

Программное обеспечение Agilent MassHunter Workstation — Квадрупольно-времяпролетная система ГХ/МС с точным определением масс серии 7250

Руководство по ознакомлению



Примечания

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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.

Номер руководства по каталогу

G7250-91013

Издание

Издание 1-е, январь 2019 г.

Напечатано в США

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

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

Ограничение прав Правительства США. Права на программное обеспечение и технические данные, предоставляемые федеральному правительству, включают только права, передаваемые в обычном порядке конечным пользователям. Agilent предоставляет стандартную коммерческую лицензию на программное обеспечение и технические данные в соответствии с FAR 12.211 (технические данные) и 12.212 (компьютерное программное обеспечение), а для Министерства обороны США — согласно DFARS 252.227-7015 (технические данные — коммерческие элементы) и DFARS 227.7202-3 (права, касающиеся коммерческого программного обеспечения или документации по компьютерному программному обеспечению).

Содержание

Руководство по ознакомлению

Вводные сведения	6
Упражнение. Разработать метод сбора данных для 7250	9
Задание 1. Установите параметры канала и устройства ввода пробы	10
Задание 2. Проверка конфигурации ГХ	11
Задание 3. Оптимизация интенсивности основных ионов и выполнение калибровки масс	13
Задание 4. Ввод параметров сбора данных ГХ	17
Задание 5. Создание метода сканирования ионов для качественного анализа	21
Задание 6. Сбор данных сканирования МС (дополнительно)	24
Задание 7. Использование последовательности для планирования калибровок масс	26
Упражнение. Анализ данных	29
Задание 1. Открытие файла данных в программе Qualitative Navigator	30
Задание 2. Конфигурация пользовательского интерфейса качественного анализа	32
Задание 3. Идентификация пиков в Qualitative Navigator	35
Задание 4. Идентификация соединений с использованием рабочего процесса качественного анализа	37
Задание 5. Конфигурация автоматических отчетов в методе	40
Задание 6. Создание рабочего процесса «Method Automation workflow»	43
Задание 7. Просмотр результатов	46
Задание 8. Идентификация соединений с помощью анализа неизвестных соединений	50

Руководство по ознакомлению

В данном руководстве описано использование системы ГХ/МС Agilent Q-TOF серии 7250 для сбора и анализа данных проб. Если при ознакомлении с данным руководством требуется пропустить необходимые для сбора данных шаги, используйте поставляемые с системой MassHunter демонстрационные файлы данных (см. **Справочные данные** на стр. 6).

В настоящем руководстве описывается, как определить лучшие параметры сбора для анализа исследуемых соединений. Эти инструкции не только помогут понять, как создать метод для оптимизации параметров прибора, чтобы получить максимальную чувствительность при сборе данных, но и как использовать программу Qualitative Analysis для определения значений параметров, при которых получается наилучший отклик.

Вводные сведения

Справочные данные

Доступно в документации пользователя при установке программного обеспечения MassHunter для ГХ/МС Q-TOF 7250. Это приложение с документацией поставляется как часть ПО MassHunter.

- *Руководство по ознакомлению с программой качественного анализа MassHunter для ГХ/МС*, которое содержит сведения о многих функциях программы Qualitative Analysis, не вошедшие в данное руководство, в том числе о программе Qualitative Analysis Navigator.
- *Учебные видеоматериалы Qualitative Analysis Training Videos* для тех, кому требуются видео и аудио уроки, представляющие всестороннее использование программ MassHunter Qualitative Analysis Navigator и MassHunter Qualitative Workflows.
- *Онлайн-справка* с подробной информацией о принципах работы программы Qualitative Analysis.
- *Демонстрационные файлы данных и библиотека точных масс*, позволяющие выполнить все показанные здесь шаги анализа с использованием собственной инсталляции программы Qualitative Analysis без сбора данных о соединениях или приобретения лицензии на использование библиотеки.
- *Краткое руководство пользователя*, описывающее документацию, включенную в приложения, и сведения, которые содержатся в каждом документе.

Доступно на установочном DVD-диске с инструментами и руководствами пользователя 7250 Q-TOF. Это приложение с документацией поставляется вместе с прибором 7250 Q-TOF.

- *Руководство по концепциям*, которое содержит дополнительные сведения о работе ГХ/МС 7250 Q-TOF.
- *Краткое руководство пользователя*, описывающее документацию, включенную в приложения, и сведения, которые содержатся в каждом документе.
- *Руководства по оборудованию* со сведениями о работе и выполнении обслуживания 7250 Q-TOF.

Подготовка системы

- 1 Следует убедиться, что:
 - Установлены Сбор данных MassHunter, Качественный анализ MassHunter и Количественный анализ MassHunter.
 - В системе используется газовый хроматограф Agilent 8890 или 7890 с каналом ввода с / без деления потока или многорежимным каналом ввода (ММ) и автоматический пробоотборник для жидких проб.
 - При отборе используются шприц ALS 10 мкл конический с закрепленной иглой калибром 23-26s. Может быть использован любой другой подходящий шприц.
 - Система ГХ/МС 7250 Q-TOF сконфигурирована и правильно настроена.
 - Рабочие характеристики проверены.
 - Система включена.
 - Подходящая колонка установлена. Модель J&W 122-3832 DB-35MS: в настоящем руководстве для примера используется колонка 30 м x 250 мкм, 0,25 мкм.
- 2 Сконфигурируйте ГХ на установленную колонку.
- 3 Если необходимо, скопируйте *демонстрационные файлы данных и библиотеку точных масс*, указанные в **Справочные данные** на стр. 6, в любое место на жестком диске. Этот файл данных и файл библиотеки точно измеренных масс необходимы для данного упражнения, если вы не выполняете сбор данных и не имеете библиотеку точных масс соединений, показанных в разделе **Таблица 1** на стр. 8.

Подготовка образцов, необходимых для сбора данных

Если нет необходимости в сборе данных и целью является изучение программы количественного анализа Qualitative Analysis, можно пропустить пробоподготовку и использовать файлы данных, поставляемые с настоящим руководством. Рекомендуем ознакомиться с разделом **Упражнение. Разработать метод сбора данных для 7250** на стр. 9, чтобы узнать об уникальных параметрах для оборудования Agilent.

Материалы, требуемые для пробоподготовки:

- Образец (№ 05970-60045 или 5074-3025 только для Японии).
- Изооктан для разбавления образца.
- Вials для проб

Концентрации соединений пробы, растворенных в изооктане в ампулах объемом 1 мл, составляют 10 нг/мкл, 100 нг/мкл и 100 пг/мкл и представлены в **Таблица 1**.

Таблица 1 Список соединений пробы

Соединение	m/z	Формула
Додекан	170,2029	C ₁₂ H ₂₆
Бифенил	154,0777	C ₁₂ H ₁₀
4-хлордифенил (исключительно № 05970-60045)	188,0387	C ₁₂ H ₉ Cl
метилпальмитат	270,2553	C ₁₇ H ₃₄ O ₂

Необходимо подготовить пробу для качественного анализа, перелив содержимое ампулы 10 нг/мкл в виалу для пробы ALS, и закрыть виалу крышкой.

Следует наполнить виалу для промывки ALS изооктаном.

Упражнение. Разработать метод сбора данных для 7250

Задание 1. Установите параметры канала и устройства ввода пробы 10

Задание 2. Проверка конфигурации ГХ 11

Задание 3. Оптимизация интенсивности основных ионов и выполнение калибровки масс 13

Задание 4. Ввод параметров сбора данных ГХ 17

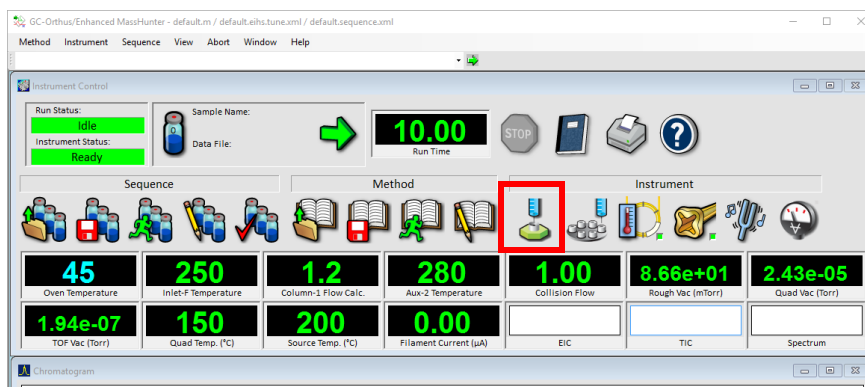
Задание 5. Создание метода сканирования ионов для качественного анализа 21

Задание 6. Сбор данных сканирования МС (дополнительно) 24

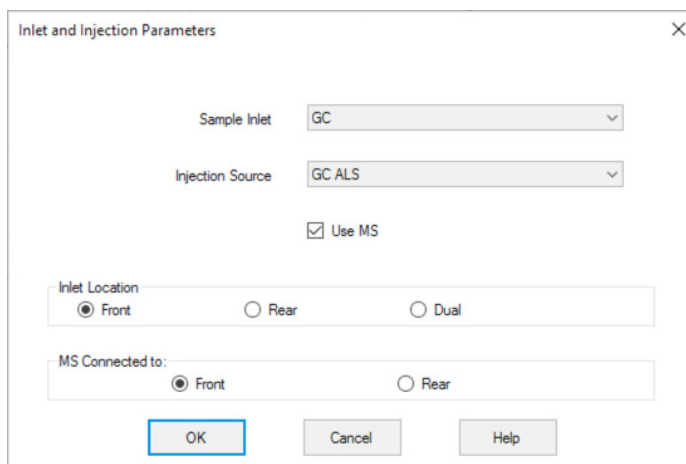
Задание 7. Использование последовательности для планирования калибровок масс 26

Задание 1. Установите параметры канала и устройства ввода пробы

- 1 Дважды щелкните значок **Сбор данных** на рабочем столе Windows.
- 2 Нажмите значок **Параметры канала и устройства ввода пробы**. Для появления надписи с названием значка следует навести на него курсор.



Отображается диалоговое окно **Параметры канала и устройства ввода пробы**.

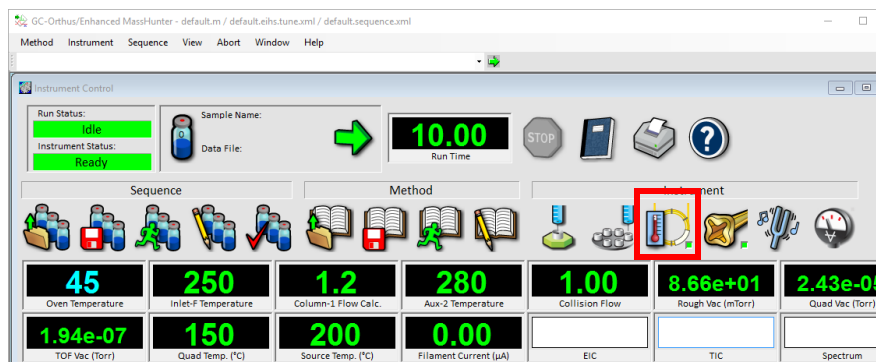


- 3 Выберите **ГХ** для канала ввода пробы и установленный ALS для устройства ввода.
- 4 Установите флажок **Использовать MS**.

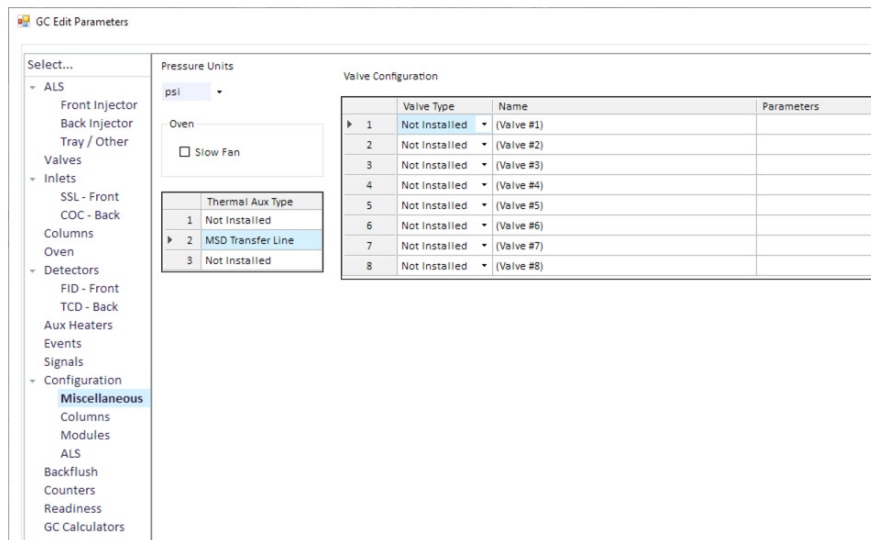
Задание 2. Проверка конфигурации ГХ

В данном задании необходимо проверить наладку оборудования ГХ для анализа.

- 1 Щелкните значок **Редактирование параметров ГХ**.



Отображается окно **Правка параметров ГХ**.



- 2 В меню навигации выберите **Конфигурация > Разное**.
- 3 В меню **Единицы измерения давления** выберите psi.
- 4 В области **Термостат** снимите выбор режима **Медленный вентилятор**.

- 5 В меню навигации выберите **Конфигурация > Колонки** и установите в поле **Колонка 1** колонку J&W 122-3832 или аналогичную. Установите в меню **Вход – Передний (или задний) канал ввода** в меню **Выход – МСД**. В меню **Нагревается** стоит **Термостат**.

При использовании другой колонки необходимо отрегулировать значения параметров ГХ в соответствии с требованиями хроматографии.

- 6 В меню навигации выберите **Конфигурация > Модули** и установите в меню **Канал ввода SS** газ **He** и в меню **Ячейка соударений EPS** газ **N2**.
- 7 В меню навигации выберите **Конфигурация > ALS**, установите **Размер шприца** 10 мкл для шприца ALS с заостренной зафиксированной иглой калибра 23-26s и выберите **Режим промывки растворителем** А, В.

Может быть использован любой другой подходящий шприц.

- 8 Нажмите **ОК**.

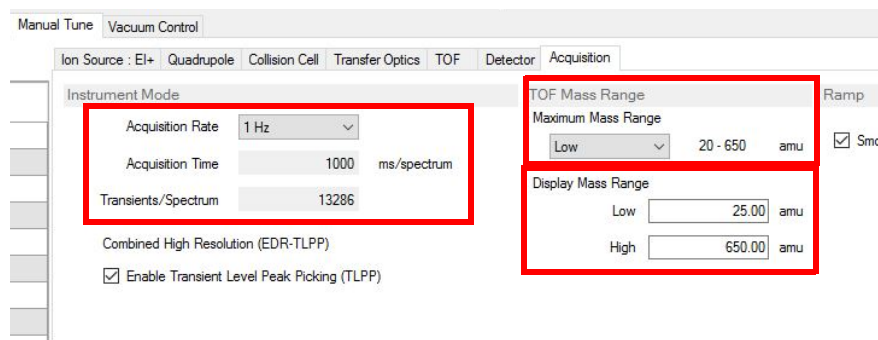
Происходит загрузка параметров в ГХ, и окно закрывается.

Задание 3. Оптимизация интенсивности основных ионов и выполнение калибровки масс

В данном упражнении выполняется оптимизация интенсивности основных ионов и калибровка масс. Калибровка масс выполняется менее чем за две минуты; настоятельно рекомендуется калибровать прибор ежедневно или каждые два часа. Ключевое слово в таблице последовательности дает возможность осуществлять автоматическую калибровку масс между пробами в последовательности. Для получения дополнительной информации см. онлайн-справку.

Шаг 1 Установите диапазон m/z собранных данных и диапазон данных, которые следует сохранить для анализа.

- 1 В режиме «Управление прибором» MassHunter нажмите значок **Настройка МС**. Отображается окно **Настройка GC/Q-TOF**.
- 2 Откройте вкладку **Ручная настройка** и выберите вкладку **Сбор данных**.



- 3 В раскрывающемся списке **Скорость захвата** выберите **1 Гц**. Это частота, используемая при калибровке.
- 4 Выберите **Нижняя** из раскрывающегося списка **Максимальный диапазон масс**.

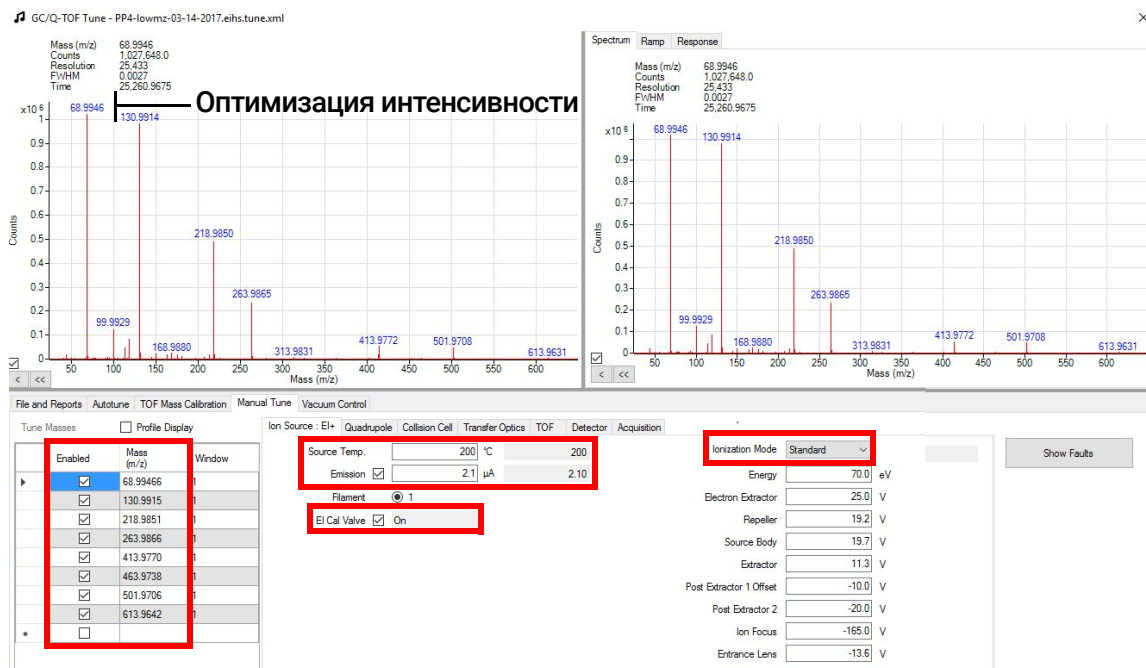
Будут просканированы данные от 20 до 650 m/z . Для сканирования данных доступны два других диапазона масс. **Стандартный** диапазон от 20 до 1200 m/z и **Расширенный** диапазон от 20 до 3000 m/z . Выберите здесь **Нижнюю** границу диапазона для максимальной чувствительности при сборе данных.

- 5 Введите 25 для **Нижней** границы диапазона и 650 для **Верхней**.

В окне спектра настройки отображаются данные, собранные между 25 и 650 m/z .

Шаг 2 Оптимизация интенсивности основных ионов. Этот шаг обычно выполняется перед калибровкой.

- 1 Щелкните вкладку **Источник ионов** и в области **Настройка масс** выберите **Включено**.



- 2 Для ионизации потока калибровочного стандарта выберите **Эмиссия** и **Калибровочный клапан ЭУ**.
- 3 Отрегулируйте **Ток эмиссии** таким образом, чтобы интенсивность исследуемого иона в идеале составляла $0,8 \times 10^6 - 1,2 \times 10^6$ отсчётов. Большие величины приведут к насыщению сигнала, а меньшие не обеспечат достаточной статистики ионов для оптимальной точности масс.

Шаг 3 Выполнение калибровки масс.

- 1 Выберите вкладку **Калибровка массы TOF** из окна **Настройка GX/Q-TOF**.

TOF Mass Calibration

Peak Detection Window %: 2.0

Number of spectra to average: 10

Phase Shift: 0

Run Calibration... Show Calibration... Restore Default Calibration

Extended Mass Calibration Data

Use extended high mass data for mass calibration

Mass: [] [] [] []

Time: [] [] [] []

Save Load

Calibration Coefficients

a	0.00034580	a2	-1.38547259176146E-08	c2	-1.32686804686706E-26	e2	-2.74836920564392E-46
t0	1240.5150	b2	2.54141231485446E-17	d2	3.06460250890175E-36	f2	-1.84193529089088E-58

Time and Mass Conversion

Time: []

Convert Time to Mass >>

<< Convert Mass to Time

Mass: []

On TOF mass calibration Finished

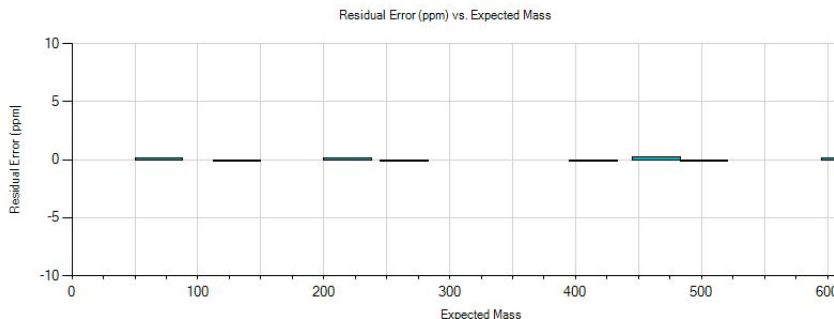
Close Help

См. **Задание 6. Сбор данных сканирования MS (дополнительно)** на стр. 24.

2 Нажмите **Запустить калибровку**.

После завершения калибровки отобразится окно **Результаты калибровки массы TOF**. Как правило, **точность измерения масс (PPM)** должна быть ниже 1 PPM для всех ионов, используемых при калибровке.

 TOF Mass Calibration Results



A = 0.000345801089478936, T0 = 1240.52592904741

Target Mass	Actual Mass	Accuracy (PPM)	Previous Mass	Previous Accuracy (ppm)
✓ 68.9947	68.9947	0.01	68.9949	3.27
✓ 130.9915	130.9915	-0.03	130.9918	2.29
✓ 218.9851	218.9851	0.09	218.9856	2.25
✓ 263.9866	263.9866	-0.07	263.9871	2.03
✓ 413.9770	413.9769	-0.12	413.9776	1.62
✓ 463.9739	463.9739	0.27	463.9747	2.06
✓ 501.9706	501.9705	-0.17	501.9715	1.82
✓ 613.9642	613.9642	0.01	613.9666	3.99

For enabled m/z values over 50, average PPM error 0.00, maximum PPM error 0.3
limits for average PPM error 3.0, maximum PPM error 8.0

Show Detailed Chart

Close

3 Щелкните **Закреть**.

4 Щелкнуть вкладку **Файл и отчеты** и сохранить файл настройки. Сохранить файл настройки как `atune-lowmz_date.ei.tune.xml`. Где в качестве *даты* необходимо поставить сегодняшнюю.

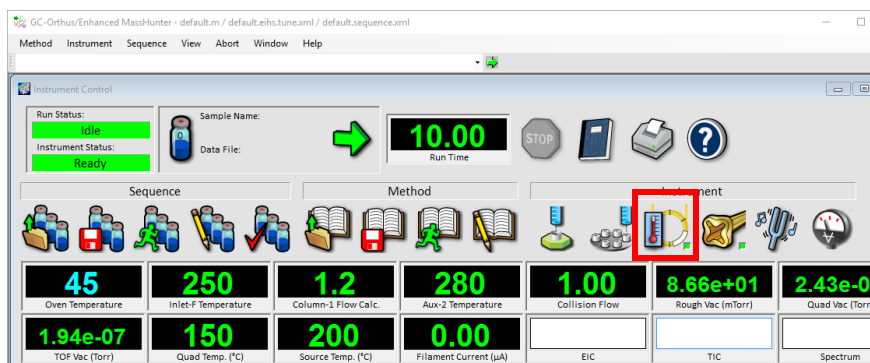
5 Щелкните **Закреть**.

Окно **Настройка ГХ/Q-TOF** закрывается, и вы возвращаетесь к представлению «Управление прибором».

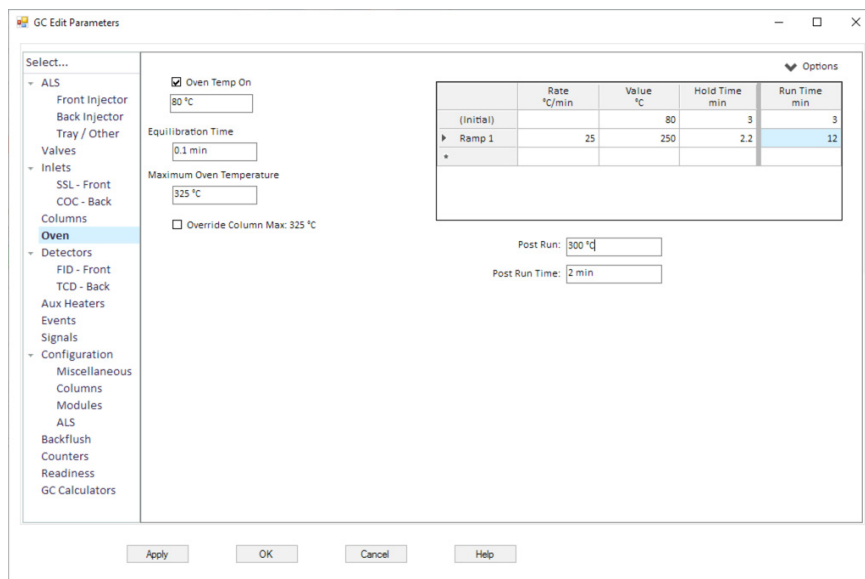
Задание 4. Ввод параметров сбора данных ГХ

В данном упражнении вводятся параметры ГХ для анализа.

- Щелкните значок **Редактирование параметров ГХ**. Выбрав соответствующее окно, наведите мышь на значок для определения функции значка.



Отображается окно **Правка параметров ГХ**.



- 2 В меню навигации выберите **Колонки**, затем выберите колонку 1 в столбце **Выбор**.
- 3 Выберите режим управления **Включено** и затем выберите режим **Постоянный поток**. Введите 1,1 мл/мин для начального Потока.
- 4 Выберите **ЭКД ячейки соударений** в столбце **Выбор** и затем в области **ЭКД ячейки соударений** установите **Газ соударений N2** на 1,5 мл/мин.
Если текущая величина потока N2 ячейки соударений составляет не 1,5 мл/мин и будет изменена до этой величины, потребуется автонастройка.
- 5 В области **ЭКД ячейки соударений** необходимо снять флажок **Газ давления He**.
- 6 В меню навигации выберите **Каналы ввода > SSL** и введите параметры канала ввода, перечисленные в **Таблица 2** на стр. 18.
- 7 Щелкните значок **Термостат** и введите параметры термостата, перечисленные в **Таблица 2** на стр. 18.
- 8 В меню навигации выберите **ALS >Переднее устройство ввода** и введите параметры устройства для ввода пробы, перечисленные в **Таблица 2** на стр. 18.
Если ALS подсоединен к **Заднему каналу ввода**, выберите вкладку **Заднее устройство ввода**.
- 9 В меню навигации выберите **Доп. нагреватели**, сделайте их активными и установите температуру 280 °С. Это — нагреватель линии передачи МСД.
- 10 Нажмите **ОК**. Происходит загрузка параметров в ГХ, и окно закрывается.

Таблица 2 Параметры ГХ для метода сбора данных

Параметр	Значение
Термостат	
Время уравнивания	0,1 мин
Программа термостата	80 °С для 3 мин, 25 °С/мин до 250 °С, выдержка 2,2 мин
Время выполнения	12 мин
Передний канал ввода SS	Гелий
Режим	С делением потока

Таблица2 Параметры ГХ для метода сбора данных (продолжение)

Параметр	Значение
Нагреватель	Вкл. 250 °С
Давление	Величина Вкл. автоматически устанавливается с потоком через колонку
Поток обдува септы	Вкл. 3 мл/мин
Режим экономии газа	Вкл. 20 мл/мин через 3 мин
Поток деления	220 мл/мин
Соотношение деления потока	200 : 1
Доп. нагреватель 2 {Интерфейс МСД}	
Нагреватель	Вкл.
Температура	280 °С
Колонка # 1	J&W 122-3832 DB-35 мс: 30 м x 250 мкм внутр. диам., 0,25 мкм
Вход	Передний канал ввода SS: гелий
Выход	Вакуум
(Начало)	80 °С
Поток	1,1 мл/мин
Программа потока	Выкл.
Переднее устройство ввода	
Размер шприца	10 мкл
Вводимый объем	1 мкл
Промыт растворителем А (перед вводом)	2
Промывки растворителем А (после ввода)	2
Объем растворителя А	8 мкл
Промывки растворителем В (перед вводом)	2
Промывки растворителем В (после ввода)	2
Объем растворителя В	8

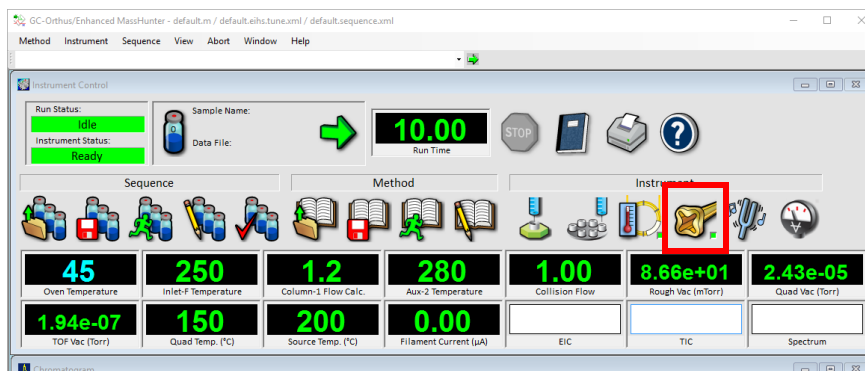
Таблица2 Параметры ГХ для метода сбора данных (продолжение)

Параметр	Значение
Промывки пробой	0
Объем промывки пробой	8 мкл
Прокачки пробы	4
Время выдержки (перед вводом)	0 мин
Время выдержки (после ввода)	0 мин
Скорость отбора промывки растворителем	300 мкл/мин
Скорость подачи промывки растворителем	6 000 мкл/мин
Скорость отбора промывки пробой	300 мкл/мин
Скорость подачи промывки пробой	6 000 мкл/мин
Скорость подачи ввода	6 000 мкл/мин
Задержка на вязкость	0 сек
Глубина пробы	Отключено
Модуль ЭКД ячейки соударений	
Азот	Вкл. 1,5 мл/мин
Гелий	Выкл.

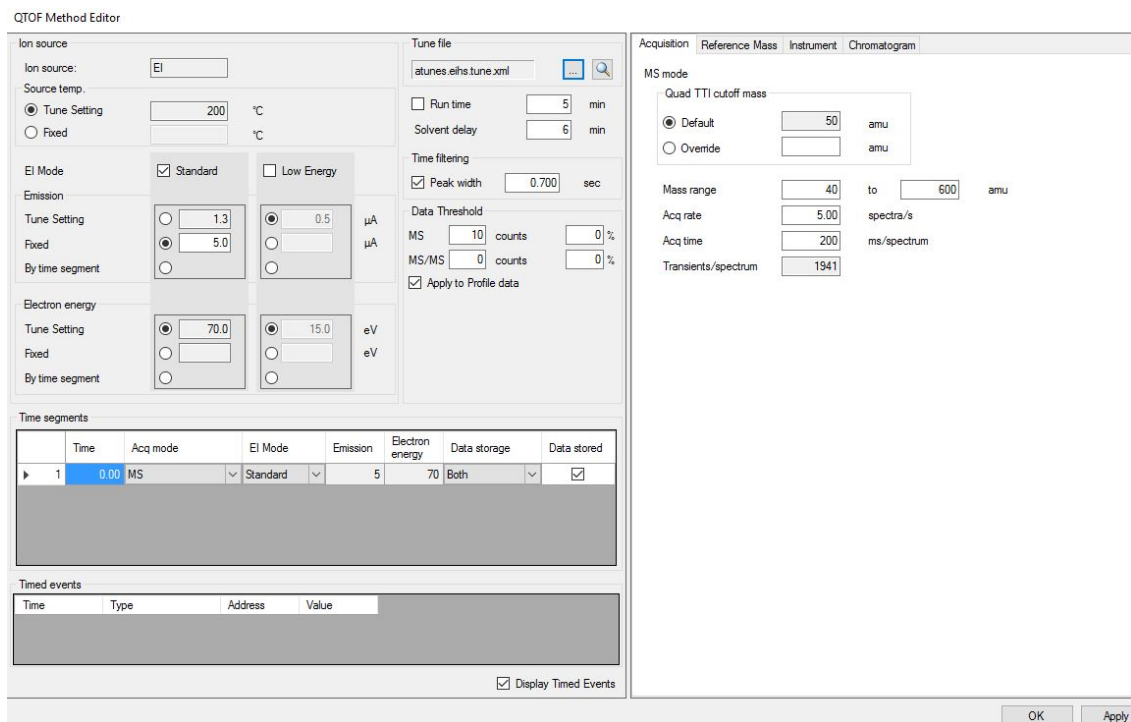
Задание 5. Создание метода сканирования ионов для качественного анализа


Задание начинается с параметров ГХ, введенных в метод из задания 4. В данном задании необходимо ввести параметры 7250 для сканирования ионов и сохранить метод.

- 1 Щелкните значок **Редактор метода QTOF**.



Откроется окно **Редактор метода QTOF**.



- 2 В области **Файл настройки** щелкните значок . Выберите файл настройки, созданный в конце задания 3.
- 3 В области **Источник ионов** установите для поля **Температура источника** значение 200 °С, для поля **Эмиссия – Фиксированная** введенным значением 5,0 и **Энергия электронов – Из файла настройки**.
- 4 Установите **Задержку растворителя** равной 5 минутам. 7250 начинает сбор данных по истечении 5 мин, что связано с настройкой **Задержки растворителя**.
- 5 В области **Фильтрация по времени** выберите **Ширина пика** и установите значение 0,7 с. Это отфильтрует ненужные пики, чтобы сократить объем сохраняемых данных.
- 6 В области **Пороговое значение данных** введите 10 отсчетов. Это отфильтрует нежелательный шум, чтобы сократить объем сохраняемых данных.

- 7 Выберите **Для профиля**. Это применит фильтр **Пороговое значение данных** к данным профиля, чтобы сократить объем сохраняемых данных.
- 8 В области **Временной сегмент** выберите **Тип сканирования MS** из раскрывающегося меню **Режим сбора данных**.
При сборе данных MS/MS здесь следует ввести число отсчетов, чтобы сократить объем хранимых данных.
- 9 Выберите **Оба** в меню **Тип данных**.
Выбор пункта меню **Оба** сохраняет данные профиля пика и данные центроида для анализа данных.
- 10 В разделе **Режим MS** в меню **Диапазон масс** введите 40 для исходной массы, 600 для конечной массы и 5,00 **Спектр/с** для меню **Сбор данных**.
Собираются все данные до 650 m/z , но только данные, выбранные здесь (от 40 до 600), сохраняются на диск.
- 11 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы закрыть окно.
- 12 На главном окне выберите **Метод > Сохранить метод как** и сохраните метод как **OFN ЭУ 70eV.M**.

Задание 6. Сбор данных сканирования МС (дополнительно)

В этом задании пользователь научится выполнять сбор данных сканирования с использованием разработанного в предыдущих заданиях метода. Это задание является необязательным, потому что следующее задание можно выполнить с использованием поставляемого с системой MassHunter файла с примерами данных в расположении, указанном в разделе **Справочные данные** на стр. 6. Однако можно собрать собственный файл данных, как описывается в задании.

- 1 Щелкните значок **Начать выполнение** (зеленая стрелка). Открывается диалоговое окно **Начать выполнение**.

Start Run

Basic | Advanced

Current Method Injection Style: GC ALS

Inlet Location: Front Rear Dual MS Connected to: Front Inlet Rear Inlet

Operator Name:

Data Path: D:\MassHunter\GCMS\2\DATA\

Front Inlet

Data File Name: SoL_A.D

Sample Name:

Misc. Info:

Expected Barcode:

Sample Amount: 0

Multiplier: 1

Vial Number: 1

Tray Name: Agilent ALS

Injection Volume: Current Method 1 µL Override using 0 µL

Rear Inlet

Data File Name: EVALDEMO.D

Sample Name:

Misc. Info:

Expected Barcode:

Sample Amount: 0

Multiplier: 1

Vial Number:

Tray Name: Agilent ALS

Injection Volume: Current Method 0 µL Override using µL

9,854,193,664 bytes free on drive D:

Method Sections to Run:

Data Acquisition

Data Analysis (MassHunter DA)

- 2 В окне **Путь к данным** введите каталог для сохранения файла данных, собранных в данном цикле.
- 3 В используемом разделе Канал ввода укажите **SoL_A.D** в качестве **Имени файла данных**.

Руководство по ознакомлению

Задание 6. Сбор данных сканирования МС (дополнительно)

- 4 Укажите **Номер виалы** в лотке автосамплера.
- 5 Выберите **Текущий метод** для поля **Вводимый объем**. Используется **Вводимый объем**, введенный в задании 4.
- 6 В окне **Разделы метода для выполнения** выберите **Сбор данных**.
- 7 Нажмите кнопку **ОК и выполнить метод**.

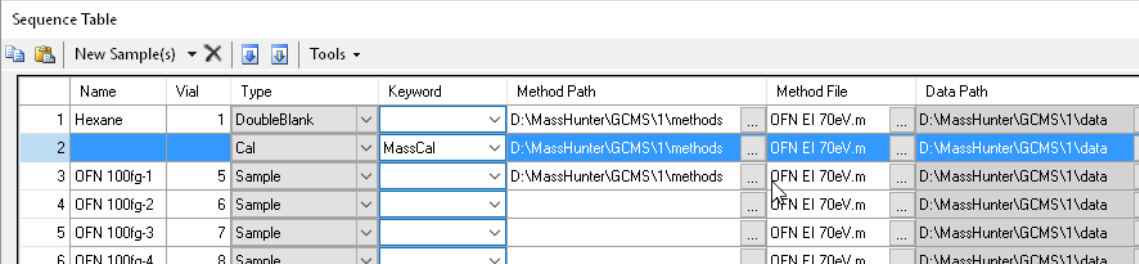
Метод передается в ГХ и Q-TOF. Когда приборы готовы, выполняется введение пробы, сбор данных и передача их в указанный каталог.

Задание 7. Использование последовательности для планирования калибровок масс

Эта автоматизированная процедура используется для планирования калибровок масс в начале последовательности анализов проб и через заданные интервалы времени во время этих анализов. При непрерывном анализе проб рекомендуется проводить калибровку масс каждые 2 часа. Калибровка масс занимает всего пару минут, но позволяет поддерживать более высокую точность определения массы и устойчивость к дрейфу.

Шаг 1 Добавьте калибровку масс в начале последовательности.

- 1 Вставьте запись для выполнения калибровки масс. Эта запись может следовать за холостой пробой.
- 2 Добавьте в эту запись ключевое слово **MASSCAL**.



	Name	Vial	Type	Keyword	Method Path	Method File	Data Path
1	Hexane	1	DoubleBlank		D:\MassHunter\GCMS\1\methods	OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data
2			Cal	MassCal	D:\MassHunter\GCMS\1\methods	OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data
3	OFN 100fg-1	5	Sample		D:\MassHunter\GCMS\1\methods	OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data
4	OFN 100fg-2	6	Sample			OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data
5	OFN 100fg-3	7	Sample			OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data
6	OFN 100fg-4	8	Sample			OFN EI 70eV.m	D:\MassHunter\GCMS\1\data

- 3 Введите **Метод**, который будет затем использоваться для обработки проб, и выберите значение **КАЛ.** из раскрывающегося списка **Тип**. Эта запись также будет использоваться после анализа проб каждые два часа в нашей последовательности.
- 4 Сохраните последовательность.

Шаг 2 Можно пропустить этот шаг и использовать процедуру времени анализа, показанную в шаге 3.

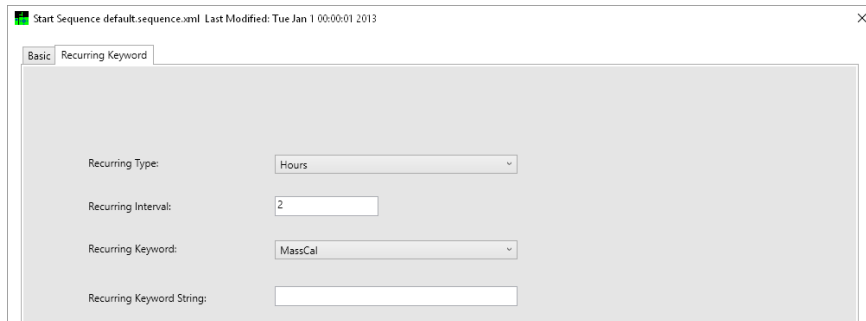
Используйте этот шаг, чтобы добавить запись калибровки масс с интервалами два часа во время анализа проб, создав записи калибровки масс в таблице последовательности.

- 1 Вычислите количество проб, анализируемых до выполнения калибровки масс.
 - (120 мин / время анализа проб) Для анализа проб в течение 10 минут это означает возможность обработки 12 проб перед выполнением калибровки масс.
 - $2 + 12 + 1 =$ запись 15 в нашем примере. Будет создана пустая запись
- 2 Скопируйте запись калибровки масс, добавленную на предыдущем шаге.
- 3 Выберите местоположение строки ввода пробы для калибровки масс и выберите команду **Вставить пробу** из контекстного меню.
- 4 Выделите эту запись и выберите команду **Вставить**.
- 5 Повторите шаг 2, сколько требуется.
- 6 Сохраните последовательность.

Шаг 3 Тот же результат для интервала калибровки масс, созданного на предыдущем шаге, можно получить во время анализа следующим образом.

- 1 Выберите **Последовательность > Выполнить последовательность**.
 - Будет открыто диалоговое окно **Запуск последовательности**.
 - Для получения дополнительных сведений см. онлайн-справку к программному обеспечению MassHunter.
- 2 Заполните нужную информацию на вкладке **Основное**.
- 3 Откройте вкладку **Ключевое слово повтора**.
- 4 Выберите **Часы** в поле **Тип повтора**.

Можно также выбрать **Изменение метода или часы**, чтобы повторять калибровку при изменении метода или через заданный интервал времени.



- 5 Введите **2** часа в поле **Интервал повтора**.
- 6 Выберите **MassCal** в строке **Ключевое слово повтора**. Калибровка масс выполняется с заданным интервалом.
- 7 Нажмите кнопку **Выполнить последовательность**.

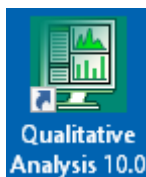
Упражнение. Анализ данных

- Задание 1. Открытие файла данных в программе Qualitative Navigator 30
- Задание 2. Конфигурация пользовательского интерфейса качественного анализа 32
- Задание 3. Идентификация пиков в Qualitative Navigator 35
- Задание 4. Идентификация соединений с использованием рабочего процесса качественного анализа 37
- Задание 5. Конфигурация автоматических отчетов в методе 40
- Задание 6. Создание рабочего процесса «Method Automation workflow» 43
- Задание 7. Просмотр результатов 46
- Задание 8. Идентификация соединений с помощью анализа неизвестных соединений 50

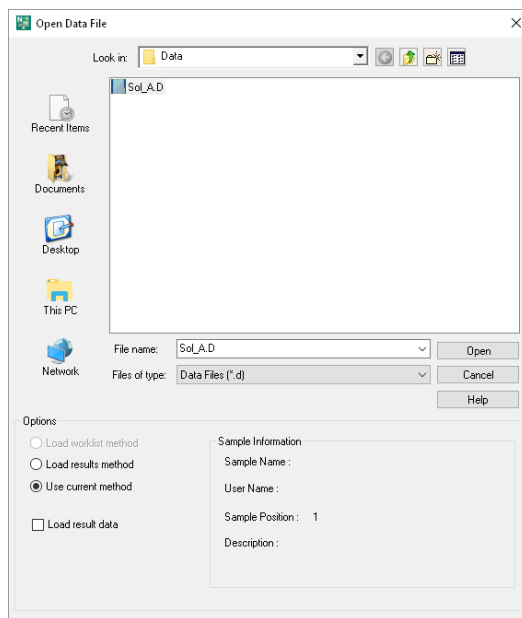
В данном упражнении необходимо проанализировать данные, собранные в предыдущем упражнении настоящего руководства. Если эти данные не были собраны, можно использовать файл данных с примерами SoL.A.D, местоположение которого указано в разделе **Справочные данные** на стр. 6. Дополнительные сведения об использовании этой программы см. в *руководстве по ознакомлению с программой качественного анализа MassHunter Workstation Qualitative Analysis для ГХ/МС и учебных материалах по качественному анализу*, поставляемых вместе с ПО MassHunter в расположении, указанном в разделе **Справочные данные** на стр. 6.

Задание 1. Открытие файла данных в программе Qualitative Navigator

- 1 Двойным нажатием кнопки мыши выберите комбинацию клавиш для **Qualitative Navigator** на рабочем столе для запуска программы качественного анализа.



Система отобразит диалоговое окно «Open Data File».



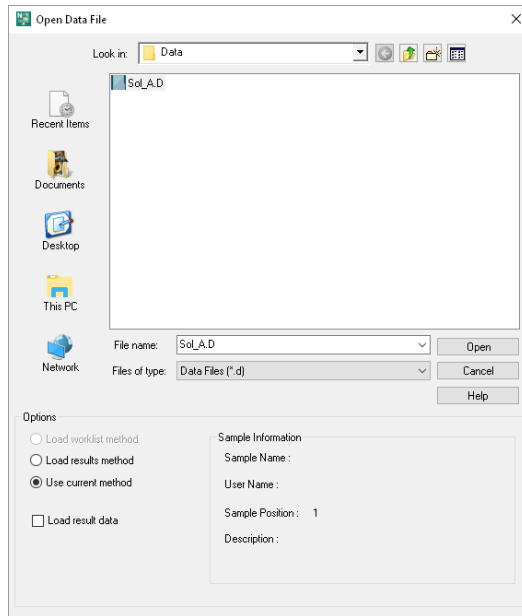
Справку можно получить:

- нажав клавишу **F1** при активном окне,
- и выбрав **Help > Contents** в главном меню.
- щелкнув значок **Справка** в активном окне.

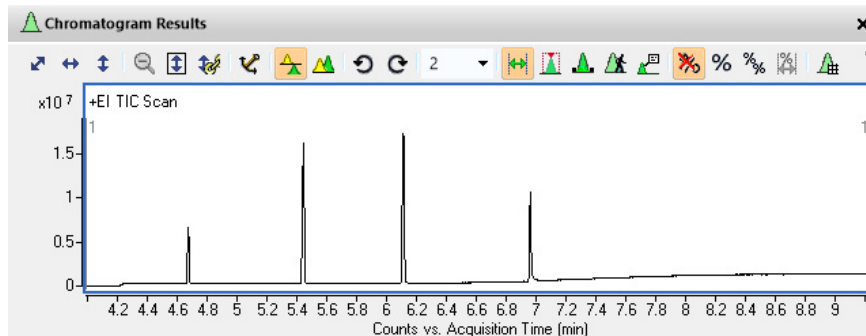
Руководство по ознакомлению

Задание 1. Открытие файла данных в программе Qualitative Navigator

2. Перейдите к каталогу, в котором расположен файл данных, и выберите файл собранных данных или демонстрационный файл **Sol_A.D**, предоставленный для этого упражнения.



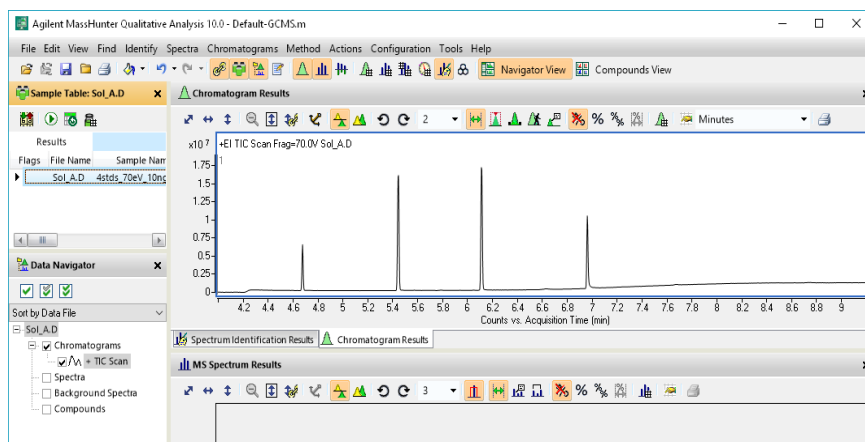
3. В разделе **Options** выберите **Use current method** (Использовать текущий метод) и снимите флажок **Load result data** (Загрузить данные результатов).
4. Нажмите кнопку **Open**. Файл данных загружен и хроматограмма полного ионного тока (TIC) файла данных отображена.



Задание 2. Конфигурация пользовательского интерфейса качественного анализа

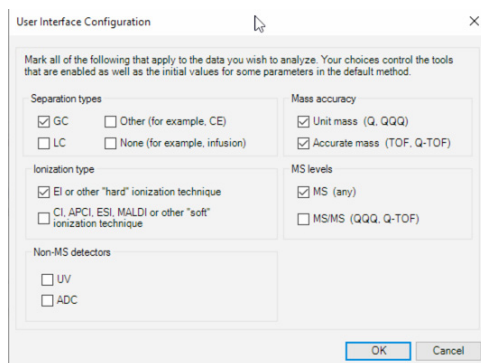
Шаг 1 Создайте метод количественного анализа.

- 1 В главном меню выберите **Метод > Открыть**.
- 2 Выберите **default-GCMS.m** и нажмите **Открыть**.



- 3 В главном меню выберите **Configuration > Show Advanced Settings** (Конфигурация > Показать дополнительные установочные параметры).
- 4 В главном меню выберите **Configuration > User Interface Configuration** (Конфигурация > Настройка пользовательского интерфейса).

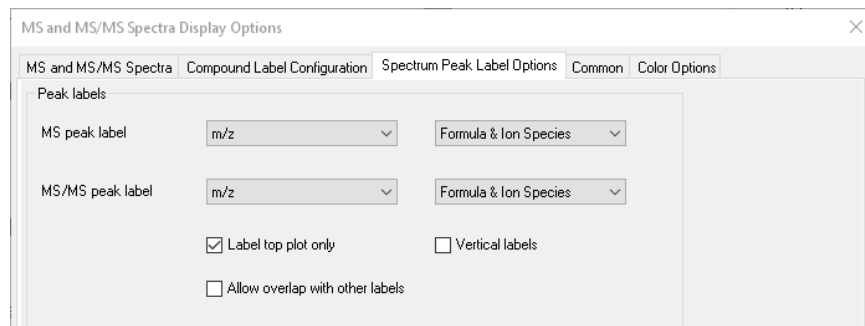
Откроется диалоговое окно «Конфигурация пользователя». Выбранные здесь установочные параметры основаны на загруженном файле данных и выбранном ранее методе по умолчанию. При необходимости можно их изменить.



- 5 Нажмите **ОК**.
- 6 В главном меню выберите **Метод > Сохранить как**. Переименуйте метод, поскольку невозможно перезаписать метод по умолчанию.
- 7 В поле **Имя файла** введите **QTOF-GCMS .m** и нажмите **ОК**.

Шаг 2 Задайте параметры отображения спектров МС и МС/МС.

- 1 В главном меню выберите **Конфигурация > Параметры отображения спектров МС и МС/МС**.
- 2 Выберите вкладку **Параметры меток пиков спектра** и задайте значения меток пиков. Используйте показанные ниже значения. Эти значения приводят к отображению значений m/z , а также формул и типов ионов над идентифицированными спектрами по горизонтали.



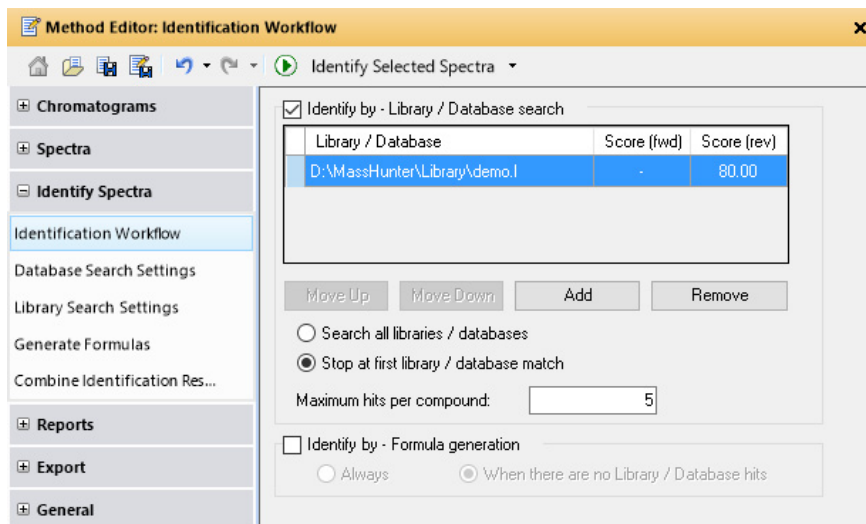
- 3 Сохраните метод.

Шаг 3 Назначьте библиотеку для идентификации спектров.


- 1 Выберите кнопкой мыши значок **Редактор методов** для того, чтобы открыть его, и нажмите **Идентификация > Рабочий процесс идентификации**.

Для удобства просмотра разместите панель редактора поверх окна Qualitative Analysis Navigator.

- 2 Задайте значения для библиотеки, используемой для идентификации спектров. Библиотека Solo.cdb входит в состав MassHunter и включает в себя 4 соединения, используемые в нашем примере. Используйте показанные ниже значения.





Задание 3. Идентификация пиков в Qualitative Navigator

- 1 В области **Результаты хроматограммы** щелкните правой кнопкой и проведите мышью около пика с временем удерживания 4,676. Отображается отдельный увеличенный пик.
- 2 Выделив **Range Select**  (Выбор диапазона), щелкните и перетащите мышью, чтобы выбрать фон с диапазоном времен удерживания от 4,7 до 4,71. Эта выделенная область включает фоновые спектры.
- 3 Щелкните правой кнопкой мыши внутри затененной области и в контекстном меню выберите команду **Extract MS Spectrum to Background** (Извлечь спектр МС в фон).

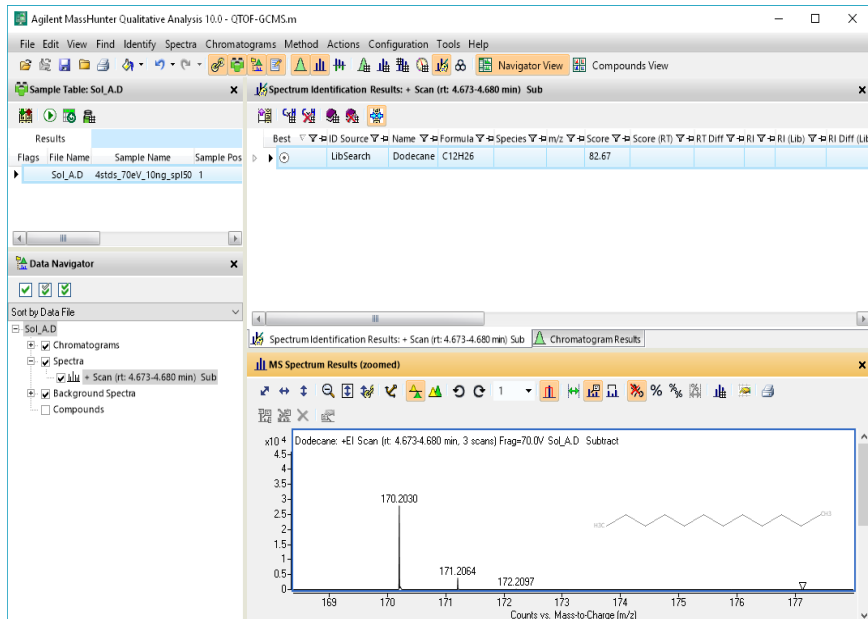
Извлеченный спектр отображается в области **MS Spectrum Results** и выделен также под **Background Spectra** в **Data Navigator**. Он автоматически вычитается из любого последующего извлеченного МС спектра.

- 4 Щелкните и перетащите мышью, чтобы выбрать область, которая содержит вершину пика с ВУ от 4,75 до 4,68.
- 5 Выделите правой кнопкой мыши участок внутри затененной области и в контекстном меню выберите команду **Извлечь спектр МС**.

Этот спектр извлекается и отображается в верхней области **MS Spectrum Results** и выделяется в разделе **Spectra** в **Data Navigator**. Фоновые спектры вычитаются из него и помечаются подписью **Subtract** (Вычитание) в верхней области **MS Spectrum Results**.

- 6 На вкладке **Результаты спектра МС** установите флажки **Автоматическое масштабирование оси Y**  и **Показывать предсказанное распределение изотопов**  и выберите в главном меню **Идентифицировать > Искать спектр в библиотеке/БД**. На вкладке **Spectrum Identification Results** (Результаты идентификации спектров) для этого сканирования отображается **Додекан** в соответствии с обнаруженным в библиотек соединением.

- Увеличьте масштаб по оси m/z , чтобы отобразить диапазон значений между 168 и 179. Прогнозируемые изотопы для додекана отображаются выделенными красным контуром.



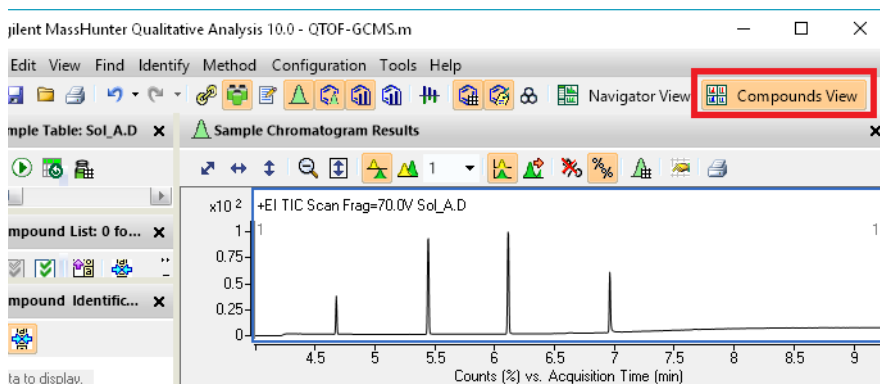
- Если требуется, повторите эту процедуру, чтобы идентифицировать другие пики в данной пробе.
- В меню «Метод» выберите **Сохранить**.

Задание 4. Идентификация соединений с использованием рабочего процесса качественного анализа

Шаг 1 Измените установки метода качественного анализа в процессе Идентификация соединений.

В начале задания у вас открыта программа качественного анализа, в которой после выполнения задания 3 завершена обработка файла данных SOL_A.d.

- 1 Перейдите на вкладку **Просмотр данных соединения** в области основной панели инструментов. В поле хроматограммы образца будет открыт файл данных **Sol_A.D**.



- 2 Если значок **Редактор методов** на основной панели инструментов не выделен, выберите его. Откроется Редактор методов.

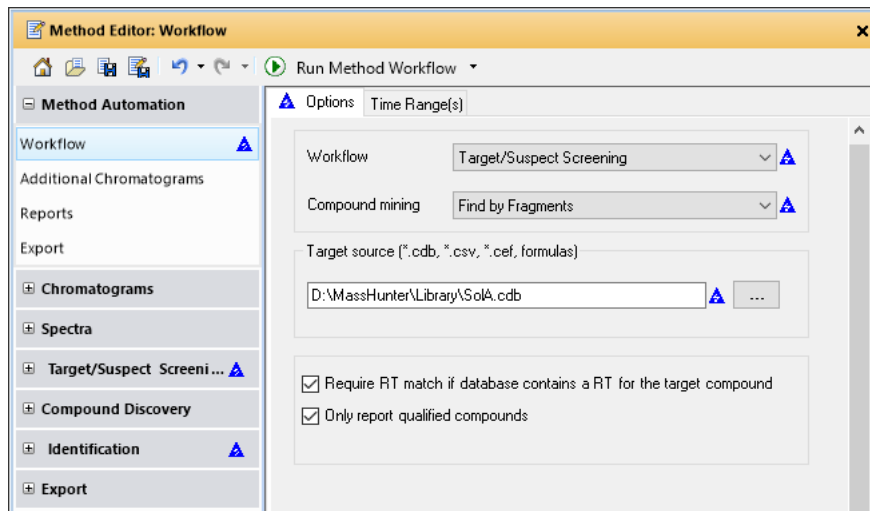
Для удобства просмотра разместите панель редактора поверх окна Qualitative Analysis Navigator.

- 3 В редакторе методов щелкните **Автоматизация метода / Рабочий процесс**. Появится вкладка **Настройки**.
- 4 На вкладке настроек выберите рабочий процесс **Скрининг заданного соединения / предполагаемых примесей**, затем в поле выберите **Поиск по фрагментам**.
- 5 В редакторе методов щелкните **Скрининг заданного соединения / предполагаемых примесей > Поиск по фрагментам** и откройте вкладку **Заданный источник**.

Руководство по ознакомлению

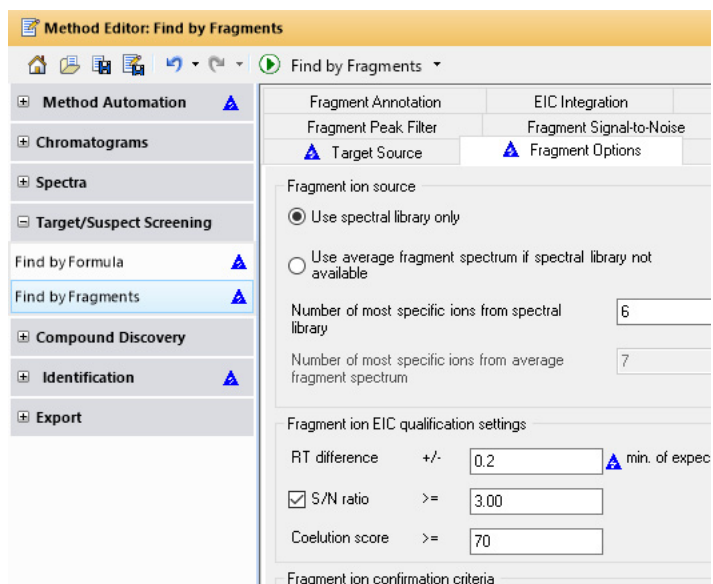
Задание 4. Идентификация соединений с использованием рабочего процесса качественного анализа

- Щелкните [...] и выберите **SolA.cdb** в качестве заданного источника. Расположение этого файла указано в разделе **Справочные данные** на стр. 6.



Шаг 2 Задайте алгоритм поиска по фрагментам.


- 1 В редакторе методов щелкните **Параметры фрагментов** и задайте нужные значения. Используйте показанные здесь значения. Правильная установка этих значений имеет большое значение. На других вкладках значения по умолчанию подходят для обработки этой пробы.



- 2 Щелкните значок **Поиск по фрагментам** в панели инструментов редактора методов.

Результаты перечислены в областях **Таблица проб**, **Список соединений**, **Результаты хроматограммы пробы**, **Результаты хроматограммы соединений** и **Результаты MS-спектра соединений**.

Шаг 3 Сохраните метод.

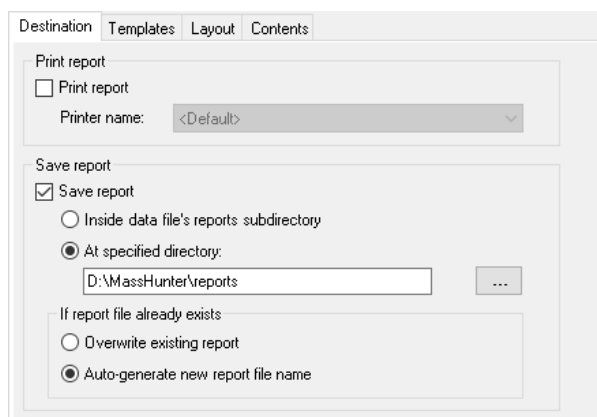
- 1 Выберите кнопкой мыши панель Редактора методов и выберите **Сохранить метод** .

Задание 5. Конфигурация автоматических отчетов в методе

Можно интерактивно напечатать отчет об анализе или создать его в рабочем процессе **Method Automation workflow**, как будет сделано в этом задании. Отчет о результатах анализа может включать результаты извлечения и интегрирования хроматограмм, извлечения спектров, поиска соединений, поиска спектров пиков в базе данных или для создания формул из спектров пиков.

Шаг 1 Измените метод качественного анализа, чтобы включить рабочий процесс «Отчеты».

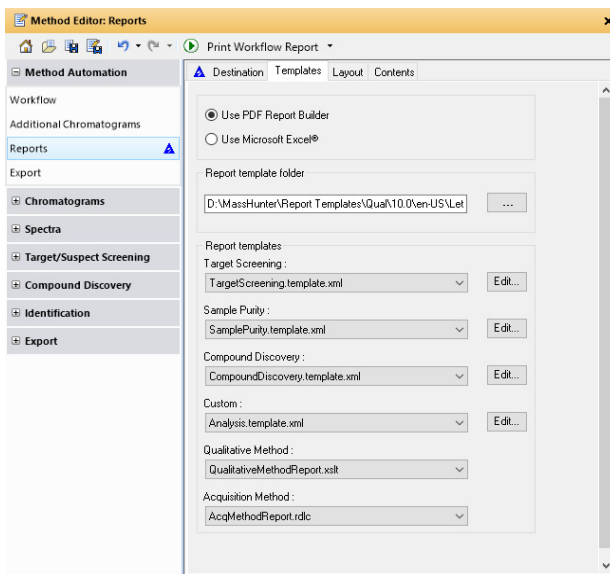
- 1 В **Редакторе методов** выделите кнопкой мыши **Автоматизация методов** и выберите **Отчеты**.
- 2 Задайте на вкладке **Место назначения** значения, показанные ниже.



The screenshot shows a dialog box with four tabs: Destination, Templates, Layout, and Contents. The 'Destination' tab is active. It contains two main sections: 'Print report' and 'Save report'. In the 'Print report' section, the 'Print report' checkbox is unchecked, and the 'Printer name' is set to '<Default>'. In the 'Save report' section, the 'Save report' checkbox is checked. Underneath, there are two radio button options: 'Inside data file's reports subdirectory' (unchecked) and 'At specified directory:' (checked). The 'At specified directory:' option has a text input field containing 'D:\MassHunter\reports' and a browse button ('...'). Below this, there is a section titled 'If report file already exists' with two radio button options: 'Overwrite existing report' (unchecked) and 'Auto-generate new report file name' (checked).

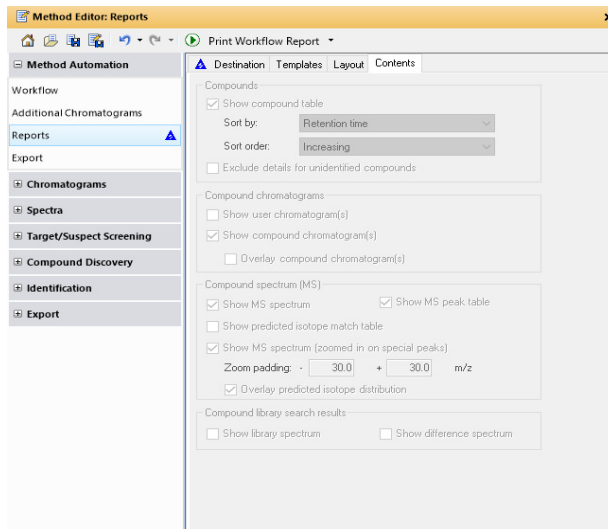
Выберите **Сохранить отчет** и укажите расположение папки для отчета в формате PDF.

- 3 На вкладке **Шаблоны** задайте значения, показанные ниже.

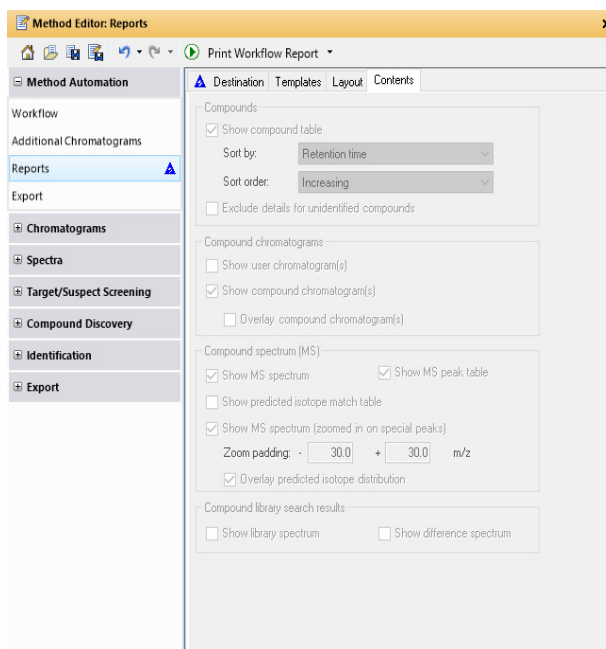


В этом упражнении с выбранным рабочим процессом используется шаблон **Направленный скрининг**.

- 4 На вкладке **Компоновка** задайте значения, показанные ниже.




- 5 На вкладке **Содержание** задайте значения, показанные ниже.



Выберите таблицы соединений, хроматограммы, типы спектров, таблицы пиков и типы результатов поиска спектров по библиотеке, которые необходимо включить.

Шаг 2 Сохраните метод.

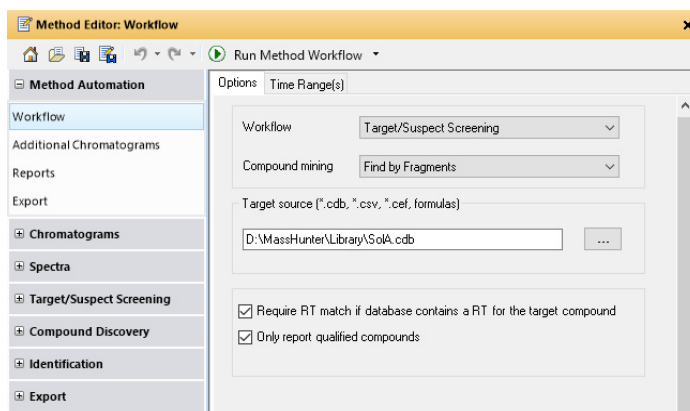
- 1 Выберите кнопкой мыши панель Редактора методов и выберите **Сохранить метод** .

Задание 6. Создание рабочего процесса «Method Automation workflow»

В этом задании автоматизируется создание рабочих процессов «Find by Fragments» (Поиск по фрагментам) и «Reports» (Отчеты) в одном сохраненном методе. Здесь будет выполнен анализ на основе метода, созданного в предыдущих заданиях. Можно также использовать сохраненный метод анализа данных, содержащий несколько рабочих процессов, чтобы автоматически создать анализ в конце выполнения сбора данных пробы.

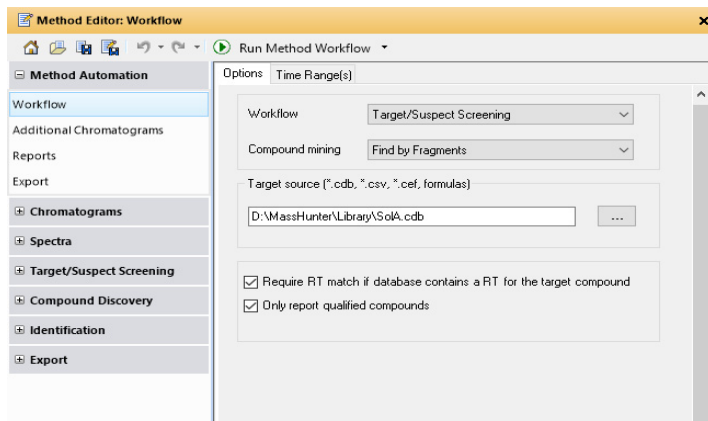
- 1 В редакторе методов выберите **Автоматизация метода > Рабочий процесс**.

Этот рабочий процесс был сконфигурирован ранее. См. **Задание 4. Идентификация соединений с использованием рабочего процесса качественного анализа** на стр. 37.



- 2 В редакторе методов выберите **Автоматизация метода > Рабочий процесс**.

Этот рабочий процесс был сконфигурирован ранее. См. **Задание 5. Конфигурация автоматических отчетов в методе** на стр. 40.



- 3 В раскрывающемся меню в панели инструментов выберите **Выполнить автоматизацию метода**



Выполняется поиск и идентификация соединений, и создается отчет, который сохраняется в формате PDF.

Target Compound Screening Report

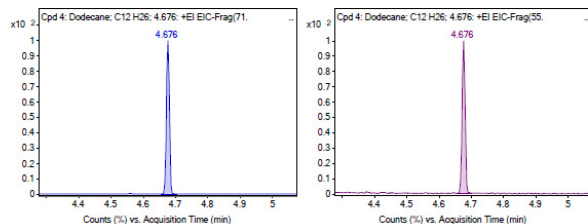
Data File	SdA_70eV_2.D	Sample Name	466a_70eV_10ng_sp50
Sample Type		Position	1
Instrument Name	7250A Marketing	User Name	
Acq Method	4_sds-70eV_SdL_033017.M	Acquired Time	3/30/2017 1:41:10 PM (UTC-07:00)
IRM Calibration Status	Success	DA Method	QTOF-GCMS.m
Comment		Sample Amount	
Expected Barcode		TuneName	PN4-03-14-2017.sds.tune.xml
Dual Inj Vol	1	TuneDateStamp	2017-03-30T19:40:19-07:00
TunePath	D:\MassHunter\GCMS\1\17250\	OperatorName	
MSFirmwareVersion	G.7250.02.01E	Acquisition Time (Local)	3/30/2017 4:41:10 PM (UTC-04:00)
RunCompletedFlag	True	QuadrupoleTimeOFF light Driver Version	MSQTOFDriver 7.6.0.0
Acquisition SW Version	MassHunter GC/MS Acquisition B.07.06.2628 28-Mar-2017 Copyright © 1989-2016 Agilent Technologies, Inc.		
QuadrupoleTimeOFF light Firmware Version	G.7250.02.01E		

Compound Table

Label	Tgt Name	Tgt Score	RT Diff	Mass Error (ppm)	Tgt Formula	Tgt RT	Obs. RT	Ref. Mass	Obs. Mass
Cpd 4: Dodecane; C12 H26; 4.676	Dodecane	99.99	0	0.29	C12 H26	4.674	4.674	170.2035	170.2035
Cpd 1: Biphenyl; C12 H10; 5.445	Biphenyl	98.26	-0.003	-2.03	C12 H10	5.449	5.445	154.0783	154.0779
Cpd 2: 4-Chlorobiphenyl; C12 H9 Cl; 6.111	4-Chlorobiphenyl	95.29	-0.008	-2.46	C12 H9 Cl	6.119	6.111	186.0393	186.0388
Cpd 3: Methyl palmitate; C17 H34 O2; 6.960	Methyl palmitate	96.08	-0.002	-3.22	C17 H34 O2	6.962	6.96	270.2559	270.255

Name	Obs. m/z	Obs. RT	Obs. Mass	Tgt RT	Tgt Formula	Tgt Mass	Tgt Mass Error (ppm)	RT Diff.	Find Cpds Algorithm
Dodecane	170.203	4.676	170.2035	4.676	C12 H26	170.2035	0.29	0	Find By Fragment

Compound Chromatograms



Задание 7. Просмотр результатов

В этой задаче кратко рассматриваются результаты, отображаемые в различных окнах программы Qualitative Analysis Workflow. Первое, что можно заметить — все окна теперь заполнены различными данными результатов.

Шаг 1 Определите число обнаруженных и идентифицированных соединений.


- 1 В разделе **Таблица проб** в столбце **Сводка результатов** показано четыре квалифицированных целевых соединения.

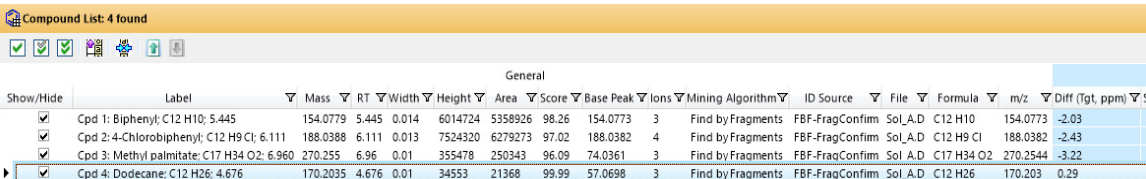


Results	Workflow	Target Source	Sample Name	Sample Position	Acquisition Method	Acquisition Time
4 qualified (4 targets): SoL_A.D	OTOF-GCMS.m	Target/Suspect Screening	D:\MassHunter\Library\SoLA.cdb_4stds_70eV_10ng_gpi90	1	4_std9-70eV_S5L_033017.M	3/30/2017 4:41:10 PM (UTC-04:00)


- 2 Прокрутите таблицу вправо, чтобы просмотреть данные в других столбцах.

Шаг 2 Просмотрите свойства идентифицированных соединений в Списке соединений.

- 1 В панели инструментов **Compound List** (Список соединений) щелкните параметр **Hide any current empty columns** (Скрыть все пустые в настоящий момент столбцы) .



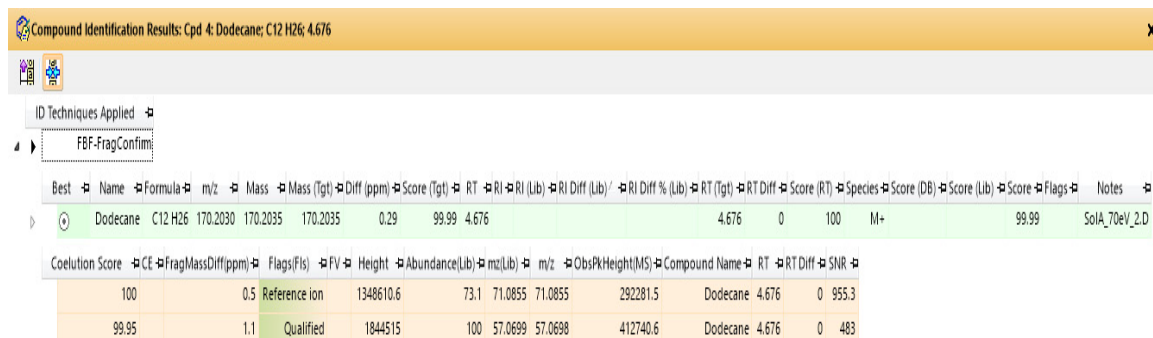
Show/Hide	Label	Mass	RT	Width	Height	Area	Score	Base Peak	Ions	Mining Algorithm	ID Source	File	Formula	m/z	Diff (Tgt, ppm)
<input checked="" type="checkbox"/>	Cpd 1: Biphenyl; C12 H10; 5.445	154.0779	5.445	0.014	6014724	5358926	98.26	154.0773	3	Find by Fragments	FBF-FragConfirm	SoL_A.D	C12 H10	154.0773	-2.03
<input checked="" type="checkbox"/>	Cpd 2: 4-Chlorobiphenyl; C12 H9 Cl; 6.111	188.0388	6.111	0.013	7524320	6279273	97.02	188.0382	4	Find by Fragments	FBF-FragConfirm	SoL_A.D	C12 H9 Cl	188.0382	-2.43
<input checked="" type="checkbox"/>	Cpd 3: Methyl palmitate; C17 H34 O2; 6.960	270.255	6.96	0.01	355478	250343	96.09	74.0361	3	Find by Fragments	FBF-FragConfirm	SoL_A.D	C17 H34 O2	270.2544	-3.22
<input checked="" type="checkbox"/>	Cpd 4: Dodecane; C12 H26; 4.676	170.2035	4.676	0.01	34553	21368	99.99	57.0698	3	Find by Fragments	FBF-FragConfirm	SoL_A.D	C12 H26	170.203	0.29

- Это сэкономит время просмотра параметров.
 - Избавляет от необходимости регулировки ширины столбцов.
- 2 В панели инструментов **Compound List** (Список соединений) щелкните параметр **Auto Size All Columns** (Автоматический размер столбцов) .
 - 3 Прокрутите вправо и просмотрите результаты для четырех идентифицированных соединений.

Шаг 3 Просмотрите Результаты идентификации соединений.

- 1 Щелкните вкладку **Compound Identification Results** (Результаты идентификации соединений) внизу окна.
- 2 Прокрутите **Список соединений** вправо, чтобы просмотреть раздел **Идентификация соединений**, и выберите **Додекан**.

В окне **Результаты идентификации соединений** теперь отображается додекан.



Compound Identification Results: Cpd 4: Dodecane; C12 H26; 4.676

ID Techniques Applied: FBF-FragConfirm

Best	Name	Formula	m/z	Mass	Mass (Tgt)	Diff (ppm)	Score (Tgt)	RT	RI	RI (Lib)	RI Diff (Lib)	RI Diff % (Lib)	RT (Tgt)	RT Diff	Score (RT)	Species	Score (DB)	Score (Lib)	Score	Flags	Notes
100	Dodecane	C12 H26	170.2030	170.2035	170.2035	0.29	99.99	4.676					4.676	0	100	M+			99.99		SoLA_70eV_2.D

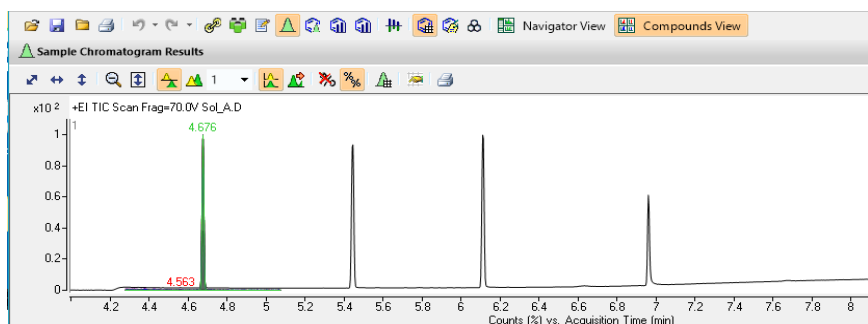
Coelution Score	CE	FragMassDiff(ppm)	Flags(Fts)	FV	Height	Abundance(Lib)	mz(Lib)	m/z	ObsPkHeight(MS)	Compound Name	RT	RT Diff	SNR
100		0.5	Reference ion		1348610.6	73.1	71.0855	71.0855	292281.5	Dodecane	4.676	0	955.3
99.95		1.1	Qualified		1844515	100	57.0699	57.0698	412740.6	Dodecane	4.676	0	483

- 3 Прокрутите вправо и просмотрите результаты для додекана.
- 4 Выберите три оставшихся соединения в списке и просмотрите их графики в областях результатов.


Шаг 4 Просмотрите окно Результаты хроматограммы пробы.

- 1 Выберите **Режим наложения соединений**.

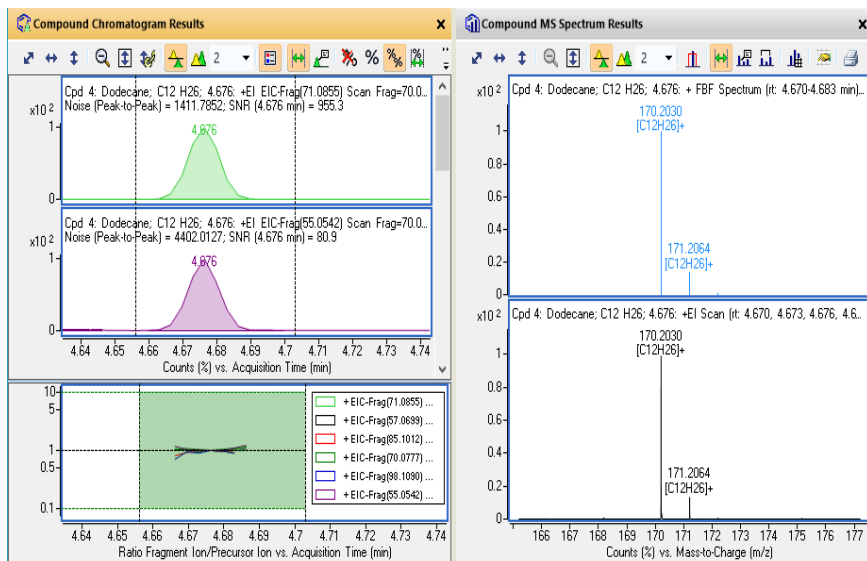
Соединение додекан выделяется на хроматограмме TIC при ВУ 4,676 мин.



Шаг 5 Просмотрите окно «Результаты хроматограммы соединения» и откройте его в режиме наложения.

- 1 В окне **Результаты хроматограммы соединения** щелкните , чтобы изменить режим «Список» на режим «Наложение».

В режиме наложения отображается EIC как контур пика и EСС как залитый пик. В данном примере они выровнены.



Шаг 6 Просмотрите отчет об идентификации соединений.

- 1 В проводнике файлов перейдите в папку, содержащую PDF-файл отчета об идентификации соединений, и откройте его. Для нашего демонстрационного файла указано место хранения D:\MassHunter\reports.

Target Compound Screening Report

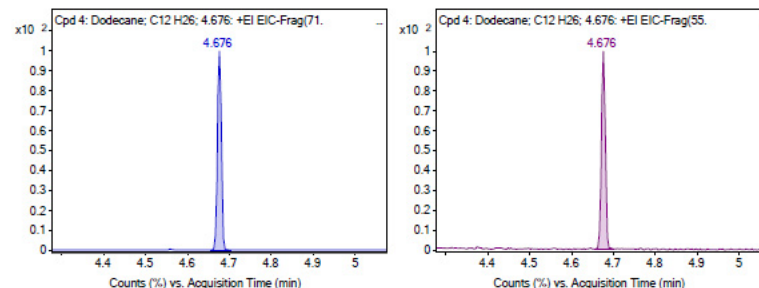
Data File	SOA_70eV_2.D	Sample Name	4stds_70eV_10ng_sp50
Sample Type		Position	1
Instrument Name	7250A Marketing	User Name	
Acq Method	4_stdsv70eV_SSL_033017.M	Acquired Time	3/30/2017 1:41:10 PM (UTC-07:00)
IRM Calibration Status	Success	DA Method	QTOF-GCMS.m
Comment			
Expected Barcode		Sample Amount	
Dual Inj Vol	1	TuneName	PP4-03-14-2017_ehls.tune.xml
TunePath	D:\MassHunter\GCMS\1\7250\	TuneDateStamp	2017-03-30T19:40:19-07:00
MSFirmwareVersion	G.7250.02.01E	OperatorName	
RunCompletedFlag	True	Acquisition Time (Local)	3/30/2017 4:41:10 PM (UTC-04:00)
Acquisition SW Version	MassHunter GC/MS Acquisition B.07.06.2628 28-Mar-2017 Copyright © 1989-2016 Agilent Technologies, Inc.	QuadrupoleTimeOFF light Driver Version	MSQTOFDriver 7.6.0.0
QuadrupoleTimeOFF light Firmware Version	G.7250.02.01E		

Compound Table

Label	Tgt Name	Tgt Score	RT Diff	Mass Error (ppm)	Tgt Formula	Tgt RT	Obs. RT	Ref. Mass	Obs. Mass
Cpd 4: Dodecane; C12 H26; 4.676	Dodecane	99.99	0	0.29	C12 H26	4.676	4.676	170.2035	170.2035
Cpd 1: Biphenyl; C12 H10; 5.445	Biphenyl	98.26	-0.003	-2.03	C12 H10	5.449	5.445	154.0783	154.0779
Cpd 2: 4-Chlorobiphenyl; C12 H9 Cl; 6.111	4-Chlorobiphenyl	95.29	-0.008	-2.46	C12 H9 Cl	6.119	6.111	188.0393	188.0388
Cpd 3: Methyl palmitate; C17 H34 O2; 6.960	Methyl palmitate	96.08	-0.002	-3.22	C17 H34 O2	6.962	6.96	270.2559	270.255

Name	Obs. m/z	Obs. RT	Obs. Mass	Tgt RT	Tgt Formula	Tgt Mass	Tgt Mass Error (ppm)	RT Diff.	Find Cpd Algorithm
Dodecane	170.203	4.676	170.2035	4.676	C12 H26	170.2035	0.29	0	Find By Fragment

Compound Chromatograms

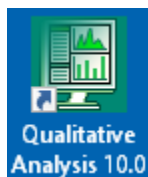


Задание 8. Идентификация соединений с помощью анализа неизвестных соединений

В этой задаче используется приложение Unknown Analysis, поставляемого вместе с ПО MassHunter Quantitative Analysis для поиска неизвестных соединений с помощью SureMass.

Шаг 1 Запустите приложение Unknown Analysis.

- 1 Дважды щелкните ярлык **Анализ неизвестных соединений** на рабочем столе.



- 2 Выберите в главном меню **Файл > Новый анализ**.
- 3 Введите `UnknownsDemo.uaf` в поле **Имя файла**. В строке заголовка приложения отображается имя анализа.

Шаг 2 Добавьте пробы в новый анализ.

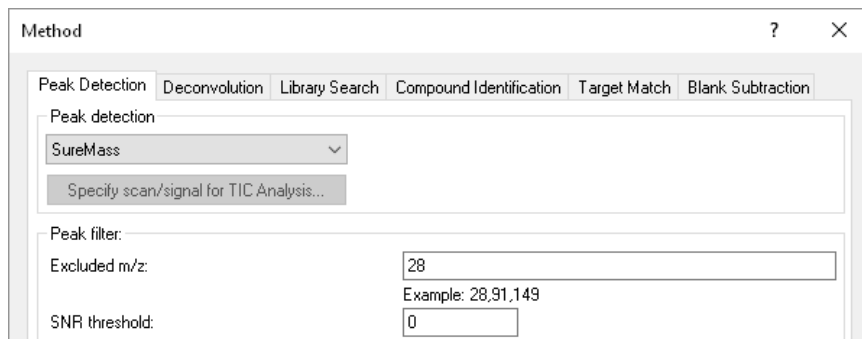
- 1 Выберите в главном меню **Файл > Добавить пробы**.
Если файл данных не существует в папке серии Quant, щелкните **Перейти к копированию проб** и выберите пробу из другого каталога. Проба будет скопирована в папку серии Quant.
- 2 В папке серии Quant выберите файл **Sol_A.D** и нажмите кнопку **ОК**.

Шаг 3 Преобразуйте данные пробы в формат SureMass.

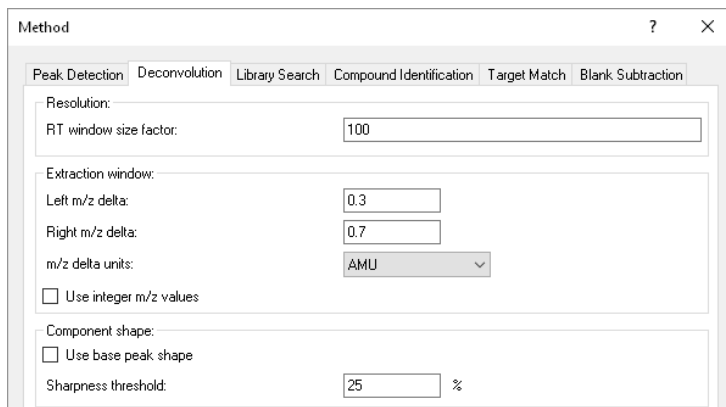
- 1 Выберите в главном меню **Инструменты > Преобразование проб Accurate Mass**.
- 2 Перейдите к папке серии, которая содержит загруженную выше пробу. См. Шаг 2 **Добавьте пробы в новый анализ**.
- 3 В папке серии выберите файл **Sol_A.D** и нажмите кнопку **ОК**.
- 4 В разделе диалогового окна **Преобразовать** выберите **Преобразовать в формат SureMass** и нажмите кнопку **Преобразовать**. Файл данных будет преобразован в формат SureMass. После завершения нажмите кнопку **Закреть**.

Шаг 4 Отредактируйте метод анализа.

- 1 Выберите в главном меню **Метод > Правка**.
- 2 На вкладке **Обнаружение пиков** выберите **SureMass** в разделе **Обнаружение пиков**.

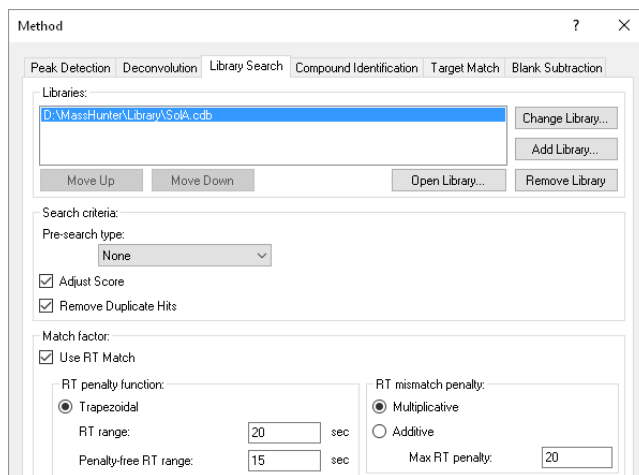


- 3 Откройте вкладку **Деконволюция** и в разделе **Разрешение** измените **Масштабный коэффициент окна ВУ** на 100.

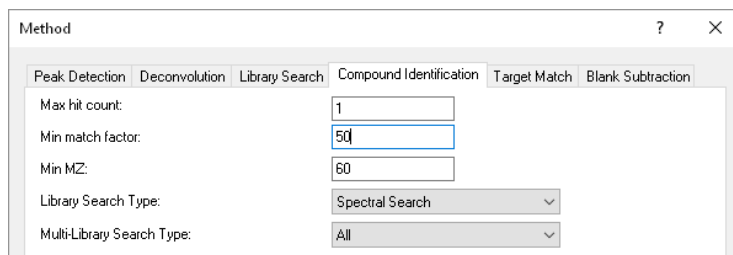


- 4 В разделе **Форма пиков компонента** снимите флажок **Использовать форму базового пика**.

- Откройте вкладку **Поиск по библиотеке** и нажмите кнопку **Изменить библиотеку**.



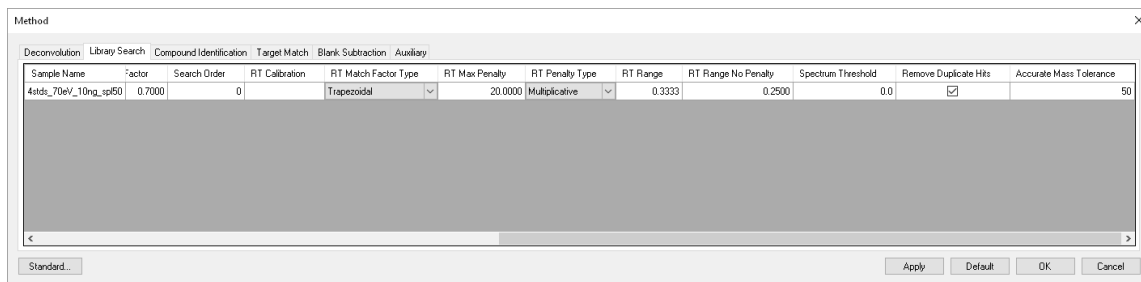
- Перейдите к местоположению файла **SolA.cdb** и выберите файл **SolA.cdb**.
- В разделе **Критерии поиска** выберите **Нет** для типа **Предварительный поиск** и выберите **Удалить дубли совпадений**.
- В разделе **Коэффициент совпадений** выберите **Использовать сопоставление ВУ**.
- В разделе **Функция штрафа за несоответствие ВУ** выберите **Трапецевидный**, задайте **Диапазон ВУ 20 с** и **диапазон ВУ без поправок 15 с**.
- Откройте вкладку **Идентификация соединений** и установите **Мин. MZ** равным 60.



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

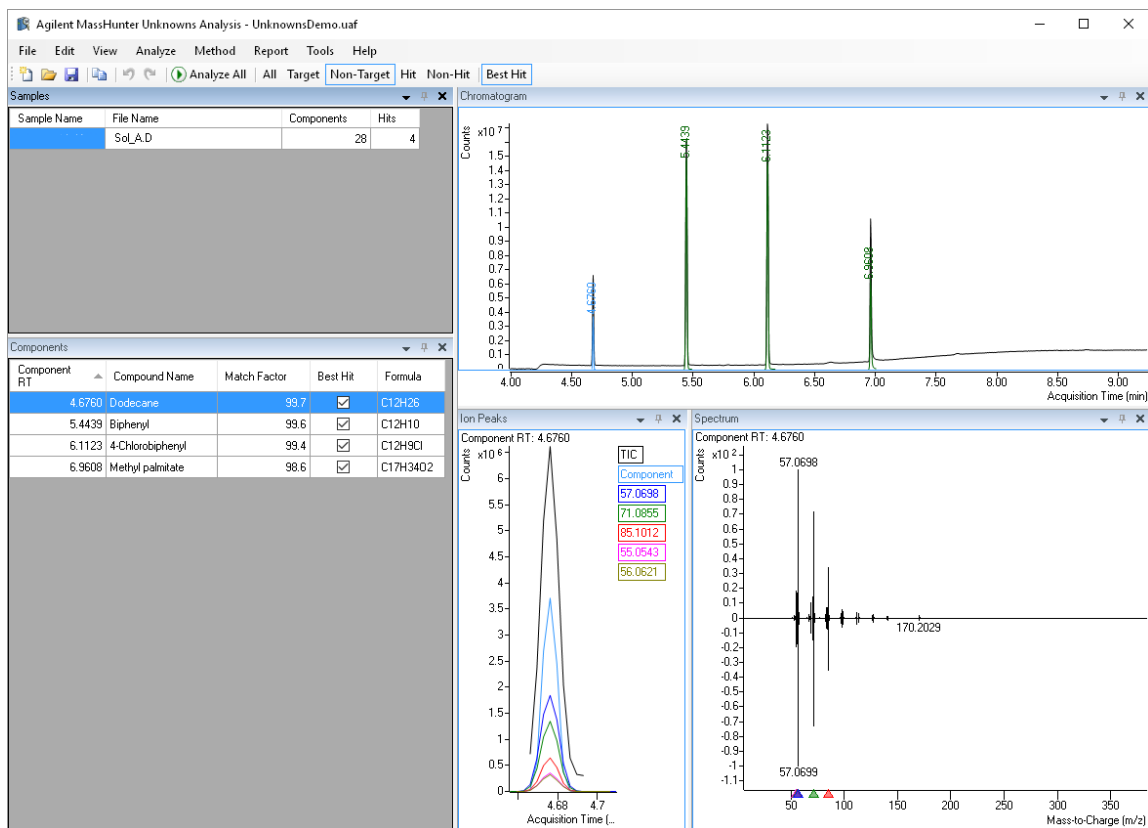
- 12 Нажмите кнопку **Дополнительно** и откройте вкладку **Поиск по библиотеке**.
- 13 Установите **Допуск точно измеренной массы** равным 50 и нажмите кнопку **ОК**.

Прокрутите таблицу к последнему столбцу. Редактор методов будет закрыт.



Шаг 5 Запустите анализ.

- 1 В панели инструментов приложения **Анализ неизвестных соединений** щелкните значок **Анализировать все**. Файл пробы анализируется в соответствии с параметрами, заданными в методе.
- 2 Щелкните **Нецелевое соединение** в панели инструментов, чтобы отобразить идентифицированные соединения.



- 3 Нажмите правой кнопкой мыши в окне «Спектр» и выберите **С начала до конца**, если параметр еще не выбран. На рисунке отображаются библиотечные спектры для сравнения с данными пробы.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Издание 1-е, январь 2019 г.



G7250-91013

