



Agilent MassHunter Workstation— Анализ неизвестных соединений

Руководство по ознакомлению

В данном руководстве... 3

Перед выполнением упражнений... 4

Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС 5

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции 16

Задание 3. Создание отчета 40

Идентификация соединений
с помощью анализа ТИС

Идентификация соединений
с помощью деконволюции

Создание отчета



Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2015

Согласно законам США и международным законам об авторском праве запрещается воспроизведение любой части данного руководства в любой форме и любым способом (включая сохранение на электронных носителях, извлечение или перевод на иностранный язык) без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

Каталожный номер руководства

G3335-98187

Издание

Январь 2015 г.

Напечатано в США

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051 USA

Гарантия

Материал представлен в документе «как есть» и может быть изменен в последующих изданиях без уведомления. Кроме того, в пределах допустимых действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех явных или подразумеваемых гарантийных обязательств в отношении данного руководства и любой содержащейся в нем информации, в том числе от подразумеваемой гарантии товарной пригодности и гарантии пригодности для конкретной цели. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки, случайные или косвенные убытки, связанные с поставкой и эффективным применением на практике данного документа и любой содержащейся в нем информации. Если между компанией Agilent и пользователем

подписано отдельное соглашение, условия гарантии которого не соответствуют условиям гарантий, содержащимся в данном документе, то силу имеют условия отдельного соглашения.

Технологические лицензии

Аппаратура и (или) программное обеспечение, описанные в данном документе, поставляются по лицензии и могут использоваться или копироваться только в соответствии с условиями лицензии.

Ограничение прав

Если программное обеспечение будет использоваться в целях исполнения контракта или субконтракта с правительством США, программное обеспечение поставляется и лицензируется как «коммерческое программное обеспечение» согласно DFAR 252.227-7014 (июнь 1995 г.), как «коммерческий продукт» согласно FAR 2.101(a) или как «программное обеспечение ограниченного использования» согласно FAR 52.227-19 (июнь 1987 г.), либо в соответствии с другими применимыми положениями и условиями контракта. Использование, копирование или распространение программного обеспечения должно осуществляться в соответствии с условиями стандартной коммерческой лицензии Agilent Technologies. Министерства (кроме министерства обороны) и государственные учреждения США будут иметь ограниченные права согласно FAR 52.227-19(c)(1-2) (июнь 1987 г.). Государственные учреждения-пользователи в США будут иметь ограниченные права согласно FAR 52.227-14 (июнь 1987 г.) или DFAR 252.227-7015 (b)(2) (ноябрь 1995 г.) в зависимости от того, что применимо.

Предупреждающие сообщения

Сообщение **ВНИМАНИЕ** указывает на опасность. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Если в документе встречается сообщение **ВНИМАНИЕ**, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Сообщение ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ указывает на опасность. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Если в документе встречается сообщение ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

В данном руководстве...

В руководстве приведены упражнения с пошаговыми инструкциями, которые помогут научиться пользоваться программой Unknowns Analysis. Эти упражнения можно выполнять с демонстрационными анализами, методами и файлами библиотек, входящими в комплект поставки системы вместе с установочным диском, или с данными, полученными пользователем.

Перед выполнением упражнений...

Копирование файлов с установочного диска на жесткий диск

1. Вставьте установочный DVD-диск MassHunter Quantitative Analysis в компьютер.
2. Перейдите к DVD-дисководу: **\Data**,
3. Если эта папка имеет сжатый формат, извлеките файлы данных из архива.
4. Скопируйте папку **Data** с установочного диска в несжатом формате на жесткий диск своего компьютера.

В этой папке находятся все файлы данных, методов и библиотек, необходимые для выполнения упражнений. Не пользуйтесь повторно файлами данных для примера в системе, если они не идентичны оригиналам на диске. Если образцы файлов данных на вашем компьютере отличаются от оригиналов на диске, результаты, полученные в ходе упражнений, будут отличаться от тех, которые указаны в руководстве.

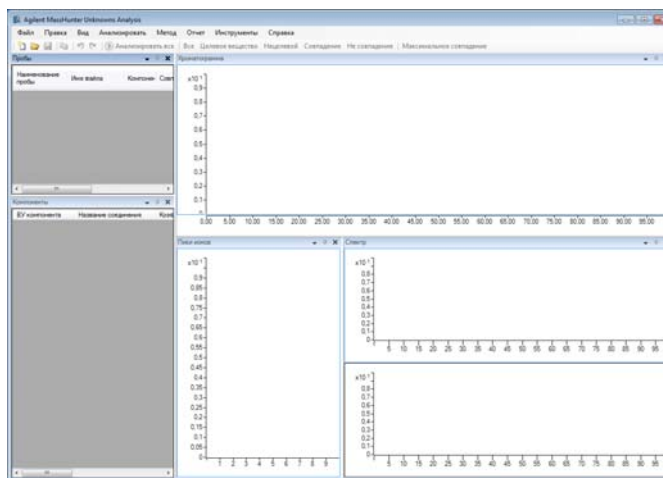
Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

Создание нового анализа

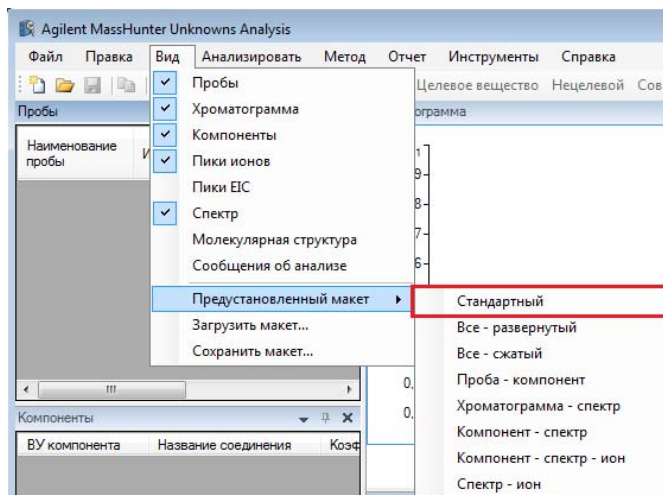
1. Запустите программу **Unknowns Analysis** (Анализ неизвестных соединений), дважды щелкнув значок на рабочем столе или нажав **Пуск > Agilent > Quant Tools > Unknowns Analysis**.



При открытии программы появится макет по умолчанию.

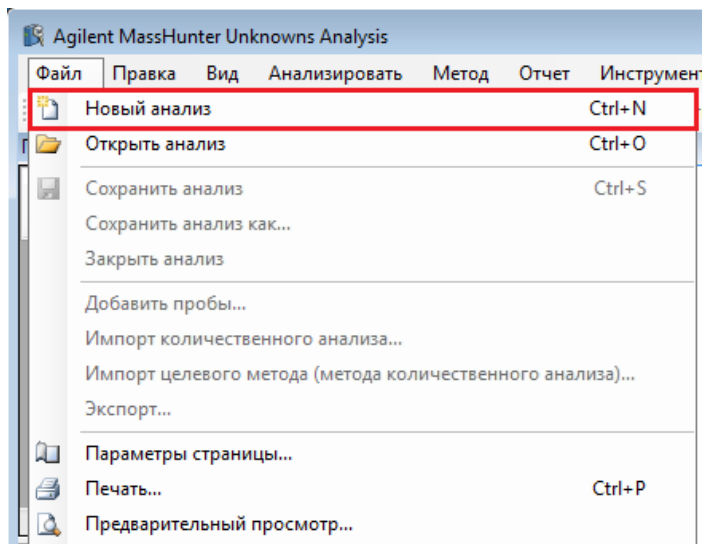


Если используемый по умолчанию макет отсутствует, нажмите кнопку **Вид > Предусловленный макет > Стандартный** для восстановления макета по умолчанию, прежде чем создавать новый анализ.

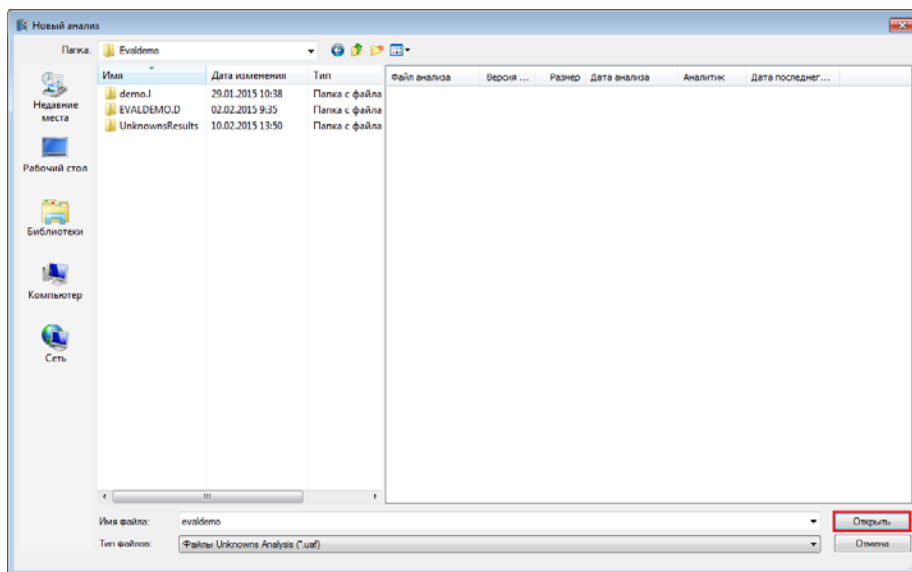


Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

2. Выберите **Файл > Новый анализ**.



3. Перейдите в **MassHunter\Data\Evaldemo** или в папку, где хранятся файлы данных, ожидающие анализа.
4. Введите для этого анализа имя **evaldemo** и нажмите кнопку **Открыть**.



Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

Добавьте пробы к анализу

1. Выберите **Файл > Добавить пробы**.
2. Выберите файл(-ы) проб и нажмите **ОК**, чтобы добавить пробы в серию.

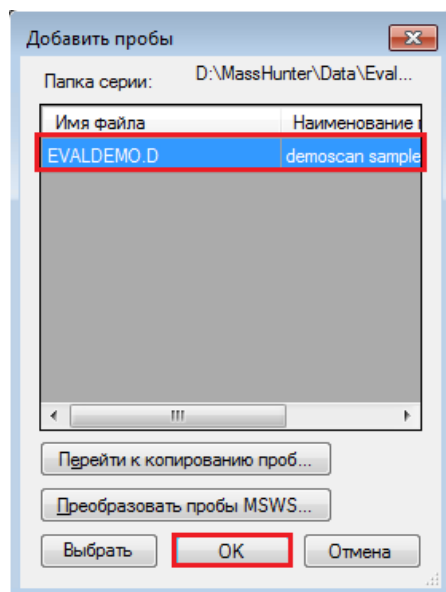
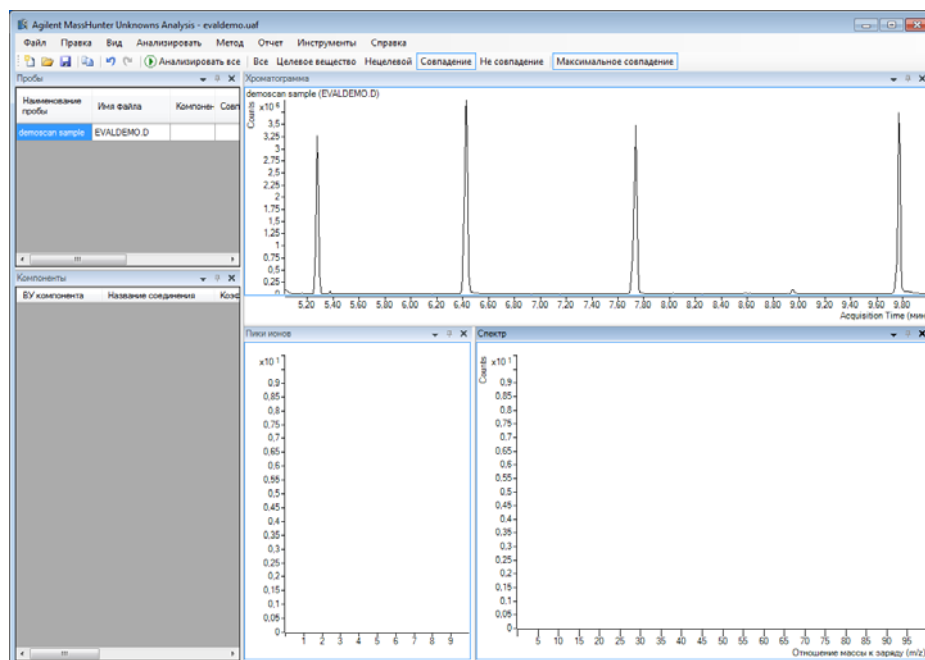


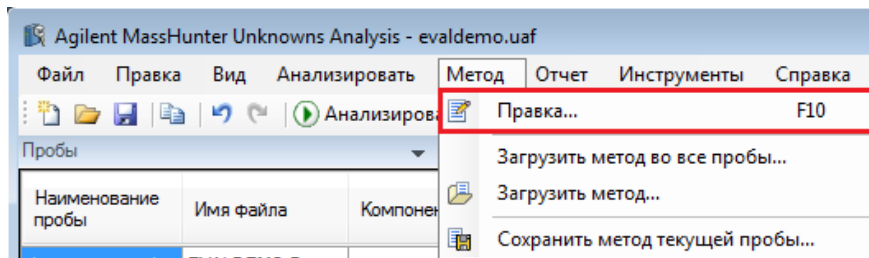
Таблица анализа заполнена. Теперь она содержит демонстрационную пробу.



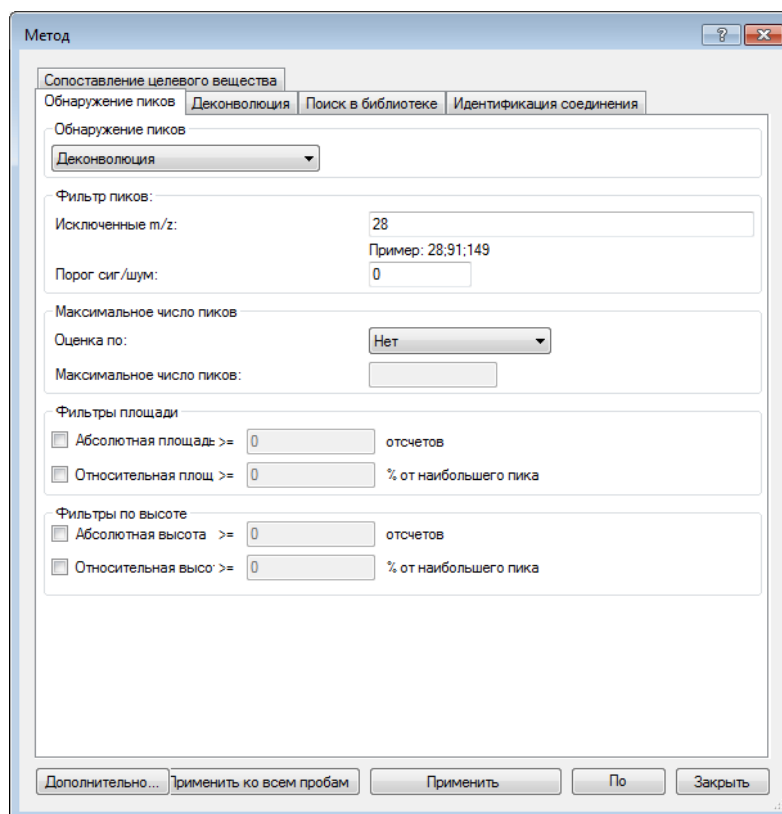
Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

Задание нового метода для анализа

Выберите **Метод > Правка...**



Появится стандартный вид диалогового окна Метод. В этом задании мы воспользуемся видом **Стандартный**.

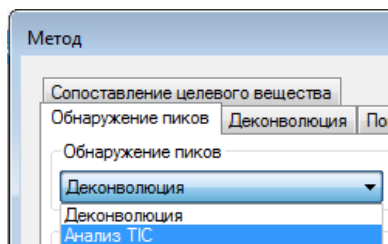


Обратите внимание, что это параметры по умолчанию для метода. Для того, чтобы восстановить параметры по умолчанию перед созданием нового метода на следующем шаге, можно нажать кнопку **По умолчанию** в нижней части диалогового окна метода.

Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС

Задание параметров обнаружения пиков

1. Выберите **Анализ ТИС** в раскрывающемся меню **Обнаружение пиков**.
2. В разделе **Максимальное число пиков** выберите **Площадь** из раскрывающегося меню **Оценка по** и введите значение **5** в поле **Максимальное число пиков**.
3. В разделе **Фильтры площади** выберите **Относительная площадь** и введите значение **1** в поле **% от наибольшего пика**.



- **Анализ ТИС:** идентифицирует хроматографические пики с помощью интеграции вместо деконволюции.
- **Деконволюция:** деконволюирует компоненты хроматограммы и извлекает «чистые» спектры из фонового шума в зависимости от времени удерживания и формы пиков.

Максимальное число пиков

Оценка по:

Максимальное число пиков:

Фильтры площади

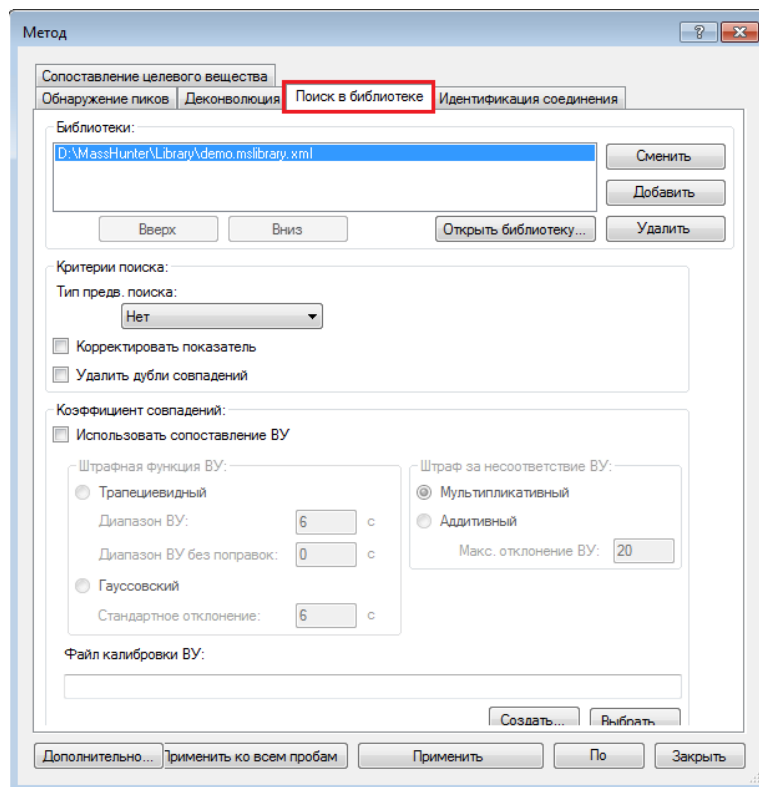
Абсолютная площадь >= отсчетов

Относительная площ >= % от наибольшего пика

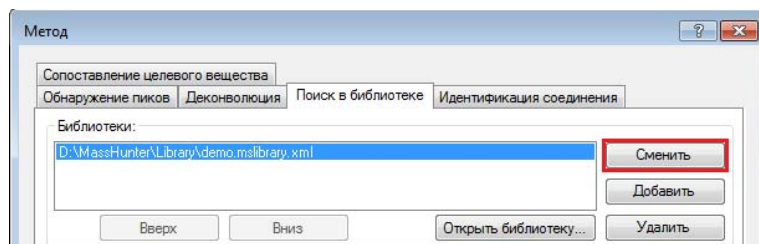
Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

Задание параметров поиска по библиотеке

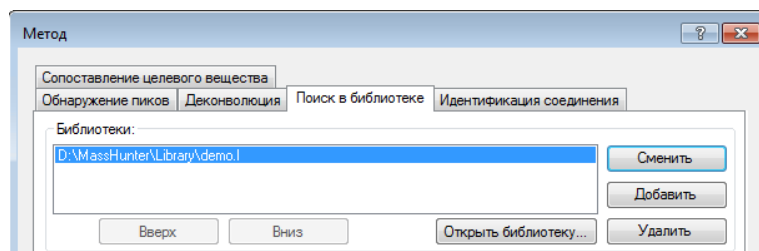
1. Нажмите **Поиск в библиотеке**.



2. Нажмите **Сменить**.

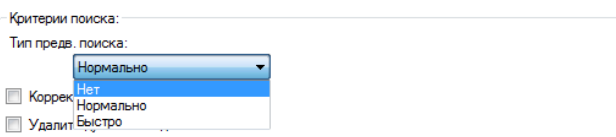


3. Перейдите в **MassHunter\Data\Evaldemo** или другую соответствующую папку, выберите **demo.L** и нажмите кнопку **Открыть**.



Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа TIC

4. В разделе **Критерии поиска** выберите **Нет** из раскрывающегося меню **Тип предв. поиска**.

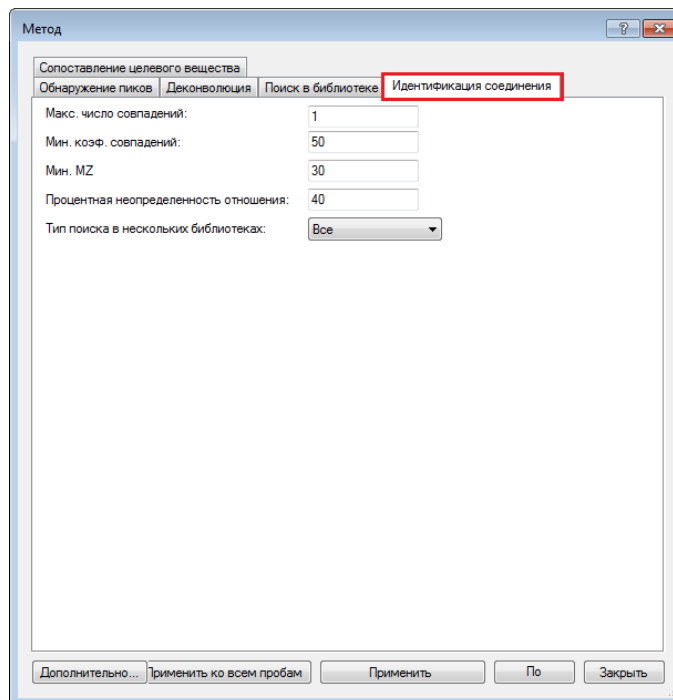


Существует 3 типа предварительного поиска: **Нет**, **Нормально** и **Быстро**. По умолчанию в Анализе неизвестных соединений используется **Нормально**.

- **Нет**: отсутствует необходимость предварительного процесса скрининга для поиска по библиотеке.
- **Нормально**: алгоритм скрининга использует всю библиотеку в качестве списка кандидатов в том случае, если схема индексации не дает достаточного количества кандидатов. Он в 50–100 раз быстрее, чем в случае отсутствия предварительного поиска и не имеет ложных отрицательных результатов совпадений с высокой вероятностью (степень совпадения > 80).
- **Быстро**: алгоритм скрининга использует список кандидатов, получаемый из индекса, и не выполняет поиск по всей библиотеке, даже если не найдено достаточное количество кандидатов. Скорость в 100–1000 раз выше, чем в случае отсутствия предварительного поиска, с ≥ 1 % ложных отрицательных результатов совпадений с высокой вероятностью.

Настройка параметров идентификации соединений

1. Нажмите **Идентификация соединения**.



В этом задании мы воспользуемся параметрами по умолчанию Идентификации соединения.

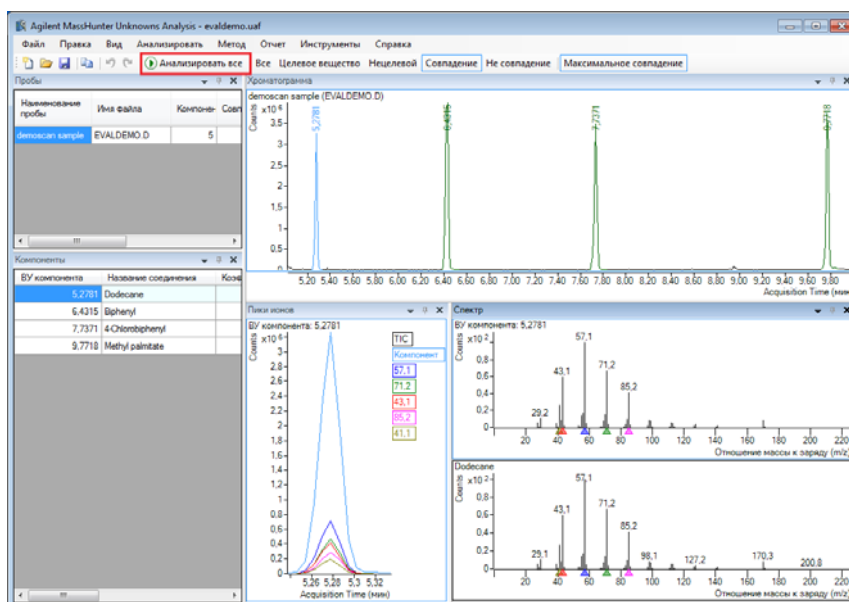
2. Нажмите **Применить ко всем пробам**, а затем нажмите **Заккрыть**.

Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС

Анализ и просмотр результатов

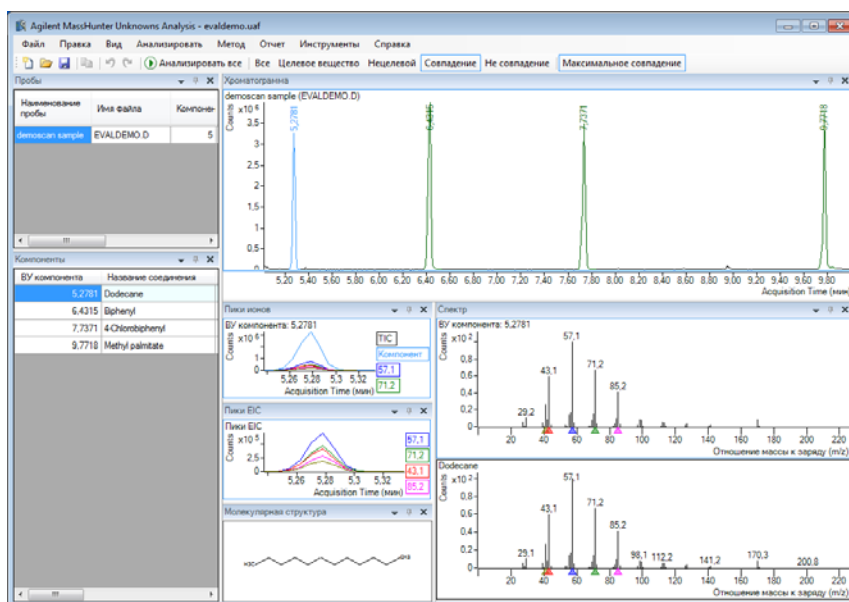
1. Нажмите **Анализировать все**.

Основной вид, появившийся после завершения анализа, должен выглядеть так же, как пример ниже. Это макет по умолчанию, который использует настройки по умолчанию для столбцов. Если макет отличается от приведенного ниже примера, выберите **Вид > Предусстановленный макет > Стандартный** для перехода к стандартному макету.



2. Выберите **Вид > Предусстановленный макет > Все - сжатый**.

Система отобразит вид «Все - сжатый».



Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС

3. Выберите **пробу демонстрационного сканирования** из таблицы **Проба**.

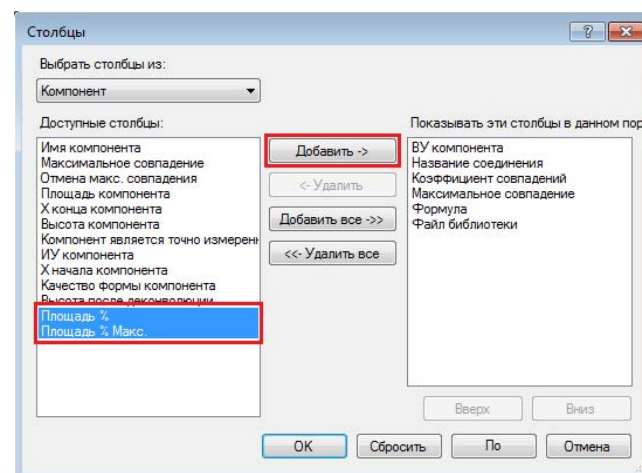
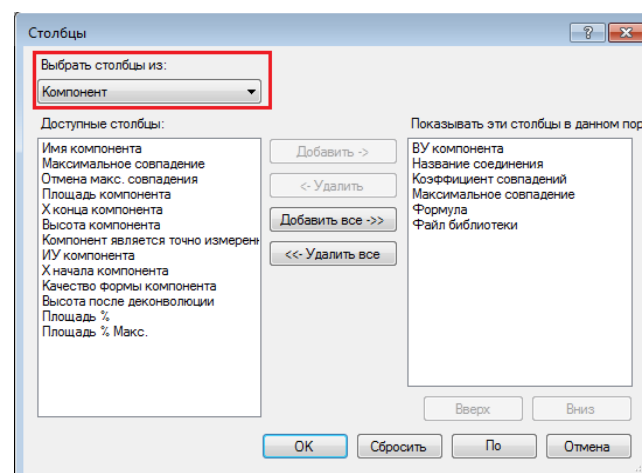
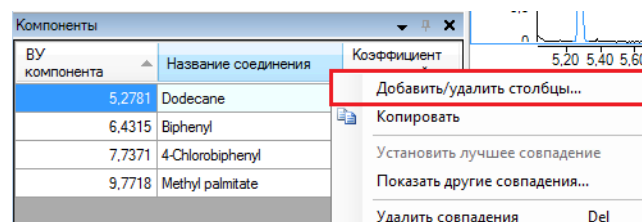
4. Правой кнопкой нажмите на заголовок столбца в окне **Компоненты** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.

5. Выберите **Компонент** в раскрывающемся меню **Выбрать столбцы из**.

6. Выберите **Площадь %** и **Площадь % Макс.** из списка **Доступные столбцы** и нажмите **Добавить**.

Для просмотра изменений в окне **Компоненты** нажмите одну из следующих кнопок панели инструментов.

- **Все**: просмотр всех пиков.
- **Совпадение**: просмотр пиков, найденных в поиске по библиотеке.
- **Не совпадение**: просмотр пиков, не найденных в поиске по библиотеке.



- **Площадь %**: процентное количество от суммы площадей пиков
- **Площадь % Макс.**: процентное количество от площади наибольшего пика

Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС

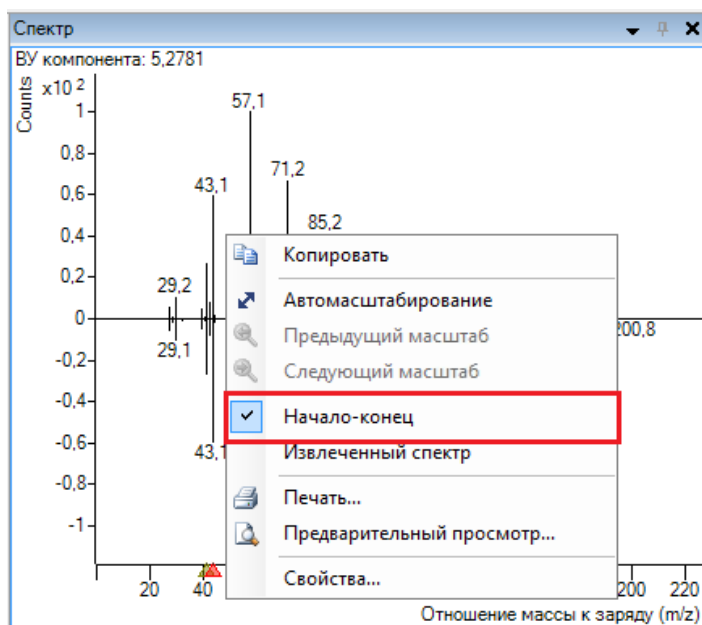
- Убедитесь, что выбранные столбцы переместились в список **Показать эти столбцы в данном порядке**, и нажмите кнопку **ОК**.
- Из таблицы **Компоненты** выберите компонент в столбце **ВУ компонента**.

ВУ компонента	Название соединения	Коэффициент совпадений	Максимальное совпадение	Формула	Площадь %	Площадь % Макс.
5,2781	Dodecane	99,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C12H26	19,158	63,44
6,4315	Biphenyl	100,0	<input checked="" type="checkbox"/>	C12H10	30,196	100,00
7,7371	4-Chlorobiphenyl	100,0	<input checked="" type="checkbox"/>	C12H9Cl	25,572	84,69
9,7718	Methyl palmitate	99,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C17H34O2	23,731	78,59

Просмотрите **хроматограмму, спектр, пики ионов, пики ЕІС и молекулярную структуру** для выбранного компонента.

В окне **Спектр** сверху представлен спектр из компонента, а снизу — из библиотеки. **Коэффициент совпадений** в таблице **Компоненты** отражает степень совпадения спектров.

Для изменения вида «Начало-конец» щелкните правой кнопкой внутри окна **Спектр** и выберите **Начало-конец**.



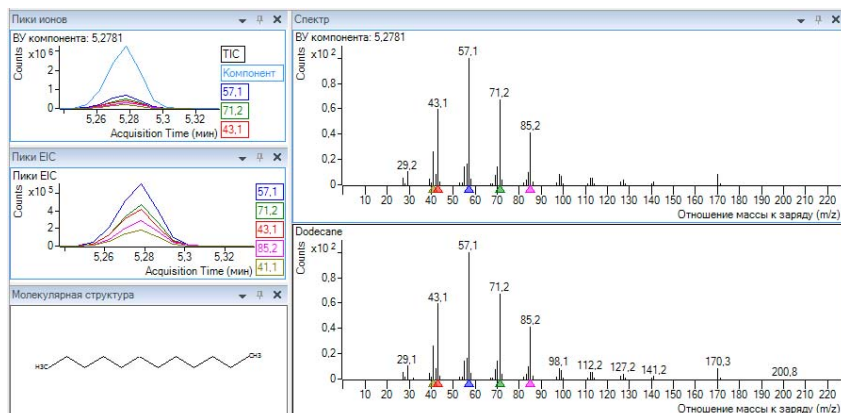
В окнах **Пики ионов** и **Пики ЕІС** показаны извлеченные хроматограммы выбранных ионов. Графики ЕІС и их числовые идентификаторы в правой части экрана выделены цветом.

Для интерактивного добавления графиков ионных хроматограмм для отображения в окнах **Пики ионов** и **Пики ЕІС** нажмите в любом месте области **Отображение масс-спектров** в окне **Спектр**. Если хроматограмма по выбранной m/z уже не отображается, то она будет добавлена в окна **Пики ионов** и **Пики ЕІС**, и символ ▲ того же цвета появится в соответствующем положении m/z ниже оси X в окне **Спектр**.

Задание 1. Идентификация соединений с помощью анализа ТИС

Для удаления ионной хроматограммы (и ее числового идентификатора) из окон **Пики ионов** и **Пики EIC** нажмите на ее числовой идентификатор или на соответствующее значение m/z в окне **Спектр**.

Молекулярная структура взята из библиотеки. Если в библиотеке, по которой осуществляется поиск, нет структур для записей, то в окне **Молекулярная структура** ничего не отобразится.



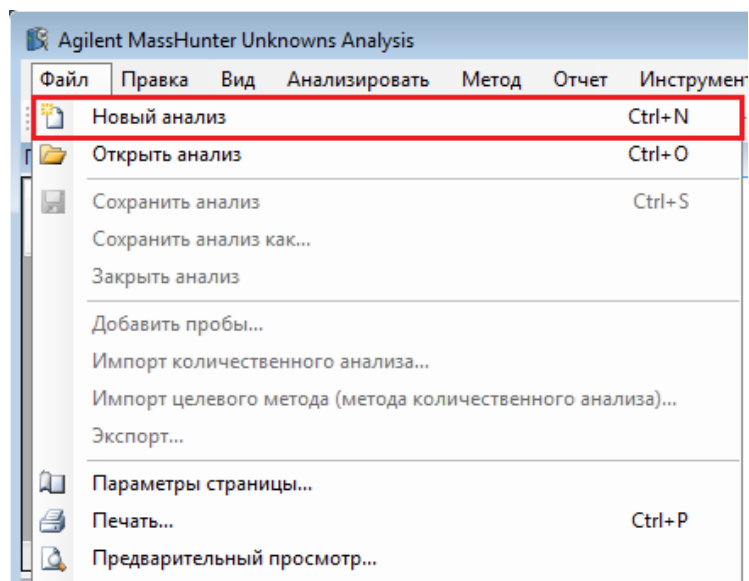
9. Чтобы сохранить анализ, выберите **Файл > Сохранить анализ**.

10. Выберите **Файл > Выход**.

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Создание нового анализа

1. Запустите программу **Unknowns Analysis** (Анализ неизвестных соединений), дважды щелкнув значок на рабочем столе или нажав **Пуск > Agilent > Quant Tools > Unknowns Analysis**.
2. Выберите **Файл > Новый анализ**.
3. Перейдите в **\Ваш каталог\ RI-PEST-MATRIX**.
4. Введите имя **demo** и нажмите кнопку **Открыть**.

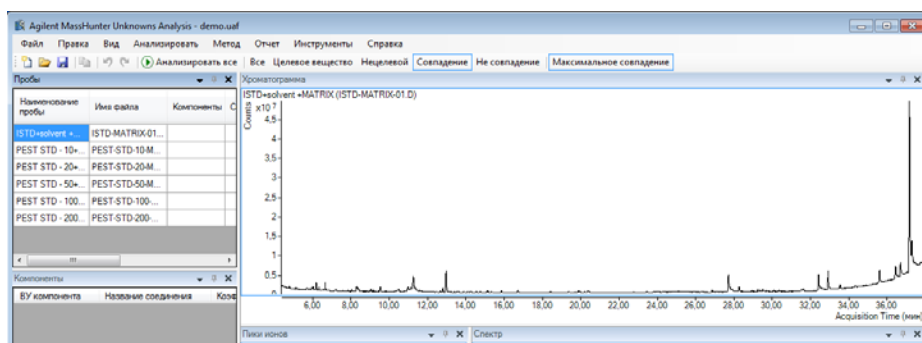


Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Добавьте пробы к анализу

1. Выберите **Файл > Импорт количественного анализа**.
2. Выберите **Demo.batch.bin** и нажмите **Открыть**.

Убедитесь, что серия импортирована. Теперь окно **Проба** содержит одну холостую пробу матрицы и пять проб с добавками в разных концентрациях. В окне **Хроматограмма** показана хроматограмма полного ионного тока пробы, выбранной в окне **Проба**.



Задание нового метода для анализа

Нажмите **F10** или выберите **Метод > Правка**.

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Задание параметров обнаружения пиков

Выберите **Деконволюция** из раскрывающегося меню **Обнаружение пиков** и нажмите **Применить ко всем пробам**.

Method

Сопоставление целевого вещества

Обнаружение пиков | **Деконволюция** | Поиск в библиотеке | Идентификация соединения

Обнаружение пиков
Деконволюция

Фильтр пиков:
Исключенные m/z: 28
Пример: 28;31;149
Порог сиг./шум: 0

Максимальное число пиков
Оценка по: Нет

Максимальное число пиков:

Фильтры площади
 Абсолютная площадь >= 0 отсчетов
 Относительная площ. >= 0 % от наибольшего пика

Фильтры по высоте
 Абсолютная высота >= 0 отсчетов
 Относительная высо >= 0 % от наибольшего пика

Дополнительно... Применить ко всем пробам Применить По Заккрыть

Настройка параметров деконволюции

1. Нажмите **Деконволюция**.

Method

Сопоставление целевого вещества

Обнаружение пиков | **Деконволюция** | Поиск в библиотеке | Идентификация соединения

Разрешение:
Масштабный коэффициент окна ВУ: 25;50;100;200

Окно извлечения:
Дельта m/z слева: 0,3
Дельта m/z справа: 0,7
Единицы разницы (дельта) m/z: а.е.м.

Использовать целые значения m/z

Форма компонента:
 Использовать
Порог заостренности: 25 %

Пики ионов:
Мин. число пиков ионов: 3
Макс. сохраняемое число форм пиков ионов: 10

Дополнительно... Применить ко всем пробам Применить По Заккрыть

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Отобразятся параметры по умолчанию для деконволюции. По умолчанию для **Масштабного коэффициента окна ВУ** существуют четыре значения (25, 50, 100, 200). Выберите любой набор значений масштабного коэффициента окна (WSF), разделяя их запятой.

Метод

Сопоставление целевого вещества

Обнаружение пиков | Деконволюция | Поиск в библиотеке | Идентификация соединения

Разрешение:

Масштабный коэффициент окна ВУ: 25,50,100,200

Окно извлечения:

Дельта m/z слева: 0,3

Дельта m/z справа: 0,7

Единицы разницы (дельты) m/z: a.e.m.

Использовать целые значения m/z

Форма компонента:

Использовать

Порог заостренности: 25 %

Пики ионов:

Мин. число пиков ионов: 3

Макс. сохраняемое число форм пиков ионов: 10

Дополнительно... | Применить ко всем пробам | Применить | По | Закрыть

WSF представляет безразмерную шкалу окна корреляции для группировки пиков в компоненты; эквивалентно разрешению и AMDIS. Меньшее значение (более высокое разрешение) разделяет близко расположенные пики, находит больше компонентов и работает дольше. Большее значение используется для более широких пиков. Использование нескольких значений позволяет учесть все виды пиков без ручной оптимизации.

2. В разделе **Окно извлечения** выберите **Использовать целые значения m/z**.

Окно извлечения:

Дельта m/z слева: 0,3

Дельта m/z справа: 0,7

Единицы разницы (дельты) m/z: a.e.m.

Использовать целые значения m/z

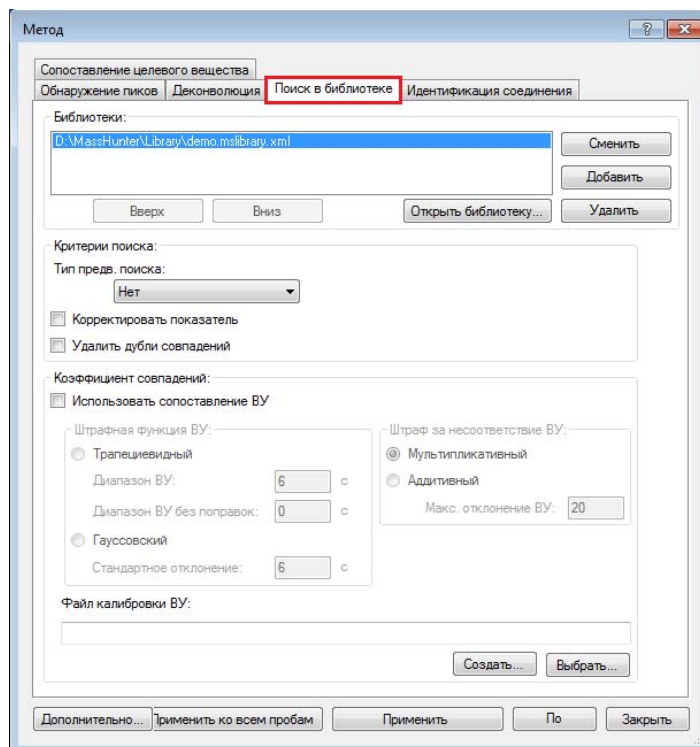
Команда **Использовать целые значения m/z** выполняет деконволюцию и с целыми, и с фильтрованными m/z и дает наилучшие результаты.

3. Нажмите кнопку **Применить ко всем пробам**.

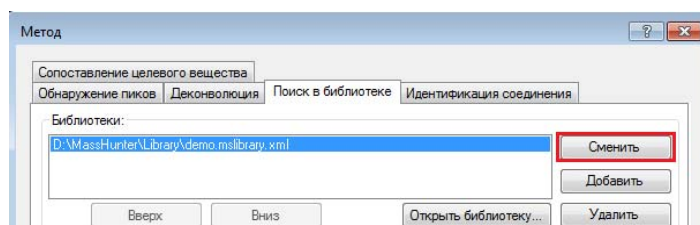
Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Задание параметров поиска по библиотеке

1. Нажмите **Поиск в библиотеке**.



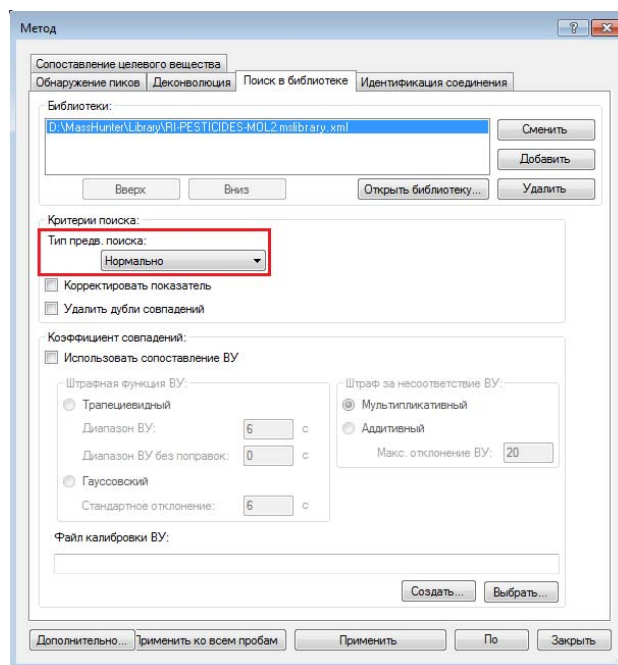
2. Нажмите **Сменить**.



3. Перейдите к нужной папке, выберите **RI-PESTICIDES-MOL2.mslibrary.xml** и нажмите **Открыть**.

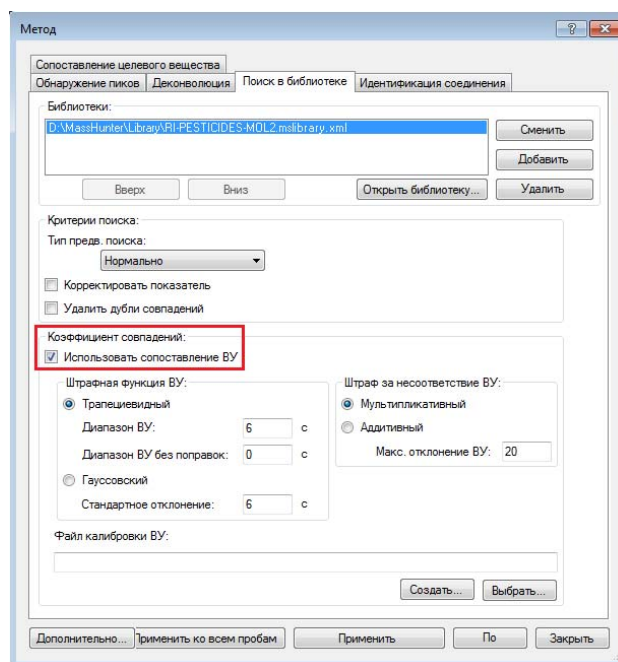
Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

4. В разделе **Критерии поиска** выберите **Нормально** из раскрывающегося меню **Тип предв. поиска**.



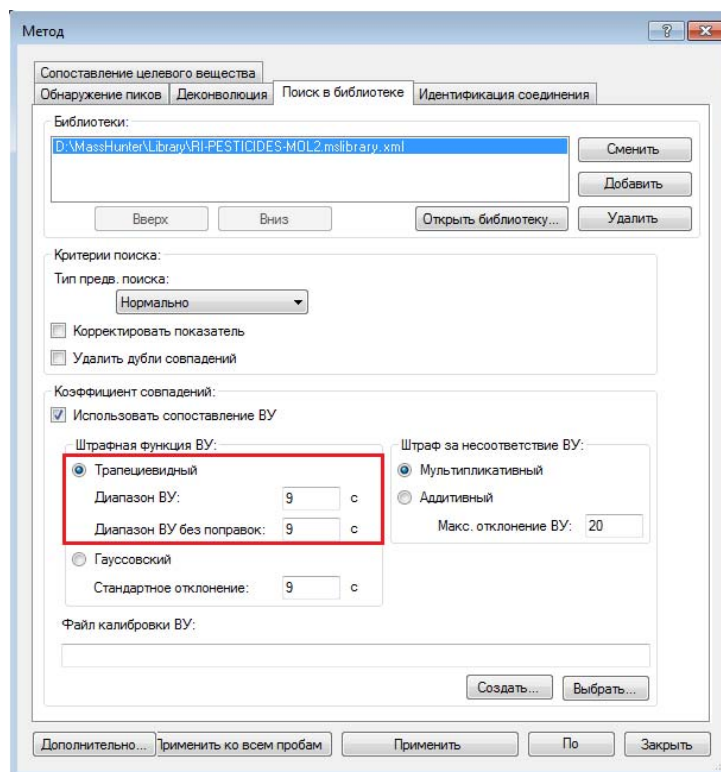
- Выберите **Корректировать показатель**, чтобы передать NIST ближайшую оценку соответствия библиотеке.
- Выберите **Удалить дубли совпадений** для удаления дублей совпадений, появляющихся в списке совпадения для данного спектра целевого вещества. Это связано с обработкой одинаковых и очень похожих записей в библиотеках, подобных тем, что есть в NIST, и возвращает в качестве результата одну запись библиотеки с наибольшим значением показателя совпадения.

5. В разделе **Коэффициент совпадений** выберите **Использовать сопоставление ВУ**.

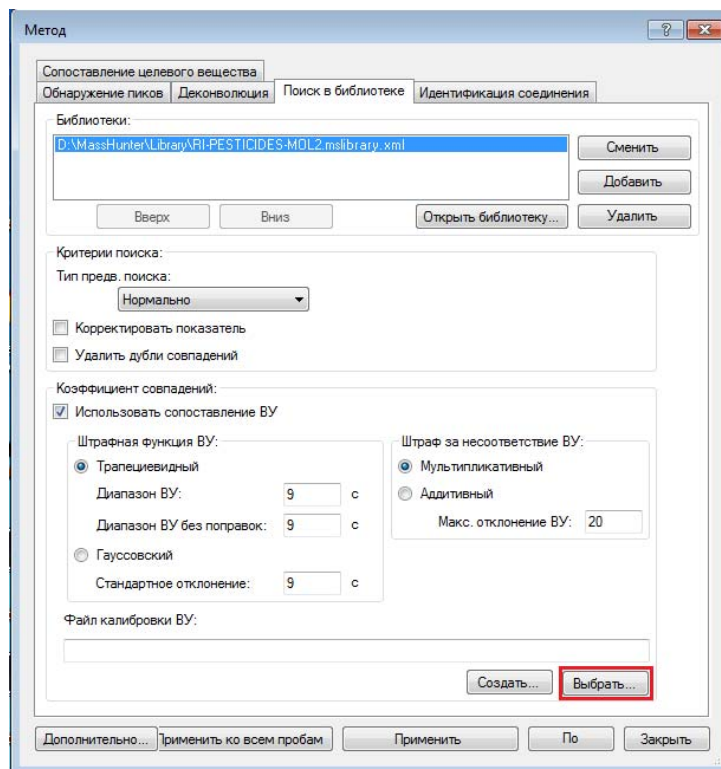


Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

6. В разделе **Штрафная функция ВУ** выберите **Трапециевидная** и введите следующее:
Диапазон ВУ: 9
Диапазон ВУ без поправок: 9

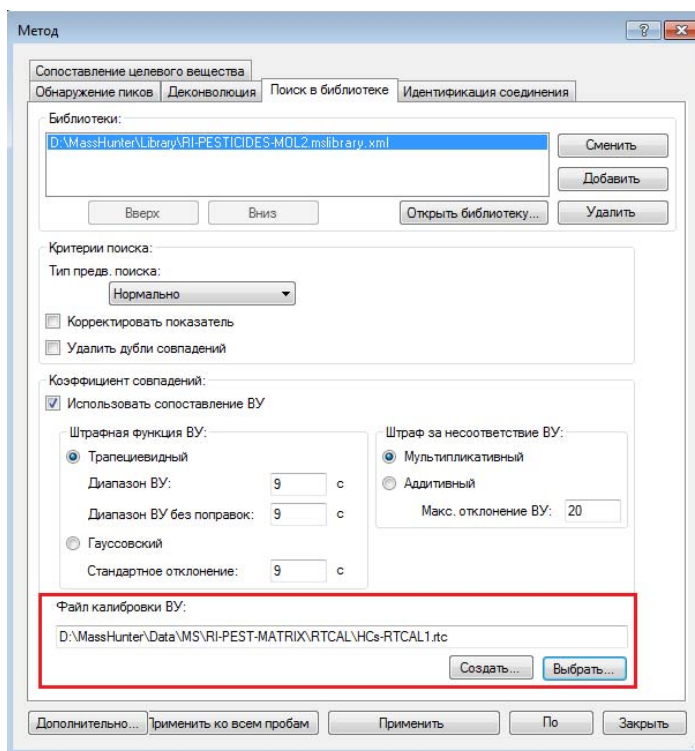


7. В разделе **Файл калибровки ВУ** нажмите **Выбрать**.



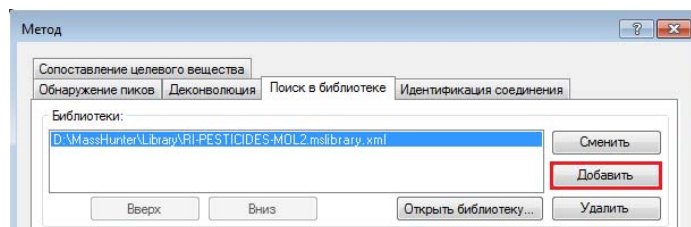
Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

8. Перейдите к нужной папке и выберите **HCs-RTCAL1.rtc**.



Расчет ВУ/ИУ используется при поиске соответствий в библиотеках для снижения количества ложноположительных результатов. Окно настроено на ± 9 секунд для определения совпадений из поиска по библиотеке.

9. В разделе **Библиотеки** нажмите **Добавить**.

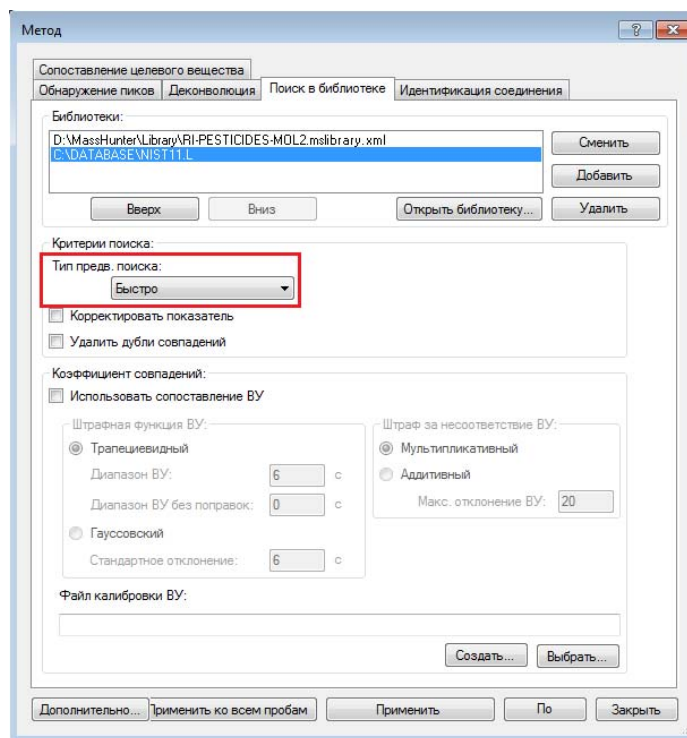


10. Перейдите к нужной папке и выберите **NIST11.L**.

Поиск по библиотеке можно осуществлять по нескольким библиотекам. В этом примере библиотека МС целевых веществ содержит более 900 пестицидов с информацией об индексах удерживания (ИУ). Для получения дополнительного подтверждения можно воспользоваться NIST11.L.

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

11. Выберите **Быстро** в раскрывающемся меню **Тип предв. поиска**.



12. Нажмите кнопку **Применить** **ко всем пробам**.

Для разных библиотек можно настроить разные параметры поиска по библиотеке.

Настройка параметров идентификации соединений

Нажмите **Идентификация соединения**.

Метод

Сопоставление целевого вещества
Обнаружение пиков | Деконволюция | Поиск в библиотеке | **Идентификация соединения**

Макс. число совпадений: 1
Мин. коэф. совпадений: 50
Мин. MZ: 30
Процентная неопределенность отношения: 40
Тип поиска в нескольких библиотеках: Все

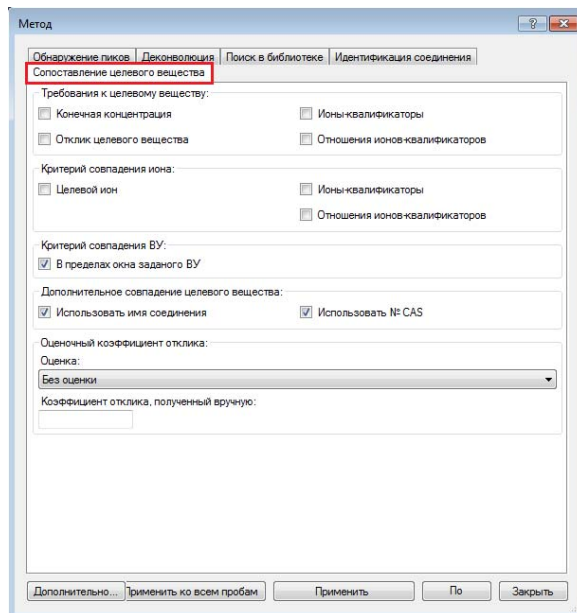
Дополнительно... | Применить ко всем пробам | Применить | По | Закрыть

В этом примере для идентификации соединений из поиска по библиотеке для параметра **Мин. коэффициент совпадений** установлено значение 50.

- **Макс. число совпадений:** максимальное число совпадений при библиотечном поиске в отчете для каждого компонента.
- **Мин. MZ:** нижний предел m/z для расчета оценки соответствия библиотеке.
- **Процентная неопределенность отношения:** применимо только в том случае, когда в поиске по библиотеке выбран **Тип предв. поиска**. Чем больше значение, тем больше будет сформировано кандидатов из поиска по библиотеке и тем дольше продлится поиск.
- **Все:** поиск по всем библиотекам (по умолчанию)
- **Тип поиска в нескольких библиотеках:** при использовании нескольких библиотека доступны два режима поиска:
 - **Все:** поиск по всем библиотекам (по умолчанию)
 - **Найти и остановиться:** прекращает библиотечный поиск в том случае, когда уже набрано достаточное количество кандидатов.

Настройка параметров сопоставления целевого вещества

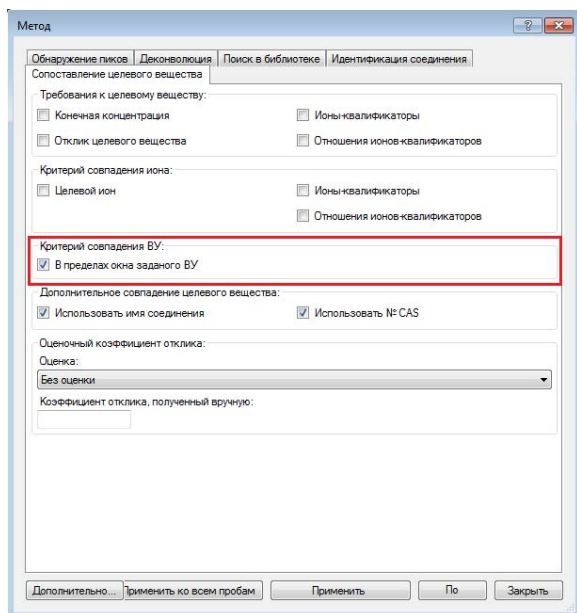
1. Нажмите **Сопоставление целевого вещества**.



Команда **Сопоставление целевого вещества** идентифицирует целевые вещества количественного анализа с помощью метода количественного анализа. Целью идентификации нецелевых соединений является упрощения отфильтровывания соответствий целевому веществу.

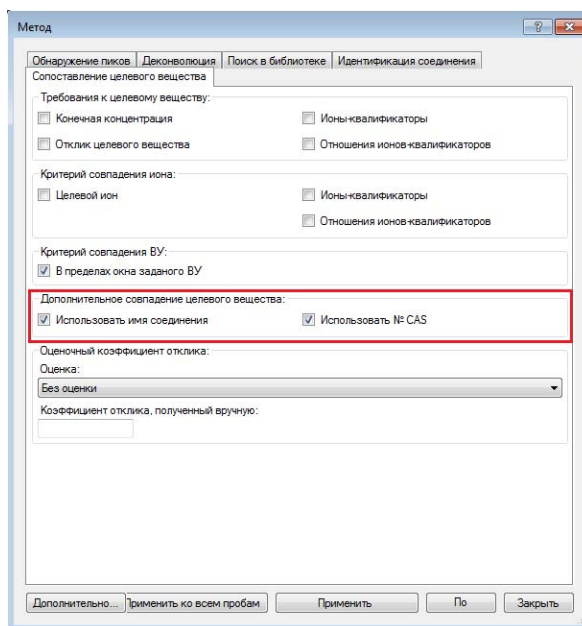
Для процесса **Сопоставление целевого вещества** можно применить окно ВУ, название соединения и № CAS.

2. В разделе **Критерий совпадения ВУ** выберите **В пределах окна заданного ВУ**.



Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

3. В разделе **Дополнительное совпадение целевого вещества** выберите **Использовать имя соединения** и **Использовать № CAS**.



Method

Обнаружение пиков | Деконволюция | Поиск в библиотеке | Идентификация соединения

Сопоставление целевого вещества

Требования к целевому веществу:

Конечная концентрация Ионы-квалификаторы

Отклик целевого вещества Отношения ионов-квалификаторов

Критерий совпадения иона:

Целевой ион Ионы-квалификаторы

Отношения ионов-квалификаторов

Критерий совпадения ВУ:

В пределах окна заданного ВУ

Дополнительное совпадение целевого вещества:

Использовать имя соединения Использовать № CAS

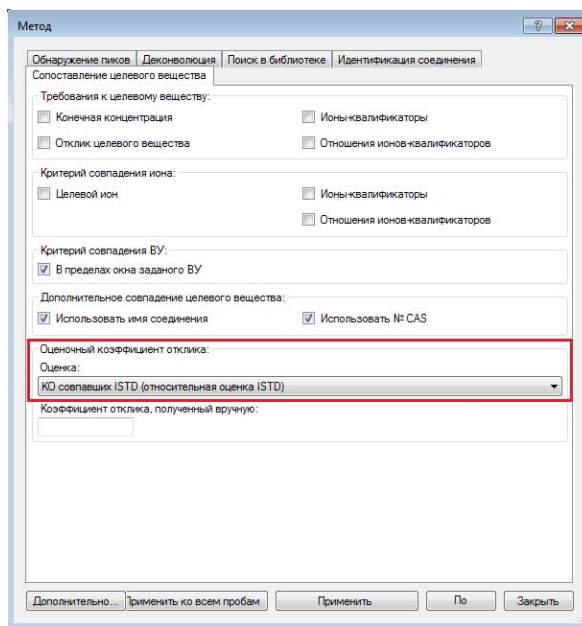
Оценочный коэффициент отклика:

Оценка: Без оценки

Коэффициент отклика, полученный вручную:

Дополнительно... Применить ко всем пробам Применить По Заккрыть

4. В разделе **Оценочный коэффициент отклика** выберите **КО совпавших ISTD** в раскрывающемся меню **Оценка**.



Method

Обнаружение пиков | Деконволюция | Поиск в библиотеке | Идентификация соединения

Сопоставление целевого вещества

Требования к целевому веществу:

Конечная концентрация Ионы-квалификаторы

Отклик целевого вещества Отношения ионов-квалификаторов

Критерий совпадения иона:

Целевой ион Ионы-квалификаторы

Отношения ионов-квалификаторов

Критерий совпадения ВУ:

В пределах окна заданного ВУ

Дополнительное совпадение целевого вещества:

Использовать имя соединения Использовать № CAS

Оценочный коэффициент отклика:

Оценка: КО совпавших ISTD (относительная оценка ISTD)

Коэффициент отклика, полученный вручную:

Дополнительно... Применить ко всем пробам Применить По Заккрыть

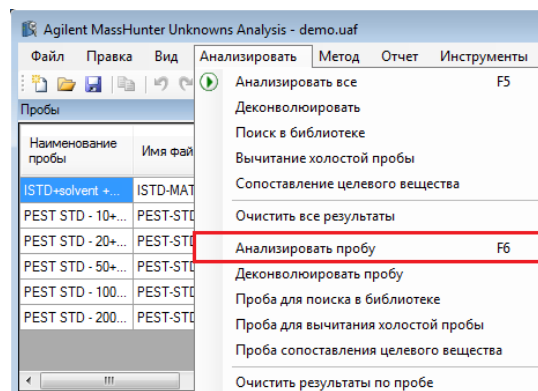
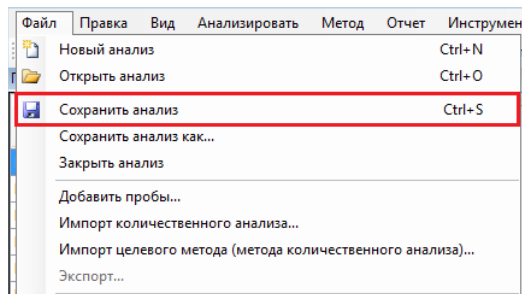
Оценка концентрации использует **Коэффициенты отклика (КО)** количества целевого вещества, которые применяются и к нецелевым совпадениям. Оценка коэффициента отклика является универсальной и может быть отрегулирована для соответствия определенным аналитическим требованиям.

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

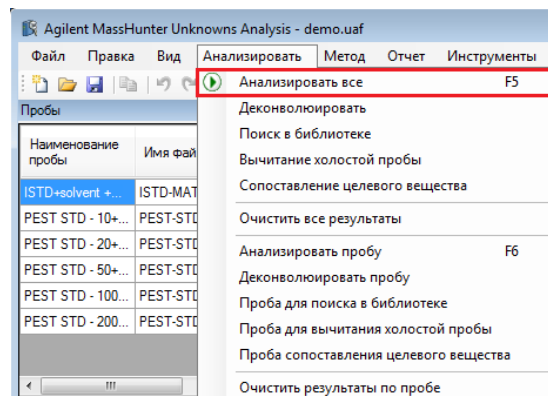
5. Нажмите **Применить ко всем пробам**, а затем нажмите **Заккрыть**.
6. Чтобы сохранить анализ, выберите **Файл > Сохранить анализ**.

Анализ и просмотр результатов

1. В окне **Проба** выберите пробу **ISTD+solvent+MATRIX**.
2. Выберите **Анализ > Анализировать пробу**.



Чтобы проанализировать оставшиеся пробы, нажмите **Анализировать все**. Анализ продолжится с того места, где он был прерван, и при отсутствии изменений в параметрах метода ранее проанализированные пробы будут пропускаться.

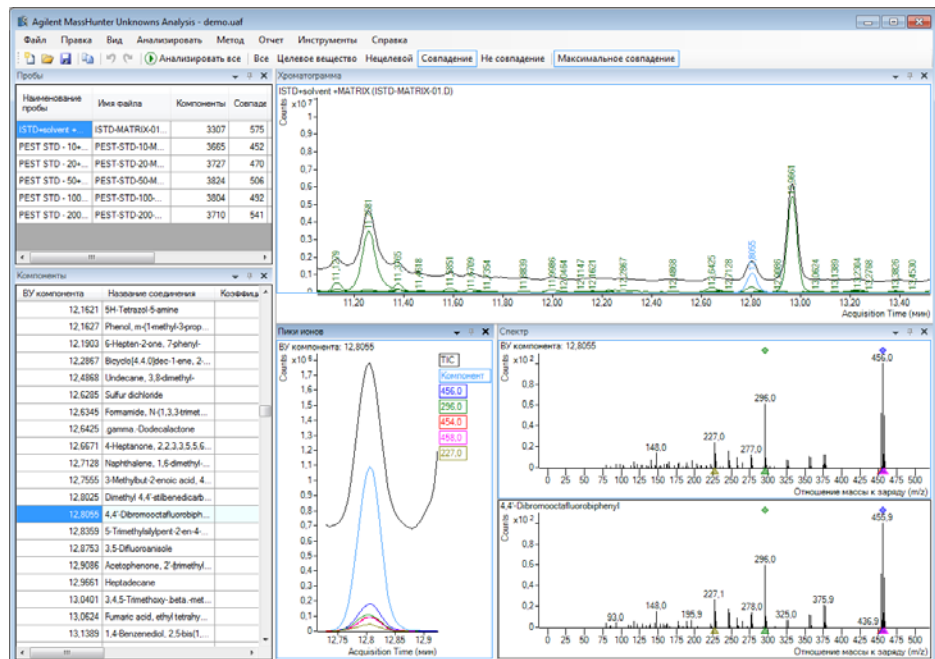


Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Ознакомьтесь с валидационной информацией в сообщениях об анализе.

Сообщения об анализе		
Тип	Целевое вещество	Сообщение
!	Проба ISTD+solvent +MATRIX	Процесс деконволюции уже выполнен ранее. Процесс деконволюции пропускается.
!	Проба ISTD+solvent +MATRIX	Процесс поиска в библиотеке уже выполнен ранее. Процесс поиска в библиотеке пропускается.
!	Проба ISTD+solvent +MATRIX	Процесс вычитания холостой пробы уже выполнен ранее. Процесс вычитания холостой пробы пропускается.
!	Проба ISTD+solvent +MATRIX	Процесс сопоставления целевого вещества уже выполнен ранее. Процесс сопоставления целевого вещества пр...

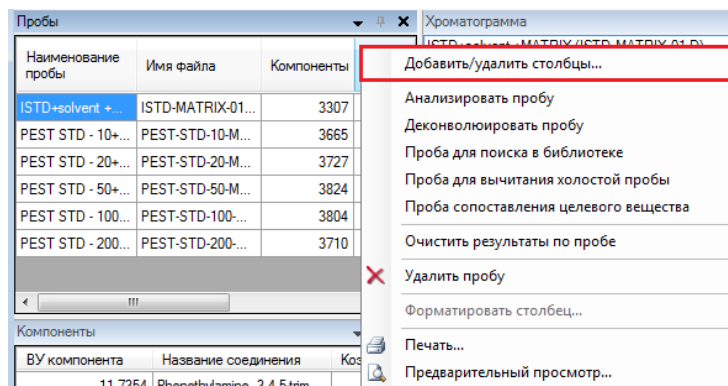
Основной вид, появившийся после завершения анализа, должен выглядеть так же, как пример ниже. Это макет по умолчанию, который использует настройки по умолчанию для столбцов.



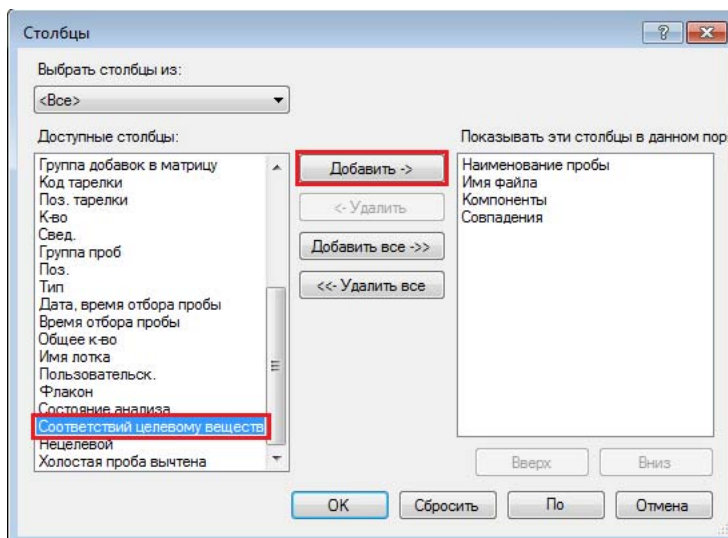
Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Просмотр результатов максимальных совпадений

1. Правой кнопкой нажмите на заголовок колонки в окне **Пробы** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.



2. Выберите **Соответствие целевому веществу** из списка **Доступные столбцы** и нажмите **Добавить**.



3. Убедитесь, что выбранный столбец переместился в список **Показать эти столбцы в данном порядке** и нажмите кнопку **ОК**.

Столбец **Соответствие целевому веществу** появился в окне **Пробы**.

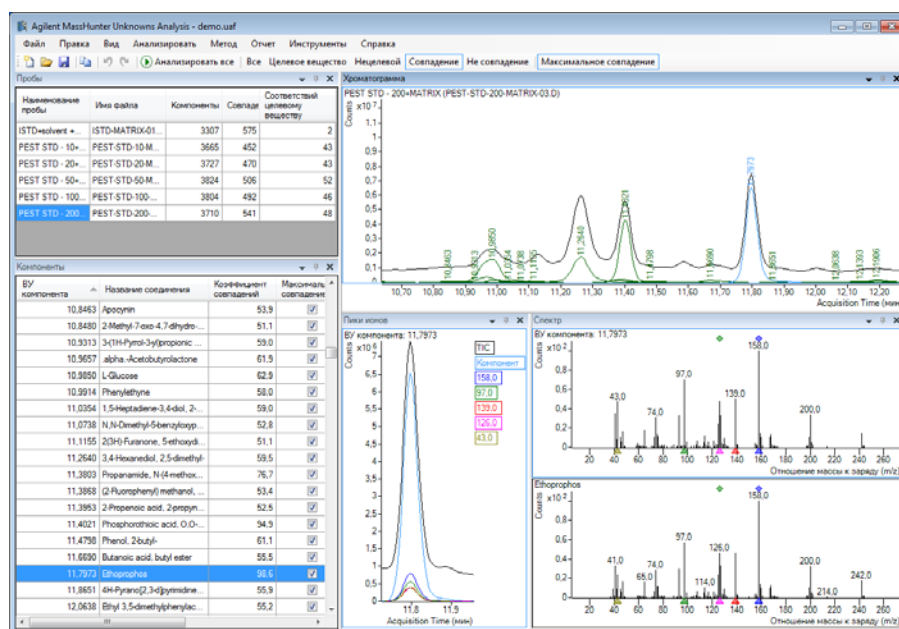
Наименование пробы	Имя файла	Компоненты	Совпаде	Соответствий целевому веществу
ISTD+solvent +...	ISTD-MATRIX-01...	3307	575	2
PEST STD - 10+...	PEST-STD-10-M...	3665	452	43
PEST STD - 20+...	PEST-STD-20-M...	3727	470	43
PEST STD - 50+...	PEST-STD-50-M...	3824	506	52
PEST STD - 100...	PEST-STD-100...	3804	492	46
PEST STD - 200...	PEST-STD-200...	3710	541	48

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

4. Выберите последнюю пробу в окне **Пробы**.

Для просмотра изменений в окнах **Компоненты**, **Хроматограмма**, **Пики ионов** и **Спектр** нажмите одну из следующих кнопок панели инструментов.

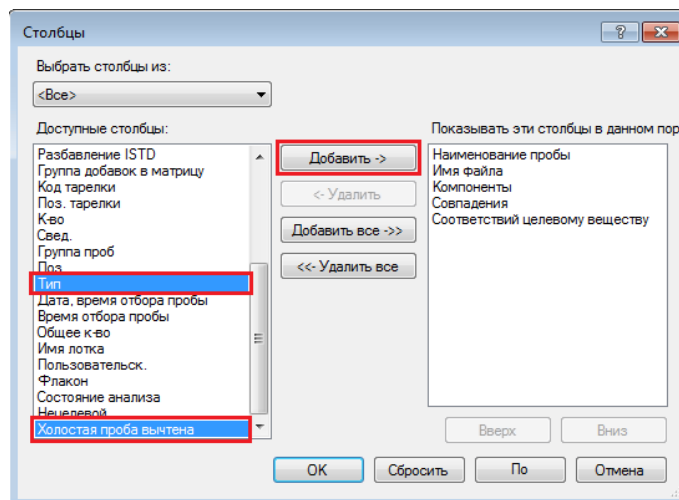
- **Все:** просмотр всех пиков.
- **Целевое вещество:** просмотр пиков, также находящихся в методе количественного анализа.
- **Нецелевое вещество:** просмотр пиков, отсутствующих в методе количественного анализа.
- **Совпадение:** просмотр пиков, найденных в поиске по библиотеке.
- **Не совпадение:** просмотр пиков, не найденных в поиске по библиотеке.
- **Максимальное совпадение:** просмотр компонента с наибольшей оценкой соответствия библиотеке среди нескольких совпадений одного и того же соединения из нескольких разрешений.



Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Просмотр результатов вычитания холостой пробы

1. Правой кнопкой нажмите на заголовок колонки в окне **Пробы** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.
2. Выберите **Тип** и **Холостая проба вычтена** из списка **Доступных столбцов** и нажмите **Добавить**.

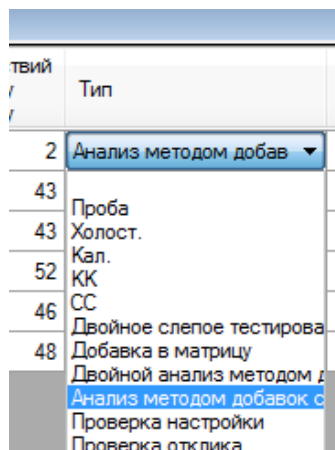


3. Убедитесь, что выбранные столбцы переместились в список **Показать эти столбцы в данном порядке**, и нажмите кнопку **ОК**.

Столбцы **Тип** и **Холостая проба вычтена** добавлены в окно **Пробы**.

Наименование пробы	Имя файла	Компоненты	Совпаде	Соответствий целевому веществу	Тип	Холостая проба вычтена
ISTD-solvent +...	ISTD-MATRI...	3307	575	2	Ана...	0
PEST STD - 10+...	PEST-STD-1...	3665	452	43	Про...	182
PEST STD - 20+...	PEST-STD-2...	3727	470	43	Про...	164
PEST STD - 50+...	PEST-STD-5...	3824	506	52	Про...	153
PEST STD - 100...	PEST-STD-1...	3804	492	46	Про...	161
PEST STD - 200...	PEST-STD-2...	3710	541	48	Про...	148

4. Обратите внимание на список доступных проб в раскрывающемся меню **Тип**.



Значения, показанные в столбце **Холостая проба вычтена** в окне **Пробы**, представляют собой количество совпадений, в которых из проб была вычтена холостая проба. Подтвердите сообщение «Эта проба относится к одному из типов холостой пробы. Процесс вычитания холостой пробы пропускается» для пробы **ISTD+solvent+MATRIX**, которое появится в окне **Сообщения об анализе**.

Тип	Целевое вещество	Сообщение
?	Проба ISTD+solvent +MATRIX	Процесс вычитания холостой пробы уже был выполнен ранее. Процесс вычитания холостой пробы пропускается.

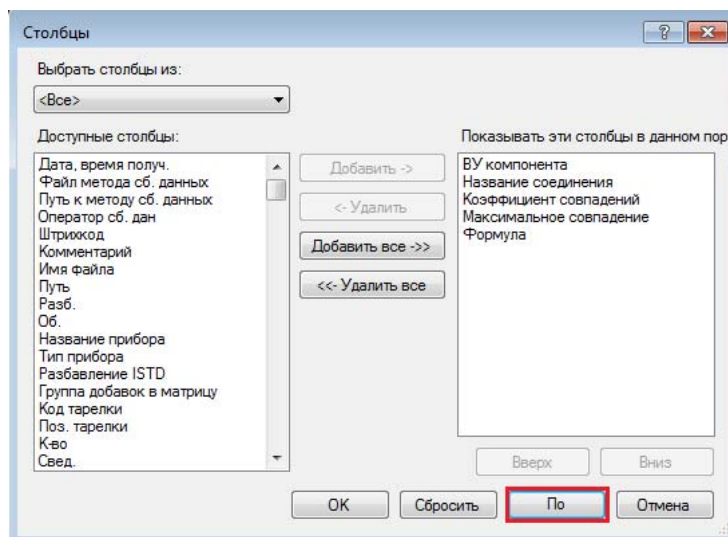
Закройте окно **Сообщения об анализе**.

Совпадения в пробе помечены как **Совпадения с вычетом холостой пробы** при нахождении того же совпадения в холостой пробе с ВУ±5ПШПМ. ПШПМ представляет собой характерный пик ГХ-МС 1–2 с. Если в этой оценке используются 2 с, 5ПШПМ = 10 с = 0,17 мин. Совпадения **Холостая проба вычтена** видны только при нажатии на панель инструментов **Все**.

Вычитание совпадений холостой пробы выполняется относительно «холостых» проб. Совпадения в любых пробах с **Типом пробы**, классифицируемые как **Холостая**, **Двойное слепое тестирование** и **Холостая матрица**, автоматически будут вычтены из всех стандартных проб в течение процесса. Можно назначить «холостую» пробу для вычитания холостой пробы, изменив **Тип пробы** в окне **Проба**. **Вычитание холостой пробы** не произойдет, если «холостых» проб нет. Для прекращения **Вычитания холостой пробы** измените тип пробы.

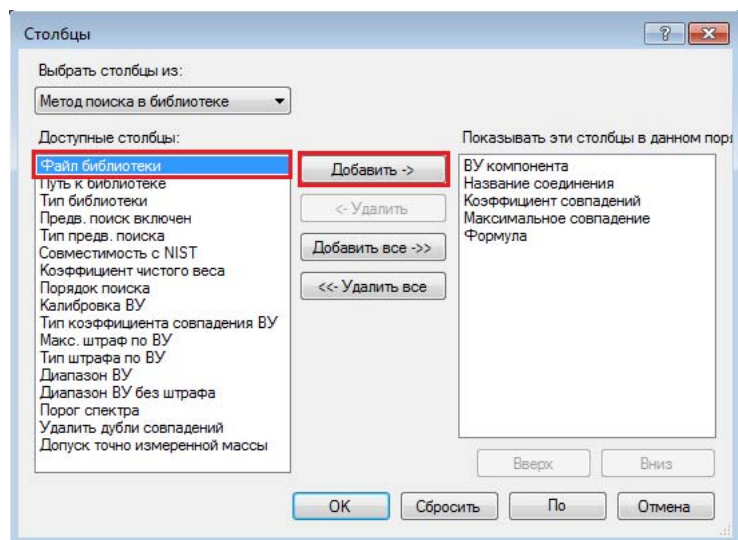
Использование команды «Показать другие совпадения» для оценки результатов

1. Правой кнопкой нажмите на заголовок столбца в окне **Компоненты** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.
2. Нажмите **По умолчанию**.



Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

3. Выберите **Файл библиотеки** из списка **Доступные столбцы** и нажмите **Добавить**.



4. Убедитесь, что выбранные столбцы переместились в список **Показать эти столбцы в данном порядке**, и нажмите кнопку **OK**.

5. Выберите пробу **PEST STD-10+MATRIX** в окне **Проба** и нажмите **Совпадение** на панели инструментов, чтобы просмотреть изменения в окне **Компоненты**.

Agilent MassHunter Unknowns Analysis - demo.uaf

Файл Правка Вид Анализировать Метод Отчет Инструменты Справка

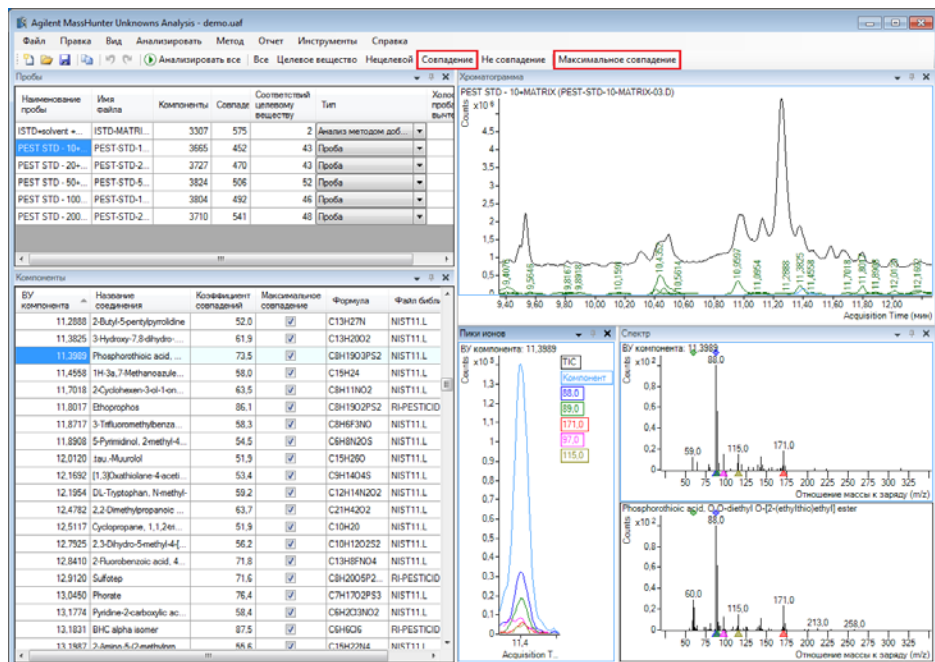
Анализировать все Все Целевое вещество Нецелевой **Совпадение**

Пробы

Наименование пробы	Имя файла	Компоненты	Совпаде	Соответствий целевому веществу	Тип	Холостая проба вычтена
ISTD+solvent +...	ISTD-MATRI...	3307	575	2	Анализ методом доб...	0
PEST STD - 10+...	PEST-STD-1...	3665	452	43	Проба	182
PEST STD - 20+...	PEST-STD-2...	3727	470	43	Проба	164
PEST STD - 50+...	PEST-STD-5...	3824	506	52	Проба	153
PEST STD - 100...	PEST-STD-1...	3804	492	46	Проба	161
PEST STD - 200...	PEST-STD-2...	3710	541	48	Проба	148

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Убедитесь, что максимальные совпадения находятся в разных библиотеках.



- Правой кнопкой нажмите **Цианофосфорная кислота** в окне **Соединения** и выберите **Показать другие совпадения**.

Компоненты

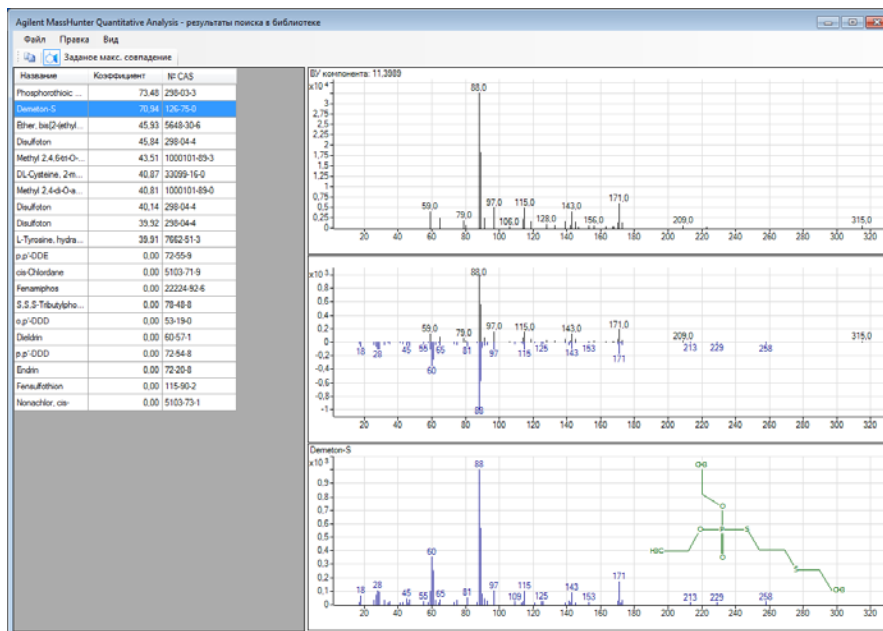
ВУ компонента	Название соединения	Коэффициент совпадения
11.2888	2-Butyl-5-pentylpyrrolidine	
11.3825	3-Hydroxy-7,8-dihydro-....	
11.3989	Phosphorothioic acid, ...	

Right-click context menu for component 11.3989:

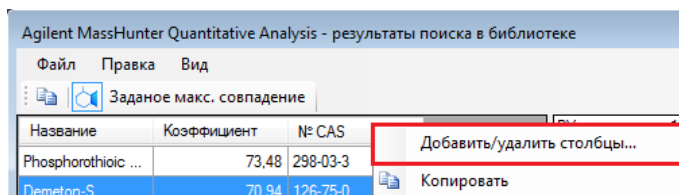
- Добавить/удалить столбцы...
- Копировать
- Установить лучшее совпадение
- Показать другие совпадения...**
- Удалить совпадения Del
- Восстановить все совпадения
- Форматировать столбец...
- Экспорт...
- Печать...
- Предварительный просмотр...

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

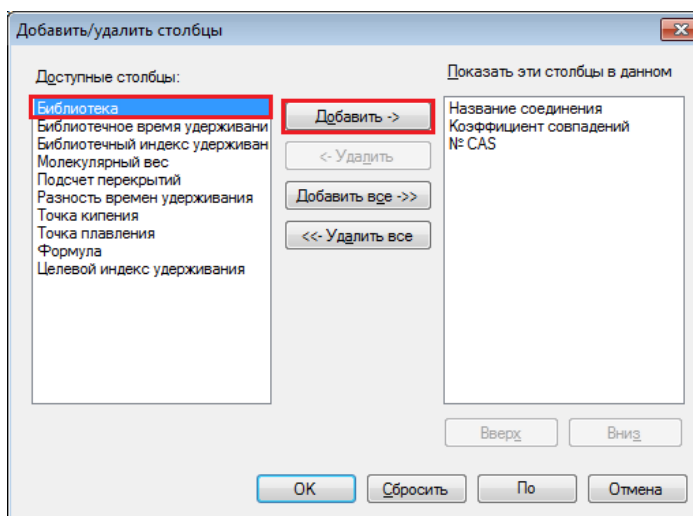
Отображаются **Результаты поиска в библиотеке**.



- Правой кнопкой нажмите на заголовок колонки в окне **Результаты поиска по библиотеке** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.



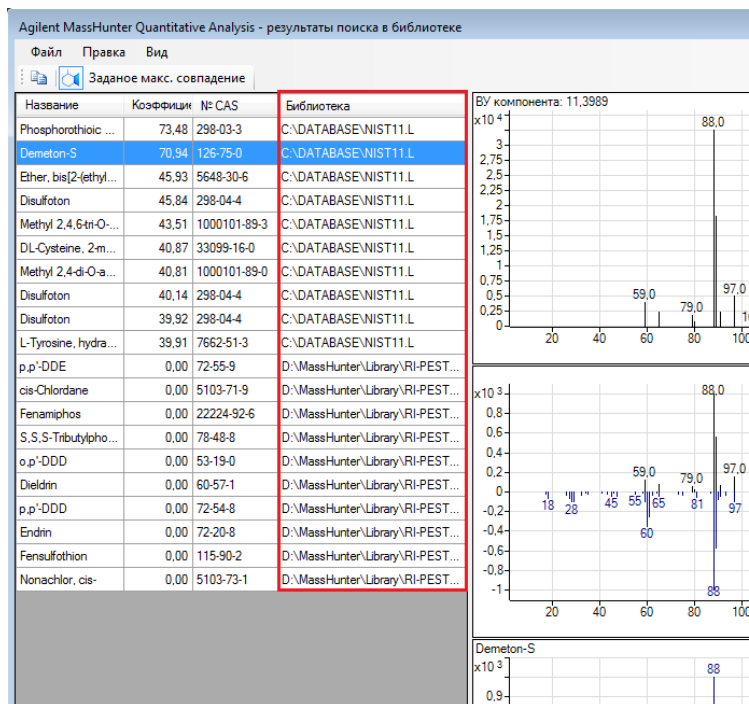
- Выберите **Библиотека** из списка **Доступные столбцы** и нажмите **Добавить**.



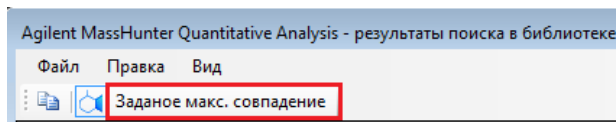
Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

9. Убедитесь, что выбранные столбцы переместились в список **Показать эти столбцы в данном порядке**, и нажмите кнопку **OK**.

Столбец **Библиотека** добавляется в таблицу.



10. Выберите **Demeton-S** и нажмите **Задать макс. совпадение**.



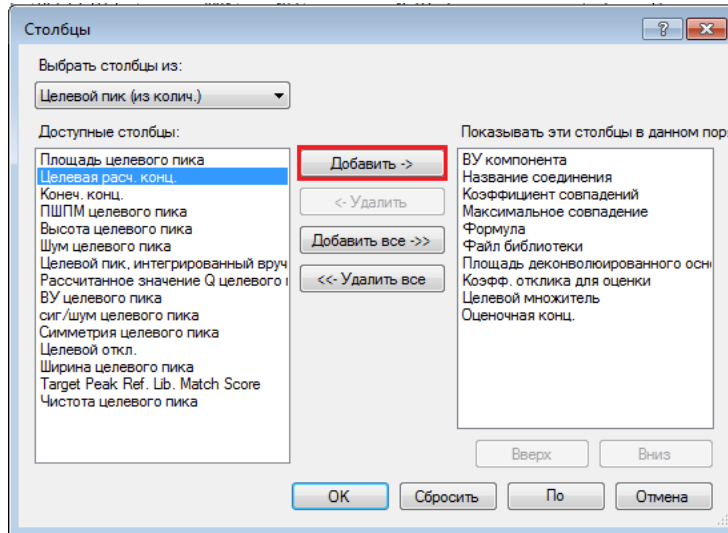
Убедитесь, что предыдущее соединение заменено выбранным в качестве текущего **Макс. совпадения** в таблице **Компонент**.

Компонента	Название соединения	Коэффициент совпадений	Максимальное совпадение	Формула	Файл библиотеки
11,2888	2-Butyl-5-pentylpyrrolidine	52,0	<input checked="" type="checkbox"/>	C13H27N	NIST11.L
11,3825	3-Hydroxy-7,8-dihydro-....	61,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C13H20O2	NIST11.L
11,3989	Demeton-S	70,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C8H19O3PS2	NIST11.L
11,4558	1H-3a,7-Methanoazule...	58,0	<input checked="" type="checkbox"/>	C15H24	NIST11.L
11,7018	2-Cyclohexen-3-ol-1-on...	63,5	<input checked="" type="checkbox"/>	C8H11NO2	NIST11.L
11,8017	Ethoprophos	86,1	<input checked="" type="checkbox"/>	C8H19O2PS2	RI-PESTICIDES-MC
11,8717	3-Trifluoromethylbenza...	58,3	<input checked="" type="checkbox"/>	C8H6F3NO	NIST11.L
11,8908	5-Pyrimidinol, 2-methyl-4...	54,5	<input checked="" type="checkbox"/>	C6H8N2O5	NIST11.L
12,0120	.tau.-Murolol	51,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C15H26O	NIST11.L
12,1692	[1,3]Oxathiolane-4-aceti...	53,4	<input checked="" type="checkbox"/>	C9H14O4S	NIST11.L
12,1954	DL-Tryptophan, N-methyl-	59,2	<input checked="" type="checkbox"/>	C12H14N2O2	NIST11.L
12,4782	2,2-Dimethylpropanoic ...	63,7	<input checked="" type="checkbox"/>	C21H42O2	NIST11.L
12,5117	Cyclopropane, 1,1,2-tri...	51,9	<input checked="" type="checkbox"/>	C10H20	NIST11.L
12,7925	2,3-Dihydro-5-methyl-4-[-...	56,2	<input checked="" type="checkbox"/>	C10H12O2S2	NIST11.L
12,8410	2-Fluorobenzoic acid, 4...	71,8	<input checked="" type="checkbox"/>	C13H8FNO4	NIST11.L
12,9120	Sulfotep	71,6	<input checked="" type="checkbox"/>	C8H20O5P2...	RI-PESTICIDES-MC
13,0450	Phorate	76,4	<input checked="" type="checkbox"/>	C7H17O2PS3	NIST11.L

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

Просмотр результатов оценки концентраций

1. Правой кнопкой нажмите на заголовок столбца в окне **Компоненты** и выберите **Добавить/удалить столбцы**.
2. Выберите **Площадь деконволюированного основного пика**, **Козфф. отклика для оценки**, **Целевой множитель**, **Оценочная конц.** и **Целевая расч. конц.** из списка **Доступные столбцы** и нажмите **Добавить**.
3. Убедитесь, что выбранные столбцы переместились в список **Показать эти столбцы в данном порядке**, и нажмите кнопку **OK**.
4. Выберите пробу **PEST STD-200+MATRIX** в окне **Проба** и нажмите **Целевое вещество** на панели инструментов, чтобы просмотреть изменения в окне **Компоненты**.



Agilent MassHunter Unknowns Analysis - demo.uaf

Файл Правка Вид Анализировать Метод Отчет Инструменты Справка

Анализировать все Все **Целевое вещество** Нецелевой

Пробы

Наименование пробы	Имя файла	Компоненты	Совпаде	Соответствий целевому веществу	Тип	Холостая проба вычтена
ISTD+solvent +...	ISTD-MATRI...	3307	575	2	Анал...	0
PEST STD - 10+...	PEST-STD-1...	3665	452	42	Проба	182
PEST STD - 20+...	PEST-STD-2...	3727	470	43	Проба	164
PEST STD - 50+...	PEST-STD-5...	3824	506	52	Проба	153
PEST STD - 100+...	PEST-STD-1...	3804	492	46	Проба	161
PEST STD - 200+...	PEST-STD-2...	3710	541	48	Проба	148

Задание 2. Идентификация соединений с помощью деконволюции

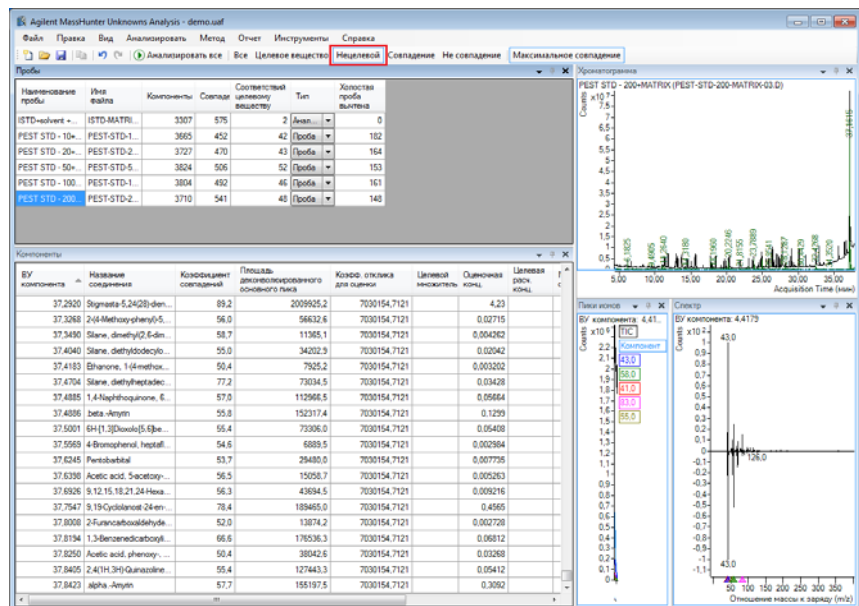
Результаты оценочной концентрации перечислены в столбце **Оценочная конц.** В случае целевых соединений можно сравнить с рассчитанными концентрациями количества.

Оценочная концентрация рассчитывается по следующей формуле:

$$EstimatedConcentration = \frac{BasePeakDeconvolutedArea}{RFforEstimation} \times Multiplier$$

ВУ компонента	Название соединения	Коэффициент совпадения	Площадь деконволюированного основного пика	Коефф. отклика для оценки	Целевой множитель	Оценочная конц.	Целевая расч. конц.
11.4021	Phosphorothioic acid, ...	94,9	2721304,4	15242,0612	1,0	178,5	142,9
11.7973	Ethoprophos	98,6	2129122,9	23074,7989	1,0	92,27	80,42
12.9031	Sulfotep	97,3	1015154,5	14072,1077	1,0	72,14	60,25
13.0452	Phorate	97,5	3420580,5	37367,4384	1,0	91,54	69,67
13.1816	BHC alpha isomer	98,8	1624103,4	30501,9747	1,0	53,25	50,15
13.7016	Pentachloroanisole	98,8	1731347,2	31672,4512	1,0	49,85	50,18
13.7651	Dimethoate	96,0	2679103,0	27534,5448	1,0	97,3	79,82
14.3218	BHC beta isomer	98,5	1014024,0	17820,0025	1,0	54,67	49,9
14.5841	Lindane	98,0	1123973,2	20587,9238	1,0	54,59	50,03
15.0133	Fonofos	97,4	2705421,8	36770,1739	1,0	73,58	60,18
15.5881	Diazinon	98,2	2028613,6	19554,1053	1,0	96,89	79,21
15.6787	Disulfoton	85,7	1203625,2	14999,7384	1,0	80,24	61
15.6842	BHC delta isomer	96,2	1201797,5	22152,4695	1,0	54,25	50,15
17.7267	Methyl parathion	86,9	1539303,6	7909,0709	1,0	107,8	71,74
17.7336	Chloropyrifos-methyl	91,9	2612062,4	25551,5818	1,0	102,2	81,31
17.9452	Heptachlor	95,7	598014,1	9858,2440	1,0	60,66	50,29

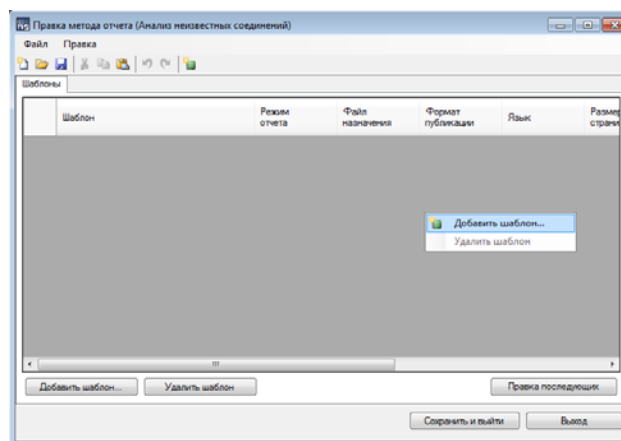
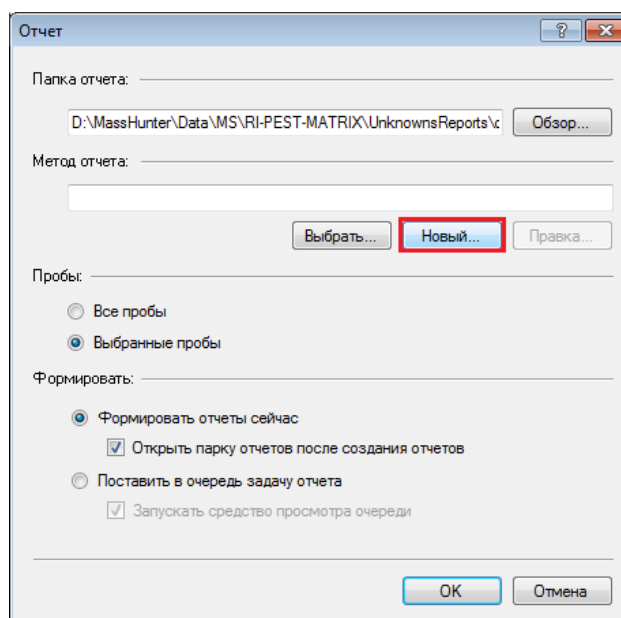
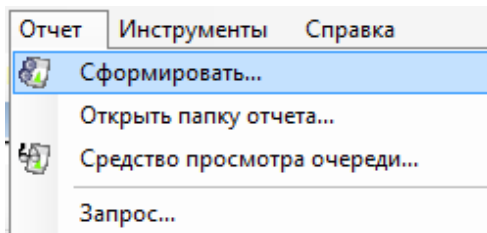
- Нажмите **Нецелевое вещество** на панели инструментов для просмотра оценочных концентраций нецелевых веществ.



- Чтобы сохранить анализ, выберите **Файл > Сохранить анализ.**

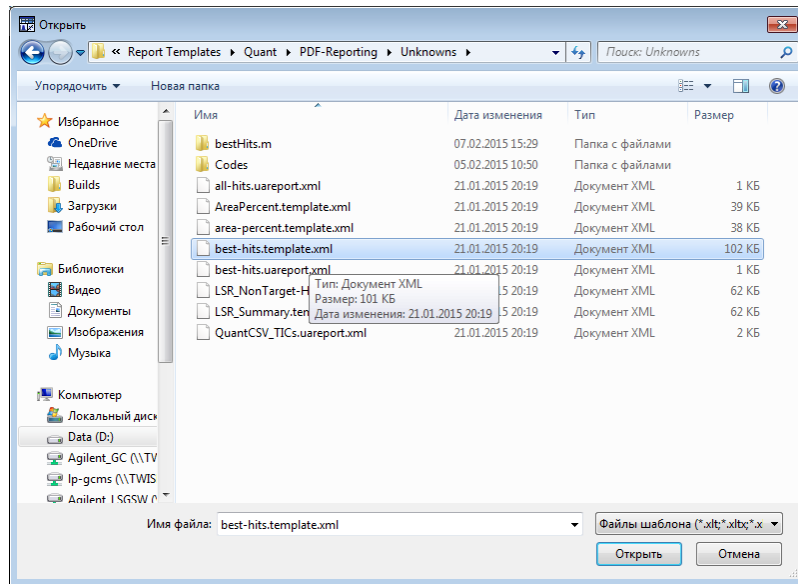
Задание 3. Создание отчета

1. Выберите **Отчет > Сформировать**.
2. В разделе **Метод отчета** нажмите **Новый**.
3. Правой кнопкой щелкните в окне и выберите **Добавить шаблон**.

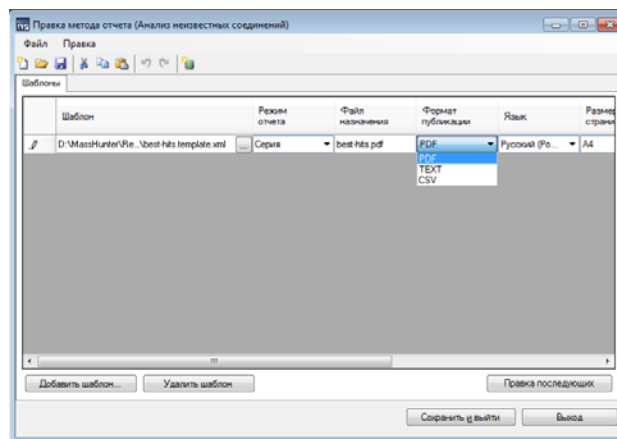


Задание 3. Создание отчета

4. Перейдите в папку **D:\MassHunter\Report Templates\Quant\PDF-Reporting\Unknowns**, выберите **best-hits.template.xml** и нажмите **Открыть**.

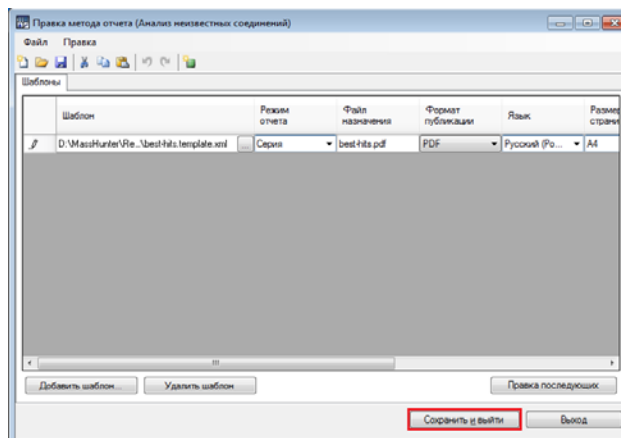


После выбора шаблона можно настроить **Формат публикации отчета: PDF, TEXT и CSV, Язык: английский, китайский, японский и русский, Размер страницы, принтер: A4 и Letter**, и нужно ли **Открыть опубликованный файл** после формирования отчета. Также доступна команда **Последующая обработка** для дополнительной обработки отчета после выполнения задачи отчета.

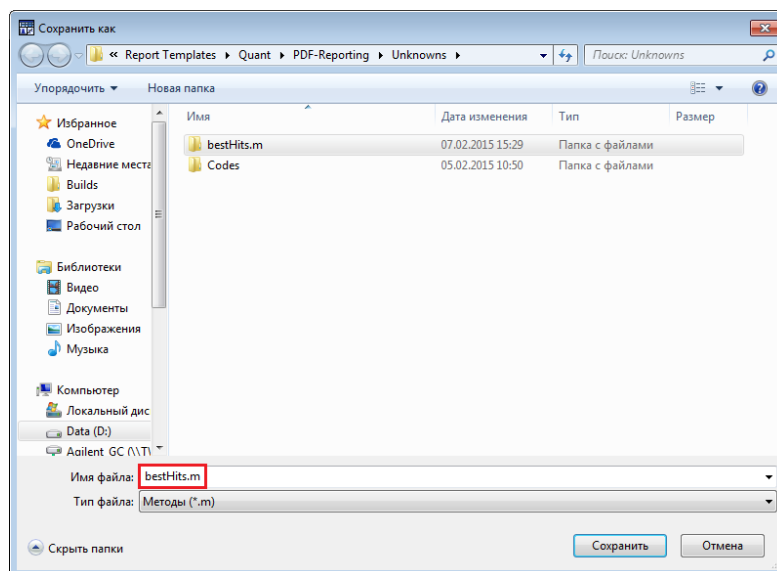


Задание 3. Создание отчета

5. Нажмите **Сохранить и выйти** для сохранения метода отчета в нужном местоположении.



Методы отчета имеют расширение **.m**.



Задание 3. Создание отчета

6. Для проб можно сформировать отчет для **Всех проб** или **Выбранных проб**.

В режимах формирования отчета можно выбрать **Формировать отчеты сейчас** или **Поставить в очередь задачу отчета**.

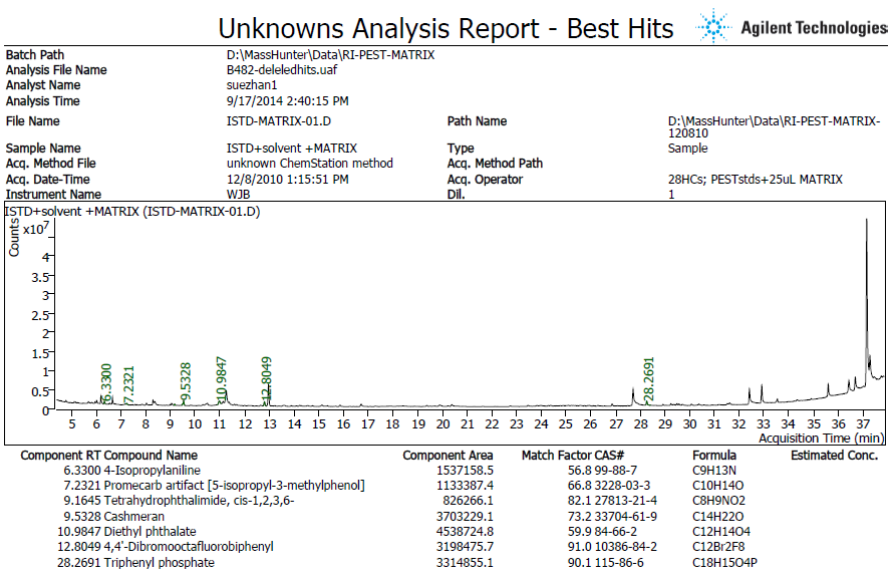
7. Нажмите кнопку **OK** для начала формирования отчетов.

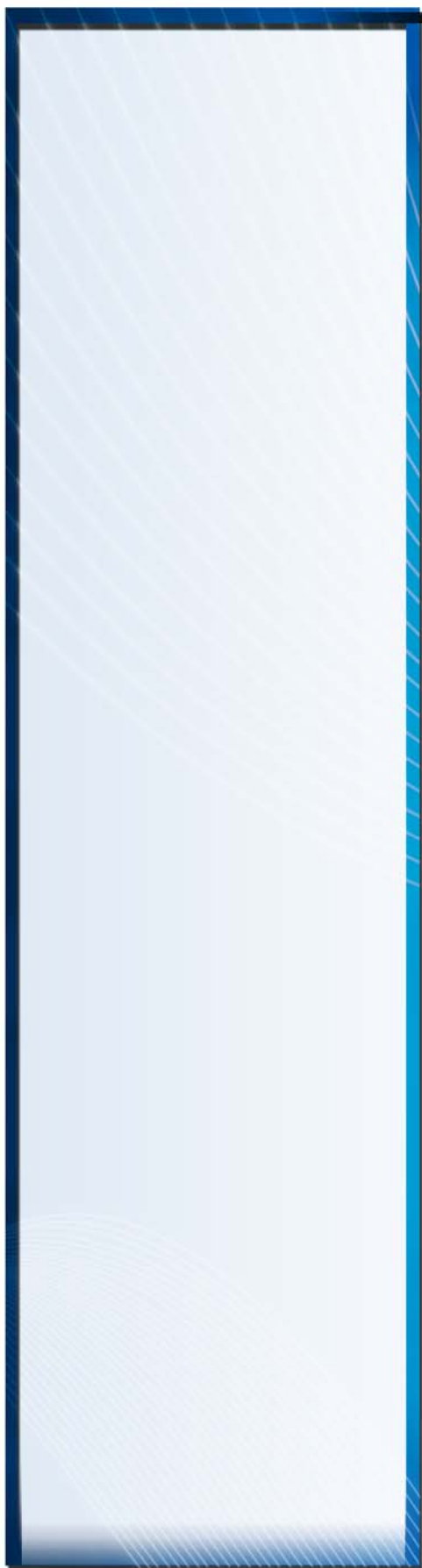
Папка отчета открывается автоматически по завершении формирования отчета.

Или можно выбрать **Меню > Открыть папку отчета** для просмотра заново сформированного отчета **best-hits.pdf**. Отчет открывается в программе Reader.

8. Закройте отчет.

9. Для выхода из программы выберите **Файл > Выход**.







© Agilent Technologies, Inc.

Напечатано в США, январь 2015.

G3335-98187