

Agilent 6100 系列 四极杆 LC/MS 系统

进阶指南



Agilent Technologies

注意

© 安捷伦科技有限公司，2007-2008

根据美国和国际版权法，未经安捷伦公司书面许可，本书内容不得以任何形式复制（包括电子存储修改或翻译）。

手册部件号

G1960-97031

版本

2008 年 1

中国印刷

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

在有新文件替换之前，本指南适用于 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统 B.03.01 版或更新版本的安捷伦化学工作站软件。

如果您对本指南有任何建议，请发送电子邮件至 feedback_lcms@agilent.com。

声明

本书内容如有改变，恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料，及由此引出的任何商务和特种用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。如果安捷伦与用户对本书中的警告术语有不同的书面协议，这些术语与本书中的警告术语冲突，则以协议中的警告术语为准。

技术许可

本书对硬件和 / 或软件的介绍已获得特许，未经许可，不得使用或复制。

权力限制说明

如果软件用于某一美国政府基本合同或次级合同，软件的使用将作为下列情况之一被许可：按照法案 DFAR 252.227-7014（1995 年 6 月）确定的“商业计算机软件”；或者按照法案 FAR 2.101 (a) 确定的“商业条款”；或者按照法案 FAR 52.227-19（1987 年 6 月）确定的“限制计算机软件”；或者任何相当机构法规或合同条款。软件的使用，复制或解密受安捷伦科技标准商业许可条款的管理，美国政府的非 DOD 部门和机构将获得不比法案 FAR 52.227-19 (c) (1-2)（1987 年 6 月）大的权利。美国政府的用户将获得不比法案 FAR 52.227-14 (c) (1-2)（1987 年 6 月）或 DFAR 252.227-7015 (b) (2)（1995 年 11 月）确定的限制权利大的权利，这一原则适用于任何技术数据。

安全警告

小心

小心提示表示危险提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示。

警告

警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示。

内容提要 ...

本指南提供了一系列的练习可帮助您了解 Agilent 6100 系列 LC/MS 系统的基本操作。

如果您对本指南有任何建议，请发送电子邮件至 feedback_lcms@agilent.com。

1 准备分析

使用以下练习来准备 LC，稀释磺胺演示样品，以及检查 MS 上的调谐。

2 建立并运行一种扫描方法

了解如何为磺胺演示混合物建立一种扫描方法并采集数据。

3 定性数据分析

了解如何检查色谱图和光谱以识别样品组分。在以下练习中，您将处理在第 2 章中分析的磺胺样品的数据，或处理通过化学工作站软件得到的数据文件中的数据。

4 建立并运行一种 SIM 方法

了解如何为磺胺演示混合物建立一种选定的离子监控 (SIM) 方法并采集数据。

5 建立并运行一个序列

使用一下练习来建立一个自动序列，用于对各种浓度的磺胺混合物进行 SIM 分析，并使用此序列采集数据。

6 定量数据分析

了解当您需要确定样品组分的含量时如何分析数据。以下练习将使用您用化学工作站软件得到的咖啡因数据文件。

目录

1	准备分析	7
	练习 1. 准备 LC 以分析样品	8
	任务 1. 吹扫泵	8
	任务 2. 准备分析用的色谱柱	10
	练习 2. 准备分析用的样品	12
	练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整	14
2	建立并运行一种扫描方法	15
	练习 1. 建立全扫描采集方法	16
	任务 1. 输入 LC 采集参数	16
	任务 2. 输入 MS 采集参数	22
	练习 2. 以全扫描方法采集数据	26
	任务 1. 输入样品信息	26
	任务 2. 采集数据	28
3	定性数据分析	31
	练习 1. 显示并处理色谱图	32
	练习 2. 检查质谱	36
	练习 3. 对色谱图进行积分	41
	练习 4. 打印报告	45
4	建立并运行一种 SIM 方法	47
	练习 1. 建立一种 SIM 采集方法	48
	任务 1. 调用您先前创建的扫描方法	48
	任务 2. 输入 MS 采集参数	49
	练习 2. 以 SIM 方法采集数据	52
	任务 1. 输入样品信息	52
	任务 2. 采集数据	54

5	建立并运行一个序列	55
	练习 1. 建立一个序列	56
	任务 1. 准备创建新序列	56
	任务 2. 编辑序列参数	58
	任务 3. 建立序列表	60
	任务 4. 建立序列输出	63
	练习 2. 运行序列	65
6	定量数据分析	67
	练习 1. 创建用于定量分析的方法	68
	任务 1. 创建新方法	68
	任务 2. 设置定量分析的信号	70
	任务 3. 对底层标样进行积分	72
	任务 4. 设置一般校正参数	74
	任务 5. 设置校正曲线	75
	任务 6. 浏览改进校正的选项	79
	练习 2. 处理样品并打印报告	80



1 准备分析

练习 1. 准备 LC 以分析样品	8
任务 1. 吹扫泵	8
任务 2. 准备分析用的色谱柱	10
练习 2. 准备分析用的样品	12
练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整	14

本章提供了一些练习可帮助您了解如何执行以下操作：

- 准备用于分析的 LC 和色谱柱
- 准备在这些练习中分析用的样品
- 检查 MS 调谐设置并在必要时调整。

准备工作

- 订购样品：安捷伦电喷雾 LC 演示样品，部件号 59987-20033。
- 如果您有 Agilent 6110 或 6120 四极杆 LC/MS 系统，请订购色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18，2.1 mm x 30 mm，3.5 μ m，部件号 873700-902。
 - 此色谱柱附带 Agilent 6130 和 6140 四极杆 LC/MS 系统。
 - 您可以使用其他类似色谱柱，但是您可能需要调整 HPLC 条件以得到良好的分离。
- 确保电喷雾源已安装。
- 确保您已阅读了《快速入门指南》和《概念指南》的第 2 章。

对于以下几页中的任务，请尝试执行左边未详细说明的步骤。如果需要更多的帮助，请遵循右边的详细说明。



1 准备分析

练习 1. 准备 LC 以分析样品

练习 1. 准备 LC 以分析样品

任务 1. 吹扫泵

对二元泵和四元泵使用这些说明。请参见化学工作站帮助，以获取有关毛细管泵和纳流泵的说明。有关吹扫泵的更多信息，请参见随泵附带的参考手册。

步骤	详细说明	注释
1 打开“化学工作站”窗口。	<ul style="list-style-type: none">执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">单击“化学工作站”图标。从“开始”菜单中，选择“所有程序”>“安捷伦化学工作站”>“仪器 1 在线”。	
2 转至“方法和运行控制”视图。	<ul style="list-style-type: none">在左下方的视图选择区域，单击“方法和运行控制”。	
3 将泵设置为待机模式然后打开吹扫阀。	<ul style="list-style-type: none">a 单击泵图标。b 选择“待机”。c 将泵前端的黑色吹扫阀逆时针旋转两圈。d 将泵的出口管线放入 250 mL 或更大的大口杯中。	
4 对流量和 B 分别输入 5 mL/min 和 50%，在通道 A 中使用水，在通道 B 中使用甲醇。	<ul style="list-style-type: none">a 单击泵图标。b 选择“设置泵”。c 输入步骤 4 中的参数并单击“确定”。	<ul style="list-style-type: none">务必使用 HPLC 级溶剂。
5 开启泵并监视汽泡的管线。	<ul style="list-style-type: none">a 要开启泵，请单击“溶剂输送（泵）”图标右下角的小按钮。b 监视汽泡。	<ul style="list-style-type: none">吹扫大约 9 分钟以通过二元泵 3 倍体积的溶剂。您也可以先单独吹扫每个通道，以确保它们都不堵塞。

步骤	详细说明	注释
<p>6 当气泡消失、吹扫完成后，对流量和 B 分别输入 1 mL/min 和 100%。</p>	<p>a 单击泵图标。 b 选择“设置泵”。 c 输入步骤 6 中的新参数，然后单击“确定”。</p>	
<p>7 吹扫一会儿，然后关闭吹扫阀。</p>	<p>a 继续吹扫一会儿。 b 关闭黑色阀。</p>	

1 准备分析

任务 2. 准备分析用的色谱柱

任务 2. 准备分析用的色谱柱

在后几章的练习中，您将分析四种磺胺类化合物的混合物。要执行以下章节中的分析，您必须先调节色谱柱并且使其达到平衡。

步骤	详细说明	注释
1 断开色谱柱与检测器和 MS 的连接。	<p>a 通过单击“溶剂输送（泵）”图标右下角的小按钮关闭泵。</p> <p>b 断开色谱柱与检测器和 MS 的连接。</p> <p>c 将色谱柱出口管线的开放端放入大口杯中。</p>	<p>• 要避免检测器污染，可使色谱柱的排出物直接进入废液大口杯中。</p>
2 用 100% 的甲醇以 1 mL/min 的流量冲洗色谱柱 5 到 10 分钟。 • ZORBAX SB-C18, 2.1 mm×30 mm, 3.5 μm, 部件号 873700-902	<p>a 开启泵。</p> <p>b 以任务 1（步骤 6）中的条件将甲醇注入色谱柱。</p>	<p>• 柱箱附带的数据文件建议您用 20 到 30 倍柱体积的 100% 甲醇（大约为 5 到 7.5 mL）冲洗。</p>
3 准备分析用的溶剂。 • A – 5 mM 甲酸铵水溶液 • B – 5 mM 甲酸铵甲醇溶液	<p>a 在装有 1 升 HPLC 级水的槽中，加入 1 mL 的 5 M 甲酸铵。</p> <p>b 在装有 1 升 HPLC 级甲醇的槽中，加入 1 mL 的 5 M 甲酸铵。</p>	<p>• 甲酸铵的部件号为 G1946-85021。</p> <p>• 每安瓿含有 2.2 mL 的甲酸铵溶剂。</p>
4 用您刚刚准备好的溶剂瓶替换原有溶剂瓶。	<p>a 关闭泵。</p> <p>b 替换通道 A 与通道 B 的溶剂瓶。</p> <p>c 开启泵。</p>	
5 调节色谱柱，如下所示： • 流速 – 0.4 mL/min • 100% B 持续 1/2 小时 • 50% B 持续 1/2 小时	<p>a 单击泵图标。</p> <p>b 选择“设置泵”。</p> <p>c 输入步骤 5 中的流速。</p> <p>d 在“溶剂 B”中，输入 100 并单击“确定”。</p> <p>e 等 30 分钟。</p> <p>f 单击泵图标。</p> <p>g 选择“设置泵”。</p> <p>h 在“溶剂 B”中，输入 50 并单击“确定”。</p> <p>i 等 30 分钟。</p>	<p>• 以 0.4 mL/min 的流速，校验色谱柱应该产生大约 70 到 80 bar 的压力（色谱柱出口不连接任何接头的情况下测量）。</p> <p>• 在您执行了这些步骤之后，如果通过色谱柱的泵压太高，请订购色谱柱 SB-C18（部件号 873700-902）替换。</p> <p>• 如果您的色谱柱不是新的，则可以缩短调节色谱柱的时间长度。</p>

步骤	详细说明	注释
<p>6 以以下分析条件使色谱柱达到平衡：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 12% B 持续 1/2 小时，温度为 40°C 	<p>a 单击泵图标。</p> <p>b 选择“设置泵”。</p> <p>c 在“溶剂 B”中，输入 12 并单击“确定”。</p> <p>d 单击色谱柱图标。</p> <p>e 选择“设置柱温箱”。</p> <p>f 在“温度”中，请输入 40 并单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 在您调节色谱柱并使其平衡的同时，您可以完成本练习中的步骤 7，然后进行本章中的其余练习。务必先完成步骤 8，再进入下一章。
<p>7 当色谱柱平衡时，设置 MS 雾化室的参数，这样它可以同时加热并平衡。</p> <ul style="list-style-type: none"> • 干燥气体流速：8 L/min • 雾化器压力：35 psig • 干燥气体温度：300 °C • 毛细管电压：3000 V 	<p>a 单击 MSD 图标。</p> <p>b 选择“雾化室”。</p> <p>c 输入步骤 7 中介绍的参数。</p> <p>d 单击“确定”。</p> <p>e 在调谐 MS 之前请等待 10 分钟。</p>	
<p>8 重新将色谱柱连接到 DAD 和 MS。</p>		<ul style="list-style-type: none"> • 完成练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整时，可以将色谱柱连接到 DAD 和 MS，也可以不连接；但是在开始第 2 章“建立并运行一种扫描方法”。中的练习之前您需要重新连接。



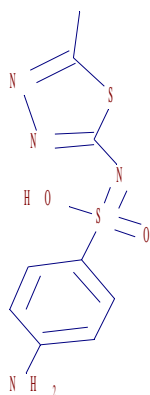
1 准备分析

练习 2. 准备分析用的样品

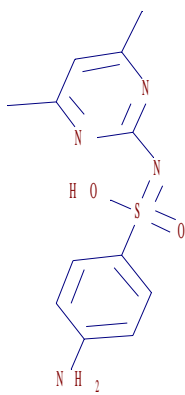
练习 2. 准备分析用的样品

在下几章的练习中，您将分析四种磺胺类化合物的混合物。电喷雾 LC 演示样品（部件号 59987-20033），包含 5 只安瓿，其中以下化合物各 100 ng/μL:

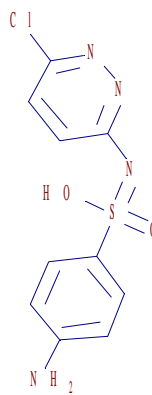
- 新诺明 (M+H)⁺ = 271
- 磺胺甲噁啉 (M+H)⁺ = 279
- 磺胺氯吡啶 (M+H)⁺ = 285
- 磺胺二甲氧嘧啶 (M+H)⁺ = 311



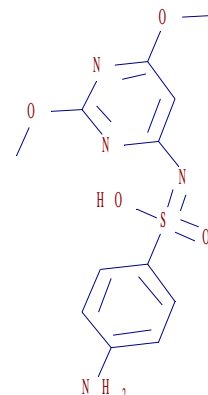
新诺明



磺胺甲噁啉



磺胺氯吡啶



磺胺二甲氧嘧啶

要执行以下章节中的分析，必须先以多种稀释比例准备样品。最后的浓度将为 1、5 和 10 ng/μL。您还要准备一份空调谐液。

步骤	详细说明	注释
<p>1 在 1-mL 自动进样器瓶中按 1:10 稀释原始样品。</p> <ul style="list-style-type: none"> 最后的浓度为 10 ng/μL 此样品将用于第 2 章中的扫描分析, 以及第 4 章和第 5 章中的 SIM 分析。 	<p>a 将 100 L 的磺胺混合物注入自动进样器瓶中。</p> <p>b 加入 900 L 的 90:10 水: 甲醇 (含有 5 mM 甲酸铵) (NH_4HCO_2)。</p> <p>c 盖好瓶盖。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 原始磺胺混合物溶解在由 70% 的水与 30% 的乙腈组成的混合溶剂中。
<p>2 在 1-mL 自动进样器瓶中按 1:20 稀释原始样品。</p> <ul style="list-style-type: none"> 最后的浓度为 5 ng/μL 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。 	<p>a 将 50 L 的磺胺混合物注入自动进样器瓶中。</p> <p>b 加入 950 L 的 90:10 水: 甲醇 (含有 5 mM 的甲酸铵)。</p> <p>c 盖好瓶盖。</p>	
<p>3 在 1-mL 自动进样器瓶中按 1:100 稀释原始样品。</p> <ul style="list-style-type: none"> 最后的浓度为 1 ng/μL 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。 	<p>a 将 10 L 的磺胺混合物注入自动进样器瓶中。</p> <p>b 加入 990 L 的 90:10 水: 甲醇 (含有 5 mM 的甲酸铵)。</p> <p>c 盖好瓶盖。</p>	
<p>4 在 1-mL 自动进样器瓶中准备一份空白谱液。</p> <ul style="list-style-type: none"> 此样品将用于第 5 章中的 SIM 分析。 	<p>a 将 990 L 的 90:10 水: 甲醇 (含有 5 mM 的甲酸铵) 加入自动进样器瓶中。</p> <p>b 盖好瓶盖。</p>	

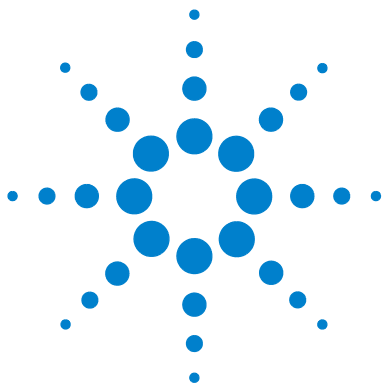
1 准备分析

练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整

练习 3. 检查当前 MS 调谐值并在必要时调整

MS 非常稳定，不需要经常调谐。通常，您可以一个月调谐一次，或最多一周一次。您可以使用此练习中介绍的“检查调谐”程序来确认 MS 是否已经过调整。

步骤	详细说明	注释
1 切换到“MSD 调谐”视图。	<ul style="list-style-type: none">在左下方的视图选择区域，单击“MSD 调谐”。 	
2 选择调谐文件。	<ul style="list-style-type: none">a 在“选择调谐文件”对话框中，选择 ATUNES.TUN。b 保持缺省值正极性（标准）。c 单击“确定”。d 在“MSD 调谐”视图的顶部附近的状态栏中，验证您是否可看到以下内容之一：<ul style="list-style-type: none">“模式”为“API-ES”且“源”为“ESI”（电喷雾）。“模式”为“MM-ES”且“源”为“MM”（多模式）。	<ul style="list-style-type: none">确保您对相应的源使用了相应的调谐液。
3 运行检查调谐。	<ul style="list-style-type: none">在“调谐”菜单中，选择“检查调谐”。	<ul style="list-style-type: none">“检查调谐”通常包括了您确认 MS 设置是否正确所需要执行的所有操作。如果检查调谐指示您的 MS 设置有问题，请继续执行步骤 4和/或步骤 5。
4 如果检查调谐报告建议您调整峰宽或质心轴，请进行相应调整。	<ul style="list-style-type: none">a 在“调谐”菜单中，选择“调整质量峰宽”。b 在“调谐”菜单中，选择“校正质心轴”。	
5 如果检查调谐报告显示灵敏度较差（表示您的 MS 设置严重失调），请运行全部“自动调谐”。	<ul style="list-style-type: none">“调谐”菜单中，选择“自动调谐”>“正极性”。	<ul style="list-style-type: none">此手册中的练习仅使用正离子模式和标准扫描速度，因此不必对负极性 or 快速扫描进行调谐。



2

建立并运行一种扫描方法

练习 1. 建立全扫描采集方法	16
任务 1. 输入 LC 采集参数	16
任务 2. 输入 MS 采集参数	22
练习 2. 以全扫描方法采集数据	26
任务 1. 输入样品信息	26
任务 2. 采集数据	28

以下练习说明了如何为演示样品（磺胺混合物）建立一种扫描数据采集方法，以及如何使用此方法采集数据。

您在以下练习中输入的 LC 参数适用于标准的 Agilent 1100 系列或 1200 系列液相色谱 (LC) 系统。必须输入适用于您的 LC 型号的 LC 参数。

要查看以下练习的结果，请参见第 3 章“定性数据分析”。

准备工作

- 确保您已阅读了《快速入门指南》和《概念指南》的第 3 章。
- 确保您已经如第 1 章“准备分析”。中所述，准备好了 LC、色谱柱和样品

对于以下几页中的任务，请尝试执行左边未详细说出的步骤。如果需要更多的帮助，请遵循右边的详细说明。



2 建立并运行一种扫描方法

练习 1. 建立全扫描采集方法

练习 1. 建立全扫描采集方法

建议您通过现有 LC/MS 方法编辑 MS 或 LC 参数。

任务 1. 输入 LC 采集参数

步骤	详细说明	注释
1 打开“化学工作站”窗口。	<ul style="list-style-type: none">执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">单击“化学工作站”图标。从“开始”菜单中，选择“所有程序”>“安捷伦化学工作站”>“在线仪器 1”。	
2 转至“方法和运行控制”视图。	<ul style="list-style-type: none">在“化学工作站”窗口左下方的视图选择区域中，单击“方法和运行控制”。	
3 打开方法 DEF_LC.M。	<ol style="list-style-type: none">选择“文件”>“调用”>“方法”。如果需要，请浏览至 C:\CHEM32\1\METHODS。选择“DEF_LC.M”并单击“确定”。	
4 以新名称 SULFA MS SCAN 1.M 保存方法。	<ol style="list-style-type: none">请选择“文件”>“另存为”>“方法”。在对话框的“名称”中，输入“SULFA MS SCAN 1.M”。单击“确定”。在“方法历史注释”框中，输入注释。单击“确定”。	<ul style="list-style-type: none">现在保存方法以避免无意中覆盖了缺省方法。

步骤	详细说明	注释
5 输入进样量 1 μL 。	<p>a 单击“进样”图标并选择“设置进样器”。</p> <p>b 在对话框中，单击“标准进样”。</p> <p>c 在“进样量”框中，输入“1”代表 1-μL 的进样。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 如果您未看到“进样”图标，请选择“视图” > “系统视图”。
6 输入泵参数，如步骤 7 中的图所示。	<ul style="list-style-type: none"> 单击“泵”图标并选择“设置泵”。 	

2 建立并运行一种扫描方法

任务 1. 输入 LC 采集参数

步骤	详细说明	注释
----	------	----

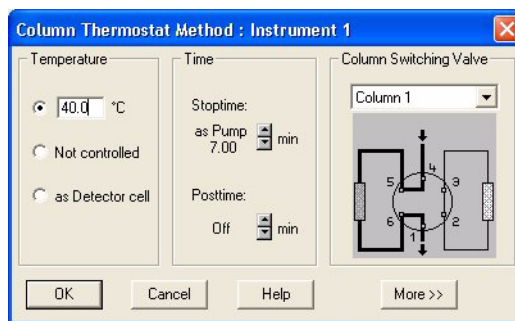
- 7 建立梯度时间表，如下图所示。
- 设置“流量”、“停止时间”和“后运行时间”。
 - 输入溶剂组成。
 - 在“时间表”区域中，单击“插入”并输入第一行。
 - 单击“追加”并输入第二行。
 - 重复步骤 d 以输入第 3 行和第 4 行。
 - 单击“确定”。



步骤	详细说明	注释
----	------	----

8 输入柱温箱温度 40 °C。

- a 单击“色谱柱”图标并选择“设置柱温箱”。
- b 单击 °C 的选项按钮。
- c 在“°C”中输入“40.0”。
- d 单击“确定”。



2 建立并运行一种扫描方法

任务 1. 输入 LC 采集参数

步骤	详细说明	注释
----	------	----

- 9 输入二极管阵列检测器 (DAD) 的参数:
- 存储信号 A: 272 nm, 16 nm Bw (带宽)
 - 参比: 360 nm, 100 nm Bw
 - 光谱存储: 峰中的全部
 - 峰宽: > 0.1 min

- a 单击“DAD”图标并选择“设置 DAD 信号”。
- b 输入在步骤 9 中介绍的参数, 如下图所示。
- c 单击“确定”。



- 在本例中使用了 DAD, 但是也可以类似地使用可变波长检测器 (VWD)。



步骤	详细说明	注释
10 仅选择“运行时选项表”中的一个选项：数据采集。	<p>a 单击“GLP”图标并选择“运行时选项表”。</p> <p>b 选中“数据采集”复选框。</p> <p>c 单击“确定”。</p>	<p>• 虽然通常将“数据分析”包含在“运行时选项表”中，但在以下练习中您将在第 3 章“定性数据分析”中查看这些结果。</p>



11 将新参数保存到方法文件，SULFA MS SCAN 1.M。	<p>a 选择“文件” > “保存” > “方法”。</p> <p>b 在“方法历史注释”框中，输入注释。</p> <p>c 单击“确定”。</p>
-----------------------------------	--

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
----	------	----

1 输入四极杆质谱仪 (MS) 的参数:

- 信号 1、扫描模式和正极性
- 扫描范围: 100 到 500
- 碰撞诱导解离: Agilent 6110 或 6120 为 150 V ; 6130 或 6140 为 200 V
- 增益: 1.00
- 阈值: 150
- 步长: 0.10
- 峰宽: 0.05 分钟
- 扫描数据存储: 压缩
- 活动信号: 仅 1

- a** 单击“MSD”图标并选择“设置 MSD 信号”。
- b** 输入在步骤 1 中介绍的参数, 如下图所示。小心输入与您的 MS 型号相应的碰撞诱导解离电压。
- c** 单击“确定”。

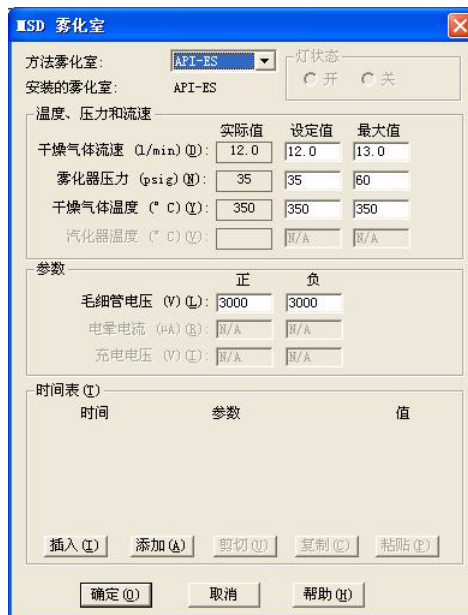


- 为节省磁盘空间, 通常可采集线光谱 (扫描数据存储 = 压缩)。但是, 当您从完整蛋白质或蛋白质酶解 / 肽中采集光谱时, 您必须采集并解卷积轮廓图光谱。(扫描数据存储 = 全部。)

**对于 6110 或 6120, 设置为 150
对于 6130 或 6140, 设置为 200**

信号	时间	开/关	低	高	碰撞诱导解离	增益	阈值	步长
1	0.00	<input checked="" type="checkbox"/>	100.00	1000.00	70	1.00	150	0.1

步骤	详细说明	注释
2	<p>输入离子源雾化室的参数：</p> <ul style="list-style-type: none"> 干燥气体流速：9 L/min 雾化器压力：40 psig 干燥气体温度：300 °C 毛细管电压：3000 V 	<p>a 单击“MSD”图标并选择“雾化室”。</p> <p>b 输入在步骤 2 中介绍的参数，如下图所示。</p> <p>c 单击“确定”。</p>

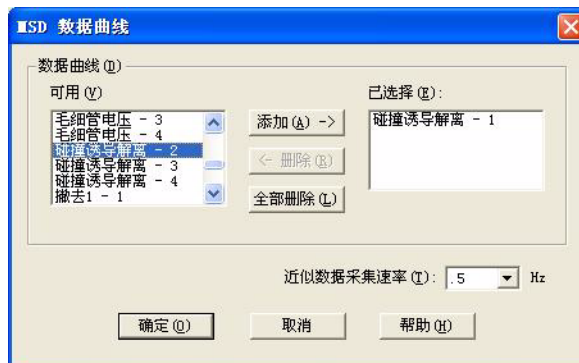


2 建立并运行一种扫描方法

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
----	------	----

- 3 建立以在整个运行过程中存储碰撞诱导解离电压。
- 单击“MSD”图标并选择“数据曲线”。
 - 选择“碰撞诱导解离 - 1”。
 - 单击“添加”按钮。
 - 单击“确定”。



- 4 保存方法。
- 选择“方法” > “保存方法”以覆盖方法 **SULFA MS SCAN 1.M**。
 - 在“方法历史注释”框中，输入注释。
 - 单击“确定”。

步骤	详细说明	注释
5 打印方法。	<p>a 选择“方法” > “打印方法”。</p> <p>b 选中如下图所示的复选框。</p> <p>c 单击“打印”按钮。</p>	



2 建立并运行一种扫描方法

练习 2. 以全扫描方法采集数据

练习 2. 以全扫描方法采集数据

现在您已准备好用您刚刚创建的方法来采集磺胺混合物的数据。

任务 1. 输入样品信息

步骤	详细说明	注释
1 显示“样品信息”对话框。	<p>a 单击样品瓶图标。</p> <p>b 选择“样品信息”。</p>	<p>• 如果您未看到样品瓶图标：</p> <ul style="list-style-type: none">在“视图”菜单中，确保“样品视图”已选中（带有选取标记）。在顶部工具栏中，单击图标以显示“单个样品”工具组。



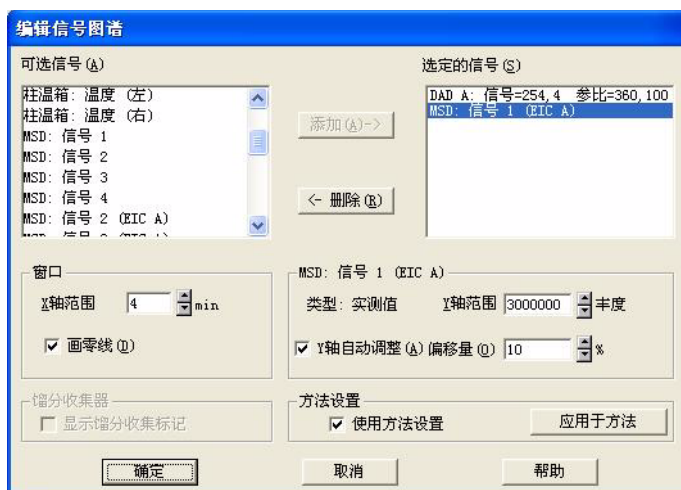
步骤	详细说明	注释
<p>2 输入样品信息:</p> <ul style="list-style-type: none"> 操作者姓名 子目录: Sulfas 前缀: Sulfa_scan 位置: 瓶 1 样品名称: 磺胺 10 ng/μL 注释: 扫描进阶练习 	<p>a 输入在步骤 2 中介绍的参数, 如下图所示。</p> <p>b 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 如果选择“前缀 / 计数器”, 则文件名自动随运行次数递增。



2 建立并运行一种扫描方法
任务 2. 采集数据

任务 2. 采集数据

步骤	详细说明	注释
1	将您准备好的 10 ng/μL 磺胺样品瓶放置到自动进样器的位置 1 中。	• 您在第 12 页的“ 练习 2. 准备分析用的样品 ”中准备了此样品。
2	注入磺胺混合物样品。 • 单击“开始”按钮。	
3	在数据采集过程中监视总离子色谱图和 UV 色谱图。 a 在“在线图谱”窗口中，单击“更改”按钮。 b 在“可用信号”列表中，选择“ DAD A: Signal=272,16 Reference=360,100 ”并单击“添加”。 c 在“可用信号”列表中，选择“ MSD: 信号 1 ”并单击“添加”。 d 监视 MS 信号以确保基线稳定。	• 如果 MS 信号的基线波动大于 10%，则可能需要维护雾化器和源室。请参见《 Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统维护指南 》。



步骤	详细说明	注释
4 保存“在线图谱”窗口中的信号。	<ul style="list-style-type: none"> a 在“编辑信号图”对话框中，单击“应用于方法”按钮。 b 保存方法。 	
5 当分析完成时，查看结果。	<ul style="list-style-type: none"> • 要查看结果，请转到下一个练习。 	<ul style="list-style-type: none"> • C18 色谱柱可能需要一次或两次进样，才能完全调节好。在这些初始注入过程中，死体积中的所有物质都可能被从色谱柱中洗脱。重复这一过程，将会发生分离。

2 建立并运行一种扫描方法

任务 2. 采集数据



3 定性数据分析

练习 1. 显示并处理色谱图	32
练习 2. 检查质谱	36
练习 3. 对色谱图进行积分	41
练习 4. 打印报告	45

以下练习将使用您在第 2 章中生成的数据文件。您也可以选择使用通过化学工作站软件得到的磺胺演示数据文件。

本章说明了当您需要识别或确认样品组分时如何分析数据。

准备工作

- 阅读《快速入门指南》。
- 阅读《概念指南》中“数据分析”一章。
- 确保您已经设置并运行了第 2 章的“建立并运行一种扫描方法”中的采集方法，或者您系统中的 **MSDEMO** 数据文件夹中已有 **mssulfas.d** 数据文件。

对于以下几页中的任务，请按任务显示的顺序依次执行。请尝试执行左边未详细说明的步骤。如果需要更多的帮助，请遵循右边的详细说明。



3 定性数据分析

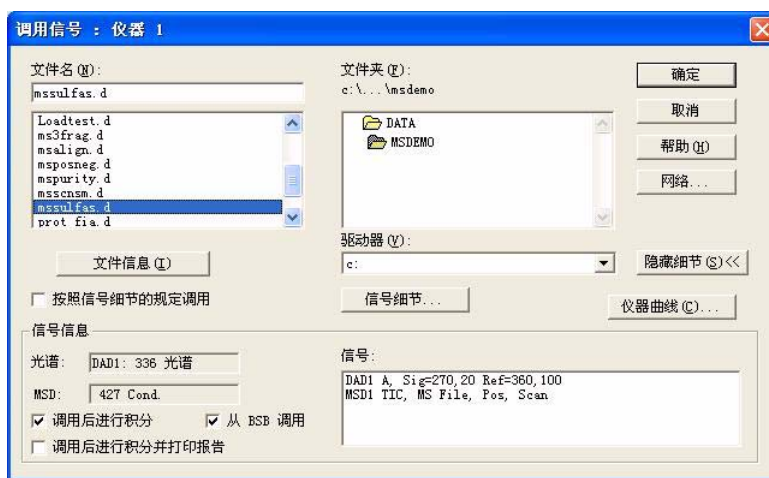
练习 1. 显示并处理色谱图

练习 1. 显示并处理色谱图

在此练习中，您将调用色谱图并更改色谱的显示。

步骤	详细说明	注释
1 如果“化学工作站”窗口尚未打开请将其打开。	<ul style="list-style-type: none">• 执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">• 单击“化学工作站”图标。• 从“开始”菜单中，请选择“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “在线仪器 1”，或“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “离线仪器 1”。	
2 转到“数据分析”视图。	<ul style="list-style-type: none">• 在“化学工作站”窗口左下方的视图选择区域中，单击“数据分析”。 	
3 调用方法 SULFA MS SCAN 1.M 。	<ul style="list-style-type: none">a 选择“文件” > “调用” > “方法”。b 浏览到文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。c 选择方法文件并单击“确定”。	<ul style="list-style-type: none">• 如果您刚刚完成前一练习，则此方法已被调用。
4 显示“信号”工具组。	<ul style="list-style-type: none">• 单击“信号”图标，它靠近窗口的中间。 	

步骤	详细说明	注释
5 执行以下操作之一： <ul style="list-style-type: none"> 打开您在第 2 章中获取的数据文件 SULFA_SCAN00001.D。 打开位于 MSDEMO 文件夹中的数据文件 mssulfas.d。 	<p>a 选择“文件” > “调用信号”。</p> <p>b 浏览到相应的文件夹：</p> <ul style="list-style-type: none"> C:\CHEM32\1\DATA\SULFAS，或者 C:\CHEM32\1\DATA\MSDEMO <p>c 选择数据文件。</p> <p>d 如下所示设置其他参数并单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 有关调用信号的其他方法，请参见《概念指南》中的“数据分析”一章。 如果您想完成第 4 章的“建立并运行一种 SIM 方法”，则需要处理在第 2 章中生成的数据文件。您还需要来自此数据文件的报告以设置 SIM 组。

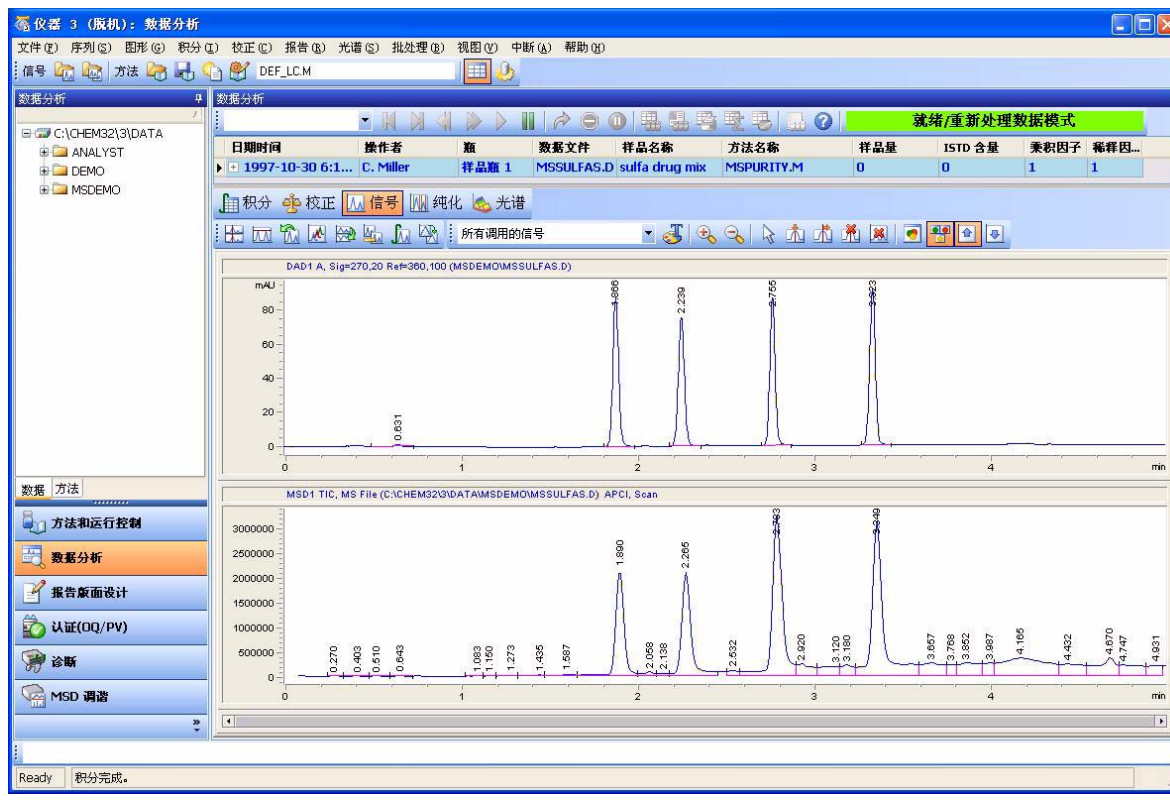




3 定性数据分析

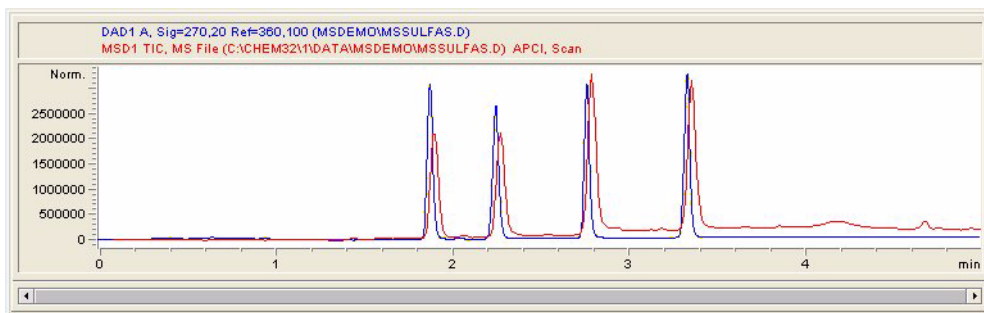
练习 1. 显示并处理色谱图


步骤	详细说明	注释
----	------	----

- | | | |
|-------------------------|--|--|
| 6 验证您是否看到 DAD 和 MS 色谱图。 | <p>a 检查您所看到的显示是否类似于下图。</p> <p>b 验证在顶部色谱图中是否看到 DAD 信号。</p> <p>c 确认在底部色谱图中是否看到 MSD 信号。</p> | |
|-------------------------|--|--|



步骤	详细说明	注释
7	更改“色谱图”视图，以便 MS 与 UV 色谱图重叠显示。 a 在窗口中间附近的“信号”工具组中，单击该图标以显示重叠信号。 b 检查是否看到重叠色谱图，如下所示。 c 单击该图标以显示独立的信号。	 <ul style="list-style-type: none"> 步骤 a 中的图标在“图形”工具组中也可用，但是在“图形”工具组中它可切换重叠/独立。单击如上所示图标可开启显示“图形”工具组。 



8	从显示中删除 DAD 信号。 a 在导航表中，单击 + 可显示详细信息。 b 在“信号”选项卡下，请双击标识为 MSD1 TIC 的信号。 c 当您看到有关方法的消息时，请单击“确定”。 d 验证 DAD 窗口是否已关闭并仅显示 TIC 窗口。	<ul style="list-style-type: none"> 如果您在顶部工具栏中未看到如下所示的导航表，请单击如上所示的图标。 有关删除信号的其他方法，请参见《概念指南》中的“数据分析”一章。 
---	---	---

数据分析

日期时间	操作者	瓶	数据文件	样品名称	方法名称
1997-10-30 6:1...	C. Miller	样品瓶 1	MSSULFAS.D	sulfa drug mix	MSPURITY.M

a

数据分析

信号	基本信息	仪器曲线
说明	调用?	
DAD1 A, Sig=270,20 Ref=360,100	<input checked="" type="checkbox"/>	
MSD1 TIC, MS File, Pos, Scan	<input checked="" type="checkbox"/>	

b

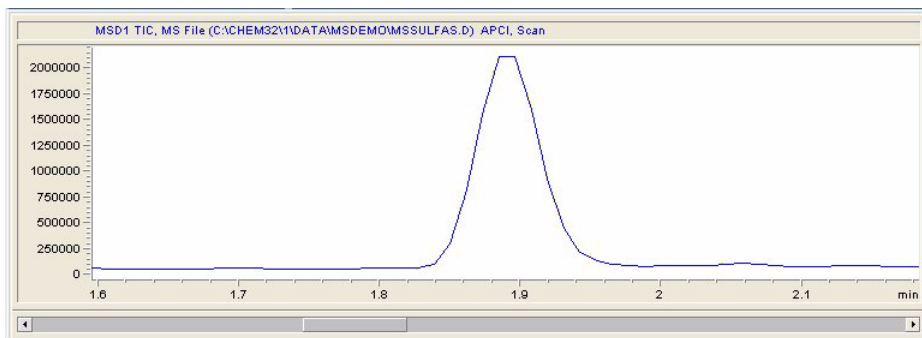
3 定性数据分析

练习 2. 检查质谱

练习 2. 检查质谱

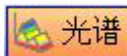
在此练习中，您将了解如何显示质谱。选择背景（参比）光谱，以后可将该光谱从目标峰的光谱中扣除。您将了解如何显示一个峰的单个光谱和平均光谱。

步骤	详细说明	注释
1 放大色谱图中的第一个峰。	<p>a 单击该图标以放大。</p> <p>b 用鼠标指针围绕此峰划一个矩形。请小心，要包括色谱基线。</p> <p>c 检查峰的外观是否与下图类似。</p> <p>d 注意，峰宽是指峰在半高处的宽度。您将需要此信息建立第 4 章中的 SIM 分析。</p>	<p>• 如果要再次尝试，可以再将其缩小。执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none">• 双击色谱图窗口。• 单击该图标可缩小。



2 显示“光谱”工具组。

- a** 单击“光谱”图标，它靠近窗口的中间。
- b** 如果在色谱图窗口下没有足够的空间可显示光谱，请使用鼠标指针降低色谱图窗口的高度。

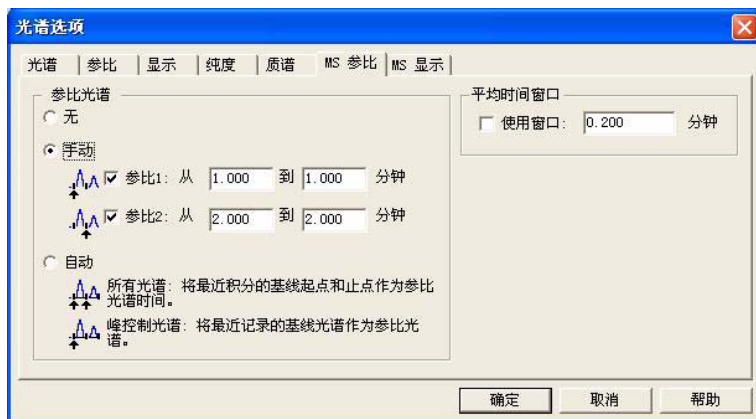
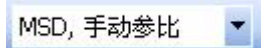


步骤	详细说明	注释
3 在峰的左边，获取第一个参比光谱。	<p>a 要选择第一个参比光谱，单击此处高亮显示的图标。</p> <p>b 在色谱图窗口中，在峰前的色谱基线处执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 单击可选择单个光谱。 • 单击并拖动可选择平均光谱。 	
4 在峰的右边，获取第二个参比光谱。	<p>a 要选择第二个参比光谱，请单击此处高亮显示的图标。</p> <p>b 在色谱图窗口中，请在峰后的色谱基线处执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 单击可选择单个光谱。 • 单击并拖动可选择平均光谱。 	
5 查看您的参比光谱。	<p>a 如果您无法看到此光谱，请调整标识为“参比质谱 (a)”窗口的大小和位置。</p> <p>b 请注意两个背景光谱 — 一个在峰前，另一个在峰后。</p>	

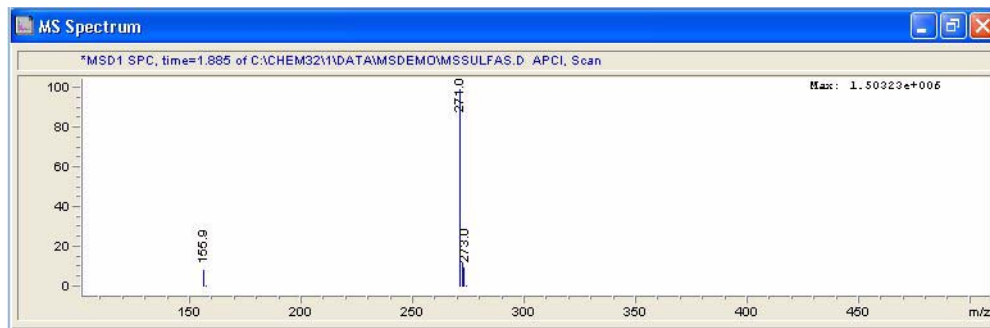
3 定性数据分析

练习 2. 检查质谱

步骤	详细说明	注释
6 确保光谱选项设置为执行手动背景扣除。	<p>a 单击该图标以显示“光谱选项”对话框。</p> <p>b 单击“MS 参比”选项卡。</p> <p>c 在“参比光谱”下，单击“手册”。</p> <p>d 选中 Ref1 和 Ref2 的复选框。注意您刚才所选的参比光谱的时间范围在此处指定。</p> <p>e 单击“确定”。</p>	<p>• 在您更改选项之前，光谱选项应用于所有后续光谱。</p> <p>• 如果色谱基线在运行过程中有更改，请选择在时间上与每个目标峰接近的新参比光谱。</p> <p>• 在“数据分析”窗口的中间附近，您可以查看并更改背景扣除的设置。</p>



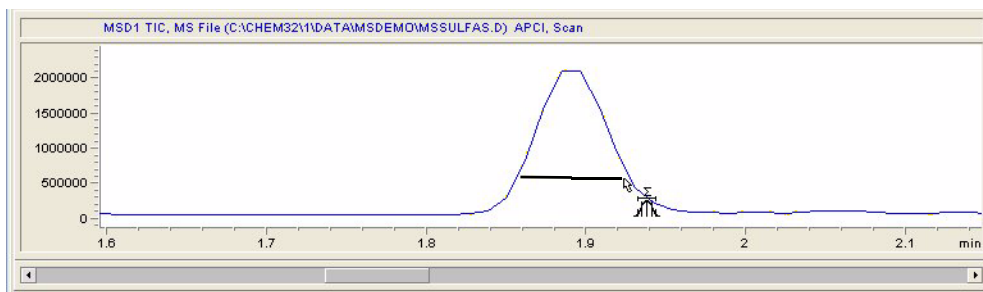
步骤	详细说明	注释
7 获取第一 LC 峰的单个扣除了背景的光谱。	<p>a 单击该图标以获取任意时间点的质谱。</p> <p>b 在色谱图窗口中，单击峰上的某处以获取光谱。</p> <p>c 为方便查看，请调整标识为“MS 光谱”的窗口的大小和位置（如果需要）。</p> <p>d 验证光谱是否与下图类似。</p>	<p>• 在用于采集演示数据文件 (mssulfas.d) 的条件下，化合物的洗脱顺序如下： 新诺明， $m/z = 271$ 磺胺氯吡酮， $m/z = 285$ 磺胺甲噁啉， $m/z = 279$ 磺胺二甲氧嘧， $m/z = 311$</p> <p>• 根据有机流动相与改良剂的不同，279 与 285 的洗脱顺序可能会更改。</p>



3 定性数据分析

练习 2. 检查质谱

步骤	详细说明	注释
8 获取第一 LC 峰扣除背景后的平均光谱。	<p>a 单击该图标以获取一个平均质谱。</p> <p>b 在色谱图窗口中，单击鼠标并从此峰上拖过，如下所示。</p> <p>c 查看标识为“MS 质谱”的窗口中的平均质谱。</p>	<p>• 当色谱峰包括单一化合物时，平均光谱通常更准确。</p>



9 务必查看“练习 3. 对色谱图进行积分”中的步骤 6 以获取一种更方便，更快捷的光谱显示方法。

练习 3. 对色谱图进行积分

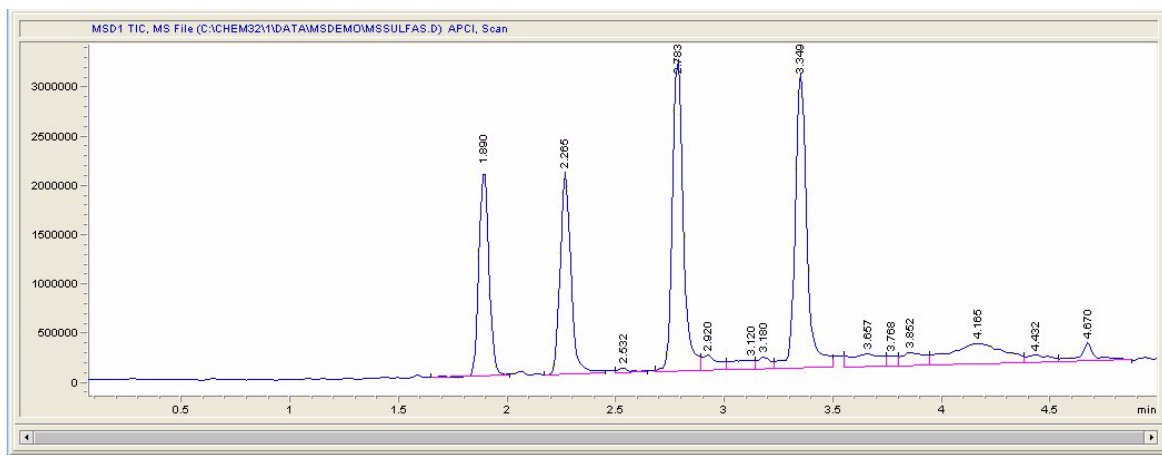
在此练习中，您将了解设置积分事件以及对色谱图进行积分。即使您不关心定量分析，积分也是有帮助的，因为它允许该软件定位用作其他用途的峰。例如，在积分之后，该软件可以在生成报告时打印每个峰的质谱。

步骤	详细说明	注释
1 完整地显示总离子色谱图。	<ul style="list-style-type: none"> a 将所有隐藏色谱图窗口的光谱窗口最小化。 b 单击该图标以缩小。 	
2 显示“积分”工具组。	<ul style="list-style-type: none"> 单击“积分”图标，它靠近窗口的中间。 	

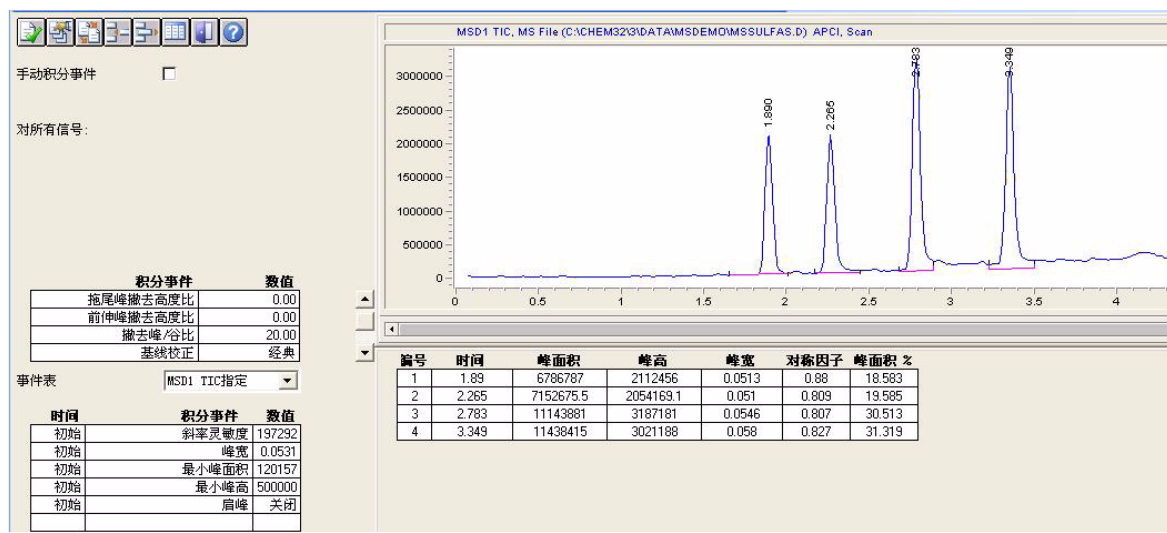
3 定性数据分析

练习 3. 对色谱图进行积分

步骤	详细说明	注释
3 对色谱图进行积分。	<p>a 单击“自动积分”图标，它靠近窗口的中间。</p> <p>b 验证结果是否与下图类似。</p>	<ul style="list-style-type: none">“自动积分”可估计初始积分参数。如果您在图形工具中没有看到保留时间，请单击该图标以显示保留时间。如果您在图形工具中没有看到峰积分基线，请单击该图标以显示基线。



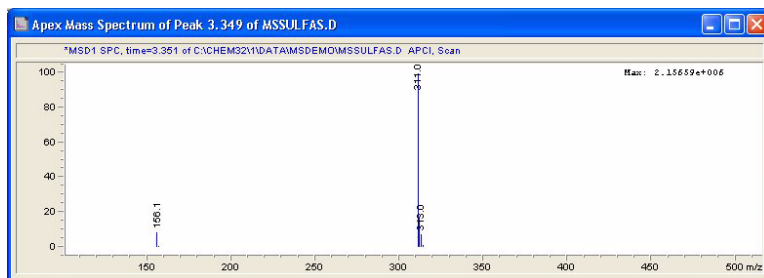
步骤	详细说明	注释
4 调整积分参数以得到仅四个积分峰。	<p>a 单击该图标，或选择“编辑 / 设置积分事件表”。</p> <p>b 在“积分事件”表中的“基线修正”处，选择“高级”。</p> <p>c 在“最小峰高”处，输入 500000。</p> <p>d 单击“对当前色谱图积分”图标。</p> <p>e 验证结果是否与下图类似。</p>	<p>• 有关积分事件的详细信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》。</p>



3 定性数据分析

练习 3. 对色谱图进行积分

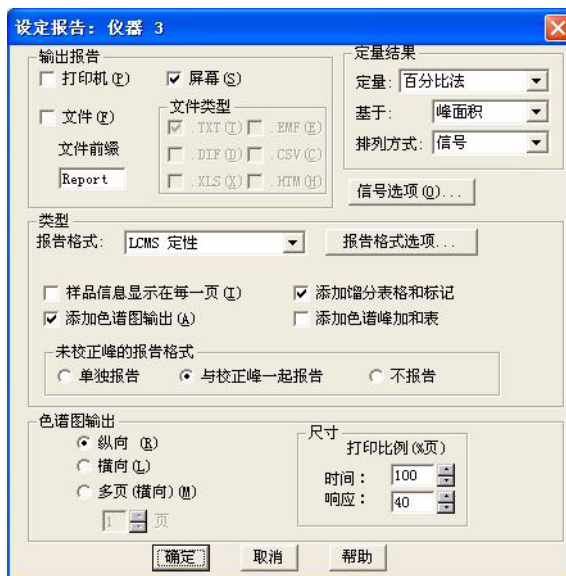
步骤	详细说明	注释
5 将积分事件保存到内存中的方法。	<ul style="list-style-type: none">单击该图标可退出并保存积分结果。	<ul style="list-style-type: none">要将事件保存到磁盘上的方法中，您还需要将方法保存到磁盘，如第 46 页中的步骤 3 所述。
6 使用积分色谱图作为基础，以一种更快捷的方式来显示扣除背景的光谱。	<ul style="list-style-type: none">a 单击“光谱”图标。b 单击该图标以显示“光谱选项”对话框。c 单击“MS 参比”选项卡。d 在“参比光谱”下，单击“自动”。e 单击“确定”。f 单击该图标以获取峰顶点处的质谱。g 在色谱图窗口中，单击第四峰上的某处以获取光谱。h 验证光谱是否与下图类似。	<ul style="list-style-type: none">当您将“参比光谱”设置为“自动”时，软件会自动地为每个峰选择参比光谱，如“光谱选项”对话框中所述。仅当对色谱图进行积分后，获取峰顶点处质谱的图标才可用。无论您单击峰的任何位置，都会获取顶点处的光谱。使用此工具，您可以不需要在色谱图中放大便可获取光谱的准确位置。



练习 4. 打印报告

在此练习中，您将打印一份报告，该报告将在第 4 章“建立并运行一种 SIM 方法”。中使用。

步骤	详细说明	注释
1	<p>指定“LCMS 定性”报告类型，并将报告打印到屏幕。</p> <p>a 选择“报告” > “指定报告”。</p> <p>b 在“指定报告”对话框中的“输出方式”中，选中“屏幕”复选框。</p> <p>c 在“报告类型”中，选择“LCMS 定性”。</p> <p>d 检查其他设置是否如下所示。</p> <p>e 单击“确定”。</p>	



3 定性数据分析

练习 4. 打印报告

步骤	详细说明	注释
2 打印报告。	<p>a 选择“报告” > “打印报告”。</p> <p>b 稍候，查看“报告”窗口。</p> <p>c 验证报告的第 1 页是否包含标题信息和积分色谱图。</p> <p>d 在报告窗口的底部，单击“下一步”按钮。</p> <p>e 验证报告的第 2 页是否显示了萃取离子色谱图和第一色谱峰的质谱。</p> <p>f 继续单击“下一步”按钮以查看三个其他色谱峰的结果。</p> <p>g 在报告窗口的底部，单击“打印”按钮。这将打印此报告的一份硬拷贝。</p> <p>h 在报告窗口的底部，单击“关闭”按钮。</p>	<ul style="list-style-type: none">• 如果您希望完成第 4 章的“建立并运行一种 SIM 方法”，请保存该硬拷贝，在设置 SIM 组时作为参考。• 萃取离子色谱图是峰纯度的指示器；如果保留时间未能一致，则峰很可能代表有多种化合物。
3 保存方法。	<p>a 选择“文件” > “保存” > “方法”以覆盖方法 SULFA MS SCAN 1.M。</p> <p>b 在“方法历史注释”框中，输入注释。</p> <p>c 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none">• 现在保存此方法，这样积分参数、光谱显示选项、报告设置和其他数据分析设置将成为此方法的一部分。



4 建立并运行一种 SIM 方法

练习 1. 建立一种 SIM 采集方法	48
任务 1. 调用您先前创建的扫描方法	48
任务 2. 输入 MS 采集参数	49
练习 2. 以 SIM 方法采集数据	52
任务 1. 输入样品信息	52
任务 2. 采集数据	54

以下练习说明了如何建立使用选定离子监控 (SIM) 的数据采集方法。建立用于演示样品（磺胺混合物）的方法，然后使用此方法分析样品。

要建立 SIM 方法，您将修改在第 2 章中创建的扫描方法。要建立 SIM 采集，需要所有四个磺胺化合物的以下信息：

- LC 保留时间
- 光谱中离子的质量

您将从第 3 章中生成的报告中获取这些信息。

准备工作

- 确保您已经完成了此手册中的先前练习。



4 建立并运行一种 SIM 方法

练习 1. 建立一种 SIM 采集方法

练习 1. 建立一种 SIM 采集方法

在此练习中，您将从现有的扫描方法开始并对其修改用于 SIM 分析。保持 LC 条件不变，仅修改 MS 条件。

任务 1. 调用您先前创建的扫描方法

步骤	详细说明	注释
1 打开“化学工作站”窗口。	<ul style="list-style-type: none">执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">单击“化学工作站”图标。从“开始”菜单中，选择“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “在线仪器 1”。	
2 转至“方法和运行控制”视图。	<ul style="list-style-type: none">在“化学工作站”窗口左下方的视图选择区域中，单击“方法和运行控制”。	
3 打开方法 SULFA MS SCAN 1.M 。	<ul style="list-style-type: none">a 选择“文件” > “调用” > “方法”。b 如果需要，请浏览至 C:\CHEM32\1\METHODS。c 选择 SULFA MS SCAN 1.M 并单击“确定”。	
4 以新名称 SULFA MS SIM 1.M 保存方法。	<ul style="list-style-type: none">a 选择“文件” > “另存为” > “方法”。b 在对话框中的“名称”中，输入 SULFA MS SIM 1.M。c 单击“确定”。d 在“方法历史注释”框中，输入注释。e 单击“确定”。	<ul style="list-style-type: none">现在保存方法以避免无意中覆盖了扫描方法。

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
1 输入 SIM 分析用的色谱图峰宽度： <ul style="list-style-type: none">峰宽：0.05（或扫描分析中最小的峰宽）	a 单击“MSD”图标并选择“设置 MSD 信号”。 b 在“峰宽”中，输入 0.05。	 <ul style="list-style-type: none">峰宽是重要设置。此软件用它来计算相应的 SIM 驻留时间，从而为整个色谱峰提供足够的点，从而达到良好的定量效果。峰宽定义为半幅全宽 (FWHM)，即 50% 峰高处的宽度。

4 建立并运行一种 SIM 方法

任务 2. 输入 MS 采集参数

步骤	详细说明	注释
2	<p>用您从扫描分析的光谱中获得的（最接近 0.1 的）质量输入以下 4 个 SIM 组：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 新诺明、开始时间 0、离子 271 和 156 • 磺胺氯吡啶酮、开始时间 1.3、离子 285、287 和 156 • 磺胺甲噁啉、开始时间 2.3、离子 279 和 186 • 磺胺二甲氧嘧啶、时间 3.3、离子 311 和 156 <p>a 在“MSD 信号设置”下，在“信号 1”下的“模式”中，选择“SIM”。</p> <p>b 在表中的“碰撞诱导解离”中，输入以下中的一项：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 150 用于 Agilent 6110 或 6120 • 200 用于 Agilent 6130 或 6140 <p>c 在表中，将“组 1”更改为“新诺明”，对于 SIM 离子，请参阅打印输出中的光谱并输入 271 离子的质量（最接近 0.1）。</p> <p>d 单击“添加离子”，并输入新诺明 156 离子的质量。</p> <p>e 单击“添加组”并输入磺胺氯吡啶酮的名称、开始时间和质量（大约为 285）。</p> <p>f 单击“添加离子”，并输入磺胺氯吡啶酮 156 离子的质量。</p> <p>g 单击“添加离子”，并输入磺胺氯吡啶酮 287 离子的质量。</p> <p>h 重复步骤 e 和步骤 f，直到已为这四种化合物各输入了两个或三个离子。</p> <p>i 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 注意，下图不显示第四种磺胺类药物。 • 您可能需要调整每个 SIM 组的开始时间。请参阅第 3 章中的打印输出来确定开始时间，这样每个组的更改大约发生在色谱峰的中点。 • 如果磺胺氯吡啶酮和磺胺甲噁啉之间的保留时间之差小于 0.3 分钟，则将这些离子合并为一组。 • 在此示例中，每个 SIM 组包括一个假分子离子和一个碎片离子用于确认。磺胺氯吡啶酮另外还包括氯同位素 (m/z 287)。

MSD 信号设置 (1)

信号 (ID): 1 样品目标质量的 SIM

模式: SIM 极性: 正 % 循环时间: 100

时间	开/关	组	SIM 离子	碰撞诱导解离	增益	驻留 (msec)	% 相对驻留	
1	0.00	<input checked="" type="checkbox"/>	Group 1	195.00	70	1.00	289	50.0
1			195.00	70		289	50.0	
2	1.00	<input checked="" type="checkbox"/>	Group 2	195.00	70	1.00	192	33.3
2			195.00	70		192	33.3	
2			195.00	70		192	33.3	

排列 添加离子 添加组 剪切 复制 粘贴

信号 2 碰撞诱导解离阶

模式: 扫描 极性: 正 % 循环时间:

时间	开/关	质量范围	碰撞诱导解离	增益	阈值	步径	
		低 高					
1	0.00	<input checked="" type="checkbox"/>	100.00 1000.00	70	1.00	150	0.10

步骤	详细说明	注释
3 保存方法。	<ul style="list-style-type: none">a 选择“方法” > “保存方法”以覆盖方法 SULFA MS SIM 1.M。b 在“方法历史注释”框中，输入注释。c 单击“确定”。	

4 建立并运行一种 SIM 方法

练习 2. 以 SIM 方法采集数据

练习 2. 以 SIM 方法采集数据

现在您已准备好用您刚刚创建的方法来采集磺胺混合物的数据。

任务 1. 输入样品信息

步骤	详细说明	注释
1 显示“样品信息”对话框。	<p>a 单击样品瓶图标。</p> <p>b 选择“样品信息”</p>	<p>• 如果您未看到样品瓶图标：</p> <ul style="list-style-type: none">在“视图”菜单中，确保“样品视图”已选中（带有选取标记）。在顶部工具栏中，单击图标以显示“单个样品”工具组。



步骤	详细说明	注释
2 输入样品信息： <ul style="list-style-type: none"> · 操作者姓名 · 子目录：Sulfas · 前缀：Sulfa_SIM · 位置：瓶 1 · 样品名称：磺胺 10 ng/μL · 注释：SIM 进阶练习 	<p>a 请输入在步骤 2 中介绍的参数，如下图所示。</p> <p>b 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> · 如果选择“前缀 / 计数器”，则文件名自动随运行次数递增。



4 建立并运行一种 SIM 方法

任务 2. 采集数据

任务 2. 采集数据

步骤	详细说明	注释
1 将您准备好的 10 ng/μL 磺胺样品瓶放置到自动进样器的位置 1 中。		<ul style="list-style-type: none">• 您在第 12 页的“练习 2. 准备分析用的样品”中准备了此样品。
2 注入磺胺混合物样品。	<ul style="list-style-type: none">• 单击“开始”按钮。 	
3 在数据采集过程中监视总离子色谱图和 UV 色谱图。	<ul style="list-style-type: none">a 激活“在线图谱”窗口。b 监视 MS 信号以确保基线稳定。	<ul style="list-style-type: none">• 如果 MS 信号的基线波动大于 10%，则可能需要维护雾化器和源室。请参见《Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统维护指南》。
4 当分析完成时，查看结果。	<ul style="list-style-type: none">a 转到“数据分析”视图。b 调用您刚刚创建的数据文件。c 检查 DAD 和 MS 色谱图。	<ul style="list-style-type: none">• 如果您需要帮助，请遵循第 3 章中第 32 页的“练习 1. 显示并处理色谱图”中的常规过程。



5 建立并运行一个序列

练习 1. 建立一个序列	56
任务 1. 准备创建新序列	56
任务 2. 编辑序列参数	58
任务 3. 建立序列表	60
任务 4. 建立序列输出	63
练习 2. 运行序列	65

以下练习说明了如何建立一个序列，用于对演示样品（磺胺混合物）进行 SIM 分析以及如何使用此序列采集数据。

在此序列中，您将分析三种不同浓度的磺胺混合物：1、5 和 10 ng/μL。您还要分析一份空调谐液。

准备工作

- 确保您已阅读了《快速入门指南》和《概念指南》的第 3 章。
- 确保您已经完成了此手册中的先前练习。

有关序列的详细信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》中的自动分析一章。



5 建立并运行一个序列

练习 1. 建立一个序列

练习 1. 建立一个序列

任务 1. 准备创建新序列

步骤	详细说明	注释
1 打开“化学工作站”窗口。	<ul style="list-style-type: none">执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">单击“化学工作站”图标。从“开始”菜单中，选择“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “在线仪器 1”。	
2 转至“方法和运行控制”视图。	<ul style="list-style-type: none">在“化学工作站”窗口左下方的视图选择区域中，单击“方法和运行控制”。	
3 显示“序列”工具组。	<ul style="list-style-type: none">a 在顶部工具栏中，单击该图标以显示“序列”工具组。b 确保您可以看到序列的样品视图，如下所示。	<ul style="list-style-type: none">如果您未看到序列盘和样品瓶图标，请确保在“视图”菜单中“样品视图”已选中（使用标记）。 

步骤	详细说明	注释
4 新序列的初始设置。	<ul style="list-style-type: none"> • 选择“序列” > “新序列”。 	软件自动调用缺省序列文件 DEF_LC.S ，该文件为空文件。
5 以新名称 SULFA MS SIM 1.S 保存序列。	<ul style="list-style-type: none"> a 选择“序列” > “序列另存为” b 在对话框中的“名称”处，输入 SULFA MS SIM 1.S。 c 单击“确定”。 	

5 建立并运行一个序列

任务 2. 编辑序列参数

任务 2. 编辑序列参数

步骤	详细说明	注释
1 输入“操作者姓名”和“数据文件”的序列参数： <ul style="list-style-type: none">操作者姓名：您的姓名子目录：Sulfas前缀：Sulfa_seq	a 选择“序列” > “序列参数”。 b 输入在步骤 1 中描述的参数，如下图所示。 c 要输入其余参数，请转至下一步。	<ul style="list-style-type: none">序列参数设置通用于序列中的所有样品。为避免覆盖数据文件，请为每个序列输入一个新子目录。如果计算机中尚无此子目录，软件将自动创建。软件将自动为子目录中的每个数据文件创建一个唯一的文件名。



步骤	详细说明	注释
2 输入其余序列参数： <ul style="list-style-type: none"> 要运行的部分方法：依据运行时间选项表 静置：10 分钟，在调用新方法之后 关闭：STANDBY 未就绪超时：15 分钟 序列注释：序列进阶练习 	<p>a 输入在步骤 2 中介绍的参数，如下图所示。</p> <p>b 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 如果您仅要运行再处理（数据分析），应在“要运行的部分方法”中设置此内容。 “静置”允许仪器在软件调用新方法后进行平衡。 “后序列命令 / 宏”是关闭灯、泵等的便捷方法。此软件在序列末尾处或在发声错误时应用命令或宏。 MSSetState 是一个命令，它可以将 MS 的状态更改为“待机”。请参见在线帮助，以了解命令。 SHUTDOWN.MAC 是一个宏，您可以使用它来关闭系统，但是您必须先对其进行自定义。



5 建立并运行一个序列
任务 3. 建立序列表

任务 3. 建立序列表

步骤	详细说明	注释
1	<p>建立序列表，以执行以下操作：</p> <ul style="list-style-type: none"> 运行空白的重复进样。 运行三种不同浓度的磺胺混合物的重复进样：1、5 和 10 ng/μL。 使用您在第 4 章的“建立并运行一种 SIM 方法”中创建的方法 SULFA MS SIM 1.M。 <p>a 选择“序列” > “序列表”。</p> <p>b 选择序列表中的第一行。在序列表中的“行”下，单击数字 1。</p> <p>c 单击“剪切”按钮可以删除此行。</p> <p>d 单击“插入 / 批量输入向导”的按钮。</p> <p>e 如下所示填写对话框。</p> <p>f 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 在此步骤中，您将设置对所有样品都通用的序列表的各部分。 您将在此练习的后期指定样品名称。 有许多种方式可以将样品添加到序列表中。此练习仅说明了其中一种方法 — 使用“插入 / 批量输入向导”。

步骤	详细说明	注释																														
2 查看您创建好的序列表。	<p>a 对照以下所示的表。</p> <p>b 注意任何不同之处，例如包含的列和列宽。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 您的结果将有可能不同，但是在下一步中您可以重新创建下面的表格式。 																														
<table border="1"> <thead> <tr> <th>行</th> <th>样品瓶</th> <th>样品名称</th> <th>方法名称</th> <th>进样次数/瓶</th> <th>样品类型</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>样品瓶 1</td> <td>ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>样品瓶 2</td> <td>ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>样品瓶 3</td> <td>ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>样品瓶 4</td> <td>ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> </tbody> </table>			行	样品瓶	样品名称	方法名称	进样次数/瓶	样品类型	1	样品瓶 1	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品	2	样品瓶 2	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品	3	样品瓶 3	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品	4	样品瓶 4	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品
行	样品瓶	样品名称	方法名称	进样次数/瓶	样品类型																											
1	样品瓶 1	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
2	样品瓶 2	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
3	样品瓶 3	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
4	样品瓶 4	ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											

- 3 (可选) 自定义序列表，以与步骤 2 中的格式匹配。
- 在对话框中的右下角，单击该图标以自定义序列表。
 - 清除任何不必要列的复选框，如下所示。
 - 增加样品名称列的宽度，如下所示。
 - 减小方法名称列的宽度，如下所示。
 - 单击“确定”。



设置序列表编辑器

列	是否显示	列宽
样品瓶	<input checked="" type="checkbox"/>	12
样品名称	<input checked="" type="checkbox"/>	20
方法名称	<input checked="" type="checkbox"/>	35
进样次数/瓶	<input checked="" type="checkbox"/>	12
样品类型	<input checked="" type="checkbox"/>	21
校正级别	<input type="checkbox"/>	14
更新响应因子	<input type="checkbox"/>	18
更新保留时间	<input type="checkbox"/>	17
间隔	<input type="checkbox"/>	14
样品量	<input type="checkbox"/>	20
内标量	<input type="checkbox"/>	18
乘积因子	<input type="checkbox"/>	17
稀释因子	<input type="checkbox"/>	17
数据文件	<input type="checkbox"/>	25
进样量	<input type="checkbox"/>	15
LIMS ID	<input type="checkbox"/>	25
目标质量	<input type="checkbox"/>	25
自动平衡	<input type="checkbox"/>	19

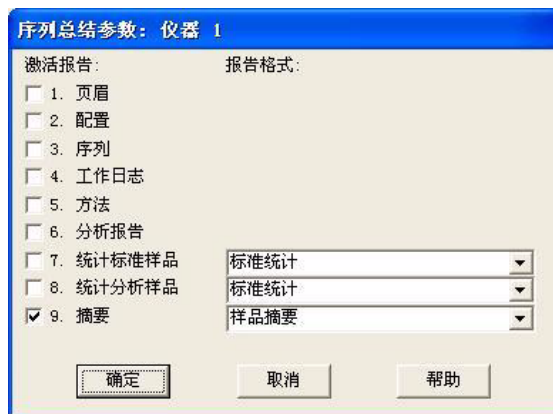
5 建立并运行一个序列

任务 3. 建立序列表

步骤	详细说明	注释																														
<p>4 将以下样品名称输入到表中：</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vial 1 – blank • Remaining vials – sulfa mix at 1, 5 and 10 ng/μ L 	<p>a 修改每个样品的“样品名称”，如下所示。</p> <p>b 单击“确定”。</p>																															
<table border="1"> <thead> <tr> <th>行</th> <th>样品瓶</th> <th>样品名称</th> <th>方法名称</th> <th>进样次数/瓶</th> <th>样品类型</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>样品瓶 1</td> <td>blank</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>样品瓶 2</td> <td>1 ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>样品瓶 3</td> <td>5 ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>样品瓶 4</td> <td>10 ng/ul sulfas</td> <td>SULFAS MS SIM 1</td> <td>2</td> <td>样品</td> </tr> </tbody> </table>			行	样品瓶	样品名称	方法名称	进样次数/瓶	样品类型	1	样品瓶 1	blank	SULFAS MS SIM 1	2	样品	2	样品瓶 2	1 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品	3	样品瓶 3	5 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品	4	样品瓶 4	10 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品
行	样品瓶	样品名称	方法名称	进样次数/瓶	样品类型																											
1	样品瓶 1	blank	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
2	样品瓶 2	1 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
3	样品瓶 3	5 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
4	样品瓶 4	10 ng/ul sulfas	SULFAS MS SIM 1	2	样品																											
<p>5 保存序列。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 选择“序列” > “保存序列”以覆盖序列 SULFA MS SIM 1.S。 																															

任务 4. 建立序列输出

步骤	详细说明	注释
1	建立序列输出以将一份简短的序列总结打印到打印机。	<ul style="list-style-type: none"> 除序列总结报告外，您还可以根据方法中的指定打印单独的样品报告。（在此练习中您不用打印单独的报告。） 有关序列报告的详细信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》中“化学工作站报告”一章。 下面对话框所显示的设置将打印最简单的摘要报告。

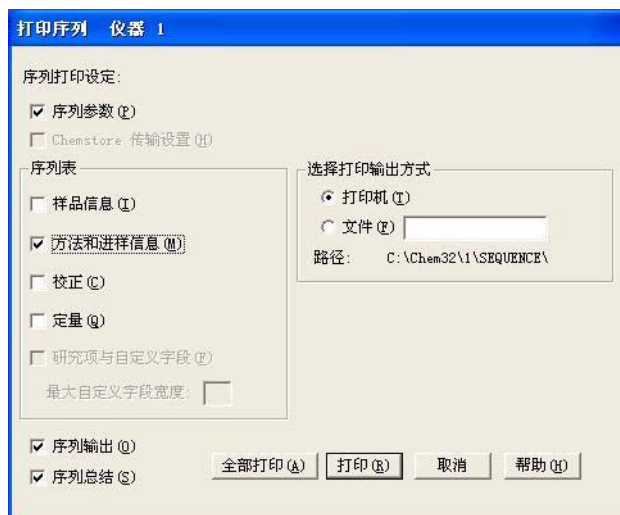


2	保存序列。	<ul style="list-style-type: none"> 选择“序列” > “保存序列”以覆盖序列 SULFA MS SIM 1.S。
---	-------	--

5 建立并运行一个序列

任务 4. 建立序列输出

步骤	详细说明	注释
3 打印序列。	<p>a 选择“序列” > “打印序列”。</p> <p>b 选中如下图所示的复选框。</p> <p>c 单击“打印”按钮。</p>	如果您单击“全部打印”按钮，您将打印序列的全部内容，而不只是您刚才指定的项目。



练习 2. 运行序列

现在您已准备好用您刚刚创建的序列来采集数据。

步骤	详细说明	注释
1 确认您的序列是否包含四种样品。	<ul style="list-style-type: none"> 验证样品视图的外观是否与下图类似。 	
		
2 将第 1 章中准备的样品放置到自动进样器中相应的位置上。		<ul style="list-style-type: none"> 您在第 12 页的“练习 2. 准备分析用的样品”中准备了这些样品。
3 注入样品。	<ul style="list-style-type: none"> 单击“开始”按钮。 	
4 (可选) 对于第一个空白分析, 在数据采集过程中监视总离子色谱图和 UV 色谱图。	<ul style="list-style-type: none"> a 激活“在线图谱”窗口。 b 监视 MS 信号以确保基线稳定。 	<ul style="list-style-type: none"> 随着序列进行, 样品视图会指示已经分析了哪些样品。

5 建立并运行一个序列

练习 2. 运行序列

步骤	详细说明	注释
5 当序列完成时，查看“序列总结报告”。	<p>a 检索来自打印机的报告。</p> <p>b 检查报告以确认是否所有样品都已分析。</p>	
6 当序列完成时，查看结果。	<p>a 转到“数据分析”视图。</p> <p>b 调用您刚刚创建的第一份数据文件。</p> <p>c 检查 DAD 和 MS 色谱图。</p> <p>d 对于其余的数据文件，重复步骤 b 和步骤 c。</p>	<ul style="list-style-type: none">• 如果您需要帮助，请遵循第 3 章中的第 32 页的“练习 1. 显示并处理色谱图”中的常规过程。• 当您分析自己的样品时，可以建立您自己的方法，为序列中的每个样品自动生成数据分析报告。



6 定量数据分析

练习 1. 创建用于定量分析的方法	68
任务 1. 创建新方法	68
任务 2. 设置定量分析的信号	70
任务 3. 对底层标样进行积分	72
任务 4. 设置一般校正参数	74
任务 5. 设置校正曲线	75
任务 6. 浏览改进校正的选项	79
练习 2. 处理样品并打印报告	80

本章说明了如何使用化学工作站的“数据分析”来执行定量分析。本章中的练习说明了一种简单的校正方法，该校正使用通过化学工作站软件得到的数据文件。

准备工作

- 阅读《快速入门指南》。
- 阅读《概念指南》中“数据分析”一章。
- 确保在化学工作站上已有咖啡因数据文件。检查 **C:\CHEM32\1\DATA\MSDEMO** 下的文件。文件名称是 **CAFCALOX.D**，其中 **x** 是从 **1** 到 **5** 的一个数字。



6 定量数据分析

练习 1. 创建用于定量分析的方法

练习 1. 创建用于定量分析的方法

在此练习中，您将创建一种校正方法，可以用于定量分析演示数据中的咖啡因。

任务 1. 创建新方法

在此任务中，您将调用一种缺省方法并以新名称保存。以后您可修改这个新方法来创建校正方法。

步骤	详细说明	注释
1 如果“化学工作站”窗口尚未打开请将其打开。	<ul style="list-style-type: none">执行以下操作之一：<ul style="list-style-type: none">单击“化学工作站”图标。从“开始”菜单中，请选择“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “在线仪器 1”，或“所有程序” > “安捷伦化学工作站” > “离线仪器 1”。	
2 转到“数据分析”视图。	<ul style="list-style-type: none">在“化学工作站”窗口左下方的视图选择区域中，单击“数据分析”。	

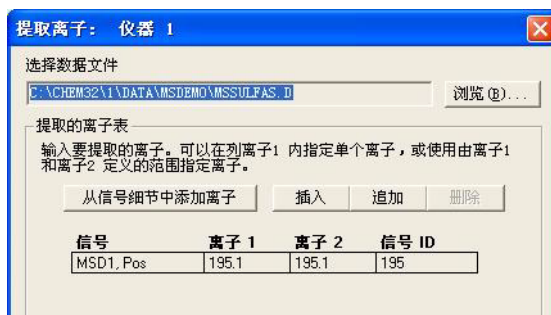
 数据分析

步骤	详细说明	注释
3 调用方法 DEF_LC.M。	<ul style="list-style-type: none"> a 选择“文件” > “调用” > “方法”。 b 浏览到文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 选择方法文件并单击“确定”。 	
4 以新名称 CAFFEINE CAL.M 保存此方法。	<ul style="list-style-type: none"> a 选择“文件” > “另存为” > “方法”。 b 浏览到文件夹 C:\CHEM32\1\METHODS。 c 在对话框的“名称”中，输入“CAFFEINE CAL.M”。 d 单击“确定”。 e 在“方法历史注释”框中，输入注释。 f 单击“确定”。 	

任务 2. 设置定量分析的信号

在此练习中，您将把萃取离子色谱图 (EIC) 添加到此方法的可用信号列表中。然后您可以将此 EIC 添加到“信号细节”中，这样您就可以自动调用其余咖啡因标样的信号并对其积分。

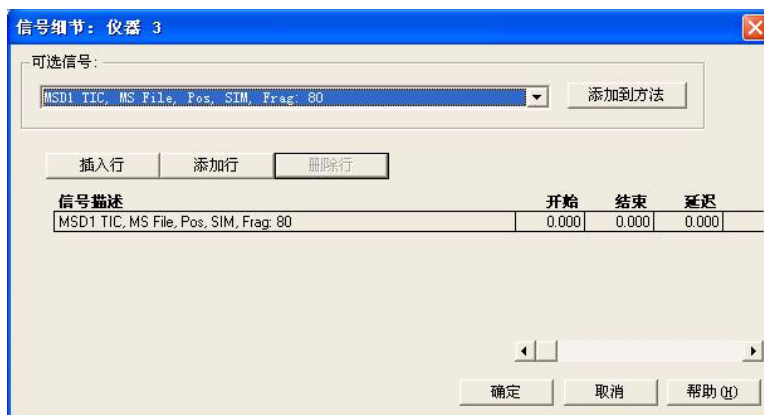
步骤	详细说明	注释
1 打开位于 MSDEMO 文件夹中的数据文件 CAFCAL01.D。	<ol style="list-style-type: none"> 选择“文件” > “调用信号”。 浏览到文件夹： C:\CHEM32\1\DATA\MSDEMO。 选择数据文件 CAFCAL01.D。 如果需要，请清除“使用“信号细节”调用”的复选框。 在“信号”框中，单击以 MSD1 TIC 开头的信号。 单击“确定”。 	<ul style="list-style-type: none"> 有关调用信号的其他方法，请参见《概念指南》中的“数据分析”一章。
2 提取咖啡因中的主离子。	<ol style="list-style-type: none"> 选择“文件” > “提取离子”。 在“离子 1”中，输入“195.1”。 在“离子 2”中，输入“195.1”。 单击“确定”。 	<ul style="list-style-type: none"> 195 离子是 (M+H)⁺ 离子。



- 3 显示“校正”工具组。
- 单击“校正”图标，它靠近窗口的中间。



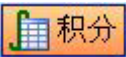




步骤	详细说明	注释
4 设置定量分析的信号。	<p>a 执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none"> 单击“编辑当前方法信号”图标。 选择“校正” > “信号细节”。 <p>b 在“可用信号”列表中，选择 MSD1 195, EIC=195.1:195.1。</p> <p>c 单击“添加到方法”。</p> <p>d 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 只有当您调用了步骤 2 中的 195 EIC 时，EIC 信号才可用。

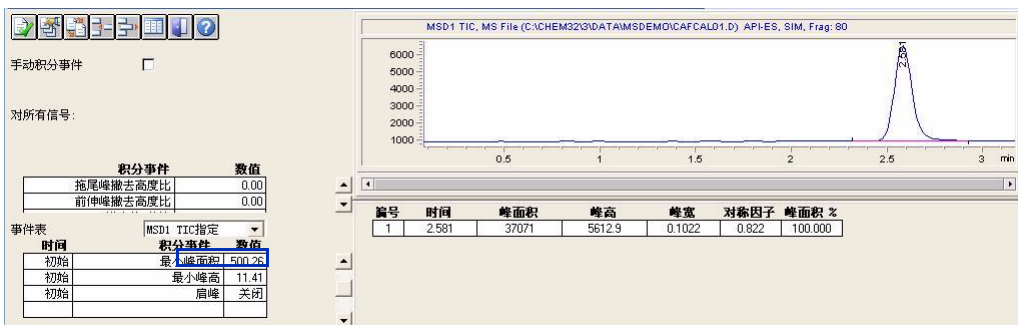


5 (可选) 以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。	<p>a 选择“文件” > “保存” > “方法”。</p> <p>b 在“方法历史注释”框中，输入注释。</p> <p>c 单击“确定”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 对于以下练习，您将经常保存方法，但是您可以等到建立了所有方法设置后再进行保存。
--------------------------------------	--	---

任务 3. 对底层标样进行积分


在此练习中，您将为校正方法建立积分参数。使用底层标样的原因是这通常是最难积分的一层。

步骤	详细说明	注释
1 显示“积分”工具组。	<ul style="list-style-type: none"> 单击“积分”图标，它靠近窗口的中间。 	
2 对色谱图进行积分。	<ol style="list-style-type: none"> 单击“自动积分”图标，它靠近窗口的中间。 检查在使用这些初始设置的情况下是否有五个积分峰。 	<ul style="list-style-type: none"> 自动积分会估计初始积分参数，然后执行积分。 
3 调整积分参数以得到一个积分峰。	<ol style="list-style-type: none"> 单击“编辑/设置积分事件表”图标。 在所有信号的积分事件中，在“基线修正”处，选择“高级”。 单击“自动积分”图标。 当系统提示您保存事件表时，单击“是”。 验证您的结果是否与以下显示的结果相同或非常相似。 	<ul style="list-style-type: none"> 有关积分事件的详细信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》。  
4 用内存中的方法保存积分事件。	<ul style="list-style-type: none"> 单击该图标以退出并保存积分结果。 	





步骤	详细说明	注释
5 (可选) 以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。	<p>a 选择 “文件” > “保存” > “方法”。</p> <p>b 在 “方法历史注释” 框中，输入注释。</p> <p>c 单击 “确定”。</p>	

任务 4. 设置一般校正参数

步骤	详细说明	注释
1 建立校正参数。	<p>a 选择“校正” > “校正设置”。</p> <p>b 在“标题”框中，输入标题，例如“Caffeine external standard”。</p> <p>c 其余项目保持缺省设置，如下所示。</p> <p>d 单击“确定”。</p>	
		
2 (可选) 以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。	<p>a 选择“文件” > “保存” > “方法”。</p> <p>b 在“方法历史注释”框中，输入注释。</p> <p>c 单击“确定”。</p>	

任务 5. 设置校正曲线

在此练习中，您可以对其余标样进行积分，并将所有标样都添加到校正曲线中。

步骤	详细说明	注释
1 显示“校正”工具组。	<ul style="list-style-type: none"> 单击“校正”图标，它靠近窗口的中间。 	
2 将底层标样添加到校正曲线中。	<p>a 执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none"> 单击“新建校正表”图标。 选择“校正” > “新建校正表”。 <p>b 单击“自动设置级别 1”。</p> <p>c 单击“确定”。</p> <p>d 在“校正表”窗格（如下所示）中的“化合物”处，输入“caffeine”并在“含量”（含量）中输入“0.5”。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 如果您的校正曲线显示消息提示此曲线无效，请不要担心这一点。 

校正表

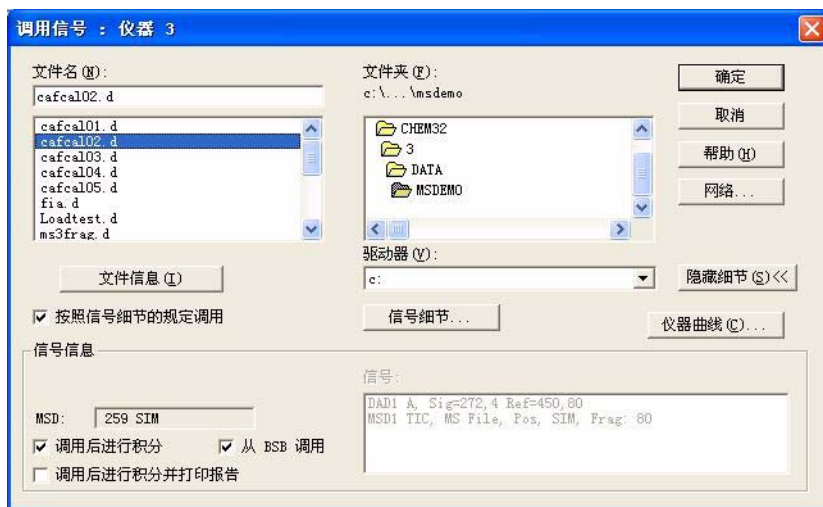
输入 删除 插入... 打印 确定 帮助


编号	保留时间	信号	化合物	级别	含量[ng/ul]	面积
1	2.581	MSD1 TIC		1	0.500	37071.000


6 定量数据分析

任务 5. 设置校正曲线

步骤	详细说明	注释
3 调用第二个标样并对其积分。	<ol style="list-style-type: none">选择“文件” > “调用信号”。在“文件名”中，选择 CAFCAL02.D。选中“使用‘信号细节’调用”复选框。选中“调用后进行积分”复选框。检查您的对话框外观是否与下图类似。单击“确定”。	<ul style="list-style-type: none">使用这些设置，只需一步即可完成调用相应的信号并进行积分。



- 将第二个标样添加到校正曲线中。
 - 单击“添加新级别”图标。
 - 在对话框中的“缺省含量”中，输入“1”并单击“确定”。
 - 验证校正表现在是否有两个条目，以及校正曲线是否包含两个点。

步骤	详细说明	注释
5	<p>将其余三个标样添加到校正表中:</p> <ul style="list-style-type: none"> • CAFCAL03.D: 5 ng/L • CAFCAL04.D: 25 ng/L • CAFCAL05.D: 50 ng/L <p>a 选择“文件” > “调用信号”。</p> <p>b 在“文件名”中, 选择下一个数据文件。</p> <p>c 验证色谱图是否已正确积分。</p> <p>d 单击“添加新级别”图标。</p> <p>e 在对话框中的“缺省含量”中, 输入步骤 5 中显示的含量并单击“确定”。</p> <p>f 验证校正表和校正曲线是否包含新条目。</p> <p>g 重复步骤 a 至步骤 f, 直到添加了所有标样。</p> <p>h 请确认您的校正表与校正曲线的外观是否如下图所示。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 如果软件对色谱图中一个以上的峰进行积分, 它将使用保留时间找到用于校正曲线的正确峰。



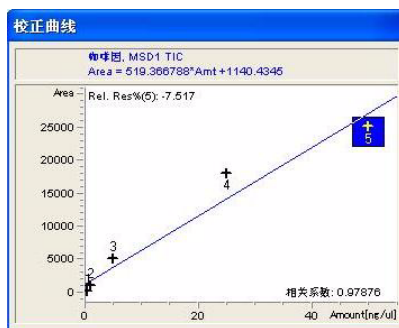
6 定量数据分析

任务 5. 设置校正曲线

步骤	详细说明	注释
----	------	----

6 改进校正曲线。

- 选择“校正” > “校正设置”。
- 在“缺省校正曲线”下的“类型”中，选择“二项式”。
- 单击“确定”。
- 验证校正曲线的外观现在是否如下图所示。



7 (可选) 以相同名称
(CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。

- 选择“文件” > “保存” > “方法”。
- 在“方法历史注释”框中，输入注释。
- 单击“确定”。

任务 6. 浏览改进校正的选项

此练习描述了其他校正表格式，这些格式提供了更多的校正选项。您不需要这些选项来处理咖啡因演示数据，但是您可能在处理自己的样品时需要它们。

步骤	详细说明	注释
1 浏览选项以更改软件建立校正曲线的方式。	<p>a 选择“校正表选项” > “峰细节表”。</p> <p>b 验证您是否可以在校正表中看到这些列：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 曲线类型 • 原点 • 权重 	<ul style="list-style-type: none"> • 注意，此校正表格式允许您更改以下内容： • 曲线类型：校正曲线的类型（线性和二项式等。） • 原点：软件处理原点（零点）的方式 • 权重：数据点的相对权重。
2 浏览选项以添加确认离子。	<p>a 选择“校正表选项” > “定性细节表”。</p> <p>b 验证您是否可以在校正表中看到这些列：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 响应百分比（响应百分比） • +-（响应百分比窗口） • 峰用途（峰的用途） 	<ul style="list-style-type: none"> • 注意，此校正表格式允许您定义以下内容： • 峰用途：校正使用峰的方式，例如，作为主校正离子还是作为确认离子使用 • 响应百分比：确认离子的预期响应值，作为与主峰的百分比 • +-：预期百分比的窗口。
3 显示校正表的原始选项。	<p>a 选择“校正表选项” > “概述”。</p> <p>b 验证校正表的外观是否与第 77 页上步骤 5 的相同。</p>	

6 定量数据分析

练习 2. 处理样品并打印报告

练习 2. 处理样品并打印报告

在此练习中，您将指定一个报告并通过处理一种标样（假设为样品）测试您的校正方法。打印结果报告。

步骤	详细说明	注释
1	<p>用以下设置指定报告：</p> <ul style="list-style-type: none">报告输出方式：屏幕外标法计算 (ESTD)，基于面积报告格式：细节	<p>a 执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none">选择“报告” > “指定报告”。单击“指定报告”图标。 <p>b 输入在步骤 1 中介绍的参数，如下图所示。</p> <p>c 单击“确定”。</p>



2 以相同名称 (CAFFEINE CAL.M) 保存此方法。

- 选择“文件” > “保存” > “方法”。
- 在“方法历史注释”框中，输入注释。
- 单击“确定”。

步骤	详细说明	注释
3 调用中等浓度的标样。	<p>a 选择“文件” > “调用信号”。</p> <p>b 在“文件名”中，选择 CAFCAL03.D。</p>	
4 处理中层标样并打印报告。	<p>a 执行以下操作之一：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 选择“报告” > “打印报告”。 • 单击该图标以预览结果。 <p>b 验证报告的第 1 页是否包含标题信息，积分的色谱图和外标报告。</p> <p>c 检查咖啡因含量是否约为 5 ng/μL。</p> <p>d 在报告窗口的底部，单击“下一步”按钮。</p> <p>e 验证报告的第 2 页是否显示了校正曲线，并用点线标识测量点。</p> <p>f (可选) 在报告窗口的底部，单击“打印”按钮，这样可得到一份硬拷贝。</p> <p>g 在报告窗口的底部，单击“关闭”按钮。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 生成硬拷贝的另一种方式是单击“打印报告”图标。 

6 定量数据分析

练习 2. 处理样品并打印报告

内容提要

当您进行本书中的练习时，
您将了解如何完成以下
操作：

- 准备用于分析的 LC/MS 系统
- 建立用于扫描和选定离子监控分析的方法
- 采集数据
- 建立自动样品分析的序列
- 执行定性和定量分析

© Agilent Technologies, Inc. 2007-2008

中国印刷
2008 年 1



G1960-97031