

Agilent 240 离子阱 GC/MS

内源用户手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2011

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

手册部件号

G3931-97002

版本

2011 年 5 月，第一版

美国印刷

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

担保

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。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

技术许可证

本文档中描述的硬件和 / 或软件根据许可证规定提供，只能根据此类许可证的条款进行使用或复制。

有限权利说明

美国政府有限权利。授予联邦政府的软件和技术数据权限仅包括通常提供给最终用户客户的权限。Agilent 根据 FAR 12.211（技术数据）和 12.212（计算机软件）授予软件和技术数据的通用商业许可证；对于国防部，则根据 DFARS 252.

227-7015（技术数据 - 商品）和 DFARS 227.7202-3（商业计算机软件或计算机软件文档中的权利）授予通用商业许可证。

安全声明

小心

小心事项表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致产品损坏或重要数据丢失。只有完全理解并符合指定的条件时，才可以忽略小心事项的要求继续进行操作。

警告

“警告”声明表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致人身伤亡。只有完全理解并符合指定的条件时，才可以忽略警告声明的要求继续进行操作。

目录

1 样品分析

概述	6
样品引入和电离	8
分裂	8
离子转移和存储	8
离子制备	8
离子分析和检测	9
电子轰击离子化 (EI)	10
离子的形成	10
离子制备选项	11
扫描离子以收集质谱图	11
谱库检索和数据处理	12
化学电离 (CI)	13
反应离子的形成	13
正极 CI 反应	14
离子制备选项	15
扫描离子以收集质谱图	15
谱库检索	15
选择性考量	15
使用 EI 和 PCI 获取更多信息	16
设置 CI 试剂	17
安装液体试剂	17
安装气体试剂	19
自动调谐	19
采集数据	22
状态和控制	22
激活一个方法	23
注入单个样品	23
使用样品列表进样	24
监视运行状态	25

2 启动仪器

初始抽真空	28
-------	----

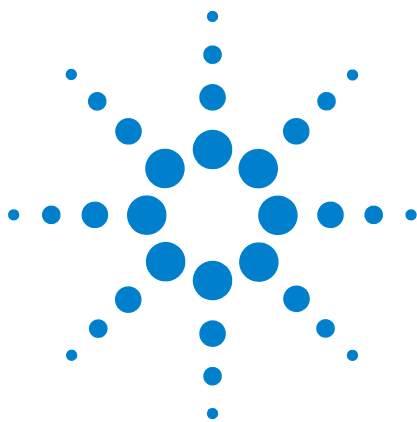
检查真空状态	28
诊断测试	29
设置系统温度	30
启动和关闭	31
调整和调谐	32

3 创建方法

使用向导创建方法	36
为方法命名	37
240 GC/MS 仪器配置	38
采集数据类型	38
编辑方法段	39
在手动控制中查看方法	47

4 模式转换

外源转换为内源	53
混合源转换为内源	53
硬件更改的影响	54



1

样品分析

概述	6
样品引入和电离	8
电子轰击离子化 (EI)	10
化学电离 (CI)	13
设置 CI 试剂	17
采集数据	22



概述

内源是 240GC/MS 系统的三种配置中的一种。它可以与电子轰击离子化 (EI) 或正极化学电离 (PCI) 结合使用。与外源电离配置不同的是，可在单个样品运行的不同时间段中收集 EI 或 PCI 数据。使用内源无法运行负化学源 (NCI)。

离子制备技术可在电离之后但在离子分析之前进行。这包括：

- 选定离子存储 (SIS)

以及使用可选软件和设备：

- 串联质谱
- 自动方法开发 (AMD)
- MS/MS
- MS^n
- 多反应监视 (MRM)

有关详细信息，请参见《240 GC/MS 软件帮助》。

240 GC/MS 是一个离子阱质量分析器。离子阱将离子在单个区域中，时间相关的电磁场将控制离子处理。第 7 页的图 1 显示了仪器的核心组件 - 离子阱。

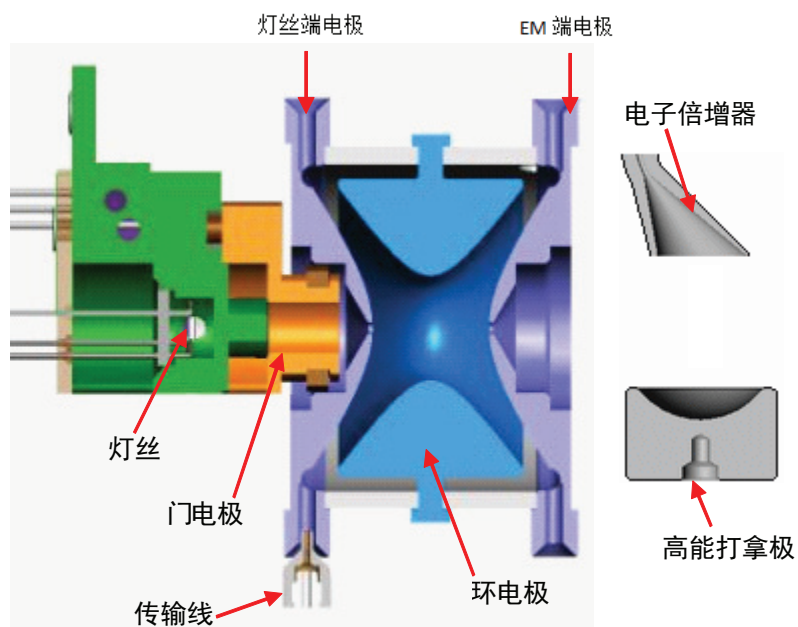


图 1 离子阱

样品引入和电离

来自毛细管色谱柱的样品通过传输线进入离子阱质量分析器。样品通过以下一种方法在质谱仪中电离：

- **电子轰击离子化 (EI)**：样品分子被高能电子轰击，使一个电子从分子轨道中被轰击出来，形成分子离子。
- **正极化学电离 (PCI)**：反应气导入离子阱，然后反应气被高能电子轰击，以形成反应离子。反应离子然后与样品分子发生离子-分子反应，以形成样品分子的离子及其碎片。

分裂

根据分子离子的结构和电子碰撞后的大量过剩内部能量，单分子离子可能会进一步分裂成多个离子以形成各种碎片离子和中性物质。单分子分解在皮秒时间内完成，多个分子振动是在电离的同时完成的。

离子转移和存储

分子和碎片离子将存储在离子阱腔中并稳定下来。它们按规定的轨道运动，这些轨道是由施加在环形电极和端盖电极之间的电压控制成的。离子阱腔中的氦缓冲气将离子缓冲到更紧凑的轨道中，当离子被扫描出离子阱时，可以得到分离度更好的质量峰。采用氦气作为缓冲气的原因是它比较轻，不会降低 MS 的分离度。虽然氦离子是在离子阱中产生的，但只要氦离子一形成，就会立即被电场抛出。

离子制备

离子存储在离子阱中之后，就可以对其进行操控了。离子制备技术包括串联质谱 (MS/MS) 和选定离子存储 (SIS)。离子制备方法的优点类似于其他样品制备方法，如减小背景噪声和增强选择性。

离子分析和检测

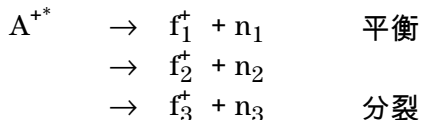
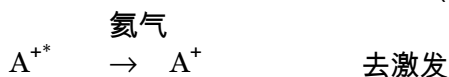
存储的离子被施加在环形电极上的射频电压逐渐升高到某个高值。离子从低质量到高质量逐渐失去稳定状态，然后被抛出离子阱。施加在端盖电极上的辅助偶极电压和四极电压在此过程中可提高质量分离度。离子被抛出后将撞击高能打拿极，在电子倍增器上开始信号放大过程。有关详细信息，请参见《240 软件操作帮助》。

电子轰击离子化 (EI)

内源电子电离是 240 MS 最常用的模式。样品电离、分裂、存储和扫描步骤都发生在离子阱内。电子电离将产生特定于化合物的碎片，提供了指纹质谱图。它的选择性不好，会显示所有现有化合物的离子。EI 比较灵敏的，灵敏度可以通过采用离子制备技术减少干扰离子来提高。

离子的形成

在 EI 中，电子在电离期间经电子门的控制，被导入到离子阱腔内。这些电子与中性样品（或分析物）分子 A 发生碰撞，去掉一个附加电子，形成能量激发的分子离子 A^{+*} 。某些激发分子离子通过与氦气碰撞达到平衡，而另一些分子则继续进行单分子分解，形成多个碎片离子， f_i^+ 。这组碎片离子就成为样品分子的特征，构成了质谱图。



离子阱有一个最大存储容量，超过该容量，将会导致质量分离度和质谱图质量恶化。所产生的离子的数量取决于电离时间。随着电离时间的增加，将会产生更多离子。自动增益控制 (AGC) 功能可控制电离时间，使离子阱内离子的数目处于最佳状态。

AGC 扫描功能由一个预扫描和最多六个分析扫描段组成。在预扫描中检测到的离子的数量用于计算分析扫描的电离时间。

离子制备选项

240 MS 可以将波形组合施加于离子阱电极，以隔离或去除所形成的并存储在离子阱中的特定离子。

这些选项包括选定离子存储 (SIS) 和串联质谱 (MS/MS)，可以在进行质量分析之前对存储在离子阱中的离子执行这些选项。在 SIS 中，施加共振波形，以将存储质量范围内不需要的离子抛出，而仅使用在相关质量范围内的离子来填充离子阱。在 MS/MS 中，前级离子将被隔离，然后通过氦缓冲气的碰撞来进行分解，以形成产物离子。

内源配置可以有 SIS、MS/MS、MSⁿ 和多反应监视 (MRM) 等离子制备选项。所有的 240 MS 仪器中都包含 SIS。如果安装了 MS/MS 选项，则 MS/MS、MSⁿ 和 MRM 均可用。

扫描离子以收集质谱图

在执行了电离、捕获和离子制备步骤之后，离子被抛出离子阱，到达高能打拿极和电子倍增器。通过将射频 (RF) 电压施加在环绕离子阱腔的环形电极上，可对离子进行分析。随着环形电极上的电压的增加，离子将根据它们的质荷比依次被抛出离子阱。在分析过程中，将对端盖电极施加辅助波形电压，以提高质量分离度和质量轴稳定性。离子将撞在高能打拿极上，然后电子将从高能打拿极 (–10 kV 的电压) 抛出，被推向电子倍增器。信号被电子倍增器放大约 10^5 倍，通过一个积分器发送，以收集每个 m/z 的强度。MS 数据是以采集质量范围内的每个 m/z 的离子 - 强度对的形式存储的。每次分析扫描都将存储一个完整的质谱图。

内源 EI 有两种类型的质量扫描。

- 首先，预扫描将计算在一个较短的固定电离时间内所形成的离子的数量。

- 根据预扫描离子数进行的计算完成后，将根据 AGC 预扫描算法建议的电离时间形成离子，然后进行分析扫描。分析扫描可分成最多六段，可调整这些分段的相对电离时间，以符合方法调谐的要求，如化合物 DFTPP 和 BFB 的 US EPA 的方法。

谱库检索和数据处理

在 MS 数据检查中检查质谱图。通过将收集到的质谱图与参考谱库进行比较来确定大多数化合物的标识。将质量和强度列表与在其他仪器上收集到的结果进行比较。此类列表包括 NIST 谱库、Wiley MS 谱库和 PMW 谱库。每个谱库的着重点是不同的，从制药到环境分析等。可以从在 240 GC/MS 系统中收集到的结果创建定制谱库。

化学电离 (CI)

化学电离 (CI) 提供了可为复杂化合物分析补充电子电离 (EI) 数据的质谱数据。离子的产生过程有两个步骤。

- 1 一种 CI 反应气被导入到离子阱质量分析器中。该反应气被 EI 电离。
- 2 样品分子通过与反应气离子发生离子 - 分子反应而被电离。

CI 与 EI 相比，是一种较软的电离技术，因为 CI 给样品分子传递的能量比 EI 少。被电离的样品分子所产生的碎片较少，离子所预示的分子量更有可能被观察到。除了分子量确认外，CI 质谱图常常能够给出其他重要的结构信息，而这些信息从 EI 质谱图可能是无法得到的。

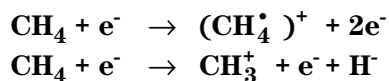
反应离子的形成

第一步，反应气通过与灯丝发射出的电子相互作用而被电离，形成反应气离子。离子阱在脉冲模式下工作。反应离子的供应是在电离脉冲期间产生的，并且在反应期间被消耗，形成分析物离子。

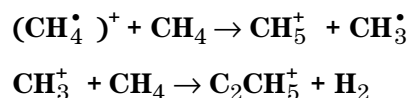
在内源模式中，CI 试剂可以是液体，也可以是气体。最常用的有甲烷、甲醇、乙腈和异丁烷。

反应离子的形成是一个复杂的过程。例如，将甲烷用作反应气时，反应气离子的形成过程如下：

第一步，甲烷被电离，形成两种主离子：



这些主离子随后快速反应以形成占支配地位的二级离子， CH_5^+ 和 C_2CH_5^+ ：



正极 CI 反应

第二步，反应气离子与离子阱中的样品分子发生反应形成样品离子。反应气离子与样品分子之间主要有以下四种类型的反应：

- | | |
|-----------|---|
| (A) 质子转移 | $(\text{RH})^+ + \text{M} \rightarrow (\text{MH})^+ + \text{R}$ |
| (B) 氢化物提取 | $\text{R}^+ + \text{M} \rightarrow (\text{M} - \text{H})^+ + \text{RH}$ |
| (C) 缔合 | $\text{R}^+ + \text{M} \rightarrow (\text{MR})^+$ |
| (D) 电荷转移 | $\text{R}^+ + \text{M} \rightarrow \text{M}^+ + \text{R}$ |

其中 R^+ 是二级反应气离子， M 是中性样品分子。

对于甲烷 CI，质子转移 (A) 是主要的反应类型，氢化物提取 (B) 是第二个经常被观察到的反应。在这两种情况下，所产生的偶电子离子常常是相对稳定的，可能会观察到很强的 $(\text{M}+1)$ 或 $(\text{M}-1)$ 离子，即便相同组分的 EI 质谱图无法显示任何分子离子。反应的放热性决定了所产生的能量。因此，碎片分裂的程度可以通过选择适合的 CI 反应气来控制。一些常见的反应气的质子亲和力（称为质子转移试剂或布朗斯台德酸），范围从 130 kcal/mol 到 200 kcal/mol，按次序排列如下：甲烷、水、异丁烷和氨（氨所导致的电离“最软”）。在常见的液体 CI 反应试剂中，甲醇的质子亲和力为 180.3 kcal/mol，而乙腈为 1862 kcal/mol。通过选择适合的反应气，可以得到很强的特征（也就是说，相对于分析物而言，所检测到的背景或者基体干扰要小得多），以及相关的化合物的分子量信息。

缔合反应 (C) 通常具有非常低的反应率，反应产物需要快速碰撞稳定。这些缔合反应产物被称为加合物离子，因为反应离子被添加到分析物中了。在内源电离中，通常可在 240 MS 中观察到它们，这些离子的丰度比 $(\text{M}+1)$ 离子要低很多，但是，在采用甲烷作为反应气观察到 $(\text{M}+29)$ 和 $(\text{M}+41)$ 的加合物离子时，这对于验证分子量是十分有用的。

电荷转移反应 (D) 产生一个自由基分子离子（就是一个离子，所拥有的电子数目为奇数）。它很快分离，产生类似 EI 的质谱图。然而，分子离子内的能量堆积以及导致碎片形成的模式并不依赖于电离电子的电子能量。

离子制备选项

化学电离之后，离子制备的过程与电子电离以后所发生的过程是一样的。在离子形成并存储在离子阱中后，240 MS 采用波形和射频的组合来隔离或去除特定的离子。选定离子存储 (SIS) 和串联质谱 (MS/MS) 可以在进行质量分析之前对存储在离子阱中的离子执行。

扫描离子以收集质谱图

化学电离的扫描过程与电子电离的扫描过程相似。在执行了电离、捕获和离子制备之后，离子被抛出离子阱，到达高能打拿极和电子倍增器。将通过增加环形电极上的 RF 电压来进行质量扫描。将在用户指定的扫描范围内按低质量到高质量的顺序收集质谱图。在正离子模式下，电子从高能打拿极（-10000 V 的电压）上抛出，然后被推向电子倍增器。

信号被电子倍增器放大约 10^5 倍，通过一个积分器发送，以收集每个 m/z 的强度。MS 数据是以采集质量范围内的每个 m/z 的离子-强度对的形式存储的。每次分析扫描都将存储一个完整的质谱图。对于内源 PCI 来说，没有预扫描。电离时间的计算是依据前次扫描基峰的强度来进行的。离子在该电离时间内形成并进行分析扫描。

谱库检索

240 GC/MS 有一些小的 CI 谱库，这些谱库是采用内源配置离子阱 GC/MS 系统所得到的。谱库是按照 CI 反应试剂来组织的，包括甲烷、甲醇和异丁烷。

选择性考量

化学电离的优点就是它具有选择性。在 PCI 中，如果用甲烷为 CI 气，碳氢化合物的响应情况很差。因此，如果要在有碳氢化合物污染的样品中找到目标化合物，采用甲烷 PCI 就比采用 EI 模式要容易得多。正因为有这些选择性的考量，在方法开发期间多花费一些时间，采用不同的电离方式和离子制备选项是十分值得去尝试的。

使用 EI 和 PCI 获取更多信息

如果在一个样品上生成 EI 和 CI 数据，既可以得到离子强度指纹信息，用来进行谱库检索，也可以得到分子量的信息，以便对种类鉴定进行确认。例如，对于脂肪酸甲基酯 (FAME) 分析，在 EI 条件下，FAME 分裂成的碎片很多，分子离子的强度很弱。而采用 CI，分子量就很明显，强度最高的离子为 $M+1$ 。

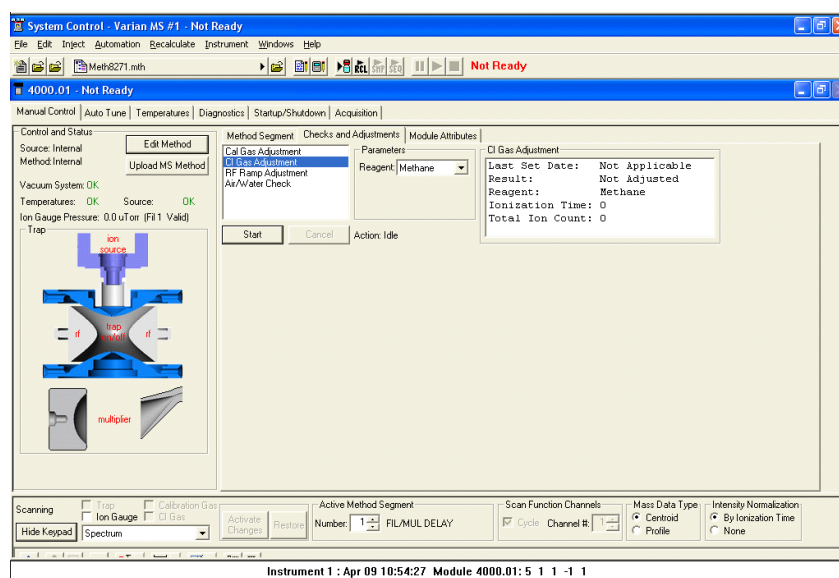
因为 240 MS 可以在单次运行中完成 EI 和 CI 的切换，所以可以针对给定的化合物采用最佳的分析条件。

在进行 EI 和 CI 切换时等待几秒钟。CI 段不应少于 60 秒，CI 峰至少需要 20 秒钟的时间进入到该段中，以便 CI 试剂稳定。

设置 CI 试剂

在运行 CI 实验之前，应调整 CI 气体压力。

- 1 单击手动控制选项卡中的**检查和调整**选项卡。
- 2 选择 **CI 气体调整**。从**参数**部分中的下拉框中选择 CI 试剂。
- 3 单击调整选择下方的**开始**。
- 4 将显示调整进入仪器的 CI 试剂流量的标准。
- 5 调整了 CI 试剂流量后，在开始实验之前必须执行质量校正和离子阱功能校正。



安装液体试剂

- 1 将装有所需液体的液体试剂储液瓶连接到液体试剂进样口模块中。
- 2 顺时针方向旋转 6 或 7 圈打开 CI 针阀。
- 3 单击 **CI 气体调整** 打开 CI 气体电磁阀。
- 4 让蒸汽从储液瓶中流出以达到平衡状态。如果在几分钟后没有足够的 CI 气体进入离子阱，可打开针阀（顺时针方向）。

- 5 在观察质谱图时，使用 **CI 气体调整** 并旋转 CI 针阀，以增加或减少进入离子阱的试剂量，直到 M 和 M+1 之间的分离度刚开始降低。

有关三种最常用的试剂的详细信息可在《240 软件操作帮助》的“使用 CH₄ 的 PCI”、“使用 CH₃CN 的 PCI”和“使用 CH₃OH 的 PCI”部分中找到。

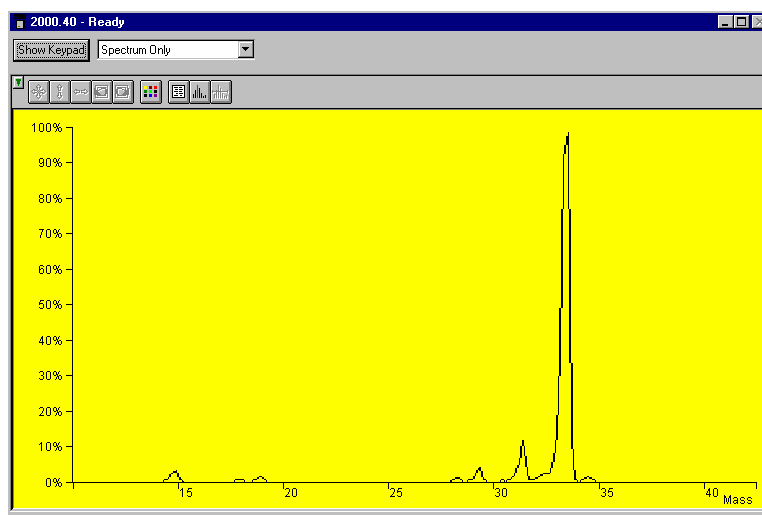


图 2 正确调整的甲醇试剂质谱图

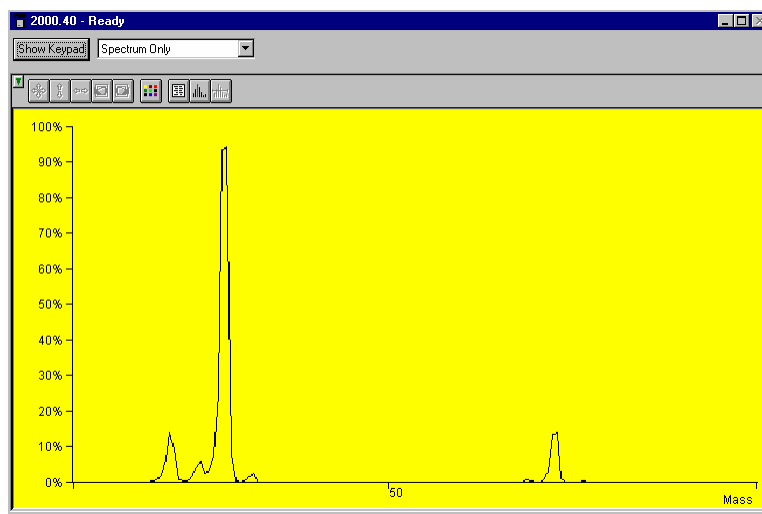


图 3 正确调整的乙腈试剂质谱图

要在使用乙腈时获得最佳结果，可使用发射电流至少为 20 μA 的灯丝，并使 m/z 41 和 m/z 42 之间的峰谷至少保持 50%。

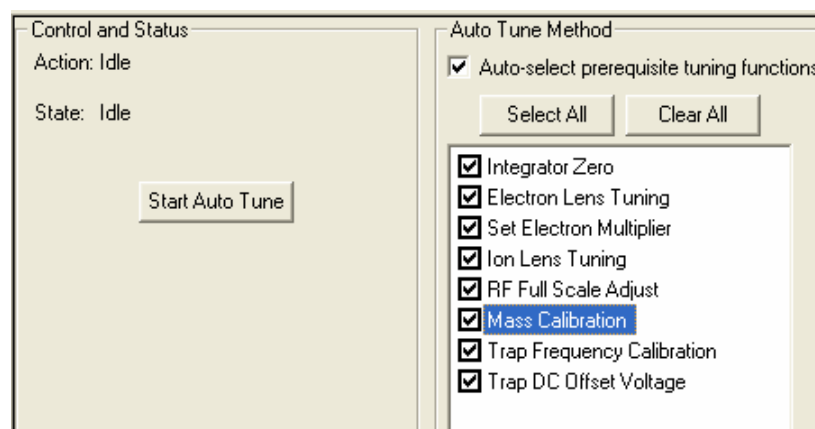
安装气体试剂

- 1 使用 4 毫升 / 分钟限流器将供气瓶的调节器连接到仪器背面。
- 2 有关详细信息，请参见 《240 离子阱 GC/MS 硬件操作手册》。

自动调谐

根据配置和设置，可能看不到所有可用的自动调谐例程。在首次设置仪器之后，并且只要执行了重大的维护操作，都应执行自动调谐。此外，只要温度或 RF 调整发生了变化，都应执行**质量校正**和**离子阱频率校正**。

无论在 EI 模式还是在混合源 CI 模式中，自动调谐的操作方式都是相同的。不需要对混合源 CI 运行其他自动设置、调谐和校正程序。



积分器归零

当灯丝关闭时，积分器归零可获取来自积分器电路的信号电平的平均值。当灯丝关闭时，主要信号是电子噪声。将调整积分器归零，使电子噪声不会产生虚假离子，以避免形成可测量的信号。

设置电子倍增器

设置电子倍增器将确定两种设置，一种是使倍增器增益达到约 10^5 时所需的倍增器电压，另一种是电子倍增器电压增加以获得最佳峰强度和分离度。

电子透镜调谐

电子透镜调谐包括在打开或关闭透镜后立即测量发射电流的瞬态行为。如果透镜不平衡，发射电流将发生变化，并与不平衡状态成比例。如果平衡在 200 到 300 μA 范围之外，该算法将通过一次更改四个变量中的一个变量的值来搜索最佳值。如果该算法未找到用于透镜调谐的最佳电压设置，自动调谐将生成一条错误消息，并恢复仪器中的最后的值。

单击**电子透镜调谐**框后，将显示另外一个在调谐期间打开**CI 气流**选项。对于混合源模式中的 CI 方法，必须在 CI 推杆（CI 腔）正确到位以及 CI 气体打开的情况下调谐电子 / 推斥极透镜。在执行此调谐功能之前，应在**手动控制**中调整 CI 气流。

离子透镜调谐

离子透镜系统由三个透镜（透镜 1、2 和 3）组成，并使用 m/z 为 131 和 414 的校正气体离子进行调谐。将根据两个离子的加权强度来确定最合适的压力。低质量离子和高质量离子的传输在此重复过程中作为透镜电压的功能被监视。

RF 满量程调整

RF 满量程调整可设置满量程调整电位计，以便为校正气体质谱图中的高质量离子指定正确的质量。此例程应在**质量校正**和**离子阱频率校正**之前运行。

质量校正

质量校正可定位 m/z 为 69、131、264、414、464 和 614 的 PFTBA 校正气体离子并正确指定质量。

离子阱温度变化可使质量校正轴发生位移。在**离子阱温度至少稳定两小时之前，不要运行此过程**。离子源温度变化后，还可能对质量指定产生细微的影响。在辅助氦缓冲气流速发生变化后，不需要再次进行质量校正。

离子阱频率校正

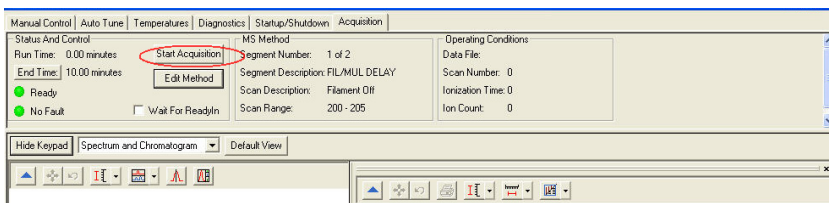
质量校正完整之后，必须执行**离子阱频率校正**。此校正过程可确定离子制备方法（如 MS/MS 和 SIS）所需的参数。这些参数还可以帮助隔离要在全扫描采集中获得的离子的范围。运行该例程需要几分钟。**离子阱频率校正**应在**质量校正完成之后**运行。

离子阱 DC 偏移电压

此例程将调整离子阱 DC 偏移以优化校正气体中 m/z 414 的离子信号。

采集数据

单击**开始采集**以开始运行。如果开始一个分析，而此时仪器正处于另一模式下，软件将自动将 MS 模块转到“采集”模式。



如果 GC 未就绪，则会在屏幕顶部显示**未就绪**消息。在 GC 和自动进样器变为就绪状态后，“未就绪”将改为“就绪”。要确定各个部件的就绪状态，可转到 Windows 下方的顶部下拉菜单，查看 GC 模块的状态。各个部件就绪之后，就可以开始分析了。

分析可以运行单个样品或者采用自动序列运行一批样品。

- 要运行单个样品，请参见主题第 23 页上的“[注入单个样品](#)”。
- 要使用自动序列，请参见主题第 24 页上的“[使用样品列表进样](#)”。

状态和控制

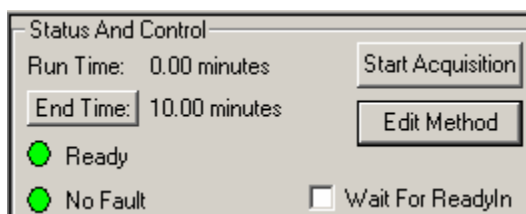
开始采集之前，“状态和控制”区域如下图所示。

- 运行时间为 0.00 分钟。
- 结束时间是活动方法中指定的运行长度。
- 就绪和无故障灯是绿色。

单击**开始采集**按钮以越过自动运行，在系统变为**就绪**之前开始运行。但是，按照该方式启动的运行，其文件名将被命名为 **4000.x.sms**，而不是在自动运行中所指定的文件名称。

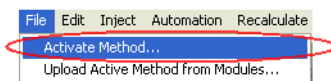
单击**编辑方法**按钮以打开**方法编辑器**并修改方法。保存所做的更改并返回到系统控制之后，软件将提示您重新激活方法。

更改 MS 模块的结束时间不会更改 GC 结束时间。必须从 Windows 菜单访问 GC 模块，然后单独更改 GC 结束时间。



激活一个方法

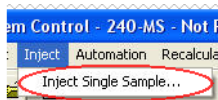
- 1 单击文件菜单。
- 2 单击激活方法。



- 3 通过执行以下操作之一来选择方法：
 - 单击最近使用的文件以显示最近使用的八个方法。
 - 从文件夹中选择一个方法后单击打开。

注入单个样品

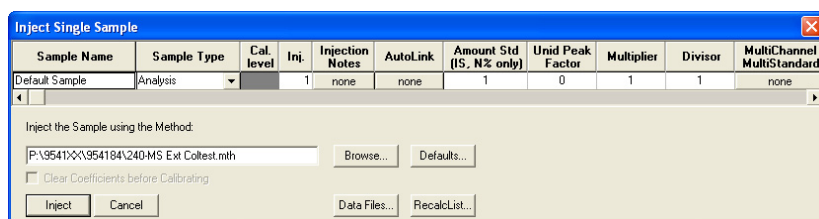
- 1 单击进样菜单中的注入单个样品。



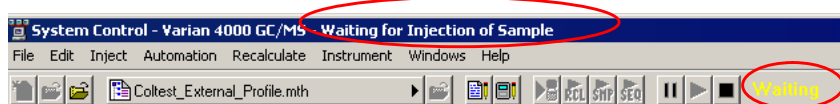
1 样品分析

2 当“注入单个样品”窗口打开后：

- 输入样品名称。
- 如果配置了自动进样器，则输入样品瓶的样品瓶号。
- 检查以确认进样量和所使用的进样器是正确的。
- 单击默认值，以更改任何参数的默认值。
- 单击数据文件以创建包含更多信息（如日期和时间）的名称，或更改数据文件存储的目录。
- 单击进样以采集数据。



- 如果 MS 未处于“采集”模式下，它将自动变为该模式。
- 如果自动进样器将进行进样，它将在仪器模块变为就绪后开始进样。
- 如果要进行手动进样，则等待“系统控制”标题栏中显示正在等待样品进样，并且“系统控制”工具栏右侧的黄色“等待”灯将闪烁。然后注入样品。

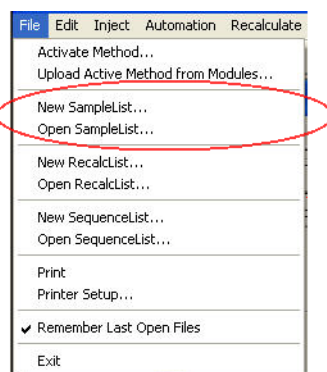


使用样品列表进样

可以在“自动文件编辑器”或“系统控制”中创建并编辑样品列表。

要从“系统控制”编辑样品列表并注入多个样品，请执行以下操作：

1 单击文件菜单中的新建样品列表或打开样品列表。



2 打开样品列表窗口。它包含特定于所配置的自动进样器的区域。请参见下图。

- 使用鼠标左键拖动电子表格列的边框，更改电子表格列大小。
- 使用鼠标右键单击列标题可显示格式设置选项。表格滚动到右侧时，样品名称列不会滚动，便于查看为其输入其他参数的样品。
- 单击添加可添加其他样品。输入所有样品的名称、样品类型和样品瓶号。

3 单击左下角的开始按钮，开始分析样品列表中的样品。

B400 SampleList (450 GC): test.SMP

	Sample Name	Sample Type	Cal level	Inj.	Injection Notes	AutoLink	Vial	Injection Volume	Injectors Used	Amount Std (IS, N% only)	Unit Peak Factor	Multiplier	
1	Default Sample	Analysis		1	none	none	0	1.0	Pos 1	1	0	1	Add
2													Insert
3													Delete
4													Fill Down
5													Add Lines...
6													Defaults...
7													
8													
9													
10													

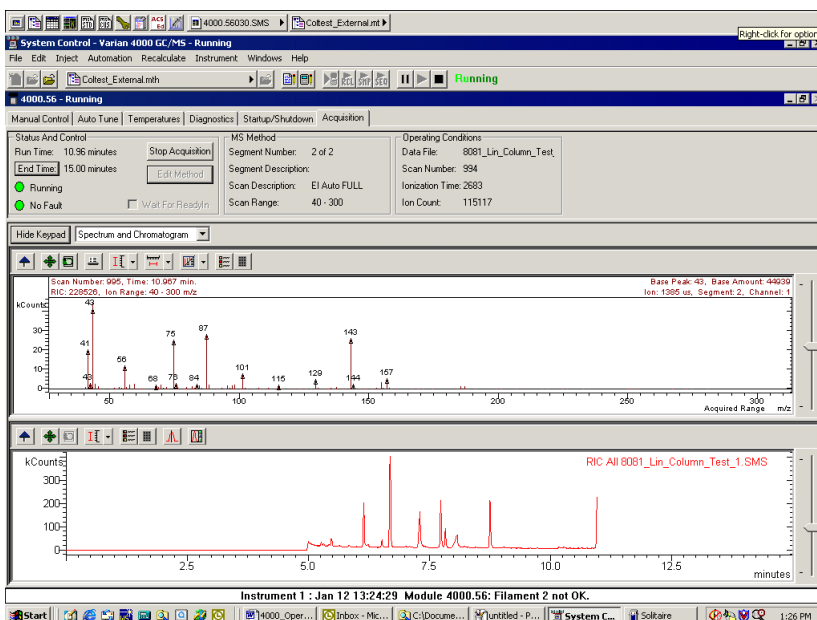
监视运行状态

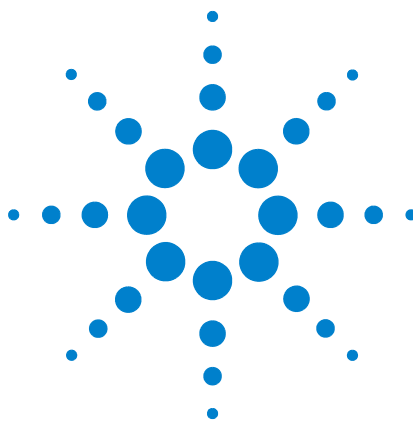
可在仪器窗口中监视运行状态。“状态和控制”窗口以及工具栏将显示运行状态。

1 样品分析

可在“系统控制”中监视色谱图和质谱图，或单击**色谱图**工具栏中最右边的按钮以打开**MS 数据查看**，以便在采集数据文件的同时执行谱库检索等操作。

有关数据采集功能的详细信息，请转到《240 软件操作帮助》中的“采集 GC/MS 数据”部分。





2 启动仪器

初始抽真空	28
检查真空状态	28
诊断测试	29
设置系统温度	30
启动和关闭	31
调整 and 调谐	32



初始抽真空

检查以下内容：

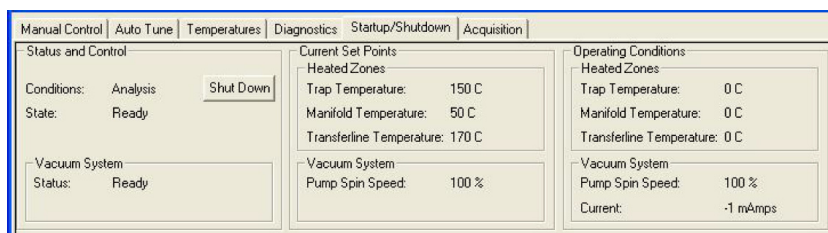
- 确认真空连接没有泄漏。
- 确认传输线在质量分析器内。
- 确认按顺时针关闭放空阀。
- 确认色谱柱没有破裂。

打开主电源开关。低真空泵应当在 10 到 20 秒之内停止发出咯咯声。

如果泵继续发出咯咯声，说明有大漏则执行以下操作：

- 1 检查质量分析器组件是否正确安放在真空腔上（应当没有缝隙）。
- 2 检查传输线是否安装到位。
- 3 检查放空阀是否密封。

打开**系统控制**，然后打开**启动 / 关闭**页面。



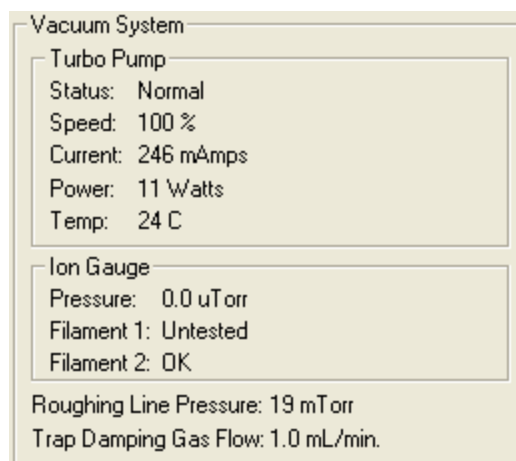
检查真空状态

真空读数给出了有关 MS 在抽真空之后（以及在操作期间）的信息。[表 1](#) 列出了内源模式中典型的操作范围。

表 1 内源模式下典型的操作范围

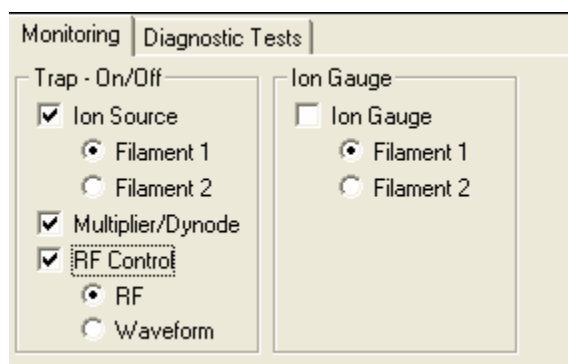
速度	100%
电流	200 到 300 mAmps
功率	9 至 13 瓦
高真空	<20 μ Torr
前级真空	< 50 mTorr

如果泵的转速没有稳定增加，表明系统可能有泄漏。较大的泄漏可能会使涡轮分子泵的速度低于 100%。如果在泵速达到 100% 后泵电流增大，或离子规压力增大，则表明有小的泄漏。请参见《240 离子规 GC/MS 硬件操作手册》中的“诊断”部分。可通过观察离子规读数中的变化来诊断小的泄漏，并使用方法 Service.mth 中的泄漏检查部分找出泄漏的具体位置。有关泄漏故障诊断的详细信息，请转到《240 离子阱 GC/MS 硬件操作手册》中的“故障诊断”部分。

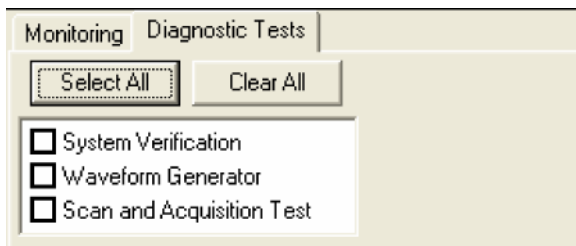


诊断测试

使用监视选项卡监视仪器的当前状态。可监视真空系统、电子倍增器、波形系统、温度和离子源。



使用**诊断测试**选项卡对 240 GC/MS 执行硬件检查。有关诊断测试的详细信息，请转到《240 软件操作帮助》中的“诊断”部分。



设置系统温度

分析温度

分析温度与样品相关。化合物的稳定性及其挥发性会影响温度选择。对于较脆弱的种类，可降低离子阱温度。例如，要得到饱和烃分子离子的信息（这些化合物的分子离子不稳定），可将离子阱的温度设置为 80 °C。然而，对于半挥发性物质的分析，可将离子阱的温度设置为 220 °C，使重 PAH（苯并 [g,h,i] 芘、二苯并 [a,h] 蒽和茚并 [1,2,3-cd] 芘）不拖尾。

更改温度设置以后，需要约一小时的时间才能使离子阱温度达到新的设定值。到达设定的温度后，还需要约两小时使离子阱稳定。离子阱的温度会影响质量校正，因此，需要进行离子阱频率校正。

设置传输线的温度，使 GC 色谱柱柱箱与 MS 之间没有冷点。典型设定值为最高色谱柱温度 (± 20 °C)。

真空腔温度（典型值为 50 °C）的作用是为了消除室温的变化可能对系统造成的不良影响。

系统烘烤

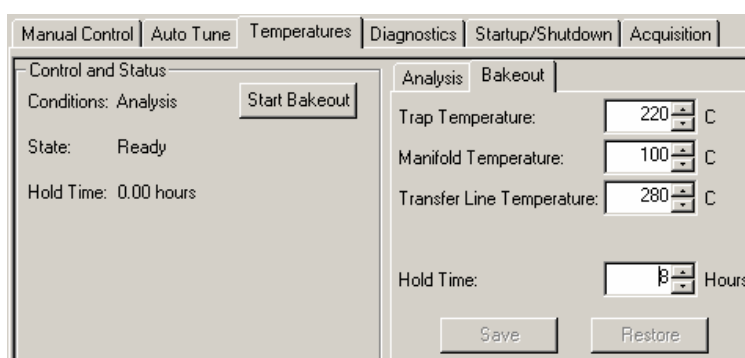
要将 240 GC/MS 放空时在真空腔上所吸收的水分去除掉，可从**系统控制**中的**温度**选项卡执行**烘烤**。

运行样品之后，执行系统烘烤可从 MS 去除化学背景。进行烘烤以去除污染物之后，可将温度降低到分析温度。

典型的烘烤设置包括：

- 离子阱温度 230 °C
- 真空腔温度 110 °C
- 传输线温度 280 °C
- 烘烤时间 12 hr

可以缩短烘烤时间。



传输线温度不能超过色谱柱的最高使用温度。

启动和关闭

启动系统

首次打开系统时，“系统控制”仅在启动 / 关闭模式下工作。在系统启动期间，可以在操作条件区域的涡轮泵速中观察到速度的增加情况。软件将锁定在启动 / 关闭模式，直到泵速达到 100%。还可以在操作条件区域中看到加热区的温度读数的增加情况。

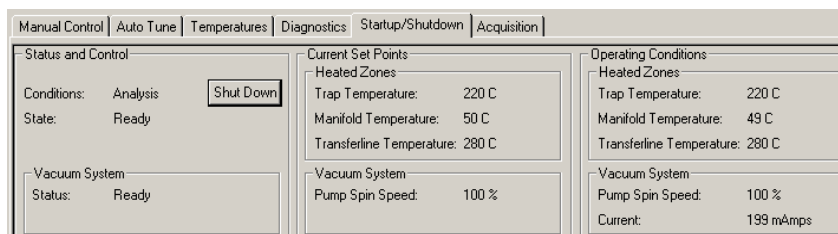
泵速在合理的时间内达不到 100% 表明真空系统有泄漏，应采取措施解决泄漏问题。有关详细信息，请转到《240 离子阱 GC/MS 硬件操作手册》中的相应的“故障诊断”部分。

关闭系统

要关闭 240 GC/MS，可单击**启动 / 关闭**对话框左上角的**关闭**按钮。加热器将关闭，涡轮泵的转速将逐渐降低到全速的 35%。

当温度区域冷却到 80 °C 以下后，将系统后面的主电源开关拨到 **OFF** (关闭) 位置，可关闭电源。将前面板上的放空阀逆时针打开完整的一圈，手动放空系统至少 5 分钟。

要在关闭系统后重新启动它，可单击屏幕左侧的**启动**按钮。泵将重启，加热器将打开。



调整和调谐

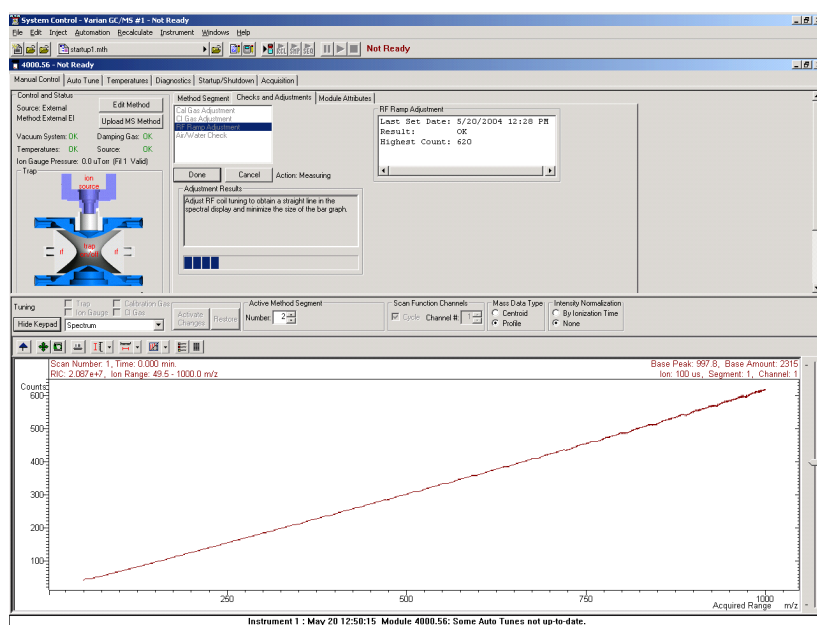
RF 调谐

在执行以下任意操作后，在**手动控制**的**检查和调整**选项卡对话框中调整 RF 调谐：

- 执行 MS 维护
- 更换质量分析器组件
- 更改 MS 配置

调整 RF 阶升

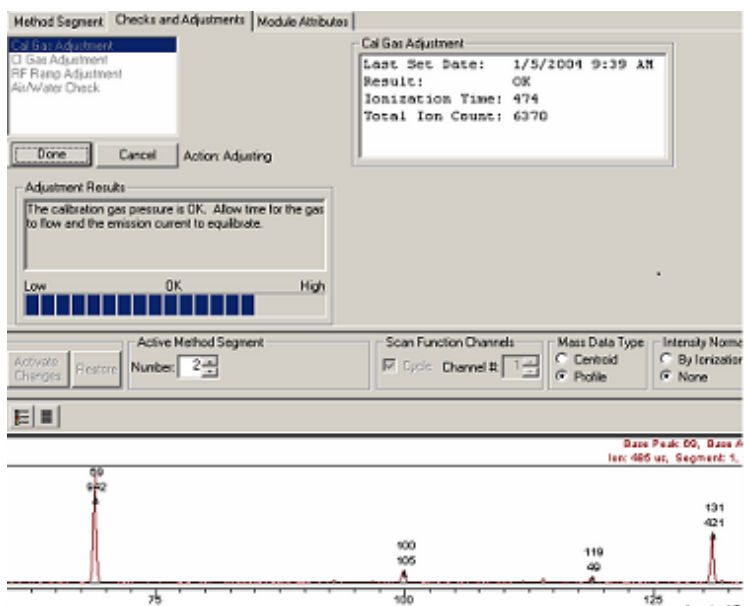
- 1 单击**手动控制**选项卡中的**检查和调整 > RF 阶升调整**。
- 2 单击**启动**。
- 3 用一字螺丝刀转动 240 GC/MS 前门内侧的 RF 调整螺丝，顺时针或逆时针转动，直到调谐显示屏显示一条直线，并且强度为最小值。**调整结果**区域中的状态栏应刚好在正常下方。



调整校正气体

- 1 在执行自动调谐过程之前，检查全氟三丁胺（PFTBA 或 FC-43）校正气流。
- 2 单击手动控制选项卡中的**检查和调整 > 校正气体调整**。
- 3 转动 240 GC/MS 前门内侧的校正气体阀，顺时针转动可减小气流，逆时针转动可增大气流。调整流量，使调整结果区域中的状态栏显示**正常**。

2 启动仪器



空气 / 水检查

造成系统性能差的两个原因是空气泄漏以及需要烘烤系统。这些原因会导致空气或水的压力变得过高。检查空气 / 水可以给出有关问题的信息。

空气 / 水检查使用使增益达到 10^5 的电子倍增器电压，而不是手动设置。在更换了电子倍增器之后，应在执行空气 / 水检查之前对电子倍增器进行自动调谐。

3 创建方法

使用向导创建方法 36

为方法命名 37

240 GC/MS 仪器配置 38

采集数据类型 38

编辑方法段 39

设置 CI 的参数 43

在手动控制中查看方法 47

方法是对希望 MS 执行哪些操作的完整说明。方法向导也称为方法编辑器，是一系列可帮助您输入这些信息的屏幕。

然后，方法将创建扫描功能，以控制实际操作 MS 的电压和时间。

图 4 显示 240 GC/MS 的典型的四段扫描功能。

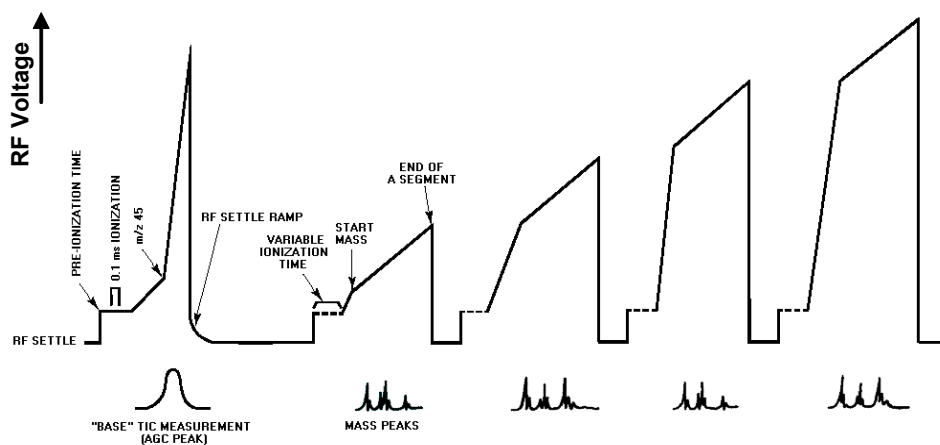
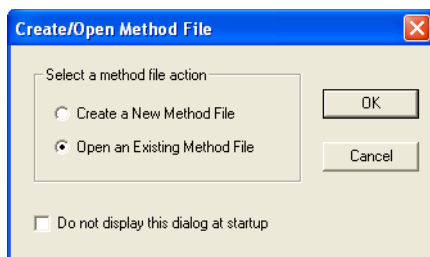


图 4 扫描功能

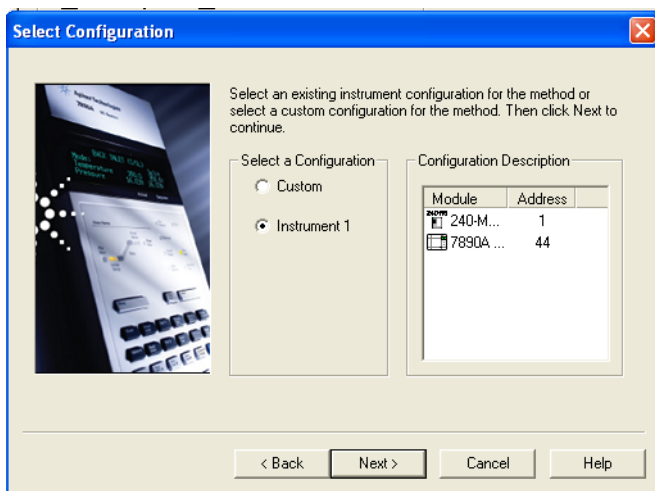


使用向导创建方法

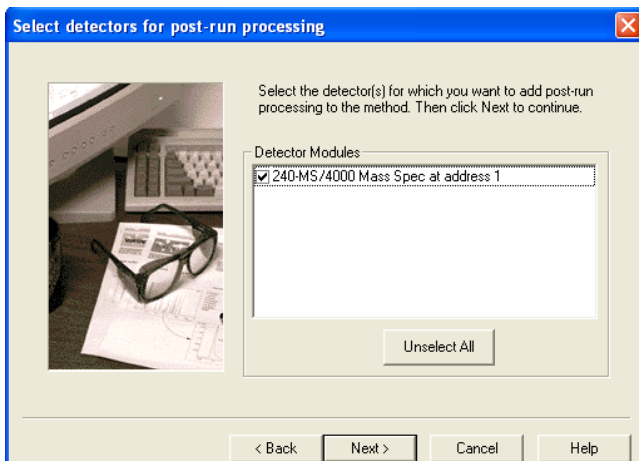
- 1 单击工作站工具栏上的方法编辑器图标。
- 2 单击创建新方法文件。向导将指导您构建此新方法。如果不希望再次看到此消息，可选中启动时不显示此对话框。



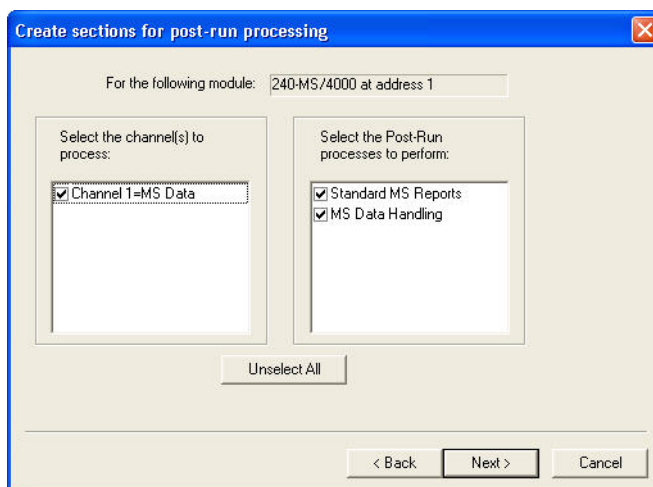
- 3 选择仪器 1，然后单击下一步。使用定制配置在控制仪器的 PC 上创建方法。



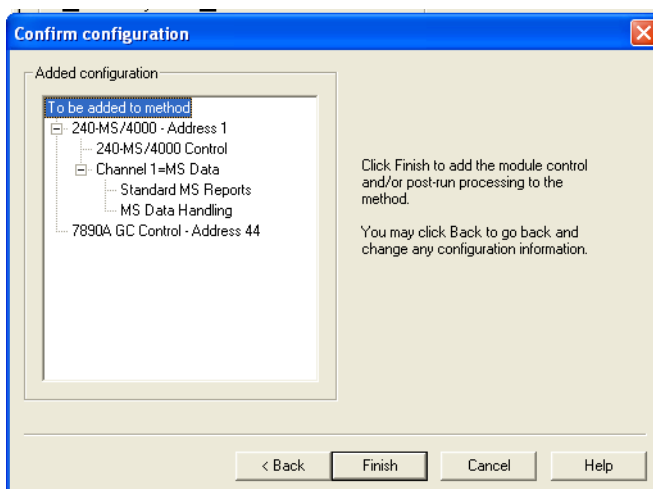
- 4 选择用于进行后运行处理的检测器，然后单击下一步。



- 5 为每个检测器选择进行后运行处理的数据通道和类型，然后单击下一步显示下一个检测器。



- 6 单击完成添加该方法。向导将创建一个方法，其中包含控制硬件、收集数据以及执行指定的后运行处理所需的所有部分。该方法包含所有参数的默认值。有关数据处理和报告的信息，请参见《240 软件操作手册》。



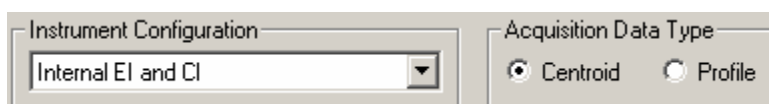
为方法命名

- 1 在文件菜单中，单击另存为。
- 2 为方法输入一个名称。
- 3 选择保存方法的文件夹。

4 单击保存。

240 GC/MS 仪器配置

将 GC 和 MS 设置到与 MS 工作站连接的仪器的配置中。对于 240 GC/MS 内源配置，可以在同一个运行中同时执行 EI 和 CI，因此只有一个内源设置。



采集数据类型

棒状图数据是默认的采集数据类型。只有采用棒状图数据才能够进行数据处理、谱库检索和质谱图比较。来自检测器的模拟信号将被发送到数模转换器。软件可确定数字化离子信号的重力中心，即质心。软件可根据数字化离子信号创建棒状质谱图。

峰状图数据主要用于进行诊断。峰状图文件也是棒状图文件的大约 10 倍，但它们可在采集之后转换为棒状图。

峰状图数据采集的频率是 10 pts/mz，显示的峰与色谱图类似。这种显示便于观察到响应值的真实分布情况，以便确定是否能够达到适当的分离度。

色谱时间段

在内源配置中，240 GC/MS 可以在单次运行中执行 EI、CI、EI/MS/MS 和 CI/MS/MS。使用**色谱时间段**表可以对分析条件进行编辑，以便在分析中获得每段的最佳结果。最多可以创建 250 个时间段，运行时间长度最长可达 650 分钟。默认情况下，在运行开始时有一个**灯丝 / 倍增器延迟**段，这样系统在色谱溶剂洗脱期间处于关闭状态。在该段之后，可以用单个分析段采集全扫描中的质谱图。然而，用户可以对质量范围等变量进行定制，为单个分析物插入 MS/MS 段，并设置仪器以获得每个分析物的最佳数据。

Chromatographic Time Segments				
	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	3.00	Filament Off
2	EI Analysis	3.00	7.00	EI Auto - Full
3	CI Analysis	7.00	9.00	CI Auto - Full
4	EI Analysis	9.00	10.00	EI Auto - MS/MS
5				
6				

Add

Insert

Delete

Defaults

Restore

Special Applications...

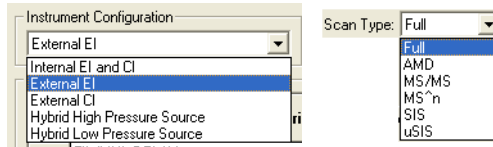
添加或插入段时，前面的段中的所有参数将被复制到新创建的段中。双击某个区域可编辑段的**段说明**、**开始时间**或**结束时间**。

编辑方法段

有关执行内源 CI 的详细信息，请转到《240 软件操作手册》中的相应的部分。

扫描功能设置

方法段可控制可以执行哪种 MS 扫描功能。内源配置中不同的扫描功能有 EI 和 CI、全扫描、MS/MS、多反应监视 (MRM) 或选定离子存储 (SIS)。有关详细的扫描数据，请参见表 2。



240 GC/MS 有三种扫描模式。默认扫描模式是正常模式。

- **正常**：此扫描模式使用自动增益控制模式中的预扫描来确定最佳电离时间，然后以 5000 u/sec 的速度扫描离子以收集质谱图。
- **快速**：此扫描模式也使用自动增益控制模式中的预扫描来确定最佳电离时间，但以 10000 u/sec 的速度扫描离子以收集质谱图。
- **最高速度**：此扫描模式使用无预扫描，并以 10000 u/sec 的速度扫描离子以收集质谱图。此模式仅在全扫描类型中可用。

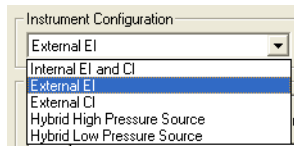


表 2 详细扫描数据

质量范围	调谐	扫描次数	正常	快速	最高速度
50–1000	1 段	3	0.76 秒	0.47 秒	0.41 秒
50–1000	4 段	3	1.08 秒	0.79 秒	N/A
50–400	DFTPP	3	0.70 秒	0.59 秒	N/A

“常规参数”选项卡

扫描时间、平均扫描次数和数据速率是相互关联的。当调整扫描时间时，平均扫描次数将更新，反之亦然。设置扫描时间的最好的方法是在扫描参数选项卡中设置质量范围，然后将平均扫描次数更改为 3。平均扫描次数为 3 可以满足较高的色谱数据速率与较好的谱图平均这两者的要求。

质量亏损的作用是对原子（或者离子）的标称质量数与其实质量数之间的差别进行系统矫正。其重要性在于，NIST 谱库报告的分子量仅仅取最接近的整数质量单位。MS 工作站软件必须决定对哪个质量指定测量的强度。如果离子的实际质量数正巧落在整质量数之间的分界线上，软件就可能错误地分配质量数。这种情况往往容易发生在分子量较高的分子上，因为多个原子的质量亏损可能会加在一起产生相当大的质量亏损。例如， C_2Br_6 最轻的同位素形式的质量数为 497.51002，可能很容易地被指定为 497 或 498。

倍增器偏移可在相对于当前倍增器设置的 $\pm 300V$ 范围内调整 EM 电压。当前倍增器设置是在手动控制中的模块属性选项卡对话框中设置的（通常是自动调谐的 10^5 增益值）。有时候，在增大倍增器电压时，可以得到更好的灵敏度，特别是在 MS/MS 技术中。请注意，该调整可以针对每个分段进行。

计数阈值通常为 1。值为 2 或 3 个计数将减少质谱图中报告的低水平的离子数。此方法可以改进谱库检索效果，由于质谱图中的信息减少了，从而减小了数据文件的大小。只有在定制按钮激活时，计数阈值才会显示。

选择扫描时间以调整秒数 / 扫描。将自动计算用于计算平均数据速率的最低扫描次数。

选择平均扫描次数以调整要平均的扫描次数。将自动计算最大扫描时间和数据速率。

General Parameters

Set Points

☐ Scan Time Maximum Scan Time +/- volts

☒ uScans Averaged uScans mmu/100u

Data Rate: Hz

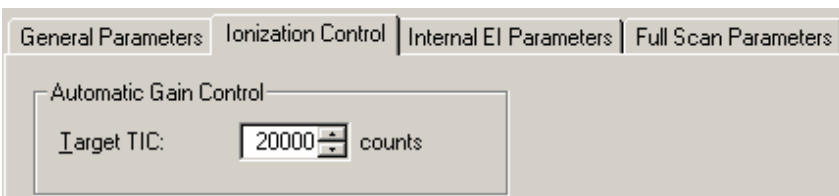
Centroiding Parameters

Count Threshold:

Customize

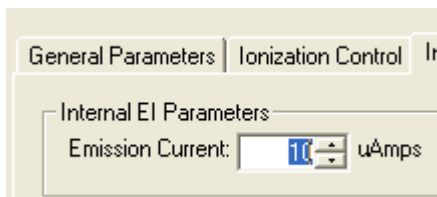
电离控制

指定目标总离子流（称为 TIC）。**自动增益控制 (AGC)** 的算法如下：采用在固定离子时间进行预扫描时所得到的离子计数以及此目标值，来计算在分析扫描过程中，将离子阱内充满目标离子数所需的离子时间。目的是在每次分析扫描过程中，使离子阱内充满最佳数量的离子。对于全扫描采集而言，**目标 TIC** 通常不会设置为低于 10000，但也不会设置得太高，以避免由于空间电荷而导致质谱图失真（MS 分离度丢失或强色谱峰的质量指定发生偏移）。通常，**目标 TIC** 在 20000 和 40000 计数之间会给出最佳结果。



EI 电离参数

发射电流是灯丝所产生的电子电流，可控制进入到离子阱内电子的数量。通过增大发射电流，使基线的电离时间大约为最大电离时间，将产生最多数量的离子。在特定情况下，较高的发射电流可以用来提高分析的灵敏度。一个例子就是在 EI/MS/MS 模式下，MS/MS 隔离步骤可消除通常由于高发射电流而引起的较高的背景。



设置 CI 的参数

在选择了一种标准试剂（甲烷、异丁烷、乙腈或甲醇）后，将自动设置所选试剂的 CI 参数，因此不需要更改 CI 参数的默认值。但是，如果需要获得最佳灵敏度，也可以对其余的 CI 参数（反应存储水平、抛出幅度 (V) 和最大反应时间）进行优化。调整了这些参数后，单击**保存**。系统将提示您输入保存修改后的值的名称。

反应气低质量数是电离期间存储在离子阱中的最低质量数。

反应气高质量数是电离期间存储在离子阱中的最高质量数。在电离步骤期间，将抛出高于此质量的所有质量。这样就可以减少位于离子阱中的 EI 产生的离子的数量。

反应气低质量数、反应气高质量数和反应存储水平的组合可以用来在 CI 中选择特定反应离子。例如，在电离期间将质量 41 的离子抛出，仅仅采用质量为 29 的甲烷离子为反应离子，在反应步骤中与高于质量 19 的离子进行反应。

当反应离子经过复杂的过程形成时，例如， CH_4^+ 与中性的 CH_4 反应形成 C_2H_5^+ ，两种离子的质量应在高和低质量范围内。

反应存储水平是反应期间存储在离子阱内的最小质量值。最佳的**反应存储水平**取决于分析物的分子离子。一般来说，对于分子量较高的离子，应当用较高的反应存储水平，但提高存储水平不会导致 CI 反应离子被抛出。例如，分析物的分子离子是 352 m/z 。如果使用乙腈，将 RF 存储水平提高到 25 m/z 可能比默认的 19 m/z 获得更好的灵敏度。如果 CI 存储水平被提高，也必须增大**抛出幅度**。

抛出幅度 (V) 是一个与低质量抛出截止值对应的电压值，其质量稍稍高于**试剂高质量**。此电压可将在电离期间产生的不需要的离子（例如，不是反应离子）抛出。通常，较高的 CI 存储值需要较高的抛出电压。电压不能设置得太高，以避免导致 CI 反应离子被抛出。

最大反应时间是所允许的反应气离子与样品分子发生反应以形成离子的最大时间。最大反应时间设置的范围是 1 到 2000 毫秒。典型的反应时间是 100 毫秒。

有关如何优化这些参数或如何设置非标准试剂的详细信息，请参见《240 软件操作帮助》。

如果更改 CI 参数且设置不正确，则 CI 操作会有问题。

Internal CI Parameters

Emission Current: 10 uAmps

Reagent Parameters

Reagent: Methanol Save...

Reagent Low Mass: 25 m/z

Reagent High Mass: 50 m/z

Customize

扫描参数

每种 MS 扫描类型都有不同的参数。以下是内源配置中最常用的两种扫描类型的示例，**全扫描**和 **MS/MS**。有关所有扫描类型的详细信息，请参见《240 软件操作帮助》中的“构建 GC/MS 方法”部分。

Internal EI Parameters

Mass Range

Low Mass: 50 m/z

High Mass: 1000 m/z

Tune

Type: Auto Save...

	Low Mass (m/z)	High Mass (m/z)	RF Storage Level (m/z)	Ion Time Factor (%)
1	10	99	35	100
2	100	249	35	100
3	250	399	35	100
4	400	1000	35	100
5				
6				

Customize Insert Add Delete

设置全扫描参数

使用全扫描数据采集进行通用的 GC/MS 分析。在质量范围区域（左上方），输入低质量和高质量值以指定全扫描质量范围。这是 240 GC/MS 的最常用的扫描类型。质量范围还决定了 AGC 计算的扫描范围。

调谐区域指定质量范围的扫描方式。有三种指定的调谐类型，即自动、DFTPP 和 BFB。在自动调谐类型下，每个 EI 扫描被默认分为四个质量段：10 到 99 m/z 、100 到 249 m/z 、250 到 399 m/z 和 400 到 1000 m/z 。在这些条件下，RF 存储水平 (m/z) 和电离时间因子 (%) 可以针对某个质量段来进行调整。

如果选择了 DFTPP 和 BFB 调谐类型，质量段和离子时间因子将按照 US EPA 半挥发性和挥发性调谐要求，显示在质量段表中。

每个质量段都有自己的 RF 存储水平 (m/z)。这是电离期间将离子保留在离子阱内所需要的 RF 电压，并以质量单位数指定。它以两种方式影响离子存储 – 存储水平增大时，较高质量的离子的存储效能增强，而较低质量的离子将不被存储，如果其质量降到截止值以下。当 AGC 打开时，默认存储水平将设置为 35 m/z ，以存储大于 35 m/z 的所有离子。该值对于高达 650 m/z 的离子有较好的存储效能。对于高达 1000 m/z 的质量，则所需的存储水平为 45 m/z 。

离子时间因子 (%) 是一个数值，它乘以计算得到的电离时间（由 AGC 预扫描计算决定），得到质量范围的每段的实际电离时间。默认值是 100%。调整此因子可增加或降低采集质量范围中任何段的相对强度。例如，相应地调整四段或五段使系统能够通过 US EPA 环境方法的 DFTPP 或 BFB 调谐要求。

设置 MS/MS 参数

串联质谱（或 MS/MS）可在电离步骤之后和质量分析之前执行离子制备步骤。可在电子或化学电离之后执行 MS/MS。简要说，除了在前级离子的 m/z 处的离子之外，所有离子都将从存储的质量范围中去掉。然后，前级离子将由施加在离子阱上的波形激发。这样，当累积了足够的能量时，前级离子与氦缓冲气发生碰撞，导致前级离子分解为质量较低的产物离子。然后，将扫描其余的离子，以收集 MS/MS 质谱图。

设计正确时，MS/MS 方法将：

- 仅使用选定的前级离子填充离子阱，以便使用离子阱容量，在很多情况下，共洗脱干扰化合物将从离子阱中排除。
- 通过唯一的分解途径产生产物离子，消除了化学噪声。

只有在分析的目标化合物是已知的情况下，MS/MS 才有用。对于未知化合物的一般定性分析而言，它没什么帮助，除非用来确定给定类别的一组异构体，如 PCB 或二恶英。

General Parameters Ionization Control Internal EI Parameters MS/MS Parameters									
MRM									
	Precursor Ion (m/z)	Ionization Storage Level (m/z)	Isolation Window (m/z)	Waveform Type	Excitation Storage Level (m/z)	Excitation Amplitude (volts)	Product Ion Start Mass (m/z)	Product Ion End Mass (m/z)	More Ranges
1	131.0	35	3.0	Resonant	57.7	0.20	58	141	

前级离子 (m/z) 在全扫描质谱图中通常是强离子。通常，**隔离窗口 (m/z)** 是父离子质量 ± 1.0 (3.0 个质量单位宽)。 **波形类型** 是共振或非共振。

激发存储水平 (m/z) 是在碰撞分解期间所存储的最低质量。用窗口底部的 **q 值计算器** 可以计算出一个适用的值。 **q 计算器** 可将任意限值设置到 **激发存储水平 (m/z)**，因此，当前级离子 (m/z) 较大时，所计算出的值可能为 300。使前级离子分解所需的激发幅度必须通过实验来确定。也就是说，使用不同的激发幅度范围来进行几次运行。使用 **AMD** (自动方法开发) 模式是确定此电压的最简易的方法。

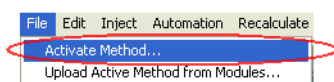
在方法开发期间，**产物离子质量** 范围包含从 **激发存储水平** 到 **前级离子质量** 的范围。有关 MS/MS 方法的详细信息，请转到《240 软件操作帮助》中的“串联质谱”部分。

在手动控制中查看方法

在方法编辑器中创建了方法之后，可在手动控制中预览该方法。运行之前，可以编辑和预览所有 MS 参数。然而，段数或现有段的开始时间和结束时间只能在方法编辑器中进行更改。

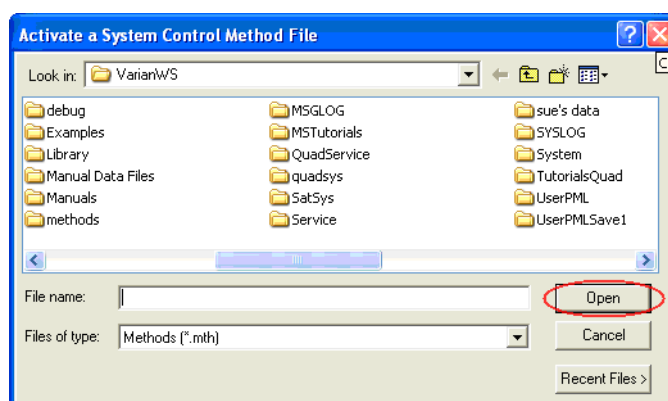
激活一个方法

- 1 单击文件菜单。
- 2 单击激活方法。

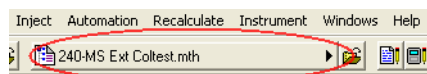


- 3 通过执行以下操作之一来选择方法：

- 单击最近使用的文件以显示最近使用的八个方法
- 从文件夹中选择一个方法后单击打开



- 4 激活的方法将显示在工具栏中。

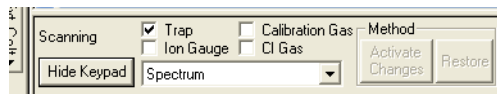


显示离子

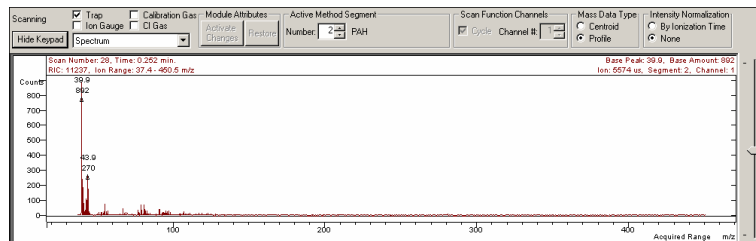
- 1 选择电离处于打开状态的电离段。在电离为关闭状态的段中，不能打开离子阱，如在 **FIL/MUL DELAY** 段 #1 中那样。要更改为电离段，请执行以下操作：



- 2 单击离子阱复选框以打开离子阱。



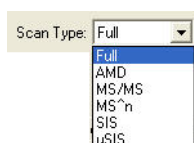
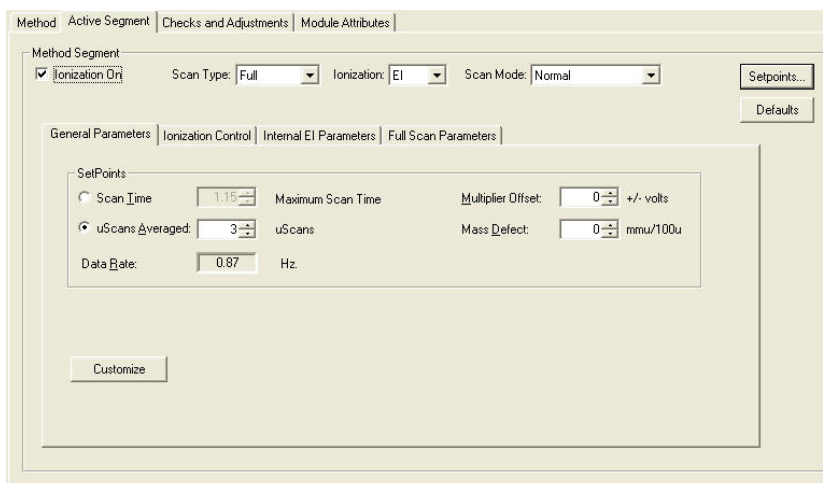
- 3 选择要查看的方法段。通过选中复选框，打开校正气体或 CI 气体。



查看方法参数

在下图中，将显示**激活段**选项卡对话框，在下方的窗格中还显示与方法相关的控制。

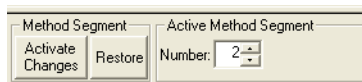
激活段选项卡顶行中的信息指示离子阱是否打开，以及**扫描类型**、**电离模式**和**扫描模式**。



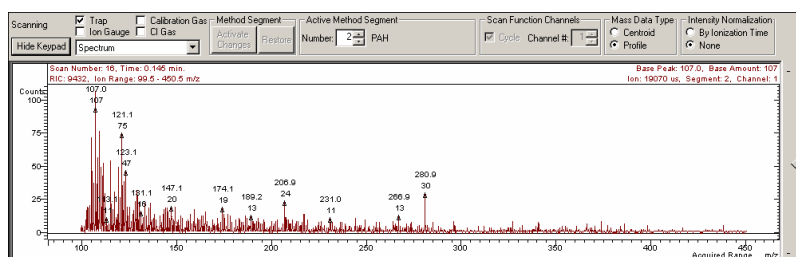
在手动控制中编辑方法

检查和编辑激活的 MS 方法中的所有参数，观察所采集到的质谱图中的变化。确切的选项卡对话框取决于当前方法段中的电离和离子制备模式。

编辑了参数后，通过单击**激活更改**按钮来实施更改。



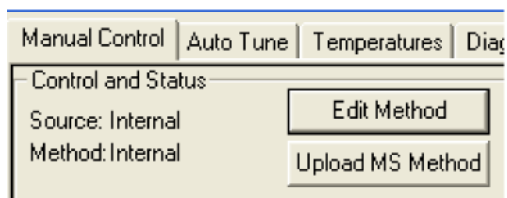
更改在质谱图中可以反映出来。此处的示例是将开始质量从 50u 更改为 100u：



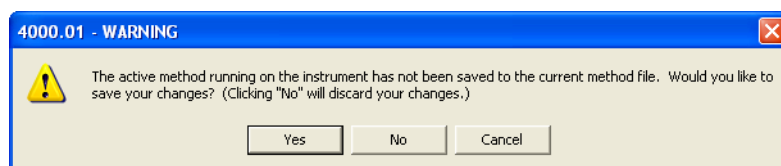
保存方法

要将更改保存到方法，请执行以下操作之一：

- 单击离子阱图标上方的上传 **MS 方法** 按钮。
- 单击编辑方法按钮，打开方法编辑器，然后进行更改并保存。



如果没有上传更改，仍将检查方法以确定，当更改段时或当您离开**手动控制**或**方法段**时是否进行了更改。如果进行了更改，则会提供保存这些更改或放弃更改的选项。

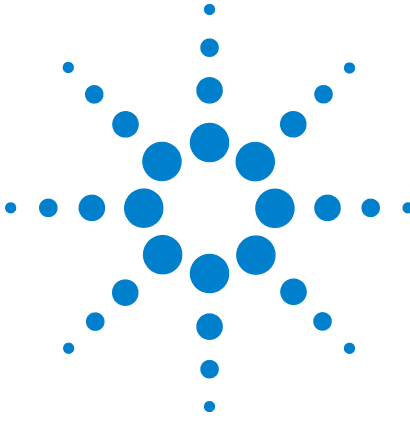


如果通过开始自动运行或选择**注入单个样品**来关闭**系统控制**，系统将提示您保存方法。

单击**是**，进样操作将被取消，您将返回到**手动控制**，以便保存方法。

单击**否**，则使用上次保存的方法副本来采集数据文件。

3 创建方法



4 模式转换

有关下列任一主题的详细信息，请参见《240 离子阱 GC/MS 硬件操作手册》。

外源转换为内源

将 240 MS 从外源转换为内源电离模式需要更改离子源和色谱柱的位置。

- 1 从 MS 真空腔拆下质量分析器。
- 2 将离子源更改为内源。
- 3 将热挡板移到前端位置。
- 4 增加灯丝适配器并连接软电缆。
- 5 将传输线入口更改到后端。
- 6 将传输线端头更改为内源。
- 7 修剪色谱柱，使其长度为 7 毫米。
- 8 将传输线开关拨到“内源 / 混合源”。
- 9 更换 MS 真空腔中的质量分析器。

混合源转换为内源

从混合源转换为内源配置只需要更改离子源。色谱柱和传输线的位置已经直接定位在离子阱中适合的位置上了，不需要调整。

- 1 从 MS 真空腔拆下质量分析器。
- 1 将离子源更改为内源。
- 2 将热挡板移到前端位置。
- 3 增加灯丝适配器并连接软电缆。
- 4 更换 MS 真空腔中的质量分析器。



硬件更改的影响

更改了配置后，例如从外源更改为内源配置，重新启动“系统控制”时将发生以下情况：

- 1 “系统控制”会将存储在当前“模块属性”中的当前配置与硬件报告的配置相比较。
- 2 如果两者不一样，“模块属性”将更新（预设）为适合的配置。默认方法 (Default.mth) 也会出现类似的过程。
- 3 硬件配置更改之后，默认情况下，新方法将具有适当的仪器配置。

重新配置“模块属性”需要运行所有自动调谐例程，因为先前的自动调谐结果是无效的。