



Agilent MassHunter Workstation 软件 – 7250 精确质量四极杆飞行时间 GC/MS

入门指南



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2019

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式、任何方式（包括存储为电子版、修改或翻译成外文）复制本手册的任何部分。

手册部件号

G7250-97013

版本

第一版，2019年1月

美国印刷

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

担保说明

本文档内容按“原样”提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失，Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，其中涉及本文档内容的担保条款与这些条款冲突，则以协议中的担保条款为准。

技术许可

本文档中所述的硬件和 / 或软件是根据许可提供的，只能根据此类许可的条款进行使用或复制。

权力限制说明

美国政府受限权利。授予联邦政府的软件和技术数据权利仅包括通常提供给最终用户的那些权利。Agilent 根据 FAR12.211（技术数据）和 12.212（计算机软件）和（对于国防部）DFARS252.227-7015（技术数据 - 商品）以及 DFARS 227.7202-3（商业计算机软件或计算机软件文档中的权利）来提供软件和技术数据方面的此常规商业许可。

目录

入门指南

准备工作	6
练习 – 开发 7250 的采集方法	9
任务 1. 设置进样口和进样参数	10
任务 2. 检查 GC 配置	11
任务 3. 优化基峰离子丰度和执行质量校正	13
任务 4. 输入 GC 采集参数	17
任务 5. 创建用于扫描离子的定性采集方法	21
任务 6. 采集 MS 扫描数据（可选）	23
任务 7. 使用序列安排质量校正	24
练习 – 分析数据	26
任务 1. 在定性导航器中打开数据文件	27
任务 2. 配置定性分析用户界面	29
任务 3. 在定性导航器中确认峰	31
任务 4. 使用定性分析工作流程识别化合物	33
任务 5. 配置方法自动化报告	36
任务 6. 生成方法自动化工作流程	39
任务 7. 检查结果	41
任务 8. 使用未知分析识别化合物	45

入门指南

本指南介绍如何使用 Agilent 7250 Q-TOF GC/MS 系统采集和分析样品数据。如果要跳过本指南中的数据采集步骤，请使用 MassHunter 随附的演示数据文件（请参见**参考材料**（第 6 页））。

在本指南中，您将学习如何确定用于分析相关化合物的最佳采集设置。这些说明不仅可帮助您了解如何设置优化仪器参数的方法，以便在采集过程中获得最佳灵敏度，而且还可帮助您了解如何使用定性分析程序来确定可产生最优信号响应的参数值。

准备工作

参考材料

可在 MassHunter 软件用户信息的 7250 Q-TOF 安装时找到。本文档应用程序是以 MassHunter 软件组成部分的形式提供的。

- 用于 GC/MS 的 *MassHunter* 定性分析入门指南介绍了许多定性分析程序功能，而本指南并未涉及这些功能，包括定性分析导航器程序。
- 定性分析培训视频，专门针对寻找视频和音频课程的人，这些视频介绍了 *MassHunter* 定性分析导航器和 *MassHunter* 定性工作流程的全面使用。
- 在线帮助详细介绍了定性分析工作方式的信息。
- 演示数据文件和精确质量检索能让您使用自己的定性分析安装执行此处演示的所有分析步骤，而且无需采集化合物数据或拥有谱库许可证。
- 快速入门指南解释了应用程序中包含了哪些文档，以及每个文档中包含了哪些信息。

可在用户手册和工具 DVD 的 7250 Q-TOF 安装时找到。本文档应用程序是随 7250 Q-TOF 仪器提供给您的。

- 概念指南用于详细了解 7250 Q-TOF GC/MS 系统的工作方式。
- 快速入门指南解释了应用程序中包含了哪些文档，以及每个文档中包含了哪些信息。
- 硬件手册用于了解如何操作和维护 7250 Q-TOF。

准备您的系统

1 检查：

- 已安装 MassHunter 采集、MassHunter 定性分析和 MassHunter 定量分析程序。
- 您的系统使用的是带有分流 / 不分流或多模式 (MMI) 进样口和自动液体进样器的 Agilent 8890 或 7890 系列 GC
- 采集使用锥形固定式 10 μ L ALS 进样针，带有 23-26s 针头。可代替合适的进样针。
- 7250 Q-TOF GC/MS 系统已配置并具有有效的调谐。
- 已验证性能。
- 已打开系统。
- 已安装了合适的色谱柱。J&W 型号 122-3832 DB-35MS：本指南中的示例使用 30 m x 250 μ m，0.25 μ m 色谱柱。

2 针对已安装的色谱柱配置 GC。

- ### 3 如果需要，请将**参考材料**（第 6 页）中提到的演示数据文件和精确质量检索文件复制到硬盘的任意位置。如果您未采集数据或没有**第 8 页上的表 1**中所示的化合物精确质量检索文件，则本练习需要该数据文件和精确质量检索文件。

为数据采集准备所需的样品

如果您不想采集数据，而想了解如何使用定性分析程序，则可以跳过样品准备和实际采集步骤，使用本指南附带的数据文件。建议您阅读[练习 – 开发 7250 的采集方法](#)（第 9 页），以了解特定于 Agilent 仪器的设置。

准备样品所需的材料：

- 样品（p/n 05970-60045，或 p/n 5074-3025（仅限在日本使用））
- 用于稀释样品的异辛烷
- 样品瓶

样品化合物溶解于异辛烷溶剂中，装于 1 毫升浓度为 10 ng/μL、100 ng/μL 和 100 pg/μL 的安瓿瓶中，如 [表 1](#) 中所示。

表 1 样品化合物列表

化合物	m/z	分子式
十二烷	170.2029	C ₁₂ H ₂₆
联苯	154.0777	C ₁₂ H ₁₀
4-氯联苯（仅限 p/n 05970-60045）	188.0387	C ₁₂ H ₉ Cl
棕榈酸甲酯	270.2553	C ₁₇ H ₃₄ O ₂

准备定性分析样品，方法是将 10 ng/μL 针剂用量的样品转移到 ALS 样品瓶中并盖上样品瓶盖。

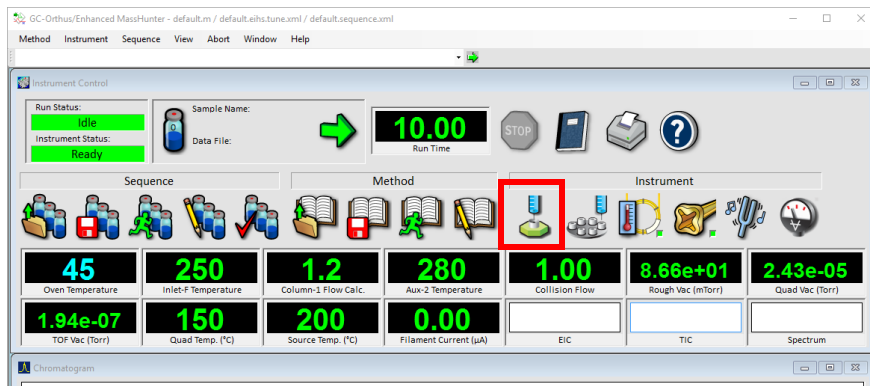
加入异辛烷到 ALS 清洗瓶。

练习 — 开发 7250 的采集方法

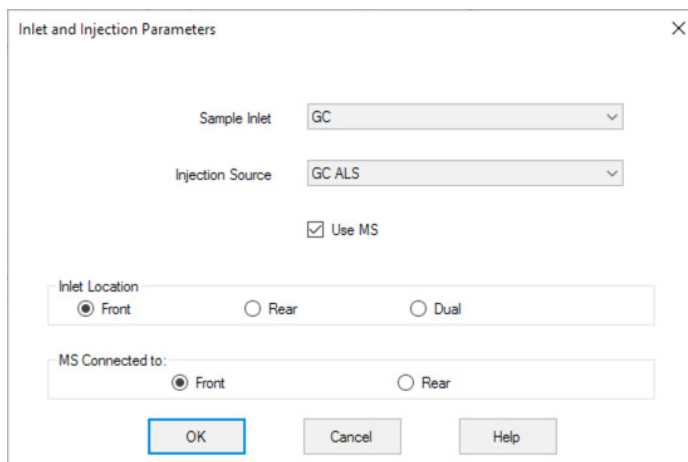
- 任务 1. 设置进样口和进样参数 10
- 任务 2. 检查 GC 配置 11
- 任务 3. 优化基峰离子丰度和执行质量校正 13
- 任务 4. 输入 GC 采集参数 17
- 任务 5. 创建用于扫描离子的定性采集方法 21
- 任务 6. 采集 MS 扫描数据（可选） 23
- 任务 7. 使用序列安排质量校正 24

任务 1. 设置进样口和进样参数

- 1 在 Windows 桌面上双击**数据采集**图标。
- 2 单击**进样口和进样参数**图标。将鼠标悬停在某个图标上可显示标识该图标的标记。



会显示**进样口和进样参数**对话框。

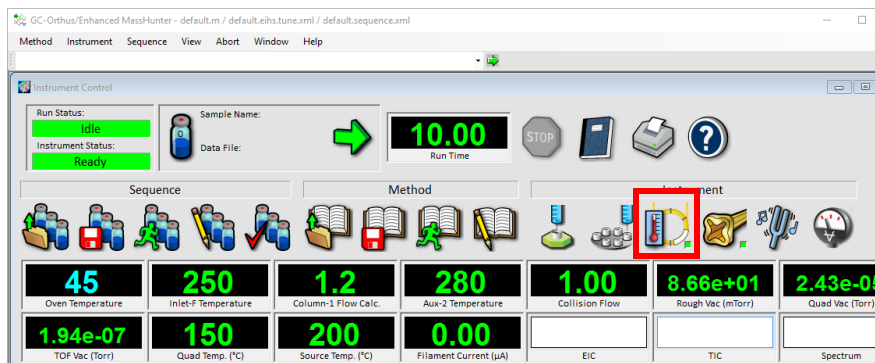


- 3 选择 **GC** 作为进样口，选择已安装的 ALS 作为进样源。
- 4 选中**使用 MS** 复选框。

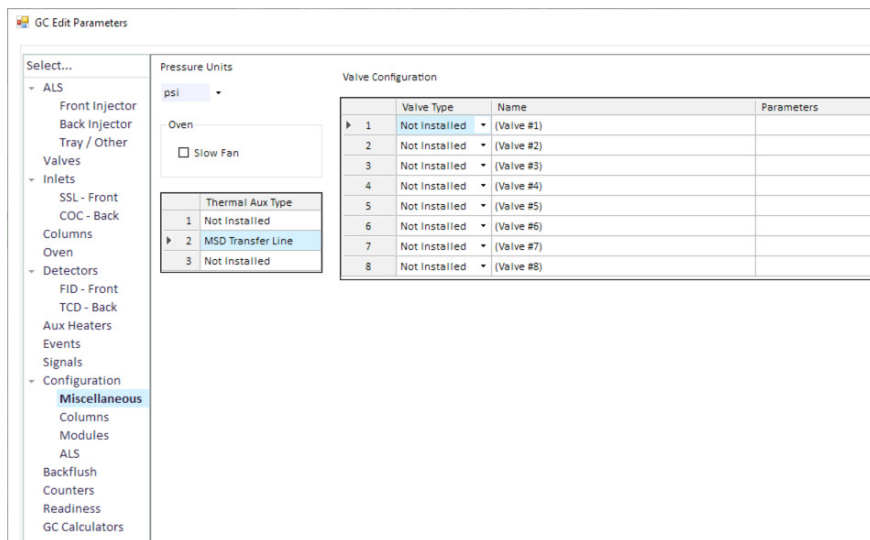
任务 2. 检查 GC 配置

在此练习中，可以查看此分析的 GC 硬件设置。

1 单击 GC 编辑参数图标。



此时将显示 GC 编辑参数窗口。



- 2 在导航菜单中，选择配置 > 其他。
- 3 将压力单位设置为 psi。
- 4 在柱箱区域中，慢速风扇模式为取消选中状态。

- 5 在导航菜单中，选择**配置 > 色谱柱**，然后将**色谱柱 1** 设置为 J&W 122-3832 色谱柱或类似的色谱柱。将**进样口**设置为**前（或后）进样口**，将**出样口**设置为**MSD**。**加热源**设置为**柱箱**。

如果使用其他色谱柱，则必须相应地调整 GC 参数设置，才能获得可接受的色谱图。

- 6 在导航菜单中，选择**配置 > 模块**，然后将**SS 进样口**气体设置为**He**，将**碰撞池 EPC**气体设置为**N2**。

- 7 在导航菜单中，选择**配置 > ALS**，然后将**进样针规格**设置为带有 23-26s 针头的锥形固定式 10 μ L ALS 进样针，将**溶剂清洗模式**设置为 A, B。

可代替合适的进样针。

- 8 单击**确定**。

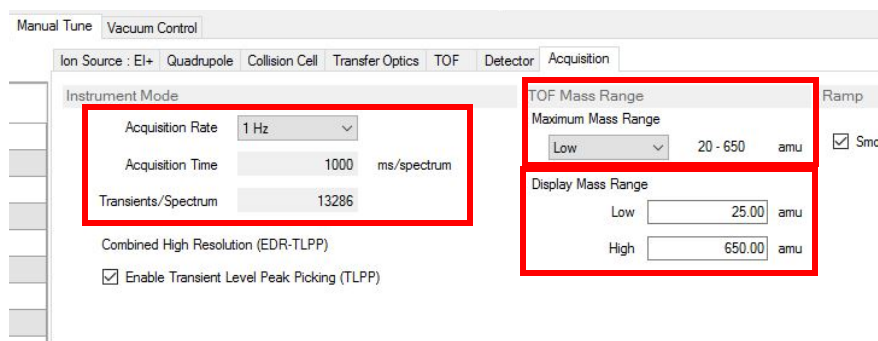
GC 参数将下载到 GC，然后关闭此窗口。

任务 3. 优化基峰离子丰度和执行质量校正

在此次练习中，优化基峰离子丰度并执行质量校正。质量校正将在两分钟内完成，每天或每隔几小时校正仪器是很好的做法。序列表关键字允许序列中的样品进行自动质量校正。有关详细信息，请参见联机帮助。

步骤 1 设置已采集数据的 m/z 范围，和存储该数据的范围，以便进行分析。

- 1 在 MassHunter 仪器控制视图中，单击 **MS 调谐** 图标。将显示 **GC/Q-TOF 调谐** 窗口。
- 2 单击**手动调谐**选项卡，然后单击**采集**选项卡。



- 3 在**采集速率**下拉列表中选择 **1 Hz**。这是校正期间的速率。
- 4 在**最大质量范围**下拉列表中选择**低**。

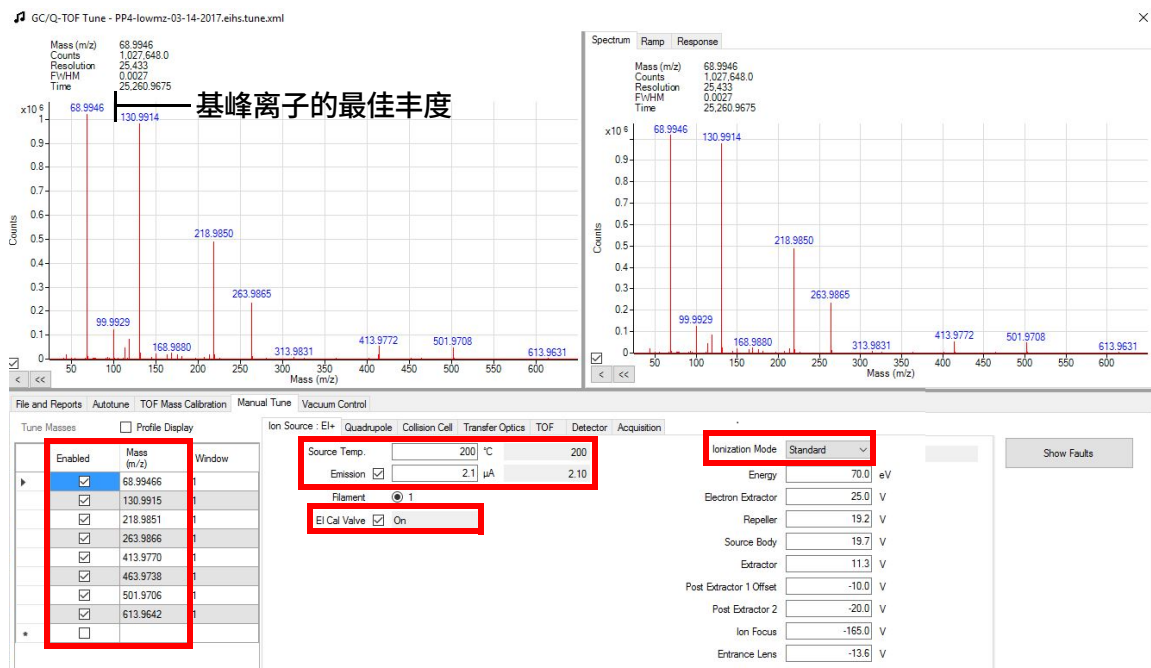
将扫描 20 至 650 m/z 之间的数据。另外有 2 个质量范围可用于扫描数据。**标准范围** (20 至 1200 m/z) 和**扩展范围** (20 至 3000 m/z)。在此选择**低**范围以获得最高的数据灵敏度。

- 5 在范围**低**的一端输入 25，在**高**的一端输入 650。

在 25 和 650 m/z 之间采集的数据将显示在调谐质谱图窗口中。

步骤 2 优化基峰离子丰度。 这一步通常是在执行校正前完成的。

- 1 单击离子源选项卡，然后在调谐质量区域中选择已启用。



- 2 要启用校正剂流电离，需启用**发射电流**和**EI 校正阀**。
- 3 调整**发射电流**，使相关离子的丰度介于 0.8×10^6 和 1.2×10^6 counts 之间的理想范围内。较高的值会使信号饱和，较低的值将无法为最佳质量准确度提供足够的离子统计数据。

步骤 3 执行质量校正。

1 选择 GC/Q-TOF 调谐窗口中的 TOF 质量校正选项卡。

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	-1.841935290890388E-58

Time and Mass Conversion

Time: []

Convert Time to Mass >>

<< Convert Mass to Time

Mass: []

On TOF mass calibration Finished

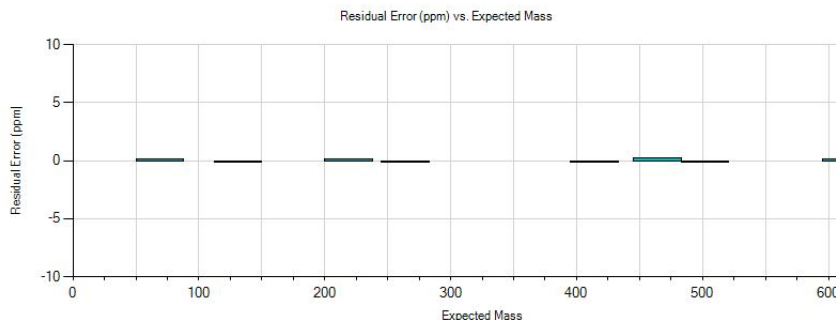
Close Help

请参见任务 6. 采集 MS 扫描数据（可选）（第 23 页）。

2 单击运行校正。

校正完成后，将显示 **TOF 质量校正结果** 窗口。对于校正中所用的所有离子，**质量准确度 (PPM)** 通常应低于 1PPM。

 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 单击“关闭”。

4 单击**文件和报告**选项卡并保存调谐文件。将调谐文件另存为 atune-lowmz_date.ei.tune.xml。其中的日期是今天的日期。

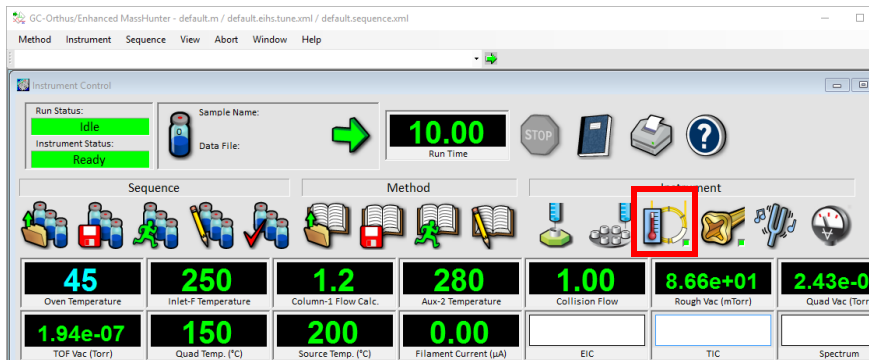
5 单击“关闭”。

GC/Q-TOF 调谐窗口将关闭，您将返回“仪器控制”视图。

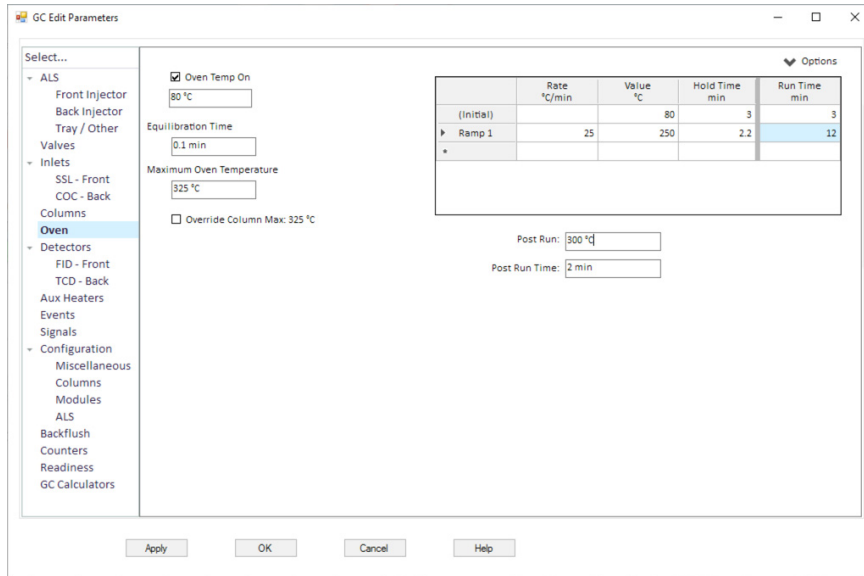
任务 4. 输入 GC 采集参数

在此练习中，您可输入进行此分析所需的 GC 条件。

- 1 单击 **GC 编辑参数** 图标。选定此窗口后，只要将鼠标移动到其中的图标上，即可根据工具提示确定图标的功能。



此时将显示 **GC 编辑参数** 窗口。



- 2 在导航菜单中，选择**色谱柱**，然后选择已选定色谱柱中的**色谱柱 1**。

- 3 选择**打开**控制模式，然后选择**恒定流量**模式。输入 1.1 毫升 / 分钟作为初始流量。
- 4 选择**已选定**色谱柱中的**碰撞池 EPC**，然后在**碰撞池 EPC**区域中，将**N2 碰撞气体**设置为在 1.5 毫升 / 分钟时打开。

如果碰撞池 N2 气体的当前流量值不是 1.5 毫升 / 分钟，并将其更改为此值，则需要执行自动调谐。

- 5 在**碰撞池 EPC**区域中，取消选中**He 抑制性气体**。
- 6 在导航菜单中选择**进样口 > SSL**，然后输入**第 18 页上的表 2**中所列的进样口参数。
- 7 单击**柱温箱**图标，然后输入**第 18 页上的表 2**中所列的柱温箱参数。
- 8 在导航菜单中选择**ALS > 前进样口**，然后输入**第 18 页上的表 2**中所列的进样口参数。

如果您的 ALS 已连接到**后进样口**，请选择**后进样器**选项卡。

- 9 在导航菜单中，选择**辅助加热器**，然后启用它，并将温度设置为 280 °C。这是 MSD 传输线加热器。
- 10 单击**确定**。GC 参数将下载到 GC，然后关闭此窗口。

表 2 用于数据采集方法的 GC 参数

参数	值
柱箱	
平衡时间	0.1 分钟
柱箱升温程序	80 °C 时持续 3 分钟，以 25 °C/ 分钟的速度升高到 250 °C，保持 2.2 分钟
运行时间	12 分钟
前 SS 进样口	
模式	He
模式	分流
加热器	在 250 °C 时为 开
压力	随色谱柱流量一起自动设置 开 值
隔垫吹扫流量	在 3 毫升 / 分钟时为 开
载气节省	在 3 分钟后达到 20 毫升 / 分钟时为 开
分流流量	220 毫升 / 分钟
分流比	200:1

表 2 用于数据采集方法的 GC 参数 (续)

参数	值
热辅路 2 (MSD 传输线)	
加热器	打开
温度	280 °C
色谱柱 1	J&W 122-3832 DB-35ms: 30 m x 250 µm, 0.25 µm
内部	前 SS 进样口 He
外部	真空
(初始温度)	80 °C
流速	1.1 毫升 / 分钟
流量程序	关闭
前进样器	
进样针规格	10 µL
进样量	1 µL
溶剂 A 清洗 (进样前)	2
溶剂 A 清洗 (进样后)	2
溶剂 A 体积	8 µL
溶剂 B 清洗 (进样前)	2
溶剂 B 清洗 (进样后)	2
溶剂 B 体积	8
样品清洗	0
样品清洗体积	8 µL
样品抽吸次数	4
驻留时间 (进样前)	0 分钟
驻留时间 (进样后)	0 分钟
溶剂清洗抽取速度	300 µL / 分钟
溶剂清洗分配速度	6,000 µL / 分钟
样品清洗抽取速度	300 µL / 分钟
样品清洗分配速度	6,000 µL / 分钟
进样分配速度	6,000 µL / 分钟

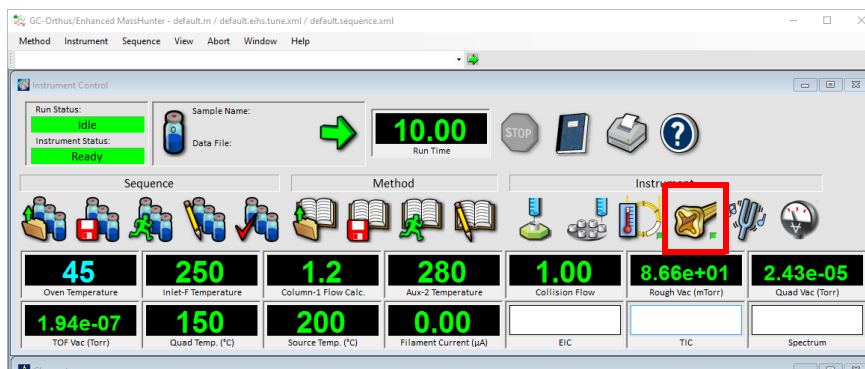
表 2 用于数据采集方法的 GC 参数 (续)

参数	值
粘性延迟	0 秒
样品深度	禁用
碰撞池 EPC 模块	
氮	在 1.5 毫升 / 分钟时为开
氦气	关闭

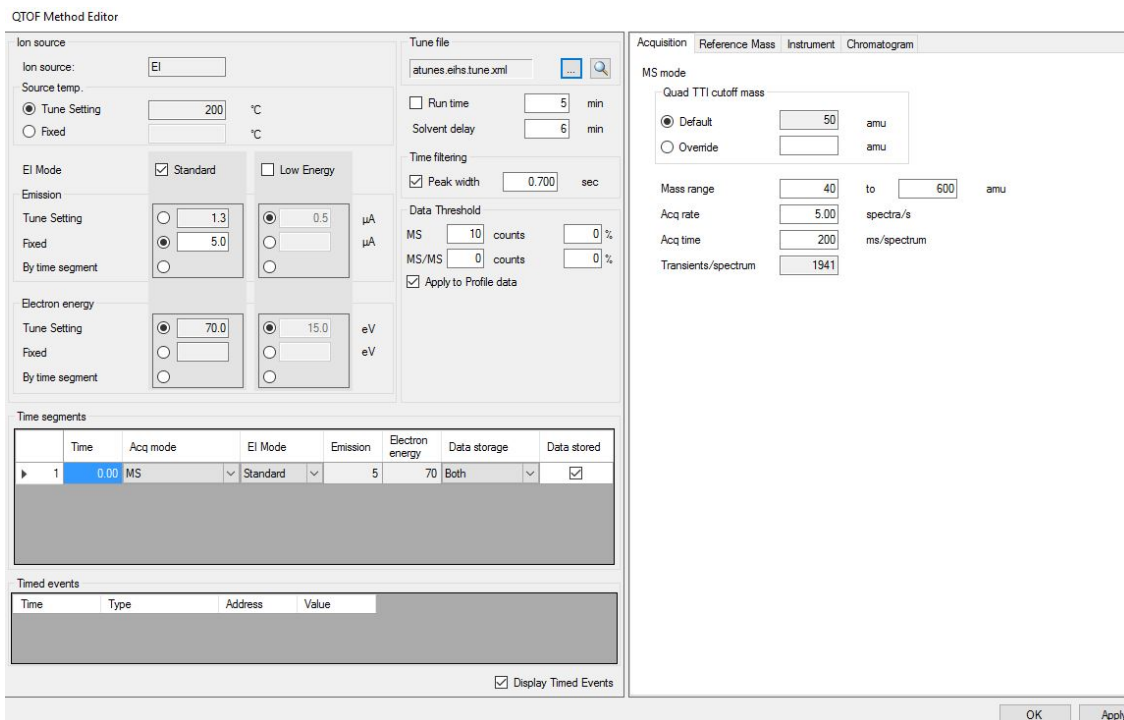
任务 5. 创建用于扫描离子的定性采集方法


此任务由任务 4 在方法中输入的 GC 参数开始。在此任务中，您将输入用于离子扫描的 7250 参数，并保存到方法。

1 单击 QTOF 方法编辑器图标。



此时将打开 QTOF 方法编辑器窗口。



- 2 在**调谐文件**区域，单击  图标。选择任务 3 结束时创建的调谐文件。
- 3 在**离子源**区域中，将**离子源温度**设置为 200 °C，将**发射电流**设置为**固定**并输入值 5.0，将**电子能量**设置为**调谐设置**。
- 4 将**溶剂延迟**设置为 5 分钟。由于**溶剂延迟**设置，7250 将在 5 分钟之后开始收集数据。
- 5 在**时间过滤**区域中，选择**峰宽**，并将其设置为 0.7 秒。这将过滤掉不需要的峰，以减少数据存储。
- 6 在**数据阈值**区域中，输入 10 作为 counts。这将过滤掉不需要的噪音，以减少数据存储。
- 7 选择**应用到轮廓图数据**。用于将**数据阈值**过滤器应用到轮廓图数据，以减少存储。
- 8 在**时间段**区域中，从**采集模式**下拉列表中选择 **MS 的扫描类型**。
如果进行 MS/MS 采集，我们会在输入此处的 counts，以减少数据存储。
- 9 对**存储的数据**选择**两者**。
选择**两者**将同时存储峰的轮廓图数据和棒状图数据以进行数据分析。
- 10 在 **MS 模式**部分中，对于**质量范围**，输入 40 作为扫描起点，输入 600 作为扫描终点，输入 5.00 **质谱图 / 秒**作为**采集速率** \
将一直采集最高为 650 m/z 的所有数据，但只有此处选定的数据（40 至 600）才会保存到磁盘。
- 11 单击**确定**以关闭该窗口。
- 12 在主窗口中选择**方法 > 方法另存为**，并将方法另存为 **OFN EI 70eV.M**。

任务 6. 采集 MS 扫描数据（可选）

在此任务中，您可使用在前面的几项任务中开发的方法采集扫描数据。由于您可利用 MassHunter 自带的示例数据文件（位置如[参考材料](#)（第 6 页）所示）执行下一个任务，所以此任务是可选的。然而，如果您喜欢，可以按此任务中的描述采集您自己的数据文件。

- 1 单击**开始运行**（绿色箭头）图标。将显示“**开始运行**”对话框。

The screenshot shows the 'Start Run' dialog box with the following details:

- Current Method Injection Style:** GC ALS
- Inlet Location:** Front (selected)
- MS Connected to:** Front Inlet (selected)
- Operator Name:** [Empty]
- Data Path:** D:\MassHunter\GCMS\2\DATA\
- Front Inlet:**
 - Data File Name: SoL_AD
 - Sample Name: [Empty]
 - Misc. Info: [Empty]
 - Expected Barcode: [Empty]
 - Sample Amount: 0
 - Multiplier: 1
 - Vial Number: 1
 - Tray Name: Agilent ALS
 - Injection Volume: Current Method (1 µL)
- Rear Inlet:**
 - Data File Name: EVALDEMO.D
 - Sample Name: [Empty]
 - Misc. Info: [Empty]
 - Expected Barcode: [Empty]
 - Sample Amount: 0
 - Multiplier: 1
 - Vial Number: [Empty]
 - Tray Name: Agilent ALS
 - Injection Volume: Current Method (0 µL)
- Method Sections to Run:** Data Acquisition, Data Analysis (MassHunter DA)

- 2 在**数据路径**中，输入要用于保存该运行采集的数据文件的目录。
- 3 在您正在使用的进样口部分中，输入 **SoL_A.D** 作为**数据文件名称**。
- 4 输入自动进样器样品盘中的**样品瓶**编号位置。
- 5 为**进样量**选择**当前方法**。将会使用您在任务 4 中输入的**进样量**。
- 6 在**要运行的方法**部分中，选择**数据采集**。
- 7 单击“**确定并运行方法**”。

方法将发送到 GC 和 Q-TOF。仪器就绪后，将注入样品并收集数据，然后将数据发送到指定的数据目录中。

任务 7. 使用序列安排质量校正

自动程序用于在一系列样品运行开始时安排质量校正，并使用这些运行期间的定时间隔。连续运行样品时，建议每隔大约 2 小时进行一次质量校正。质量校正只需要几分钟，但能让您维持更高的质量精度并避免漂移。

步骤 1 在序列开始时添加质量校正。

- 1 插入用于运行质量校正的条目。该条目可能在样品空白运行后。
- 2 将 **MASSCAL** 关键字添加到该条目。

Sequence Table							
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 输入用于处理样品的方法，然后从**类型**下拉列表中选择**校正**。该条目也可在序列中每隔 2 小时运行样品后使用。
- 4 保存序列。

步骤 2 您可以跳过这一步，然后使用步骤 3 中所示的运行时间程序。

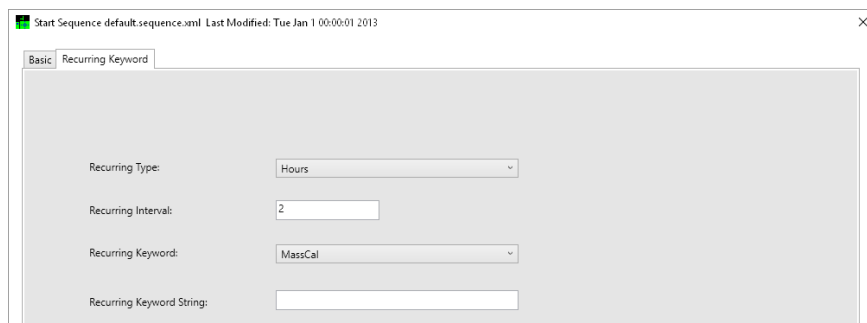
使用该步骤，通过在序列表中创建质量校正条目，在样品运行期间每隔 2 小时添加质量校正条目。

- 1 计算要运行的样品数量，然后再进行质量校正。
 - (120 分钟 / 样品运行时间) 对于 10 分钟的样品运行，这意味着在执行质量校正前可以处理 12 个样品。
 - 本例中为 $2 + 12 + 1 = 15$ 个条目。创建了空白条目。
- 2 复制上一步中添加的质量校正条目。
- 3 选择用于质量校正的样品条目位置，然后从上下文菜单中选择**插入样品**。
- 4 选择该条目，单击**粘贴**。
- 5 根据需要重复第 2 步。
- 6 保存序列。

步骤 3 可按照如下方式，在运行时间获取上一步中创建的质量校正间隔的相同结果。

- 1 选择**序列 > 运行序列**。
 - **启动序列**对话框随即打开。
 - 有关详细信息，请参见联机帮助。
- 2 在**基本**选项卡中，填写必填信息。
- 3 单击**重复关键字**选项卡。
- 4 选择**小时**作为**重复类型**。

如果您要在方法或时间间隔有更改时进行再校正，也可选择**方法或小时时间有更改**。



- 5 输入 **2** 小时作为**重复间隔**。
- 6 选择 **MassCal** 作为**重复关键字**字符串。质量校正将以指定间隔运行。
- 7 单击**运行序列**。

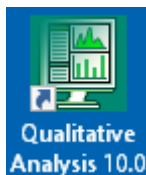
练习 - 分析数据

- 任务 1. 在定性导航器中打开数据文件 27
- 任务 2. 配置定性分析用户界面 29
- 任务 3. 在定性导航器中确认峰 31
- 任务 4. 使用定性分析工作流程识别化合物 33
- 任务 5. 配置方法自动化报告 36
- 任务 6. 生成方法自动化工作流程 39
- 任务 7. 检查结果 41
- 任务 8. 使用未知分析识别化合物 45

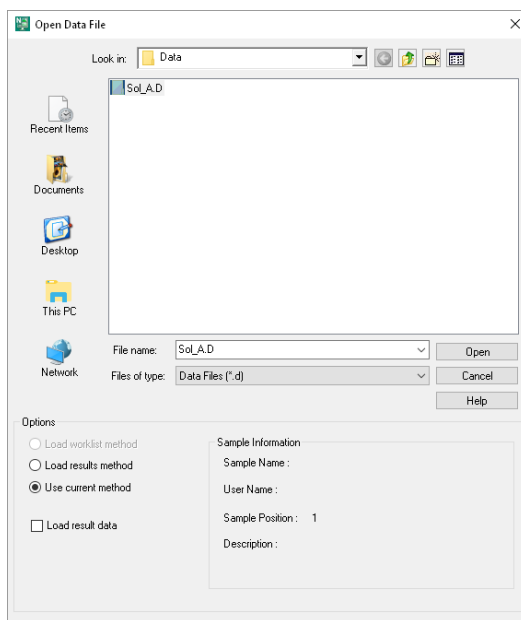
在此练习中，您将分析从本手册前面的练习中采集的数据。如果未采集该数据，可使用提供的示例数据文件 Sol.A.D，位置如**参考材料**（第 6 页）所示。有关使用该程序的其他信息，请参见 MassHunter 随附的用于 GC/MS 的 MassHunter Workstation 定性分析入门指南和定性分析培训视频，位置如**参考材料**（第 6 页）中所示。

任务 1. 在定性导航器中打开数据文件

- 1 双击桌面上的**定性导航器**快捷方式以启动定性分析程序。



系统将显示“打开数据文件”对话框。

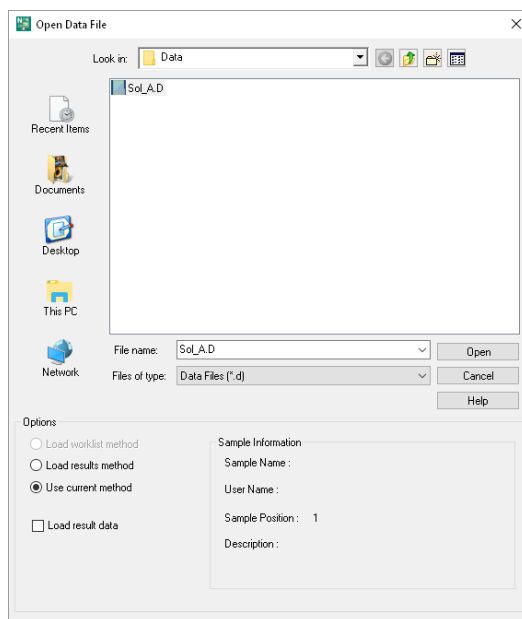


可通过以下方式获得帮助：

- 当窗口为活动状态时，按 **F1** 键
 - 选择主菜单中的**帮助 > 目录**
 - 单击活动窗口中的**帮助**图标
- 2 导航到数据文件所处的位置，并选择采集的数据文件或为此练习提供的演示文件 **Sol_A.D**。

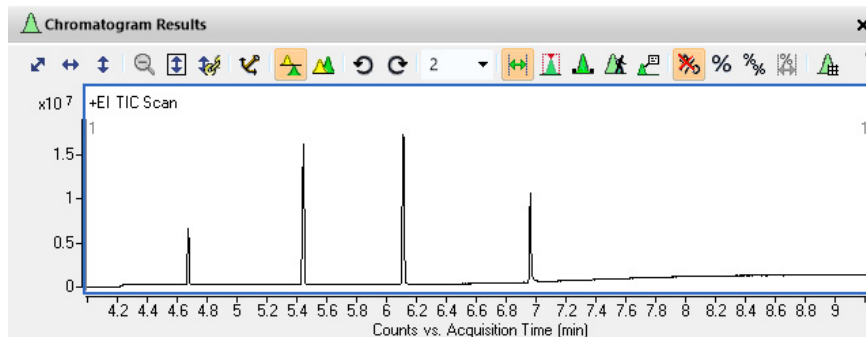
入门指南

任务 1. 在定性导航器中打开数据文件



3 在选项下，选择**使用当前方法**并清除调用结果数据。

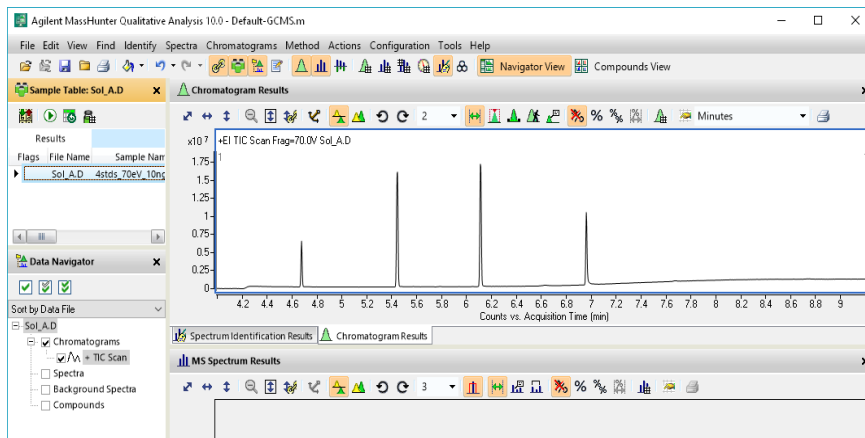
4 单击**打开**。此时会调用此数据文件，并显示数据的 TIC。



任务 2. 配置定性分析用户界面

步骤 1 创建定性分析方法。

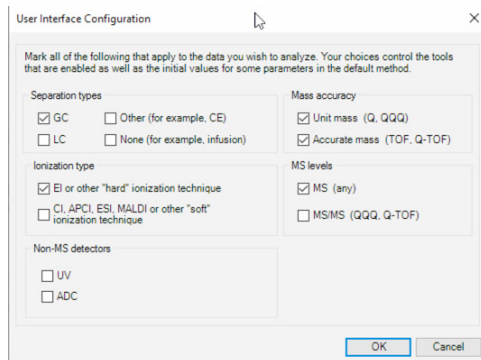
- 1 从主菜单中，选择 **方法 > 打开**。
- 2 选择 **default-GCMS.m** 并单击打开。



- 3 从主菜单中选择 **配置 > 显示高级设置**。

- 4 从主菜单中选择 **配置 > 用户界面配置**。

将打开“用户配置”对话框。此处选择的设置取决于调用的数据文件和之前选择的默认方法。如果需要，可以进行编辑。



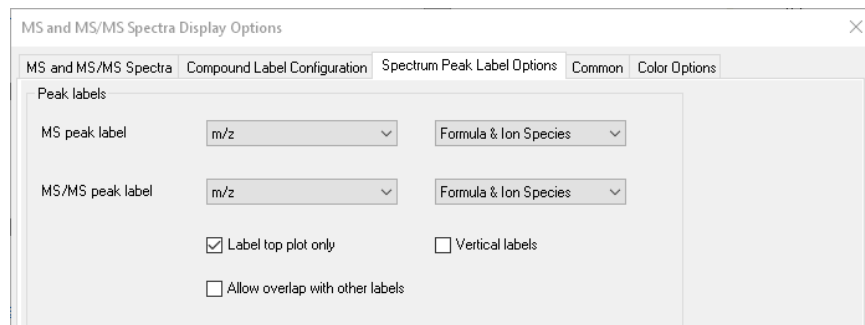
- 5 单击**确定**。

- 6 从主菜单中，选择 **方法 > 另存为**。为方法重命名，因为您无法覆盖缺省方法。

- 7 在**文件名**中，输入 **QTOF-GCMS.m**，然后单击**确定**。

步骤 2 配置 MS 和 MS/MS 质谱图显示选项。

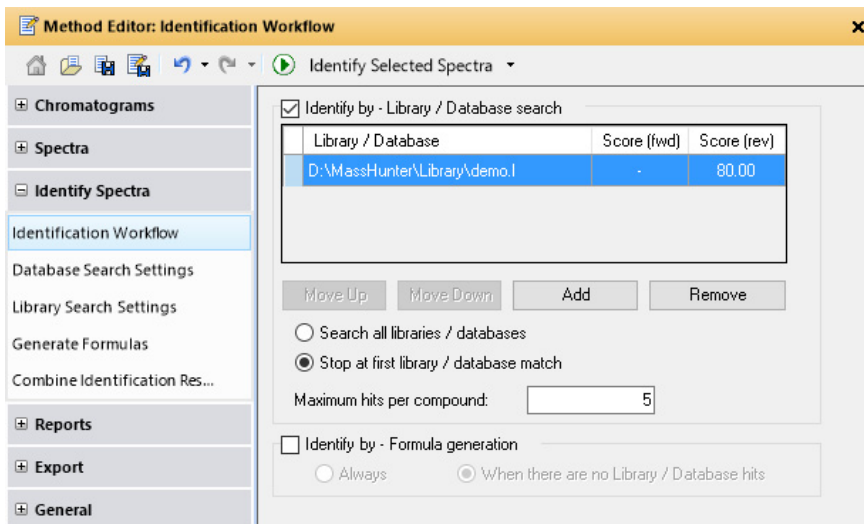
- 1 在主菜单中，选择**配置 > MS 和 MS/MS 质谱图显示选项**。
- 2 单击**质谱图峰标签选项**选项卡并设置峰标签值。使用下面显示的值。这些值会导致 m/z 的水平显示和分子式和离子种类值高于已识别的质谱图。






- 3 保存方法。

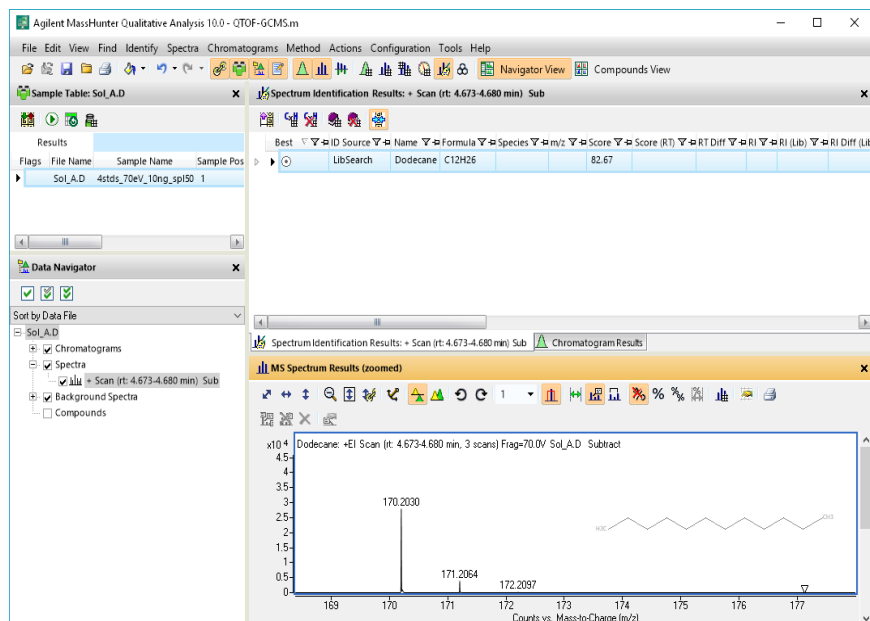
步骤 3 指定谱库来确定质谱图。

- 1 单击**方法编辑器**图标打开方法编辑器，然后单击**识别 > 识别工作流程**。为了便于查看，请将编辑器窗格移动到“定性分析导航器”窗口外。
- 2 为用于识别质谱图的谱库设置值。MassHunter 中包含了 Solo.cdb 谱库，该谱库包含样品中使用的 4 种化合物。使用下面显示的值。



任务 3. 在定性导航器中确认峰

- 1 在**色谱图结果**窗格中，右键单击并拖动 4.676 RT 周围的峰。将会显示单个缩放的峰。
- 2 选中**范围选中** ，单击并拖动鼠标来选择 RT 4.7 至 4.71 的背景。这个选择的区域包含背景质谱图。
- 3 右键单击阴影区域，然后从上下文菜单中选择**将 MS 质谱图提取到背景**。
提取的质谱图将显示在**MS 质谱图结果**窗格中，还会在**数据导航器**中的**背景质谱图**下选中。
将会从下面的已提取 MS 质谱图中自动将其扣除。
- 4 单击并拖动鼠标来选择包含 RT 4.75 至 4.68 峰顶点的区域。
- 5 右键单击阴影区域，然后从上下文菜单中选择**提取 MS 质谱图**。
提取了该色谱图，并将显示在**MS 质谱图结果**的顶部窗格中，还会在**数据导航器**中的**质谱图**下选中。会将背景质谱图从中扣除，并将用**MS 质谱图结果**顶部窗格中的**扣除**标签表示。
- 6 在**MS 质谱图结果**选项卡中，选中在**缩放期间对 Y 轴进行自动缩放**  和**显示预测的同位素分布** ，在主菜单中选择**确认 > 检索谱库 /DB 以查找质谱图**。该扫描的**质谱图识别结果**选项卡会将**十二烷**显示为谱库发现的化合物。
- 7 缩放 m/z 轴，以显示 168 至 179 之间的值的范围。将会显示十二烷的预测同位素，周围用表示十二烷同位素的红色轮廓表示。



入门指南

任务 3. 在定性导航器中确认峰

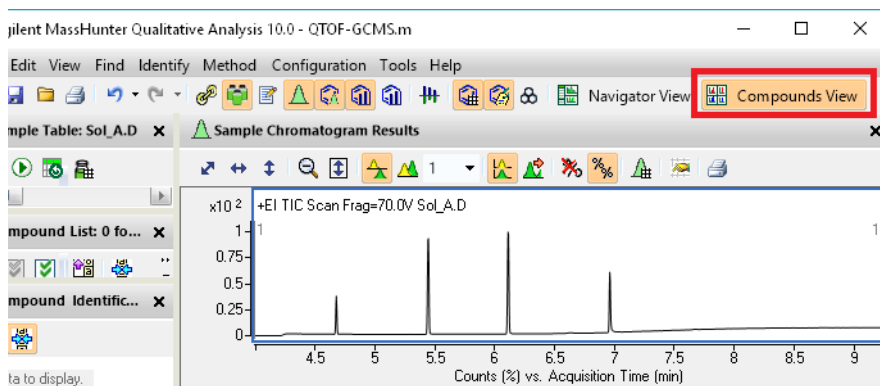
- 8 如果需要，请重复该程序来确认该样品中的其他峰。
- 9 在“方法”菜单中，选择**保存**。

任务 4. 使用定性分析工作流程识别化合物

步骤 1 编辑化合物识别工作流程中的定性分析方法设置

此任务开始于任务 3 结束之时，此时定性分析程序已经打开，且数据文件 SOL_A.d 的分析已经完成。

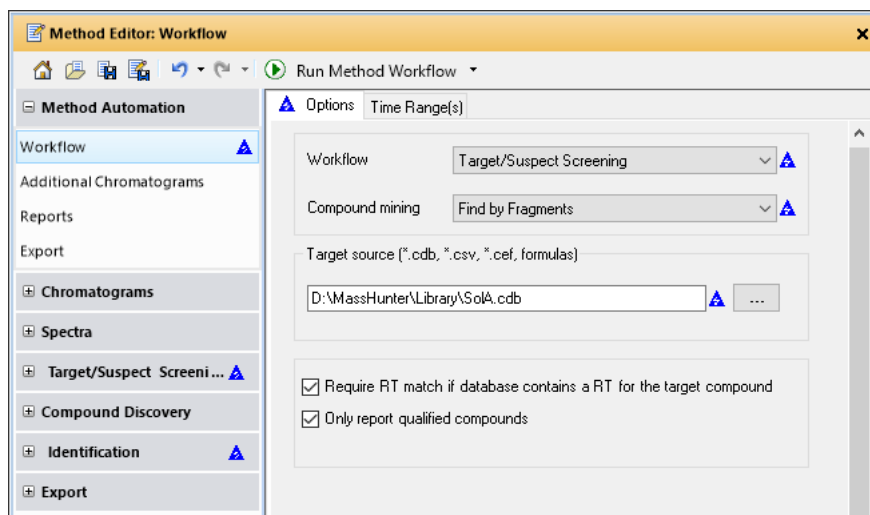
- 1 单击主工具栏区域的**化合物视图**选项卡。**SOL_A.D** 数据文件将显示在“样品色谱图”中。



- 2 如果主工具栏中的**方法编辑器**未被选中，请通过将其选中打开“方法编辑器”。

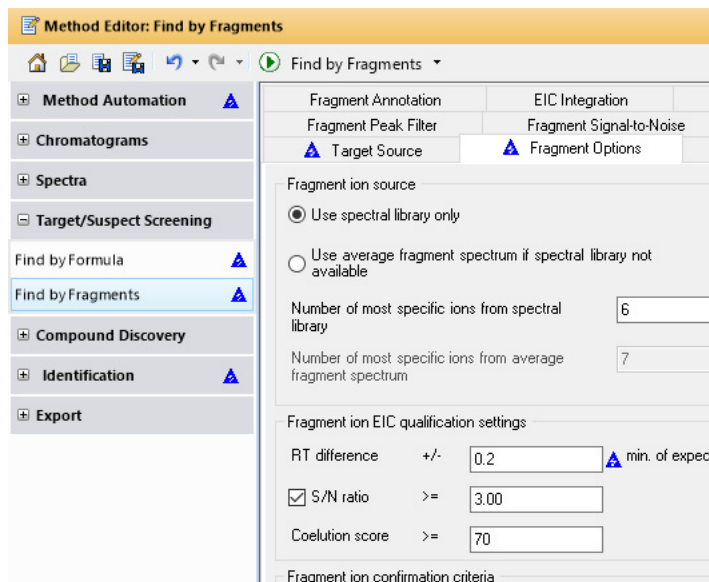
为了便于查看，请将编辑器窗格移动到“定性分析导航器”窗口外。

- 3 在“方法编辑器”中，单击**方法自动化 / 工作流程**。屏幕上将显示**选项**选项卡。
- 4 在“选项”选项卡中，选择**目标物 / 可疑物筛选**作为工作流程，然后为**化合物挖掘**选择**按裂解查找**。
- 5 在方法编辑器中，单击**目标物 / 可疑物筛选 > 按裂解查找**，然后单击**目标来源**选项卡。
- 6 单击 并选择 **SolA.cdb** 作为目标来源。您可以在**参考材料**（第 6 页）中所



步骤 2 配置按裂解查找算法。


- 1 在方法编辑器中，单击**裂解选项**并设置值。使用显示的值。务必要正确设置这些值。其他选项卡中的默认值可用来处理该样品。



- 2 单击“方法编辑器”工具栏中的**按裂解查找**图标。

结果将列在**样品表**、**化合物列表**、**样品色谱图结果**、**化合物色谱图结果**和**化合物 MS 质谱图结果**窗格中。

步骤 3 保存方法。

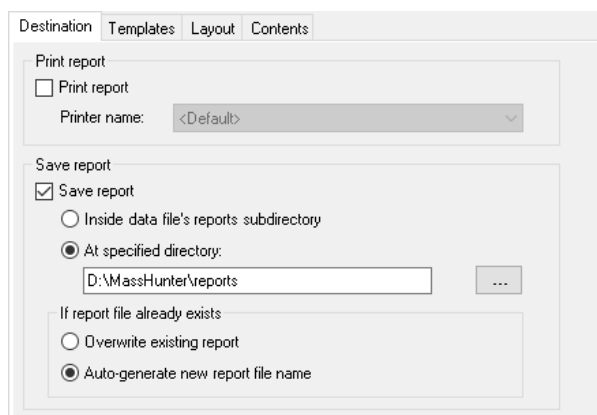
- 1 单击“方法编辑器”工具栏中的**保存方法** 。

任务 5. 配置方法自动化报告

您可以以交互方式打印分析报告，或将其生成为**方法自动化**工作流程的一部分，就像现在我们所做的一样。分析报告可以包含提取和积分色谱图、提取质谱图、查找化合物、检索数据库中的峰质谱图或根据峰质谱图生成分子式的结果。

步骤 1 编辑定性分析方法以包含报告工作流程。

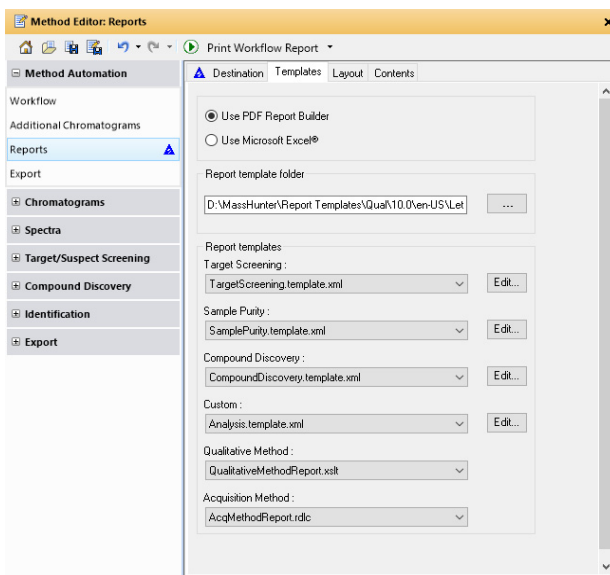
- 1 在**方法编辑器**中，单击**方法自动化**，然后选择**报告**。
- 2 将**目标位置**选项卡的条目设置为下面显示的值。



The screenshot shows a software interface 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, there is an unchecked checkbox for 'Print report' and a dropdown menu for 'Printer name' set to '<Default>'. In the 'Save report' section, there is a checked checkbox for 'Save report'. Below it are two radio button options: 'Inside data file's reports subdirectory' (unselected) and 'At specified directory:' (selected). The 'At specified directory:' option has a text input field containing 'D:\MassHunter\reports' and a browse button (...). Below these options is a section titled 'If report file already exists' with two radio button options: 'Overwrite existing report' (unselected) and 'Auto-generate new report file name' (selected).

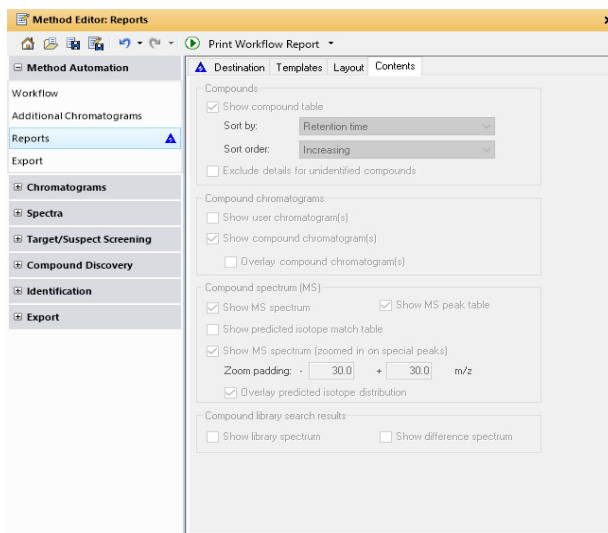
选择**保存报告**，然后输入 PDF 报告所在的文件夹位置。

- 3 将**模板**选项卡的条目设置为下面显示的值。

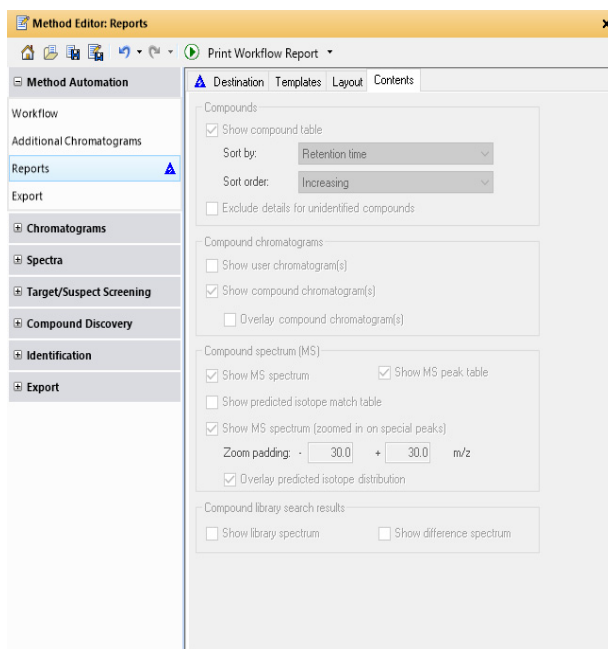


对于此练习，根据 c 工作流程选择，我们正在使用对报告模板进行目标筛选。

4 将布局选项卡的条目设置为下面显示的值。




5 将内容选项卡的条目设置为下面显示的值。



选择要包含的化合物表、色谱图、质谱图类型、峰表和谱库检索结果质谱图类型。

步骤 2 保存方法。

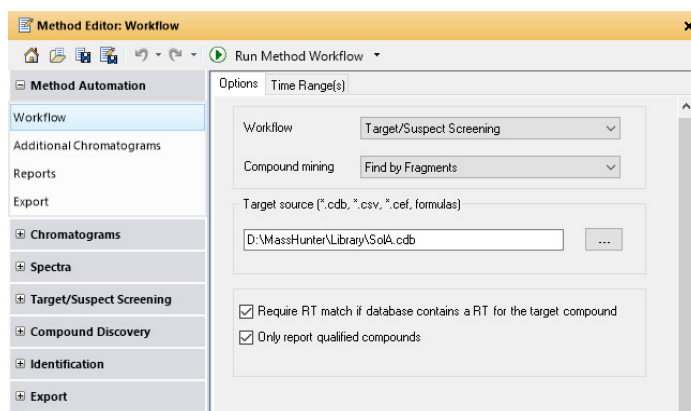
- 1 单击“方法编辑器”工具栏中的**保存方法** .

任务 6. 生成方法自动化工作流程

该任务在单个保存的方法中自动完成“按裂解查找”和“报告”工作流程的生成。在这里，我们将根据上一个任务中创建的方法执行分析。您也可使用包含多个工作流程的已保存数据分析方法，在样品数据采集运行结束时自动生成分析。

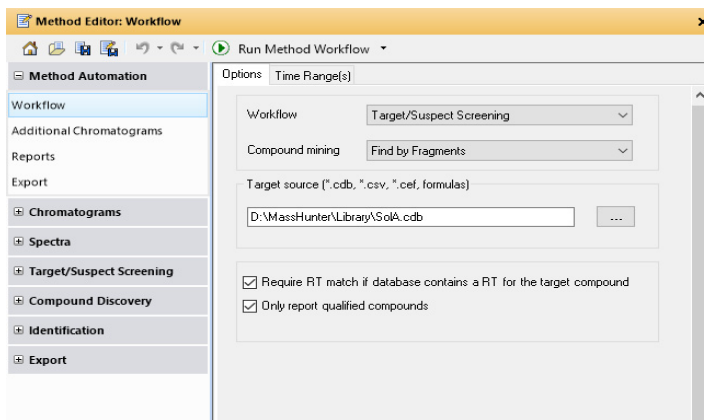
- 1 在方法编辑器中，选择**方法自动化 > 工作流程**。

该工作流程是之前配置的。请参见**任务 4. 使用定性分析工作流程识别化合物**（第 33 页）。




- 2 在“方法编辑器”中，选择**方法自动化 > 工作流程**。

该工作流程是之前配置的。请参见**任务 5. 配置方法自动化报告**（第 36 页）。



3 在工具栏的下拉菜单中，选择运行方法自动化

 Run Method Automation (Workflow + Reports) ▾ ◦

已经发现并识别的化合物，报告已经生成并已在指定位置另存为 PDF 格式。

Target Compound Screening Report

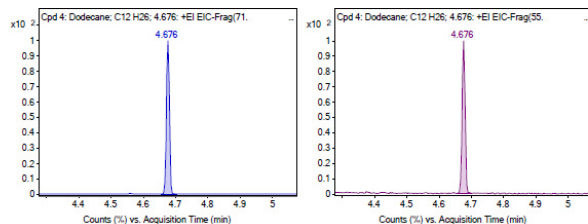
Data File	SolA_70eV_2.D	Sample Name	466a_70eV_10ng_sp50
Sample Type		Position	1
Instrument Name	7250A Marketing	User Name	
Acq Method	4_sds-70eV_SDL_033017.M	Acquired Time	3/30/2017 1:41:10 PM (UTC-07:00)
IRM Calibration Status	Success	DA Method	QTOF-GCMS.m
Comment			
Expected Barcode		Sample Amount	
Dual Inj Vol	1	TuneName	PN4-03-14-2017_allhs.tune.xml
TunePath	D:\MassHunter\GCMS\117250\	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	4.674	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 Cpd Algorithm
Dodecane	170.203	4.676	170.2035	4.676	C12 H26	170.2035	0.29	0	Find By Fragment

Compound Chromatograms



任务 7. 检查结果

该任务会简单查看“定性分析工作流程”程序的各个窗口中显示的结果。首先要注意，所有窗口现在均填充了各种结果数据。


步骤 1 确定找到的化合物数量和识别的化合物数量。

1 在样品表部分中，结果摘要列显示找到了 4 个合格的目标。

Results	Workflow	Target Source	Sample Name	Sample Position	Acquisition Method	Acquisition Time
4 qualified (4 targets)_Sol_A.D	QTOF-GCM5.m	Target/Suspect Screening_D:\MassHunter\Library\SOLA.ccb_4stds_70ev_10ng_spl90_1			4_std_70ev_S5L_033017.M	3/30/2017 4:41:10 PM (UTC-04:00)

2 向右滚动来检查其他列中的数据。

步骤 2 查看化合物列表中的已识别化合物的属性。

1 在化合物列表工具栏中，单击隐藏当前的任何空列 。

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

- 保存检查参数的时间
- 不需要调整列。

2 在化合物列表工具栏中，单击自动调整所有列大小 。

3 向右滚动并检查四个已识别化合物的结果。

步骤 3 查看化合物识别结果。

- 1 单击窗口底部的**化合物识别结果**选项卡。
- 2 在**化合物列表**中，向右滚动以查看**化合物识别**部分并选择**十二烷**。
化合物识别结果窗口中现在显示的是十二烷。

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 (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

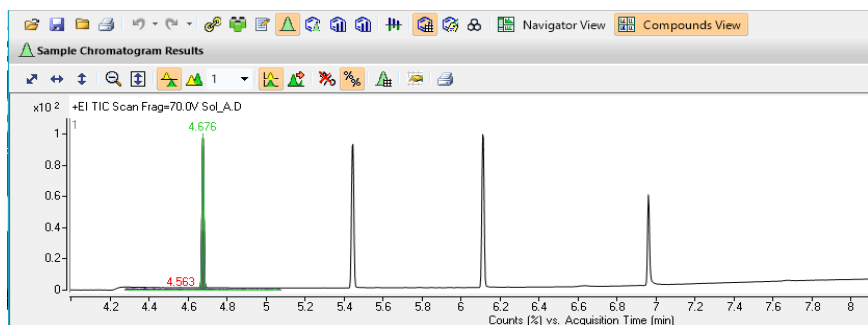
Coelution Score	CE	FragMassDiff(ppm)	Flags(Fts)	FV	Height	Abundance(Lib)	mz(Lib)	m/z	ObsPkHeight(MS)	Compound Name	RT	RT Diff	SNR
100		0.5	Reference ion		1348610.6	73.1	71.0855	71.0855	292281.5	Dodecane	4.676	0	955.3
99.95		1.1	Qualified		1844515	100	57.0699	57.0698	412740.6	Dodecane	4.676	0	483

- 3 向右滚动并检查十二烷的结果。
- 4 选择该列表中的其他三个化合物，并在结果窗格中查看其谱图。


步骤 4 检查样品色谱图结果窗口

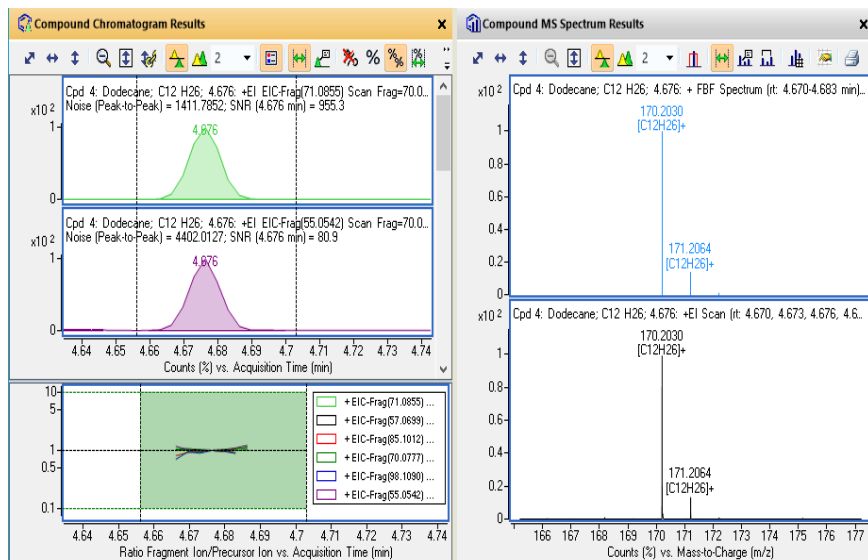
- 1 单击**化合物重叠模式**。

4.676 分钟 RT 处的 TIC 中主要显示的是“十二烷”化合物。



步骤 5 检查化合物色谱图结果窗口并显示其“重叠”模式。

- 1 在化合物色谱图结果窗口中，单击  从“列表”模式更改为“重叠”模式。“重叠”模式将 EIC 显示为峰轮廓，而将 ECC 显示为已填充的峰。在本例中，可能会对其进行调整。



步骤 6 检查化合物识别报告。

- 1 在文件管理器中，导航至包含化合物识别报告 PDF 文件的文件夹并将其打开。针对我们的演示，我们指定将其存储到 D:\MassHunter\reports 中。

Target Compound Screening Report

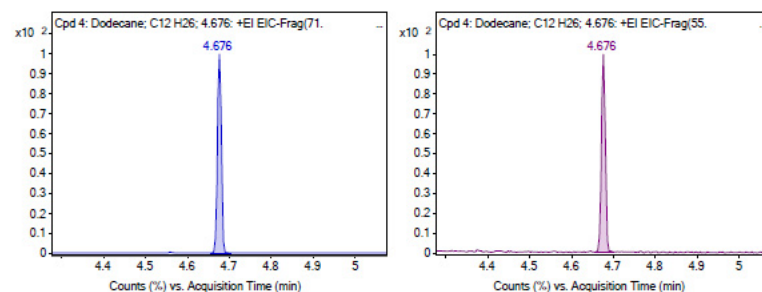
Data File	SOA_70eV_2.D	Sample Name	4stds_70eV_10ng_sp150
Sample Type		Position	1
Instrument Name	7250A Marketing	User Name	
Acq Method	4_std5-70eV_SSL_033017.M	Acquired Time	3/30/2017 1:41:10 PM (UTC-07:00)
IRM Calibration Status	Success	DA Method	QTOF-GCMS.m
Comment			
Expected Barcode		Sample Amount	
Dual Inj Vol	1	TuneName	PP4-03-14-2017_e1hs.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 Cpds Algorithm
Dodecane	170.203	4.676	170.2035	4.676	C12 H26	170.2035	0.29	0	Find By Fragment

Compound Chromatograms

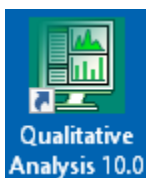


任务 8. 使用未知分析识别化合物

该任务将使用 MassHunter 定性分析随附的“未知分析”应用程序来使用 SureMass 查找未知化合物。

步骤 1 启动“未知分析”应用程序。

- 1 在桌面上双击“未知分析”应用程序快捷方式。



- 2 在主菜单中选择**文件 > 新建分析**。
- 3 输入 UnknownsDemo.uaf 作为**文件名**。应用程序标题栏将显示该分析的名称。

步骤 2 向新分析添加样品。

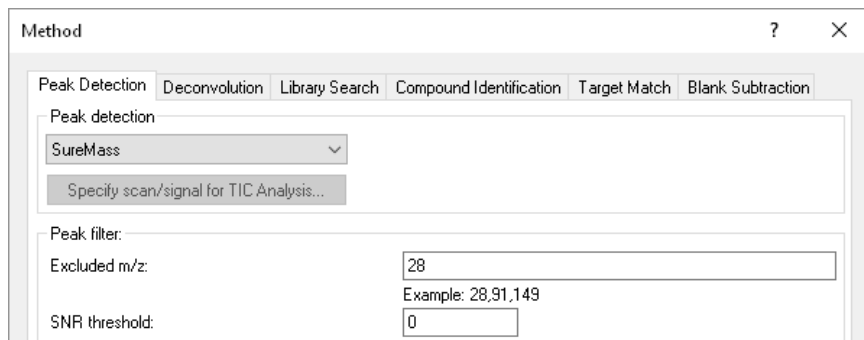
- 1 在主菜单中选择**文件 > 添加样品**。
如果数据文件不在定量批处理文件夹中，请单击**浏览以复制样品**，然后从其他位置选择样品。样品将复制到定量批处理文件夹。
- 2 从定量批处理文件夹中选择 **SoL_A.D** 文件，然后单击**确定**。

步骤 3 将样品数据转换为 SureMass 格式。

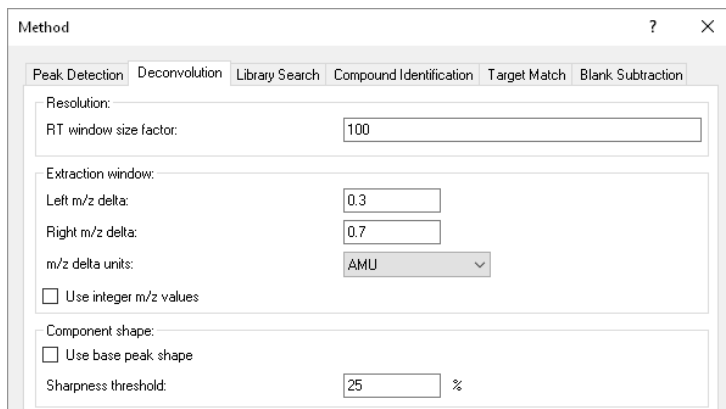
- 1 在主菜单中选择**工具 > 转换精确质量样品**。
- 2 浏览到包含已调用样品的批处理文件夹。请参见第 2 步**向新分析添加样品**。
- 3 从批处理文件夹中选择 **SoL_A.D** 文件，然后单击**确定**。
- 4 在对话框的**转换部分**中，选择**转换为 SureMass 格式**，然后单击**转换**。数据文件将转换为 SureMass 格式。转换完成后，单击**关闭**。

步骤 4 编辑分析方法。

- 1 在主菜单中选择**方法 > 编辑**。
- 2 在**峰检测**选项卡上，选择**峰检测**下的 **SureMass**。

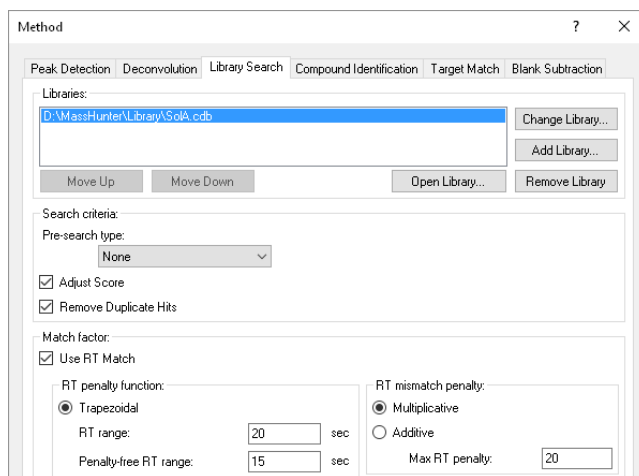


- 3 单击**解卷积**选项卡，并在**分离度**下将 **RT 窗口大小因子**更改为 100。

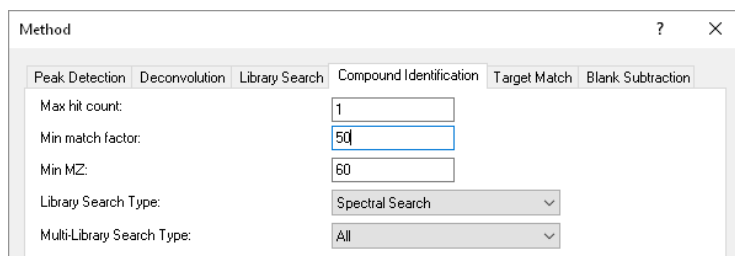


- 4 在**组分形状**下，取消选择**使用基峰形状**。

- 5 单击**谱库检索**选项卡，然后单击**更改谱库**。

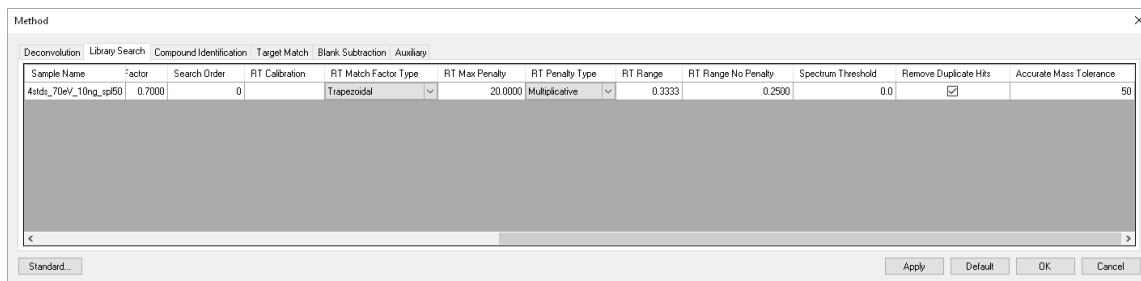


- 6 浏览到 **SolA.cdb** 文件所在位置，并选择 **SolA.cdb** 文件。
- 7 在**检索标准**下，选择**无**作为**预检索类型**，然后选择**删除重复匹配结果**。
- 8 在**匹配因子**下，选择**使用 RT 匹配**。
- 9 在**RT 罚分函数**下，选择**梯形**，将**RT 范围**设置为 20 秒，将**无罚分 RT 范围**设置为 15 秒。
- 10 单击**化合物识别**选项卡，然后将**最小 MZ** 设置为 60。



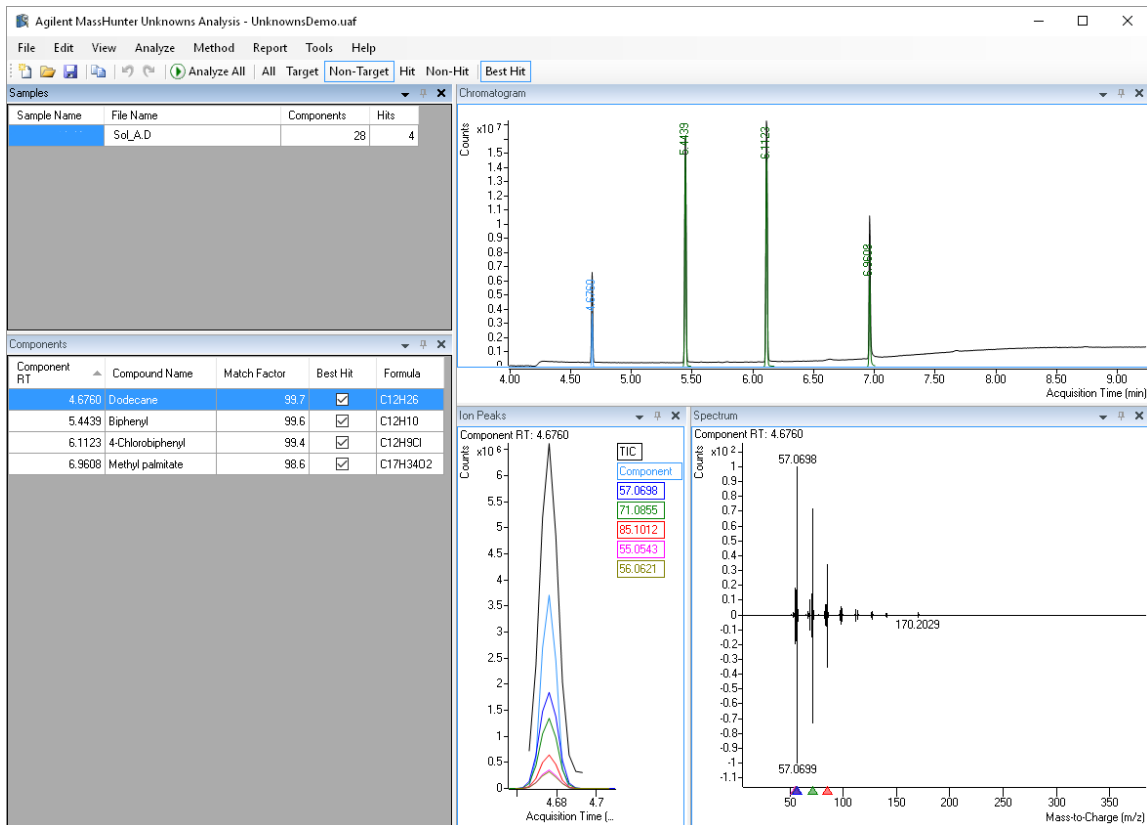
- 11 单击**应用到所有样品**。
- 12 单击**高级**，然后单击**谱库检索**选项卡。

- 13 将**精确质量容差**设置为 50，然后单击**确定**。
滚动到表格的最后一列。方法编辑器将关闭。



步骤 5 运行分析。

- 1 在“未知分析”工具栏中，单击**全部分析**图标。将根据方法中设置的参数来分析样品文件。
- 2 单击工具栏中的**非目标**来显示已识别的化合物。



- 3 如果未选择，请右键单击“质谱图”窗口，然后选择**倒转视图**。这会显示谱库质谱图与样品数据的比较结果。

入门指南

任务 8. 使用未知分析识别化合物

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

第一版，2019 年 1 月



G7250-97013

