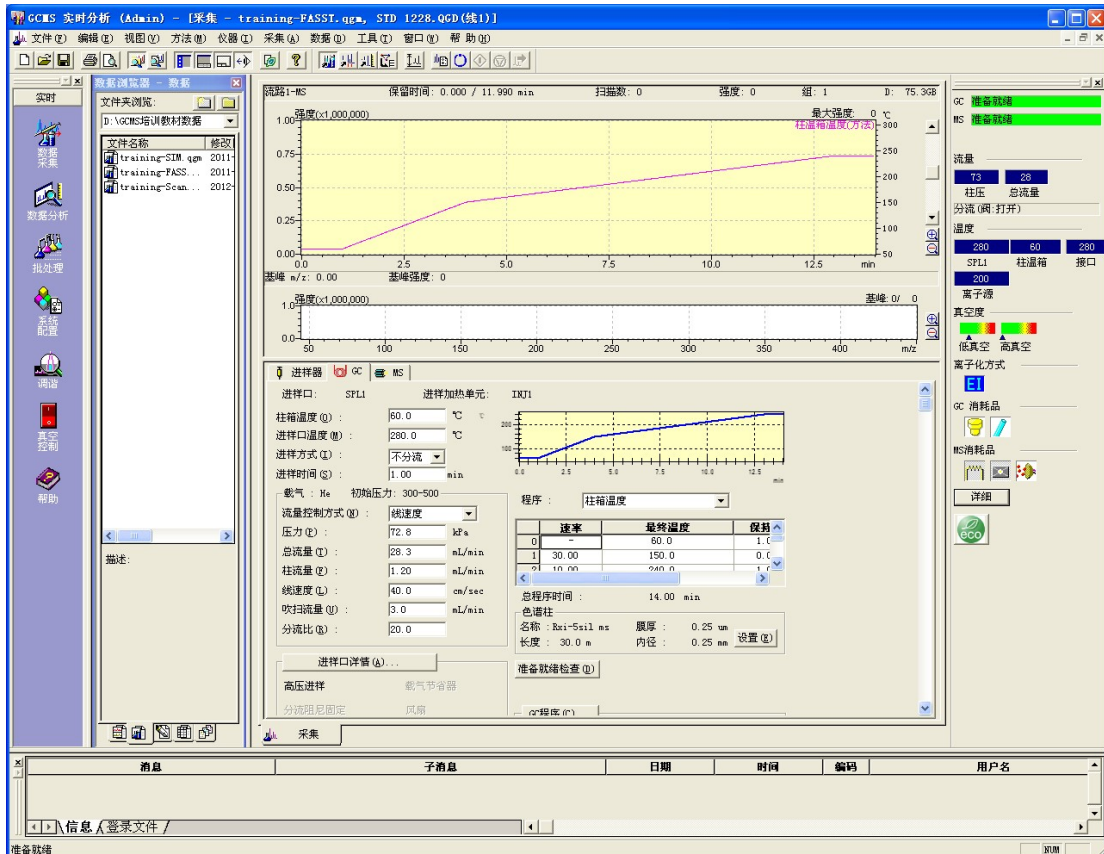


GCMS-QP2020NX 操作规程

- 1: 开机
- 2: 编辑分析参数
- 3: 数据采集
- 4: 定性
- 5: 创建 SIM 方法
- 6: 制作标准曲线
- 7: 定量报告

1: 开机

1. 打开氦气钢瓶主阀，将压力调节到 0.6-0.9Mpa，打开 GC/MS 单元和计算机的电源，双击 GCMS 实时分析图标打开软件。
2. 确定软件窗口布局，如果窗口不完整，请用菜单栏【视图】调整：



- 单击【实时分析】助手栏中系统配置，更改色谱柱信息。
- 单击【实时分析】助手栏中的【真空控制】图标。单击【自动启动】。真空系统启动。显示“已完成”时，单击【关闭】。



5. 调谐

- 启动真空系统后，等待 2~3 小时。
- 单击【实时分析】助手栏中的【调谐】图标。

【调谐】窗口打开。



- 单击文件-新建调谐文件，选择模式【标准】，调谐文件
- 单击【调谐】助手栏中的【开始自动调谐】图标。
- 调谐完成后，单击【另存调谐文件】，输入调谐文件名，单击【保存】。
- 确认调谐文件，调谐报告上是否显示【通过】

2:创建 SCAN 方法文件

- 单击【实时分析】助手栏中的【数据采集】图标。【采集】窗口打开。
- 单击【文件】菜单中的【新建方法文件】。

设置自动进样器参数，单击【进样器】标签，设置分析条件。清洗方式 3, 6, 3

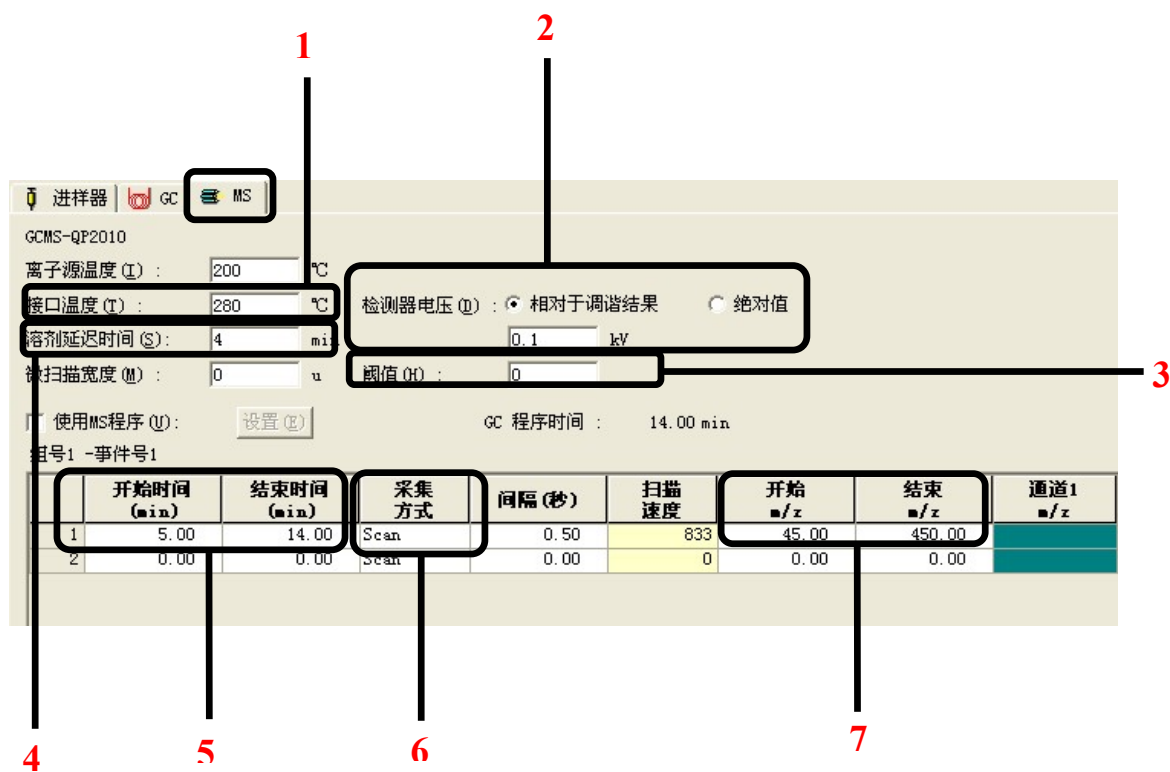
设置 GC 参数，单击【GC】标签，设置分析条件。参考标准分别设定进样口温度，进样方式分流/不分流，控制方式压力/流量/线速度，分流模式下设定柱流量和分流比，不分流模式固定总流量 50ml/min, 设定柱流量
按照标准设置柱箱程序升温。

分流：如果注入的样品浓度高，选择这个方式(注入的样品量：10 到 100ng 或更多)。

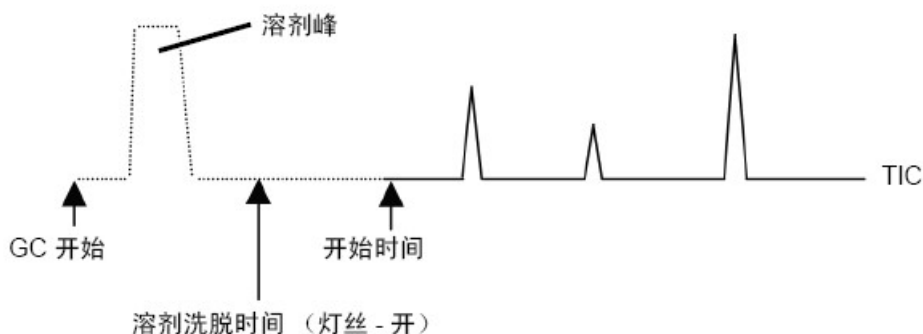
不分流：如果注入的样品浓度低，选择这个方式(注入的样品量：小于 10 ng)。
参考标准设置柱箱程序升温。

设置 MS 参数

单击【MS】标签，设置分析条件。



- 1) 输入【接口温度】。
- 2) 单击【相对于调谐结果】。如果峰强度小，输入 0.1~0.3。
也可以单击【绝对值】。输入一个绝对电压值。
- 3) 阈值，输入“0”。
- 4) 溶剂延迟时间，即为灯丝开启时间，一般取为溶剂完全出峰后的时间。
- 5) 输入测定目标组分的【开始时间】和【结束时间】。
开始时间应比溶剂延迟时间大 0.5 分钟。开始时间与溶剂延迟时间的关系



- 6) 选择【Scan】。
- 7) 输入采集离子的质量范围。

3 保存方法文件并下载参数

单击文件【方法文件另存为】，并命名。

单击【采集】中的【下载初始参数】，将设置的方法参数传输到仪器中。

3:数据采集

创建批处理表

1 单击助手栏中【批处理】图标。



2 单击【文件】菜单中的【新建批处理文件】。

3 在批处理表中输入相应信息和参数。必须输入的参数为【样品瓶号】，【方法文件】，【数据文件】

批处理表可以使用向导功能建立（参见附录III）。

4 批处理表设置改完毕后，单击【文件】菜单中的【另存批处理文件】。

5 输入批处理表文件名，单击【保存】。

运行批处理表

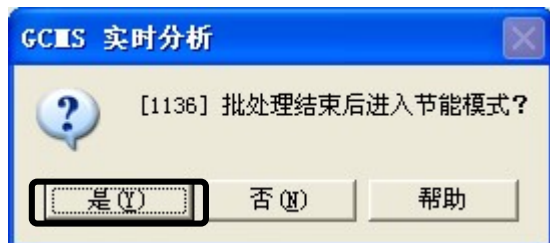
单击助手栏中的【开始】图标，执行批处理，标准样品和未知样品按表中所设自动依次进样分析。

1) 批处理表运行时，要修改批处理表，单击【暂停/重启】图标后进行修改，修改完毕后再单击【暂停/重启】图标。


2) 要强行中止批处理运行，单击【停止】图标。

3) 如要在批处理结束后，仪器进入节能模式，选择【批处理】菜单中的【批处理结束后进入节能模式】

当出现节能模式确认信息时，单击【是】。



批处理结束后，仪器即进入到节能模式。

要在停止时间前强制停止数据采集，单击【采集】助手栏中的  (停止) 图标，但 GC 程序仍然执行，要停止 GC 程序，按 GC 主机上的【STOP】按钮。

4:定性分析

1 单击桌面上【GCMS 再解析】,进入 GCMS 再解析窗口

2 Admin 登录后,单击【确定】进入后处理窗口。

3 单击助手栏中的【定性】。

4 打开要处理的数据文件

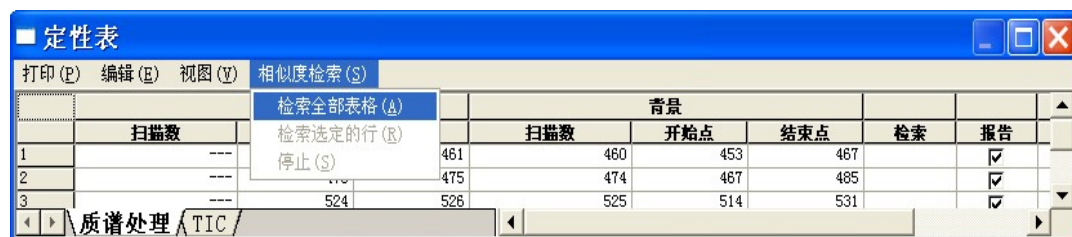
1 单击助手栏中【全部 TIC 峰积峰】,显示【定性参数】设置画面,

2 单击【峰积分】标签,输入合适积分参数。(一般选择自动峰面积,输入峰数)

- 4 单击【确定】关闭【定性参数】画面，完成峰处理。积分结果登入【定性表】中【TIC】。
- 5 单击助手栏中【定性表】，打开定性处理表。
- 6 选择【TIC】标签。显示【TIC】表的画面，选中所有行，从菜单的【编辑】中选择【注册到质谱处理表】。



- 7 单击【质谱处理表】标签，进入【质谱处理表】画面。



- 8 确认检索结果，如有需要，更改化合物名称为中文。

5:SIM 方法创建

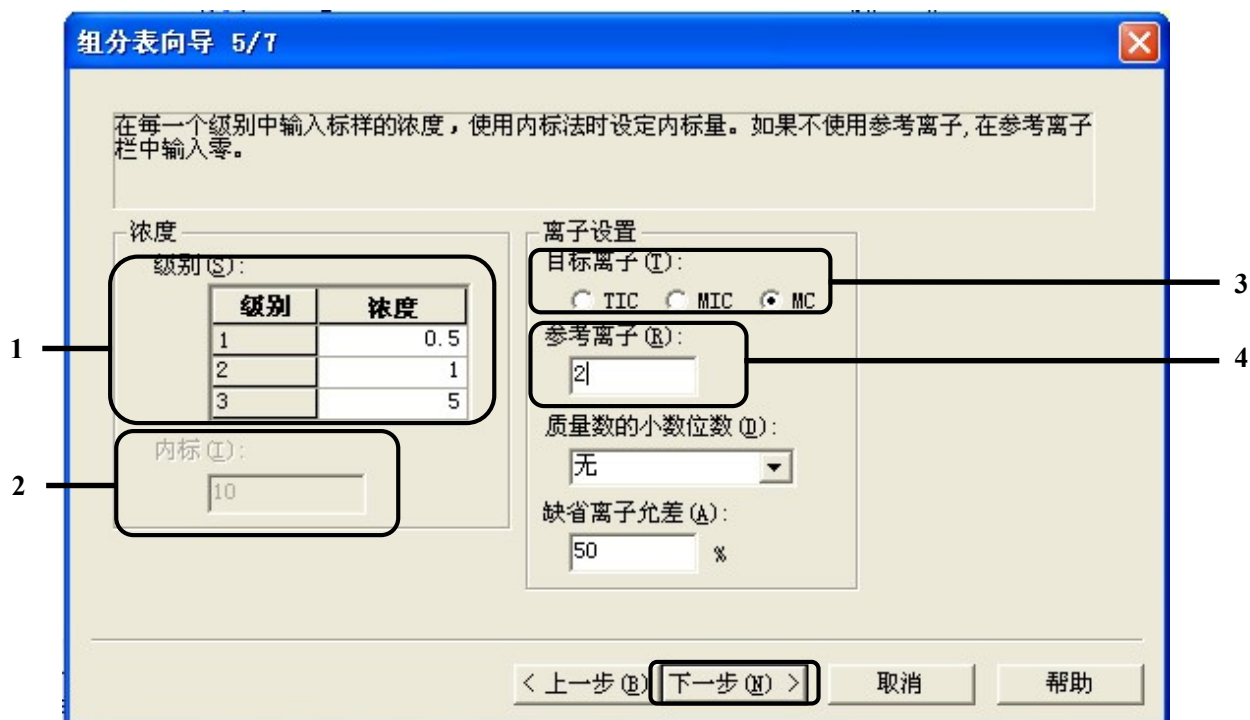
- 1 单击助手栏中【创建组分表】图标。
- 2 单击组分表助手栏中的【向导（新建）】图标。
- 3 在向导窗口中，选择【使用当前质谱处理表】并单击【下一步】。
- 4 单击“下一步”。
- 5 单击“下一步”。
- 6 设置定量方法、校准曲线点数、拟合类型、单位等参数，单击“下一步”。

参考

编号	项目	说明
1	定量方法	<ul style="list-style-type: none"> • 外标:通过使用标准样品中目标组分的绝对量（浓度）和它的峰面积或峰高值建立的校准曲线执行定量。

		<ul style="list-style-type: none">• 内标： 内标被添加到样品，对样品进行分析，然后使用与内标峰相关的相对灵敏度和定量比之间的关系执行定量。
2	计算方法	选择面积或峰高。 通常选择“面积”。
3	校准曲线点数	输入用于创建校准曲线的浓度级别个数。
4	单位	设置用于报告的浓度单位。
5	浓度的格式	设置用于表示浓度的有效数字的位数。

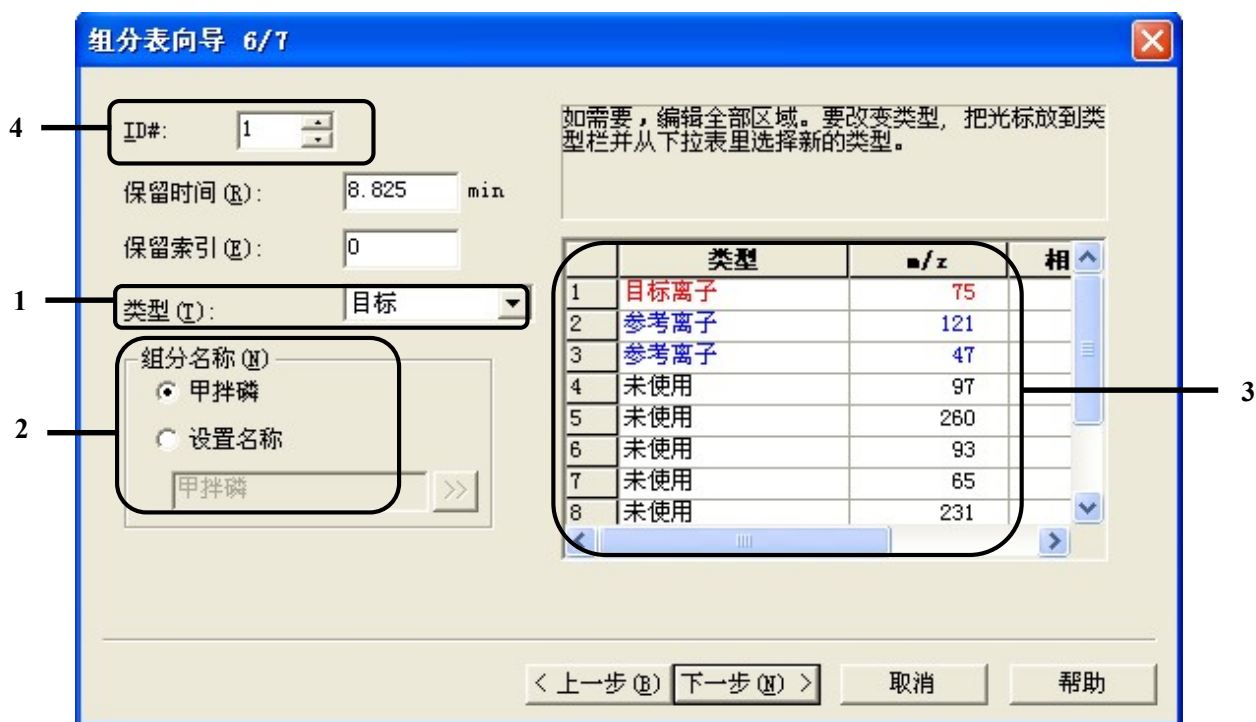
7 输入标准溶液的浓度值、参考离子个数等参数，单击“下一步”。



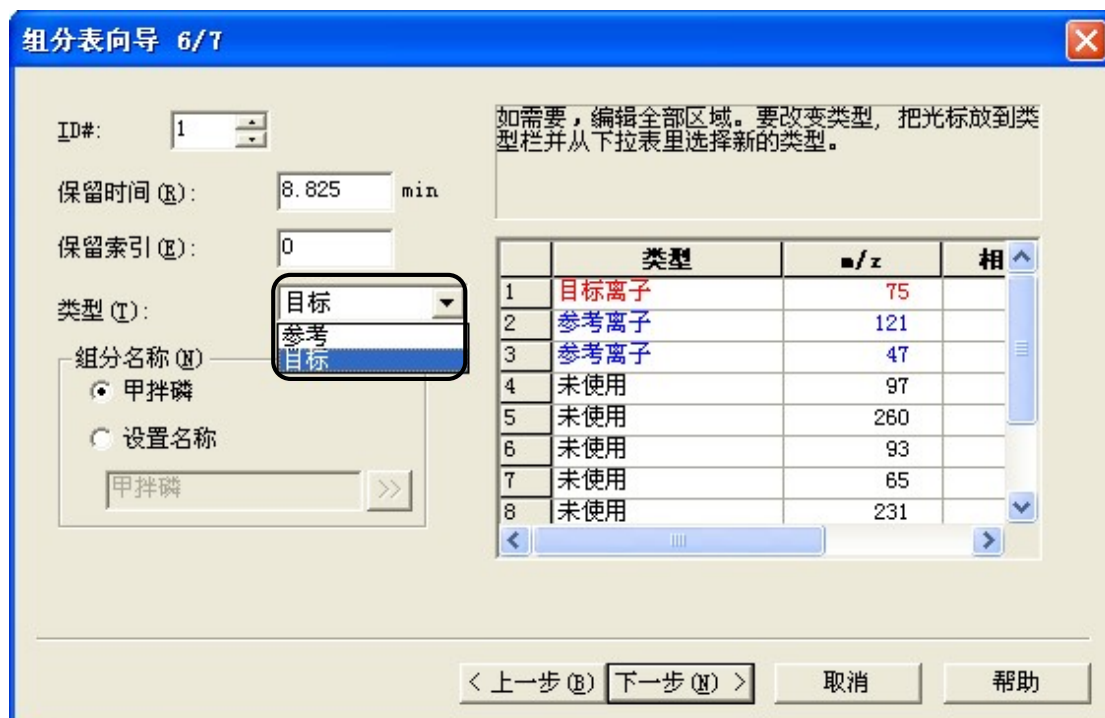
参考

编号	项目	说明
1	标准	设置标准样品的浓度。 如果不同化合物浓度不同，在完成向导步骤之后直接在参数表中进行修改。
2	内标	如果选择内标法作为定量方法，在此处输入内标物浓度。如果在标样和实际样品中内标浓度相同时，此处可输入 1，而不需输入内标的实际浓度。
3	目标离子	通常选择 MC，即使用质量色谱图进行定量。
4	参考离子个数	输入用于执行峰识别的参考离子的个数。

- 8 设置每个化合物的类型、化合物名称及离子规格。输入全部化合物的必要信息后，单击“下一步”。



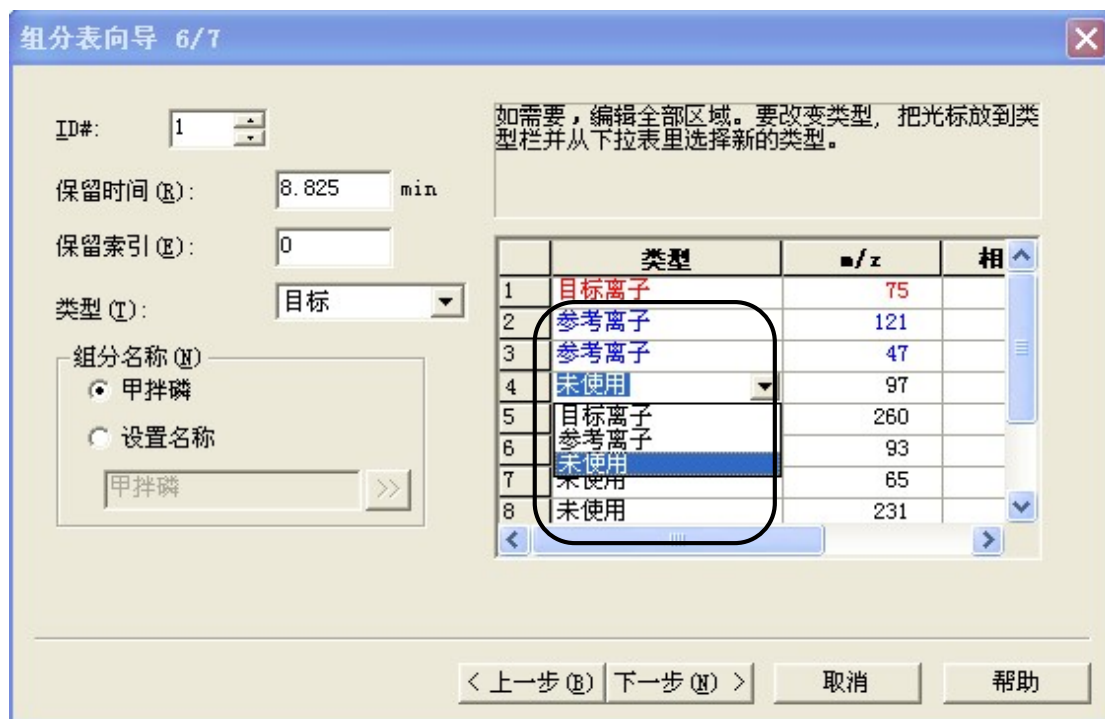
- 1) 使用外标法时，单击“类型”下拉菜单，显示“参考”和“目标”两项，选择“目标”，即要定量的化合物。



如果使用内标法进行定量，需要设置内标物，内标组分类型选择为“内标”。

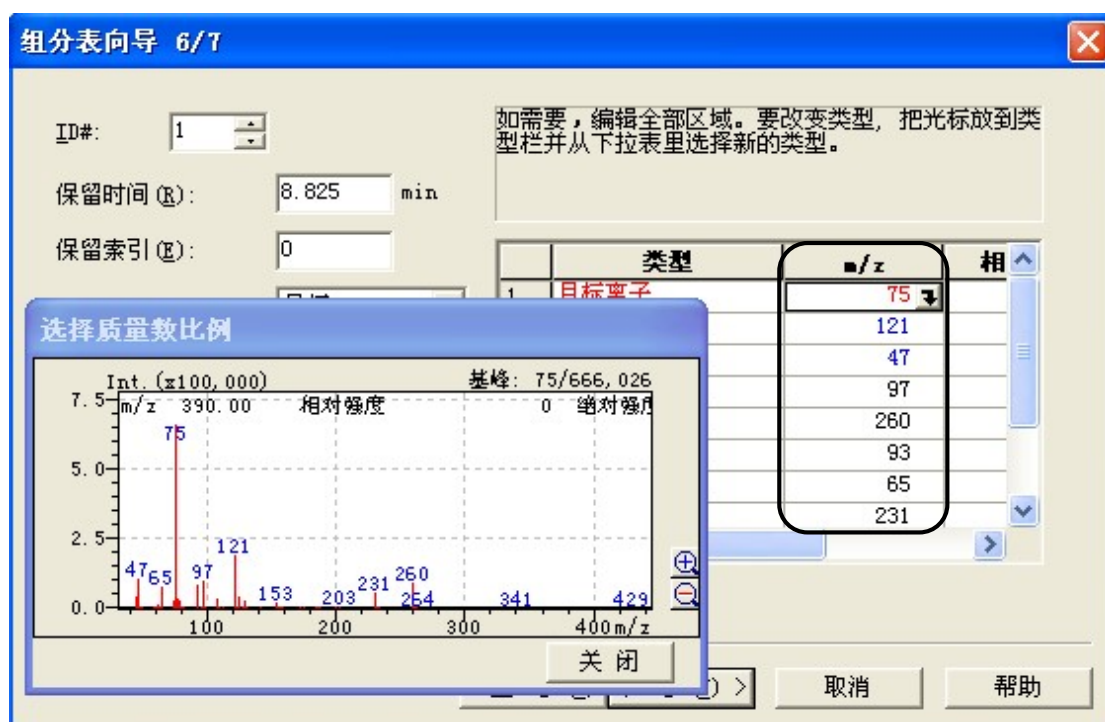



2) 单击“类型”单元格，单击单元格右侧下拉菜单，显示“目标离子”、“参考离子”或“未使用”，可直接在下拉菜单中更改质量数的类型。



单击【m/z】单元格，单击单元格右侧向下箭头，弹出窗口中显示为当前化合物质谱图，直接双击质谱图上某一碎片离子，当前【m/z】中的离子自动更新为此

离子。





3) 对多组分分析，单击ID#选项数字后的图标修改ID号，切换到第二个组分，重复以上1)~4)步骤设置该组分的类型、目标离子、组分名称等信息。



9 所有组分设置完成后，单击【下一步】。

10 单击【完成】

11 创建完成新的化合物表，显示于【参数】标签中。

如果必要，对化合物表的内容进行校对和修改，如不同的浓度。修改完后将化合物表从编辑模式切换为查看显示模式。

ID#	名称	类型	ISTD 组	m/z	保留时间	保留指数	单位	参考离子
1	甲拌磷	目标	0	75.00	8.825	0	mg/kg	121.00-47.00
2	a-六六六	目标	0	181.00	8.942	0	mg/kg	183.00-219.0
3	b-六六六	目标	0	219.00	9.367	0	mg/kg	109.00-181.0
4	毒死蜱	目标	0	97.00	11.500	0	mg/kg	197.00-199.0
5		目标	0	TIC	0.000	0	mg/kg	

参数 | 结果 | 组参数 | 组结果

单击“组分”助手栏中的【保存组分表】图标。

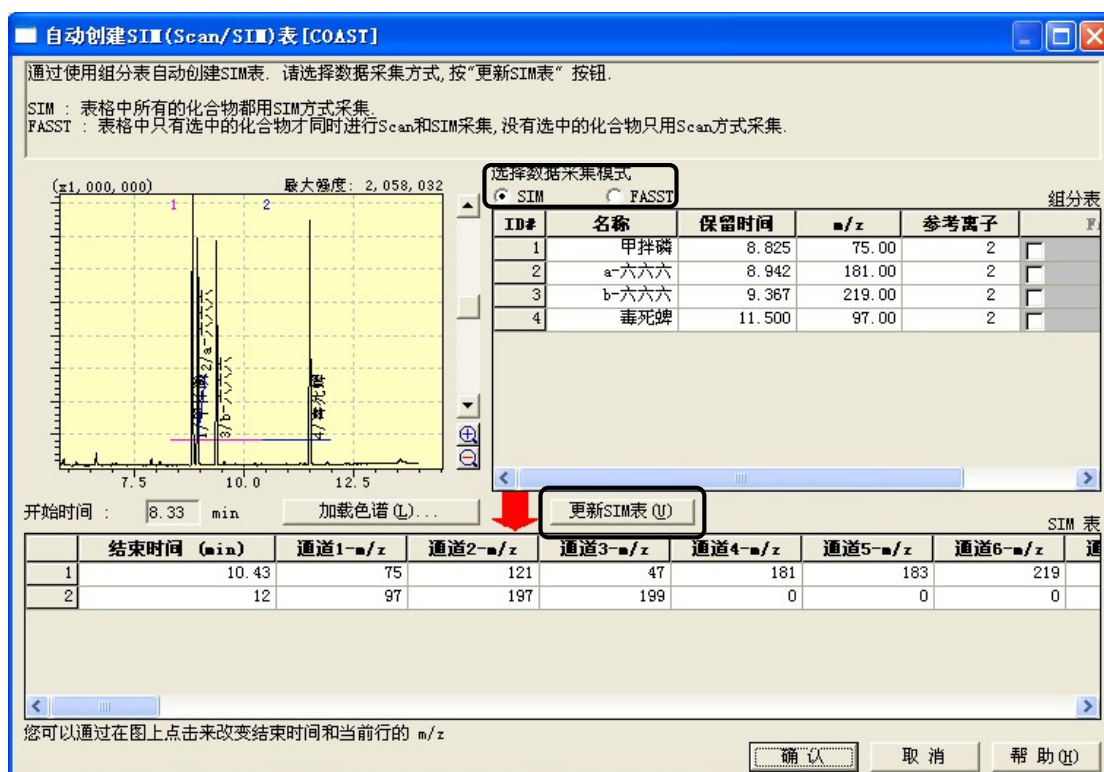


1 单击助手栏中的【自动创建 MS 表[COAST]】图标。



2 在弹出对话框中，选择 SIM 方法文件名并单击“保存”。

3 选择“SIM”。



4 单击“更新 SIM 表”。

5 单击【确认】。

SIM 采集方式的方法文件创建完毕。

6:制作校准曲线

GCMS实时分析中打开方法文件

1 单击【GCMS实时分析】图标。

2 创建批处理表

1 单击助手栏中【批处理】图标。使用向导方式创建批处理表，并运行，注意检查样品类型为【标准】，检查【级别号】依次对应。

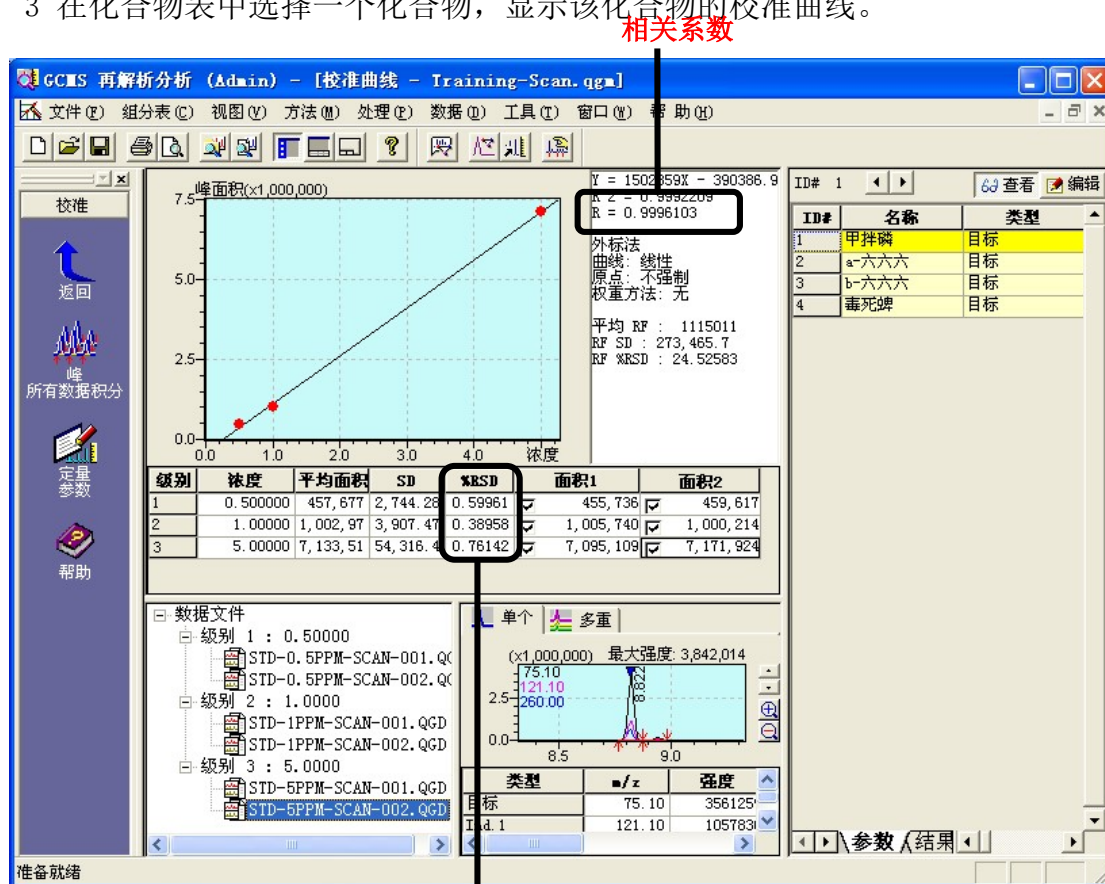
文件夹: D:\GCMS DATA\GCMS培训数据

样品瓶号	样品名称	样品	样品类型	分析类	方法文件	数据文件	级别号
1	STD 0.5ppm		1:Standard: (I)	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-0.5ppm-Scan-001.qgd	1
2	STD 0.5ppm		1:Standard	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-0.5ppm-Scan-002.qgd	1
3	STD 1ppm		1:Standard	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-1ppm-Scan-001.qgd	2
4	STD 1ppm		1:Standard	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-1ppm-Scan-002.qgd	2
5	STD 5ppm		1:Standard	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-5ppm-Scan-001.qgd	3
6	STD 5ppm		1:Standard	IT Q	Training-Scan.qgm	STD-5ppm-Scan-002.qgd	3
7	未知样		0:Unknown	IT Q	Training-Scan.qgm	未知样-Scan-001.qgd	1
8	未知样		0:Unknown	IT Q	Training-Scan.qgm	未知样-Scan-002.qgd	1

1 2

3 检查和修正校准曲线

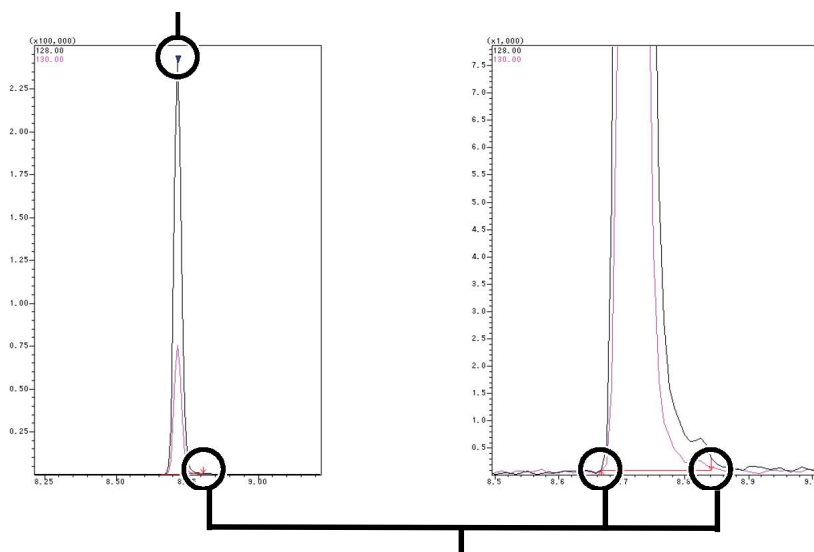
- 1 启动【GCMS 再解析】程序，单击“再解析”助手栏中的【校准曲线】图标。
- 2 打开方法 SIM 文件，此时方法中校准曲线已自动生成。
- 3 在化合物表中选择一个化合物，显示该化合物的校准曲线。



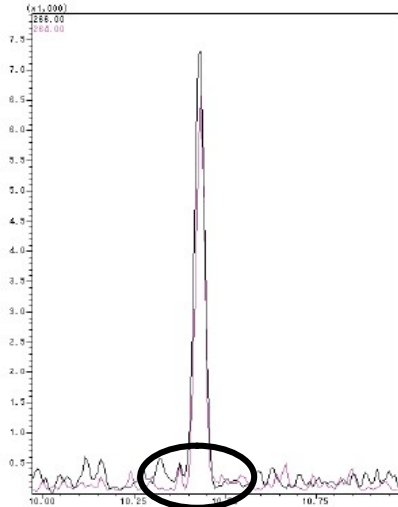
- 4 如果没有识别或没有检测到任何峰，进行手动识别和手动峰积分。

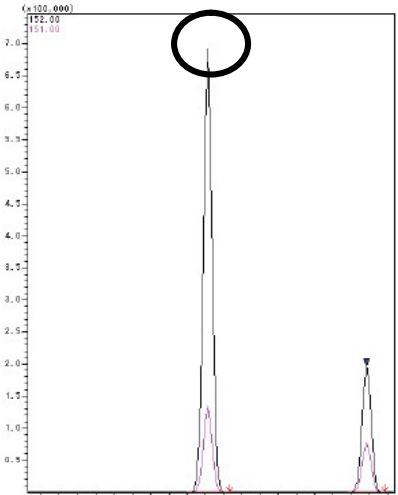
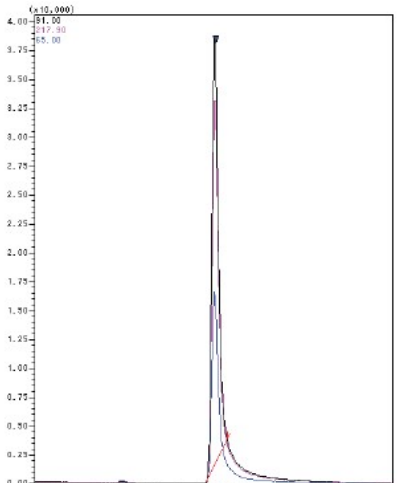
检测到的峰受到基于保留时间和离子比率（峰识别标记）识别的影响。

峰识别标记



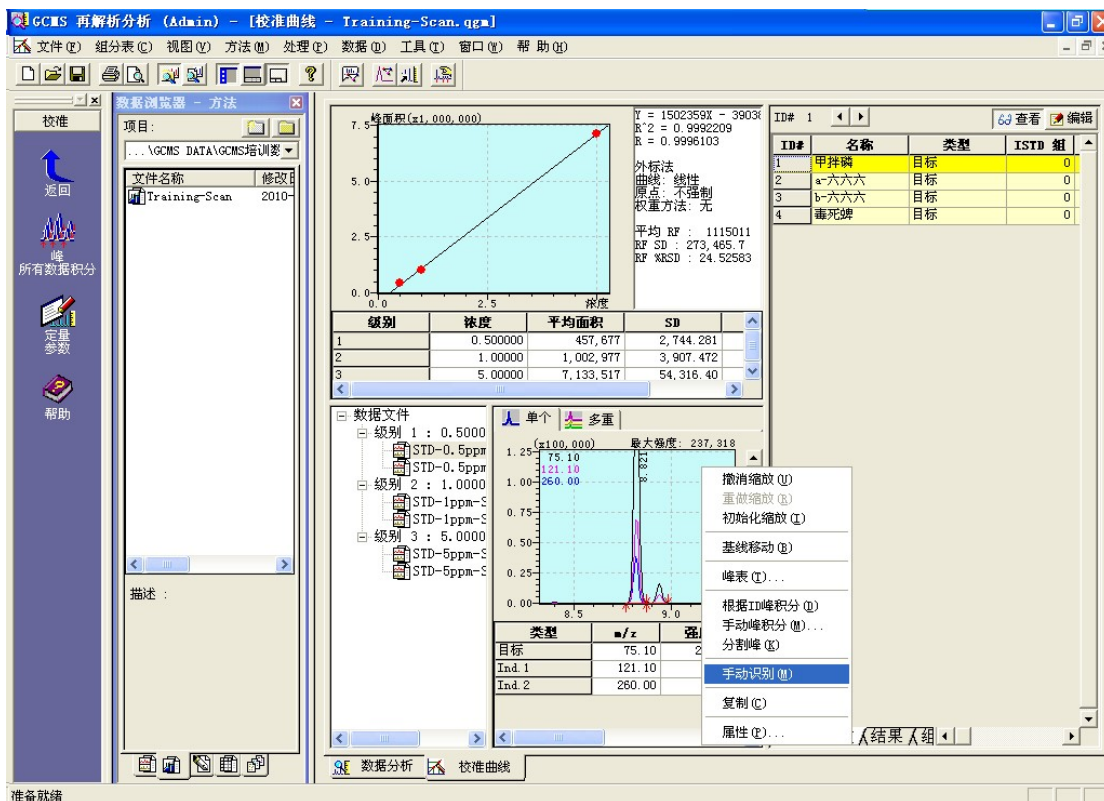
峰积分标记

色谱图	对策
<p>没有检测到峰。（无峰积分标记）</p> 	<p>执行手动峰积分。</p>
<p>检测到峰，但是，没有识别或识别到其它峰。</p>	<p>执行手动识别。</p>

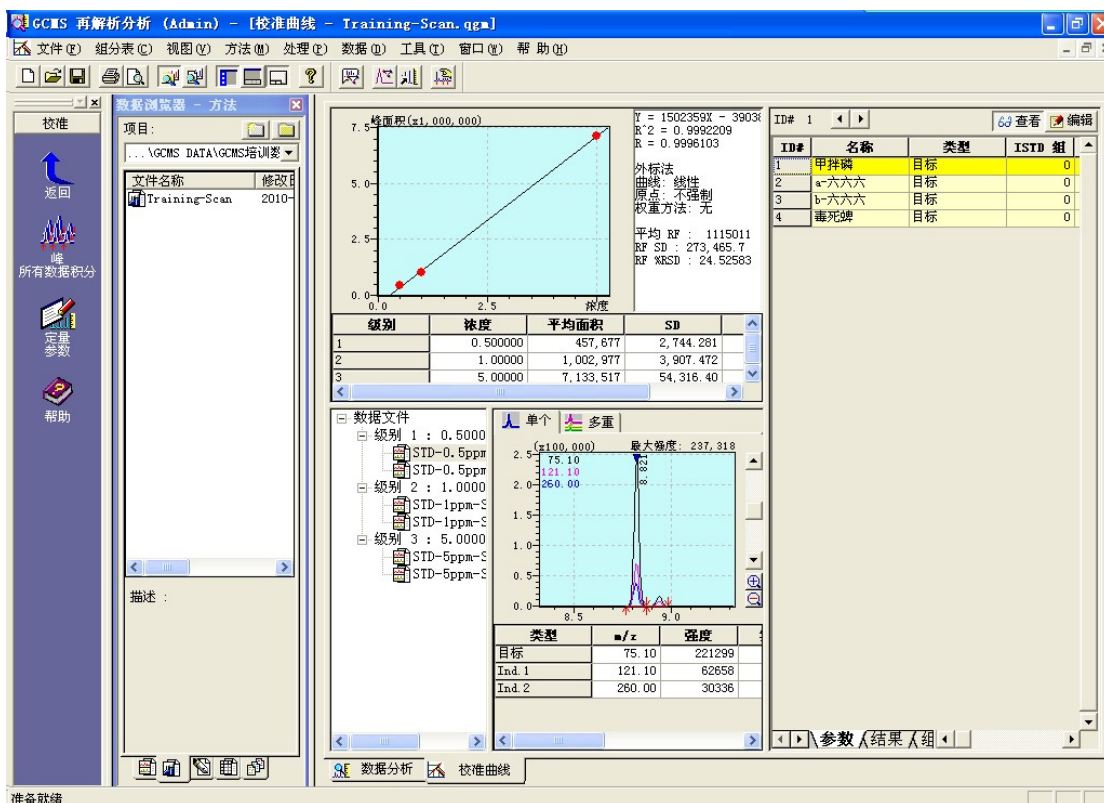
	
<p>检测到峰，但是，没有正确地执行峰积分。</p> 	<p>执行手动峰积分。</p>

手动识别

- (1) 用鼠标右键单击色谱图，从所显示的菜单中选择“手动识别”。

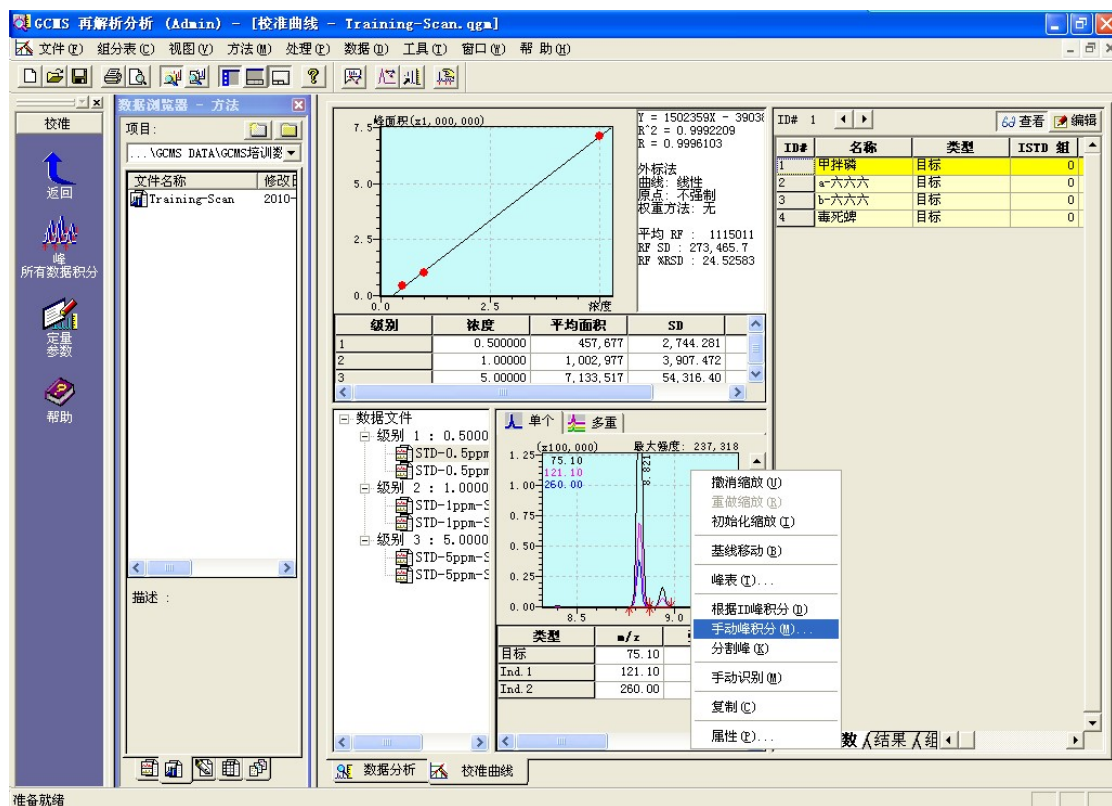


(2) 单击要识别的峰的顶端。

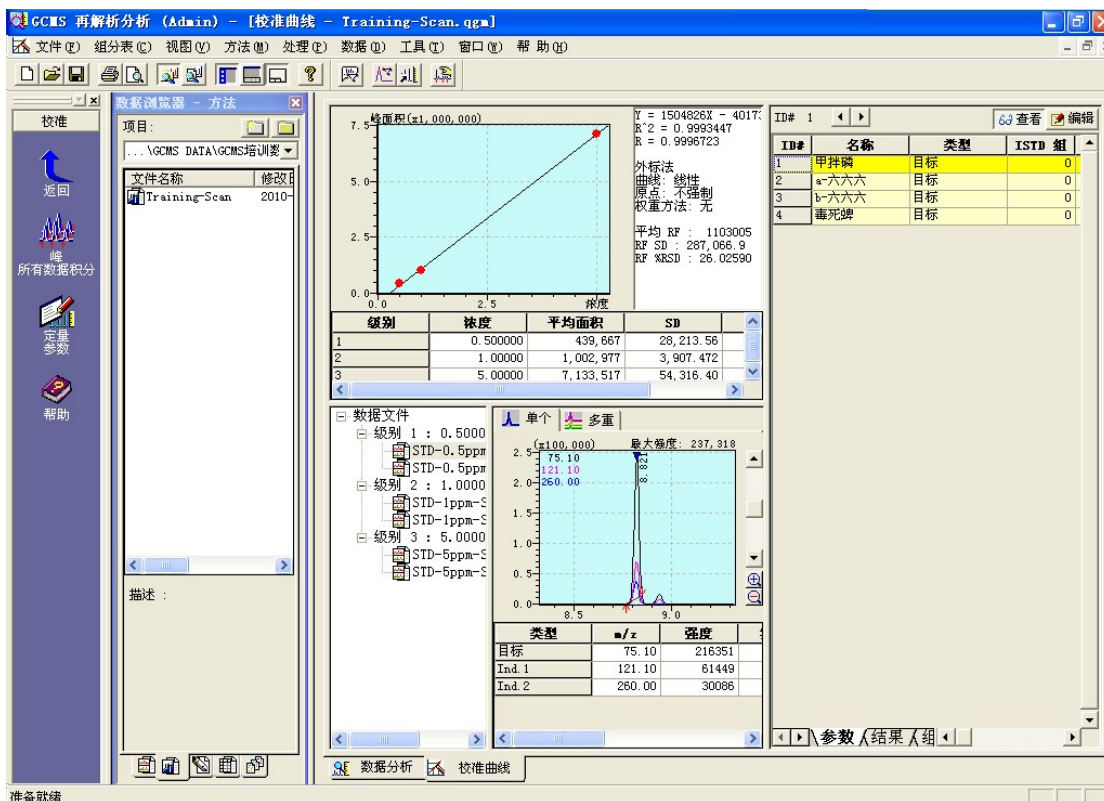


手动峰积分

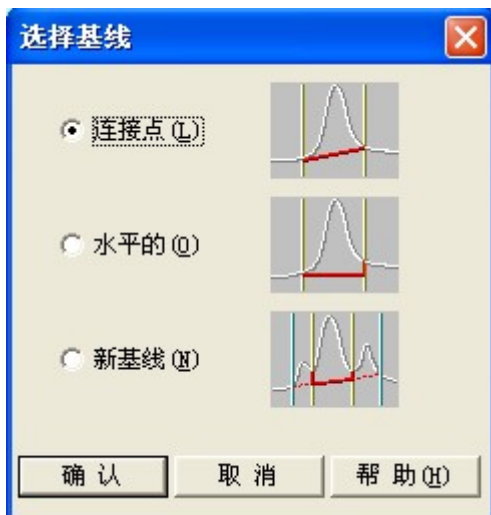
- (1) 用鼠标右键单击色谱图，从所显示的菜单中选择“手动峰积分”。



- (2) 按住鼠标左键，从峰的起点拖动鼠标到终点。



(3) 选择【连接点】，单击【确定】。



注：执行自动峰积分（峰检测标记）后，在色谱图中检测到峰。

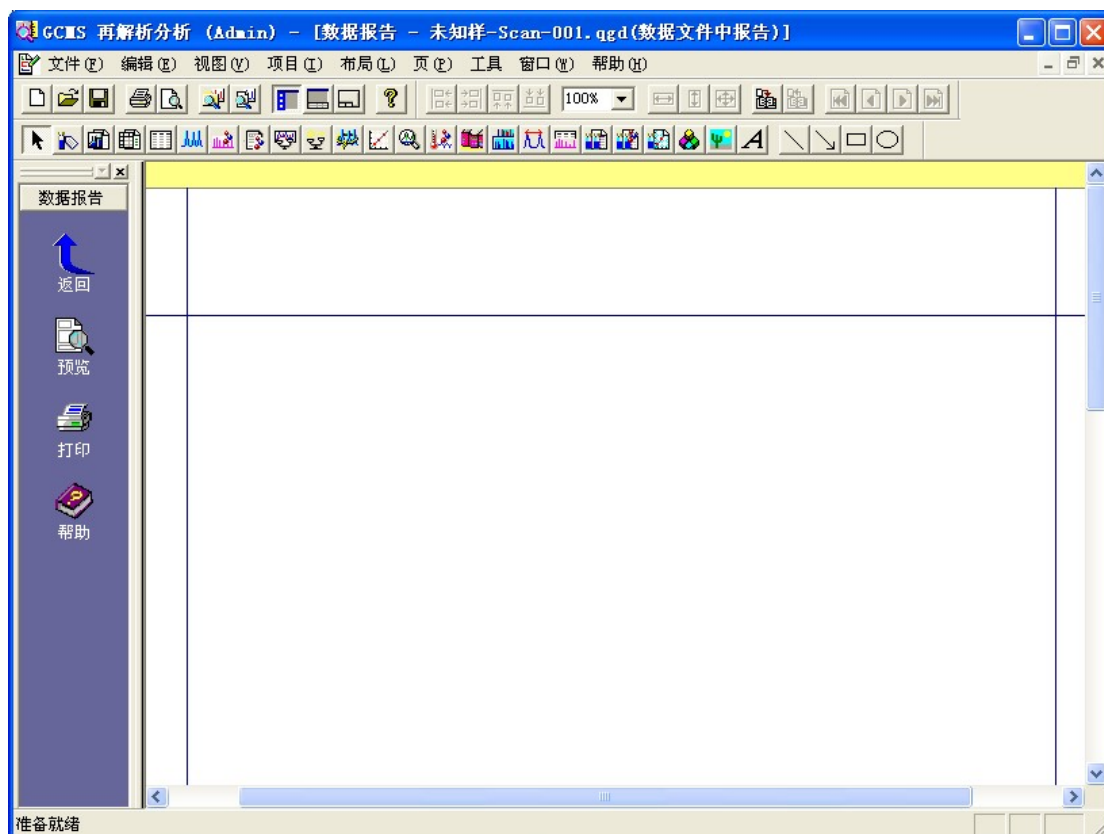
5 修正校准曲线后，单击【文件】菜单中【保存方法文件】。

至此，方法文件建立完毕。此方法可以直接用于采集未知品数据，直接得到结果，可在 GCMS 再解析中定量中查看。

7:制作定量报告

通过创建报告，设置报告格式，输出报告。

- 1 打开【GCMS 再解析】窗口。
- 2 单击助手栏中【定量】图标，打开数据文件
- 3 单击助手栏中【报告】图标显示报告页界面

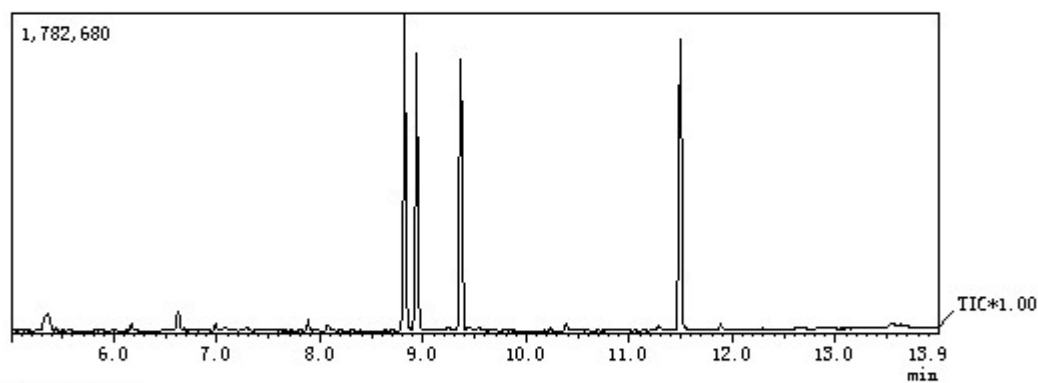


- 4 单击【项目】菜单合适的项目，如【样品信息】。
- 5 按住鼠标左键，在报告页适当位置中拖拉出一合适大小的方框
- 6 样品信息 属性窗口自动显示，单击【样品信息】标签，适当修改信息
- 7 依次再次添加【项目】菜单中【色谱图】和【定量】/【表格】，并根据需要对相关属性进行合适设置。
- 8 修改完毕后，单击【文件】菜单中【另存格式文件】。
- 9 输入报告格式文件名称如“定量报告”，单击【保存】，定量报告制作完毕。

定量报告示例

样品信息

分析者 : Admin
 分析日期 : 2010-3-2 19:10:48
 样品类型 : Unknown
 级别号 : 1
 样品名 : 未知样
 样品量 : 0.5
 稀释因子 : 10
 瓶号 : 10
 进样体积 : 1
 数据文件 : D:\GCMS-Data\GCMS培训数据\未知样-Scan-001.qgd
 方法文件 : D:\GCMS Training\20100302\Training-Scan.qgm



定量结果表

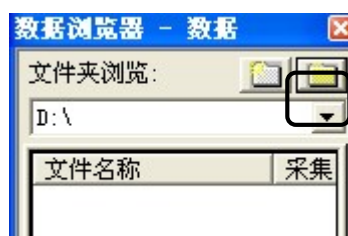
ID号	保留时间	m/z	峰面积	峰高	浓度	单位	名称
1	8.820	75.10	937868	550070	17.66	mg/kg	甲拌磷
2	8.935	218.90	237713	139101	18.69	mg/kg	a-六六六
3	9.364	218.90	194444	110520	18.80	mg/kg	b-六六六
4	11.491	314.00	172814	102778	18.16	mg/kg	毒死蜱

附录 1: 创建文件夹

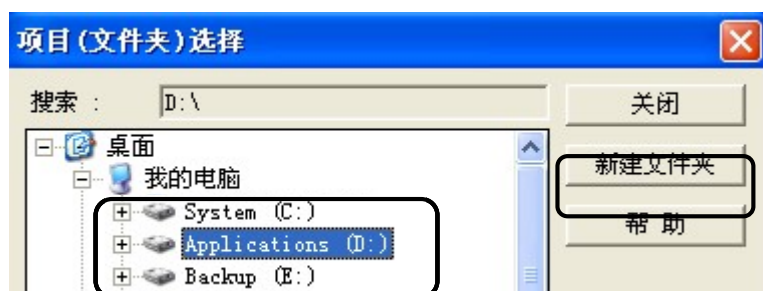
1 单击【视图】菜单栏的【数据浏览器】，显示【数据浏览器】窗口



2 单击【数据浏览器】窗口中【选择文件夹】按钮。



3 选择合适的盘符，如“D:”，单击【新建文件夹】按钮。



4 输入文件夹名称，如“GCMS_Data”。

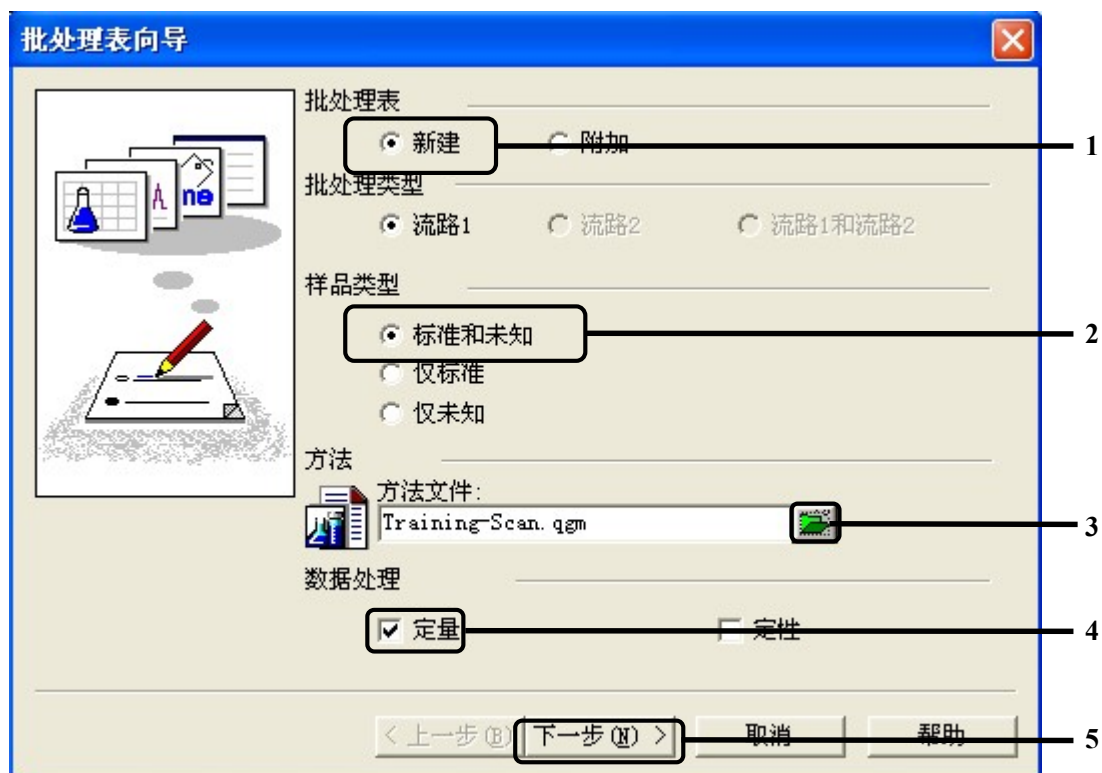


5 单击【确认】。创建并打开了新文件夹。



附录2 利用向导创建批处理表。

单击助手栏中的【向导】图标




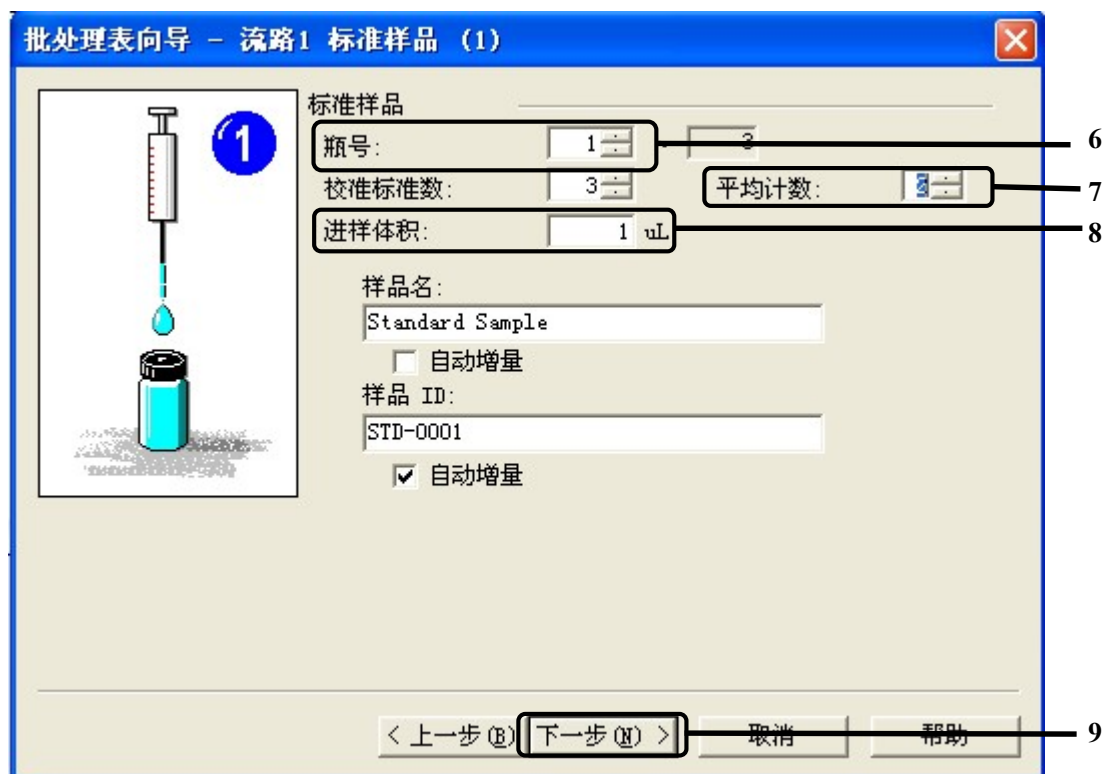
1) 选择【新建】。

2) 当分别分析标准溶液和样品时，选择【标准和未知样品】。当批处理分析完成后，校准曲线和样品定量结果自动完成。

或者，也可以选择所有类型为【仅未知】。当批处理分析完成后，校准曲线和样品定性定量结果不能自动完成，必须进一步通过手动方式生成校准曲线，并

对未知样品进行重新计算。

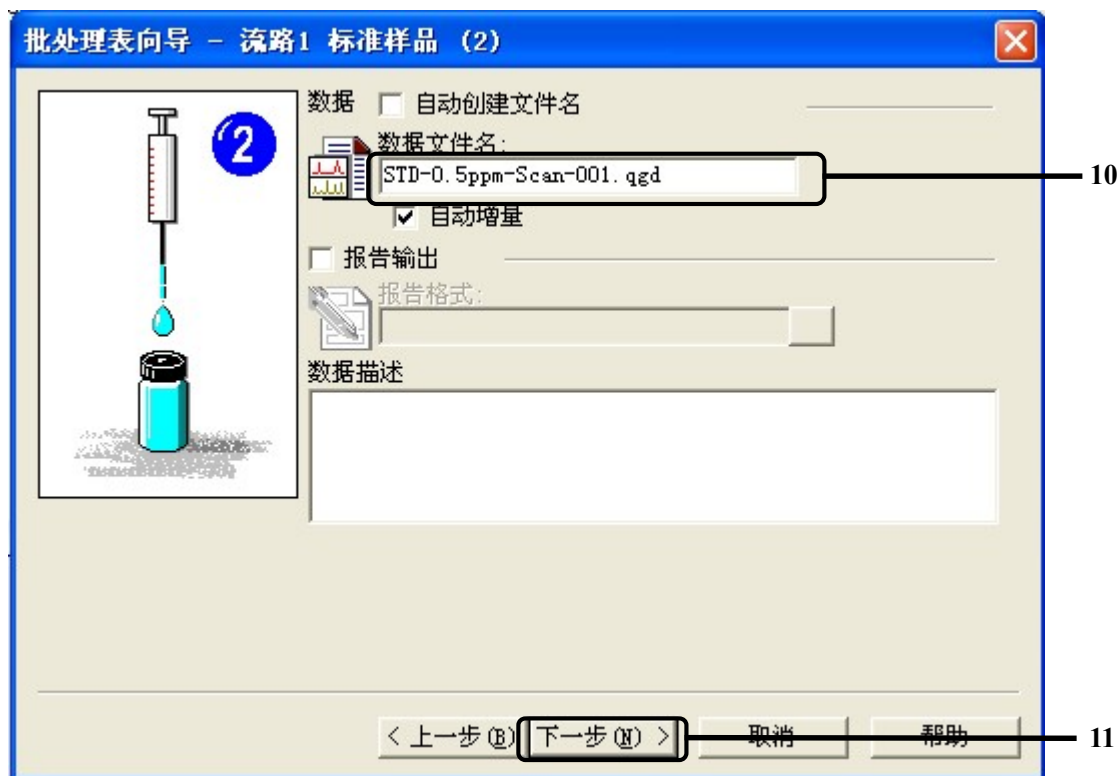
- 3) 单击  并指定要使用的方法文件。
- 4) 选择【定量】。
- 5) 单击【下一步】。



6) 输入【瓶号】。瓶号只需输入第一个号，软件默认标准样品依次顺序排放。

校正点的个数自动从方法中加载。

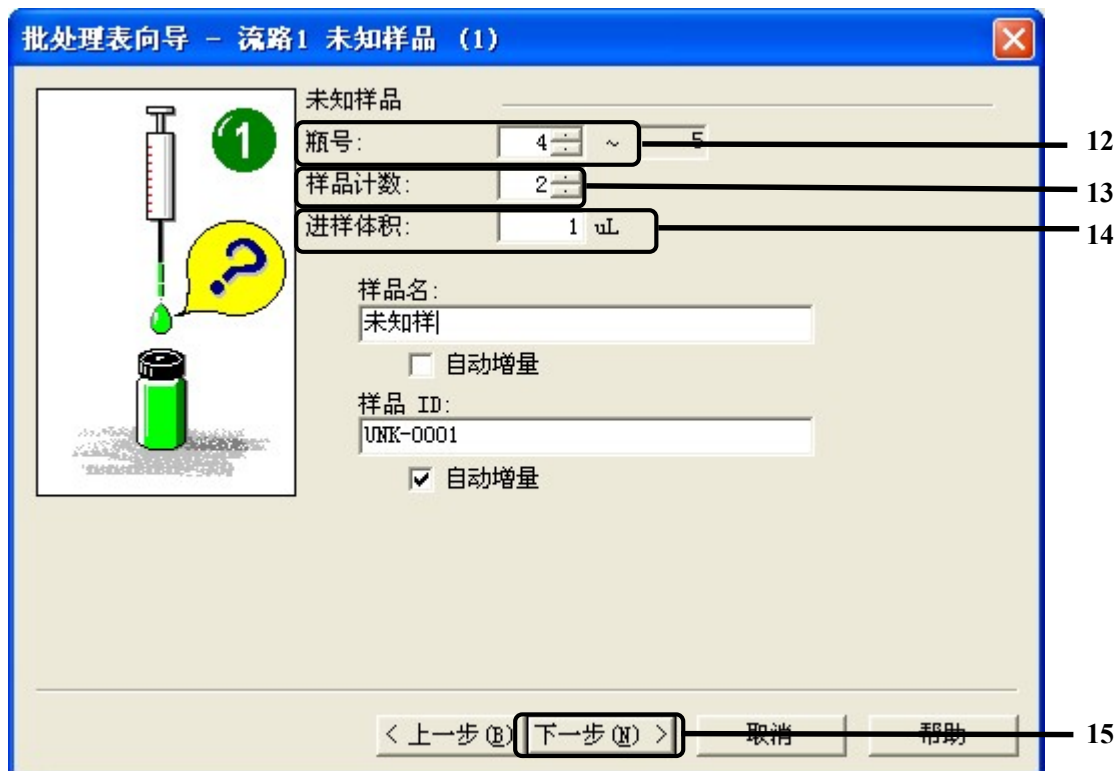
- 7) 输入【平均计数】（对同一标准品进样的重复次数）。
- 8) 输入【进样体积】。
- 9) 单击【下一步】。



10) 输入【数据文件名】。

如果文件名的结尾是一个数字，就须依序对文件进行命名。

11) 单击【下一步】。



- 12) 输入未知样品的【瓶号】。
- 13) 在【样品计数】中输入待分析未知样品的个数。
- 14) 输入【进样体积】。
- 15) 单击“下一步”。



- 16) 输入“数据文件名”。如果文件名的结尾是一个数字，则文件按顺序命名。
- 17) 取消选中“报告输出”。
- 18) 单击“完成”。显示批处理表，如果必要，修改批处理表。

附录 3 GCMS 常见问题

1, 如何判断真空系统是否漏气? 如果系统漏气, 应该如何解决?

答: (1) 如果在峰监测窗口中 m/z 28 强度比 m/z 18 强度大于 2, 则有漏气可能。进一步判断 m/z 28 强度和 m/z 69 强度比例, 小于 2 即不漏气, 若大于 2 则有漏气的可能。

(2) 确认真空启动的时间, 一般情况下真空启动 2 小时后才能达到较稳定的状态。如果启动时间小于 1 小时, 氮气峰可能会略高。

(3) 确认系统是否存在漏气

①如果刚刚更换钢瓶, 载气管路中混入空气, 在一段时间内造成氮气峰较高, 可加大分流比, 使总流量加大到 500 mL/min, 吹扫 10 分钟后再进行漏气检查。

②如果刚刚更换载气管路过滤器, 在一段时间内造成氮气峰较高, 可加大分流比, 使总流量加大到 500 mL/min, 吹扫 10 分钟后再进行漏气检查。

③如果载气管路中安装了氦气过滤器, 使用一段时间后过滤器会产生饱和而释放氮气, 造成峰检测时氮气峰略高, 建议更换新的氦气过滤器。

④氦气纯度不够, 杂质中含有部分氮气, 在峰监测时氮气峰略高。

(4) 经过以上判断, 若在峰监测时依然漏气, 最常见的漏气可能有:

①色谱柱两端的螺母是否紧固。新安装的 Vespale 压环, 需要升温至 200–250°C 保持 10–30 分钟后, 降温重新紧固才能完全密封。

②检查进样口密封垫是否已经超过使用次数, 进样口螺母是否拧紧。

③检查进样口衬管 O 型密封圈是否已经破损, 进样口衬管螺母是否拧紧。

④如果真空腔门的密封圈上沾有灰尘, 也会造成系统漏气。请关闭真空后打开真空腔门, 清除密封圈上的灰尘, 重新启动真空, 进行漏气检查。

2, 真空无法启动如何解决?

答: (1) 检查仪器电源是否打开, 工作站与仪器连接是否正常, 确认系统处于受控状态。

(2) 若低真空无法启动, 检查机械泵与主机之间的电源连接线是否连接正常。

(3) 检查色谱柱与 MS 的连接是否正确, 以及色谱柱中间是否有断裂。

(4) 检查色谱柱流量是否设定过大, 尤其是使用 0.53 内径色谱柱时应注意将流量设定在 15 mL/min 一下。

(5) 检查真空腔门的 O 型密封圈是否安装正常, 真空腔门是否拧紧。

(6) 如果经过以上检查, 真空依旧无法启动, 请联系岛津公司维修站。

3, 色谱柱不使用时应该怎样保存?

答: 色谱柱不使用时, 应该将色谱柱两端堵死。例如, 可将色谱柱的两端插入废弃的进样垫中, 使色谱柱管内与外部空气隔离, 避免空气破坏色谱柱内部涂层。

4, 怎样判断钢瓶减压阀和载气管路是否漏气?

答: 更换新的减压阀、载气管路或者使用一段时间后, 应该检查减压阀和载气

管路是否存在漏气。

检查的方法是：首先停止真空，关闭仪器电源，打开钢瓶总阀。调节减压阀使分压表刻度到 700KPa；然后拧紧钢瓶总阀，并完全松开减压阀，此时记录总压表以及分压表的刻度值。经过一段时间后（如过夜），观察记录的刻度值有无变化。如果分压表刻度下降到零或下降一定刻度则表明分压表到仪器间的载气管路漏气，如果总压表刻度下降到零或下降一定刻度则表明总压表到钢瓶总阀之间漏气。

用检漏液仔细检查，确定漏气的部位，或更换新的减压阀。

5, 多长时间不使用仪器建议停机？

答：如果两天以上没有待测样品，建议可以停止真空，关闭主机电源。由于停止真空时放空阀开启，外界空气进入真空腔体，所以重新启动真空后，建议半小时以后才能打开灯丝，两小时后真空相对稳定，能够得到更加准确的分析结果。

6, 自动进样器的错误信息提示的原因与解决方法。

答：(1) 自动进样器显示-01

确认自动进样器的样品架是否放置好，请重新安装。若已经正确放置，则为样品架传感器污染，请及时清洁。

(2) 自动进样器显示-02

进样针未回到初始状态，原因可能为自动进样器的金属导轨存在较大污染，请清洁导轨并适当润滑。

(3) 自动进样器显示-03

进样针的针杆未能回到初始位置，请将进样针取下，清洗针杆。

(4) 自动进样器显示-011

自动进样器安装不稳定，重新安装 AOC-20i，并确认自动进样器是否存在晃动。若存在较大晃动，调整自动进样器左前侧支架，确认四个支架的支撑点在同一平面上，使 AOC-20i 无晃动。

(5) 自动进样器显示-014

自动进样器的废液瓶没有正确放置

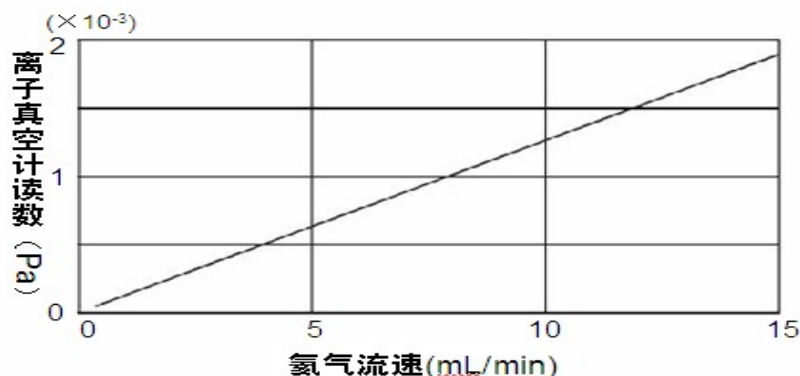
7, 为什么检测器电压不断升高？什么时候需要更换检测器？

答：岛津 GCMS 检测器使用的是电子倍增器，电子倍增器具有一定使用寿命，会随着使用时间的延长而逐渐衰减。当自动调谐检测器电压大于 1.8kV 时需要更换新的电子倍增器。

8, 柱流量与真空度之间的关系？

答：真空度主要取决于三个因素：真空泵的排气性能、真空腔体及腔体内的部件所脱附出的气体、流入真空腔体的载气。对于一个型号的质谱仪，真空泵的排气性能是相对稳定的，真空启动一段时间后，真空腔体内的残留气体以及所脱附出的气体被真空系统排出，这时的真空度主要取决于流入真空腔体的载气。载气流速越大，真空度会越差，此时的真空度近似正比于载气的流速。如下图

载气流速与真空程度



9, 谱库检索匹配度不高或检索不成功的原因?

答: (1) 样品浓度过低会造成匹配度下降, 匹配度低时可适当提高样品的浓度或降低分流比。

(2) 样品中目标化合物与其他物质没有完全分离, 目标化合物的保留时间有其他物质峰与目标化合物重叠。

(3) MS 参数设定时是否使用了 Scan 的扫描方式, 扫描的质荷比范围是否包含了样品的全部特征离子碎片。

(4) 目标化合物质谱图处理是否合适, 选择目标化合物质谱图有两种方式, 峰顶点质谱图和一段质谱图的平均。扣除背景的方法有单点基线扣除和一段基线的平均扣除等方法。请尝试多种获取质谱图的方式, 以获得较高的匹配度。

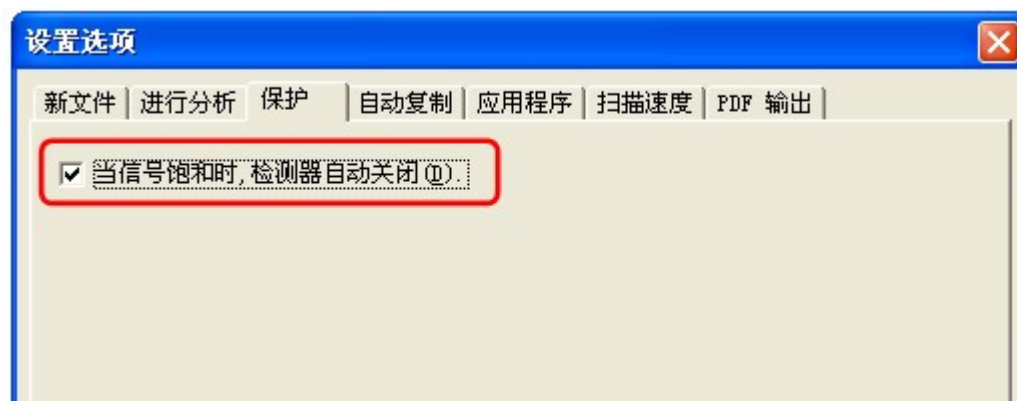
(5) 标准谱库中不含有目标化合物。

(6) 在“调谐条件”窗口中选择“初始化”调谐, 样品分析时使用最新的调谐文件。

10, 在检测过程中, 为什么会出现检测器饱和? 怎样关闭检测器饱和?

答: 电子倍增器通常将离子流放大 10^4 到 10^7 倍, 然后信号经放大器放大输出处理。如果样品浓度较高, 离子流通过检测器的放大超出检测器的检测上限, 就会出现“检测器饱和”的提示信息。出现检测器饱和时, 系统会自动关闭灯丝, 停止检测。

可以通过软件的设置关闭检测器饱和。在 GCMSolution 软件中, 可以在“工具”菜单下选择“选项”, 在“设定选项”窗口中选择“保护”标签, 去除检测器自动保护选项, 这样在分析样品时将不再出现检测器饱和的提示信息。



11, 如何确定溶剂延迟时间?

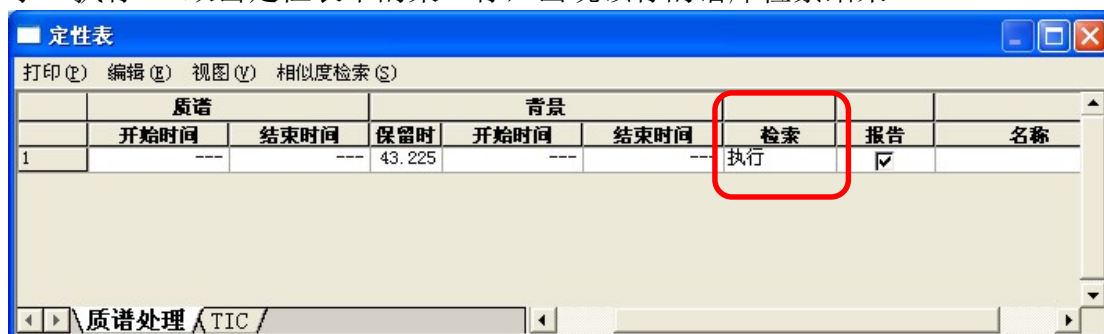
答: 使用不同溶剂和不同色谱柱, 溶剂出峰时间会有所差异。我们可以通过高、低真空值的变化来确定溶剂出峰的时间。在溶剂出峰时, 高、低真空值会急剧下降。等溶剂出峰完毕后, 高、低真空值会迅速恢复到原来的数值。因此可以判断出溶剂出峰的时间段, 根据溶剂出峰完毕的时间来设定溶剂切除时间。

具体操作可以在分析实际样品前单独进一针溶剂, 而不用进行样品注册和启动 GC, MS 分析数据, 通过观察高低真空的变化来确定溶剂的出峰时间。

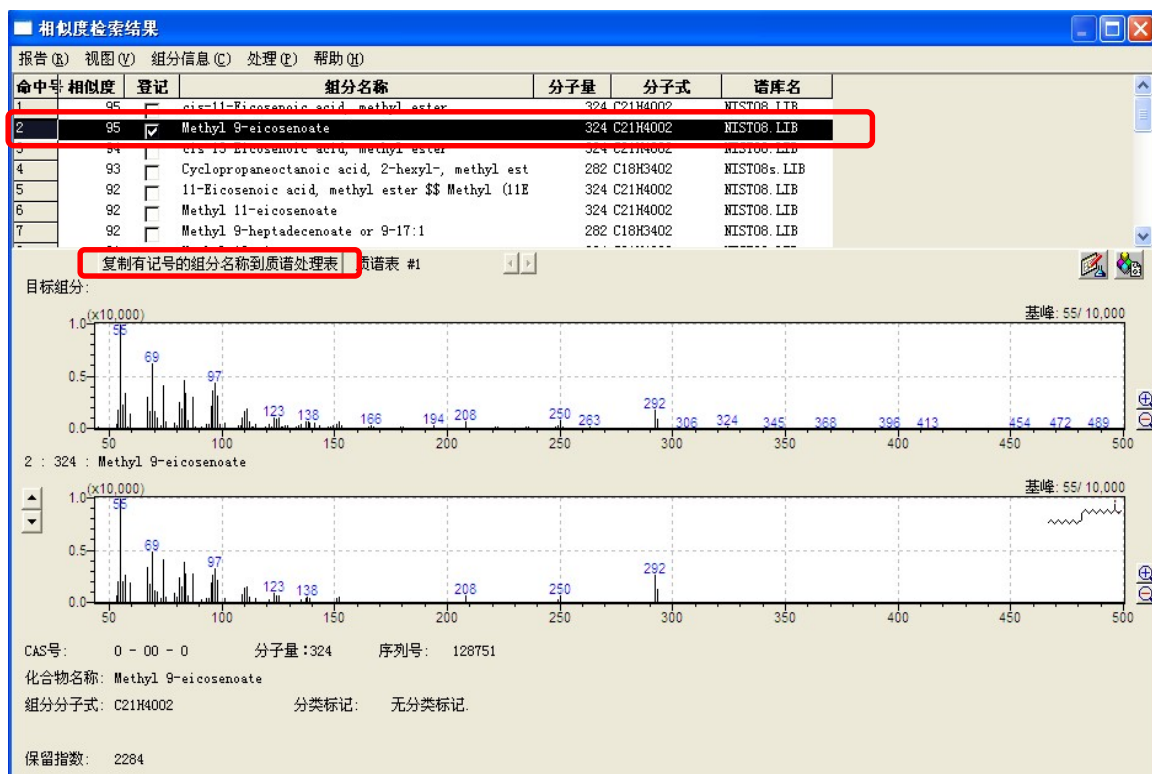
12, 如果需要打印谱库检索结果, 怎样只打印谱库检索选定的结果?

答: 对未知样品的数据在后处理部分分析时, 一般情况我们设定谱库检索最大命中数为 5~25 个。这样在谱库检索结果中, 有匹配度从大到小显示数目的检索结果。通常情况下, 我们从检索结果中确定目标化合物为某一检索结果, 但此检索结果不一定是匹配度最高的结果。如果打印谱库检索的结果, 按照以下设置可以只打印检索选定的结果:

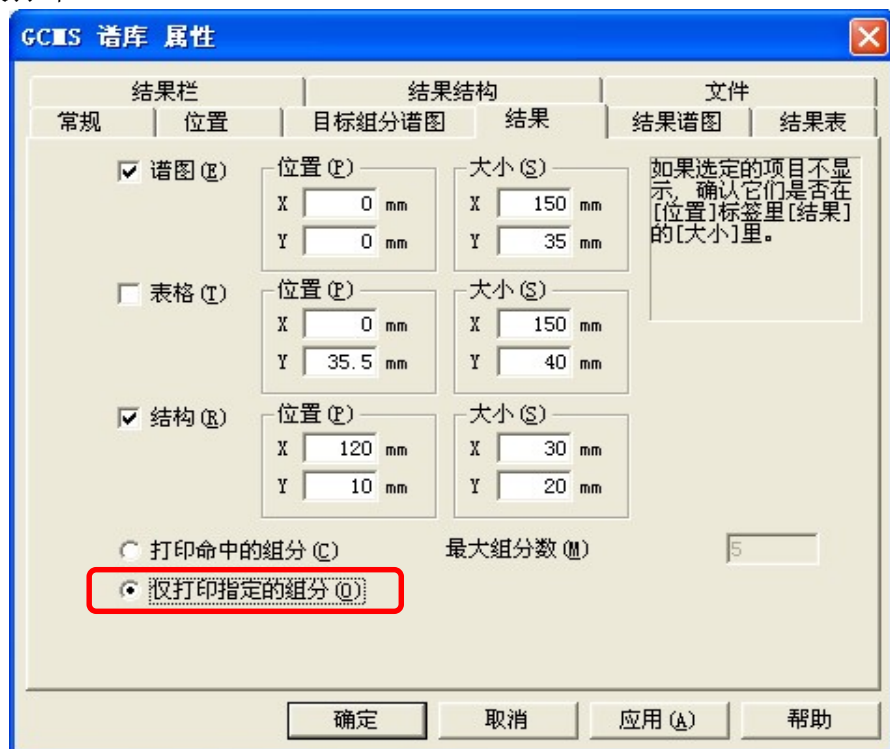
(1) 在质谱处理表中, 设定检索参数, 谱库检索完成后, 在“检索”栏中显示“执行”。双击定性表中的某一行, 出现该行的谱库检索结果。



(2) 在谱库检索结果中, 按匹配度由大到小显示检索结果。鼠标左键单击结果中的某一行, 该行的化合物标准谱库信息显示在下面的质谱图中, 同时“登记”栏中被选定。此时如果按下“复制有记号的组分名称到质谱处理表”键, 即确定了“登记”栏为目标化合物的检索结果, 同时在质谱处理表的“名称”栏中显示此检索结果的名称。



(3) 在报告中，添加检索结果项。在检索结果项任意处双击鼠标左键，出现 GCMS 谱库的属性设置。在“结果”栏中，选择“仅打印指定的组分”。此时，在检索结果选项中只有确定的检索结果显示，如果打印，也只有确定的检索结果才被打印。



13, 为什么在定量结果中会显示“参考离子比率不匹配”？

ID#	名称	浓度	保留时间	类型
1	Phorate	0.00786	13.443	目标
2	Parathion-meth	0.00421	17.612	目标
3	Fenitrothion	参考离子比率不匹配.		
4	Malathion	0.17863	18.617	目标
5	Chlorpyrifos	0.00987	18.809	目标
6	Parathion	0.01148	19.509	目标
7	Triadimefon	0.17513	19.219	目标

答：在对未知样品的数据定量分析时，如果在定量结果表中显示以上的信息，则表明此目标化合物的参考离子与目标离子的比例超出允许的偏差值。

在做标准样品的化合物组分表时，在“组分表向导”的第五步，要设置一个为“缺省离子允差”的参数。这个参数的意义就是记录标准样品中参考离子和目标离子的比例值，比如设置为 70%。当对未知样品定量分析时，如果未知样品的参考离子与目标离子的比例值超过标准样品中比例值的 70%，就会显示以上的信息。所以，“缺省离子允差”的值设置的越小，参考离子与目标离子的比例值（也称为丰度比）允许的偏差越小。

在每一个级别中输入标样的浓度，使用内标法时设定内标量。如果不使用参考离子，在参考离子栏中输入零。

浓度

标样量 (S):

级别	浓度
1	1
2	2
3	3

内标 (I):

1

离子设置

目标离子 (T):

TIC MIC MC

参考离子 (R):

2

质量数的小数位数 (Q):

无

缺省离子允差 (A):

70 %

< 上一步 (B) 下一步 (N) > 取消 帮助

SIM 检测方式通常用于定量，同时也有辅助定性的功能。SIM 辅助定性是通过参考离子与目标离子的丰度比和标准样品相应离子的丰度比进行比较，从而确定目标化合物的定性信息。设定“缺省离子允差”值限定丰度比允许偏差的范围，根据检测实际要求的严格程度设定此值。

14. 为什么定量结果中会显示“在时间窗/时间带范围内没有发现峰”？

ID#	名称	浓度	保留时间
3	Fenitrothion	0.01920	18.
4	Malathion	0.17784	18.
5	Chlorpyrifos	在时间窗/时间带范围内没有发现峰。	
6	Parathion	0.01155	19.
7	Triadimefon	0.17524	19.
8	Pendimethalin	0.01764	20.
9	Heptachlor-epoxide	1.00000	20.

答：在对未知样品的数据定量分析时，如果在定量结果中某一目标化合物的行显示以上的信息，则表明在时间窗（或时间带）的范围内没有检测到目标化合物的峰。有可能是样品中不含有此目标化合物，或含量低于仪器对于此目标化合物的检测限，也有可能是积分参数设置不合适，目标化合物的峰未被识别。

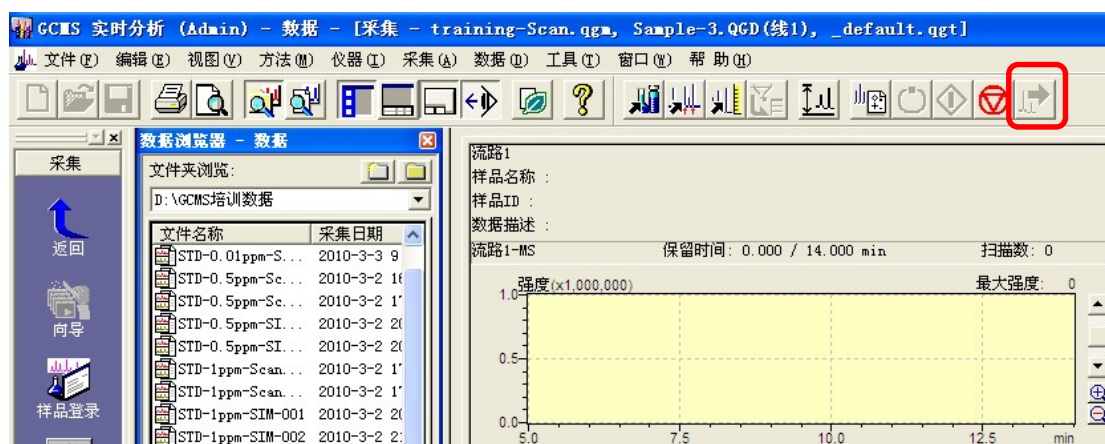
15, 为什么定量结果中会显示“未检测到峰”？

ID#	名称	浓度	保留时间	类型
1	Phorate	0.00872	13.464	目标
2	Parathion-meth	0.00498	17.401	目标
3	Fenitrothion	未检测到峰。		
4	Malathion	0.22704	18.616	目标
5	Chlorpyrifos	0.00893	18.816	目标
6	Parathion	0.01758	18.811	目标
7	Triadimefon	0.16677	19.218	目标

答：在对未知样品的数据定量分析，如果在定量结果中某一目标化合物的行显示以上的信息，则表明在此保留时间内没有检测到峰。有可能是样品中不含有此目标化合物或含量低于仪器对于此目标化合物的检测限。

16, 可以在采集数据的过程中延长分析的时间吗？

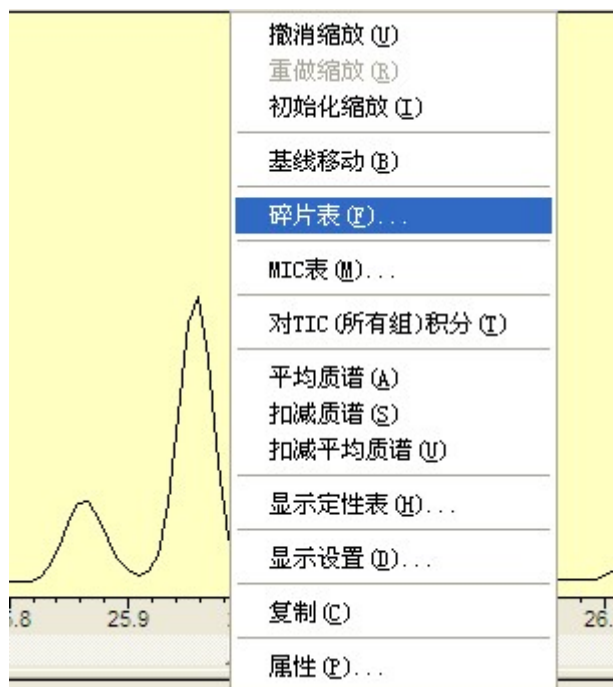
答：可以。在采集数据的过程中，如果发现目标化合物还没有流出色谱柱，想延长分析的时间，可以按下最右侧的快捷键“延长”，输入延长的分析时间。



17, Scan 方式分析完样品后, 如果在样品数据中没有发现目标化合物应怎样处理?

答: 在 Scan 方式分析时, 如果在分析的样品中针对地分析某一个或几个目标化合物。分析完样品后, 由于目标化合物的浓度低或样品处理后的基质噪音偏高等原因, 样品数据中没有发现很明显的目标化合物的峰, 可以通过设置处理参数来进一步确定目标化合物是否出现。具体操作步骤为:

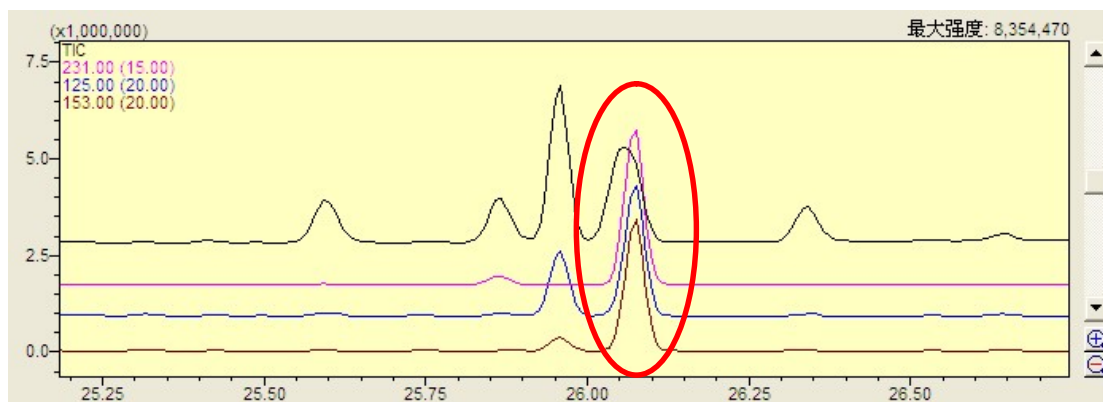
(1) 在色谱图上点击鼠标右键, 在弹出菜单中选择碎片表。



(2) 在质量色谱图的碎片表窗口中输入目标化合物的特征离子碎片。如果不知道目标化合物的特征离子碎片, 可以在谱库编辑器中从标准谱库中查找。



- (3) 总离子流图中同时显示以上输入的质量碎片的色谱图。如果输入目标化合物的几个特征离子碎片同时出现在总离子色谱图的某一位置，此保留时间所对应的色谱峰有可能是要查找的目标化合物，需要查看特征离子碎片的丰度比或进行谱库检索才能确认。



18. 样品不出峰有那些原因?

答: (1) 确认自动调谐能否通过, 调谐结果是否正常。

(2) 检查色谱柱的连接是否正常, 色谱柱连接过紧可能会使柱子阻塞甚至断裂, 造成样品无法达到离子源, 因此无法出峰。

(3) 检查色谱柱接入检测器的长度是否合适, 选择的色谱柱是否适合分析此样品。

(4) 检查玻璃衬管是否填充石英棉, 以及填充的量是否合适。

(5) 如样品具有较高的吸附性, 应使用去活衬管和石英棉。

(6) GCMS 与其他设备联用时, 检查其它设备运转是否正常。

(7) 检查样品前处理是否合适, 样品是否稳定。

(8) 检查仪器参数设置是否合适: SIM 模式下选择的特征离子是否正确, Scan 模式下扫描范围是否包含样品的特征离子。

(9) 改为不分流的进样方式、加大进样量、使用高压进样、采用 SIM 的采集方式、加大检测器电压都可以提高分析的灵敏度。