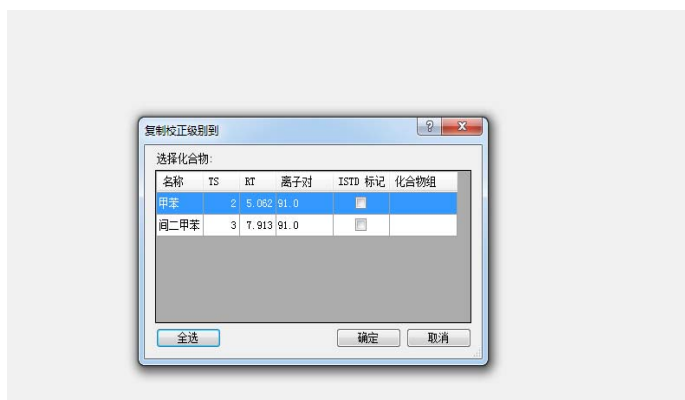
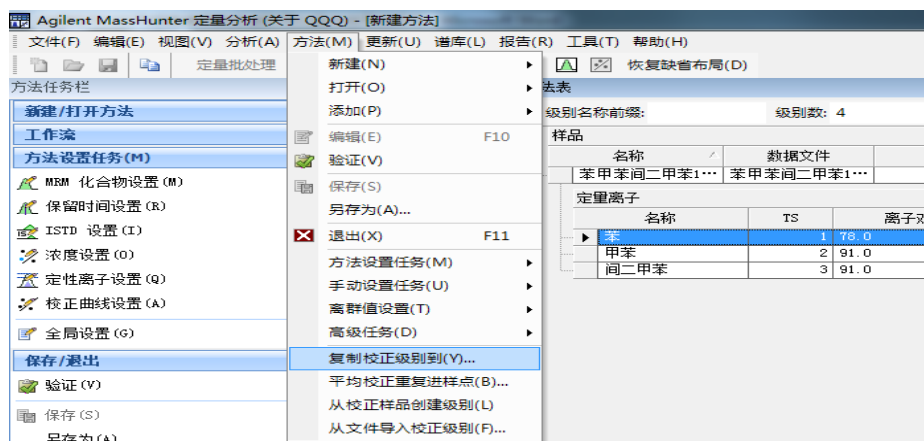
出现相应的新对话框在所选的样品中选择最高浓度点击“打开”



出现新的界面中，稀释高浓度一列填入所选样品最高浓度，在稀释方式中键入稀释比例。如本例中所选三个样品中最高浓度是 100mg/L，浓度依次为 100、80、50、20、10 mg/L，所以稀释方式应为 1:1.25:1.6:2.5:2



接着选择已填好最高浓度和稀释方式的第一列，在“方法”的下拉菜单中选“复制校正级别到 (Y)”



在弹出的新对话框中点击"全选","确定"。就将最高浓度和稀释方式应用到未填的样品所在列



点击“MRM 化合物设置”在出现的表格中，将“RT”即保留时间对照色谱图键入,如果“RT”数值已经有了，就不用手动输入。

名称	TS	离子对	扫描	类型	前体离子	RT	离子极性	稀释高浓度	稀释方式
苯	1 78.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	78.0	3.066	正	100.0000	1:1.25:1.6:2.5:2	
甲苯	2 91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	91.0	5.082	正	100.0000	1:1.25:1.6:2.5:2	
间二甲苯	3 91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	91.0	7.913	正	100.0000	1:1.25:1.6:2.5:2	

名称	数据文件	类型
苯 甲苯 间二甲苯		

点击“ISTD 设置”，采用外标法的话就不用设置内标物，不用点标记。如果是内标法则选定内标物“ISID”标记，在“ISID”化合物名称一列选定相应的内标物名称。

名称	TS	离子对	扫描	类型	ISTD 化合物名称	ISTD 标记	ISTD 浓度	时间参考标记
苯	1 78.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物		<无>			
甲苯	2 91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物		<无>			
间二甲苯	3 91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物		<无>			

然后将级别数写成浓度的总数，依次点击创建级别。

保存(S) 工具(T) 帮助(H)

你最近看过的(O)

方法表

当前名称: 当前数: 4 新建(C) 时间: 全部 化合物: 丙二甲苯 重置视图(R)

样品

名称	数据文件	类型	类别	采集方法文件	采集日期时间
二甲苯二甲苯1...	二甲苯二甲苯1...				

定量离子

名称	TS	离子对	扫描	类型	前级离子	RT	离子极性	稀释基浓度 /	稀释方式
二甲苯	1 78.0	78.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	78.0	3.068	正	100.0000	1:1:25:1:6:2:5:2

校正

级别	浓度	响应
1	20.0000	
2	50.0000	
3	80.0000	
4	100.0000	

定量离子

名称	TS	离子对	扫描	类型	前级离子	RT	离子极性	稀释基浓度 /	稀释方式
二甲苯	2 91.0	91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	91.0	5.062	正	100.0000	1:1:25:1:6:2:5:2

校正

级别	浓度	响应
1	20.0000	
2	50.0000	
3	80.0000	
4	100.0000	

定量离子

名称	TS	离子对	扫描	类型	前级离子	RT	离子极性	稀释基浓度 /	稀释方式
二甲苯	3 91.0	91.0	MS1 选择离子扫描	目标化合物	91.0	7.913	正	100.0000	1:1:25:1:6:2:5:2

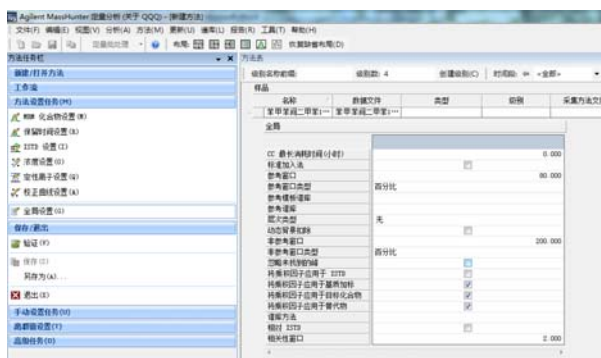
校正

级别	浓度	响应
1	20.0000	
2	50.0000	
3	80.0000	
4	100.0000	

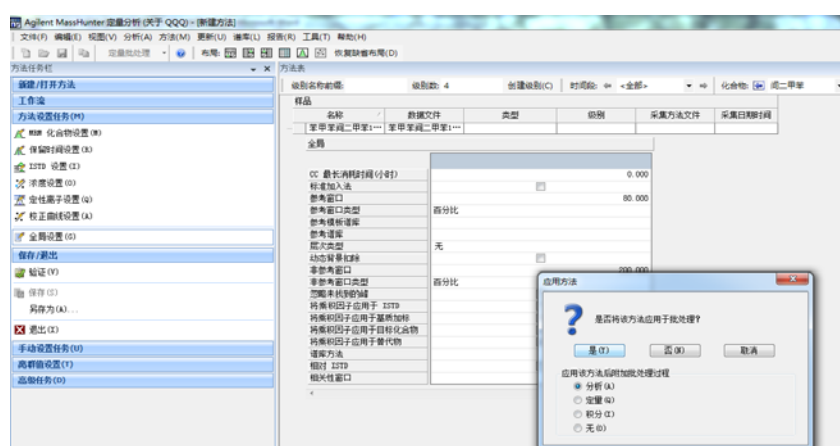
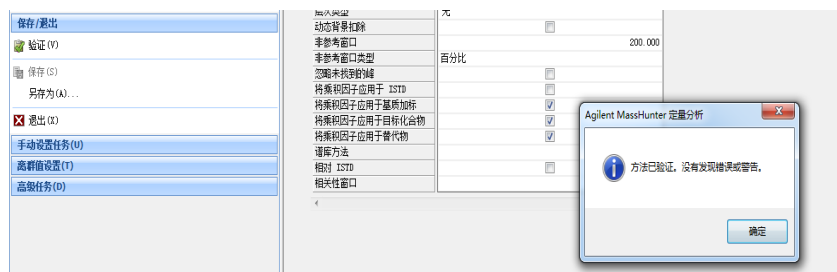
在"校正曲线设置"弹出的对话框中，“CF、CF 原点、CF 权重”，各列看所
选是否符合要求



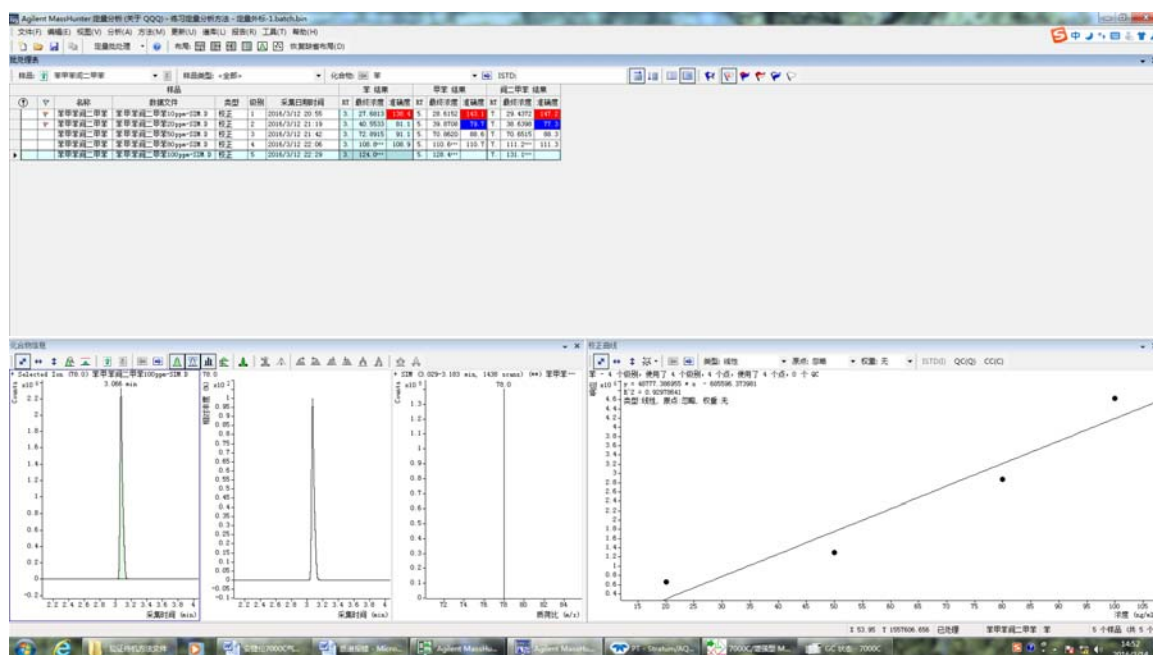
全局设置中各项参数



各项设置完成后点击“验证”，若显示没有错误则点击确定并“退出”，



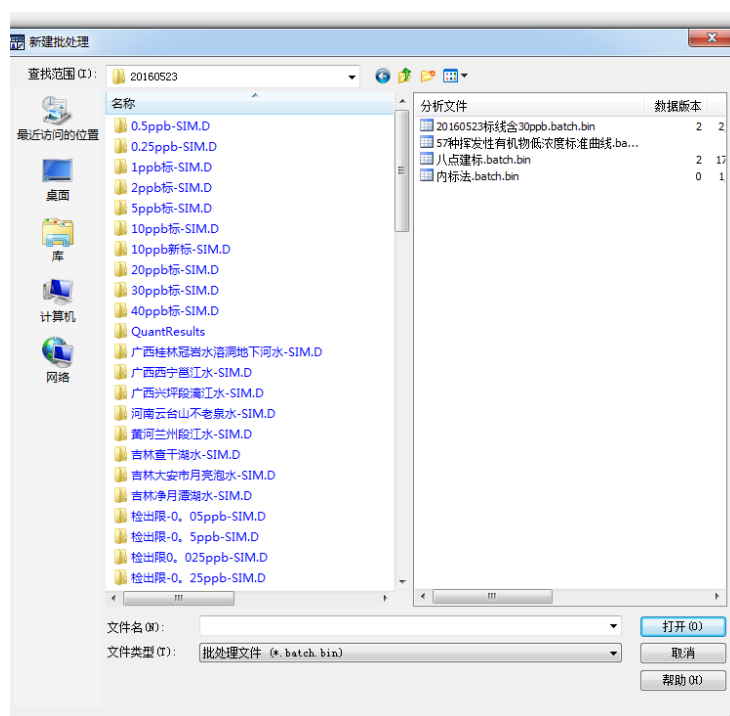
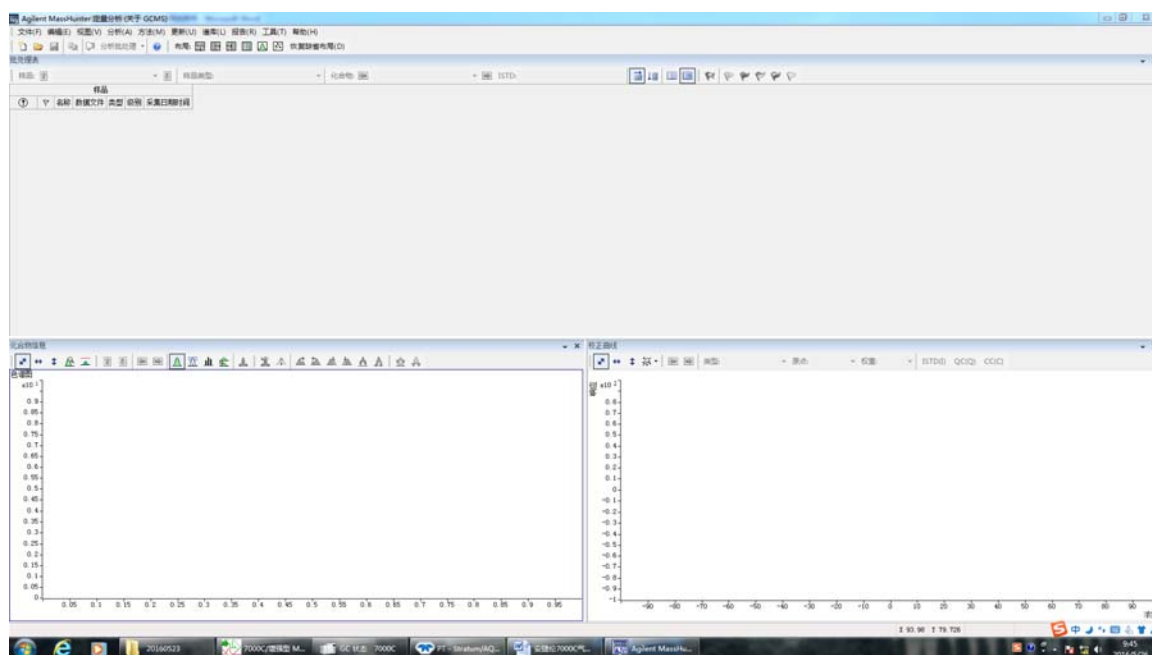
选定“分析”并点击“是”出现下面界面即完成外标法的定量分析



内标法 SIM 定量分析方法：

1 标准曲线建立（5 点）

双击桌面上“SIM 定量分析”软件，进入定量分析界面，在界面中的“文件”菜单中点击“新建批处理”，选择包含建立标准曲线的数据文件夹。在新出现的界面中输入新建批处理的文件名。



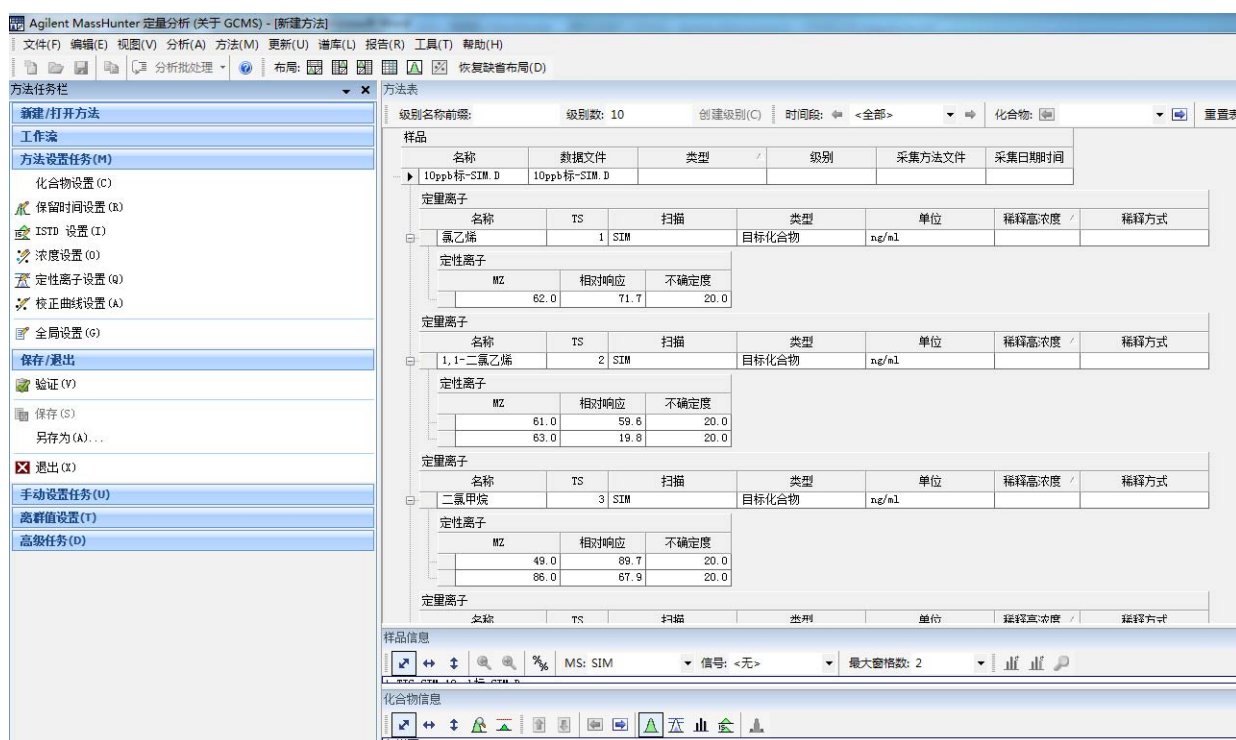
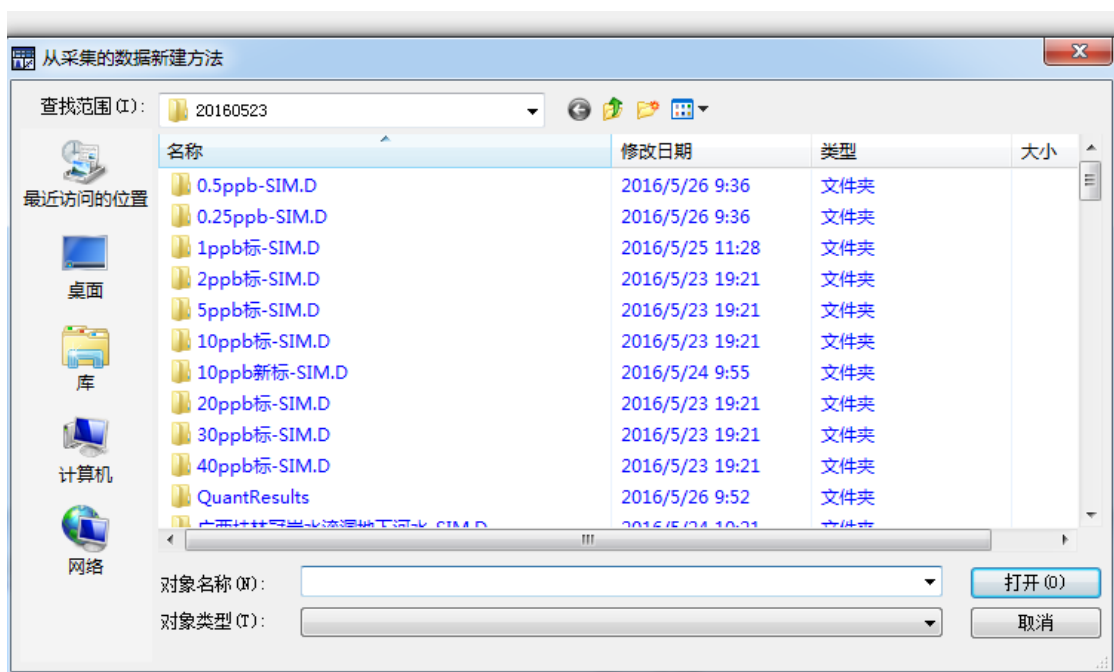
点击“打开”，出现新的对话框。在新出现的对话框中选择要建立标准曲线的系列文件，点击确定。所选样品出现在定量分析界面。需要时改变样品类型（如采集是为样品，建立标准曲线是必须更改为“校正”），并输入级别。在级别方框中按照浓度高低依次填入 12345，浓度最低的为级别 1。



接着在“方法”菜单中的“新建”选择“从采集的 SIM 数据新建方法 (I)”



出现相应的新对话框在所选的标样系列浓度文件中，选择最高浓度点击“打开”。



依次点击设置左侧界面的“方法设置任务栏”的各项，“化合物设置”，可以删除不需要定量的化合物。“保留时间设置(R)”，调整化合物至正确的

保留时间。接着点击“ISTD 设置 (I)”，输入内标物浓度 10 µg/L。注意多内标的选择及分段，右键选择向下填充。本例氟苯、1,4-二氯苯-d4 内标物的“ISDT 化合物名称”设置为“无”。

名称	TS	扫描	类型	ISTD 化合物名称	ISTD 标记	ISTD 浓度	时间参考标记
顺式-1,2-二氯乙...	5	SIM	目标化合物	氟苯			
氯仿	6	SIM	目标化合物	氟苯			
溴氯甲烷	6	SIM	目标化合物	氟苯			
1,1,1-三氯乙烷	7	SIM	目标化合物	氟苯			
二溴氯甲烷 (替...	7	SIM	替代物	氟苯			
1,1-二氯丙烯	8	SIM	目标化合物	氟苯			
四氯化碳	8	SIM	目标化合物	氟苯			
1,2-二氯乙烷	9	SIM	目标化合物	氟苯			
苯	9	SIM	目标化合物	氟苯			
氟苯	10	SIM	ISTD	<无>	☒	10.0000	
三氯乙烯	11	SIM	目标化合物	氟苯			
1,2-二氯丙烷	12	SIM	目标化合物	氟苯			
二溴甲烷	12	SIM	目标化合物	氟苯			
一溴二氯甲烷	13	SIM	目标化合物	氟苯			
环氧氯丙烷	14	SIM	目标化合物	氟苯			
顺-1,3-二氯丙烯	14	SIM	目标化合物	氟苯			
甲苯	15	SIM	目标化合物	氟苯			
甲苯-d8 (替代物...	15	SIM	替代物	氟苯			
反-1,3-二氯丙烯	16	SIM	目标化合物	氟苯			
1,1,2-三氯乙烷	17	SIM	目标化合物	氟苯			
四氯乙烯	17	SIM	目标化合物	氟苯			
1,3-二氯丙烷	18	SIM	目标化合物	氟苯			
二溴氯甲烷	18	SIM	目标化合物	氟苯			
1,2-二溴乙烷	19	SIM	目标化合物	氟苯			
氯苯	19	SIM	目标化合物	1,4-二氯苯-d4			
1,1,1,2-四氯乙烷	20	SIM	目标化合物	1,4-二氯苯-d4			
乙苯	20	SIM	目标化合物	1,4-二氯苯-d4			
间,对-二甲苯	21	SIM	目标化合物	1,4-二氯苯-d4			

在“方法设置任务 (M)”选择“浓度设置”，在“稀释高浓度”表格中填入所选样品最高浓度（本例为 10µg/L），在“稀释方式”中键入各浓度系列的稀释比例，注意输入英文半角的“:”。如本例标准溶液浓度梯度依次为 10、5、2、1、0.5 µg/L，本例稀释比例为 1:2:2.5:2:2。同时在“级别数”中输入“5”。“点击创建级别”，点击校正栏，按住鼠标左键拖到底，全选（蓝色）。然后，右键选择“复制校正级别到 (Y)”。全选。确定。

报告(R) 工具(T) 帮助(H)

恢复缺省布局(D)

方法表

级别名称前缀: 级别数: 5 创建级别(C) 时间段: <全部> 化合物: 氯乙烯 重置视图(R)

名称	数据文件	类型	级别	采集方法文件	采集日期时间
10ppb-标-SIM.D	10ppb-标-SIM.D				

定量离子

名称	TS	扫描	类型	单位	稀释高浓度 /	稀释方式
氯乙烯	1	SIM	目标化合物	ng/ml	10.0000	1:2:2.5:2:2

定性离子

MZ	相对响应	不确定度
62.0	71.7	20.0

校正

级别	浓度	响应	启用	校正路径
1	0.5000		☒	
2	1.0000		☒	
3			☒	
4			☒	
5			☒	

添加/删除列(N)...

添加列(A)

删除列(M)

恢复缺省列(R)

自动调整列宽度(U) Ctrl+U

向下填充(F)

重置排序(O)

排列化合物依据

新建化合物(C)

新建定性离子(Q)

新建校正级别(W)

删除(D) Delete

复制校正级别到(Y)...

平均校正重复进样点(B)...

信号: <无> 最大窗格数: 2

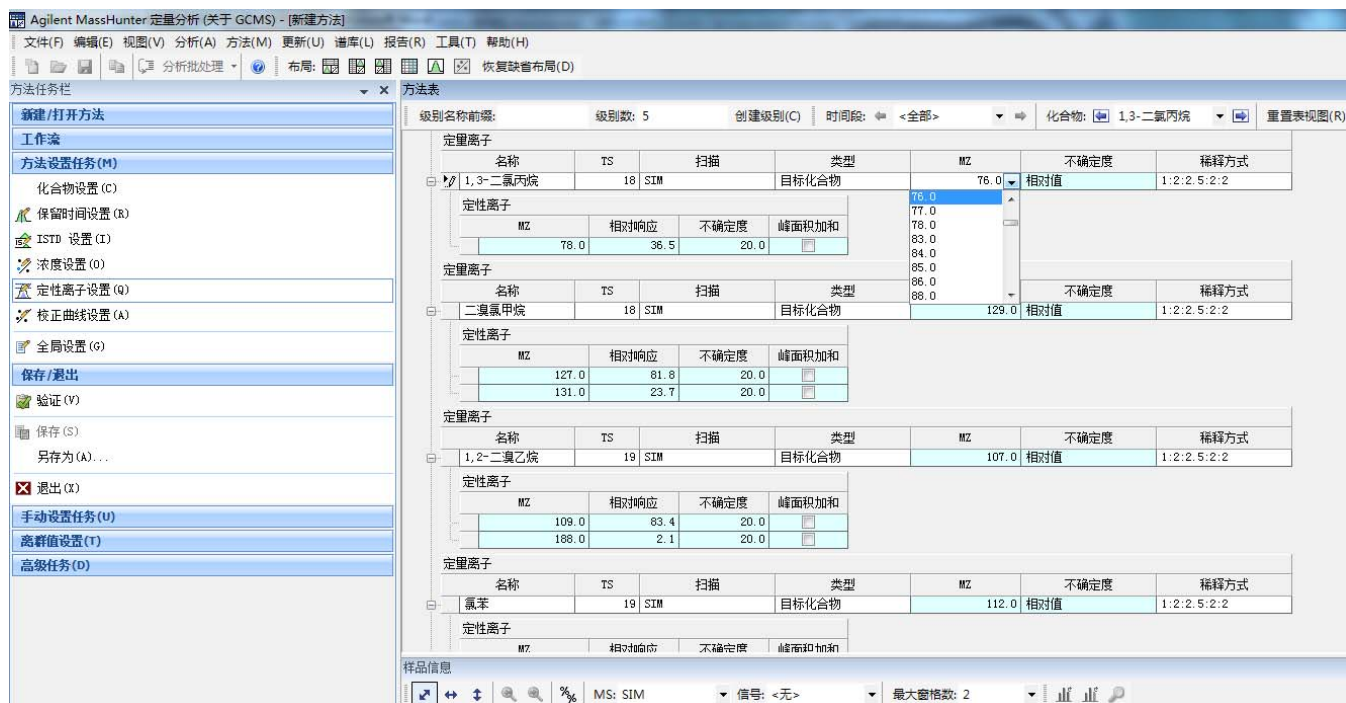
复制校正级别到

选择化合物:

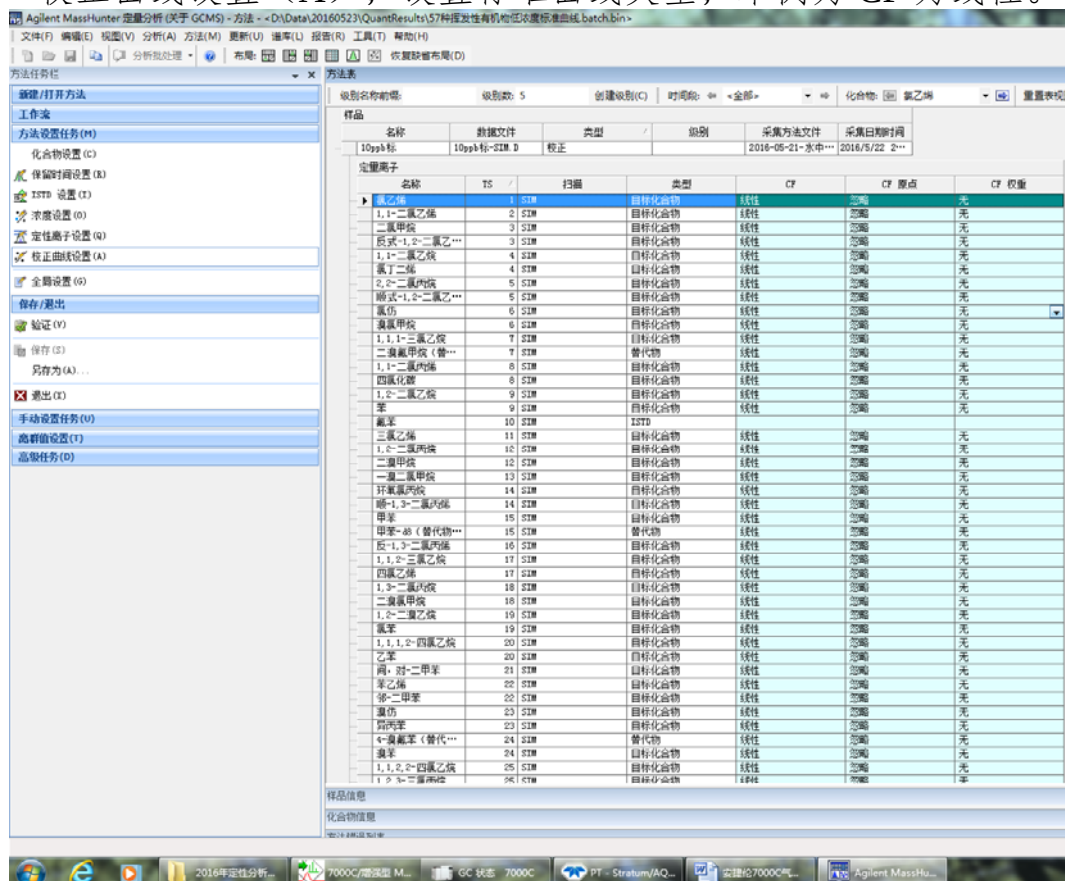
名称	TS	RT	MZ	ISTD 标记	化
1,1-二氯乙烯	2	2.837	96.0	☐	
二氯甲烷	3	3.403	84.0	☐	
反式-1,2-二氯乙烯	3	3.744	96.0	☐	
1,1-二氯乙烷	4	4.293	63.0	☐	
氯丁二烯	4	4.384	88.0	☐	
2,2-二氯丙烷	5	5.061	97.0	☐	
顺式-1,2-二氯乙烯	5	5.056	96.0	☐	
氯仿	6	5.575	83.0	☐	
溴氯甲烷	6	5.397	49.0	☐	

全选 确定 取消

在“方法设置任务 (M)”选择“定性离子设置”，可在“M/Z”中更改，确证定量离子设置正确。



点击“校正曲线设置 (A)”，设置标准曲线类型，本例为 CF 为线性。



点击“验证”，确定。注意不能报错。报错需要重新建立。

Agilent MassHunter: 定量分析 (关于 GC/MS) - 方法 - <D:\Data\20160523\QuantResults\S7种挥发性有机物低浓度标准曲线.batch.bin>

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 分析(A) 方法(M) 更新(U) 速率(R) 工具(T) 帮助(H)

方法表

级别名称前缀: 级别数: 5 创建级别(C): 时间: <全部> 化合物: 氯乙烯 重量表视图(R)

名称	数据文件	类型	级别	采集方法文件	采集日期时间
10ppb标	10ppb标-SIM.D	校正		2016-05-21-水中...	2016/5/22 2...

定量子

名称	TS	扫描	类型	CF	CF 原点	CF 权重
氯乙烯	1	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1-二氯乙烯	2	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二氯甲烷	3	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
反式-1,2-二氯乙...	3	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1-二氯乙烷	4	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯丁二烯	4	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
2,2-二氯丙烷	5	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
顺式-1,2-二氯乙...	5	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯仿	6	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
溴氯甲烷	6	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,1-三氯乙烯	7	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二溴氯甲烷 (替...	7	SIM	替代物	线性	忽略	无
1,1-二氯丙烷	8	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
四氯化碳	8	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2-二氯乙烷	9	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
苯	9	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯苯	10	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
三氯乙烯	11	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2-二氯丙烷	12	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二溴甲烷	12	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
一溴二氯甲烷	13	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
环氧氯丙烷	14	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
顺-1,3-二氯丙烷	14	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
甲苯	15	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
甲苯-d8 (替代物...	15	SIM	替代物	线性	忽略	无
反-1,3-二氯丙烷	16	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,2-三氯乙烯	17	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
四氯化碳	17	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,3-二氯丙烷	18	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二溴氯甲烷	18	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2-二溴乙烷	19	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯苯	19	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,1,2-四氯乙烷	20	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
乙苯	20	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
间, 对-二甲苯	21	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
苯乙烯	22	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
邻-二甲苯	22	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
溴仿	23	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
异丙苯	23	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
4-溴氯苯 (替代...	24	SIM	替代物	线性	忽略	无
溴苯	24	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,2,2-四氯乙烷	25	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2,3-三氯苯	25	SIM	目标化合物	线性	忽略	无

样品信息

化合物信息

2016年定性分析... 7000C/增强型 M... GC 状态: 7000C PT - Stratum/AQ... 安捷伦7000C气... Agilent MassHu...

点击“退出”，注意“应用该方法后附加批处理过程”选择“分析”。点击“是”。自动生成各化合物的标准曲线。

保留时间设置(R) ISTD 设置(I) 浓度设置(O) 定性离子设置(Q) 校正曲线设置(A) 全局设置(G) 保存/退出 验证(V) 保存(S) 另存为(A)... 退出(X) 手动设置任务(U) 离群值设置(T) 高级任务(O)

名称	TS	扫描	类型	CF	CF 原点	CF 权重
氯乙烯	1	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1-二氯乙烯	2	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二氯甲烷	3	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
反式-1,2-二氯乙...	3	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1-二氯乙烷	4	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯丁二烯	4	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
2,2-二氯丙烷	5	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
顺式-1,2-二氯乙...	5	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯仿	6	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
溴氯甲烷	6	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,1-三氯乙烯	7	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二溴氯甲烷 (替...	7	SIM	替代物	线性	忽略	无
1,1-二氯丙烷	8	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
四氯化碳	8	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2-二氯乙烷	9	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
苯	9	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
氯苯	10	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
三氯乙烯	11	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,2-二氯丙烷	12	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
二溴甲烷	12	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
一溴二氯甲烷	13	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
环氧氯丙烷	14	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
顺-1,3-二氯丙烷	14	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
甲苯	15	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
甲苯-d8 (替代物...	15	SIM	替代物	线性	忽略	无
反-1,3-二氯丙烷	16	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
1,1,2-三氯乙烯	17	SIM	目标化合物	线性	忽略	无
四氯化碳	17	SIM	目标化合物	线性	忽略	无

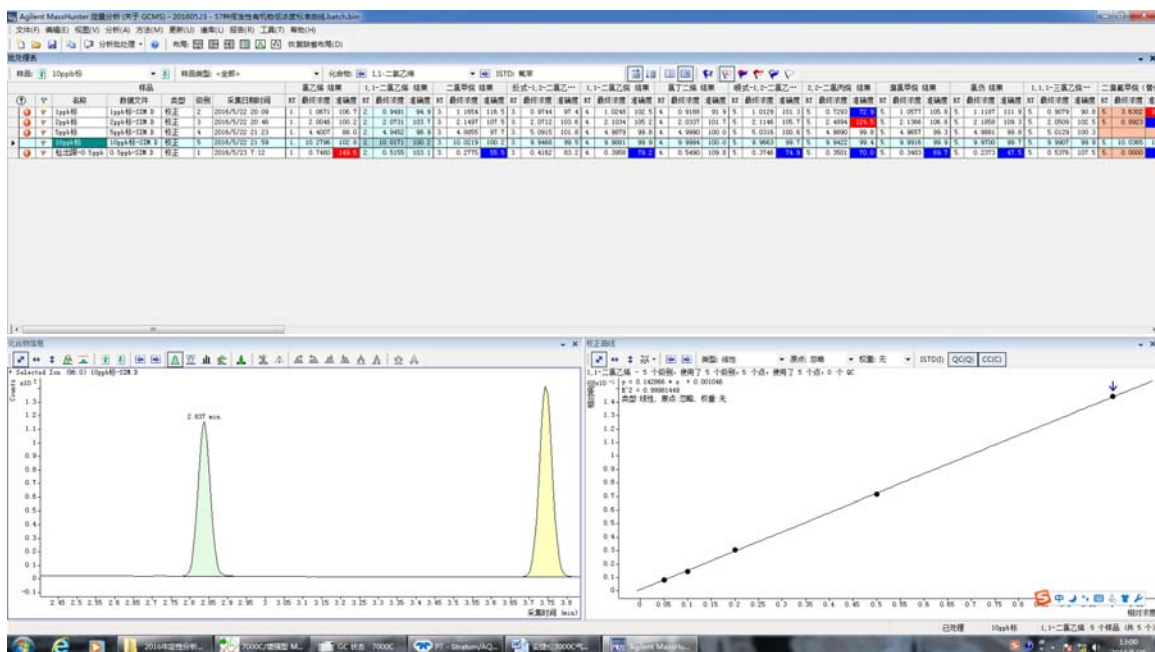
应用方法

是否将该方法应用于批处理?

是(Y) 否(N) 取消

应用该方法后附加批处理过程

☒ 分析(A) ☐ 定量(Q) ☐ 积分(I) ☐ 无(O)



对样品进行定量计算：点击“文件”，添加样品数据文件后，点击“分析批处理”，即计算出结果。

Agilent MassHunter 定量分析 (关于 GCMS) - 20160523 - 57种挥发性有机物低浓度标准曲线.batch.bin

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 分析(A) 方法(M) 更新(U) 谱库(L) 报告(R) 工具(T) 帮助(H)

新建批处理(N)... Ctrl+N

打开批处理(O) ... Ctrl+O

保存批处理(S) Ctrl+S

批处理另存为(A)...

关闭批处理(C)

添加样品(D)...

导出(E)

页面设置(U)...

打印(P)...

Ctrl+P

恢复缺省布局(D)

化合物: 1,1-二氯乙烯

日期时间	RT	最终浓度	准确度	RT	最终浓度
22 20:09	1.	1.0671	106.7	2.	0.945
22 20:46	1.	2.0046	100.2	2.	2.077
22 21:23	1.	4.4007	88.0	2.	4.945
22 21:59	1.	10.2796	102.8	2.	10.017
23 7:12	1.	0.7480	149.6	2.	0.5195

在弹出的新对话框中点击"全选","确定"。就将最高浓度和稀释方式应用到未填的样品所在列

点击“MRM 化合物设置”在出现的表格中，将“RT”即保留时间对照色谱图键入,如果“RT”数值已经有了，就不用手动输入。

点击“ISTD 设置”内标法时选定内标物“ISID”标记，在“ISID”化合物名称一列选定相应的内标物名称。

然后将级别数写成浓度的总数，依次点击创建级别。

在"校正曲线设置"弹出的对话框中，“CF、CF 原点、CF 权重”，各列看所选是否符合要求

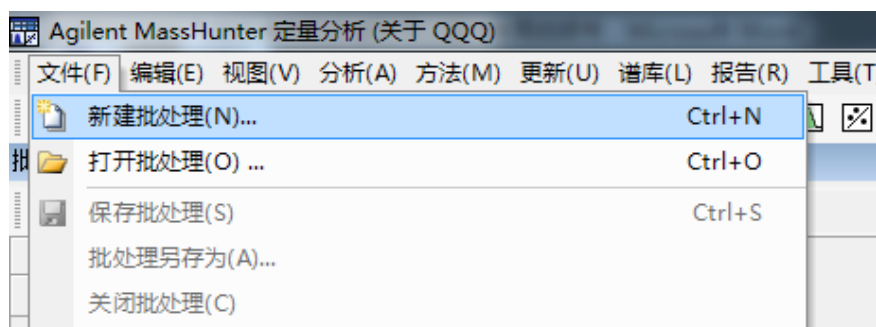
全局设置中各项参数

各项设置完成后点击“验证”，若显示没有错误则点击确定并“退出”，

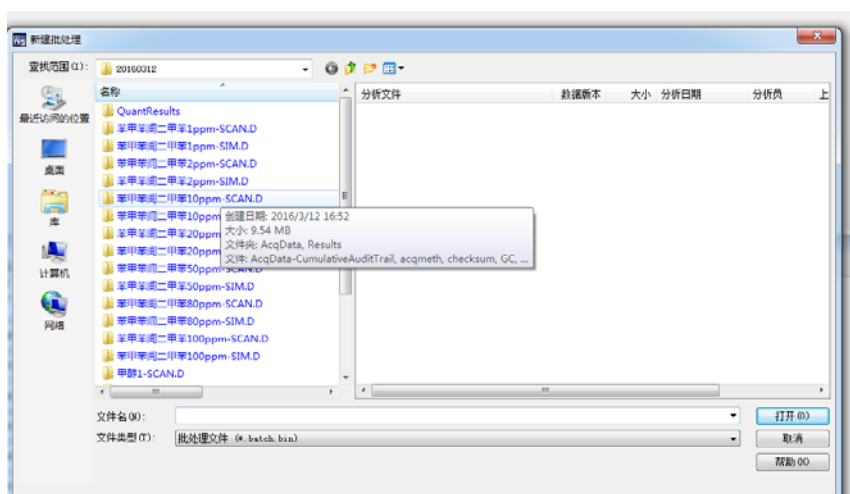
选定“分析”并点击“是”出现下面界面即完成外标法的定量分析

SCAN 采集的数据定量处理：

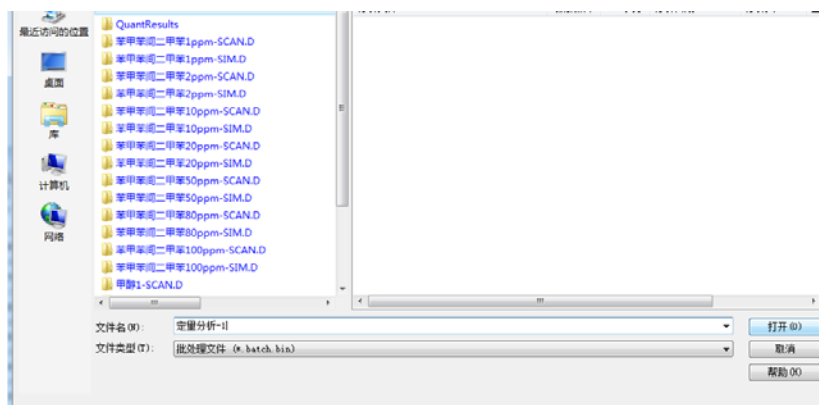
点击桌面上的 ，打开软件进入打开的界面，点击“文件”中的“新建批处理”



弹出新的对话框



在文件名处键入相应的文件名如“定量分析-1”，点击“打开”



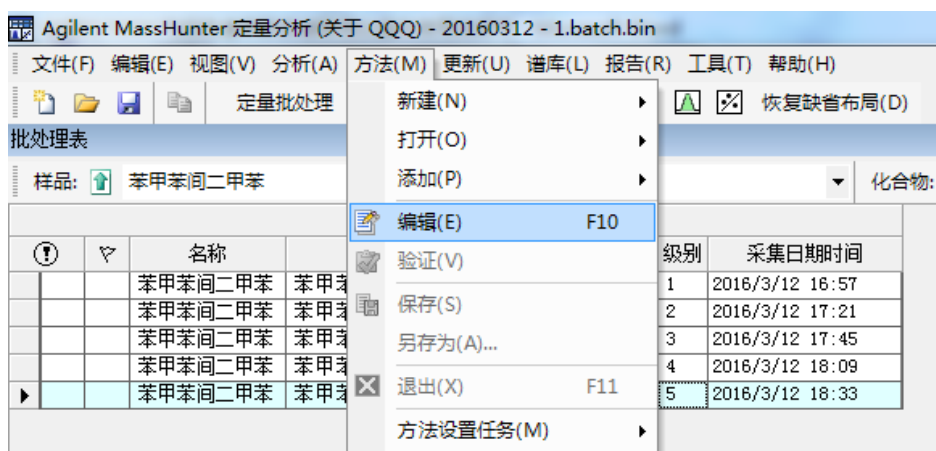
出现新的对话框，在出现的对话框中选择要定量分析的样品点击确定



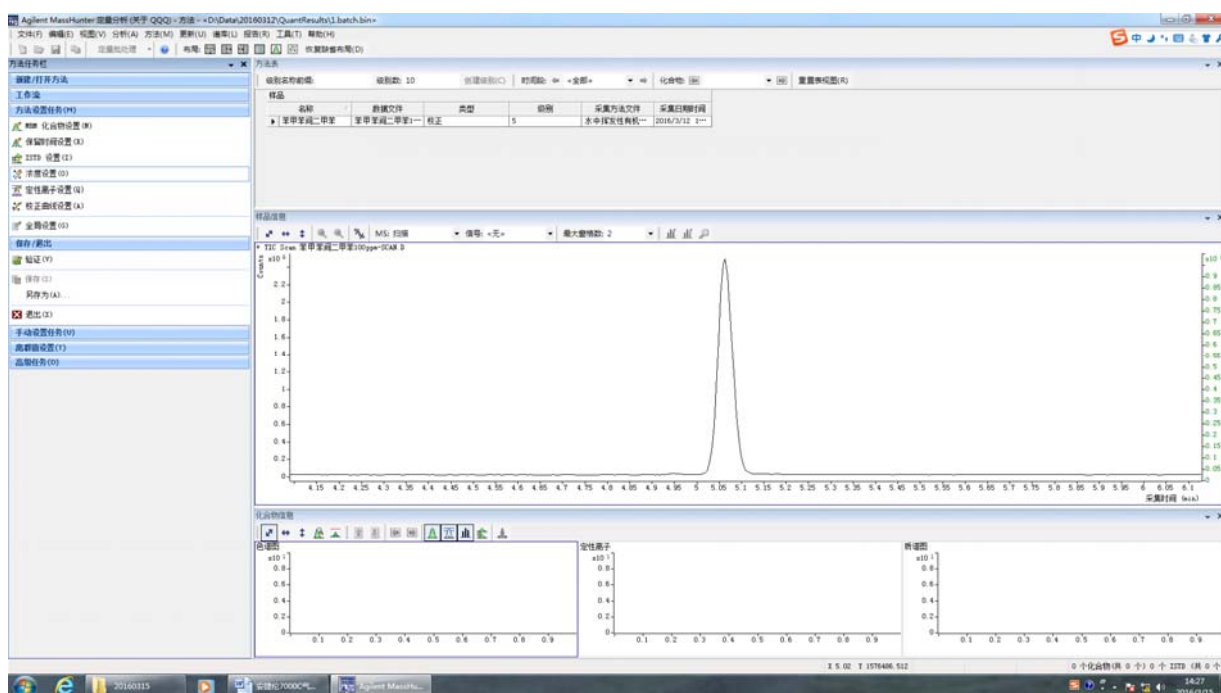
出现新的对话框在“级别”一列按照浓度大小键入 1,2,3,4,5



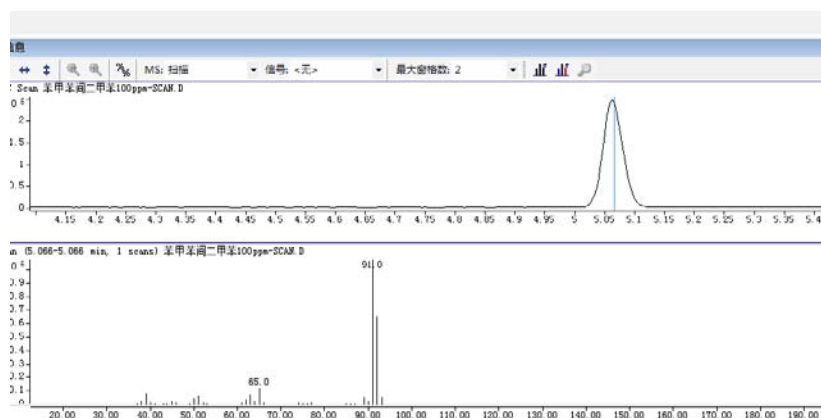
在“方法”中点“编辑”



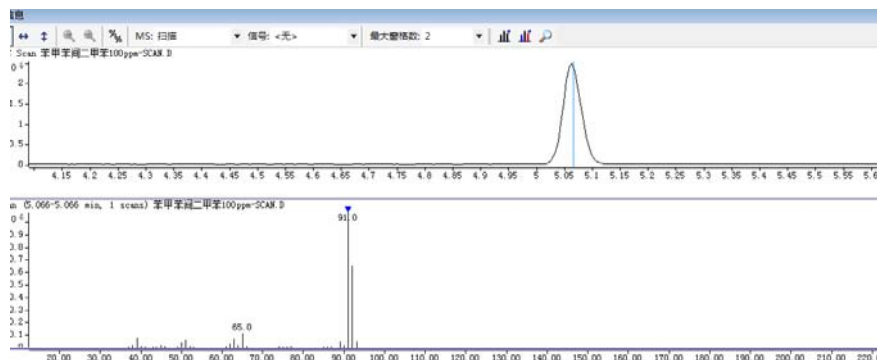
出现新的界面

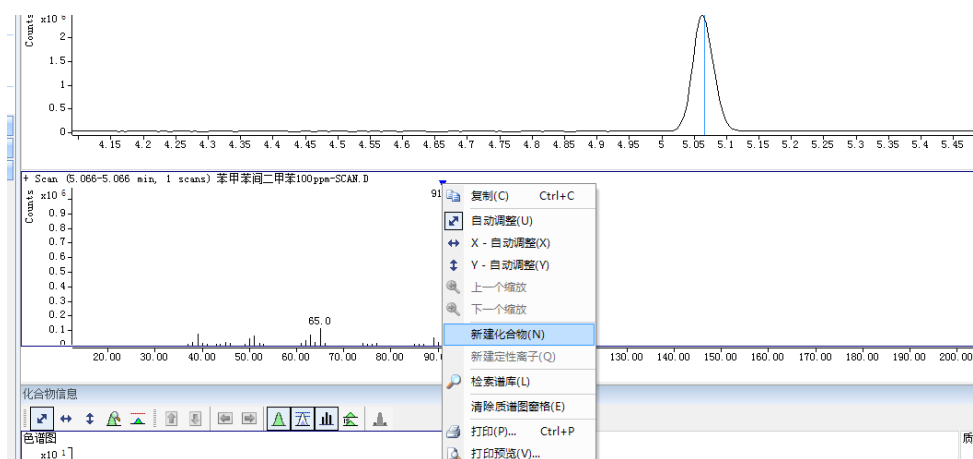


在色谱图中选择一个峰鼠标右键放大，出现相应的质谱图

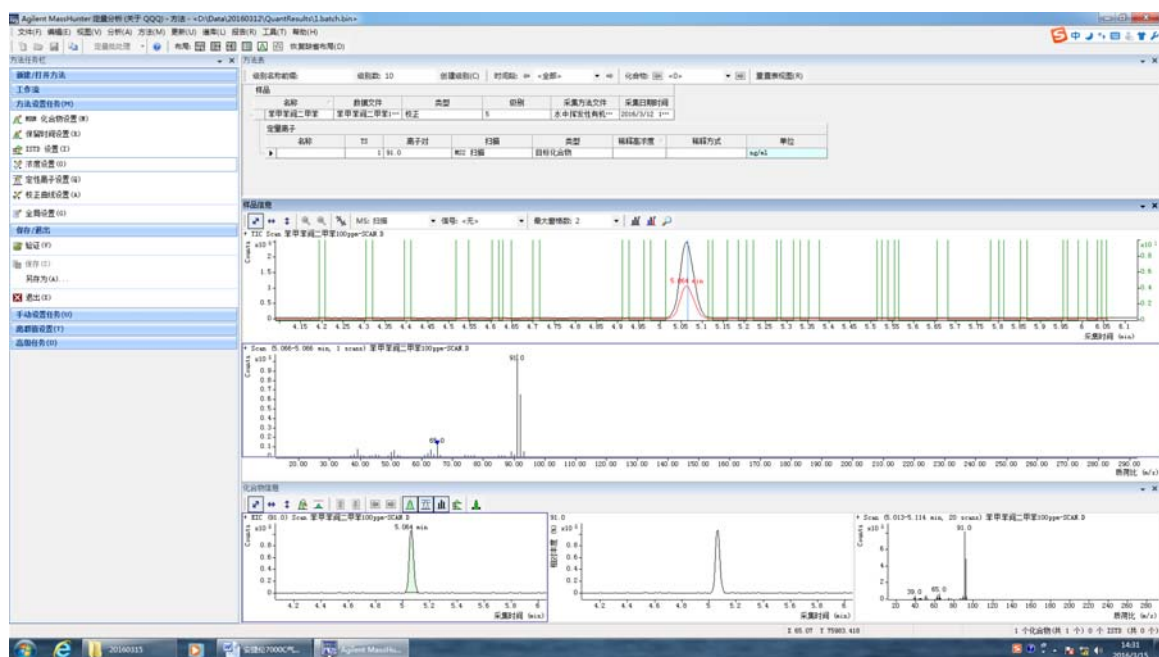


在质谱图中选择最高的峰，鼠标左键点击选中，然后鼠标右键，点击“新建化合物”





出现下面界面



在图上面的定量离子一栏中，将名称写上相应的化合物名称，稀释高浓度，稀释方式

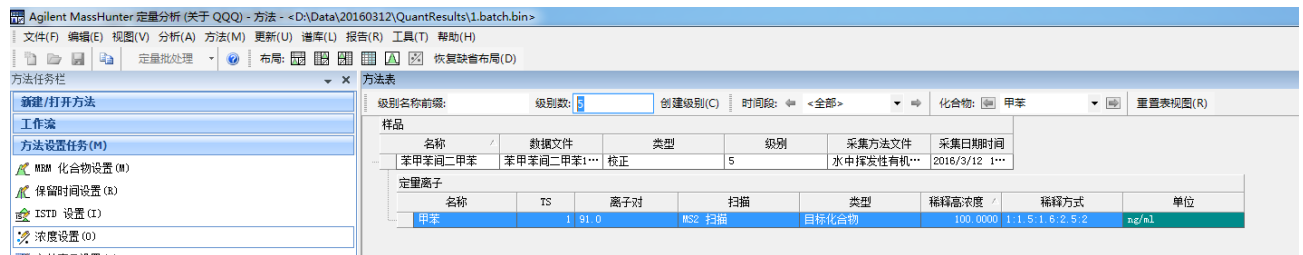
方法表	级别名称前缀:	级别数: 10	创建级别(C):	时间段: 全部	化合物: 甲苯	重置视图(R)
样品	名称	数据文件	类型	级别	采集方法文件	采集日期时间
	苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯1... 校正		5	水中挥发性有机...	2016/3/12 1...
定量离子	名称	TS	离子对	扫描	类型	稀释高浓度 / 稀释方式 / 单位
	甲苯	1 91.0	MS2: 扫描	目标化合物	100.0000	1:1 5.1 6.2 5:2 ng/ml

在质谱图中，选择剩余的峰鼠标左键点击选中在出现蓝色倒三角，接着鼠

标右键，选择“新建定性离子”



级别数改成相应的所选要测得样品数目



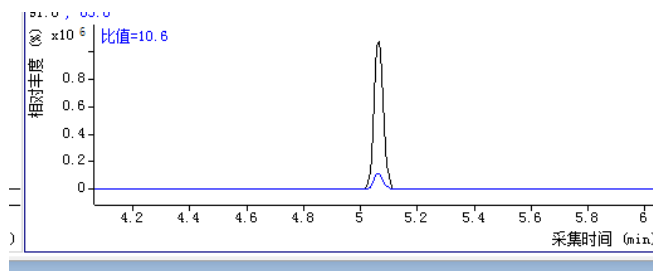
接着依次“创建级别”

方法表	级别名称前缀:	级别数: 5	创建级别(C)	时间段: <全部>	化合物: 甲苯	重置视图(R)
样品	名称	数据文件	类型	级别	采集方法文件	采集日期时间
	苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯1...	校正	5	水中挥发性有机...	2016/3/12 1...
定量离子	名称	TS	离子对	扫描	类型	稀释高浓度 / 稀释方式
	甲苯	1 91.0	MS2 扫描	目标化合物	100.0000	1:1.5:1.6:2.5:2
校正	级别	浓度	响应	启用		
	1	8.3333		☒		
	2	16.6667		☒		
	3	41.6667		☒		
	4	66.6667		☒		
	5	100.0000		☒		

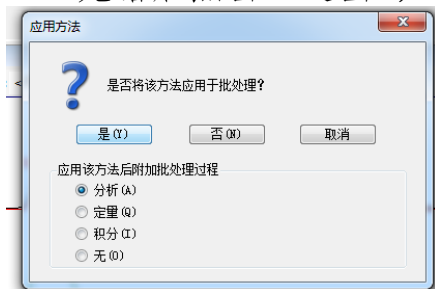
接着将“相对响应”填入数值

定量离子					
名称	TS	离子对	扫描	类型	稀释
甲苯	1	91.0	MS2 扫描	目标化合物	1
定性离子					
前级离子	产物离子	离子对	相对响应	不确定度	
0.0	65.0	65.0		20.0	
校正					
级别	浓度	响应	启用		
1	8.3333		☒		

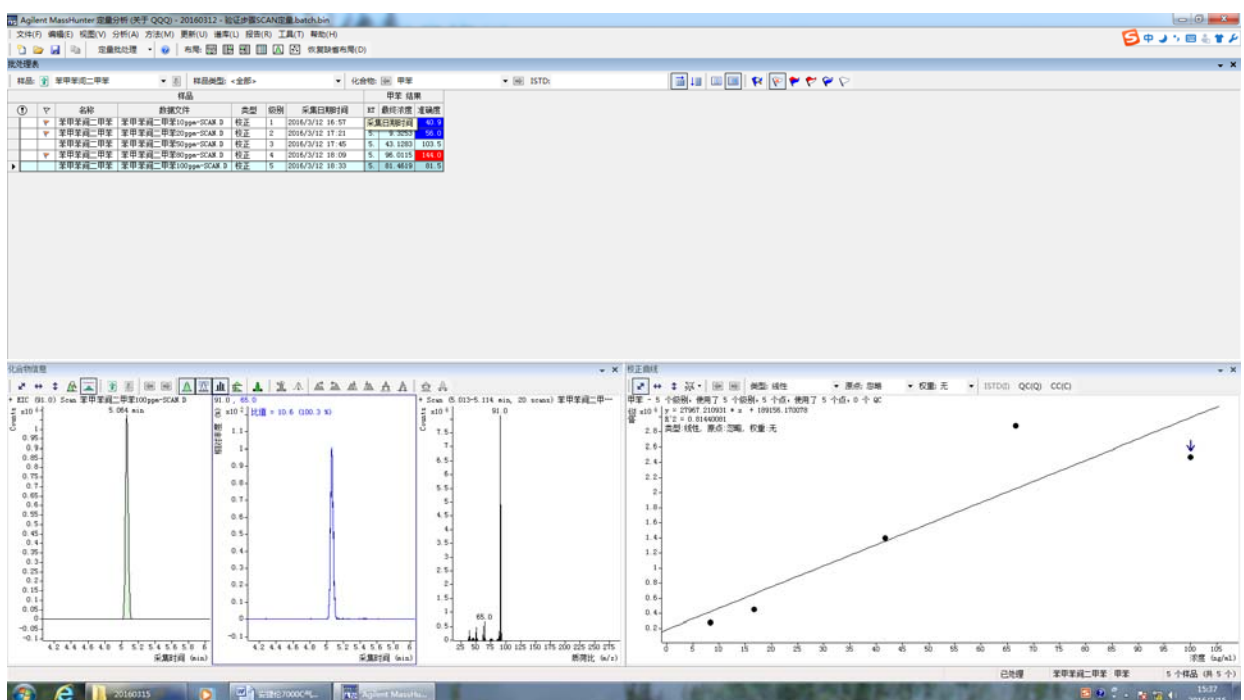
参照” 比值=10.6 “填入



点击“验证”无错后点击“退出”，在弹出的窗口中选“分析”，“是”



出现结果



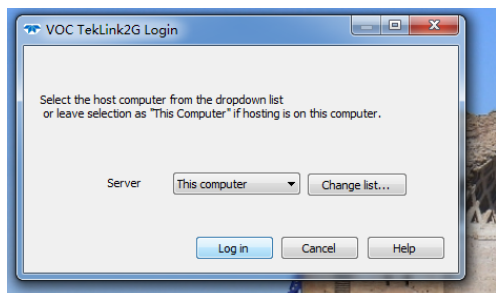
吹扫捕集

双击桌面

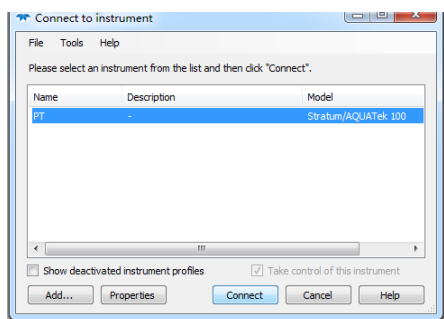


图标进入吹扫捕集控制界面，在弹出的窗口上点击“Log

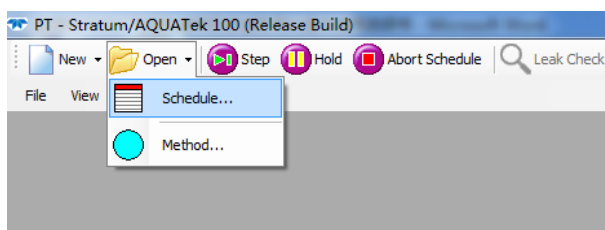
in”



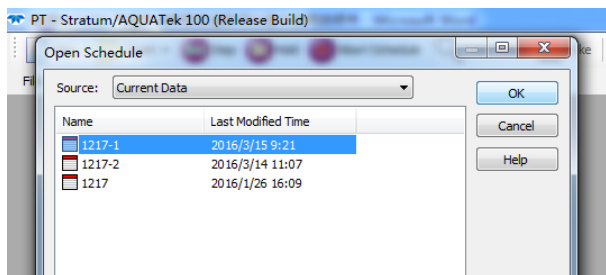
接着弹出的窗口点击“Connect”，进入控制界面。



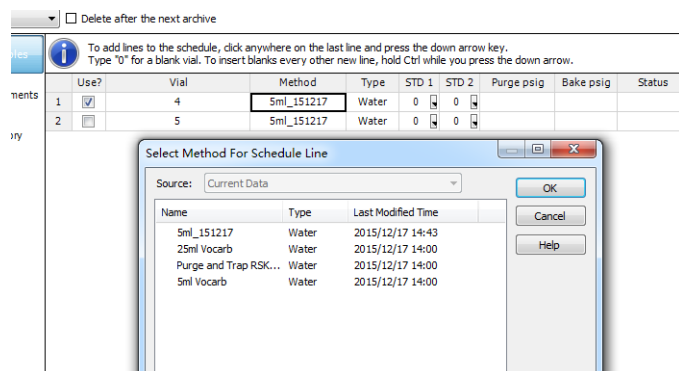
在控制界面上点击“Open”中的“Schedule...”



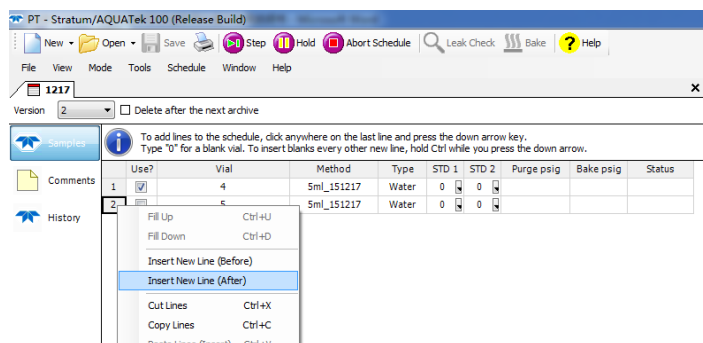
弹出的窗口按要求选择文件点击“OK”



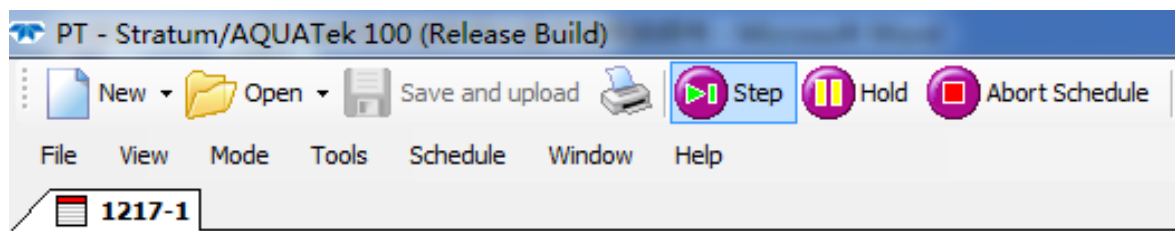
双击“Method”选择相应的进样方法，点击“OK”



如果要添加样品，在最后一列的罗马数字处鼠标右击选择“Insert New Line(After)”



再点击“Step”进行吹扫捕集

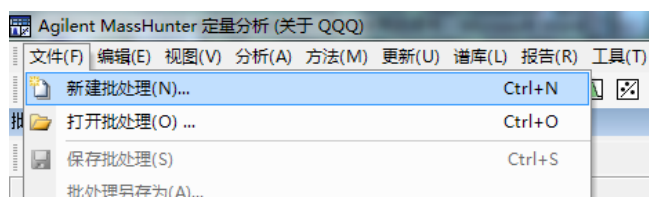


然后在桌面点击  图标，进入 GC-MS 控制界面，进样方式选择“手动进样”

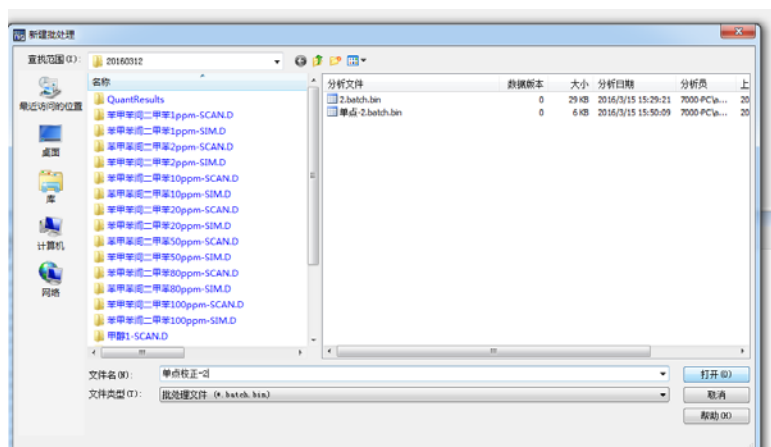
点击“序列”中的编辑序列进行手动进样的编辑。

单点校正：

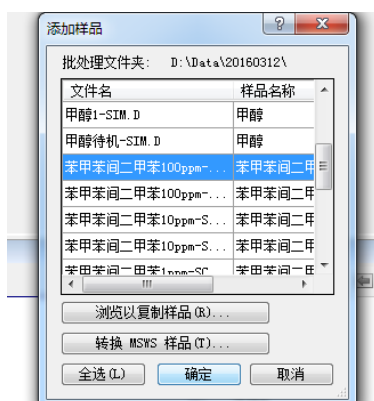
在定量分析软件界面，点击“文件”选“新建批处理”



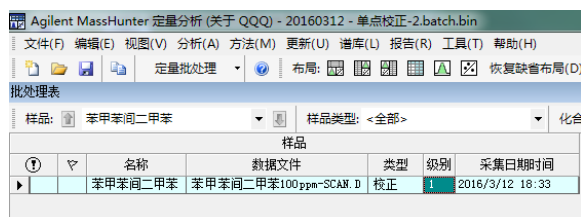
在弹出的新窗口填入文件名后点击打开



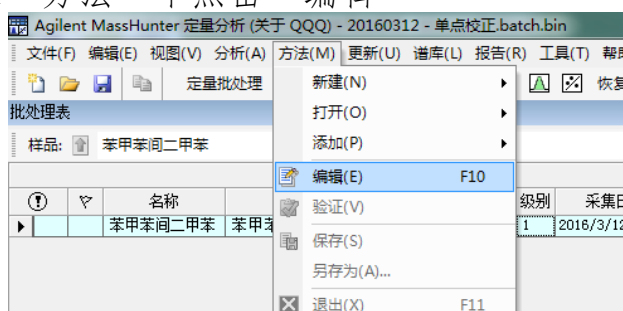
在弹出的新对话框中选择要处理的样品，点击确定



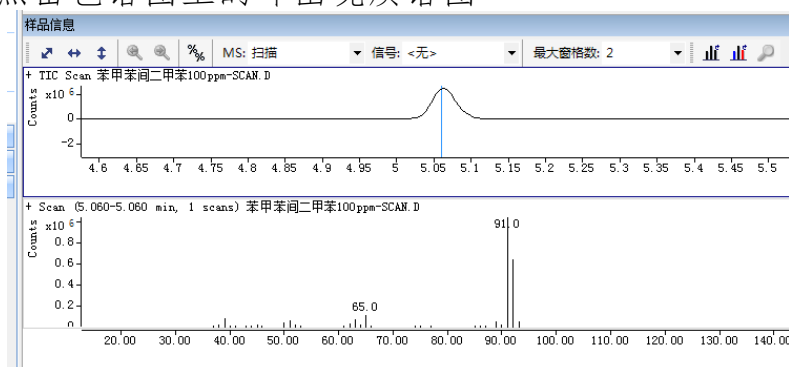
弹出的新界面，填上相应的级别



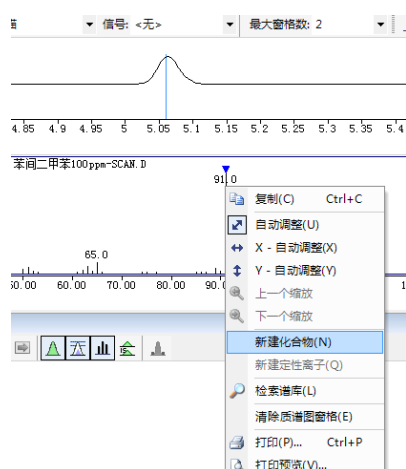
在“方法”中点击“编辑”



点击色谱图上的峰出现质谱图



鼠标左键点击质谱图上的最高峰选定之后鼠标右击选择“新建化合物”



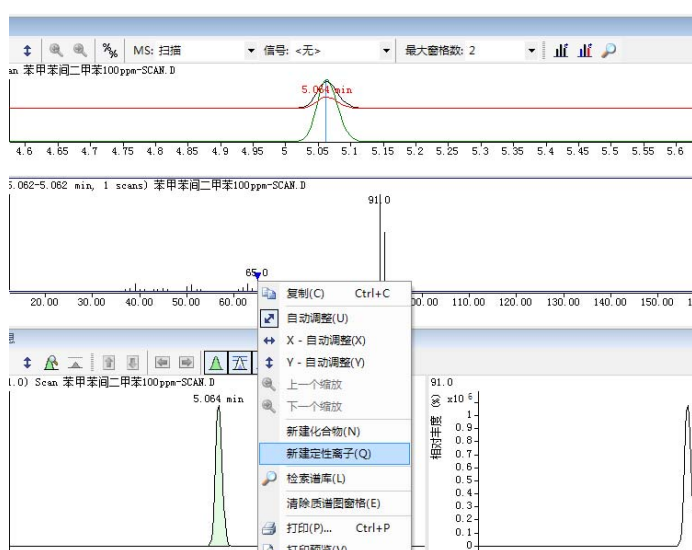
将化合物的名称，稀释高浓度键入，由于只有一个样所以稀释方式随便点击一个即可，但“级别数”一定要写成1，接着创建级别

5法表

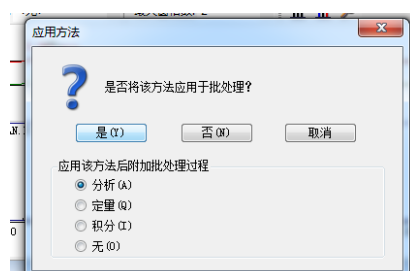
级别名称前缀:	级别数: 1	创建级别(C)	时间段: <全部>	化合物: 甲苯	重置视图(R)					
样品										
名称	数据文件	类型	级别	采集方法文件	采集日期时间					
苯甲苯间二甲苯	苯甲苯间二甲苯1...	校正	1	水中挥发性有机...	2016/3/12 1...					
定量离子										
名称	TS	离子对	扫描	类型	RT	左侧 RT 变化量	右侧 RT 变化量	RT 变化量单位	稀释高浓度	稀释方式
甲苯	1	91.0	MS2 扫描	目标化合物	5.060	1.000	1.000 min		100.0000	1:2



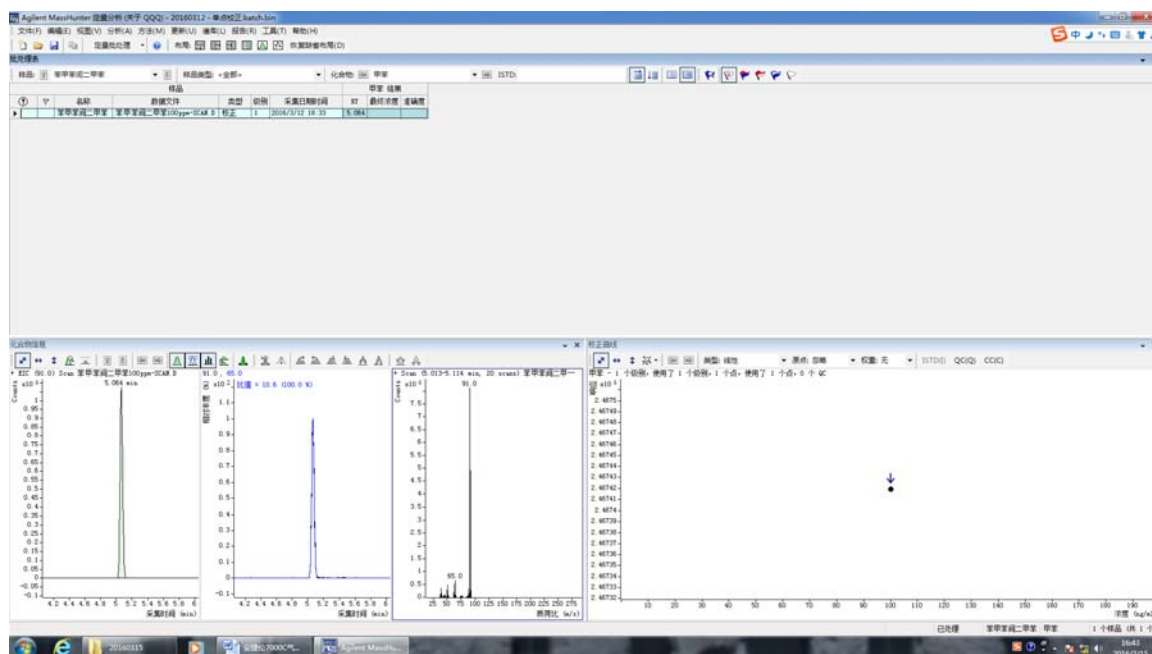
然后双击色谱图在出现的质谱图上鼠标左键选定另外的峰，接着鼠标右击
点击“新建定性离子”



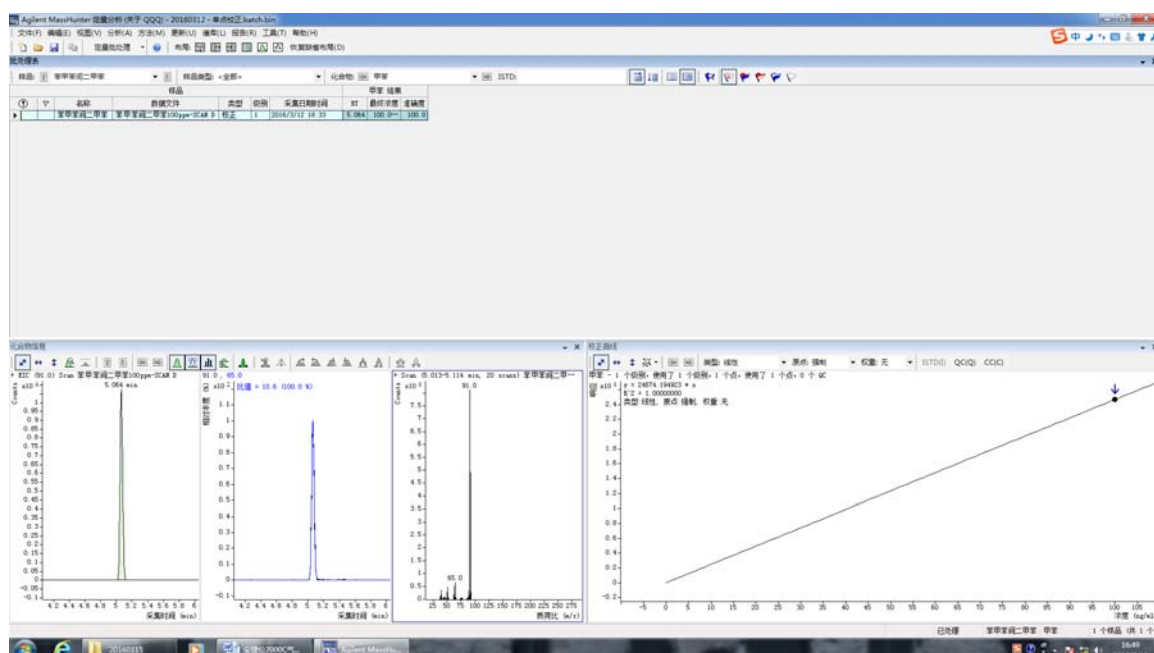
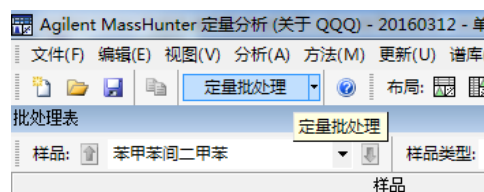
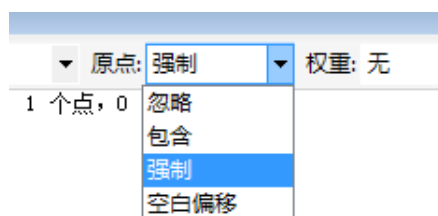
接着点击“验证”没有错误，点确定后，点击“退出”



在弹出的窗口中点击“分析”接着点“是”出现下面的界面，不显示浓度因为没有选择“强制过原点”



在直线图上方的“原点”位置选择“强制”，接着点左上角位置的“定量批处理”



定量分析报告：

按色谱图解卷积查找化合物

此查找化合物算法可以在 GC/MS 数据中识别化合物，并为每个化合物创建已清理的 MS 质谱图。此功能是用于从复杂数据中“挖掘”信息的一种简便方式。只能对“全扫描”、“产物离子”扫描或“中性丢失”扫描模式下采集的 GC/MS 样品数据使用“按色谱图解卷积查找化合物”算法。

GC-7890B 的技术参数

1. 柱箱

操作温度：室温以上 4°C -450°C;

温度分辨：1°C 温度设定，0.1°C 程序设定;

降温速率：从 450°C 降至 50°C<250 秒;

温度稳定性：<0.01°C /1°C 环境变化;

升温速率：升温速度 0.1-110°C/min。

温度程序控制

程序控制台阶：总共为 5 阶(加热和冷却);

温度设置：1°C;

程升范围：-250~250°C/min, 0.1°C/min 精度;

程控时间：655min。

2. 载气流量控制单元(高精度的电子流量控制 EPC)

毛细柱分流/不分流进样口;

最高使用温度：大于 380°C;

电子参数设定压力，流速和分流比;

压力设定范围：0-150psi; 压力设定精度：0.001psi;

流量范围：0-1200mL/min;

适用于所有毛细管柱（内径从 50 μ m 到 530 μ m);

具有载气节省模式;

进样口都标配扳转式顶部密封系统，有利于快速、简便地更换进样口衬管。

组分保留时间重现性<0.008% 或<0.0008 min ; 峰面积重现性
<1%RSD。

3. 进样系统

16 位液体自动进样器;

液体进样量范围: 介于 0.1-50 μL 之间;

样品瓶位数: 不少于 16 位;

进样量线性: $\geq 99\%$;

面积重现性: 小于 0.3% RSD。

4. 本机配备 TEKMAR 全自动吹扫捕集器。

7000C 三重四极杆质谱仪的技术参数

质量分析器: 石英镀金串联双曲面四极杆可温控更优; 可温控, 最高可达 180°C 。线性加速高压碰撞, 氦气淬灭消除中性噪音的六极杆碰撞池装置, 碰撞池能量范围: 0-50eV 连续可调;

质量数范围: 10-1000 m/z;

质量轴稳定性: $\pm 0.10\text{u}/24$ 小时;

分辨率: 单位质量分辨;

扫描速率: 最大到 6000u/sec;

灵敏度: EI MRM 模式: 1 μl 浓度为 100fg/ μl 八氟奈, 信/噪比 $\geq$ 6500:1(m/z 272-222); (测试的柱子规格为 30mx0.25mmx0.25 μm);

MRM 扫描速率: 700 个 MRM/秒;

最小离子驻留时间: 小于 0.8ms;

高效电子轰击源, 同时安装两根灯丝, 灯丝电流范围 0-280mA;

离子化能量：10-280eV 连续可调；

离子源温度：独立控温，最高温度可到 350°C；

检测器：三重离轴电子倍增器检测器，后加速电压长寿命检测器；

动态范围： $>10^6$ 。

真空系统：

主泵：NEXT 200200D 爱德华 7000C 涡轮分子泵(特制，排气量未知。

工作站无法显示运转状态、使用时间等信息)

辅助泵：50L/min 旋转油泵。

工作站：Mass Hunter 工作站 (Ver. B07.00), 包括采集定性、定量 3 个软件。

谱库 NIST 2014(美国标准局)(75000 种化合物)；

电脑系统：HP 原装 Z230 工作站；

CPU：Intel E3-1225 v3；

内存：8G；

硬盘：500G；

操作系统：Windows 7 64 位专业版；

显示器：三星 27 英寸曲面；

光驱：HP SH-216FB DVD/CD-ROM；

鼠标：IBM 兼容；

键盘：HP 增强型键盘；

打印机：HP-P3015 激光打印机；

电源：220V，50Hz；

温度：操作环境 20°C-35°C；

相对湿度： 操作状态 25-50%，非操作状态 20-80%。

吹扫捕集的各项参数：

PT - Stratum/AQUATEk 100 (Release Build)

New Open Save Leak Check Bake Help

File View Mode Tools Method Window Help

1217-1* 5ml_151217

Version 1 Delete after the next archive

Purge

Variable Name	Value
Valve Oven Temp	150°C
Transfer Line Temp	150°C
Sample Mount Temp	90°C
Purge Ready Temp	35°C
Condenser Ready Temp	40°C
Condenser Purge Temp	20°C
Standby Flow	20 mL/min
Spurge Vessel Heater	Off
Pre-Purge Time	0.50 min
Pre-Purge Flow	40 mL/min
Preheat Time	1.00 min
Sample Temp	40°C
Purge Time	11.00 min
Purge Temp	20°C
Purge Flow	40 mL/min
Dry Purge Time	1.00 min
Dry Purge Temp	20°C
Dry Purge Flow	100 mL/min

Condenser Ready Temp

Temperature set point for the condensate trap that must be reached before stepping to purge mode. Set approximately 10-20 degrees higher than ambient to decrease cycle time.

Minimum: 20°C
Maximum: 250°C
Recommended: 40°C

PT - Stratum/AQUATEk 100 (Release Build)

New Open Save Leak Check Bake Help

File View Mode Tools Method Window Help

1217-1* 5ml_151217

Version 1 Delete after the next archive

Purge

Desorb

Variable Name	Value
GC Start	Start of Desorb
Desorb Preheat Temp	245°C
Desorb Time	2.00 min
Desorb Temp	250°C
Drain Flow	300 mL/min

Desorb Preheat Temp

The temperature of the analytical trap in desorb preheat. Setting will be trap dependent; use temperature slightly below (5-10 degrees) the recommended desorb temperature for the sorbent trap. This allows the analytes to release from the sorbent and move to the GC.

Minimum: 20°C
Maximum: 350°C
Recommended: 245°C

PT - Stratum/AQUATEk 100 (Release Build)

New Open Save Leak Check Bake Help

File View Mode Tools Method Window Help

1217-1* 5ml_151217

Version 1 Delete after the next archive

Purge

Desorb

Bake

Variable Name	Value
Bake Time	2.00 min
Bake Temp	270°C
Condenser Bake Temp	200°C
Bake Flow	200 mL/min

Bake Flow

Amount of gas flow through the traps during bake.

Minimum: 0 mL/min
Maximum: 500 mL/min
Recommended: 200 mL/min

PT - Stratum/AQUATek 100 (Release Build)

New Open Save Leak Check Bake Help

File View Mode Tools Method Window Help

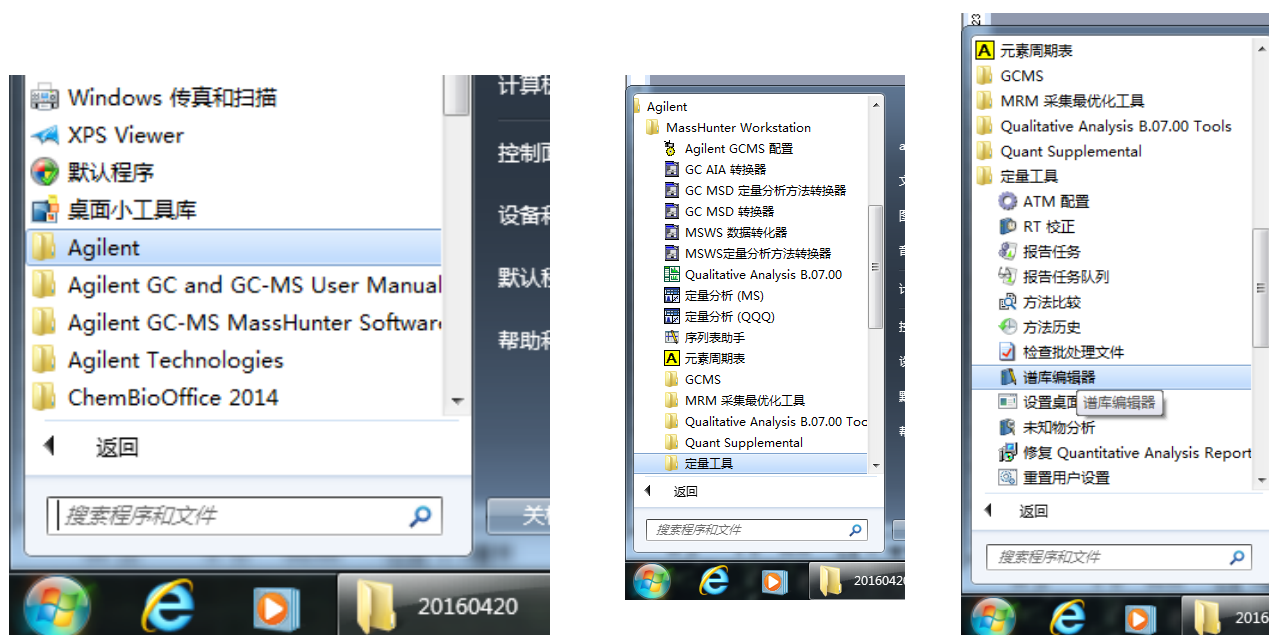
1217-1* **Sml_151217**

Version 1 ☐ Delete after the next archive

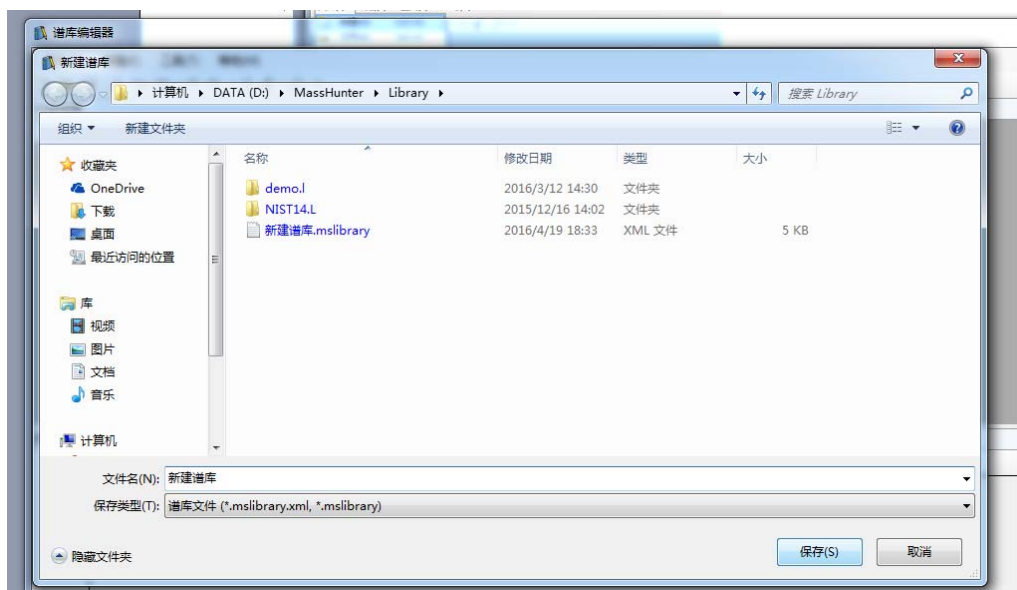
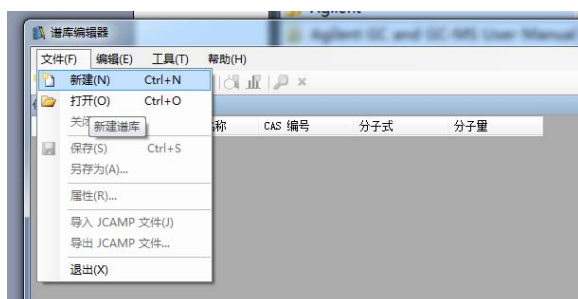
	Variable Name	Value
 Purge  Desorb  Bake	Pressurize Time	0.35 min
	Sample Transfer Time	0.35 min
	Rinse Loop Time	0.30 min
	Sweep Needle Time	0.30 min
	Bake Rinse	On
 AQUATek 100	Bake Rinse Cycles	1
	Bake Rinse Drain Time	0.35 min
	Presweep Time	0.25 min
 Comments	Water Temp	90°C
 History		

Click on a variable for more information.

如果谱库中不含要测的化合物，可以手动在新建的谱库中加入新的谱图。



点击谱库编辑器之后，进入界面



如果想要添加新的一列，在空白灰处鼠标右击点击列，添加即可。

