

更新 AGILENT INTUVO 9000 气相色谱仪的农药保留时间谱库



如何在 Intuvo 上更新保留时间谱库



前言

在将方法应用于新的气相色谱 (GC) 系统时，建议在开始典型的工作流程之前对关键分析物的保留时间进行验证。通常，由于系统配置不同或色谱柱差异，两个相似的 GC 系统测得的保留时间可能不同。使用保留时间锁定 (RTL) 功能可确保多个系统获得可重现的保留时间。

如果使用保留时间数据库（本例中使用 P&EP MRM 数据库的保留时间进行农药分析），可采取附加步骤以确保保留时间与现有数据库匹配，或必须更新分析方法以反映新系统的保留时间。

本技术概述介绍了如何在 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪上对农药分析多反应监测 (MRM) 方法进行保留时间锁定，并随后更新保留时间，以利用 P&EP MRM 数据库。

针对提取离子源或惰性离子源的一般工作流程遵循以下步骤：

1. 生成保留时间锁定色谱图
2. 利用 dMRM 方法和加宽的左/右 Δ RT 窗口采集数据
3. 使用定量分析软件更新保留时间
4. 将新保留时间导入 dMRM 方法
5. 验证方法

如需了解更多信息，请访问：

www.agilent.com



Agilent Technologies

保留时间锁定

在设置新系统以进行农药重复分析时，采用 RTL 可确保两个系统测得的保留时间一致。采集 RTL 校准数据时，系统在不同流速和压力下采集五个数据文件（图 1）。

在采集 RTL 校准数据之前，输入 RTL 化合物的一个或多个质量数以及标样（包括锁定化合物）的样品瓶编号。通常将甲基毒死蜱用作农药分析的锁定化合物。从质谱图中选择锁定甲基毒死蜱的扫描质量数，在 20 分钟的分析方法中，通常锁定在 9.143 分钟处。对于典型的 20 分钟农药分析方法，该过程需要花费约 3 小时。其中包括初始的清除运行，通过该操作确保系统中不存在之前运行中残留的可能干扰 RTL 化合物质量数的分析物。

RTL 校准数据采集完成后，输入锁定化合物的保留时间，并调整流速（依据校准数据）以获得期望保留时间（图 2）。

采集 dMRM 数据

在新系统上完成保留时间锁定后，对整个色谱图中关键化合物的保留时间进行验证，确保 MRM 窗口仍然准确。将 MRM 方法转换为 dMRM 方法（图 3）。

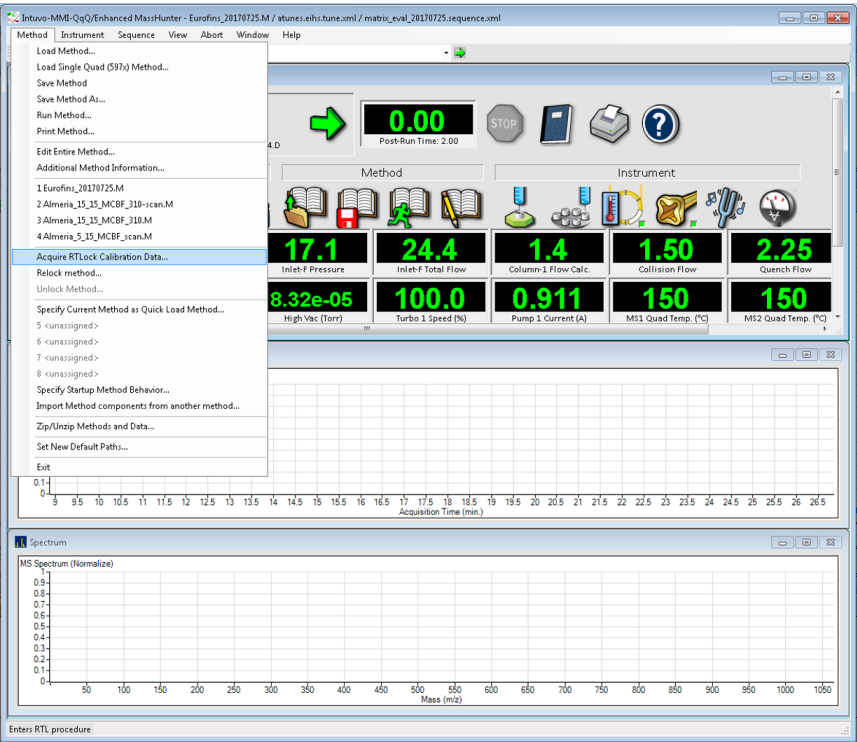


图 1. 可从 Method（方法）列表中轻松访问 **Acquire RTL Calibration Data**（采集 RTL 校准数据）命令。该命令用于采集新 RTL 校准数据。完成初始校准后，即可使用 **Relock Method**（重新锁定方法）命令

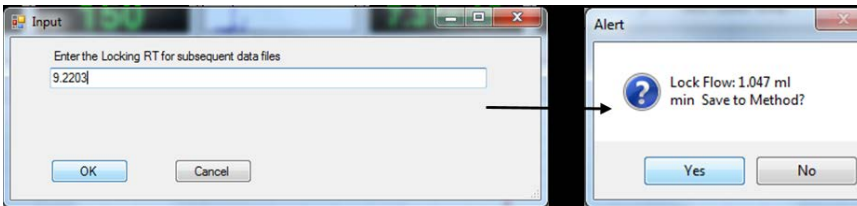


图 2. 输入锁定化合物的期望保留时间，系统将调整流速以获得选定保留时间

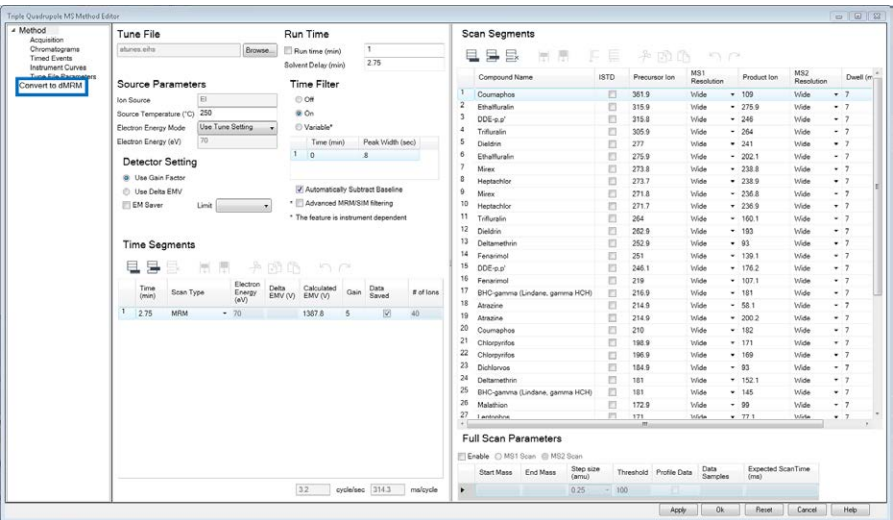


图 3. 根据 Agilent MassHunter 采集软件指南，将基于时间段的 MRM 方法轻松转换为 dMRM 方法

通过使用现有 MRM，新的 dMRM 方法将保持现有离子对。软件根据之前指定的各个时间段起止时间的平均值，计算分析物的保留时间（图 4）。

在 dMRM 方法中，使用 **Overwrite RT Delta**（覆盖 ΔRT ）功能将左侧和右侧 ΔRT 窗口统一加宽至 2 分钟（图 5）。

MRM 并发数取决于 dMRM 方法中化合物和离子对的数量，可能超过其最大值 (200) (图 6)。

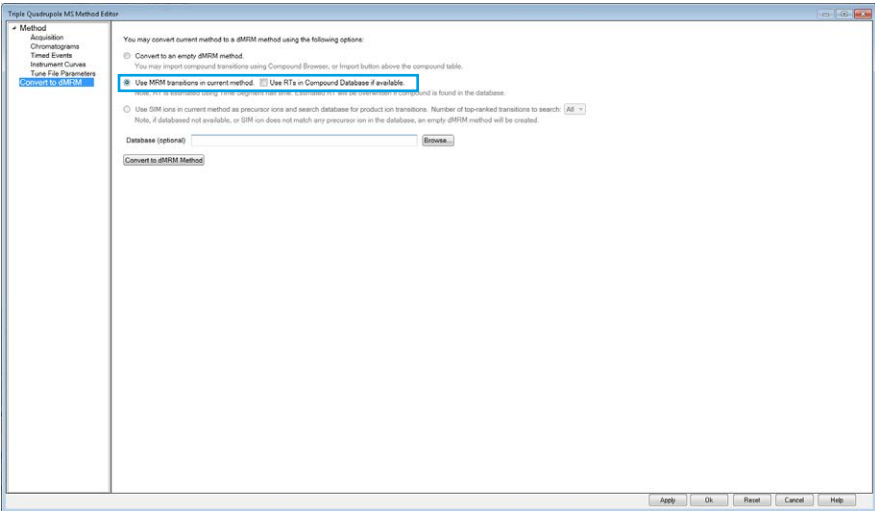


图 4. 将方法转换为 dMRM 方法时，使用当前方法的 MRM 离子对

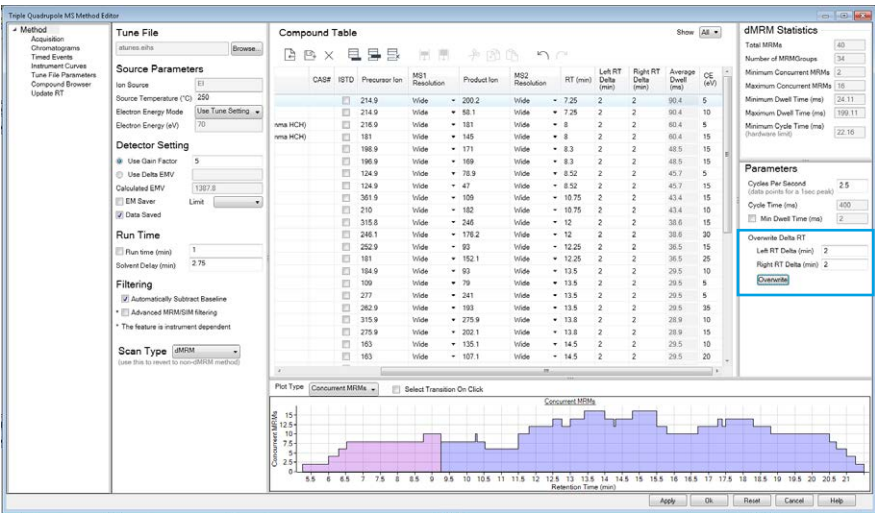


图 5. 统一覆盖左侧和右侧 ΔRT 以加宽 MRM 离子对窗口，确保即使在保留时间略有偏移的情况下，也可检出所有分析物

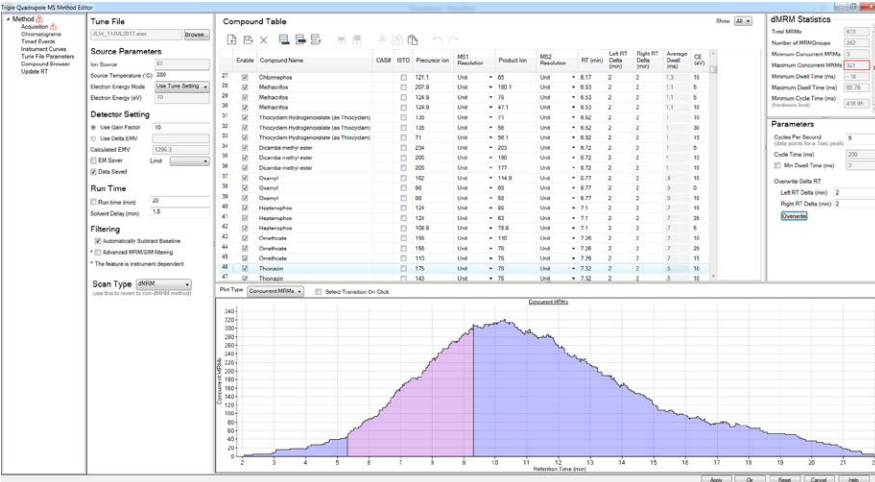


图 6. 在左侧和右侧 ΔRT 设置为 2 min 时，包含大量分析物和离子对的 dMRM 方法的 MRM 并发数超过了最大值

在这种情况下，将左侧和右侧 Δ RT 窗口缩小为 1 分钟或 0.5 分钟，以减小 MRM 并发数，同时使窗口保持在足以鉴定目标分析物的宽度。将当前保留时间另存为 CSV 文件（图 7）。

更新保留时间

使用 Agilent MassHunter 定量分析软件在较宽的窗口内分析标样，并更新现有定量分析方法中的保留时间。打开和选择包含新标样的批次样品后，加载之前保存的定量分析方法。在方法编辑器视图中，从 Update（更新）菜单中选择 **Update Retention Times**（更新保留时间）（图 8）。选中 **Select All**（全选）以更新现有方法中的全部保留时间，从而保存、验证该方法并将其应用于批处理样品（图 9）。

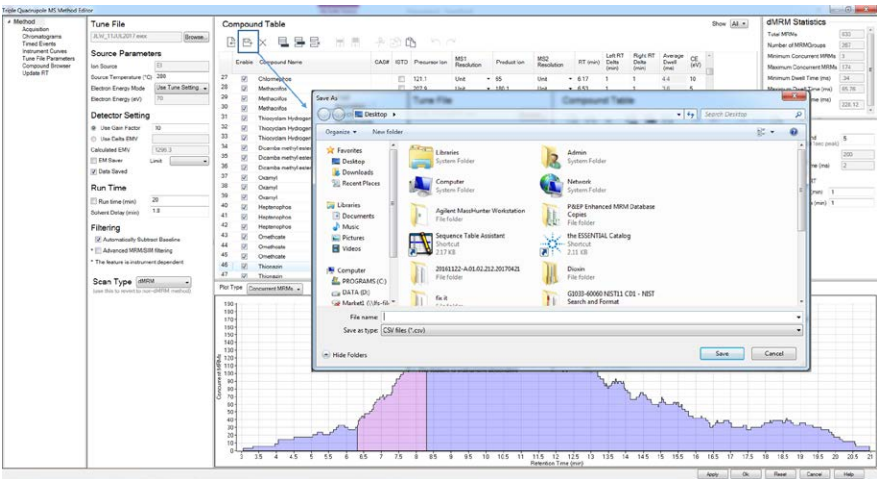


图 7. 通过单击 Save（保存）图标导出 dMRM 化合物表，并将该表另存为本地 CSV 文件

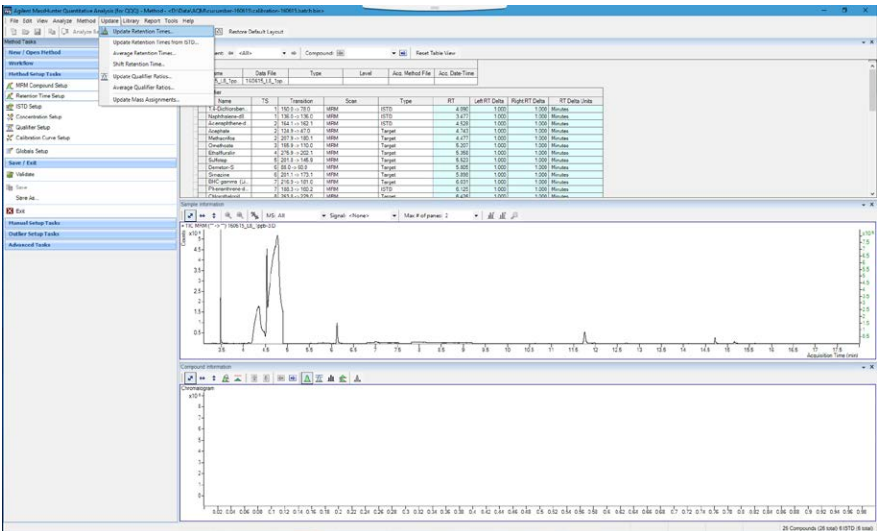


图 8. 在 Agilent MassHunter 定量分析软件的方法编辑器视图中，在 Update（更新）菜单中访问 Update Retention Times（更新保留时间）

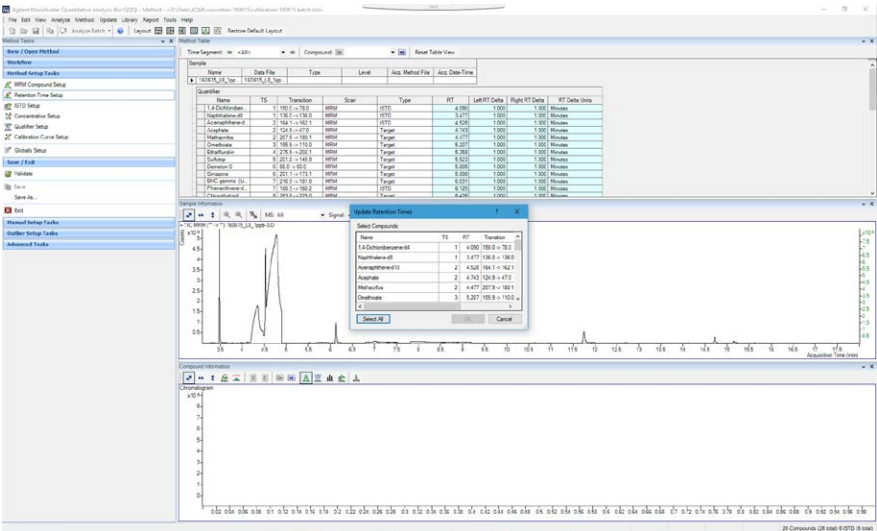


图 9. 通过一次标样运行，一次性更新给定方法中每种分析物的保留时间

将新保留时间导入 dMRM 方法

在定量分析方法中更新保留时间后，将批次样品的化合物表导出至 CSV 文件（图 10）。

在标样运行和新定量分析方法中更新保留时间，相应更新之前从 dMRM 方法导出并保存的 CSV 文件中的保留时间，并将文件以新名称保存（图 11）。CSV 文件中的关键信息是化合物列和 RT 列。

在 MassHunter 采集方法编辑器中，根据新 CSV 文件更新 dMRM 方法中的保留时间（图 12）。

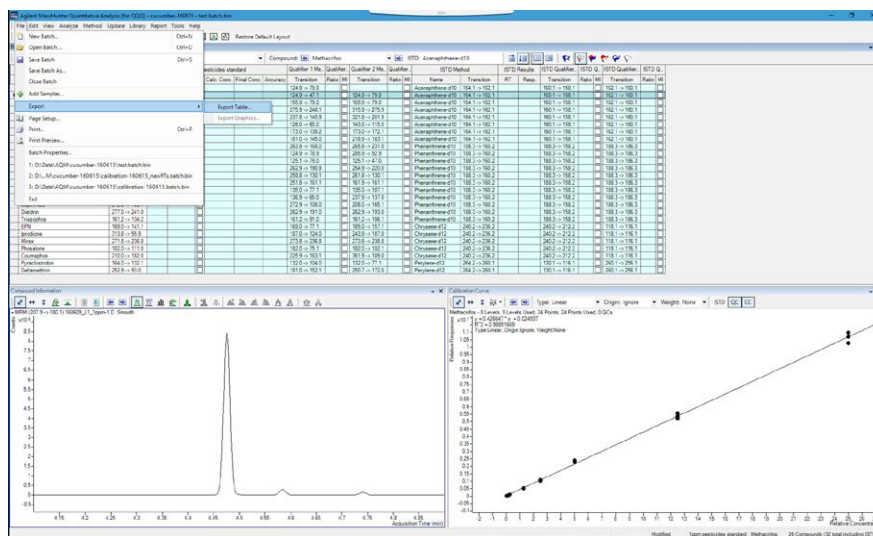


图 10. 导出化合物表将得到保存于本地的 CSV 文件

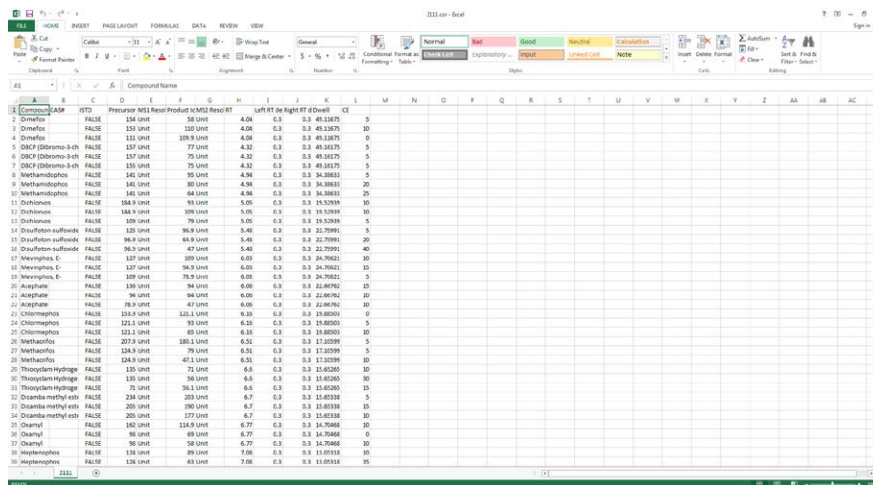


图 11. 通过 dMRM 方法导出的 CSV 文件包含化合物名称列和保留时间列。在本示例中，每个 MRM 离子对均与其相应化合物的保留时间相匹配

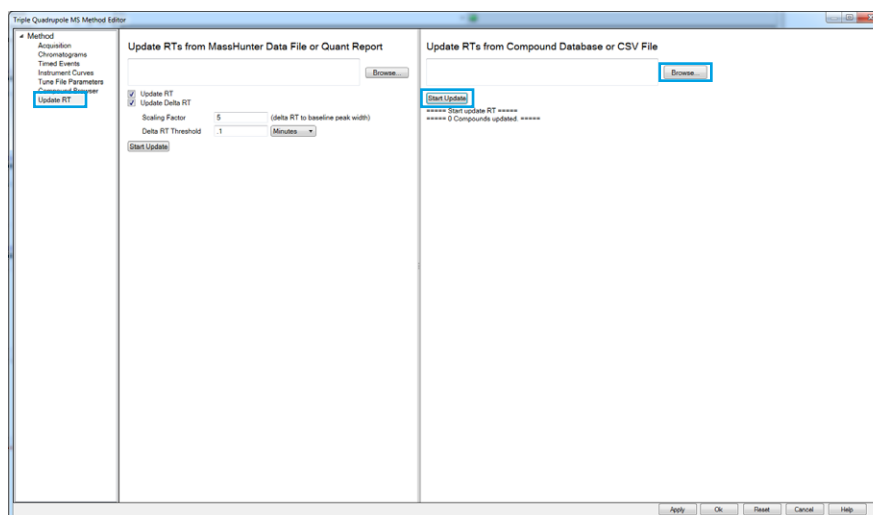


图 12. 选择已保存的 CSV 文件（包含更新的保留时间）作为用于 **Update RT**（更新 RT）的文件

在开始更新之前，使用 **Update RT**（更新 RT）功能选择保存的 CSV 文件。更新保留时间后，将显示化合物列表，其中标明了更改的保留时间（图 13）。该方法之前的保留时间列在括号中。

或者，可采用相似的步骤通过定量分析报告更新保留时间。通过定量分析软件生成报告（图 14），利用结果报告在采集方法编辑器中更新保留时间。

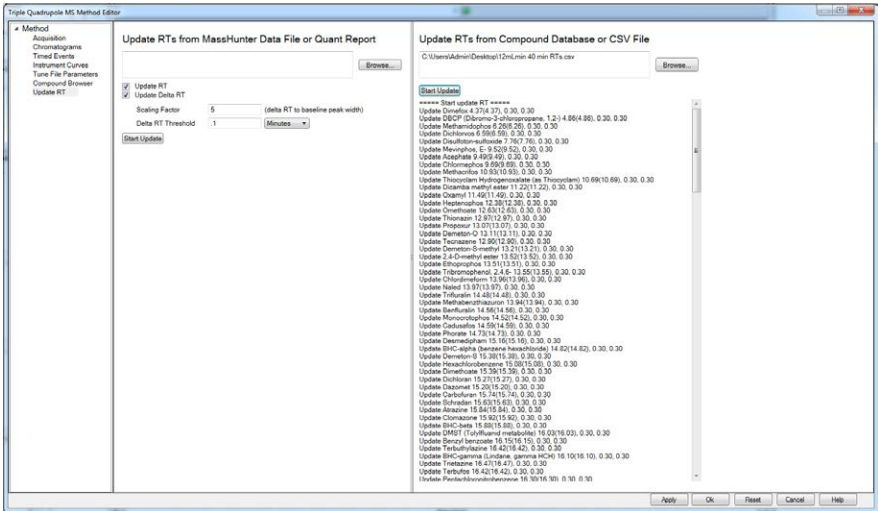


图 13. 更新保留时间后，将显示化合物列表，其中标明了所做的更改

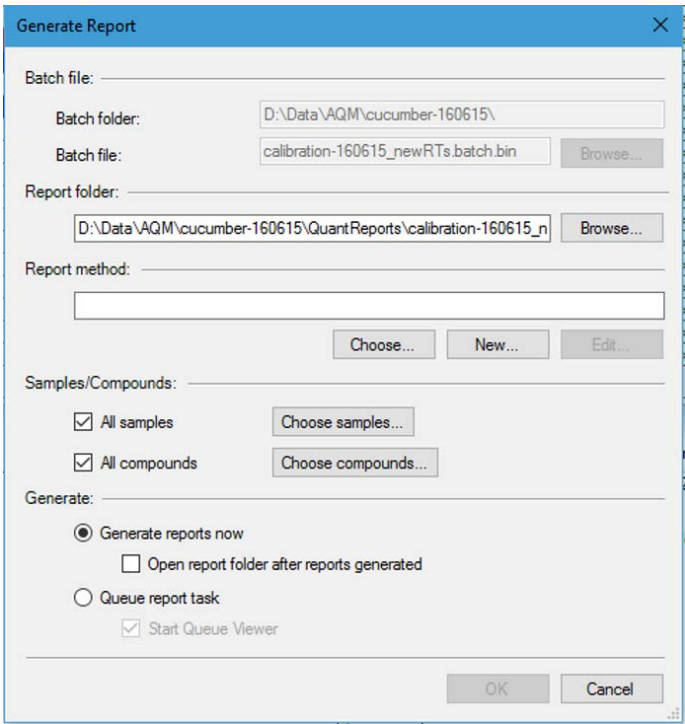


图 14. 在定量分析软件中生成报告，这是更新采集方法中保留时间的另一种途径

如果首选基于时间段的 MRM 方法作为最终的更新方法，则可通过更新的定量方法创建离子对文件（图 15）。通过指定时间段方案（图 16），可将结果文件导入化合物表（图 17）。

验证方法

将更改应用于方法后，在继续进行校准和样品分析之前对标样进行验证。

结论

本文介绍了保留时间锁定的详细步骤，以及在谱库或数据库中更新保留时间的方法。整个过程相对简单和直接。除了保留时间锁定校准之外，还需进行一次额外的分析运行。为优化该过程，需要使用包含已知目标分析物的标样或样品。

这些结果可能因质谱仪中安装的离子源而有所不同。如果针对灵敏度对方法进行了优化，则通过该过程获得的较高流速可能导致无法获得最佳性能。

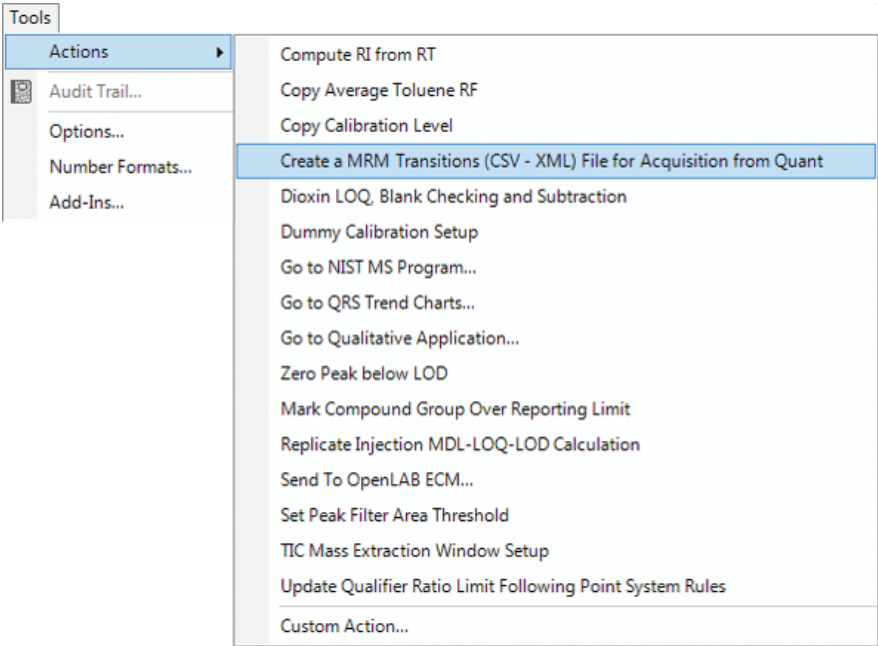


图 15. CSV 或 XML 文件中包含已在新定量分析方法中更新的保留时间和现有 MRM 离子对

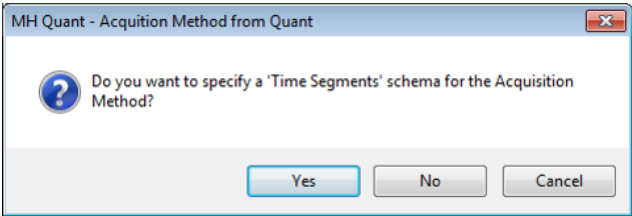


图 16. 选择 Yes（是）以指定一个“时间段”方案，从而将 CSV 文件导入基于时间段的 MRM 方法的化合物表中

	Import Compound List	CAS#	ISTD	Precursor Ion	MS1 Resolution	Product Ion	MS2 Resolution	RT (min)
1	☒ Dimefox		☒	154	Unit	58	Unit	4.06
2	☒ Dimefox		☒	153	Unit	110	Unit	4.06
3	☒ Dimefox		☒	111	Unit	109.9	Unit	4.06
4	☒ DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☒	157	Unit	77	Unit	4.33
5	☒ DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☒	157	Unit	75	Unit	4.33
6	☒ DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☒	155	Unit	75	Unit	4.33
7	☒ Methamidophos		☒	141	Unit	95	Unit	4.95
8	☒ Methamidophos		☒	141	Unit	80	Unit	4.95
9	☒ Methamidophos		☒	141	Unit	64	Unit	4.95
10	☒ Dichlorvos		☒	184.9	Unit	93	Unit	5.06
11	☒ Dichlorvos		☒	144.9	Unit	109	Unit	5.06
12	☒ Dichlorvos		☒	109	Unit	79	Unit	5.06
13	☒ Disulfoton-sulfoxide		☒	125	Unit	96.9	Unit	5.5
14	☒ Disulfoton-sulfoxide		☒	96.9	Unit	64.9	Unit	5.5
15	☒ Disulfoton-sulfoxide		☒	96.9	Unit	47	Unit	5.5
16	☒ Mevinphos, E-		☒	127	Unit	109	Unit	6.05
17	☒ Mevinphos, E-		☒	127	Unit	94.9	Unit	6.05
18	☒ Mevinphos, E-		☒	109	Unit	78.9	Unit	6.05
19	☒ Acephate		☒	136	Unit	94	Unit	6.08
20	☒ Acephate		☒	94	Unit	64	Unit	6.08
21	☒ Acephate		☒	78.9	Unit	47	Unit	6.08
22	☒ Chlormephos		☒	153.9	Unit	121.1	Unit	6.18

图 17. 可将来自定量分析软件的 CSV 文件（包含更新的保留时间）导入基于时间段的 MRM 采集方法中

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

安捷伦科技大学：
<http://www.lscs-china.com.cn/agilent>

浏览和订阅 Access Agilent 电子期刊：
www.agilent.com/chem/accessagilent-cn

www.agilent.com
本资料中的信息、说明和指标如有变更，
恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017 年 9 月 29 日，中国出版
5991-8446ZHCN



Agilent Technologies