

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

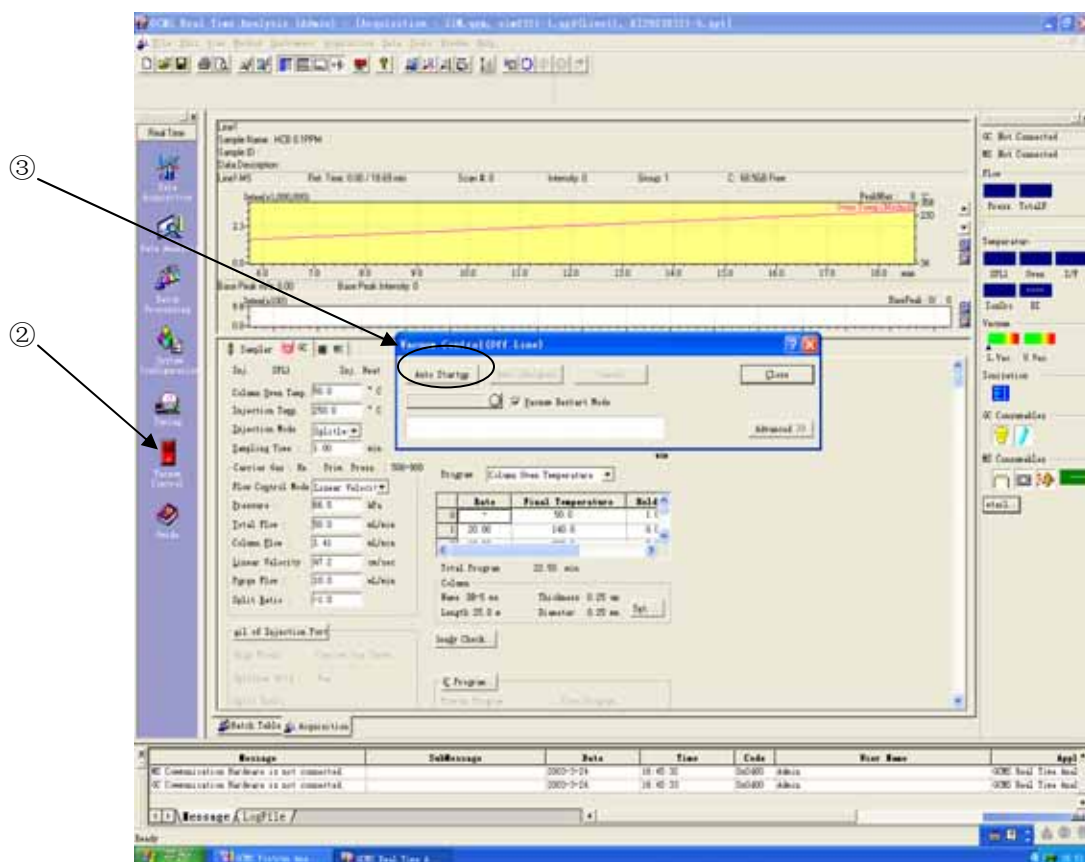
①点击[GCMS Real Time Analysis]

②点击[Vacuum Control]



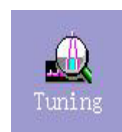
③点击[Auto Startup]

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

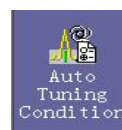
①点击[GCMS Real Time Analysis]辅助栏中的[Tuning], 打开调谐窗口。



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。

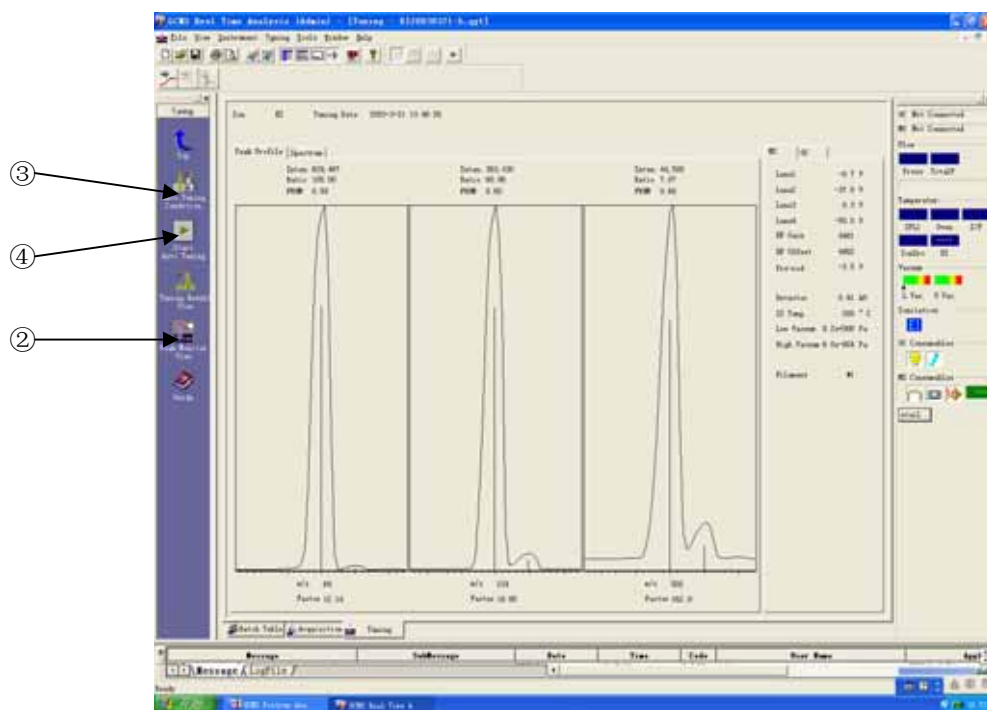


⑤结束后, 输出调谐报告。

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

⑦关闭调谐画面。

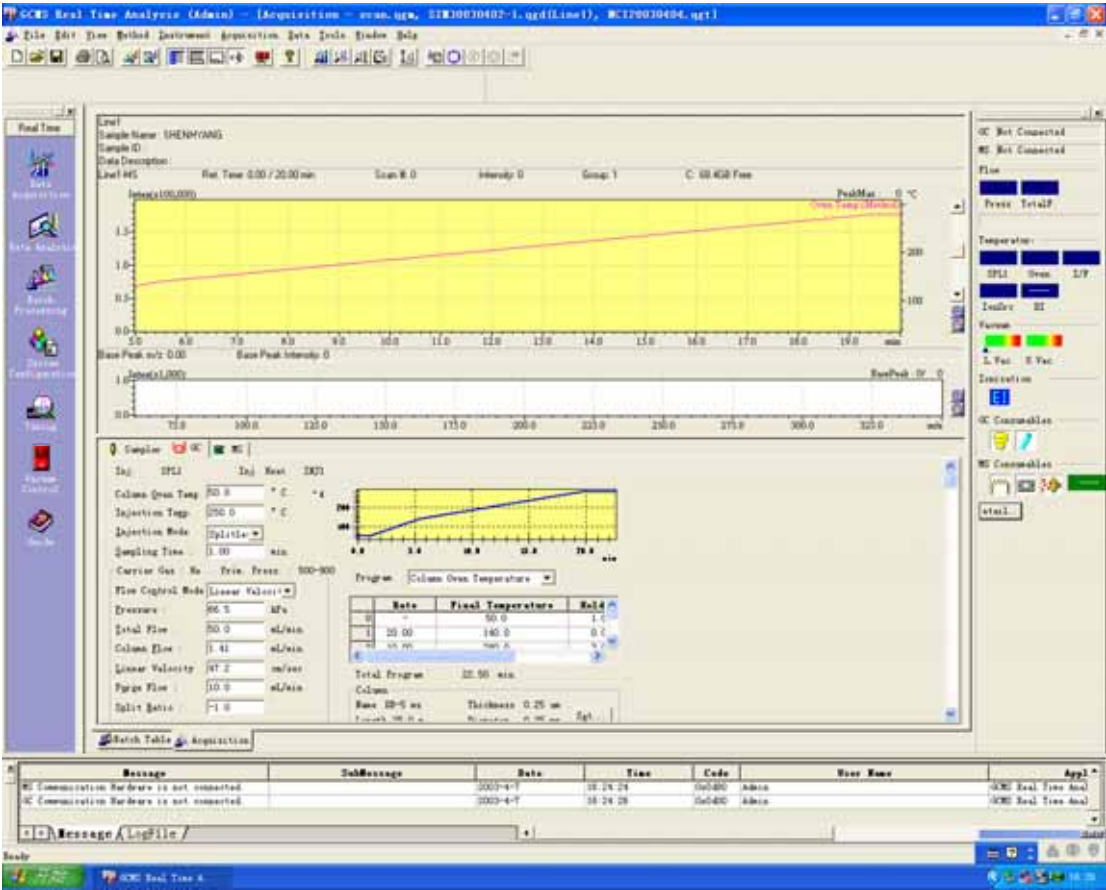
详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》4.2 泄漏检查, 5.1 自动调谐



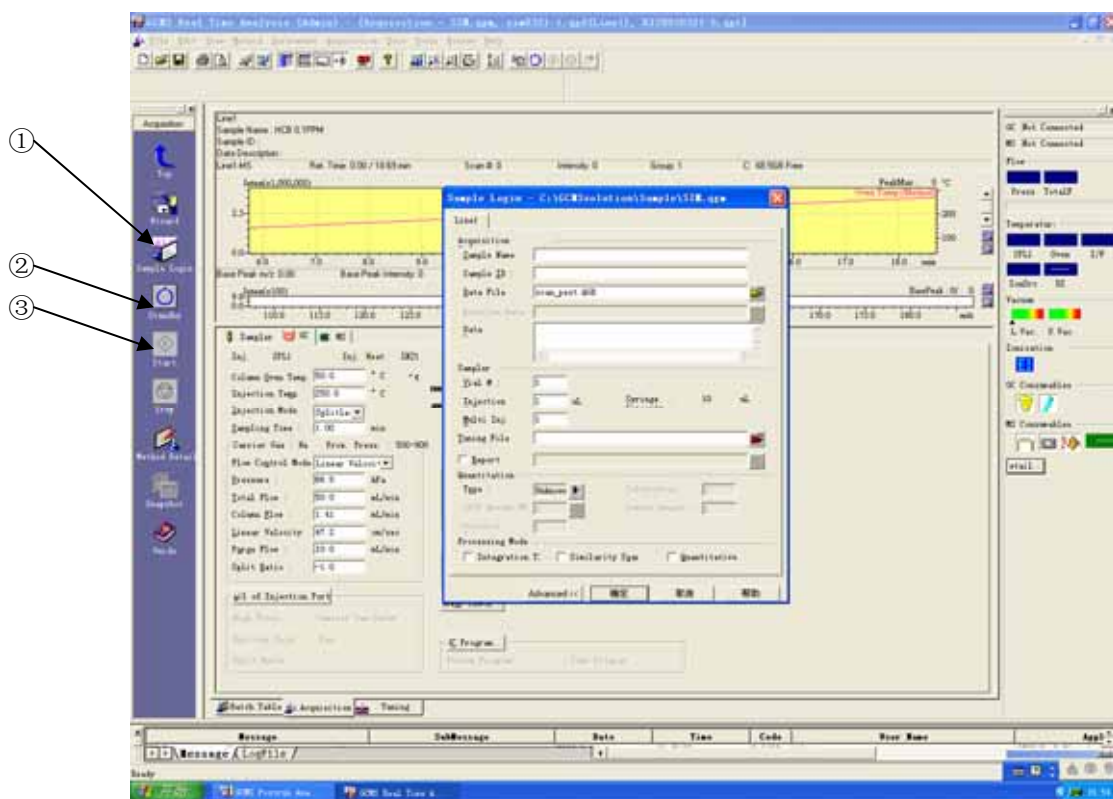
调谐报告

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



详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》6.2 数据采集



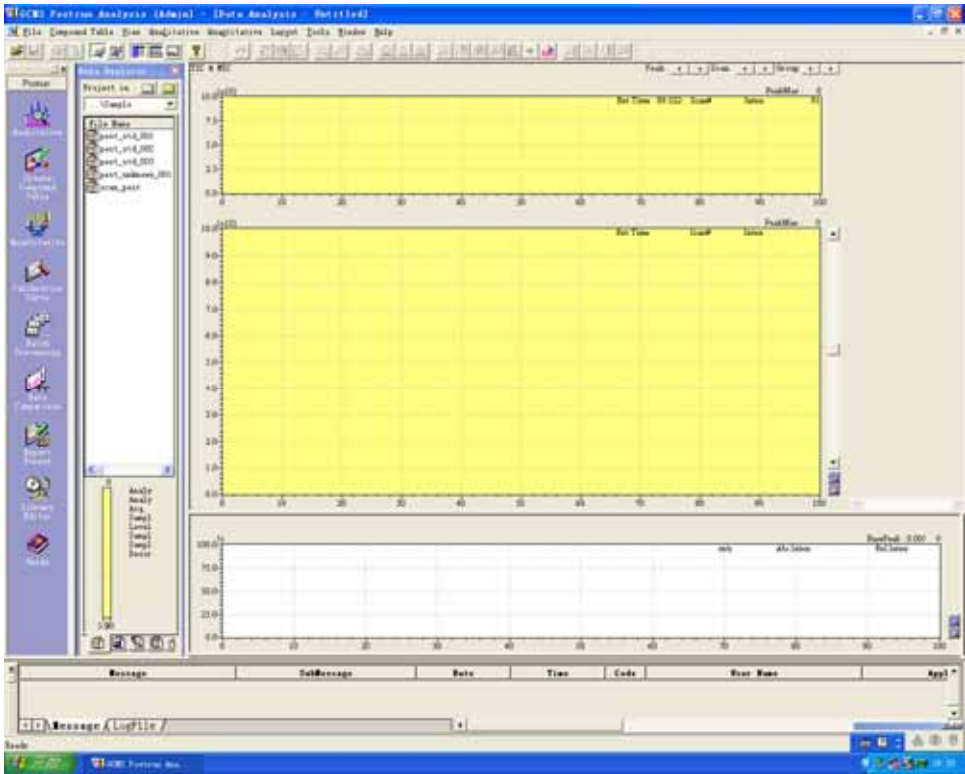
5. 做 SIM 表

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



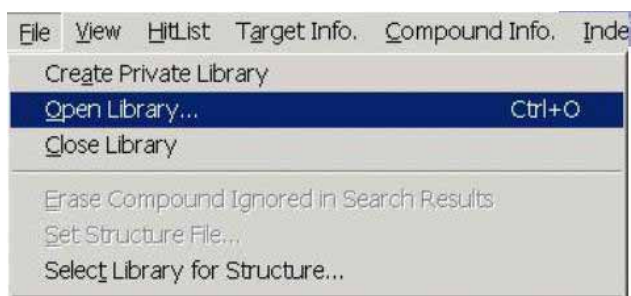
5.2 已知定量组分信息做 SIM 表

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。

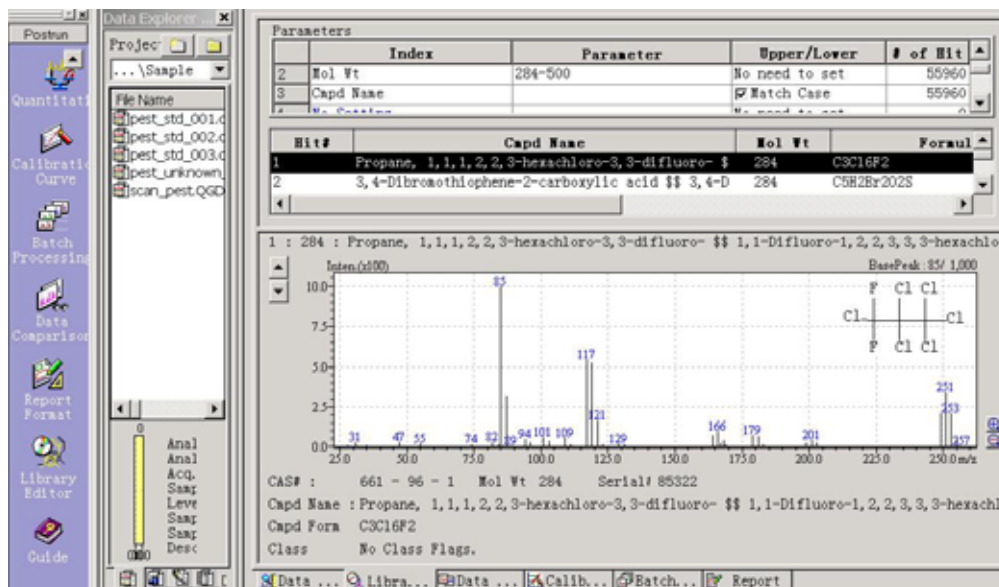
①点击辅助栏中的[Library Editor],



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

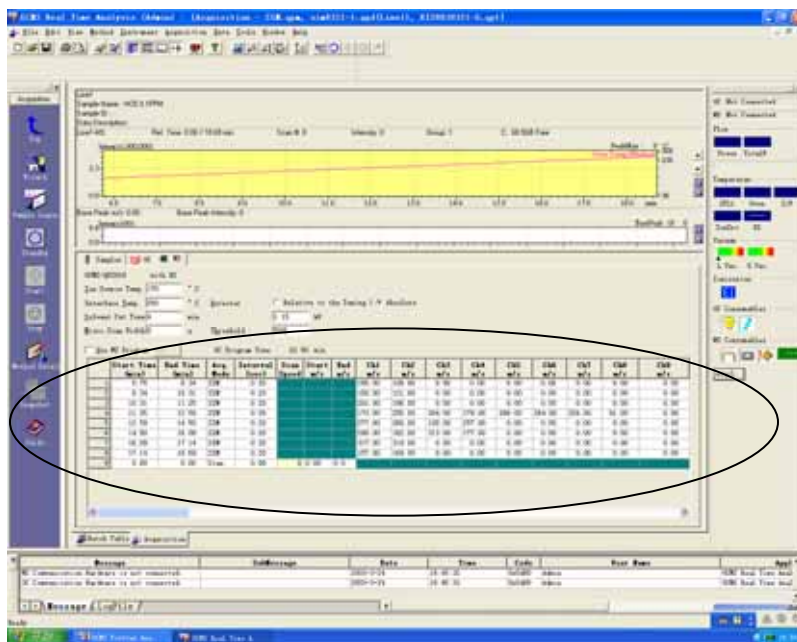


组分名	保留时间	特征离子 1	特征离子 2	组
Dichlorvos	6.248	185	109	5.75-8.34
Fenobucarb	9.666	150	121	8.34-10.31
Simazine	10.992	201	186	10.31-11.25
Propyzamide	11.434	173	255	11.25-12.59
Diazinon	11.593	304	179	11.25-12.59
TPN	11.892	266	264	11.25-12.59
Iprobenfos	12.012	204	91	11.25-12.59
Fenitrothion	13.075	277	260	12.59-14.50
Thiobencarb	13.270	100	257	12.59-14.50
Isoprothiolane	15.132	290	162	14.50-16.09
Isoxathion	15.589	313	177	14.50-16.09
CNP	16.464	317	319	16.09-17.14
EPN	17.642	157	169	17.14-18.69

点击[GCMS Real Time Analysis]。

将 SIM 表的结果输入 MS 参数。用 SIM 模式做样品分析。

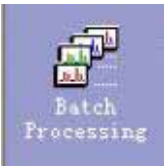
详细内容请参考《GCMS-QP2010 操作手册》7.1 定量分析概要，7.2 SIM 方式的测定。



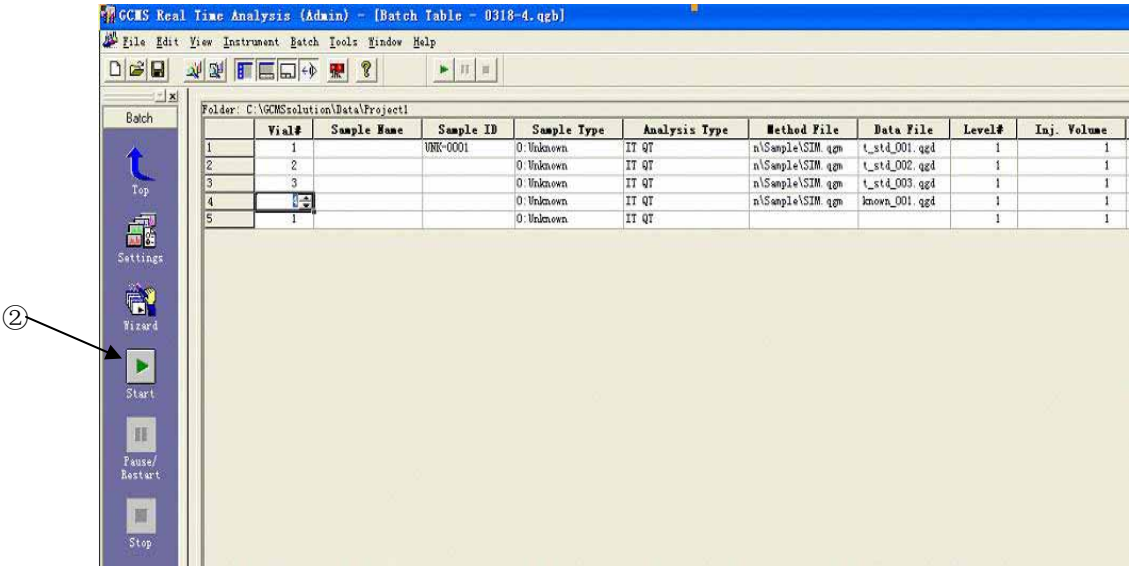
6. 批处理分析

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

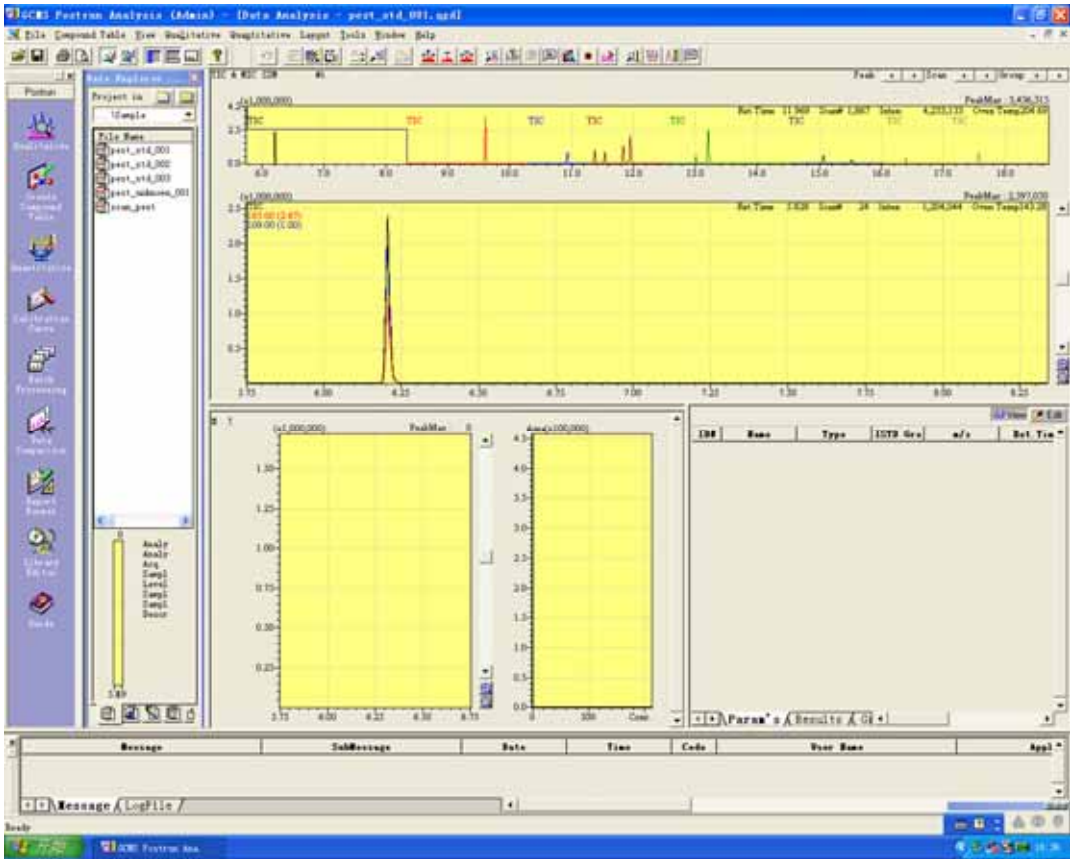


②点击辅助栏中的[Start], 开始数据采集。



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

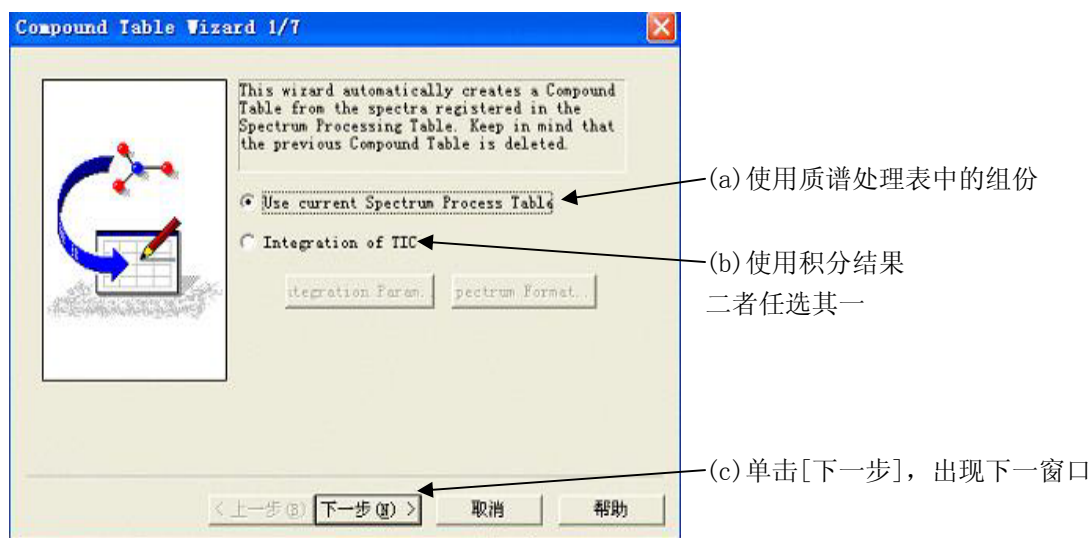
- ① 点击辅助栏中的[Create Compound Table]



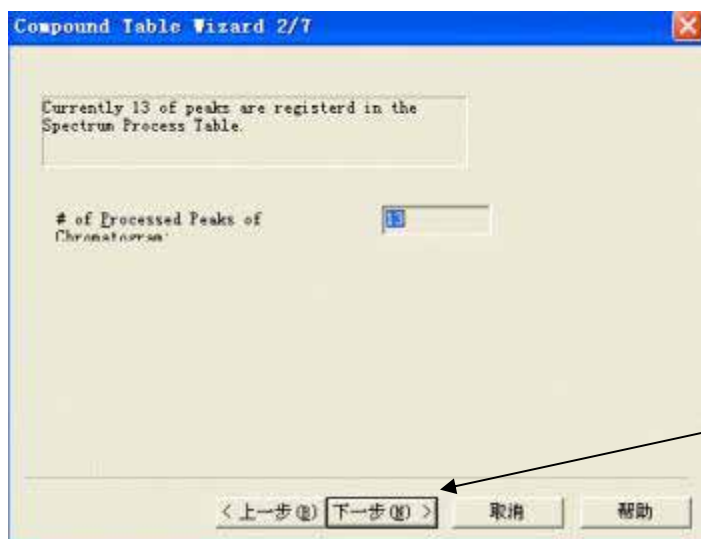
- ② 点击辅助栏中的[Wizard(New)], 出现如下窗口。



- ③ 输入 Wizard 表 1/7



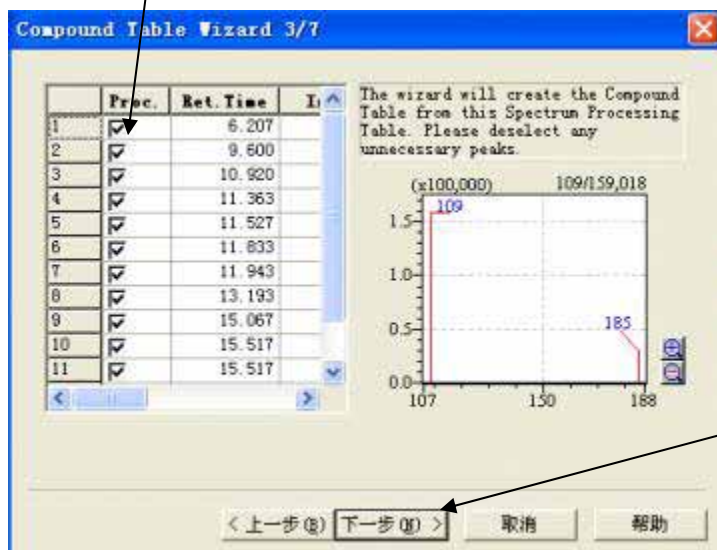
④ 输入 Wizard 表 2/7



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

Format of Concentration ☒ Decimal ☐ Signific: 5

Calibration Curve

of Calib: 3

Curve Fit Type: Linear

%zero: Not Forced

Weighted: None

Grouping: Sum 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 # of Ions: 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。

Compound Table Wizard 6/7

ID#: 1

Retention Time: 6.203 min

Type: Target

Compound Name:
☐ RT 6.203
☒ Set name
Dichlorvos >>

Edit all fields, as necessary. To change the type, place the cursor in the type column and select a new type from the drop down list in the field.

	Type	m/z
1	Target Ion	109
2	Ref. Ion	185
3	Ref. Ion	0
4	Not used	0
5	Not used	0
6	Not used	0
7	Not used	0
8	Not used	0


< 上一步(B) 下一步(N) > 取消 帮助

单击[下一步]，出现下一窗口

- ⑨ 输入 Wizard 表 7/7

Compound Table Wizard 7/7

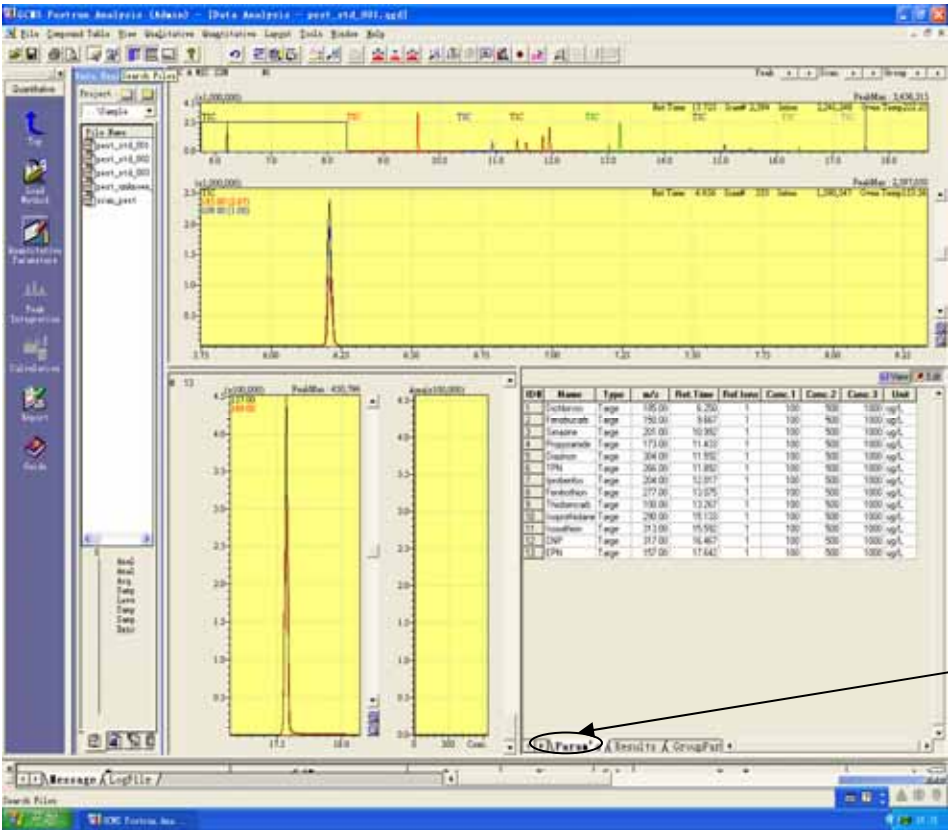
Finish to create a Compound Table with 13 IDs. Verify the table in the Data Analysis window.
To copy the new Compound Table to the original method file, select "Save Method"



< 上一步(B) 完成(F) 取消 帮助

单击[完成]，完成定量表的设定

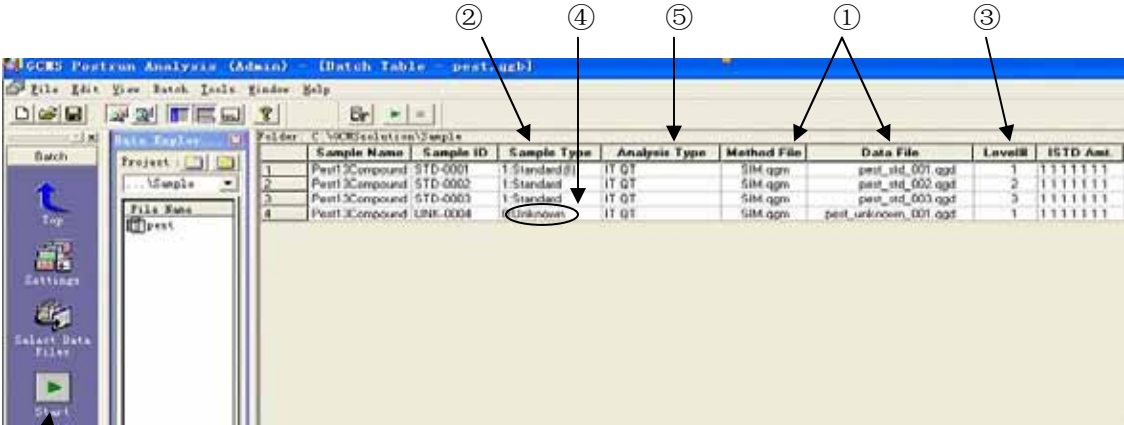
⑩ Wizard 表完成后，在窗口的方法参数中，出现完成的定量表。



点击此处观看

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”。

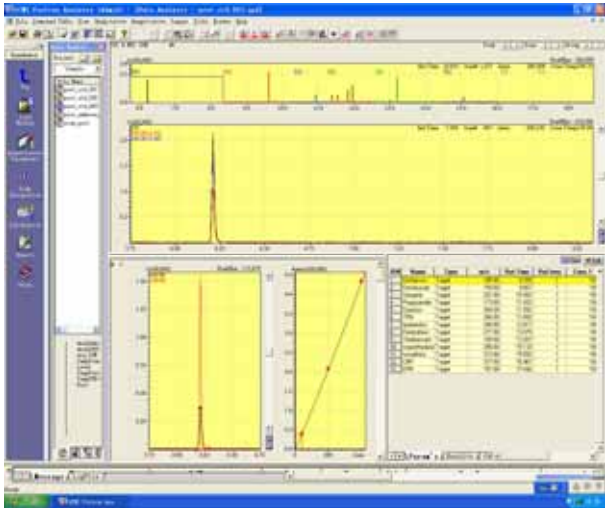


- ⑥ 点击[Start]，运行 Batch 文件。完成后，关闭批处理窗口。

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。

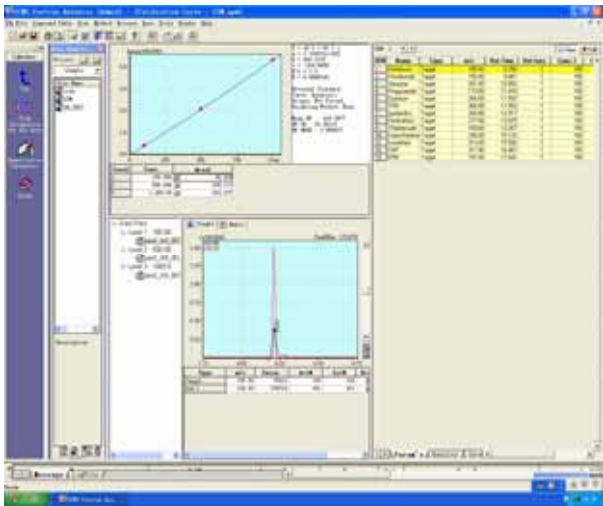


- ② 点击[Calibration Curve], 点击方法文件[SIM.qgm]，可看到校准曲线的详细情况。

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。

