

GCMS-QP2010 定量分析

说明

本资料以 13 种混合农残样品的定量分析为例，配合《GCMS-QP2010 操作手册》详细说明了如何使用 GCMS 做定量分析。

样品：

样品 1：13 种混合农残标样，浓度各 100 μ g/L

样品 2：13 种混合农残标样，浓度各 500 μ g/L

样品 3：13 种混合农残标样，浓度各 1000 μ g/L

样品 4：未知样品

13 种混合农残标样包含：

Dichlorvos, Fenobucarb, Simazine, Propyzamide, Diazinon, TPN,
Iprobenfos, Fenitrothion, Thiobencarb, Isoprothiolane, Isoxathion,
CNP, EPN。

1. 开机

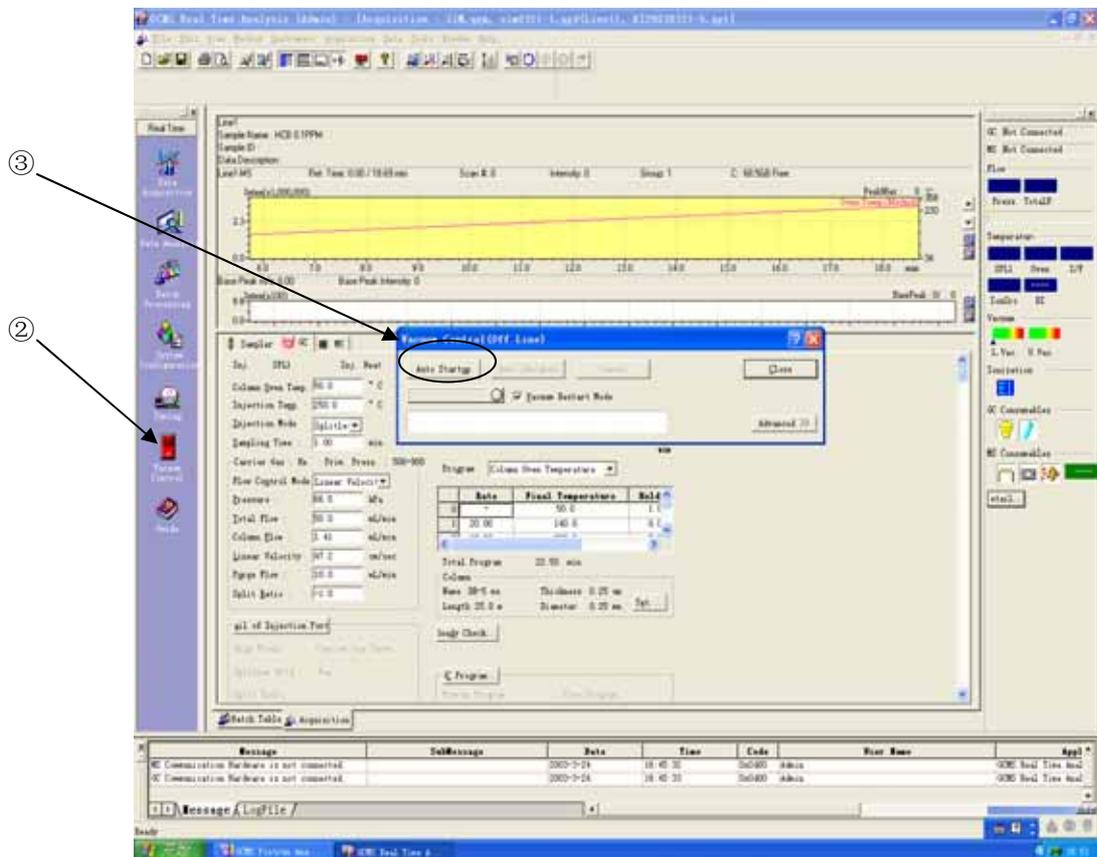
①点击[GCMS Real Time Analysis]

②点击[Vacuum Control]



③点击[Auto Startup]

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》4.1 真空系统的启动、停止



2 调谐

①点击[GCMS Real Time Analysis]辅助栏中的[Tuning], 打开调谐窗口。



②真空稳定后, 点击[Peak Monitor View], 进行泄漏检验。



③点击[Auto Tuning Condition], 设置调谐条件



④点击[Start Auto Tuning], 进行自动调谐。

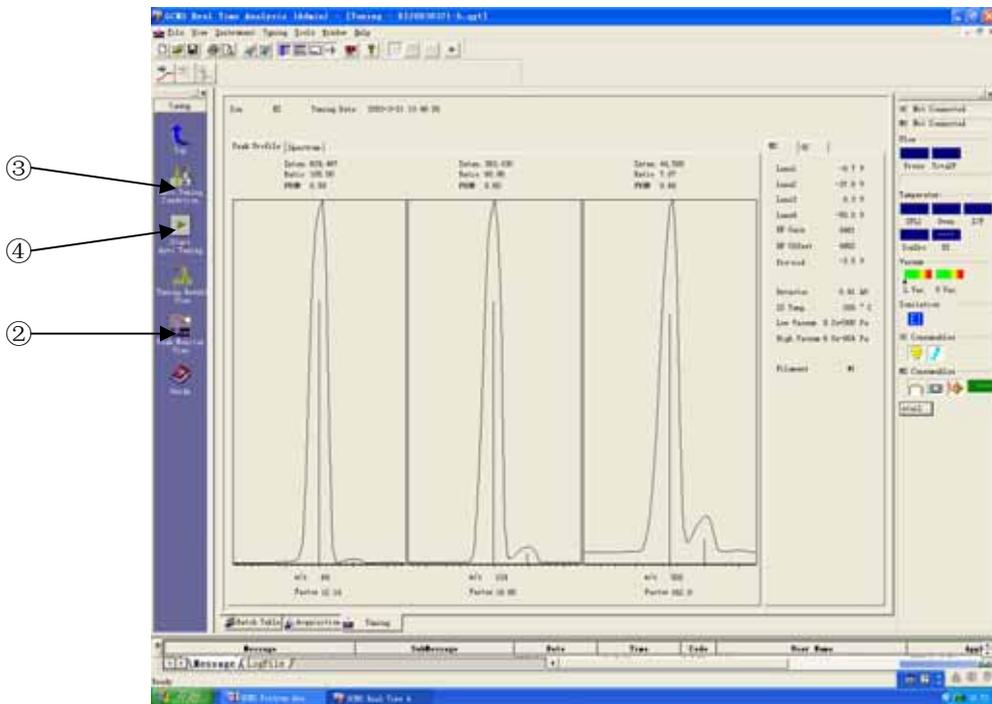


⑤结束后, 输出调谐报告。

⑥点击[File], 选择[Save Tuning File As], 保存调谐文件。

⑦关闭调谐画面。

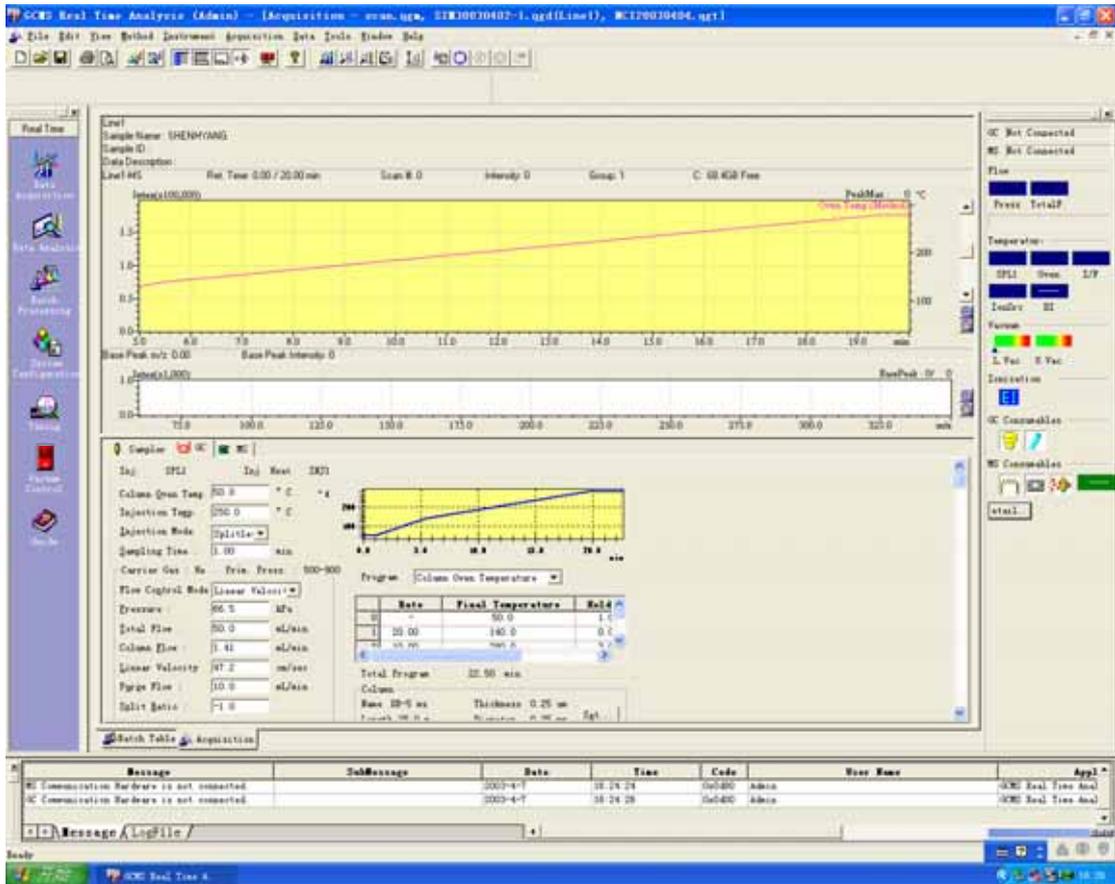
详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》4.2 泄漏检查, 5.1 自动调谐



调谐报告

3 分析条件的设定

点击辅助栏中的[Data Acquisition],输入自动进样器、GC 和 MS 的分析条件。
选择[File]菜单中的[Save Method File As],输入方法文件名,点击[Save]。
详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.1 分析条件的设定



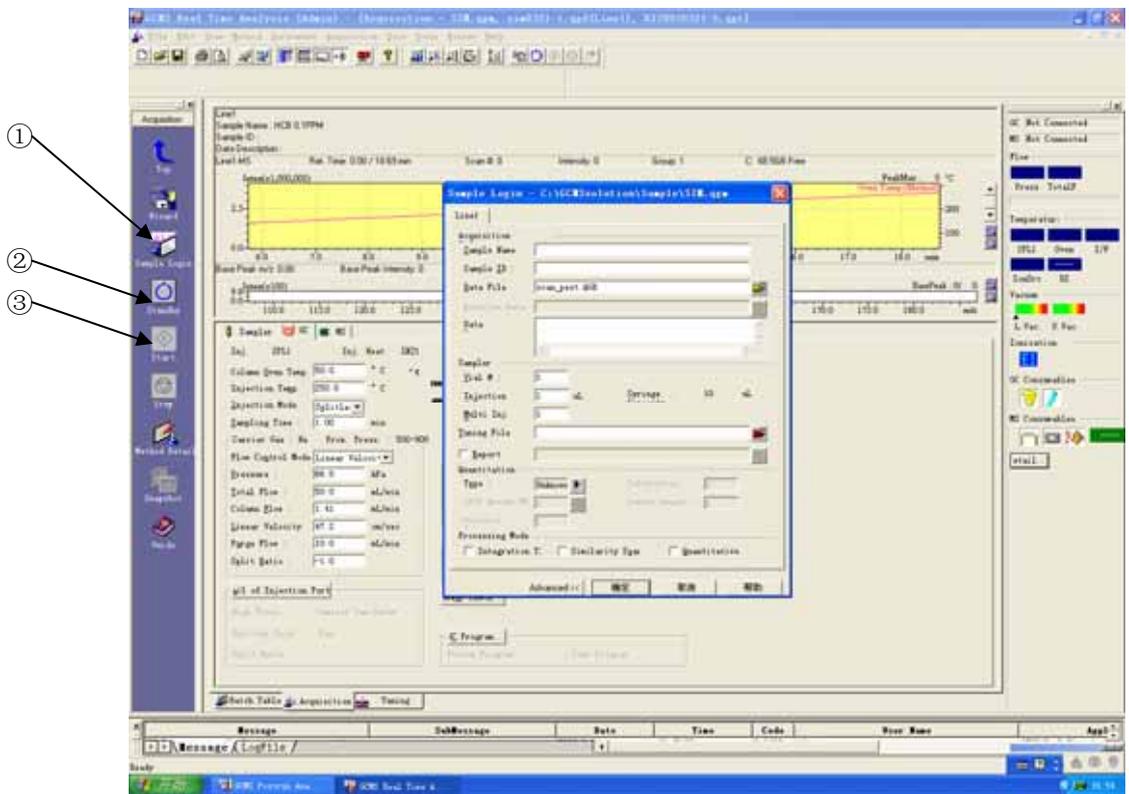
4. 数据采集

①点击 [Sample Login], 输入数据文件名等信息, 进行单次分析。

②点击[Standby], 传输数据

③进样后, 点击[Start], 开始数据采集。

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.2 数据采集



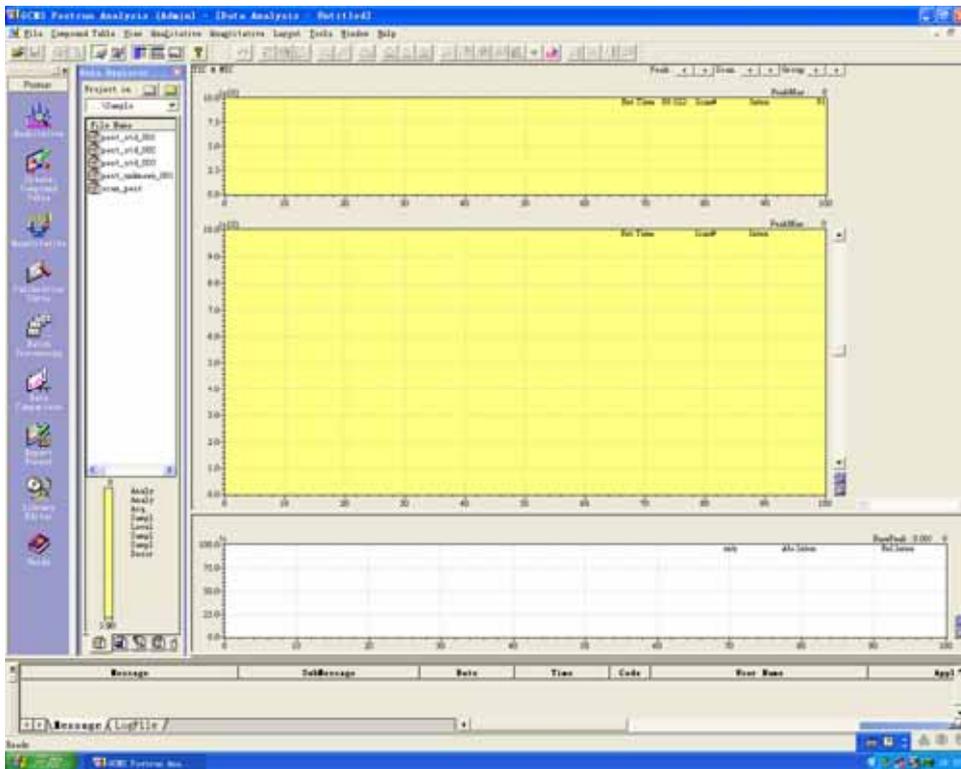
5. 做 SIM 表

分析完成后，点击[GCMS Postrun Analysis]，进入后处理窗口

5.1 点击辅助栏中的[Qualitative]，

打开数据文件[scan-pest.qgd]，对每一个峰定性，做谱库检索，根据其标准质谱图，选择合适的定量离子（2-3 个），由定量离子和保留时间，做 SIM 表。

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.3 数据处理



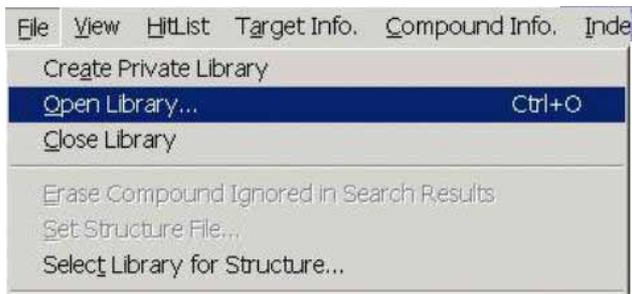
5.2 已知定量组分信息做 SIM 表

如果已知定量组分的信息，根据组分的化合物名称、分子量等信息，直接在标准谱库中检索该物质的标准质谱图，从而得到定量离子，由定量离子和保留时间，做 SIM 表。

①点击辅助栏中的[Library Editor],



②点击菜单中的[file]→[Open Library],选择标准谱库



③在检索参数中输入化合物名称、分子量等信息，点击菜单中[Index Search] →[Start]得到检索结果。详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.3.5 谱库检索

The screenshot displays the GCMS-QP2010 software interface. On the left is a vertical toolbar with icons for Quantitation, Calibration Curve, Batch Processing, Data Comparison, Report Format, Library Editor, and Guide. The main window is divided into several panels:

- Parameters Table:**

Index	Parameter	Upper/Lower	# of Hit
2	Mol Wt	284-500	No need to set 55960
3	Capd Name	<input checked="" type="checkbox"/> Match Case	55960
- Hit List Table:**

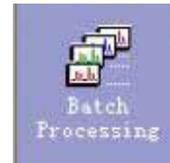
Hit#	Capd Name	Mol Wt	Formula
1	Propane, 1,1,1,2,2,3-hexachloro-3,3-difluoro- δ	284	C9Cl6F2
2	3,4-Dibromothiophene-2-carboxylic acid $\delta\delta$ 3,4-D	284	C5H2Br2O2S
- Mass Spectrum:** A plot of Intensity (x100) vs. m/z. The base peak is at m/z 85. Other significant peaks are at m/z 117, 121, 129, 166, 179, 201, 231, 251, and 267. A chemical structure of Propane, 1,1,1,2,2,3-hexachloro-3,3-difluoro- δ is shown above the spectrum.
- Search Details:**

CAS# : 661-96-1 Mol Wt 284 Serial# 85322
Capd Name : Propane, 1,1,1,2,2,3-hexachloro-3,3-difluoro- $\delta\delta$ 1,1-Difluoro-1,2,2,3,3,3-hexachloro- δ
Capd Form : C9Cl6F2
Class : No Class Flags.

6. 批处理分析

①点击[GCMS Real Time Analysis]辅助栏中的[Batch Processing],对样品进行批处理分析。

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》8 批处理



②点击辅助栏中的[Start],开始数据采集。

The screenshot shows the GCMS Real Time Analysis (Admin) software interface. The main window displays a table with the following data:

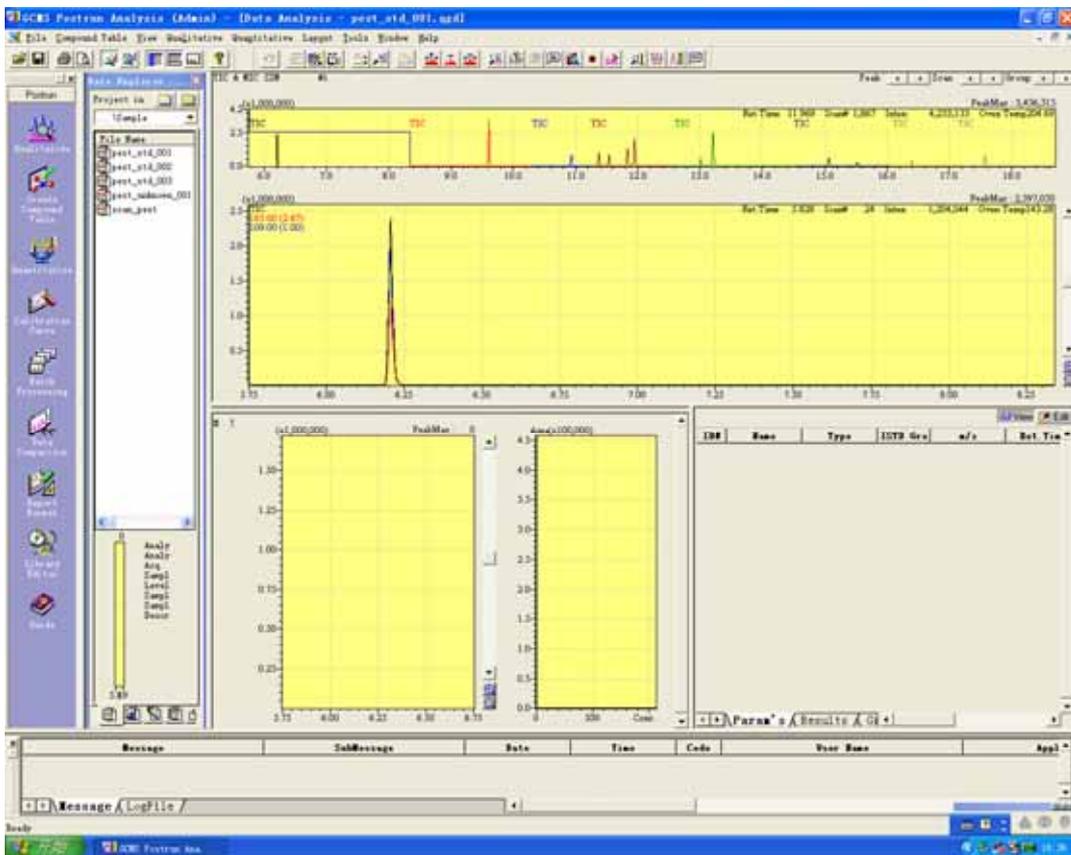
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume
1	1		VNK-0001	0: Unknown	IT QT	n\Sample\SIM.qm	t_std_001.qgd	1	1
2	2			0: Unknown	IT QT	n\Sample\SIM.qm	t_std_002.qgd	1	1
3	3			0: Unknown	IT QT	n\Sample\SIM.qm	t_std_003.qgd	1	1
4				0: Unknown	IT QT	n\Sample\SIM.qm	known_001.qgd	1	1
5	1			0: Unknown	IT QT			1	1

On the left side of the interface, there is a vertical toolbar with several icons. A circled number "2" with an arrow points to the "Start" button, which is represented by a green play button icon.

7 数据处理

分析完成后，点击[GCMS Postrun Analysis]，对数据进行后处理。

点击[Quantitative]，打开数据文件[pest-std-001]



7.1 制作标准曲线

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》7.3 标准线的做成

7.1.1 登记目标组分

有两种方法，任选其一。

- ① 将目标组分登记入质谱处理表。

详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.3.6 登记目标化合物

- ② 点击辅助栏中的[Peak Inergration for All TICs]，设定合适的积分参数，对目标组分积分。



7.1.2 制作定量表

- ① 点击辅助栏中的[Create Compound Table]



- ② 点击辅助栏中的[Wizard(New)], 出现如下窗口。



- ③ 输入 Wizard 表 1/7

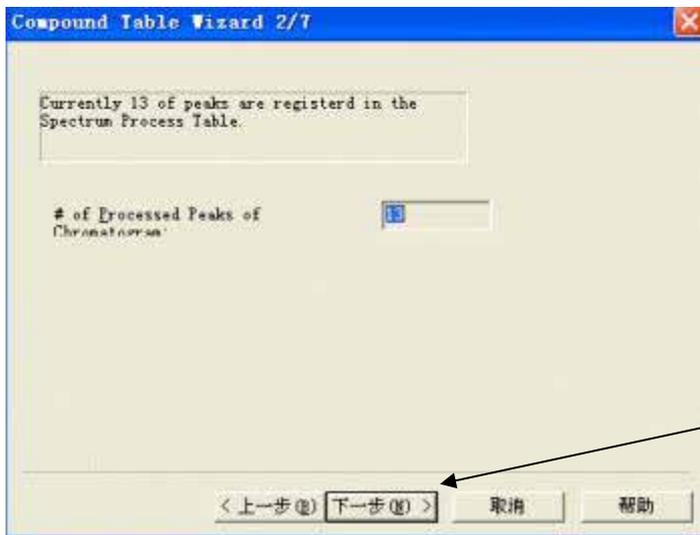
The screenshot shows the "Compound Table Wizard 1/7" dialog box. The window title is "Compound Table Wizard 1/7". On the left, there is a graphic of a molecular structure and a table. The main text area contains the following text: "This wizard automatically creates a Compound Table from the spectra registered in the Spectrum Processing Table. Keep in mind that the previous Compound Table is deleted." Below this text, there are two radio button options: "Use current Spectrum Process Table" (which is selected) and "Integration of TIC". Below these options are two buttons: "Integration Param..." and "Spectrum Format...". At the bottom of the dialog, there are four buttons: "< 上一步(B)", "下一步(N) >", "取消", and "帮助".

(a) 使用质谱处理表中的组份

(b) 使用积分结果
二者任选其一

(c) 单击[下一步]，出现下一窗口

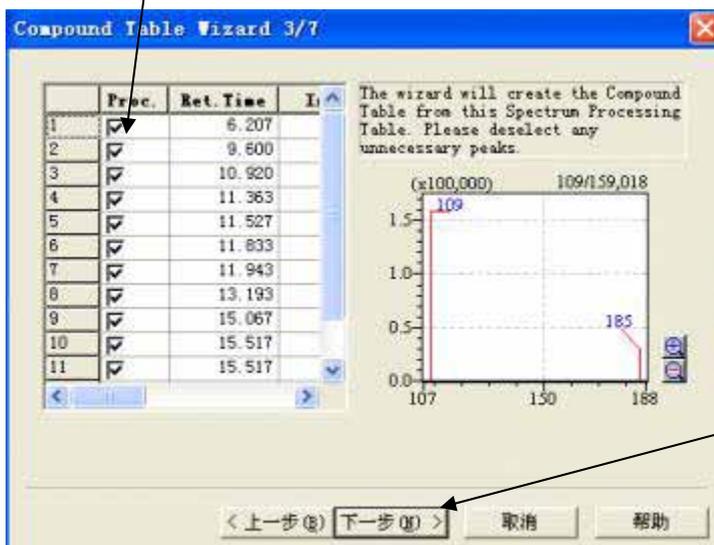
④ 输入 Wizard 表 2/7



单击[下一步], 出现下一窗口

⑤ 输入 Wizard 表 3/7

通过质谱显示切换选择目标组分的质谱



单击[下一步], 出现下一窗口

- ⑥ 输入 Wizard 表 4/7
输入表中的定量参数

Compound Table Wizard 4/7

Quantitative Method: External Standard

Unit: ug/l

Calculated: Area Height

Calibration Curve

of Calib: 3

Curve Fit Type: Linear

Zgro: Not Forced

Weighted: None

Format of Concentration: Decimal Signific: 5

Grouping: Sun Conc

< 上一步(B) 下一步(N) > 取消 帮助

单击[下一步], 出现下一窗口

- ⑦ 输入 Wizard 表 5/7
设定标样的浓度和参考离子

Compound Table Wizard 5/7

First, enter the standard concentration for each level. Then set the amount of internal standard to use in the Internal Standard field. In the Number of Reference Ions field, enter zero to use no reference ion.

Concentration

Standard:

Level	Conc.
1	100
2	500
3	1000

Internal #: 10

Ion Settings

Target Ion: TIC MIC MC

of Reference Ions: 1

Decimal for mass: None

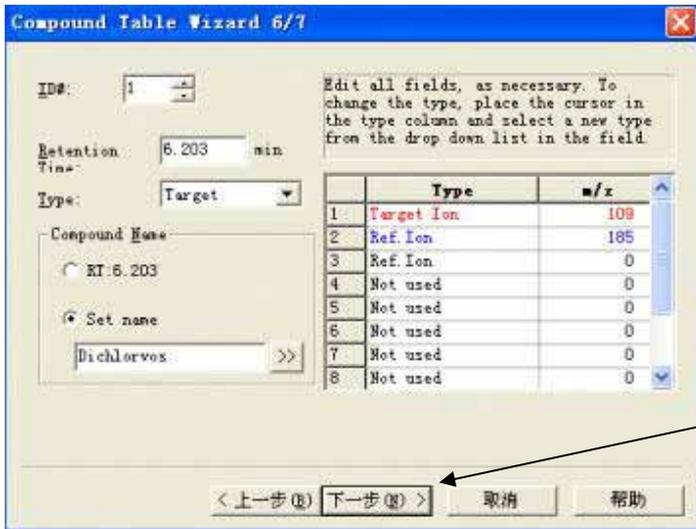
Default Ion: 70 %

< 上一步(B) 下一步(N) > 取消 帮助

标样浓度

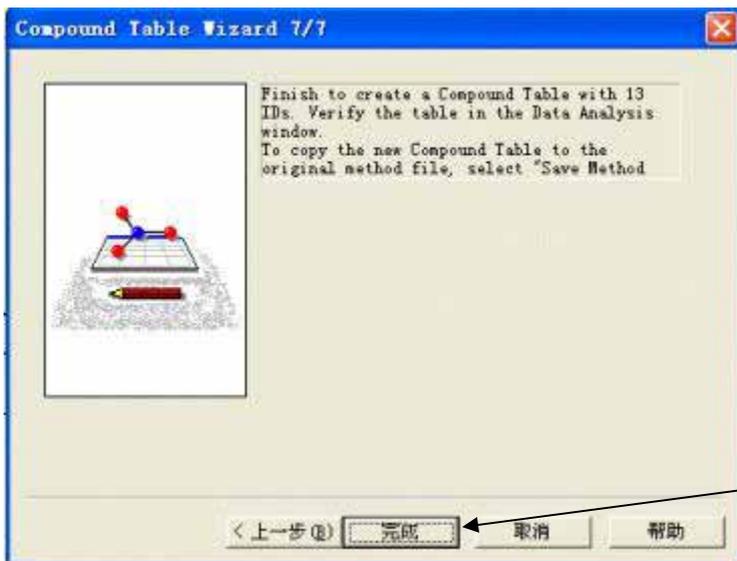
单击[下一步], 出现下一窗口

- ⑧ 输入 Wizard 表 6/7
设定组分的类型、保留时间、名称等。



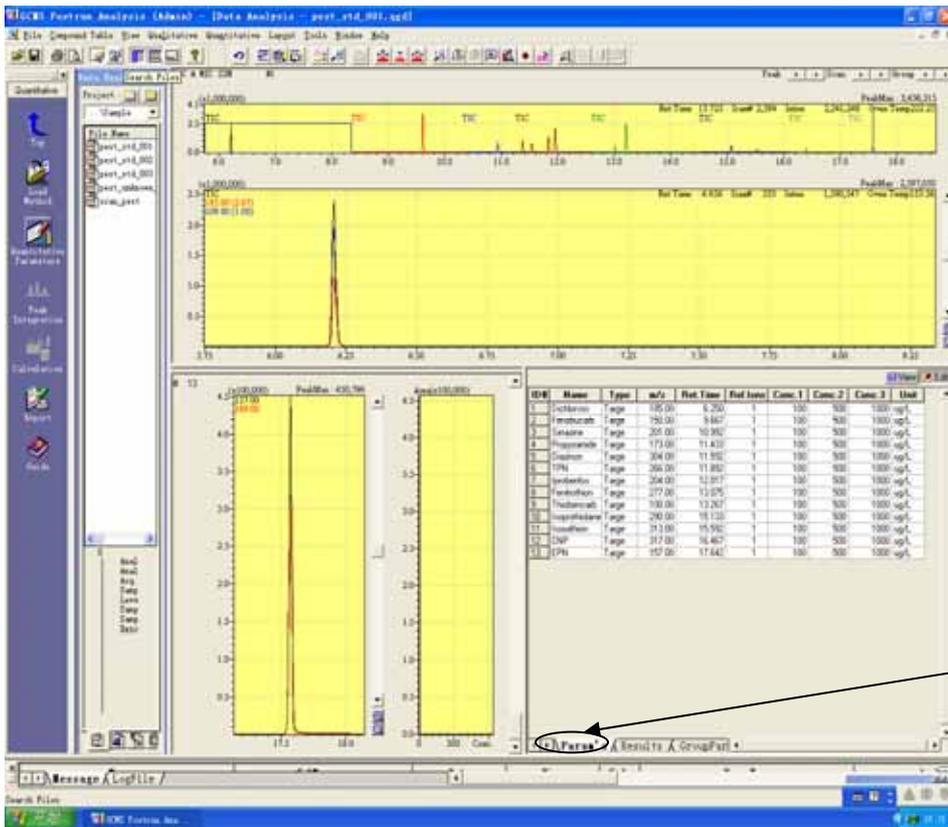
单击[下一步], 出现下一窗口

- ⑨ 输入 Wizard 表 7/7



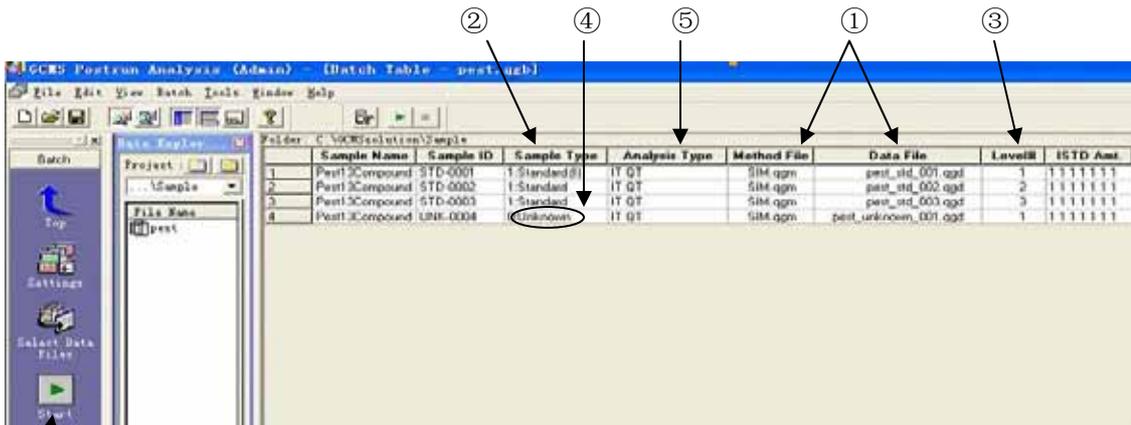
单击[完成], 完成定量表的设定

⑩ Wizard 表完成后，在窗口的方法参数中，出现完成的定量表。



7.1.3 运行批处理表，生成校准曲线

- ① 点击[Batch Processing], 调出样品的[Data File], [Method File],
- ② 标样的[Sample Type]设置为 Standard, 用于做校准曲线;
- ③ [Level#]按不同浓度点设置为 1,2,3.
- ④ 未知样品的[Sample Type]设置为 Unknown, [Level#]为 1.
- ⑤ [Analysis Type] 设置为 “IT QT”.

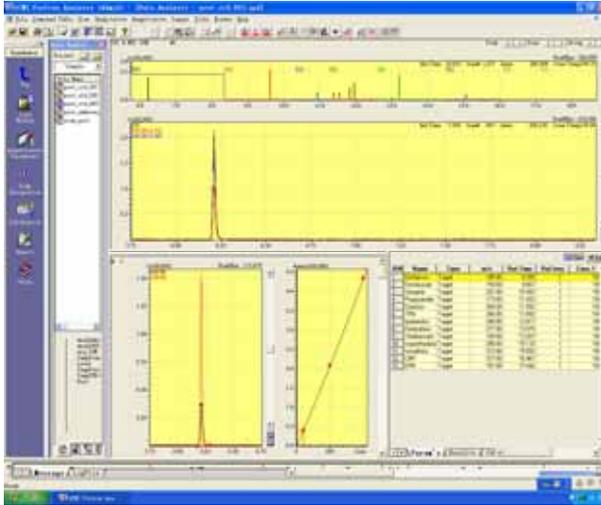


- ⑥ 点击[Start], 运行 Batch 文件。完成后，关闭批处理窗口。

7.1.4 浏览和修正校正曲线

有两种方式可以浏览校正曲线

- ① 点击辅助栏中的[Quantitative]，打开数据文件[pest-std-003]，可看到校准曲线。

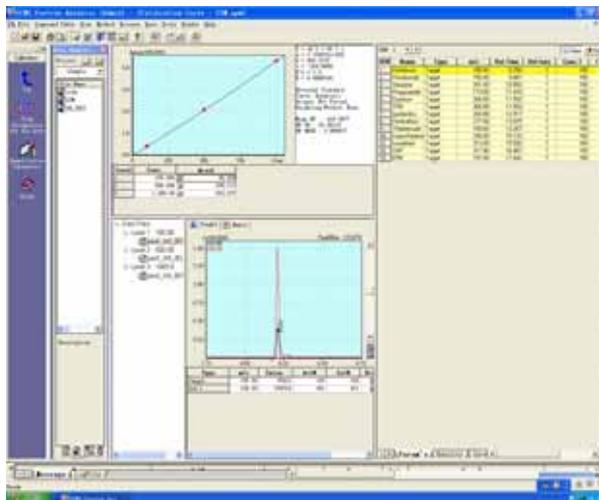


- ② 点击[Calibration Curve], 点击方法文件[SIM.qgm], 可看到校准曲线的详细情况。

注：如果没有做出校准曲线，可能的原因有：

- a. 积分参数不合适，目标组分没有被积分。需要重新设置积分参数。或在此处，对目标组分采用手动积分。
- b. 定量表中设定的参考离子比不正确，可参照标样的质量碎片的相对强度比重新设定。

修改参数后，重新运行批处理，得到正确的校准曲线。



7.2 未知样品的定量

- ① 打开未知样品数据文件[pest-unknown-001]，点击[Results], 可看到定量结果。
- ② 标准曲线保存在方法文件中，使用相同的方法文件运行未知样品，即可得到定量结果。

