

# GCMS 仪器控制软件现场培训教材

(for GC8890-5977B)



安捷伦科技（中国）有限公司



电话：8008203278(座机) 4008203278(手机)

传真：8008201182

网站：[www.lasca-china.com.cn](http://www.lasca-china.com.cn)

微信：安捷伦售后服务(A8008203278)



微信扫一扫，享受更便捷贴心的服务！

REV. 1.0

# 目 录

一、 培训目的 .....	2
二、 597X 的原理 .....	2
三、 硬件介绍 .....	4
四、 软件安装与基本操作.....	6
五、 创建方法 .....	12
六、 运行样品 .....	22
七、 附录，备注，常见问题及其他.....	26

## \*\*\*\*注意：

本教材仅适用于安捷伦工程师现场给用户讲解参考之用，内容为硬件和软件现场培训的一般要求，请根据用户的仪器配置及现场用户的需求，进行相应培训内容的增减。

安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任，我们适时推出新版本的培训教材，恕不另行通知。

## 一、培训目的

- 1、初步了解 Agilent 8890 气相色谱仪结构和 5977B 质谱仪的操作及单四级杆工作原理。
- 2、正确地执行仪器的开机、关机；初步掌握仪器方法编辑、样品序列编辑及数据采集。

## 二、单四级杆质量选择检测器的原理

我们可使用概念模型来说明单四级杆 MSD 的原理，请参看图 1，

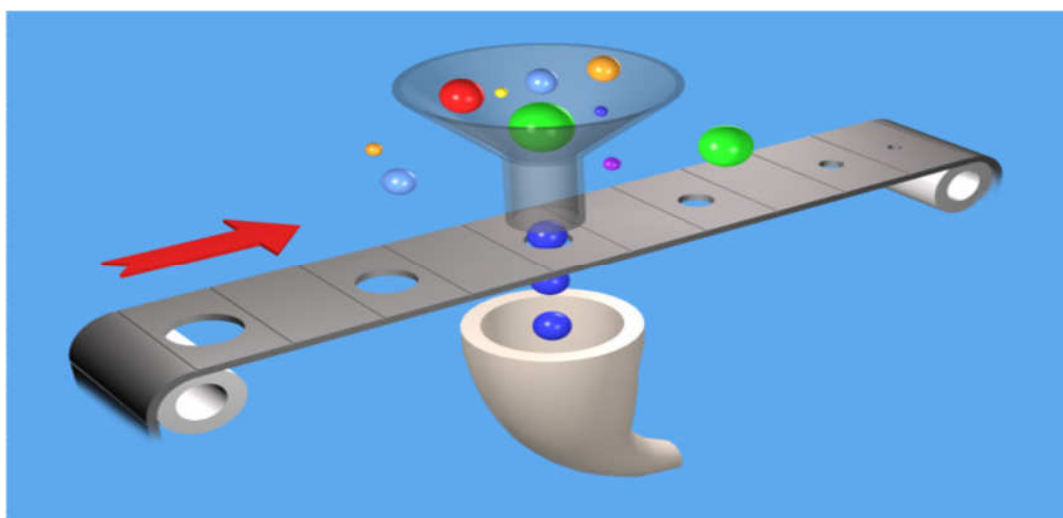


图 1. 单四级杆 MSD 的概念模型

在该模型中：

- 样品在外部电离源中离子化后，生成的所有离子收集在漏斗中。不同颜色和大小球代表具有不同  $m/z$  值的离子。
- 四级杆质量分析器用移动带表示，通过移动带上不同大小的孔过滤离子。离子从漏斗经过过滤器到达检测器。
- 检测器用过滤带下方的收集漏斗表示。

当带（分析器）移动或四级杆设置变化时，通过四级杆来过滤具有不同  $m/z$  值的离子。

当带移动，对  $m/z$  值不同的离子由大至小进行采集时，就产生全扫描图谱。对于全扫描模式，扫描范围（例如： $m/z = 50 - 550$ ）由用户选择。

如果此带不移动，那么检测器将在整个扫描周期中持续监测指定的  $m/z$  值。这种分析类型就称为选择离子监测（SIM）。用户可设置 SIM 采集中特定  $m/z$  值及其驻留时间。此模式为单四极杆质谱仪最灵敏的工作方式。

## 1、SIM 采集模式

要获得定量测量的最佳灵敏度，就要让单四极杆以 SIM 采集模式工作（图2），在 SIM 模式中，四极杆将采集几乎所有时间的特定离子的数据，这将实现工作循环内接近 100 % 的采集。

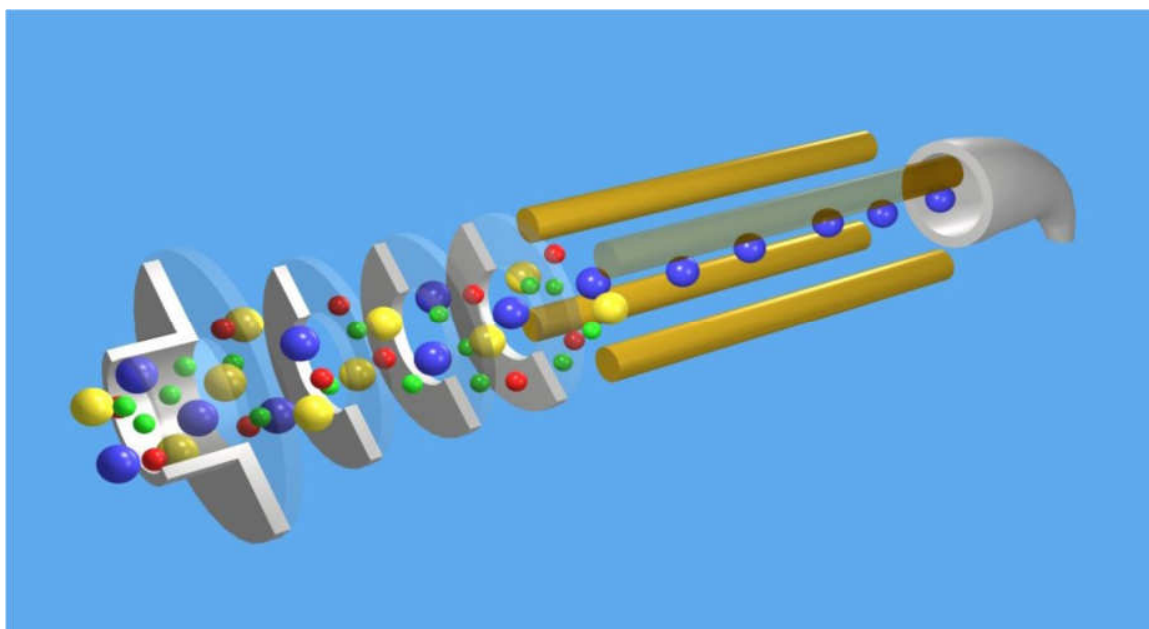


图 2. SIM 采集模式中的四极杆

在此示例中：

- 1) 在电子轰击电离源中形成所有离子（正极性和中性）。
- 2) Agilent 电子轰击离子源包括一系列透镜以及可将离子流引导到分析器中的排斥极组件。
- 3) 离子光学组件将离子引导到四极杆质量分析器。
- 4) 在分析器中，只允许以蓝色球表示的特定  $m/z$  值的离子通过而到达检测器。
- 5) 检测器完成分析。

此系统具有若干优点：

- 提供最佳的定量灵敏度
- 增加选择性
- 改善色谱特性

## 2、全扫描采集模式

在此模式中，四极杆充当随时间变化的质量过滤器，通过逐步调整直流和射频电压而执行扫描，这就提供了质谱中对应  $m/z$  范围的过滤。请参考图3。

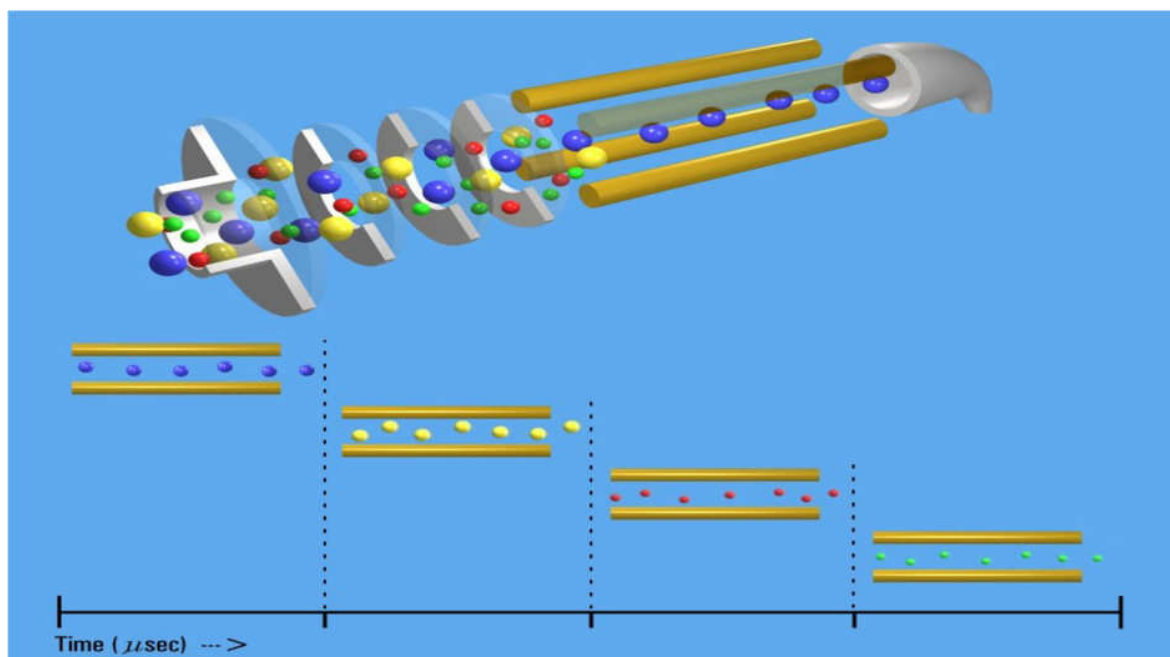
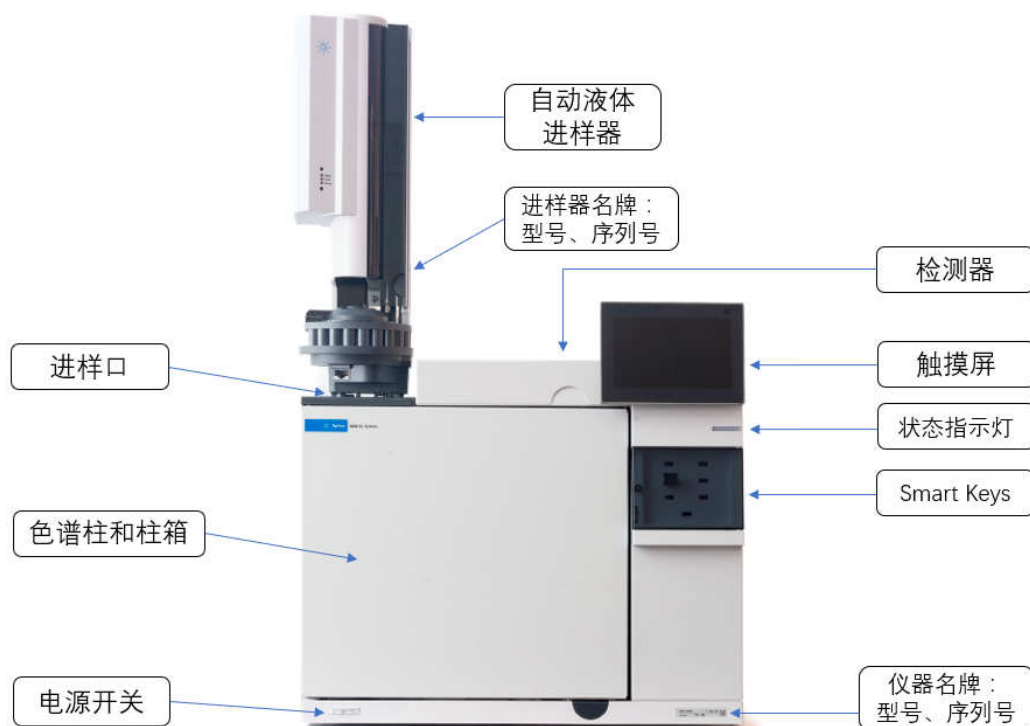


图 3. 扫描采集模式中的四极杆

因为每个  $m/z$  的检测循环远远小于 100%，所以扫描采集模式灵敏度较SIM模式低。四极杆质量分析器按顺序扫描，将选定质量范围内的每个  $m/z$  值传递到检测器。由于全扫描图谱中显示的是离子源中形成的所有离子，因此其可以提供有用的碎片离子信息对化合物进行定性。这些离子碎片是后期开发高灵敏度SIM采集方法所必需的。

## 三、 硬件介绍

### 1. 了解 8890 GC 结构

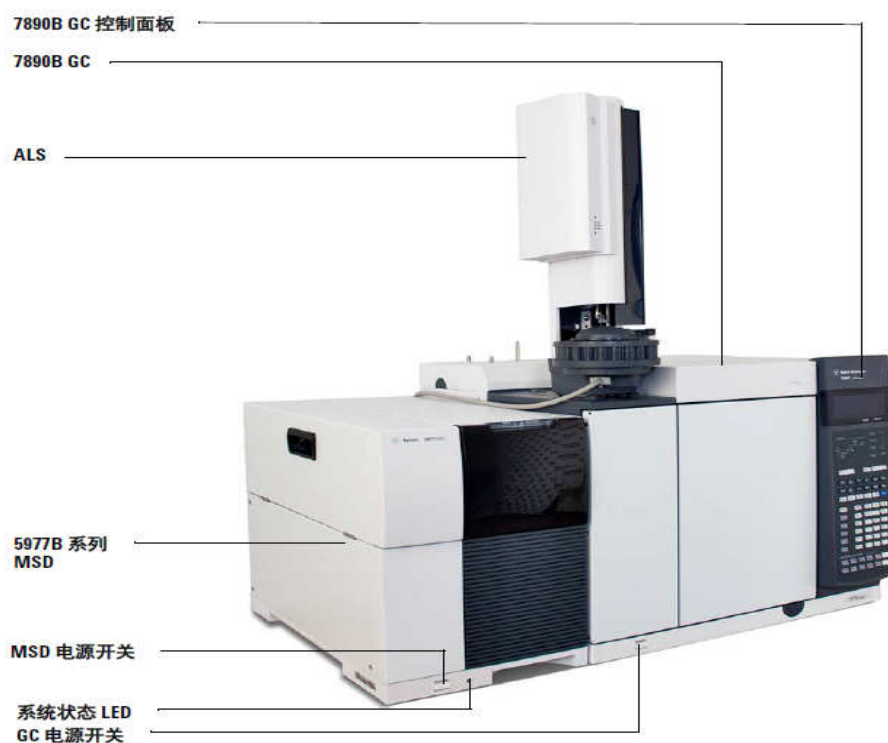


正面视图



背面视图

## 2. 了解 5777MS 结构



## 四、 软件安装与基本操作

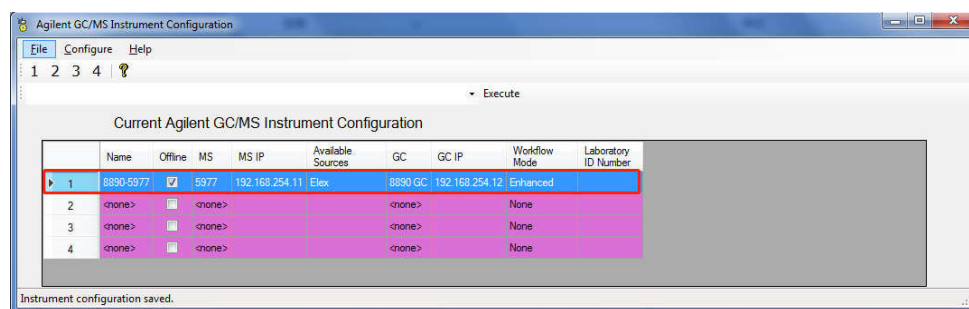
### 1、 软件安装步骤

软件光盘安装顺序如下：

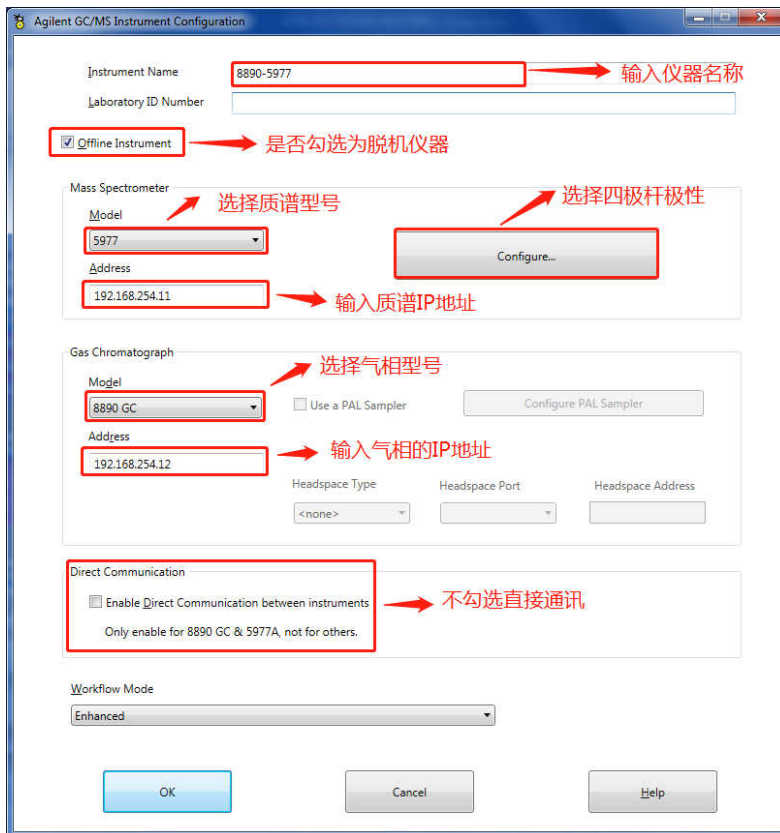
1) 安装MassHunter GC/MS Acquisition Software, 安装完成后, 桌面产生Agilent



GCMS 配置图标, 双击 图标进入仪器配置界面如下, 双击所要配置的仪器1:



根据下图的提示进行对应的设置：



The image shows the 'Agilent GC/MS Instrument Configuration' dialog box with several fields and checkboxes. Red boxes and arrows highlight specific settings with Chinese labels:

- Instrument Name:** 8890-5977 (Label: 输入仪器名称)
- Laboratory ID Number:** (empty)
- Offline Instrument:** ☒ (Label: 是否勾选为脱机仪器)
- Mass Spectrometer:**
  - Model:** 5977 (Label: 选择质谱型号)
  - Address:** 192.168.254.11 (Label: 输入质谱IP地址)
  - Configure...** button (Label: 选择四极杆极性)
- Gas Chromatograph:**
  - Model:** 8890 GC (Label: 选择气相型号)
  - Address:** 192.168.254.12 (Label: 输入气相的IP地址)
  - Use a PAL Sampler:** ☐ (Label: 勾选使用进样器)
  - Configure PAL Sampler:** button
  - Headspace Type:** <none>
  - Headspace Port:** (empty)
  - Headspace Address:** (empty)
- Direct Communication:**
  - Enable Direct Communication between instruments:** ☐ (Label: 不勾选直接通讯)
  - Only enable for 8890 GC & 5977A, not for others.
- Workflow Mode:** Enhanced
- Buttons:** OK, Cancel, Help

2) 安装MH Qualitative Analysis B.10.00 出现定性分析图标。

3) 安装 MH Quantitative Analysis B.10.00 出现定量分析图标。

## 2、开机步骤

1) 打开氦气钢瓶，输出压力设置到0.5Mpa。

2) 打开气相色谱电源，用手推住质谱侧板上凸起的方块（如果没按住，侧板缝隙太大，真空泵无法把侧板吸住），打开质谱电源，直至侧板被吸住。

注：对于早期 5977A 型号的真空泵软启动是开启状态的，所以需要较多的时间启动，转速会分阶段上升，转速升到 100%大约需要 20 分钟。

## 3、调谐

调谐 MSD 包括优化一些仪器参数，如透镜电压和灯丝电流等，这使 MSD 能够获得最佳质谱灵敏度和良好的分离度。调谐仪器的方式会影响所有数据采集，调谐一个参数通常



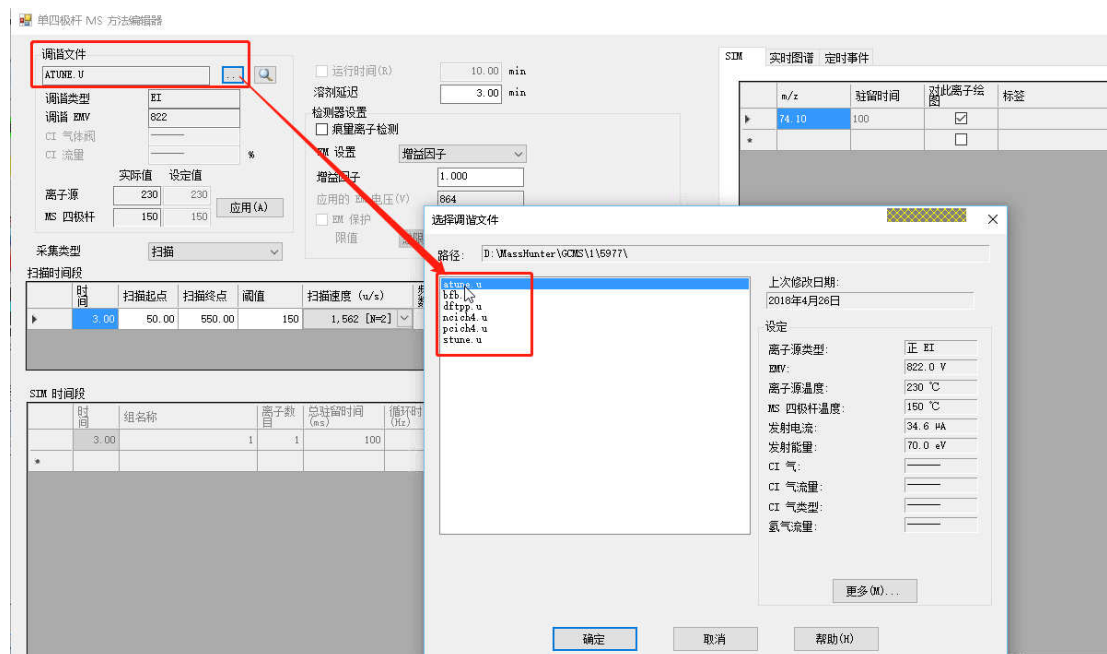
会影响其他参数的最佳值，某些参数是纯电子的，只会影响电子设备处理信号的方式。其他参数会影响MSD离子源电压、灯丝电流或质量过滤器和检测器中的部件。

在调谐期间将优化确定指定质荷比(m/z) 的化合物何时到达检测器的参数，以给出后续化合物的最精确的 m/z 读数。

用于调谐 MSD 的标准调谐化合物，位于直接连接到分析器腔体的样品瓶中。在执行调谐时，该调谐化合物将引入真空歧管。在 EI 模式中，使用全氟三丁胺(PFTBA) 进行调谐，因为它可在较宽的质量范围内裂解、易挥发，是相对稳定的化合物，调谐化合物的稳定性对于重现调谐很重要。另外，此化合物只有 C-13 和 N-15 同位素，在自动调谐过程中，使用化合物碎片 69、219 和 502 进行校正。通常，PFTBA 可持续使用几年后才需要更换。

简而言之，调谐(Tune)就是用质谱自带的标准物质，对质量轴和响应值进行校正，是质谱检测器工作参数的依据，可以根据不同要求选择调谐文件，并且可以通过调谐报告分析出质谱检测器是正常工作。

## 1) 调谐文件简介



Atune.u 是基本的调谐文件，兼顾质量轴准确和响应，使用Inert 或不锈钢离子源。

Etune.u 适用于带拉出透镜的Extraction离子源，是5977特有的模式。

Stune.u 标准调谐偏重于质量轴的准确和分辨率，响应相对较低。

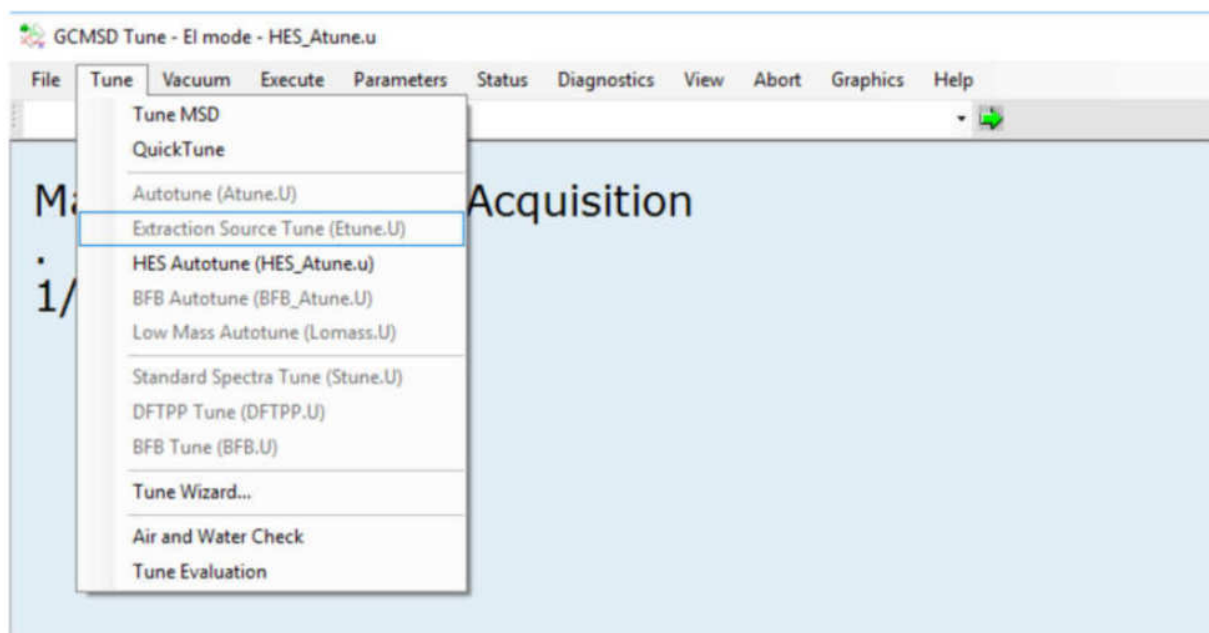
BFB.u 符合EPA方法524的标准物质调谐。

PTDTD.u 符合EPA方法525的标准物质调谐。

Pcich4.u /ncich4.u 正CI/负CI调谐文件（甲烷气）。

2) 进行调谐（以Extraction离子源为例）

在Instrument Control/仪器控制界面下，单击View/视图菜单，选择Tune and Vacuum Control/调谐及真空控制进入调谐与真空控制界面，单击Tune/调谐菜单,选择Extraction source tune(Etune.u)进行调谐：



调谐完成后会生成调谐报告，指定打印机会自动打印，报告内容如下：

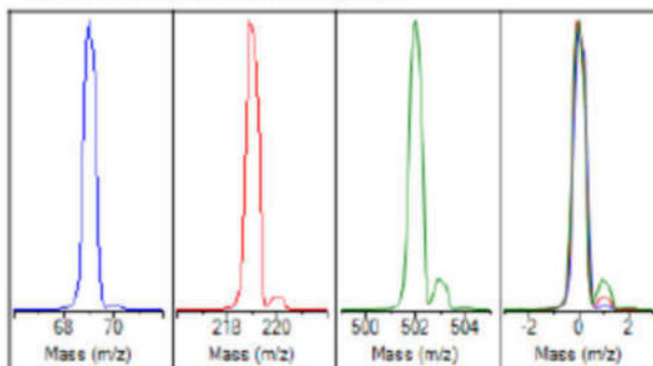
## Extraction Source Autotune - 5977

Tune timestamp: 4/23/2019 1:44 PM (UTC+08:00)

GCMS9000

D:\MASSHUNTER\GCMS\2\5977\etune.u

US1545D002

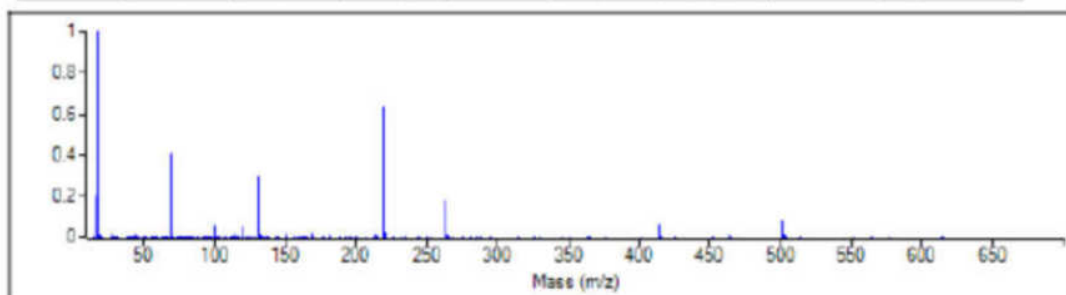


Ion Polarity	Pos	PFTBA	Open
Emission	34.6	Mass Gain	360
Electron Energy	70.0	Mass Offset	-25
Filament	1	Amu Gain	2894
Repeller	2.89	Amu Offset	134.44
Ion Focus	89.8	Width219	-0.039
Entrance Lens	20.2	DC Polarity	Pos
Ent Lens Offset	10.12	HED Enable	On
Ion Body	8.00	EM Volts	1626.3
Post Extractor 1	0	Extractor Lens	1.50
Post Extractor 2	0	Scan Speed	3
JetClean Flow Actual/[Setpoint]	0.00 [0.00]	Averages	3

Actual m/z	Abund	Rel Abund	Pw50
69.00	309,045	100.0%	0.59
218.90	478,242	154.7%	0.60
502.00	58,911	19.1%	0.60

Temperatures and Pressures			
MS Source	230	Turbo Speed	100.0
MS Quad	150	Hi Vac	1.81e-05

Low	High	Step	Speed	Threshold	Peaks	Base	Abundance	Total Ion
10.00	701.00	0.10	3	100	159	18.10	704,704	2,293,796



Target m/z	Actual m/z	Abund	Rel Abund	Iso m/z	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	69.00	292,608	100.0%	70.00	3,501	1.2%
219.00	219.00	453,120	154.9%	220.00	20,560	4.5%
502.00	502.00	57,768	19.7%	503.00	5,770	10.0%

Air/Water Check: H2O ~240.8% N2 ~4.3% O2 ~1.1% CO2 ~1.4% N2/H2O ~1.8%

Column(1) Flow: 1.30 Column(2): 0.00 ml/min Interface Temp: 250

### Ramp Criteria:

Ion Focus maximum 90 volts using ion 502; Electron Multiplier Gain 29418.152

Repeller maximum 35 volts using ion 219; Gain Factor 0.2942

Mass Gain Values(Scan Speed): 366(3) 373(2) 381(1) 398(0) 450(FS1) 449(FS2) 427(FS3)

TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	1050
Amu Offset	134.4	134.4	134.4	134.4	134.4	134.4	134.4
Entrance Lens Offset	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1

### 3) 调谐评价


可以通过调谐评价分析调谐结果是否符合要求。

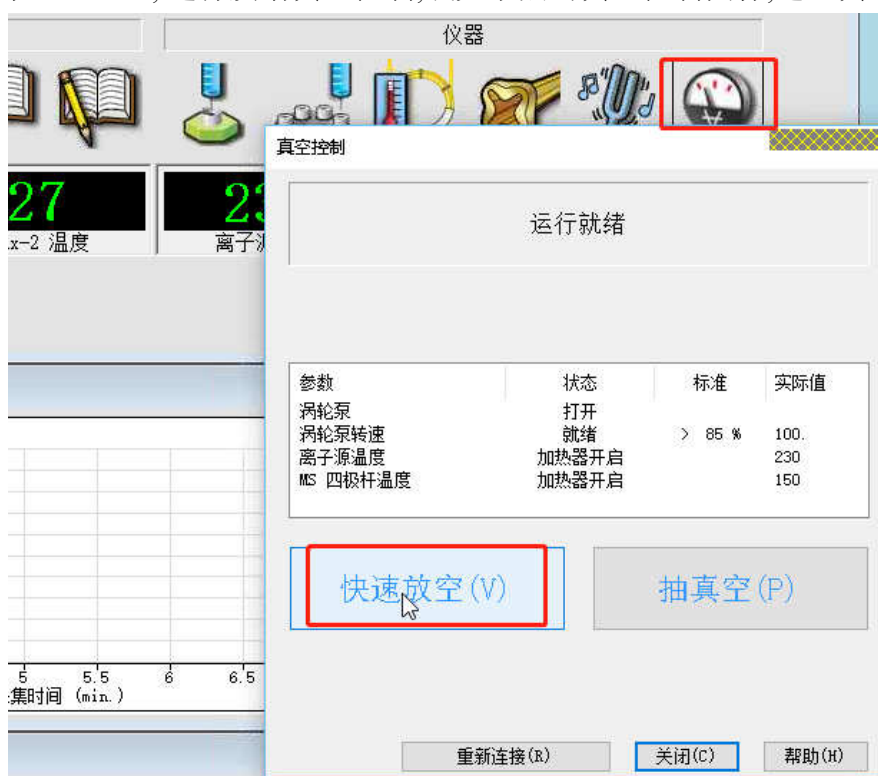
单击Tune/调谐菜单,选择Tune Evaluation进行调谐评价。

调谐评价报告如下:

System Verification - Tune (Detector Optimization) Portion		
Instrument Name	: GCM55977	
DC Polarity	: Negative	
Filament	1	
BasePeak should be 69 or 219		OK
Position of mass 69	69.00	OK
Position of mass 219	219.00	OK
Position of mass 502	502.00	OK
Position of isotope mass 70	70.00	OK
Position of isotope mass 220	220.00	OK
Position of isotope mass 503	503.00	OK
Ratio of mass 70 to mass 69(0.5 - 1.6%)	1.11	OK
Ratio of mass 220 to mass 219(3.2 - 5.4%)	4.36	OK
Ratio of mass 503 to mass 502(7.9 - 12.3%)	10.03	OK
Ratio of 219 to 69 should be > 40% and is	106.18	OK
Ratio of 502 to 69 should be > 2.4% and is	0.58	OK
Mass 69 Precursor (<= 3%)	0.09	OK
Mass 219 Precursor (<= 6%)	0.24	OK
Mass 502 Precursor (<= 12%)	0.73	OK
597x Air and Water Check		
Tue May 14 15:06:39 2013	Instrument: GCM55977	
D:\MASSHUNTER\GCM5\1\5977\atune.u	US1250M003	
Testing for a leak in the system		
Ratio of 18 to 69 (<20%)	0.21	OK
Ratio of 28 to 69 (<10%)	0.52	OK
Electron Multiplier Voltage	1147	OK

#### 4、真空控制和关机

点击仪器菜单, 选择质谱真空控制,或如下点击真空控制图标,进入真空控制界面:



快速放空：放真空，慢慢降低份子涡轮泵转速，并降低离子源的温度，以便更换色谱柱或者拆装离子源。

抽真空:如果没有关机, 点击就可以再次开始抽真空。

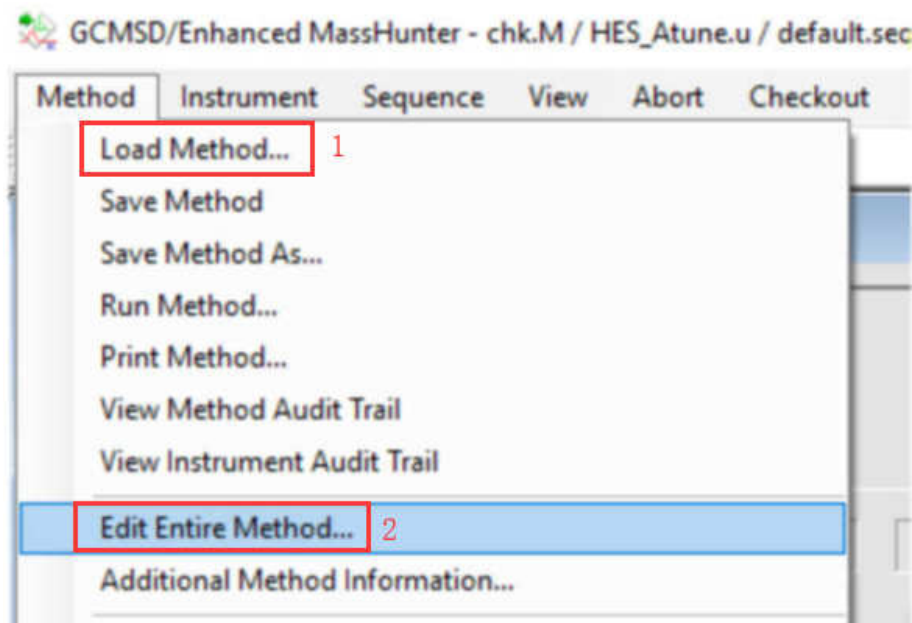
关机: 开始放空后, 系统自动调用vent method将气相加热模块降温, 待温度降到100度以下就可以关闭气相和质谱电源, 最后关闭气源。

注: 如果使用氢气作为载气, 请参阅《氢气安全手册》。

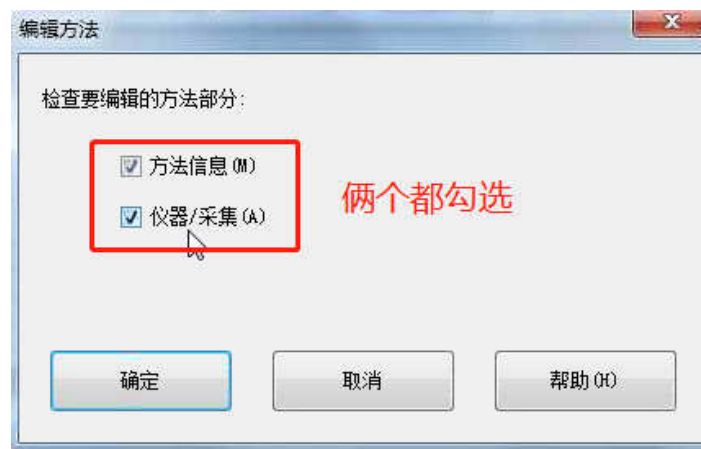
## 五、创建方法

### 编辑仪器方法

- 1) 在方法/Method下拉菜单中调用default.m方法。
- 2) 在方法/Method下拉菜单中点击编辑完整方法/Edit Entire Method



- 3) 编辑方法信息



方法信息

方法注释(C):  
This is the default method

☐ 保存带有数据的方法副本(S)

要试行的方法部分

☐ 预运行宏/命令(E)

仪器控制:  浏览...

数据分析:  浏览...

☒ 数据采集(A)

☐ 数据分析(Y)

☐ 后运行宏/命令(T)

仪器控制:  浏览...

数据分析:  浏览...

确定 取消 帮助(H)

#### 4) 选择进样方式

进样口和进样参数

进样口(I): GC

进样方式(S):  
GC 自动进样器  
GC 自动进样器  
手动  
阀/立即启动  
外部设备

进样口位置  
☒ 前 ☐ 后 ☐ 双

MS 已连接到:  
☒ 前 ☐ 后

确定 取消 帮助(H)

#### 5) 设置 GC 色谱柱及载气类型。

8890 GC 链接  
帮助和信息  
就绪状态

ALS  
前进样器  
样品盘 / 其他

色谱柱  
柱箱  
检测器  
辅助加热器  
事件  
信号  
GC 性能  
FID - 前  
检测器评估  
配置  
其他  
色谱柱  
模块  
ALS

色谱柱

色谱柱	校准结果	进口	出口	加热器
1 Agilent 19091S-431UL: <未列出库存> HP-5ms Ultra Inert -60 °C→325 °C (350 °C): 15 m x 250 µm x 0.25 µm	未校准	前进样口	检测池辅助	柱箱
2 Agilent 19091S-431UL: <未列出库存> HP-5ms Ultra Inert -60 °C→325 °C (350 °C): 15 m x 250 µm x 0.25 µm	未校准	检测池辅助	MSD	柱箱
3 Agilent 19091S-431UL: <未列出库存> DB-1ms -60 °C→340 °C (360 °C): 30 m x 320 µm x 0.25 µm	未校准	前进样口	检测池辅助	柱箱
4 未安装色谱柱	未校准	未指定	其他	柱箱
5 未安装色谱柱	未校准	未指定	其他	柱箱
6 未安装色谱柱	未校准	未指定	其他	柱箱

在目录中选择实际配置的色谱柱

按实际情况配置柱子的进出口

点击色谱柱

8890 GC 链接  
帮助和信息  
就绪状态

ALS  
前进样器  
样品盘 / 其他

色谱柱  
柱箱  
检测器  
辅助加热器  
事件  
信号  
GC 性能  
FID - 前  
检测器评估  
配置  
其他  
色谱柱  
模块  
ALS

前进样口  
SS 进样口 IN2

后进样口  
SS 进样口 IN2

前检测器  
ECD  
扇吹气 IN2

后检测器  
FID  
扇吹气 IN2

使用 GC 面板键盘设置点火补偿值。

## 6) 设置GC 自动进样器参数



**3890 GC 链接**  
帮助和信息  
浏览器界面

- ALS
  - 前进样器** 点击前进样器
  - 样品盘 / 其他
- 进样口
  - SSL - 前
  - SSL - 后
- 色谱柱
- 柱箱
- 检测器
- 辅助加热器
- 事件
- 信号
- GC 性能
  - FID - 前
  - 检测器评估
- 配置
  - 其他
  - 色谱柱
  - 模块
  - ALS
- 反吹
  - 摘要
  - 后运行 - 前
  - 就绪状态
  - GC 计算器

**前进样器**

进样  
进样针规格: 10  $\mu\text{L}$

进样量: 1  $\mu\text{L}$  **进样量**

驻留时间  
进样前: 0 min  
进样后: 0 min

采样深度  
☐ 启用 0 mm

清洗和抽取

	进样前	进样后	体积 ( $\mu\text{L}$ )
溶剂 A 清洗:	0	0	最大值 (8)
溶剂 B 清洗:	0	0	最大值 (8)
样品清洗次数:	3		最大值 (8)
样品抽取次数:	6		

<<

**推针速度 (快速)**

☒ 快速 ☐ 慢速 ☐ 自定义

	抽取	排出
溶剂清洗	300 $\mu\text{L}/\text{min}$	3000 $\mu\text{L}/\text{min}$
样品清洗	300 $\mu\text{L}/\text{min}$	3000 $\mu\text{L}/\text{min}$
进样		6000 $\mu\text{L}/\text{min}$

粘度延迟: 0 秒

**洗针参数**

## 7) 进样口设定

**8890 GC 链接**  
帮助和信息  
浏览器界面

- ALS
  - 前进样器
  - 样品盘 / 其他
  - 进样口** 点击进样口
    - SSL - 前
    - SSL - 后
  - 色谱柱
  - 柱箱
  - 检测器
  - 辅助加热器
  - 事件
  - 信号
- GC 性能
  - FID - 前
  - 检测器评估
- 配置
  - 其他
  - 色谱柱
  - 模块
  - ALS
- 反吹
  - 摘要
  - 后运行 - 前
  - 就绪状态
  - GC 计算器

**分流-不分流进样口**

	实际值	设定值
<input checked="" type="checkbox"/> 加热:	250 $^{\circ}\text{C}$	250 $^{\circ}\text{C}$
进样口温度:	11.239 psi	11.904 psi
总流量:	24 mL/min	64 mL/min
<input checked="" type="checkbox"/> 隔垫吹扫流量:	3 mL/min	3 mL/min
隔垫吹扫流量模式:	标准	
<input type="checkbox"/> 预运行流量测试		
失败时的操作:	继续	

**进样模式 (脉冲不分流)**

脉冲不分流  
分流  
不分流  
脉冲分流  
脉冲不分流  
休眠

**选择进样模式**

进样脉冲压力: 25 psi 时间: 0.75 min

到分流出口的吹扫流量: 60 mL/min 吹扫时间: 1 min

**载气节省 (开启)**

☒ 开启 20 mL/min 开始等待时间: 3 min **载气节省**

## 8) 载气流量设置



8890 GC 链接  
[帮助和信息](#)  
[浏览器界面](#)  
  
前进样器  
样品盘 / 其他  
- 进样口  
SSL - 前  
SSL - 后  
**色谱柱**  
柱箱  
- 检测器  
ECD - 前  
FID - 后  
事件  
信号  
- GC 性能  
ECD - 前  
FID - 后

# 选择  
后 SS 进样口 N2 ---->  
已确定  
Agilent 19091J-413: T290866H  
HP-5  
-60 °C—325 °C (350 °C): 30 m x 320 μm x 0.25 μm  
----> 前检测器 ECD  
前 SS 进样口 N2

**色谱柱**  
控制模式  
☒ 开启  
  
实际值  
流量 4 mL/min  
压力 14.638 psi  
平均线速度 61.207 cm/sec  
保持时间 0.81691 min  
  
设定值  
4 mL/min  
18.253 psi  
61.207 cm/sec  
0.81691 min  
  
(初始值): 0 min  
N2 @ 100 °C 柱箱  
出样: 大气压  
30 m x 320 μm x 0.25 μm  
  
恒定流量  
  
后运行: 1 mL/min  
  
色谱柱 #1 配置  
  
更改色谱柱... 校准色谱柱...

## 9) 柱箱升温设定

实际值  
☒ 柱箱温度开启  
  
30 °C 40 °C  
  
平衡时间  
0.3 min  
  
最高柱箱温度  
325 °C  
  
☐ 覆盖色谱柱最大值: 350 °C

	速率 °C/min	值 °C	保持时间 min	运行时间 min
(初始值)		40	1	1
梯度 1	10	150	5	17
梯度 2	15	200	2	22.333
▶ 梯度 3	20	260	2	27.333
*				

后运行: 50 °C  
后运行时间: 0 min

## 10) 辅助加热器 (质谱传输管线) 温度设定

### 辅助加热器

辅助加热区 2 (MSD 传输线)  
  
实际值  
☒ 开启  
  
28.5 °C 250 °C

## 11) 色谱信号设定

如果有其它检测器 (如FID等), 该处需要勾选信号源、设定采集频率并勾选保存:

双通道	信号源	数据采集频率/最小峰宽	归零	保存
前	#1: 诊断: 测试谱图	50 Hz / 0.004 min	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
后	#2: 诊断: 测试谱图	50 Hz / 0.004 min	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
后	#3: 诊断: 测试谱图	50 Hz / 0.004 min	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
后	#4: 诊断: 测试谱图	50 Hz / 0.004 min	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

隐藏双进样信号分配

信号事件表 ( 选择上面的一个检测器信号以启用事件定义。 )

信号源	时间 (min)	信号事件
***		

删除事件

## 12) 忽略就绪信息

如果某些GC参数不想监视，在此处勾去即可：

8890 GC Links

[Help & Information](#)  
[Browser Interface](#)

- ALS
  - Front Injector
  - Tray / Other
- Inlets
- Columns
- Oven
- Aux Heaters
- Events
- Signals
- Performance
- Configuration
  - Miscellaneous
  - Columns
  - Modules
  - ALS
  - Readiness**
  - GC Calculators

GC Readiness

Only checked components will affect the GC readiness

- ☒ Oven
- ☒ Front Inlet (SS Inlet)

## 排除影响 GC 就绪状态的组件

仅选中的组件会影响 GC 的就绪状态

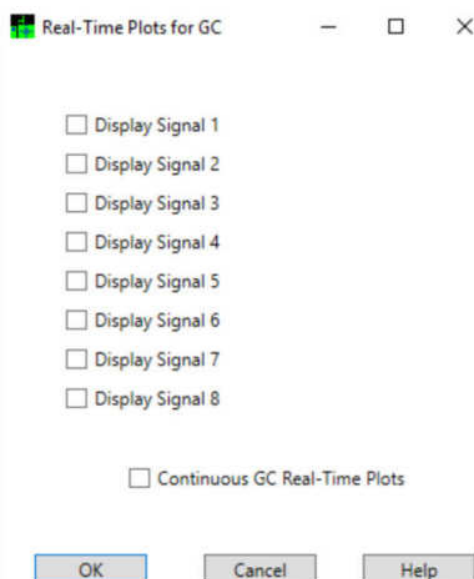
- ☒ 柱箱
- ☒ 前进样口 (SS 进样口)
- ☒ 后进样口 (SS 进样口)
- ☒ 辅助加热区 2 (MSD 传输线)

## 13) 计算器工具

如可以利用蒸汽体积计算器计算进样口参数是否合适：



14) 在线信号选择(没有气相检测器就不用选择)



15) 设置质谱采集参数

MassHunter 中有三种类型的 MSD 数据采集方法：全扫描（Scan）、选择离子监测 (SIM) 和 SIM/Scan。

## 全扫描采集类型

选择全扫描采集类型以扫描特定  $m/z$  范围内的所有离子，当样品的化合物组成为未知时，此类型的分析对定性特别有用。下图中的扫描时间段表中扫描起点和扫描终点指定了  $m/z$  范围，可在“扫描速度”下拉菜单中输入此时间段的扫描速度参数，扫描速度越高，响应会越高，但质谱的分辨率会越低。



由操作员控制的采集参数一般包括：

- **溶剂延迟** – 这是来自色谱柱的溶剂峰洗脱的预期时间。此设置指定点亮灯丝要等待的时间，在溶剂前端正在洗脱时如果点亮灯丝会导致灯丝寿命缩短，还会影响电子倍增器的使用寿命。
- **EMV 设置** – 指定电子倍增器的放大方式为增益因子、绝对电压还是相对于调谐电压的增量电压。
- **MS** 离子源温度和四级杆温度一般使用调谐文件中的设置参数。

由操作员控制的全扫描采集参数包括：

- **时间** – 这是时间段开始的时间。时间段开始时，其采集参数将变为活动状态，代替了上一组时间段采集参数，当下一个时间段开始时，或在数据采集运行时间结束时，在时间段中使用的参数将结束。需要注意的是第一行的时间是由溶剂延迟时间决定的。
- **扫描起点** – 这是要采集数据的最低  $m/z$ ，不会扫描低于此设置的质量范围。
- **扫描终点** – 这是要采集数据的最高  $m/z$ ，不会扫描高于此设置的质量范围。

- 阈值 - 丰度值低于该值的离子将不被采集。阈值越低，存储的质量峰就越多。
- 扫描速度 - 由循环时间和质量范围决定。可用的扫描速度的范围是从采样率为 0 的最大速度到随着采样率增加 1 而下降一半的速度。采样率越高，绘制的峰上的数据点就越多，灵敏度就越高。
- 频率 - 指定扫描次数/秒，是扫描速度的估计值。产生频率读数为 1 次扫描/秒的扫描速度是获得高质量数据的最小值。
- 循环时间 - 循环时间是以 0.1  $m/z$  典型步长扫描离子扫描范围所需的时间。它还包含重置四极杆以开始下次扫描的时间。对于采样率 0，扫描每个增量  $m/z$  值所需的时间为 40  $\mu s$ 。采样率 1 时，为 80  $\mu s$ ，采样率 2 时，为 160  $\mu s$ ，以此类推。质量范围乘以每  $m/z$  的步数以及每一步的采样时间将得到扫描时间。循环时间包含更改四极杆设置的重置时间到扫描时间。每循环一次，就会收集峰的一张质谱图。
- 步长 - 这是扫描之间的增量值，MSD 的典型值为 0.1  $m/z$ 。

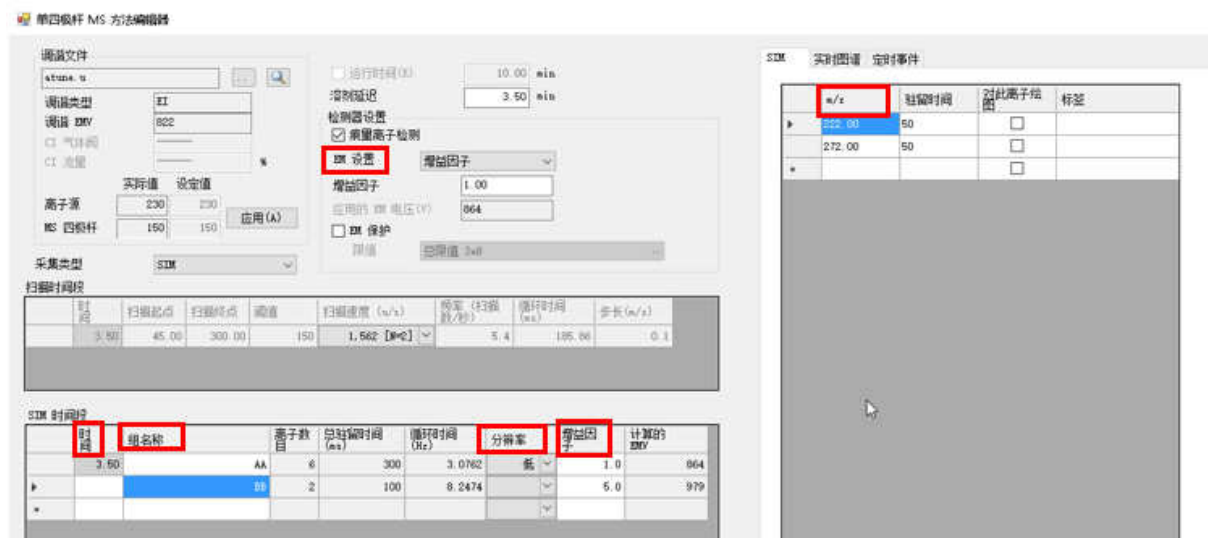
## SIM 采集类型

在 SIM 数据采集模式中，可将仪器设置为采集相关的具有一个或多个特定  $m/z$  的数据，而不像在扫描模式中那样，采集质量范围内的每个离子的数据。SIM 模式用于检测特定化合物，具有较高灵敏度，这是因为在 SIM 模式中，仪器设置为在指定的驻留时间段内，收集每个特定  $m/z$  离子的数据。MassHunter 驻留时间参数显示在下图中的“SIM”选项卡中，在“SIM”选项卡中，还可以输入一个或多个特定  $m/z$  离子以进行采集。SIM 模式每个离子的典型驻留时间是 100 msec，这比扫描大得多。由于过滤器需要较长时间来采集每个特定质量，因此灵敏度提高了。

由操作员控制的一般采集参数包括：

- 溶剂延迟-同全扫描模式
- **EMV** 模式-同全扫描模式
- **MS** 离子源和四级杆温度-同全扫描模式

由操作员控制的 SIM 采集参数包括：



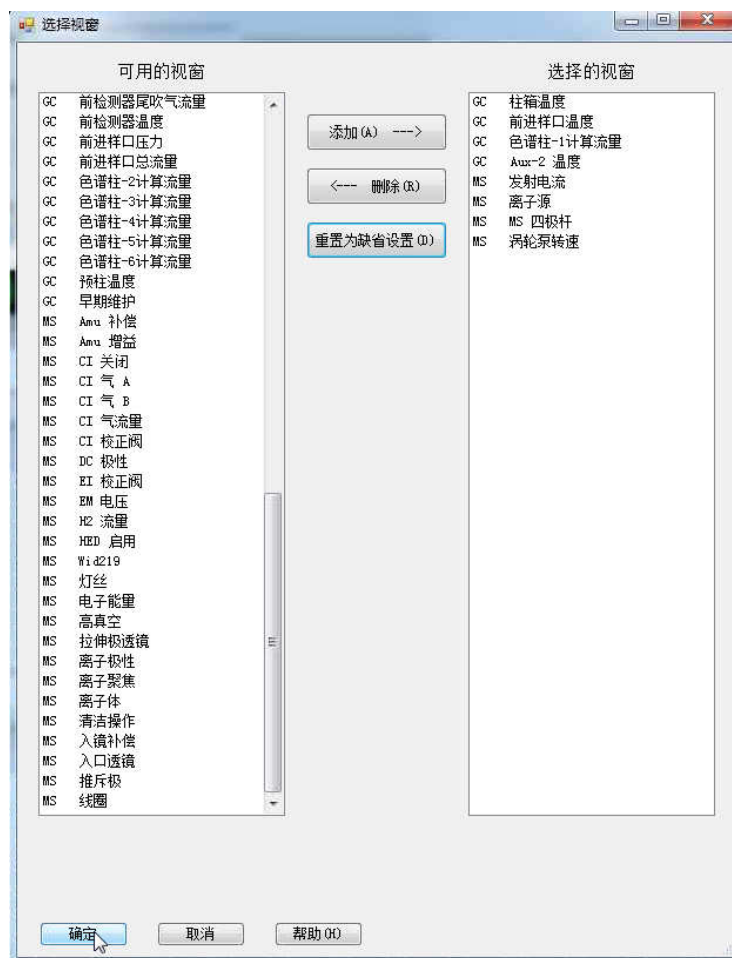
- 时间 - 同全扫描模式
- $m/z$  - 特定的时间段内要采集的离子。
- 驻留时间 - 检测器对这些离子扫描的时间长度。

## SIM 和全扫描采集类型

此采集类型允许指定扫描时间段内既采集指定质量范围内包含的所有离子，同时也采集 SIM 时间段中设定的特定  $m/z$  的离子。对于在 SIM 时间段中输入的每个时间段，选择对话框右侧的“SIM”选项卡，然后指定要在该时间内采集的每个离子。

### 16) 选择参数监控窗口

设定在工作站界面要观察的实时参数，从左侧选至右侧即可：



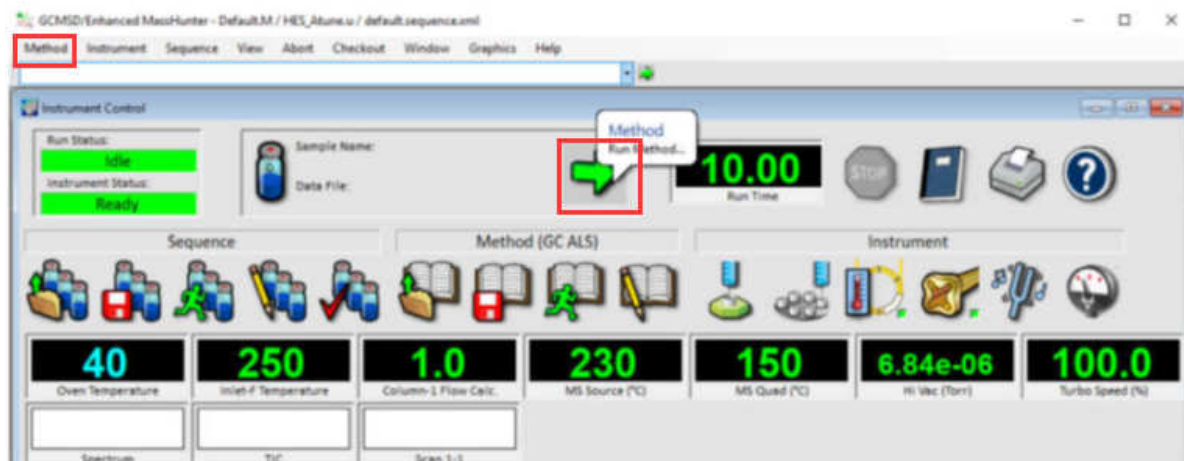
17) 设定方法的保存路径并给方法命名后点击确定保存方法:



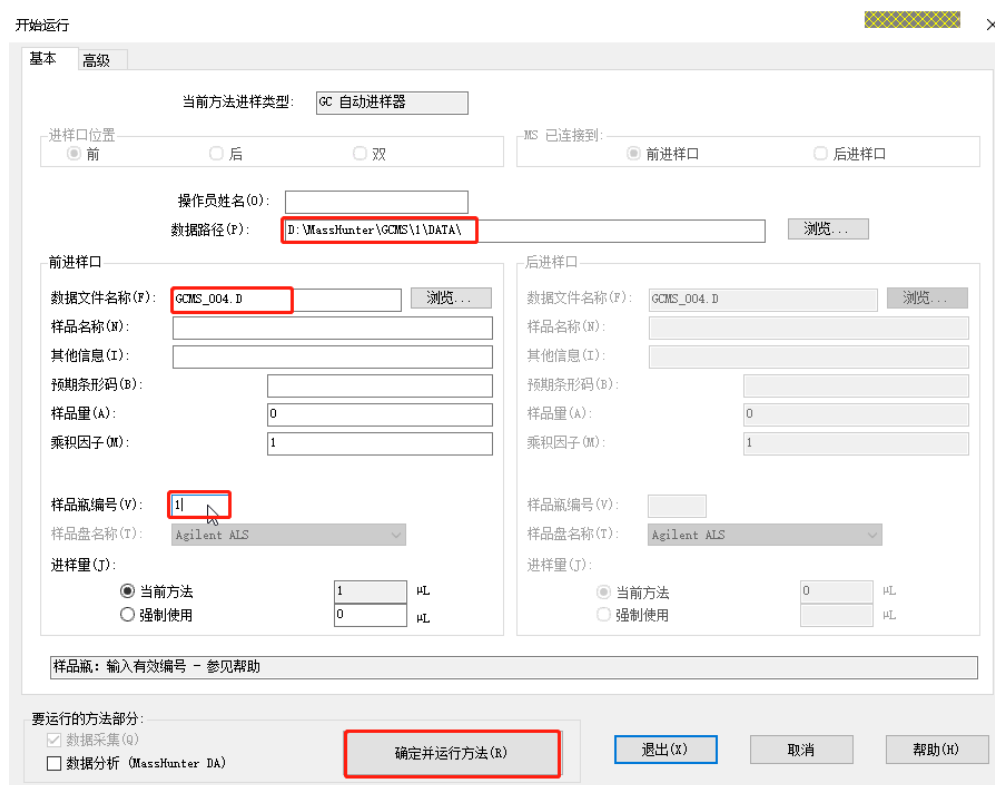
## 六、运行样品

### 1、运行方法

点击方法后调用编辑好的方法，等待仪器就绪后，点击绿色箭头图标后进入样品编辑窗口：



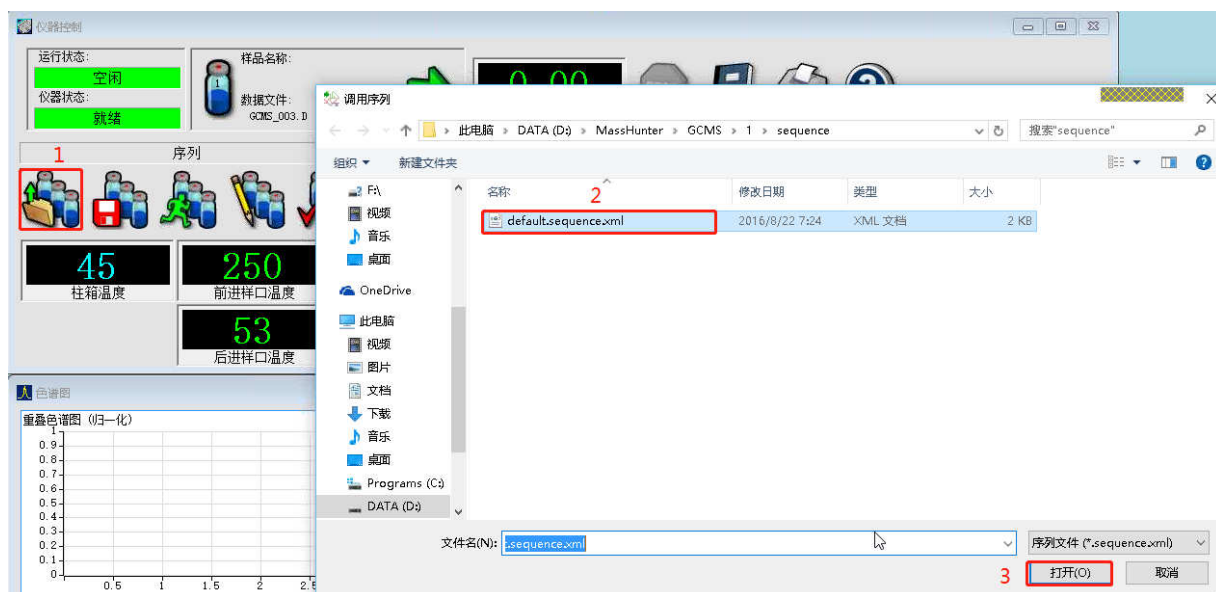
在下面窗口中设定好数据保存路径、数据文件名称及样品瓶所放位置等信息后点击确定并运行方法即可：



## 2、运行序列



点击菜单栏“序列”或者快捷图标调用 default.sequence.xml 序列并编辑：



根据实际样品信息填写下表：

名称	样品瓶	方法路径	方法文件	数据路径	数据文件	类型	级别	体积	注释
Sample 1	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 2	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods	123.#	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 3	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 4	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 5	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 6	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	
Sample 7	1	D:\MassHunter\GCMS\1\methods\checkout	IC_IDL.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data	OFN1	校正	1	1	

编辑好序列后，保存并点击运行序列或点击快捷图标运行：



开始序列 OFN IDLSequence.xml 上次修改: 周四 九月 14 14:17:17 2017

要运行的方法部分

☒ 完整方法

序列条形码选项

☐ 禁用此序列的条形码

☒ 当不匹配时, 强制进样

☐ 不匹配时, 不进样, 继续序列。

☐ 当不匹配时, 不进样, 停止序列

☒ 覆盖现有数据文件

序列注释:

操作员姓名:

数据文件目录:  浏览...

预序列宏/命令

采集:  浏览...

数据分析:  浏览...

后序列宏/命令

采集:  浏览...

数据分析:  浏览...

将覆盖已有的数据文件

运行序列 (R) 确定 取消 帮助 (H)

## 附录：仪器控制窗口及快捷键介绍

仪器控制

运行状态: 空闲

仪器状态: 就绪

样品名称:

数据文件:

运行方法

样品的运行时间 0.00 运行时间: 6.13

停止运行键

仪器运行日志

帮助

软件运行状态 样品名称 运行方法 样品的运行时间 停止运行键 仪器就绪状态 数据文件名称

序列					方法				仪器					
调用序列	保存序列	运行序列	编辑序列	检查序列	调用方法	保存方法	运行方法	编辑完整方法	进样类型选择	进样器参数	GC参数	MS参数	调谐	真空控制

## 七、附录，备注，常见问题及其他

### GC-MS 化学电离源 (CI) 介绍

#### 1、原理

化学电离 (CI) 是一种生成质谱分析所用离子的技术。CI 和电子电离 (EI) 之间存在着显著的差异，下面介绍了最常用的化学电离原理：

在 EI 模式下，相对高能电子 (70 eV) 与待分析的样品分子进行碰撞，这些碰撞将（主要）产生正离子，电离发生后，给定物质的分子一般会以可预测的模式碎裂，EI 是一个直接过程，能量通过碰撞从电子传递到样品分子。对于 CI 而言，除了样品和载气外，还会将大量的反应气引进电离室，由于反应气的量远远大于样品量，因此大多数发射的电子将与反应气分子发生碰撞，形成反应气离子，这些反应气离子在主反应和次反应过程中相互反应，以达到均衡，它们还以各种不同方式与样品分子发生反应，形成样品离子。CI 所需的能量远低于电子电离所需的能量，并且比电子电离更为“缓和”，由于 CI 产生的碎片非常少，因此 CI 质谱图通常会显示高丰度的分子离子，因此，CI 通常用来确定样品化合物的分子量。甲烷是最常用的 CI 反应气，它会产生某些特有的电离模式。其他反应气会产生不同的模式，可能会提高某些样品的灵敏度，常用的其他反应气是异丁烷和氨气。还有一些不太常用的反应气，包括二氧化碳、氢气、氟利昂、三甲基硅烷、一氧化氮和甲胺，二氧化碳通常用于负 CI 中，每种反应气发生的电离反应均不相同。

注意 氨气有毒并且具有腐蚀性。使用氨气需要采取特殊维护和安全预防措施。

#### 1) 正 CI 原理

发生正 CI (PCI) 时，质量分析器电压极性与 EI 一样。对于 PCI 而言，反应气是通过与发射的电子进行碰撞而被电离的，反应气离子与样品分子（作为质子提供者）进行化学反应，形成样品离子。PCI 离子的形成比电子电离更为“缓和”，产生的碎片也更少，该反应通常会产生高丰度的分子离子，因此，通常用于确定样品分子量。最常用的反应气是甲烷。甲烷 PCI 几乎可以生成所有样品分子的离子。也可选择其他反应气，如异丁烷或氨气，它们产生的碎片更少。由于反应气离子的背景较高，因此 PCI 不是特别灵敏，并且

检测限通常很高。在离子源压力为 0.8 至 2.0 Torr 的范围内进行正化学电离时，有发生四个基本的电离。这些过程是：

- 质子传递
- 去氢反应
- 加成反应
- 电荷交换

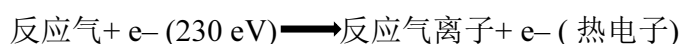
根据使用的反应气不同，可以使用上述四个过程中的一个或多个过程来解释在生成的质谱图中观察到的电离产物。

## 2) 负 CI 原理

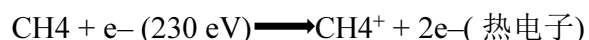
负化学电离 (NCI) 中，分析器电压极性与 EI 相反，以选择阴离子。有几种 NCI 化学电离的方式。通常认为 NCI 能显著提高灵敏度，但是，并不是所有 NCI 方式都可以。四种最常用的 NCI 方式（反应）为：

- 电子捕获
- 游离电子捕获
- 离子对形成
- 离子分子反应

除离子分子反应以外，反应气在所有反应中所起的作用均与其在 PCI 中所起的作用不同。在 NCI 中，反应气通常称为缓冲气体。使用从灯丝发出的高能电子轰击反应气时，会发生以下反应：



如果反应气是甲烷，则反应是：



热电子的能级比从灯丝发出的电子的能级低，与样品分子进行反应的就是这些热电子，未形成任何负极反应气离子，这将避免在 PCI 模式下看到的背景噪音，也使得 NCI 的检测限大幅度降低，仅当 MS 在负离子模式下进行操作时，才能检测到 NCI 产物。此操作模式会更换所有分析器电压的极性。

注：详细内容可参考《概念指南》（G7077-97036）。

## 2、操作

1) 注意事项：

使用纯度高于99.999%的反应气；

将甲烷反应气接在A通道，甲烷钢瓶减压阀输出调至20psi（或0.14Mpa）；

软件自动流量控制显示的为甲烷反应气流量和总流量的百分比；

当关闭A或B路反应气而打开B或A路反应气时，系统设置了6min 的延迟时间；

当从EI源换成CI源时，建议首先将系统设定为PCI模式查看系统是否漏气；

2) 化学电离源的安装：

放空质谱真空系统，关闭化学工作站和仪器电源；

待质谱系统温度降到接近室温后，用VENT阀放空系统，向左侧翻开质谱仪顶盖，断开连接线，打开分析器的侧板，用干净的镊子断开各种连接线，小心取出EI电离源，放置在离子源专用盒中，从电离源专用盒中取出化学电离源，小心装上，用专用螺丝固定好离子源，正确连接各种连接线，关闭VENT阀和分析器侧板。

注：打开侧板后的所有操作均要戴干净的无纺或无粉丁腈手套进行，换下来的电离源应放置在专用盒中，避免污染。

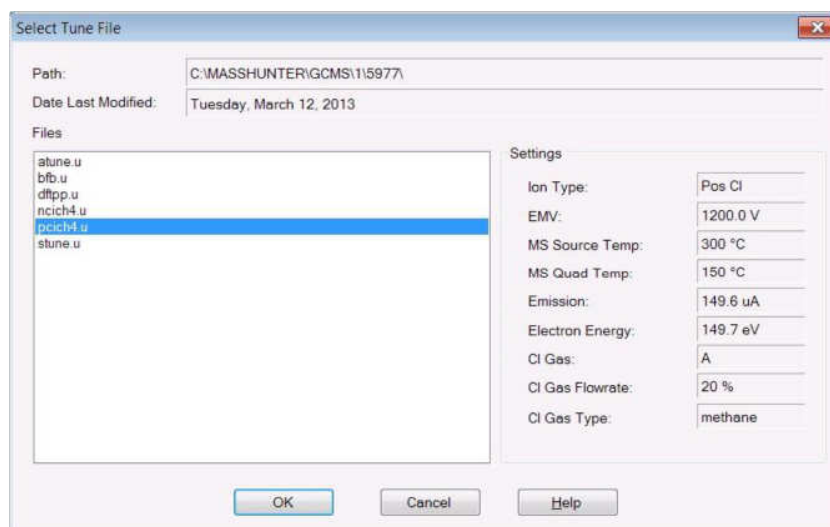
3) 化学电离模式的操作：

打开载气、反应气开关，确保各个接口不漏气；

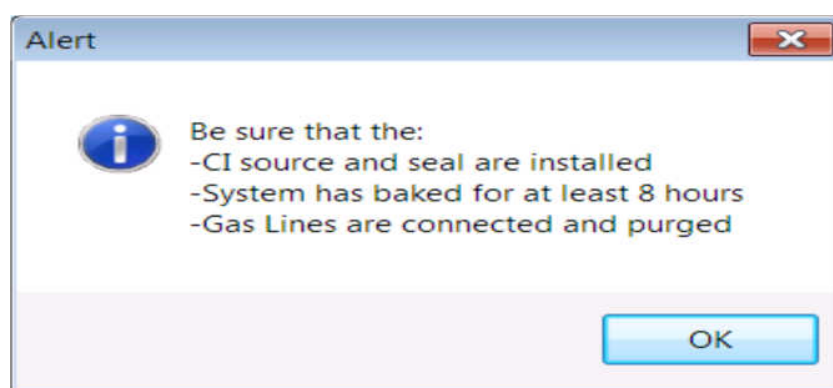
打开GC、MSD电源开关，PUMP DOWN质谱系统（将真空腔侧板向里推，防止侧板漏气，直至侧板被吸住）；

打开 MS化学工作站，进入调谐和真空控制窗口；

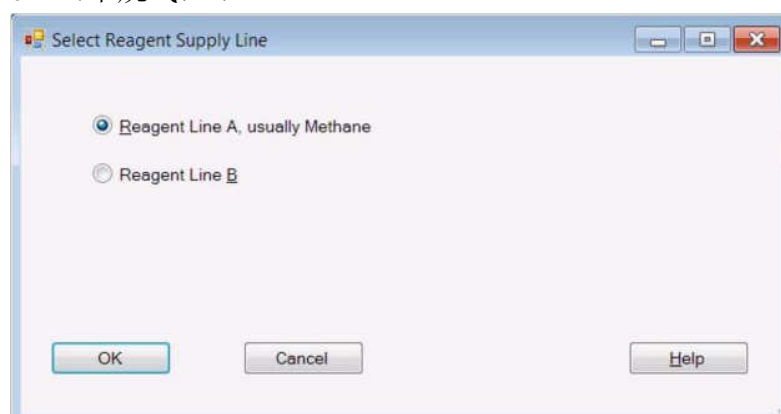
点击File—Load Tune Parameters，在调谐文件窗口中选择pcich4.u，点击OK。



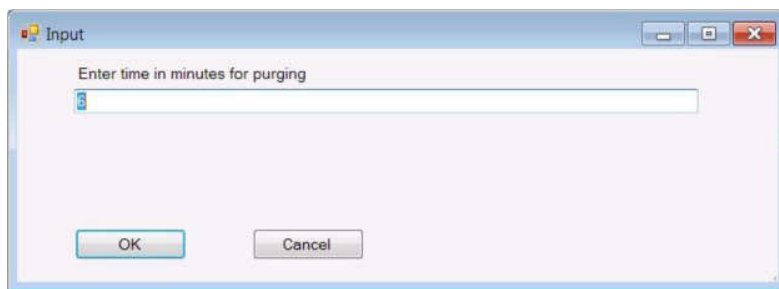
出现如下窗口后，点击OK：



选择Reagent Line A（甲烷气）：



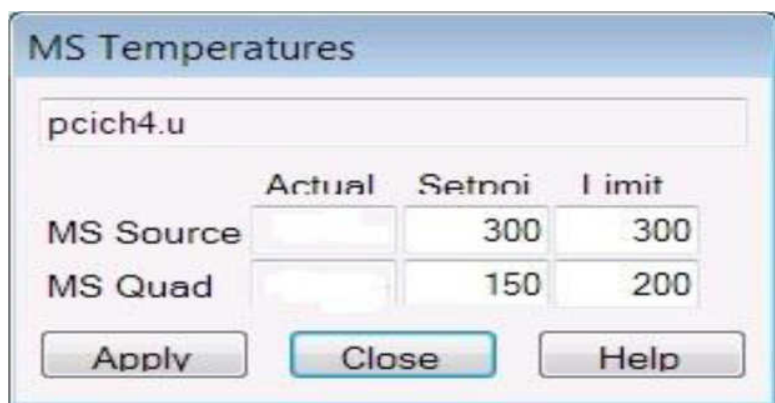
输入甲烷气purge的时间，如果是首次连接甲烷气使用，可适当延长吹扫时间：



离子源温度设定:

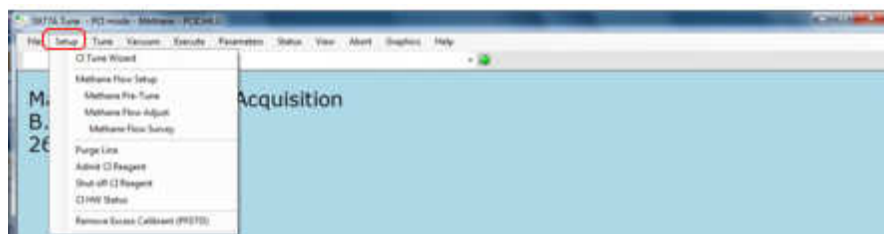
PCI 离子源 300°C; 四极杆 150°C

NCI 离子源 150°C; 四极杆 150°C



CI 源调谐前烘烤整个系统至少两小时，对 NCI 而言，为获得最好灵敏度，系统需要稳定 8 小时以上；

甲烷流量设置：在 Setup 画面, 选择 Methane Flow Setup, 此步会调谐仪器以优化甲烷反应气离子 m/z 28/27 的比例, 接下来进行甲烷流量调节, 逐步增加甲烷流量并记录 m/z 28/27 的比例在 1.5-5.0 之间, 然后软件进行 Methane Flow Survey, 选择合适的甲烷流量。



CI 自动调谐：待系统达到稳定状态后，进入 Tune and Vacuum control 画面，如用甲烷做反应气，调用 PCICH4.U，在 Tune 菜单下选择 CI AUTOTUNE 进行自动调谐，保存调谐文件。



化学电离源自动调谐通过，表示系统已达到工作状态。