



内容及时间安排

第一天

AM 质谱、四极杆结构、原理，Trace GC和ISQ 概述

PM 分析方法的建立。在实验室用FS, SIM 和FS/SIM方法对具体样品进行分析

第二天 数据定性处理和报告的生成

第三天 数据定量处理和报告的生成

第四天

AM GC 的维护，质谱的调谐及维护

PM 特殊设备介绍，个别交流

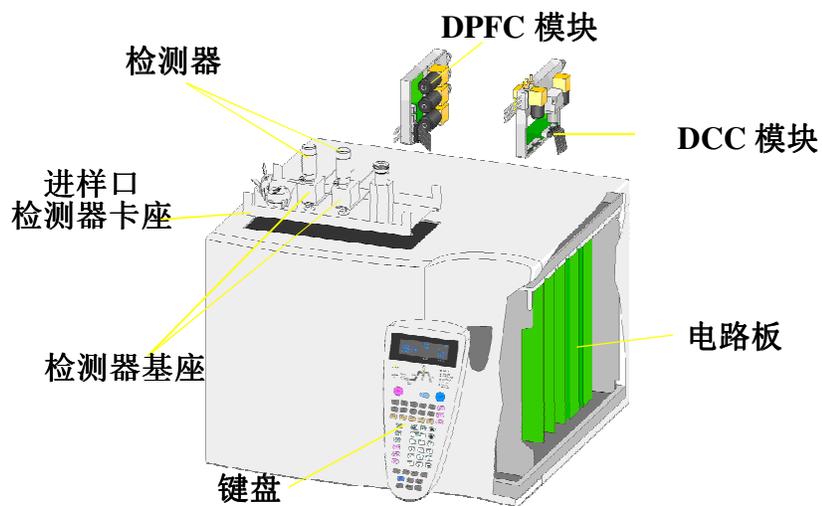
第一章

Trace GC基本结构及原理

3

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Trace GC Ultra



4

ThermoFisher
SCIENTIFIC

TRACE 1300 – Modular Concept



Detector modules
FID, TCD, ECD, NPD

Inlet modules
SSL, SSL bkf,
PTV, PTV bkf

Patent pending
ThermoFisher
SCIENTIFIC

5

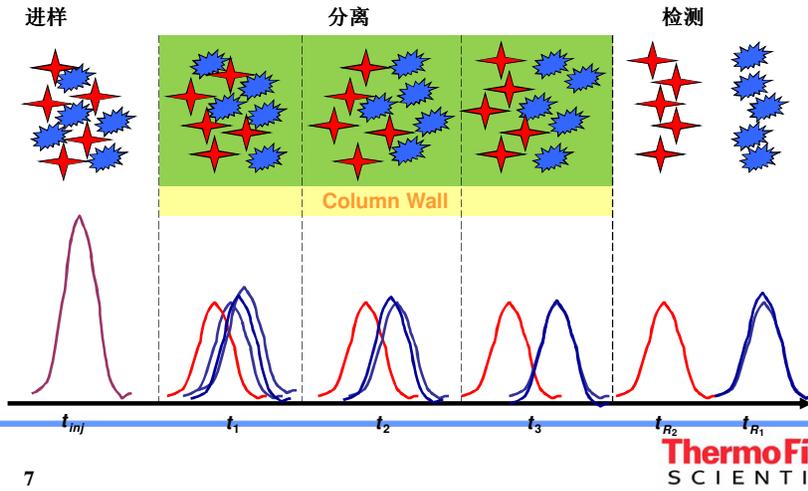
气相色谱的基础知识

ThermoFisher
SCIENTIFIC

6

GC基本原理

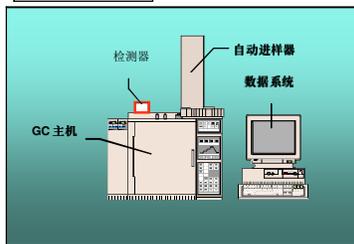
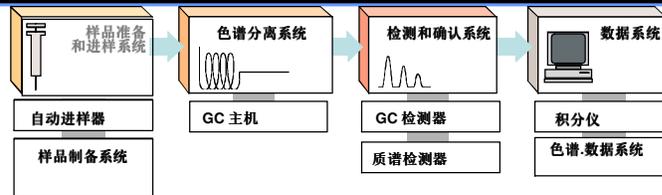
- 组分在两相间分配系数差异
- 二维信息（保留时间和峰强）



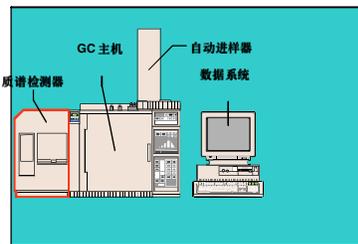
7

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC系统介绍



GC系统



GC/MS系统

8

ThermoFisher
SCIENTIFIC

常见GC/MS进样技术

进样器种类多样

- 进样器：取样
 - 样品基质：液体样品、固体样品、气体样品
 - 被测物：挥发性和半挥发性有机物

TriPlus HS
or SPME



TriPlus
liquid



P+T (OI or Tekmar)



AI AS
3000



DIP/DEP
进样杆



9

ThermoFisher
SCIENTIFIC

TRACE GC 1300 & 1310 进样口

10

ThermoFisher
SCIENTIFIC

进样系统

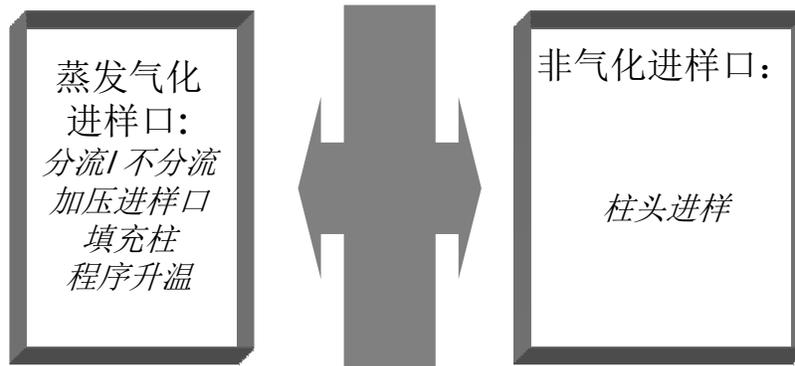
理想的进样口有那些要求?

- 能适应于定量宽沸点范围的样品组分
 - 低歧视效应
- 既能分析干净样品也能分析脏样品
 - 耐污染能力强: 减少样品净化
 - 干净基质分析: 灵敏度高
- 特别惰性
 - 能分析极性/活性化合物
- 提供最优化的“样品谱带形”

11

ThermoFisher
SCIENTIFIC

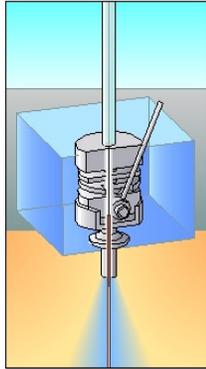
进样技术



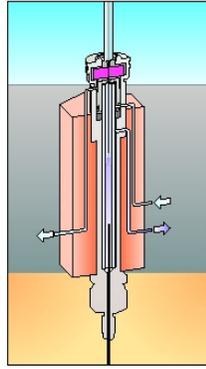
12

ThermoFisher
SCIENTIFIC

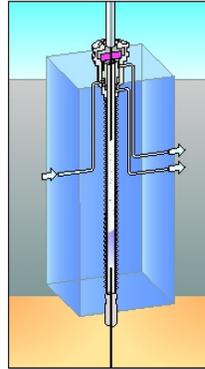
TRACE GC 进样口 (Injectors)



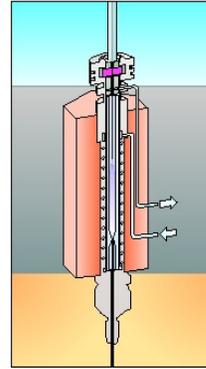
真正的冷柱头柱
上进样
True cold on-
column



优化的分流不分流
进样
Optimized
geometry
split/splitless



最佳的程序
升温进样
BEST PTV



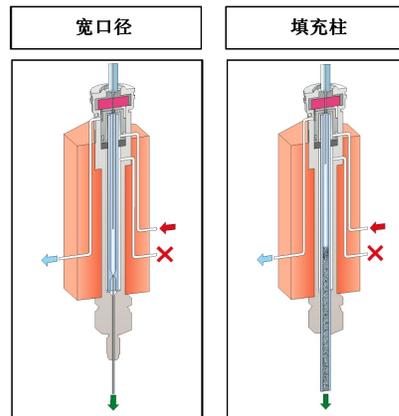
填充柱进样
Packed and
wide-bore columns

13

ThermoFisher
SCIENTIFIC

填充柱进样口

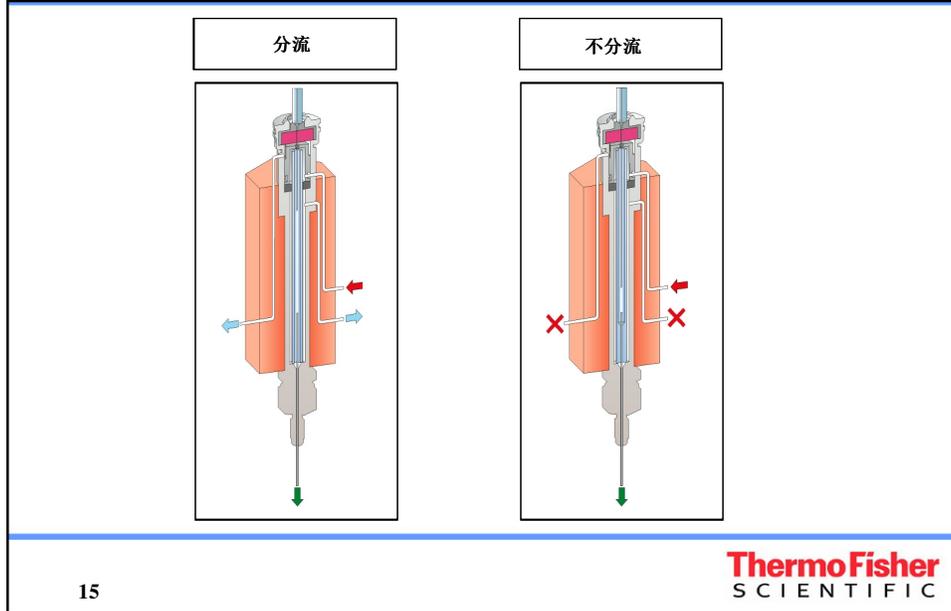
- 蒸发气化进样
— 直接蒸发气化:
无分流进样口 高流
速 (宽口径和填充柱)



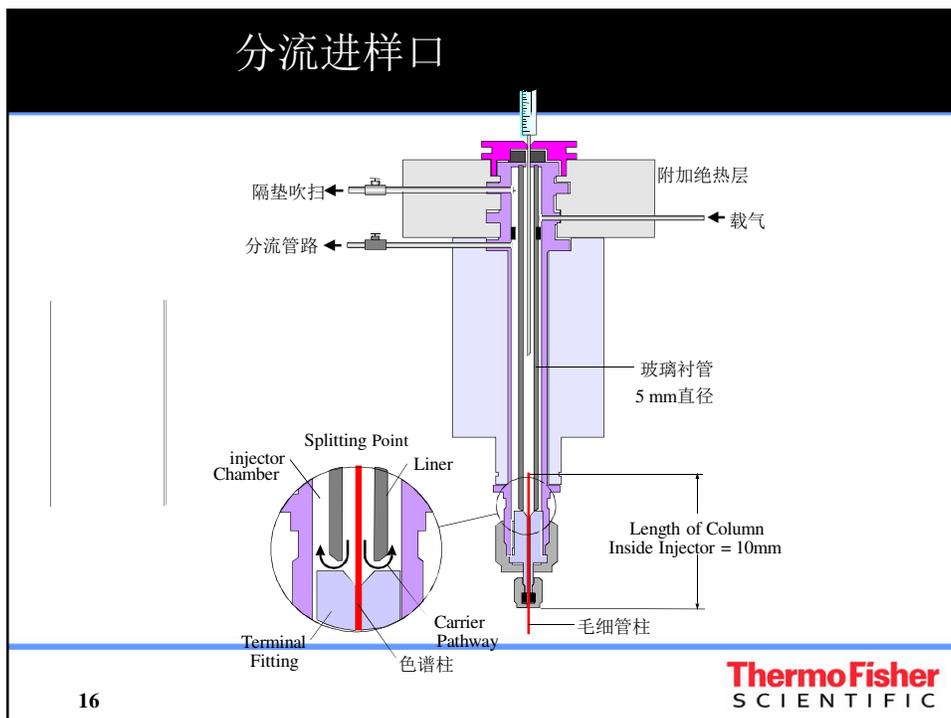
14

ThermoFisher
SCIENTIFIC

优化的分流不分流进样



分流进样口



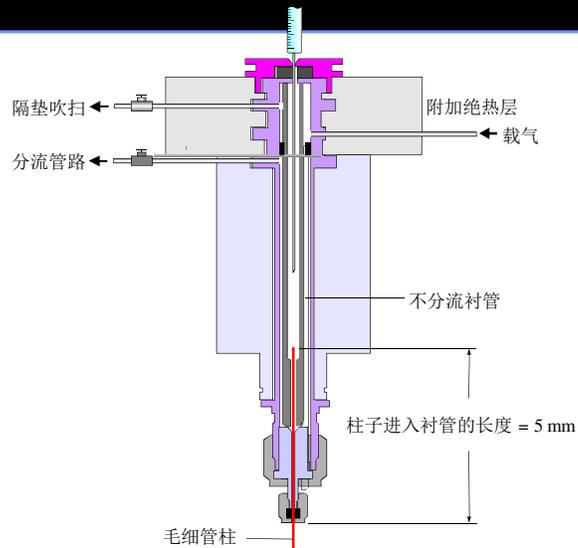
分流比

- 分流比(split ratio) = 分流流量(Split vent flow) / 柱流速(column flow)
- 分流比(Split ratios)通常用 50:1, 100:1, 30:1, 等表示.
- 例:
 分流流量 = 100 mL /min, 柱流量 = 2 mL /min
 分流比 = 50:1 or ~ 2% 的样品 转移进毛细管柱中

17

ThermoFisher
SCIENTIFIC

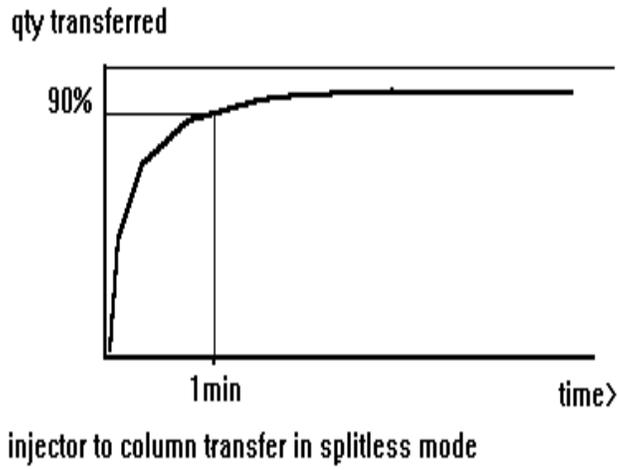
不分流进样口



18

ThermoFisher
SCIENTIFIC

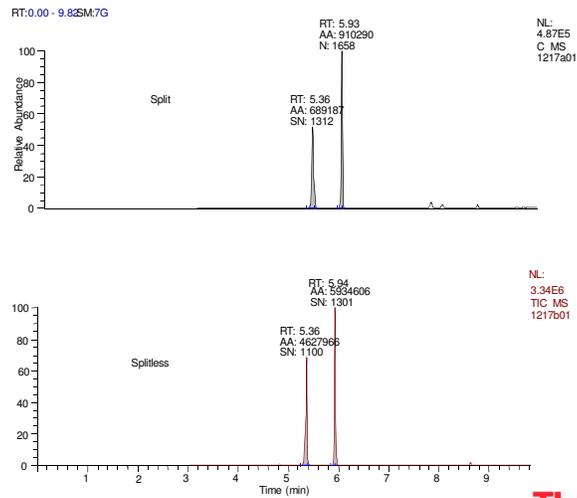
样品转移到色谱柱的转移率



19

ThermoFisher
SCIENTIFIC

分流 vs. 不分流

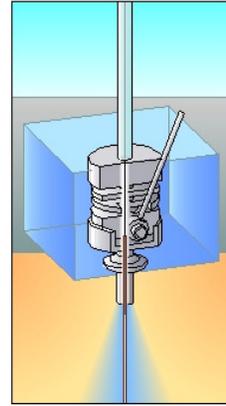


20

ThermoFisher
SCIENTIFIC

冷柱头进样

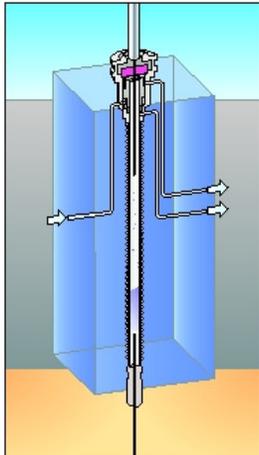
- 恒定冷却的进样口
- 二次冷却技术
- 无热分解
- 无隔垫设计
- 无质量歧视效应
- 大体积进样
- 更高的柱箱温度



21

ThermoFisher
SCIENTIFIC

最佳的程序升温进样

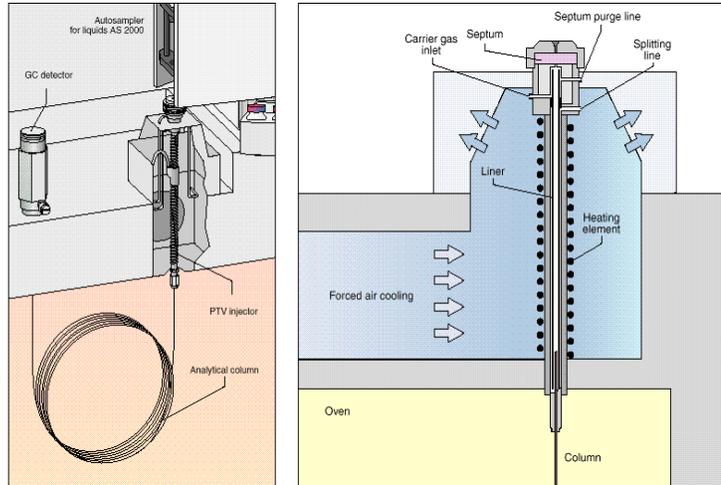


- 质量歧视效应低
- 减少样品基质效应
- 可对沸点高的化合物反吹
 - 反吹选件包
- 大体积进样能力
 - 溶剂分流模式
 - 溶剂排空（带反吹选件）
- 也可做常规的SSL进样操作
- 也可做OC进样
 - precolumn using a special liner
- 可做冷却聚集设备
 - 低温选件

22

ThermoFisher
SCIENTIFIC

最佳的程序升温进样



23

ThermoFisher
SCIENTIFIC

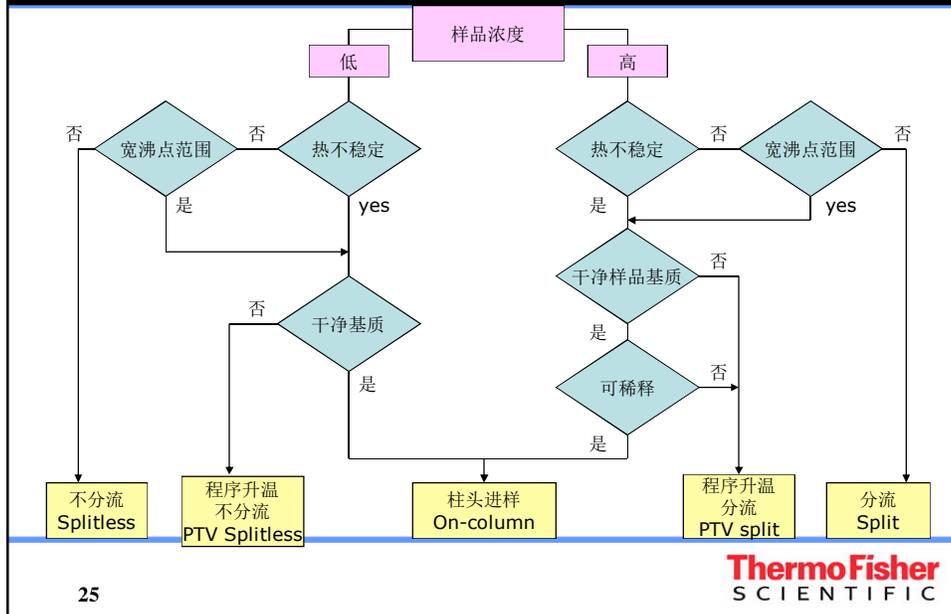
进样口 (Inlets) 比较

	OC 柱头进样	SSL 分流/不分流	PTV 程序升温
无歧视	+++	+	++
抗样品污染能力	-	++	+++
与热不稳定样品兼容性	+++	-	+
与活性化合物的兼容性	+++	+	+
与不溶性样品的兼容性	-	++	+++
灵活性 (可适用于不同样品)	-	+	+++
大体积进样能力	+++	+	+++
容易使用 (系统设置)	++	+++	+
与快速GC兼容性 (使用窄径柱)	-	++	+++

24

ThermoFisher
SCIENTIFIC

进样模式选择原理



选择进样系统的通用规则

- 根据色谱分离效果
 - 填充柱, 宽口径柱或窄径毛细管柱
- 样品特性
 - 挥发性范围
 - 是否存在敏感性化合物 (热不稳定, 等..)
- 样品浓度

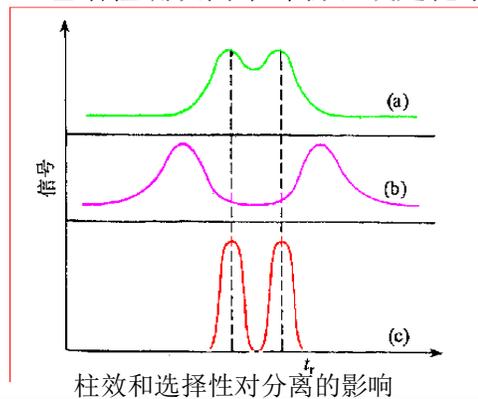
色谱柱

27

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱子的性能指标

- 柱效：色谱柱形成尖锐色谱峰的能力
- 分离度：色谱柱将两个峰彼此分开的能力
- 选择性：色谱柱确认两个峰物理或是化学性质差别的能力

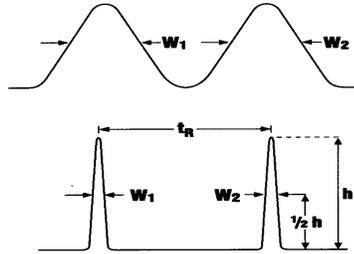


28

ThermoFisher
SCIENTIFIC

分离度 (Resolution)

分离度： 两个相邻峰的分离程度。以两个组份保留值之差与其平均半峰宽值的比来表示：



$$R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_2 + W_1}$$

Resolution of packed (*top*) and capillary (*bottom*) columns

当 $R=1$ 时，有5%的重叠；

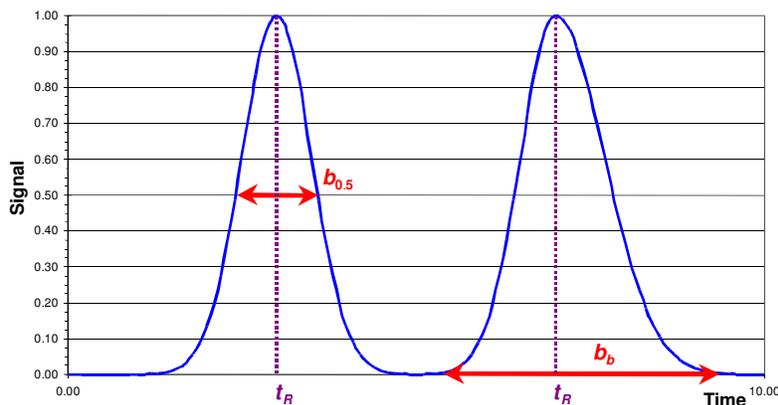
当 $R=1.5$ 时，分离程度为99.7%，可视为基线分离

毛细管色谱柱比填充柱有更高的分辨率。

29

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱效 - 理论塔板数, N_{th}



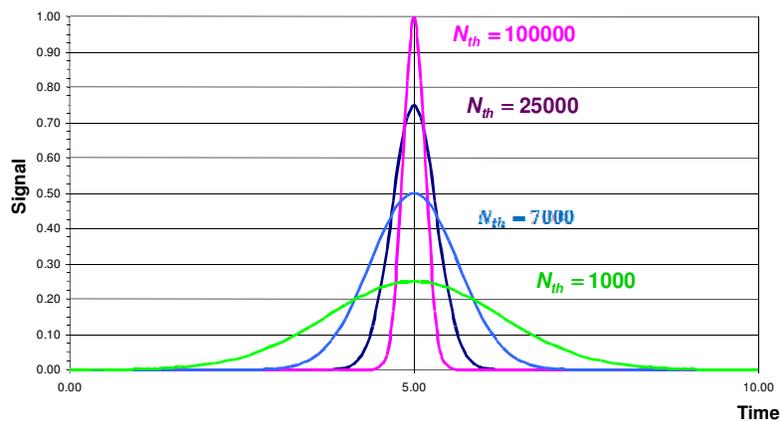
好的色谱峰形, $N_{th} = 5.54 \cdot \left(\frac{t_R}{b_{0.5}}\right)^2$

差的峰形, $N_{th} = 16 \cdot \left(\frac{t_R}{b_B}\right)^2$

30

ThermoFisher
SCIENTIFIC

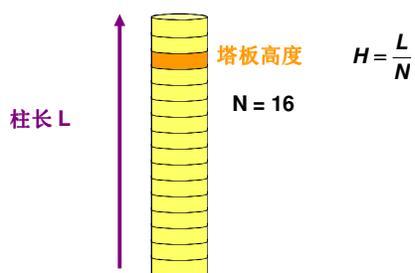
柱效与塔板数的关系



31

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱效-塔板高度, HETP



Height Equivalent of a Theoretical Plate, $HETP = \frac{L}{N_{th}} \approx ID$

32

ThermoFisher
SCIENTIFIC

著名的范德姆特 (Van Deemter) 方程

综合上述三个峰展宽的因数:

理论塔板高度 (Height equivalent to a theoretical Plate):

这里: $HETP = A + B / \mu + C \mu$

A = 涡流扩散 B = 纵向扩散 C = 传质阻力
 μ = 载气的线流量

低的 HETP = 高的色谱柱效率

如果已知有效塔板数, 则可计算:

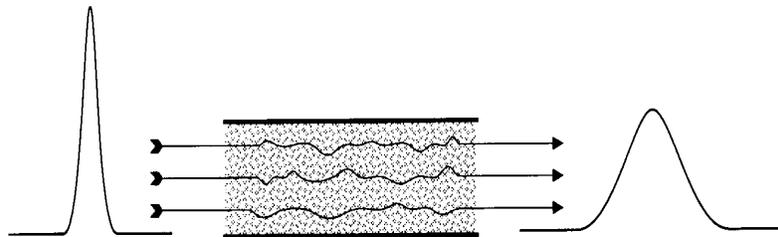
$$N_{\text{eff}} = L_{\text{col}} / HETP$$

33

ThermoFisher
SCIENTIFIC

影响色谱柱效率的因素 (峰展宽)

A. 涡流扩散 (不同路径的影响).



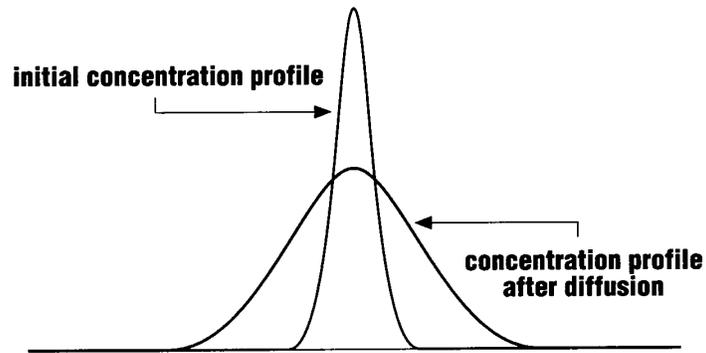
取决于色谱柱大小、形状和填充的好坏

毛细管柱可忽略该项

34

ThermoFisher
SCIENTIFIC

B. 纵向扩散.



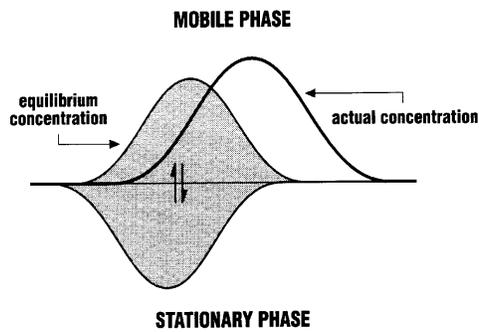
气相中分子的扩散

主要决定于气体流速

35

ThermoFisher
SCIENTIFIC

C. 传质阻力



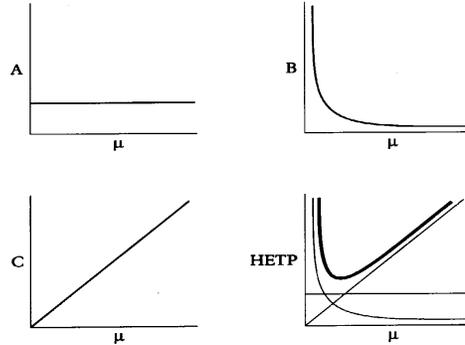
样品组分从气相到液相容易

主要取决于气体的流速和固定相量的多少。

36

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Van Deemter 图



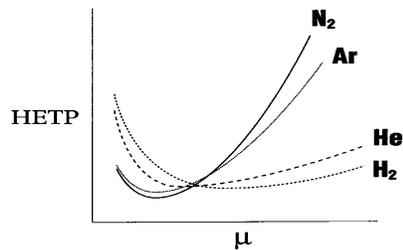
由该图可以得到最佳的线速度。

对于毛细管柱可忽略A项（涡流扩散），一般对于毛细管线速度为30-60 cm/sec。

37

ThermoFisher
SCIENTIFIC

载气对Van Deemter图的影响



N₂, 变化最大, 可得到最低的HETP。

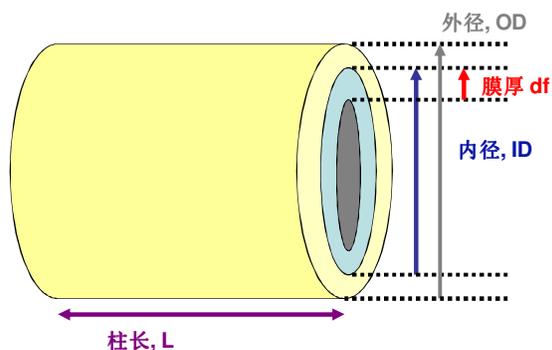
H₂ 和 He 曲线较平坦, 即使较高的流速下也能得到较低的HETP。

所以即使在较高的分析速度时, 也可以得到较好的分离度。

38

ThermoFisher
SCIENTIFIC

色谱柱参数



柱体积 $V_{column} = \pi \frac{ID^2}{4} L$

气体体积 $V_{gas} = \frac{\pi(ID-2df)^2}{4} L$

相体积 $V_{phase} = V_{column} - V_{gas}$

相比率 $\beta = \frac{V_{gas}}{V_{phase}} = 250 \frac{ID}{df}$

39

ThermoFisher
SCIENTIFIC

填充柱



填充柱

通常 内径2-4mm ID, 1/8"-1/4" 和 外径6mm

通常 2-3米长

玻璃、不锈钢、Silcosteel®

微径柱 1/16" (外径) x 0.050" (内径)

典型流量 10-50 mL/min

40

ThermoFisher
SCIENTIFIC

宽口径毛细柱

熔融石英或不锈钢 (Silcosteel®)
内径 0.32-0.53 mm ID, 5-100米长
柱流速 2-30 mL/min



宽口径毛细柱

较复杂的分离
流量和温度控制要求更高
比填充柱贵
比填充柱的载样量低

41

ThermoFisher
SCIENTIFIC

窄口径毛细柱

熔融石英或不锈钢 (Silcosteel®)
柱内径 0.10-0.25 mm ID, 柱长10-100米
柱流速 0.5- 1.5mL/min
非常复杂的分离



窄口径毛细柱

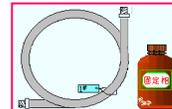
要求精确控制温度和流速
载样量低
分流或痕量不分流进样

42

ThermoFisher
SCIENTIFIC

色谱柱及使用条件的选择

1. 固定相的选择



气—液色谱，应根据“相似相溶”的原则

①分离非极性组分时，通常选用非极性固定相。各组分按沸点顺序出峰，低沸点组分先出峰。

② 分离极性组分时，一般选用极性固定液。各组分按极性大小顺序流出色谱柱，极性小的先出峰。

43

ThermoFisher
SCIENTIFIC

色谱柱及使用条件的选择

2. 柱长的选择

增加柱长对提高分离度有利（分离度 R 正比于柱长 L^2 ），但组分的保留时间 t_R ↑，且柱阻力↑，不便操作。

（1）柱长的选用原则是在能满足分离目的的前提下，尽可能选用较短的柱，有利于缩短分析时间。

（2）填充色谱柱的柱长通常为1~3米。

（3）可根据要求的分离度通过计算确定合适的柱长或实验确定。

44

ThermoFisher
SCIENTIFIC

色谱柱及使用条件的选择

3. 柱内径和膜厚的选择

(1) 内径越小柱效越高，但内径越大，柱容量也增加，允许进样量就越多。

(2) 厚液膜色谱柱用于保留和分离挥发性物质（如轻溶剂，气体）。厚液膜色谱柱有更高的惰性，其柱容量也高；但厚液膜色谱柱具有较高流失性，使用温度上限也有所下降。

(3) 薄液膜色谱柱用于降低高沸点物质和高分子量物质（如甾体，三甘油酸酯）的保留时间，并具有低流失性的特点；但薄液膜色谱柱的惰性较差，且柱容量较低。

45

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Trace Oven



Trace GC Oven

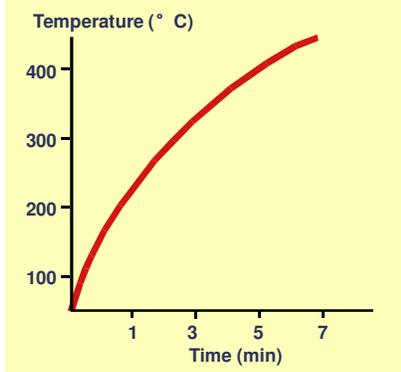
专利 1000 空洞快速GC 炉箱模块 + 专利进样口模块 + 专利检测器模块设计

46

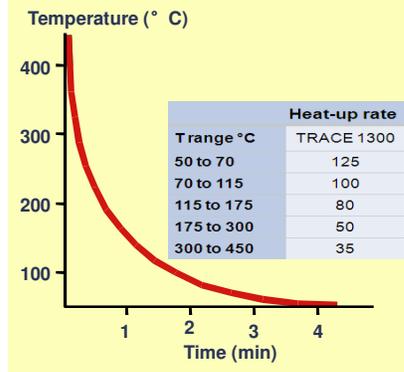
ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱温箱

加热50° C到 450° C~7分钟



冷却450° C到 50° C~4分钟



高效率 - 快速温度升降、最短平衡时间

47

ThermoFisher
SCIENTIFIC

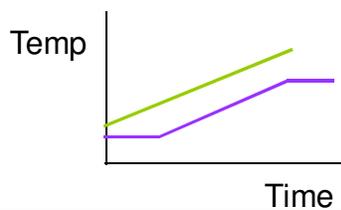
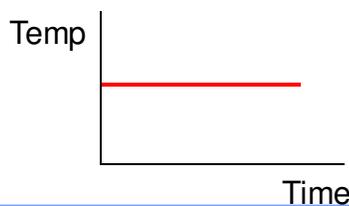
炉温的控制

恒温分析：适用于简单易分离的混合物

- 在整个分析过程中炉温保持不变
- 升温速率设为0

程序升温：对较复杂、难分离的混合物

- 可设多阶程序升温
- 减少分析时间并使色谱峰变窄



48

ThermoFisher
SCIENTIFIC

新的数字流量控制模式 (DCC)

DCC 可实现:

- Constant Flow 恒流
- Flow Programming 程序流量
- Constant Pressure 恒压
- Pressure programming 程序压力
- Surge pressure 脉冲压力
- Automated leak checking 自动检漏

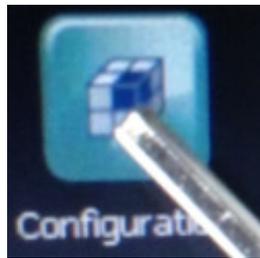


依赖于柱评价的结果

49

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱评价: 直接输入柱子尺寸 (理论 K值)

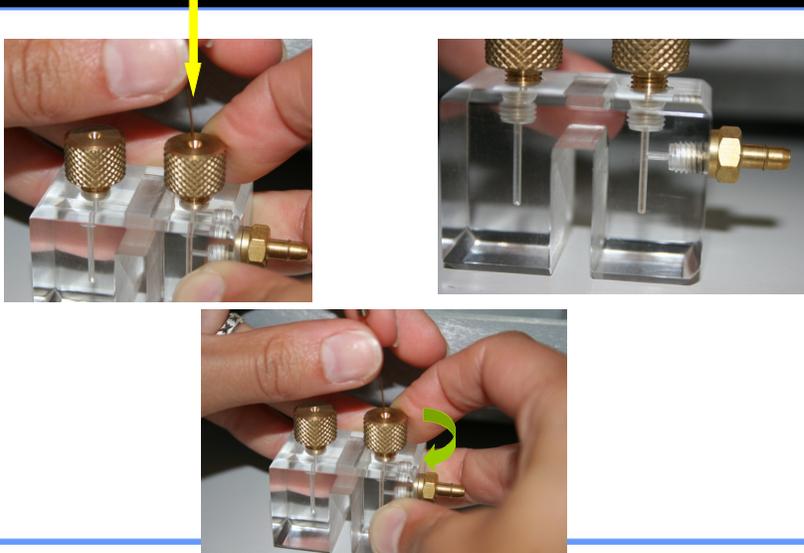


Description	
Column length (m)	30.00
Column ID (mm)	0.250
Film thickness (um)	0.25
Column evaluation	
Accurate ID tool Note: column length must be known	

50

ThermoFisher
SCIENTIFIC

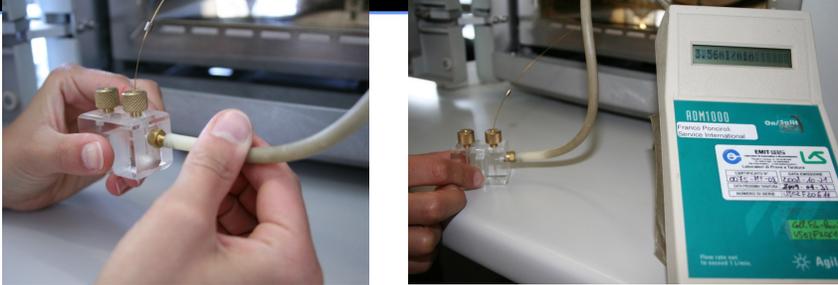
柱评价: 测量柱流速(实际 K值)



51

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱评价: 测量柱流速(实际 K值)



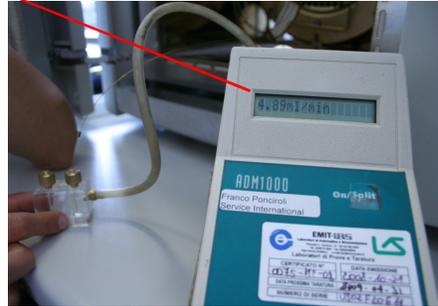
Column length (m)	30.00
Column ID (mm)	0.250
Film thickness (um)	0.25
Column evaluation	
Accurate ID tool	
Note: column length must be known	

52

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱评价：测量柱流速(实际 K值)

```
EVALUATING R COLUMN
Pressure (40)
Temp 29 Door Open
Measured Flow 0.6
```



53

ThermoFisher
SCIENTIFIC

柱评价：测量柱流速(实际 K值)

```
R. COL EVALUATION
COMPLETED
SUCCESSFULLY
K = 0.1425
```

```
RIGHT COLUMN INFO
Pre/Post column? N
Column K = 0.1425
Calc'd ID (0.318)
```

计算后得到的内径是计算实际K值的基础

54

ThermoFisher
SCIENTIFIC

K 值表

TRACE™ GC K Factor Quick Reference

Helium Carrier Gas Theoretical K Factors

The tables on this card indicate the expected K factors for columns of ideal dimensions when using helium, hydrogen, or nitrogen as a carrier gas. Use this information when interpreting results from a Column Evaluation.

Deviations from this chart will occur due to dimensional tolerances.

For example, a 30 m x 0.25 mm column will typically give K factors of 1.5–2.0. Large deviations from the expected values will indicate leaks in the septum or column ferrule or a plugging of the column at the inlet or exit points.

Refer to Chapter 4 of the TRACE™ GC Operating Manual for more information about column evaluation.

COLUMN LENGTH (m)	COLUMN ID (mm)							
	0.10	0.15	0.18	0.20	0.22	0.25	0.32	0.53
5	11.1	2.19	1.06	0.694	0.474	0.284	0.156	
6	13.3	2.63	1.27	0.833	0.569	0.341	0.127	
7	15.5	3.07	1.48	0.971	0.663	0.399	0.148	
8	17.8	3.51	1.69	1.11	0.758	0.455	0.169	
9	20.0	3.95	1.90	1.25	0.853	0.511	0.191	
10	22.2	4.39	2.11	1.39	0.948	0.568	0.212	
15		6.58	3.17	2.08	1.42	0.852	0.318	0.242
20		8.77	4.23	2.78	1.90	1.14	0.423	0.056
25		11.0	5.29	3.47	2.37	1.42	0.529	0.070
30		13.2	6.34	4.16	2.84	1.70	0.635	0.084
35		15.3	7.40	4.86	3.32	1.99	0.741	0.098
40		17.5	8.46	5.55	3.79	2.27	0.847	0.113
45		19.7	9.52	6.24	4.26	2.56	0.953	0.127
50		21.9	10.6	6.94	4.74	2.84	1.06	0.141
55		24.1	11.6	7.63	5.21	3.13	1.16	0.155
60			12.7	8.33	5.69	3.41	1.27	0.169
65			13.7	9.02	6.16	3.69	1.38	0.183
70			14.8	9.71	6.63	3.98	1.48	0.197
75			15.9	10.4	7.11	4.26	1.59	0.211
80			16.9	11.1	7.58	4.55	1.69	0.225
85			18.0	11.8	8.06	4.83	1.80	0.239
90			19.0	12.5	8.53	5.11	1.91	0.253
95			20.1	13.2	9.00	5.40	2.01	0.267
100			21.1	13.9	9.48	5.68	2.12	0.281
105			22.2	14.6	9.95	5.97	2.22	0.295



© 1999 ThermoQuest
All rights reserved.
Printed in the USA.
PN 3179241 Rev. 8, September 1999

TRACE GC 1300 & 1310检测器介绍

Trace GC Ultra检测器

NPD ECD FID FPD PID PDD

可互换的离子化检测器

ThermoFisher
SCIENTIFIC

57

Trace 1300 检测器

TCD NPD

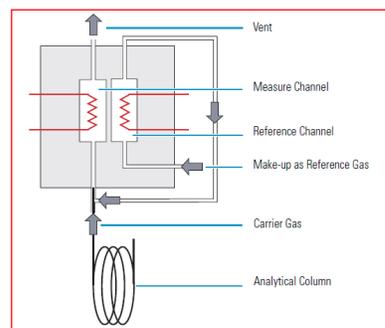
FID ECD

ThermoFisher
SCIENTIFIC

58

热导检测器 (TCD)

- 通用型
- 非破坏
- 物理检测原理
- 浓度依赖性检测器
- 两个灵敏的灯丝

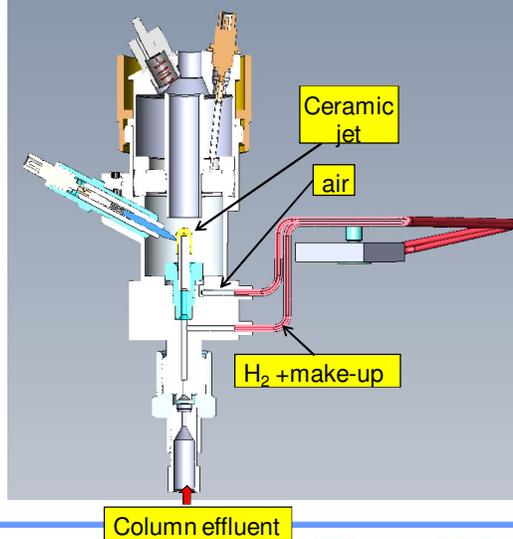


59

ThermoFisher
SCIENTIFIC

氢火焰离子化检测器 (FID)

- 通用型检测
- 离子化
- 质量型检测器
- 破坏样品



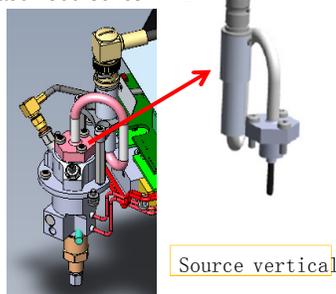
60

ThermoFisher
SCIENTIFIC

氮磷检测器 (NPD)

- 针对含N和P的有机化合物响应
- 离子化检测器
- 质量检测器
- 热离子源

Trace 1300 series NPD



特点:

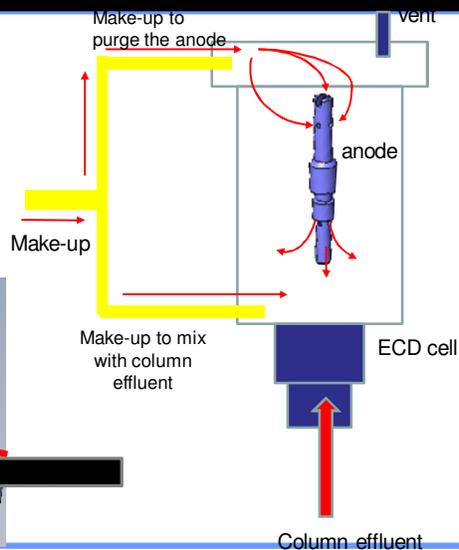
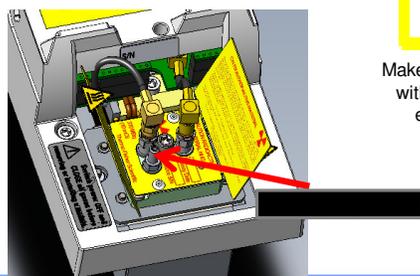
- 1) 对含 N、P 化合物的具有选择性: 对 P 的响应是对 N 的响应的 10 倍, 是对 C 原子的104-104倍。
- 2) 灵敏度高: 与 FID 对 P、N 的检测灵敏度相比, NPD 分别是 FID 的 500 倍(对 P); 50 倍(对 N)。

61

ThermoFisher
SCIENTIFIC

电子捕获检测器 (ECD)

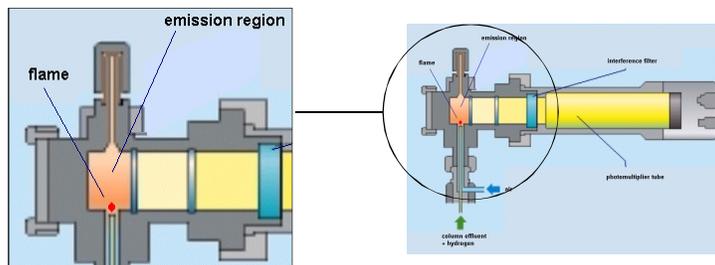
- 选择性相应
- 非破坏性
- 离子化检测
- 浓度依赖型
- 放射源 ^{63}Ni



62

ThermoFisher
SCIENTIFIC

火焰光度检测器 (FPD)



被激发的样品分子发射出特征波长的光谱，通过经选择的干涉滤光片测量：

S 394 nm

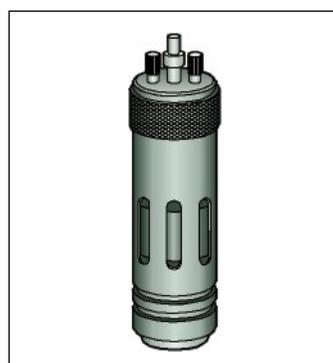
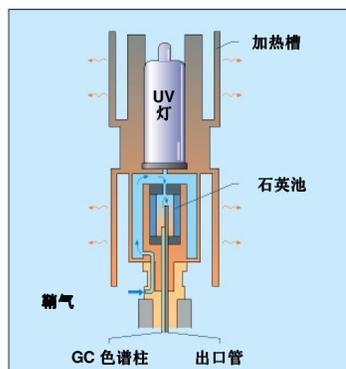
P 526 nm

Sn 610 nm

63

ThermoFisher
SCIENTIFIC

光离子化检测器 (PID)



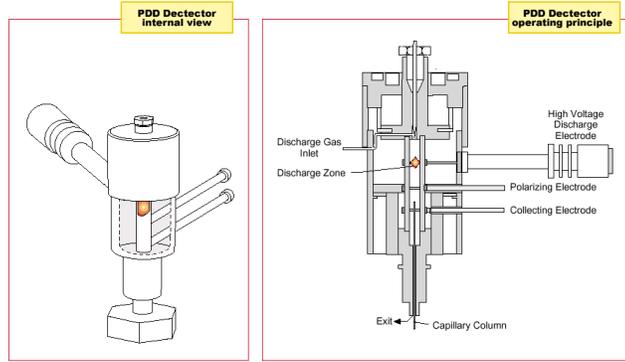
- 选择性相应
- 非破坏性
- 离子型检测器

- 浓度依赖型
- 四种可更换的 UV 灯

64

ThermoFisher
SCIENTIFIC

脉冲放电检测器 (PDD)



用于高纯气体中杂质的分析
检测限可达 ppb(v/v) 级

65

ThermoFisher
SCIENTIFIC

检测器通用特点

相应机理

浓度依赖型: TCD, ECD, PID
质量型检测器: FID, NPD, FPD

非破坏性

TCD, ECD, PID

破坏性

FID, NPD, FPD

相应类型

通用型: TCD, FID, (PID)
选择性: ECD, NPD, FPD,
(PID)

66

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Matching a sample with a GC

气体	—————	TCD, PDD, PID
碳氢化合物	—————	TCD, FID, PDD, PID
卤代化合物	—————	ECD,
含氮化合物	—————	NPD,
含硫化合物	—————	FPD, PFPD,
含磷化合物	—————	FPD, PFPD, NPD,
含氧化合物	—————	TCD, PDD,

67

ThermoFisher
SCIENTIFIC

第二章

ISQ基本结构及原理

68

ThermoFisher
SCIENTIFIC

什么是质谱?

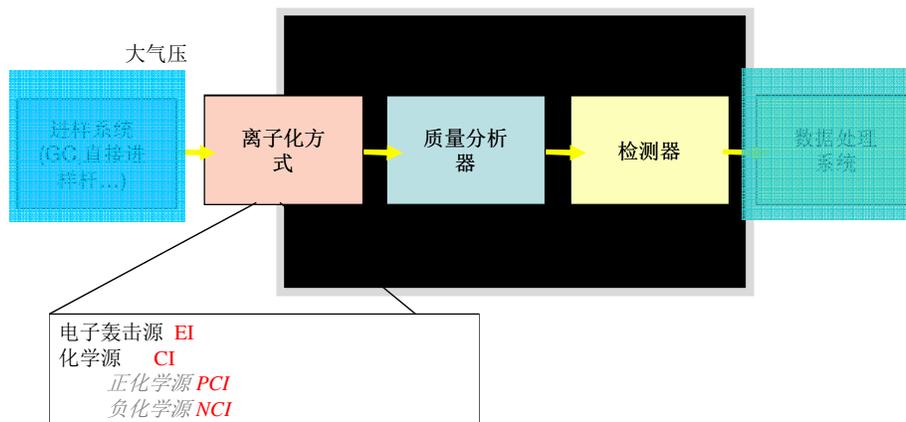
“The basis in MS (mass spectrometry) is the production of ions, that are subsequently separated or filtered according to their mass-to-charge (m/z) ratio and detected. The resulting mass spectrum is a plot of the (relative) abundance of the produced ions as a function of the m/z ratio.” (质谱的基础是产生离子, 这些离子随后按质荷比被分离或被过滤并被检测。得到的质谱图是产生离子质荷比的相对丰度曲线图)

Niessen, W. M. A.; Van der Greef, J., *Liquid Chromatography–Mass Spectrometry: Principles and Applications*, 1992, Marcel Dekker, Inc., New York, p. 29.

69

ThermoFisher
SCIENTIFIC

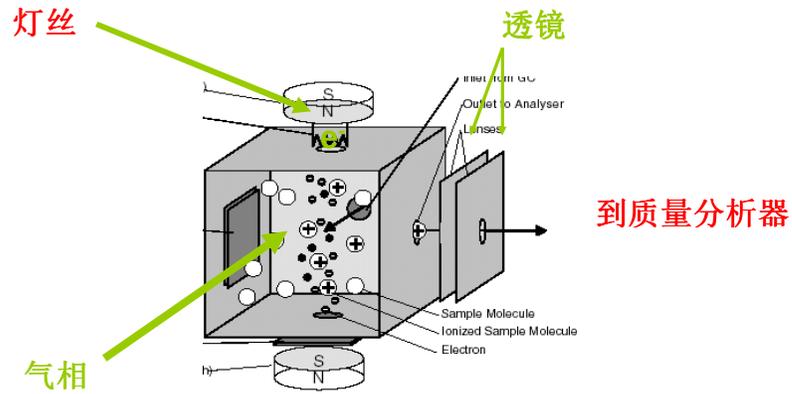
四极杆质谱仪的组成部分



70

ThermoFisher
SCIENTIFIC

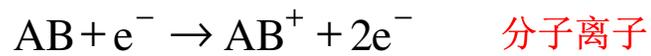
离子源结构



71

ThermoFisher
SCIENTIFIC

EI源电离



一个 70 eV 电子 带有 6750 kJ/mol

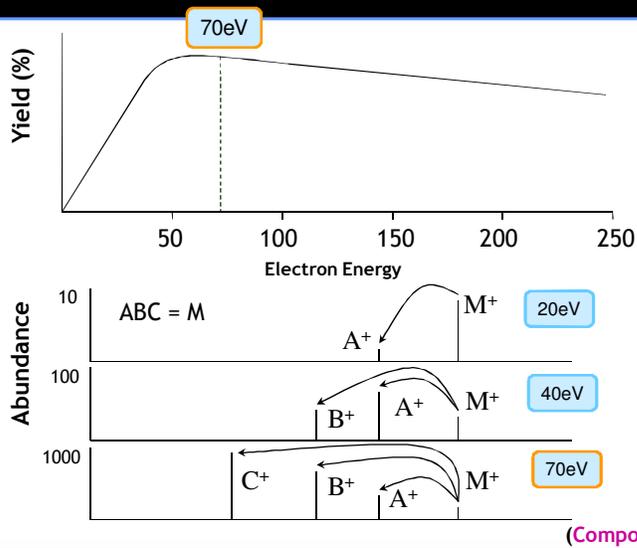
键能一般在 100 到 1000 kJ/mol

因此，键被打断

72

ThermoFisher
SCIENTIFIC

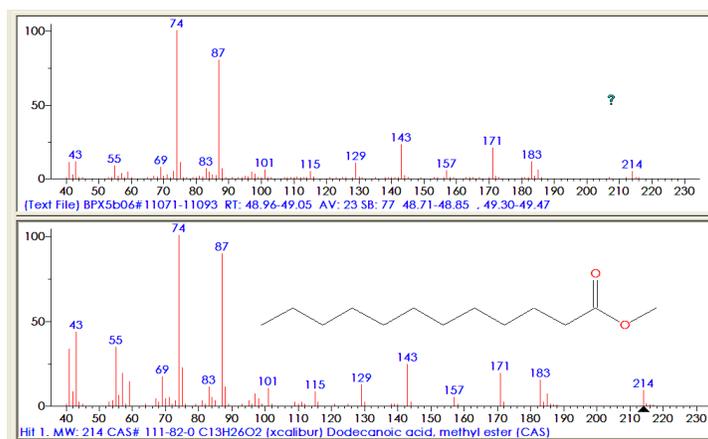
电子能量



73

ThermoFisher
SCIENTIFIC

EI 质谱图和谱库检索结果比较

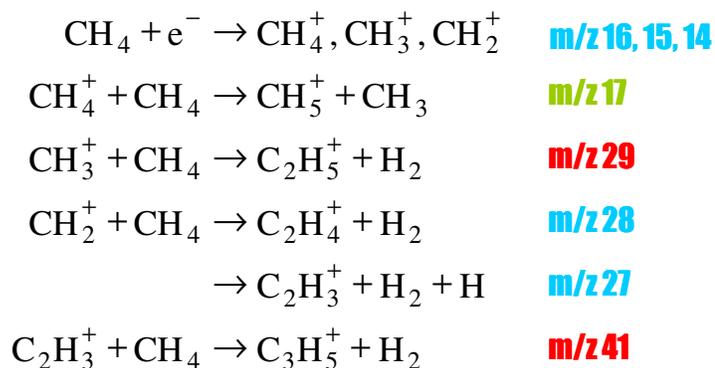


74

ThermoFisher
SCIENTIFIC

正化学源电离

- 反应气反应 (甲烷)

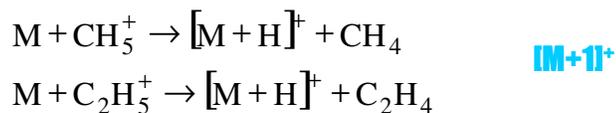


75

ThermoFisher
SCIENTIFIC

正化学源电离

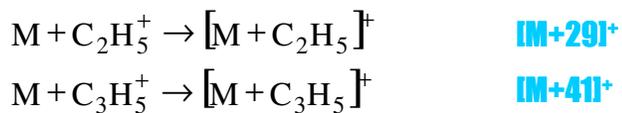
- 质子转移, 样品分子得到一个质子



- 样品分子丢失一个质子



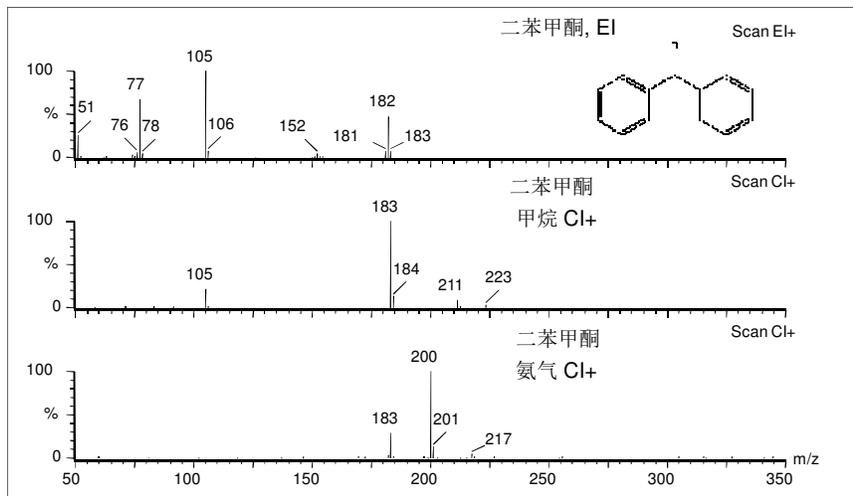
- 加合反应



76

ThermoFisher
SCIENTIFIC

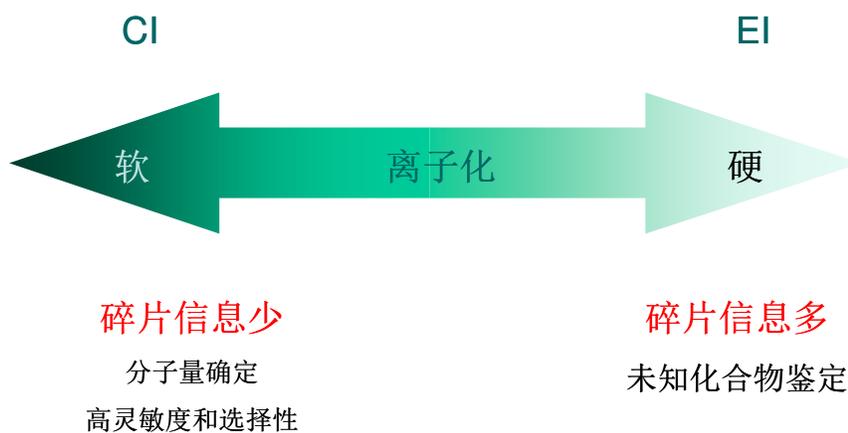
EI & PCI 谱图比较



77

ThermoFisher
SCIENTIFIC

离子化方式 vs. 碎片信息

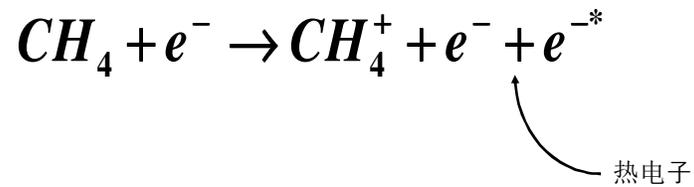


78

ThermoFisher
SCIENTIFIC

负化学源电离

- 反应气反应 (甲烷)



79

ThermoFisher
SCIENTIFIC

负化学源电离

- Resonance capture



- Dissociative resonance capture



e^{-*} : thermal electron

80

ThermoFisher
SCIENTIFIC

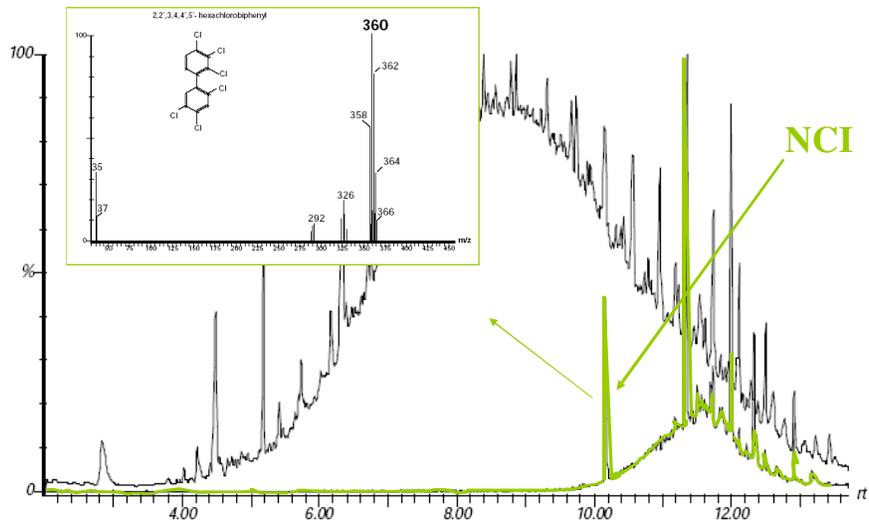
负化学源电离优点

- 分子量信息
- 比正化学源高百倍的灵敏度
- 对于卤代化合物的高选择性
- 适合复杂介质的分析

81

ThermoFisher
SCIENTIFIC

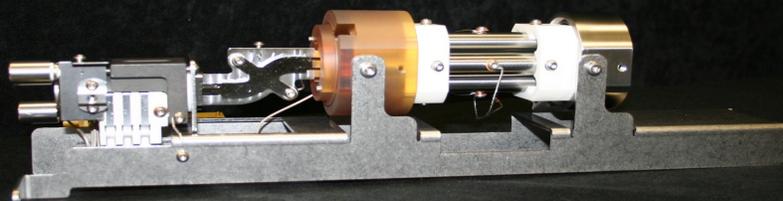
EI 和 NCI 谱图比较



82

ThermoFisher
SCIENTIFIC

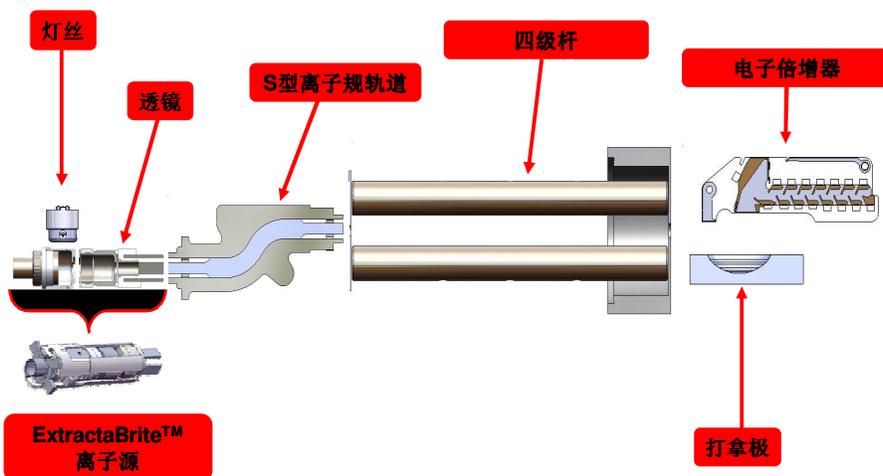
ISQ四极杆 MS



83

ThermoFisher
SCIENTIFIC

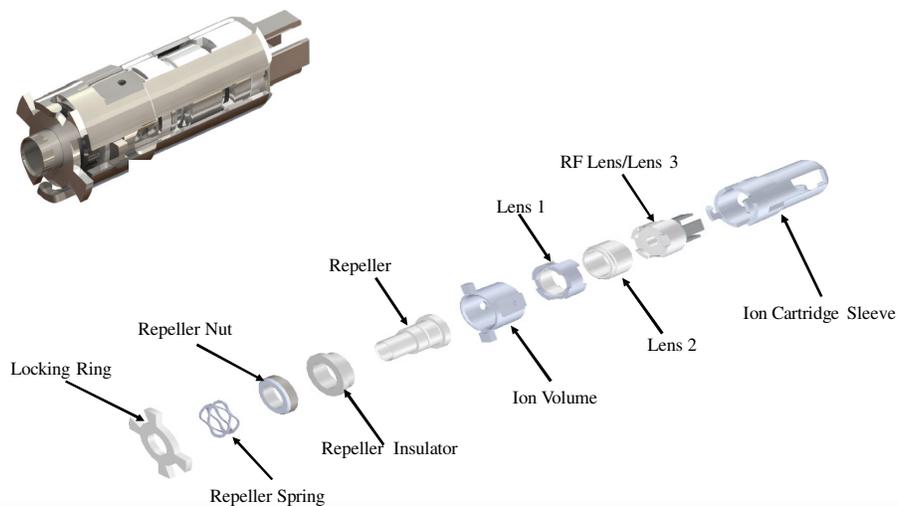
ISQ 示意图



84

ThermoFisher
SCIENTIFIC

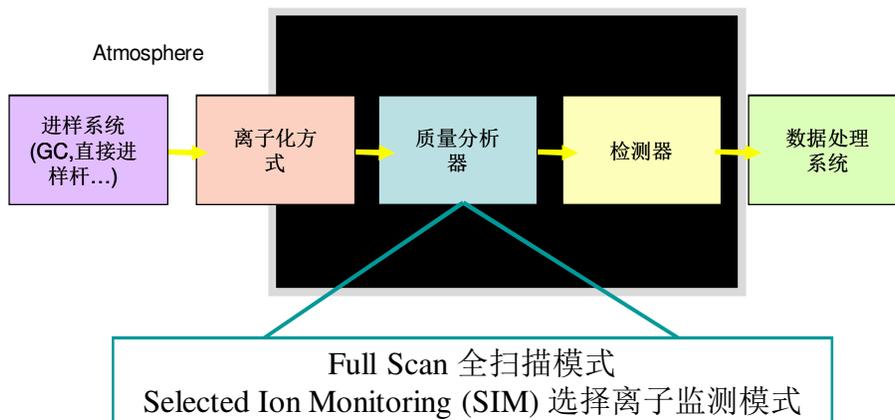
Trace ISQ 离子源



85

ThermoFisher
SCIENTIFIC

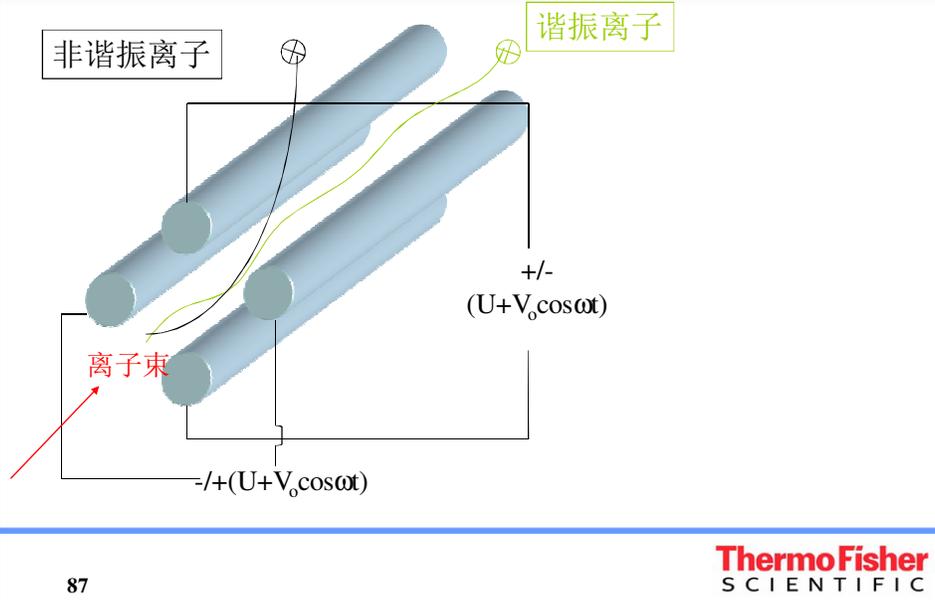
四极杆质谱仪的组成部分



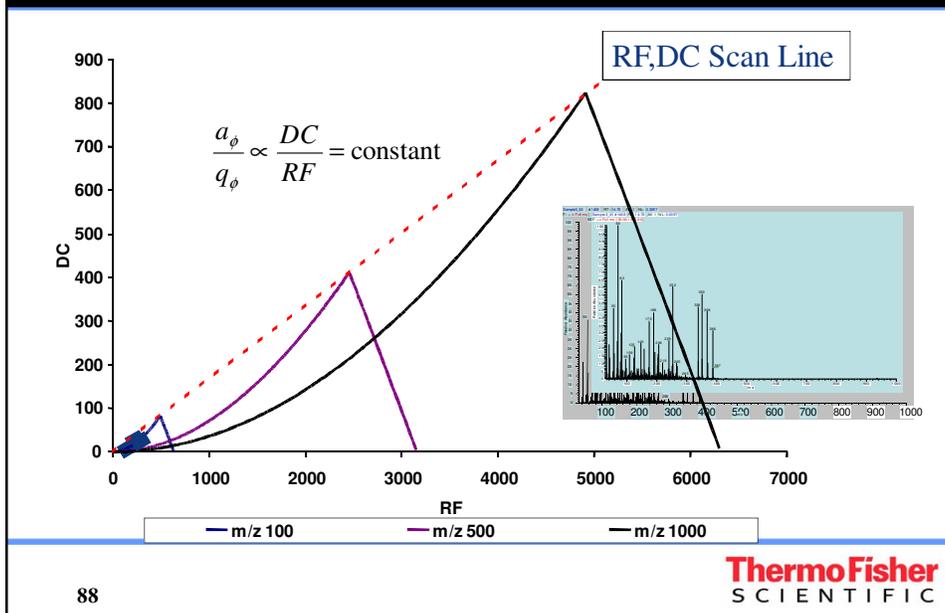
86

ThermoFisher
SCIENTIFIC

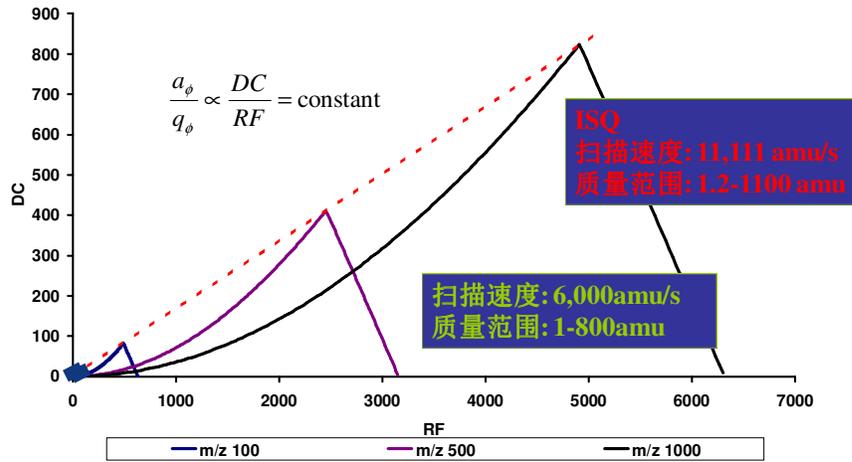
四极杆分析器



Full Scan



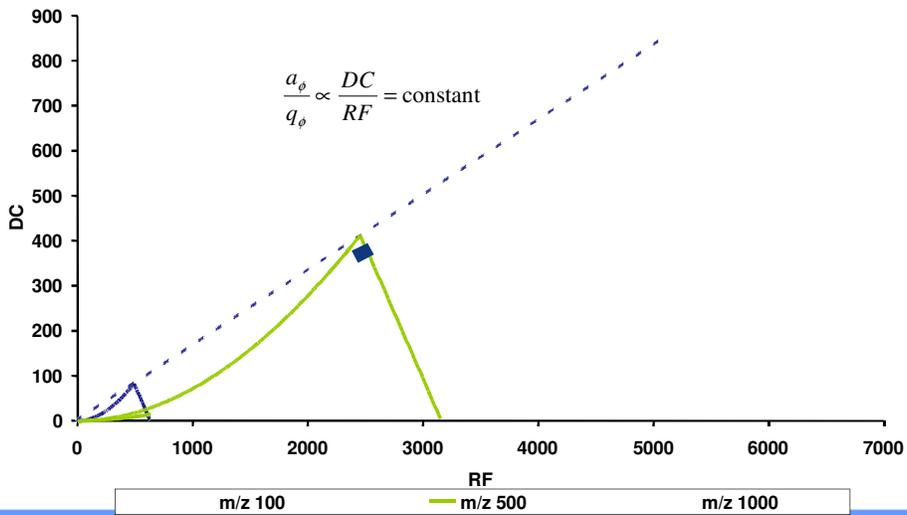
扫描速度和质量范围



89

ThermoFisher
SCIENTIFIC

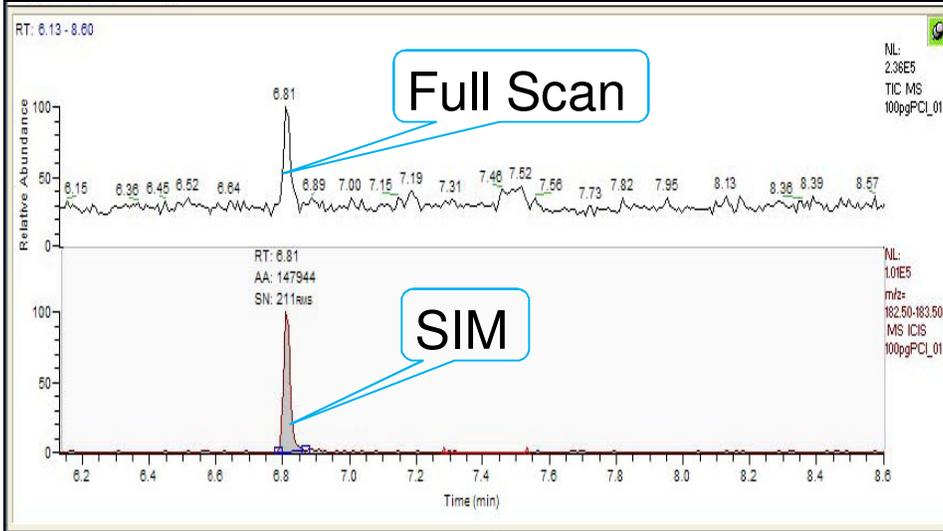
SIM



90

ThermoFisher
SCIENTIFIC

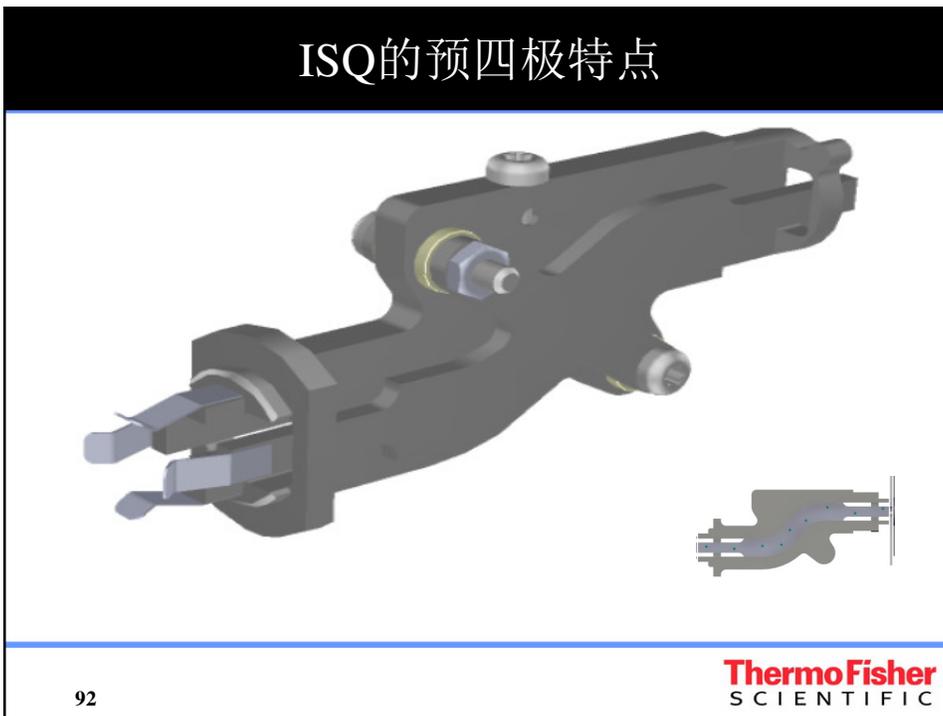
Full Scan 和 SIM的灵敏度比较



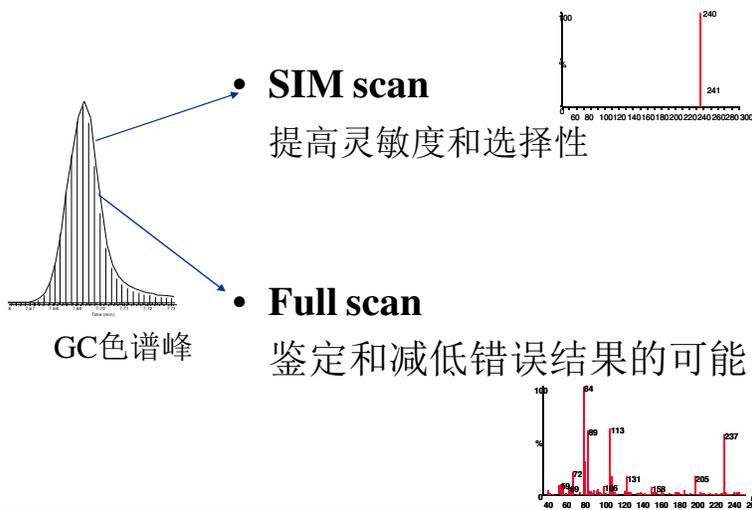
91

ThermoFisher
SCIENTIFIC

ISQ的预四极特点



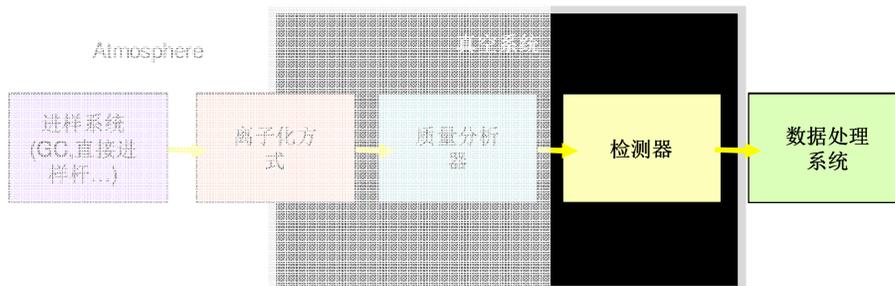
什么是Full scan / SIM数据同时采集?



93

ThermoFisher
SCIENTIFIC

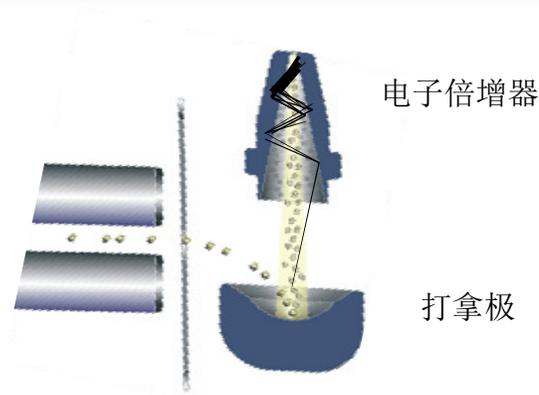
四极杆质谱仪的组成部分



94

ThermoFisher
SCIENTIFIC

检测器



Trace ISQ 和 ITQ 脉冲正负CI选件 (PPINICI)
在交替扫描同时获得正CI和负CI质谱图

在仪器方法中设定检测器增益

Method Setup

Method type: Acquisition (Use acquisition methods to acquire data)

MS transfer line temp.: 200 °C Ionization mode: CI

Ion source temp.: 200 °C CI gas type: None

Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 0.00 mL/min

Run completion: GC run time Probe run time

Stop after: 10.00 min

Time (min)	Mass List no. Range (amu)	Divide or Scan Times (sec)	Tune File Name	Time (min)	Total Scan Time (sec)	Use Last Tuned Detector Gain	Detector Gain
4.00	S07650	0.2	(Last Saved)	4.00	0.204	<input checked="" type="checkbox"/>	1.00E+05

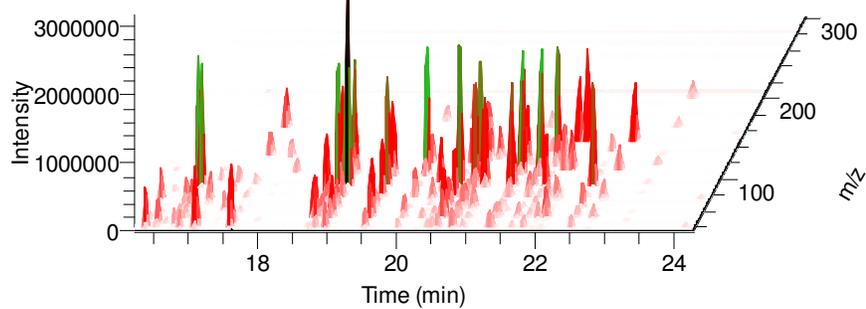
第三章

提取离子模式与总离子流图

97

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS得到的谱图是三维的

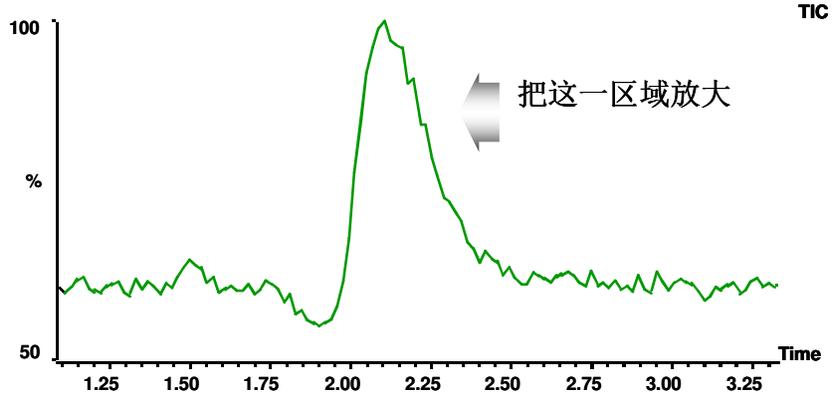


气质联用的数据是三维的：保留时间，响应值，质荷比

98

ThermoFisher
SCIENTIFIC

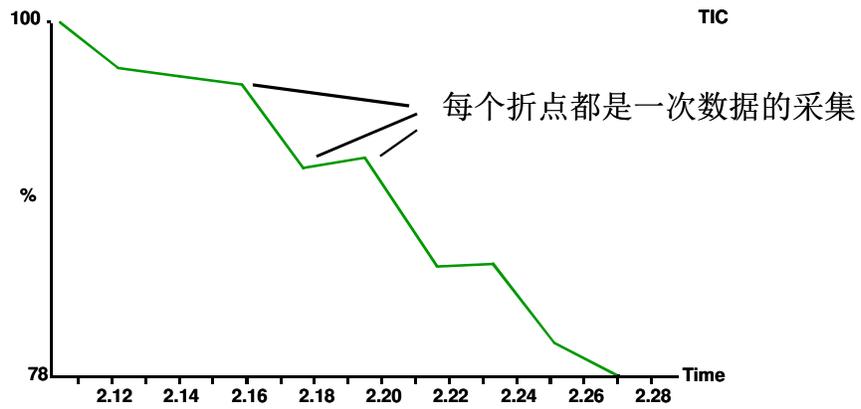
色谱图



99

ThermoFisher
SCIENTIFIC

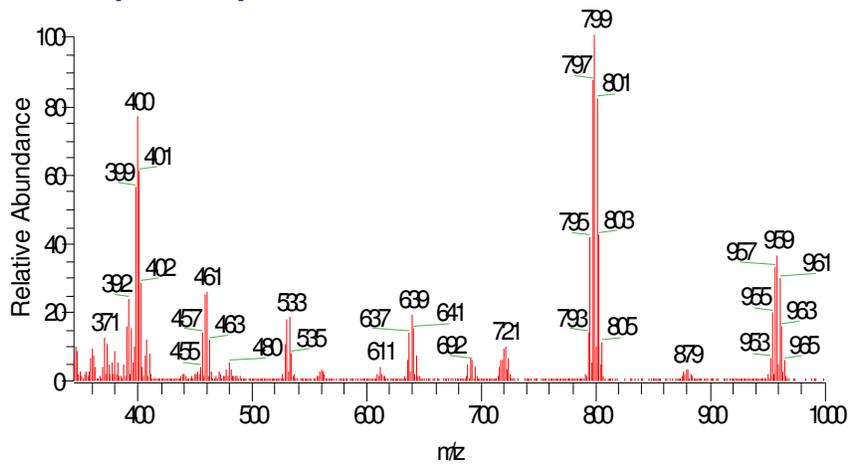
色谱图



100

ThermoFisher
SCIENTIFIC

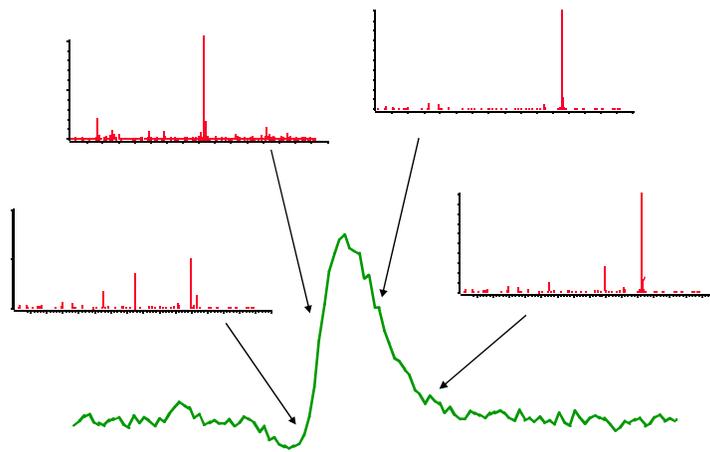
质谱图



101

ThermoFisher
SCIENTIFIC

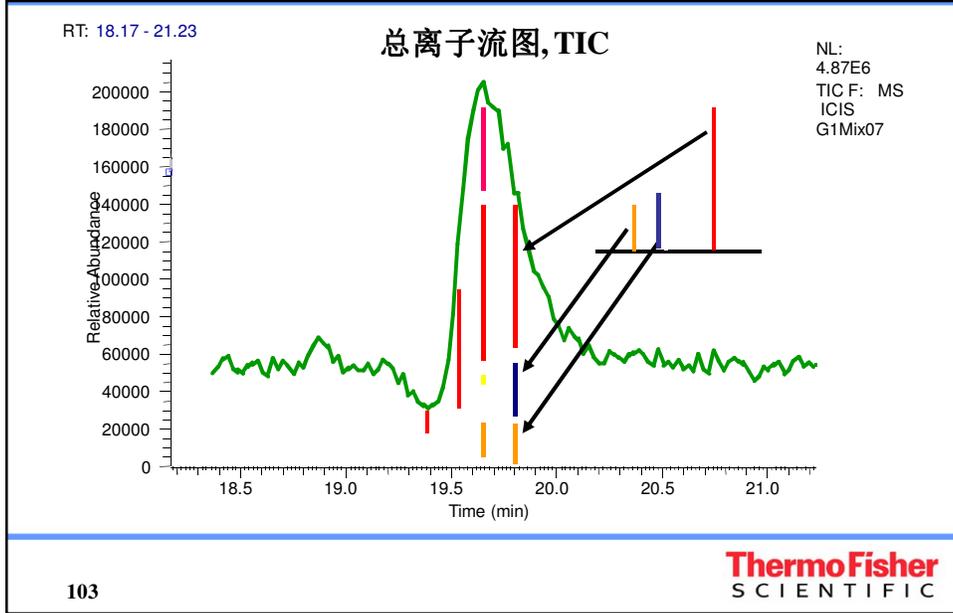
色谱峰上的每一点的质谱图都是唯一的



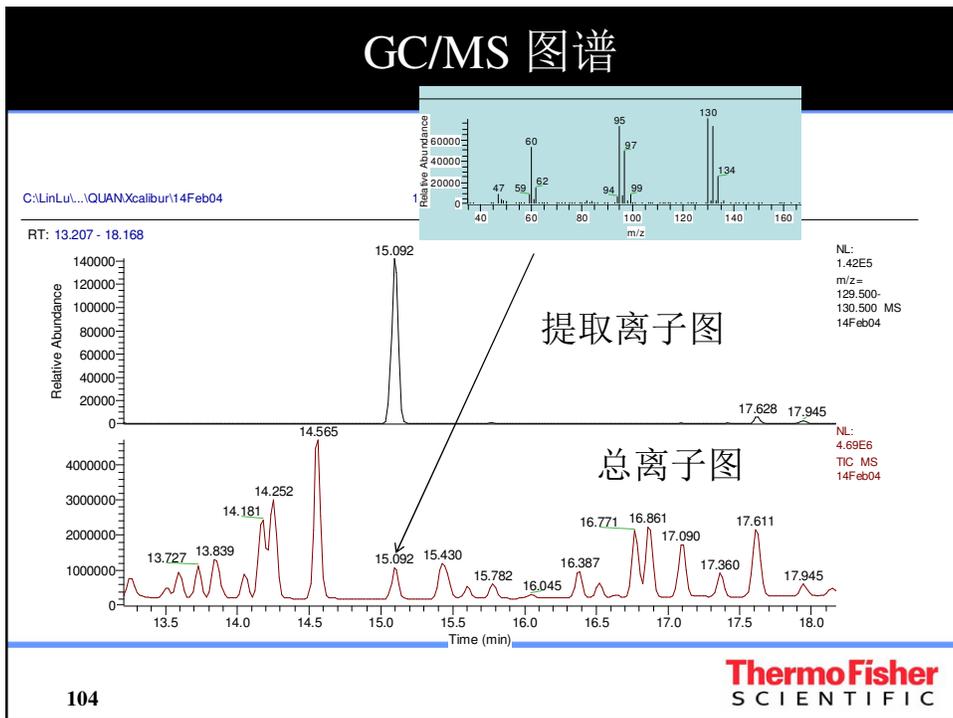
102

ThermoFisher
SCIENTIFIC

TIC图是由不同的质荷比的信号强度叠加而成



GC/MS 图谱



Data View – 提取离子模式

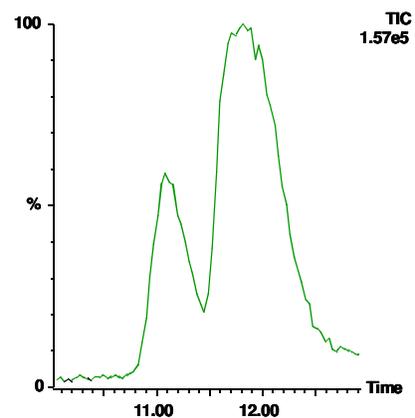
- 去除背景的影响
- 提高S/N
- 分离重叠峰

105

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Data View – 提取离子模式

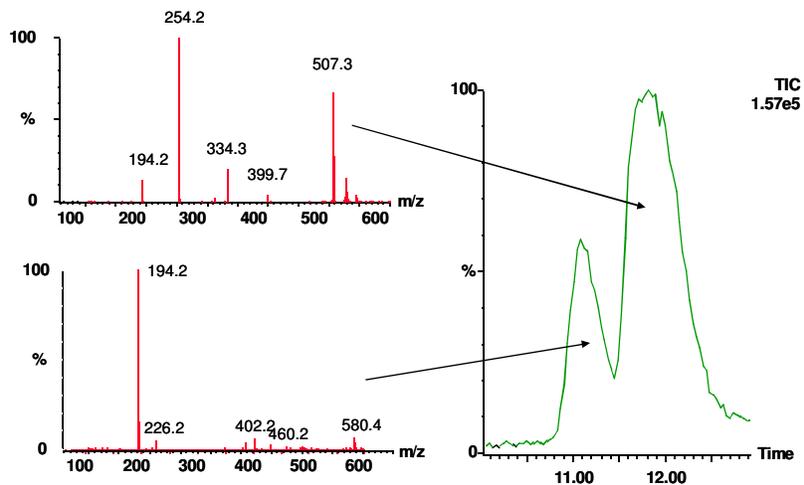
- 在TIC上可以看到两个非常相近的共流出峰，但是每个峰有不同的质谱图，代表不同的化合物。



106

ThermoFisher
SCIENTIFIC

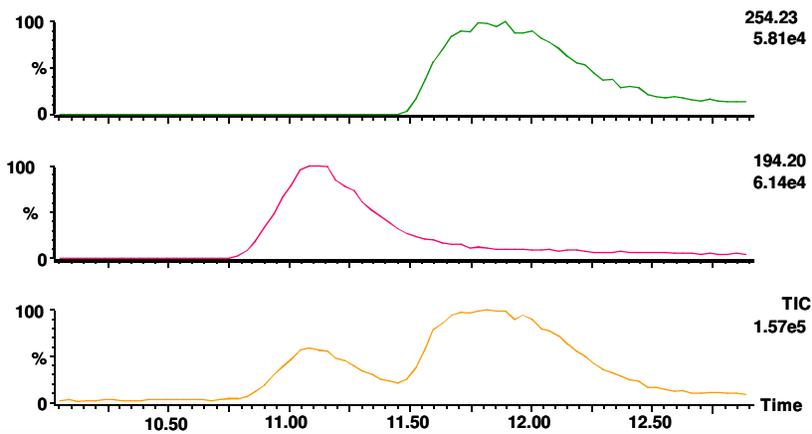
数据查看 - 提取离子模式



107

ThermoFisher
SCIENTIFIC

分离重叠峰



108

ThermoFisher
SCIENTIFIC

提取离子模式

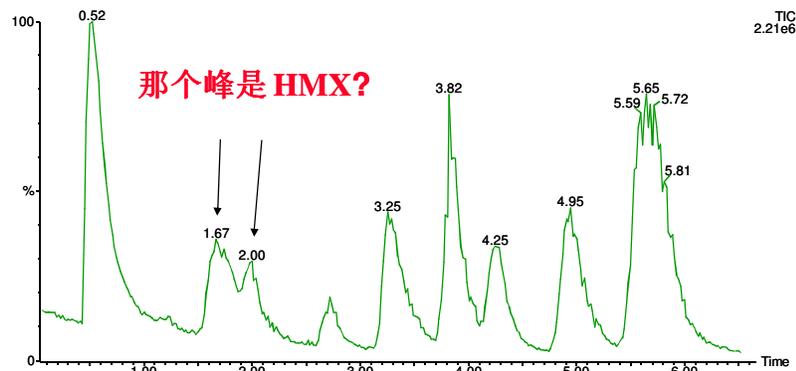
- 提取离子模式能得到较好的S/N
 - 去除背景
 - 分离共流出峰
- 提取离子模式可以用来做
 - 峰检测
 - 精确的定量

109

ThermoFisher
SCIENTIFIC

峰检测

- TIC

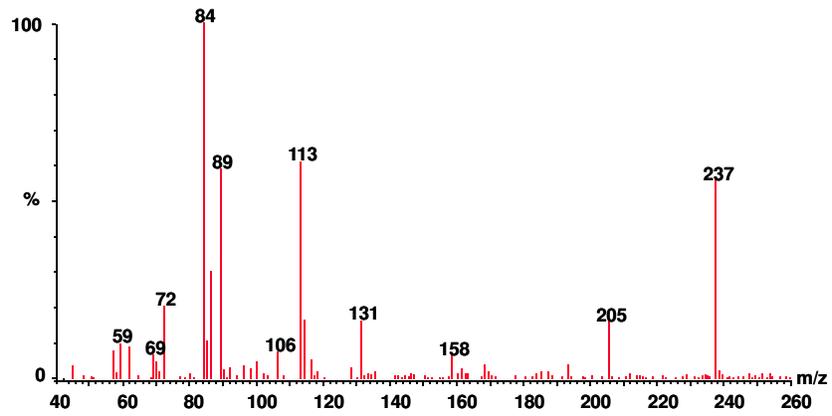


110

ThermoFisher
SCIENTIFIC

峰检测

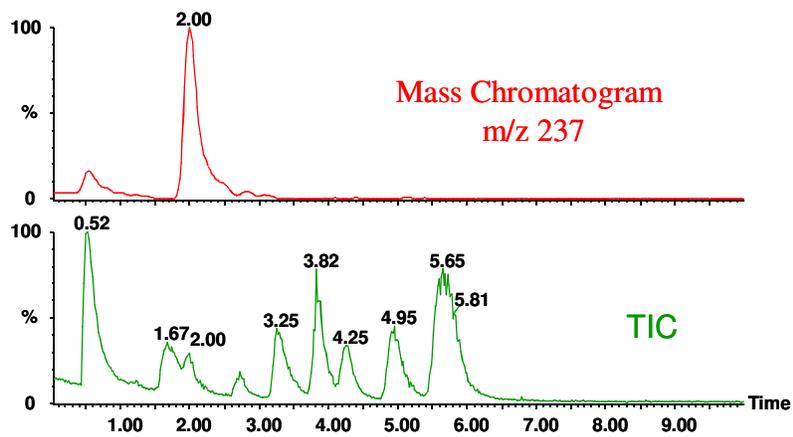
• HMX的质谱图



111

ThermoFisher
SCIENTIFIC

峰检测



112

ThermoFisher
SCIENTIFIC

数据查看 – 两种选择

- 总离子流图Total Ion Chromatogram
 - 适合看总的色谱图和所有的出峰情况
- 提取离子模式Extracted Ion Traces
 - 适合追踪目标化合物

第四章

赛默飞气相色谱常见耗材与试剂介绍

GC 隔垫

BTO

- 低流失隔垫 – 是 MS 应用的理想选择
- 优异的机械性能
- 几乎消除进样口黏连
- 最高耐温可达 400°C



低流失材质

TR-Green

- 低流失隔垫
- 使用寿命长
- 最高耐温可达 400°C



长使用寿命材质

Marathon

- 适用于隔垫使用寿命长的要求
- 尤其适合自动进样
- 进样次数可高达400次
- 最高耐温可达 400°C



高机械耐受性材质

TR-Blue

- 常规应用隔垫
- 易于穿透
- 最高耐温可达 200-250°C
- 适用于绝大多数的气相应用



常规应用材质

在推荐的温度范围内使用隔垫

115

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 衬管选择

- 衬管是进样口系统的中心部分，使液体样品进样后在此气化为气体，再进入到毛细柱中
- 选择考虑：
 - 内径/衬管体积—4 mm/6 mm?
 - 进样类型—分流？不分流？
 - 是否有填充物？何种填充物？
 - 衬管的其他特性



116

ThermoFisher
SCIENTIFIC

超高惰性LinerGOLD

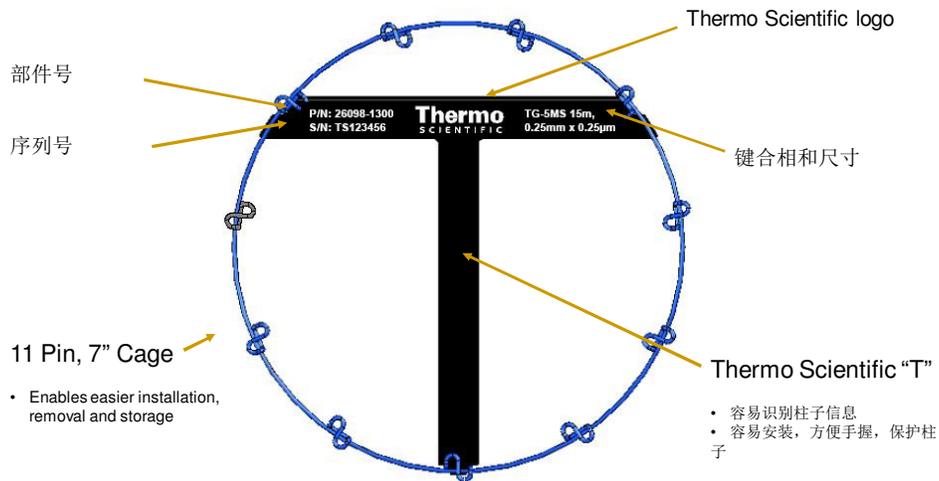
- 对于各种性质的化合物可提供更高层次的惰性
- 专利的去活处理有助于确保惰性的气相色谱流路
- 可确保样品分析结果的准确度、精密度和重现性
- 对于活性物质具有更低检出限



117

ThermoFisher
SCIENTIFIC

全新TraceGOLD GC 柱



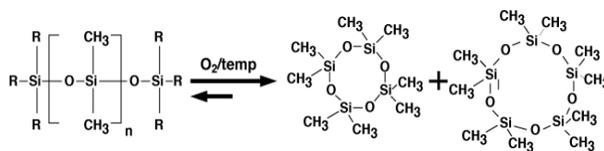
118

ThermoFisher
SCIENTIFIC

气相柱流失的原因?

- 键合相在高温下（不一定在最高程序温度）
- 高温下，载气中含有氧气
- 上样容易反应的化合物

聚硅氧烷链断裂成小型硅氧烷环，使得基线上升（色谱柱流失）

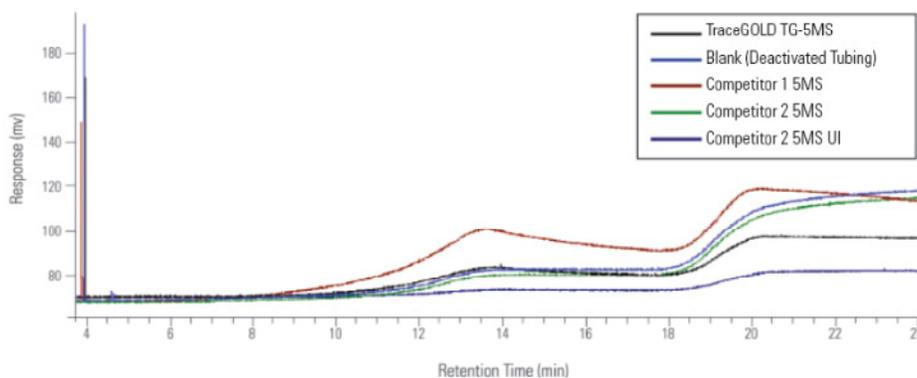


119

ThermoFisher
SCIENTIFIC

超低柱流失-TraceGOLD

- 所有都是5% Phenyl MS 键合相
- 所有柱子都按操作说明老化
- Instrument Trace Ultra GC, SSL / FID



120

ThermoFisher
SCIENTIFIC

TraceGOLD Sil 系列

1. 惰性高—多数化合物具有良好峰形
2. 柱流失低
3. 耐高温



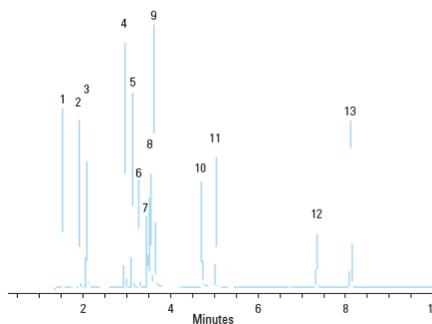
固定液种类	最高操作耐温
TG-5 MS	330°C / 350°C
TG-5 SiIMS	330°C / 350°C
TG-17 MS	300°C / 320°C
TG-17 SiIMS	340°C / 360°C
TG-624 MS	240°C
TG-624 SiIMS	320°C

121

ThermoFisher
SCIENTIFIC

TraceGOLD Amine 系列

- TG-5 MS AMINE 优化用于碱性化合物分析的5%苯基甲基聚硅氧烷
- TG-35 MS AMINE 优化用于碱性化合物分析的35%苯基甲基聚硅氧烷
- 可分析ppm级别的胺类成分，包括烷基胺，二胺，三胺，乙醇胺
- 也可用于分析中性和弱酸性化合物（例如酚类）以及较易发生氢键结合的化合物



色谱柱: TG-5MS Amine 30m x 0.32mm x 1.0µm

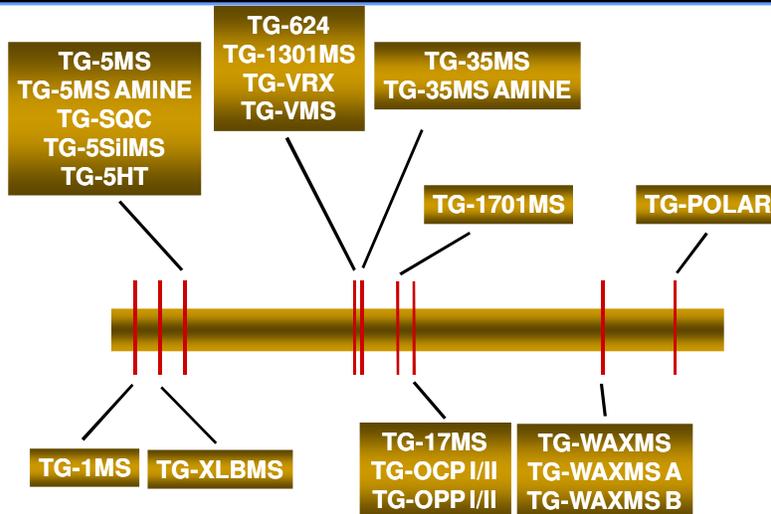
部件号: 26097-2970
 温度: 以10°C/min的速度从120°C升至220°C
 检测器类型: FID
 载气: 氢气
 流速: 40cm/min
 进样体积: 1.0µL
 进样模式: 分流 25:1, 300°C

- | | |
|----------|----------------|
| 1. 二乙胺 | 8. 辛酸 |
| 2. 吡啶 | 9. 1-甲基-2-吡咯烷酮 |
| 3. 吗啉 | 10. 2-硝基酚 |
| 4. 苯酚 | 11. 2,6-二甲基苯胺 |
| 5. 苯胺 | 12. 尼古丁 |
| 6. 2-氟酚 | 13. 2-硝基苯胺 |
| 7. 二乙基三胺 | |

122

ThermoFisher
SCIENTIFIC

键合相的选择-从非极性到极性



123

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 刃环选择

- 刃环用于密封毛细柱和衬管到系统的连接
- 不正确的刃环选择会导致色谱问题
- 选择刃环要考虑到：
 - 密封性
 - 匹配不同柱子的外径
 - 不会黏在柱子或螺母上
 - 耐受温度循环



124

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 刃环选择

材质	用于	优势	缺点
100% 石墨	FID, NPD	<ul style="list-style-type: none">易于使用, 密封稳定易于移除可重复利用	<ul style="list-style-type: none">不适用于质谱及氧敏检测器柔软, 易变形或毁坏可能造成系统污染
85% Vespel / 15% 石墨	MS 和 氧敏检测器	<ul style="list-style-type: none">使用寿命长MS 兼容	<ul style="list-style-type: none">不能重复使用在初始温度循环后必须再次紧固
SilTite 金属	MS 和 氧敏检测	<ul style="list-style-type: none">使用寿命长MS 兼容	<ul style="list-style-type: none">不能重复使用

125

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 刃环 – 安装

- 当新的毛细柱或者进样器/检测器安装时, 需要更换刃环
- 对于不同系统, 选择合适的刃环材质
- 避免污染
- 确保刃环安装在柱子的合适位置 (参见安装指南)
- 不要安装过紧—先用手拧, 再使用扳手拧紧

126

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用试剂 —— 提高化学分析结果的准确性

Fisher Chemical GC Resolv 气相色谱专用溶剂

英文品名	中文品名	规格	货号
Methanol	甲醇	4L	A457-4
Acetone	丙酮	4L	A928-4
Methylene Chloride	二氯甲烷	4L	D150-4
Hexanes	己烷	4L	H307-4
Carbon disulfide, low benzene	二硫化碳	500mL	LS00185500

Fisher Chemical 顶空气相色谱溶剂

英文品名	中文品名	规格	货号
Water, GC Headspace	水	1L	W10-1
DMSO, Dimethyl Sulfoxide, GC Headspace	二甲基亚砜	1L	D139-1
DMF, N,N-dimethylformamide, GC Headspace	N,N-二甲基甲酰胺	1L	D133-1
DMAC, N,N-dimethylacetamide, GC Headspace	N,N-二甲基乙酰胺	1L	D160-1
NMP, N-Methyl-2-pyrrolidone, GC Headspace	N-甲基-2-吡咯酮	1L	N140-1

127

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用试剂 —— 提高化学分析结果的准确性

Fisher Chemical Optima 金标高纯溶剂, HPLC, GC通用

英文名称	中文名称	规格及货号	
		1L	4L
Acetone	丙酮	A929-1	A929-4
Acetonitrile	乙腈	A996-1	A996-4
Ethyl Acetate	乙酸乙酯		E196-4
n-Heptane	正庚烷	H360-1	H360-4
Hexanes	己烷	H303-1	H303-4
n-Hexanes, 95%	正己烷, 95%	H306-1	H306-4
Isooctane	异辛烷		O301-4
Methanol	甲醇	A454-1	A454-4
2-Propanol	异丙醇		A464-4
Petroleum Ether	石油醚		E120-4
Toluene	甲苯		T291-4
Tetrahydrofuran	四氢呋喃	T427-1	T427-4
Water	水	W7-1	W7-4

128

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用试剂 —— 提高化学分析结果的准确性

Fisher Chemical 农药残留分析试剂

英文品名	中文品名	规格及货号		
		4L	1L	2.5L
Acetone	丙酮	A40-4	A/0603/15	A/0603/17
Acetonitrile	乙腈		A/0623/15	A/0623/17
Cyclohexane	环己烷	C553-4	C/8933/15	C/8933/17
Ethyl acetate	乙酸乙酯		E/0903/15	E/0903/17
Hexanes	正己烷	H300-4	H/0403/15	H/0403/17
Isooctane	异辛烷	O297-4	H/0408/15	H/0408/17
Methanol	甲醇	A450-4	M/4053/15	M/4053/17
Methylene Chloride Stabilized	二氯甲烷	D142-4	D/1853/15	D/1853/17
n-Pentane, 95%	戊烷		P/1024/15	P/1024/17
Petroleum ether 40-60°C	石油醚	P480-4	P/2092/15	P/2092/17
Petroleum ether 60-80°C	石油醚		P/2094/15	P/2094/17
Sodium sulfate anhydrous 1kg	无水硫酸钠		S/6660/60	
Toluene	甲苯		T/2323/15	T/2323/17

129

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用衍生化试剂

硅烷化试剂

英文名称	产品名称	规格	货号	备注
Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide(BSTFA)	N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺	10*1ml 安瓿	TS-38830	可达到极好的色谱分离效果 适用于难以硅烷化的化合物
		25g	TS-38828	
		100g	X TS-38829	
Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide(BSTFA)+1% trimethylsilane chlorolide (TMCS)	N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺+1% 三甲基氯硅烷	10*1ml 安瓿	TS-38831	适用于难以硅烷化的化合物 比如三聚氰胺, 沙丁醇, 盐酸克伦特罗, 莱克多巴胺
		10g	TS-38832	
		25g	TS-38833	
Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide(BSTFA)+10%TMCS	N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺+10% 三甲基氯硅烷	100g	X TS-38834	同上
		10*1ml 安瓿	TS-38840	
N-methyl-N-(trimethylsilyl)trifluoroacetamide(MSTFA)	N-甲基-N-三甲基硅基三氟乙酰胺	10*1ml 安瓿	TS-48910	具有最高的挥发性
		10g	TS-48911	
		25mL	TS-48913	
Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide	N,O-双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSA)	100mL	X TS-48914	快速硅烷化反应的理想试剂
		10*1ml	TS-38836	
N-methyl-N-(tert-butyl)dimethylsilyl trifluoroacetamide(MTBSTFA)	N-甲基叔丁基二甲基硅基三氟乙酰胺	10*1ml	TS-48927	稳定的衍生化性能
Hexamethyldisilazane (HMDS)	六甲基二硅氮烷	25g	TS-84770	糖类和类似物的硅烷化试剂
2% Methoxylamine hydrochloride in pyridine (MOX)	吡啶中含2%甲氧胺盐酸盐	10mL	TS-45950	将类固醇和酮酸转化为肟

订购表中的x代表购买此产品需交纳有害物质运输费用

130

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用衍生化试剂

全氟酰基化试剂

英文名称	产品名称	规格	货号	备注
N-methyl-bis(trifluoroacetamide) (MBTFA)	N-甲基-双(三氟乙酰胺)	10*1mL安瓿	TS-49700	对伯胺、仲胺、羟基、硫醇 以及碳水化合物进行三氟 酰化反应
		25mL	TS-49703	
		100mL	X TS-49704	
		5g	TS-49701	
Heptafluoro-butylryl imidazole(HFBI)	七氟丁酰咪唑	5g	d TS-44211	对羟基、伯胺和仲胺进行酰化
Trifluoroacetamide imidazole(TFAI)	三氟乙酰胺咪唑	10*1mL安瓿	TS-48882	对羟基、伯胺和仲胺进行酰化
Trifluoroacetic anhydride(TFAA)	三氟乙酸酐	100g	X TS-67363	氟乙酰化
Pentafluoropropionic anhydride (PFAA)	五氟丙酸酐	10*1mL安瓿	TS-65193	氟乙酰化
		25g	X TS-65192	
		100g	X TS-65191	
Heptafluorobutyric Anhydride (HFAA)	七氟丁酸酐	10*1mL安瓿	TS-63164	氟乙酰化
		25g	X TS-63163	
		100g	X TS-63162	
Pentafluoropropanol(PFPA)	五氟丙醇	10*1mL安瓿	TS-65195	经纯化适用于GC/MS分析

131

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC 常用衍生化试剂

烷基化试剂

英文名称	产品名称	规格	货号	备注
BF3-Methanol	三氟化硼-甲醇	100mL	X TS-49370	能快速对酸进行甲酯化
Pentafluorobenzyl Bromide (PFBBR)	五氟苄基溴	5g	TS-58220	适合酸、酚、磺胺类
N,N-Dimethylformamide dimethyl acetal (DMFDMA)	N,N-二甲基甲酰胺二甲基缩醛	25mL	TS-49350	将脂肪酸、氨基酸转换成酯
Trimethylphenylammonium Hydroxide, 0.2M in methanol (MethElute reagent)	三甲基苄基氢氧化铵甲醇溶液	10mL	TS-49300	具备精确灵敏的柱上 甲基化能力
Sodium tetraethylborate	四乙基硼酸钠	1g	363880010	乙基化, 有机锡检测
		5g	363880050	

132

ThermoFisher
SCIENTIFIC

第五章

定性分析和定量分析

133

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定性分析

定性分析

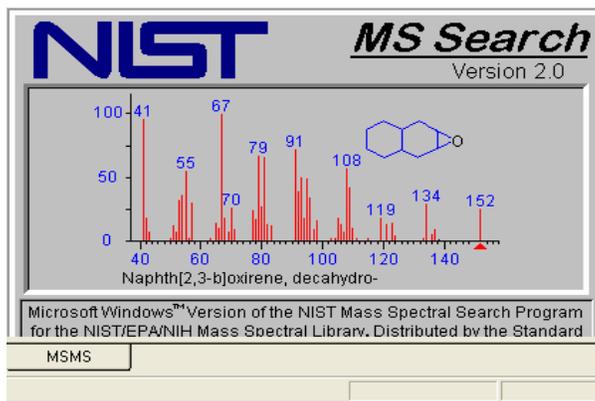
1. 利用纯物质定性的方法
2. 利用文献保留值定性

134

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC-MS定性分析

谱库优势:



有大量的专业谱库进行定性检索，比如，NIST，Wiley等。

135

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定量分析-校正因子法

- ❖ 试样中各组分质量与其色谱峰面积成正比，即：

$$m_i = f_i \cdot A_i$$

- ❖ 绝对校正因子：比例系数 f_i ，单位面积对应的物质质量：

$$f_i = m_i / A_i$$

- ❖ 定量校正因子与检测器响应值成倒数关系：

$$f_i = 1 / S_i$$

- ❖ 相对校正因子 f'_i ：即组分的绝对校正因子与标准物质的绝对校正因子之比。

$$f'_i = \frac{f_i}{f_s} = \frac{m_i / A_i}{m_s / A_s} = \frac{m_i}{m_s} \cdot \frac{A_s}{A_i}$$

136

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定量分析-归一化法

将样品中所有组分含量之和作为100，计算各个组分的相对百分含量，称为归一化法。

$$c_i \% = \frac{m_i}{m_1 + m_2 + \dots + m_n} \times 100 = \frac{f_i' \cdot A_i}{\sum_{i=1}^n (f_i' \cdot A_i)} \times 100$$

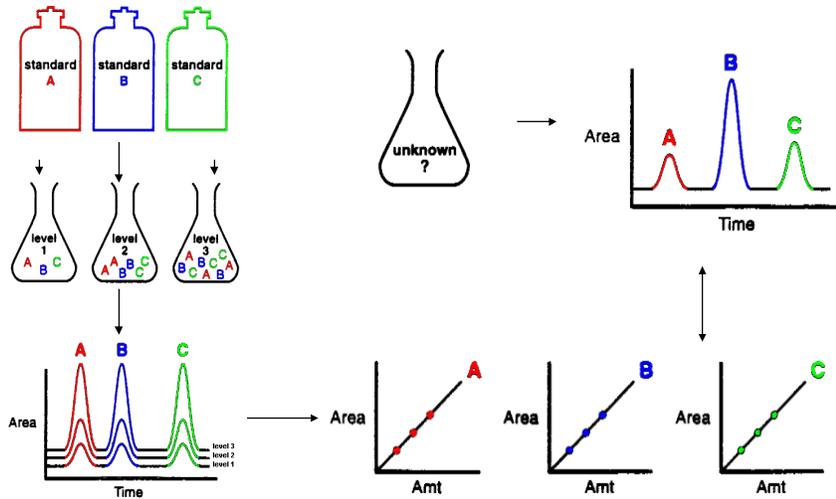
特点及要求：

- ✦ 归一化法简便、准确；
- ✦ 进样量的准确性和操作条件的变动对测定结果影响不大；
- ✦ 仅适用于试样中所有组分全出峰的情况。

137

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定量分析-外标法



138

ThermoFisher
SCIENTIFIC

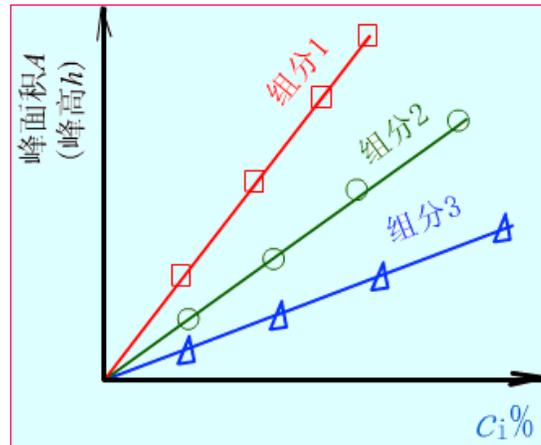
定量分析-外标法

特点及要求:

外标法不使用校正因子,
准确性较高,

♥ 操作条件变化对结果
准确性影响较大。

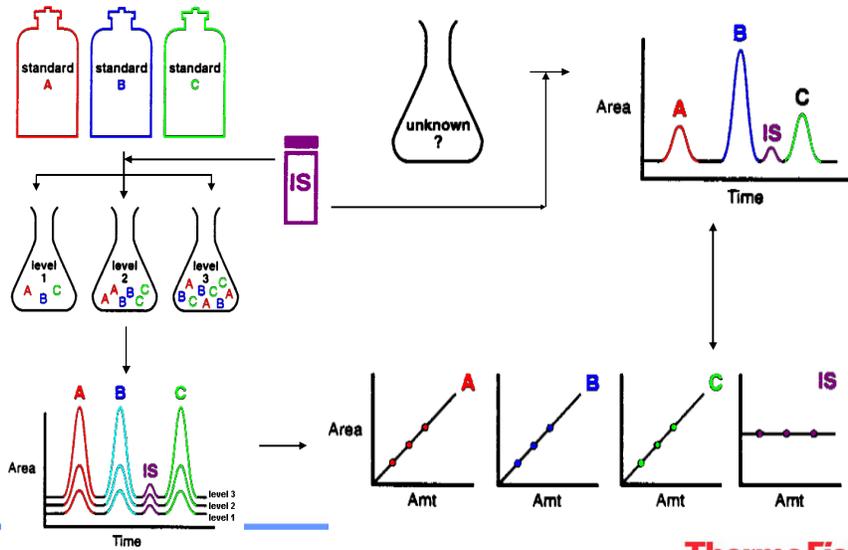
♥ 对进样量的准确性控
制要求较高,适用于大
批量试样的快速分析。



139

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定量分析-内标法



140

ThermoFisher
SCIENTIFIC

定量分析-内标法

内标物要满足以下要求：

- (a) 试样中不含有该物质；
- (b) 与被测组分性质比较接近；
- (c) 不与试样发生化学反应；
- (d) 出峰位置应位于被测组分附近，且无组分峰影响。

试样配制：准确称取一定量的试样 W ，加入一定量内标物 m_s

$$\frac{m_i}{m_s} = \frac{f_i' A_i}{f_s' A_s}; \quad m_i = m_s \frac{f_i' A_i}{f_s' A_s}$$
$$c_i \% = \frac{m_i}{W} \times 100 = \frac{m_i \cdot f_i' A_i}{f_s' A_s} \times 100 = \frac{m_i}{W} \cdot \frac{f_i' A_i}{f_s' A_s} \times 100$$

141

ThermoFisher
SCIENTIFIC

内标法特点

- (a) 内标法的准确性较高，操作条件和进样量的稍许变动对定量结果的影响不大。
- (b) 每个试样的分析，都要进行两次称量，不适合大批量试样的快速分析。
- (c) 若将内标法中的试样取样量和内标物加入量固定，则：

$$c_i \% = \frac{A_i}{A_s} \times \text{常数}$$

142

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC-MS定量分析

定量方法	优点	缺点
校正因子定量	进样量不严格要求	检测器响应需一致 所有峰面积都须准确
归一化法	进样量不严格要求	所有组分都须流出 所有组分峰都需测定 必须校正所有的峰
外标法	校正检测器的响应 只对欲分析的组分峰做校正 无需所有的峰都能被检测到 无需所有峰都流出	进样量必须准确 仪器有良好的稳定性 需定期做再校正
内标法	进样量不严格要求 只对欲分析的组分峰做校正 校正检测器的响应	所有样品中加入一个组分 样品和标准品准备工作复杂

143

ThermoFisher
SCIENTIFIC

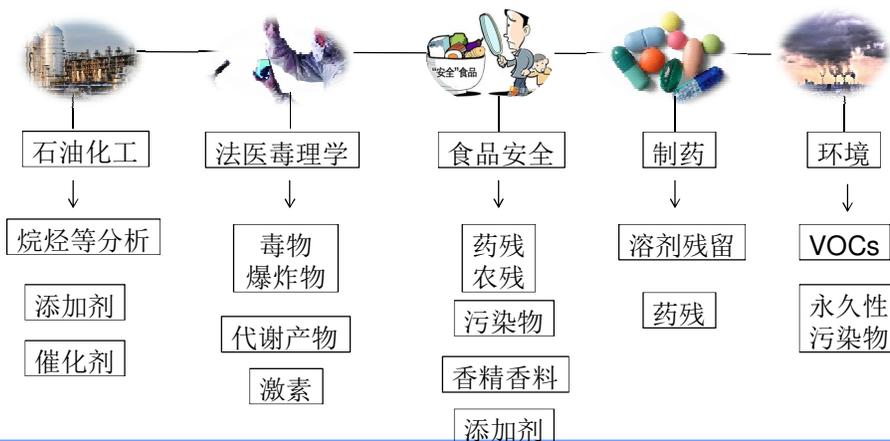
第六章

GC&GCMS应用领域及相关实例分析

144

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GC/GCMS改变我们生活的应用领域



145

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

GB
中华人民共和国国家标准
GB/T 19648-2006
等效采用 ISO 15642:2005

水果和蔬菜中 500 种农药及
相关化学残留量的测定
气相色谱-质谱法
Method for determination of 500 pesticides and related chemicals
residues in fruits and vegetables—
GC-MS method

2006-12-31 发布 2007-03-01 实施
中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

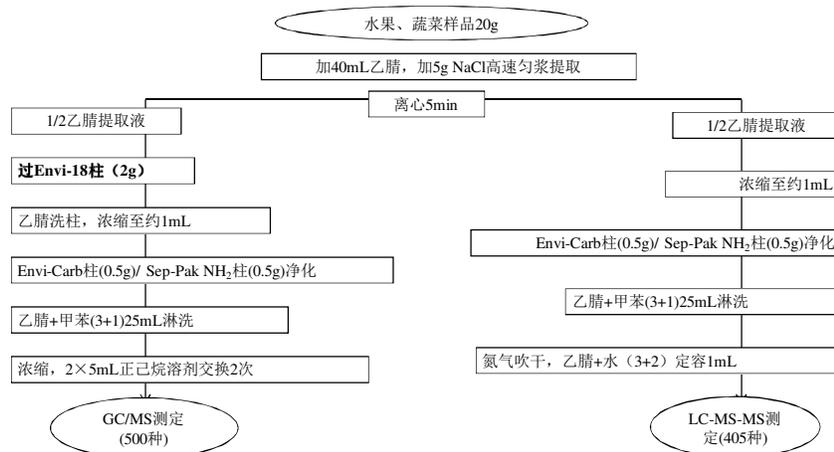
有关水果、蔬菜、粮谷、
蜂蜜、果汁、果酒、
茶叶及动物制品等产品
中农药残留检测标准

146

ThermoFisher
SCIENTIFIC

例一、GBT 19648-2006

- 水果和蔬菜中500种农药及相关化学品残留量测定-气相色谱-质谱法



147

ThermoFisher
SCIENTIFIC

例二、QuEChERS 方法

• QuEChERS方法简介

- 2003年，由美国农业部农业研究服务中心的 M.Anastassiades 等开发了一种快速、简便、价格低廉的预处理方法来实现高质量的农药多残留物分析，该法被简称为 QuEChERS 法。
- 该法已在世界各国得到广泛应用，2006年欧盟委员会制定了相应的 SANCO 操作指南。
- 该法自问世以来不断改进，本文介绍的版本加了醋酸-醋酸钠缓冲盐，确保对 pH 敏感化合物的有效提取、最大限度地减少敏感化合物（例如，对酸和碱不稳定的农药）的降解，并扩大所覆盖的基质范围。
- 其主要步骤是用含 1% 乙酸的乙腈浸提，再加入无水硫酸镁与无水醋酸钠振荡离心，随后上清液用 PSA 和无水硫酸镁离心，最后取上清液至进样瓶，上机测试。

148

ThermoFisher
SCIENTIFIC

例二、QuEChERS 方法



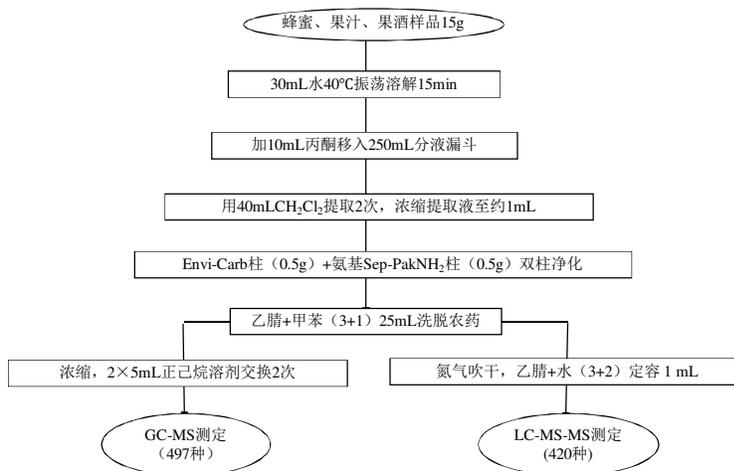
8、取上清液于样品瓶上机分析

149

ThermoFisher
SCIENTIFIC

例二、GBT 19426-2006

- 蜂蜜、果汁和果酒中497种农药及相关化学品残留量的测定-气相色谱-质谱法



150

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例1：牛奶中农药残留量分析

仪器型号及配置	Trace 1310-ISQ SSL进样口, MS检测器 Triplus RSH自动进样器
色谱柱类型尺寸	TG-5 MS, 30m, 0.25 mm, 0.25 μ m
衬管	不分流衬管

• GC条件

程序升温: 80°C (1min), 20°C/min 至 180°C, 5 °C/min 至230 °C, 20 °C/min 至 280°C (15min)

进样口: 温度280°C, 不分流时间1min

载气: 高纯氮气 (99.999%);
恒流模式, 流速2 mL/min

• MS检测器:

离子源温度290°C;

传输线温度280°C

SIM采集模式

151

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例1：牛奶中农药残留量分析

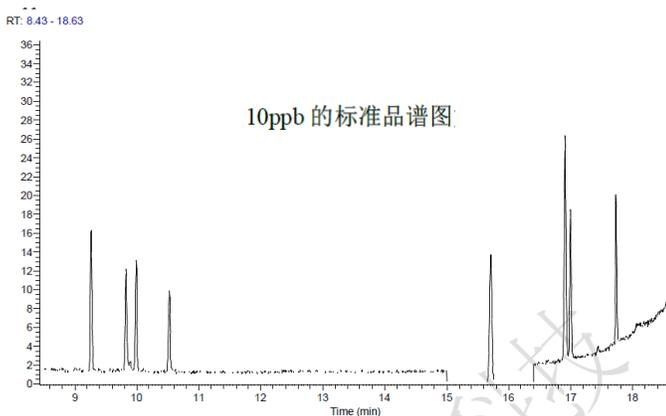
保留时间	农药	选择离子, 带*的为定量离子
9.27	α -BHC	181,183,219*
9.83	β -BHC	181*,183,219
9.99	γ -BHC	181*,183,219
10.52	δ -BHC	181*,183,219
15.71	p,p'-DDE	246*,248,318
16.91	p,p'-DDD	235*,237,165
17.00	o,p'-DDT	235*,237,165
17.73	p,p'-DDT	235,237*,165

152

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例1：牛奶中农药残留量分析



153

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例2：在线凝胶色谱-气质联用法测定蔬菜中的181种农药残留

凝胶净化作为一种样品纯化的有力手段在国内外有广泛的应用，如USEPA 3640A，我国已经有大量标准采用GPC 作为净化方法，用于分析各类食品中的农药残留，如GB/T 19650-2006、SN/T 0123-2010、SN/T 2149-2008、SN/T 2915-2011。

目前各标准中的GPC 净化均为离线GPC，即在样品萃取完，需要实验人员手动转移，净化、浓缩等一系列动作后，最后转移至GC/MS 进行分析。离线GPC 净化操作复杂，需要耗费大量的人力物力，且实验误差较大。

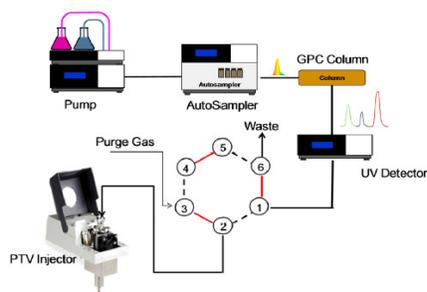


图1. 赛默飞 LC-GC 接口

Thermo Fisher Online-GPC-GC/MS分析系统能够解决GPC 操作复杂等一系列问题。完全满足各种基质中农药残留检测的要求。

154

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例2：在线凝胶色谱-气质联用法测定蔬菜中的181种农药残留

样品前处理

蔬菜样品采用均质机均质 2min，准确称取 10g 样品，加入 10mL 乙腈、1g 氯化钠、4g 无水硫酸镁。混合振荡 2min，离心。取 1mL 上清液，加入 QuEChERS 试剂包 (150mg 无水硫酸镁，50mg PSA，50mg C18)，振荡 2min，取上清液待 GPC-GC/MS 分析。

仪器条件

GPC 条件：

GPC 柱：Shodex EV-200 (16 μ m, 2.0mm \times 150mm)
溶剂：丙酮：环己烷 =3:7
柱温：40 $^{\circ}$ C
流速：0.1mL/min
进样量：10 μ L

GC/MS 条件

预柱：GuardGOLD (5m \times 0.53mm, P/N: 26050-0553)
捕集柱：TG-5MS (5m \times 0.25mm \times 0.25 μ m)
分析柱：TG-5MSSiI (30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m, P/N: 26096-1420)
PTV 横流模式，流速 1.5mL/min
PTV 进样口升温程序：120 $^{\circ}$ C (8min) -14.5 $^{\circ}$ C /s-320 $^{\circ}$ C (30min)
PTV 进样模式：不分流进样，分流时间为 10min
柱温程序：80 $^{\circ}$ C (10min) -10 $^{\circ}$ C /min-150 $^{\circ}$ C (0min) -5 $^{\circ}$ C /min-310 $^{\circ}$ C (0min)
传输线温度：300 $^{\circ}$ C，离子源温度：300 $^{\circ}$ C
EI mode, TSIM 方式采集

155

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

持久性有机污染物的测定

156

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

• 定义

POPs是英文（Persistent Organic Pollutants）的缩写，中文名称为“持久性有机污染物”，它是一类具有长期残留性、生物累积性、半挥发性和高毒性，并通过各种环境介质（大气、水、生物等）能够长距离迁移对人类健康和环境具有严重危害的天然的或人工合成的有机污染物。

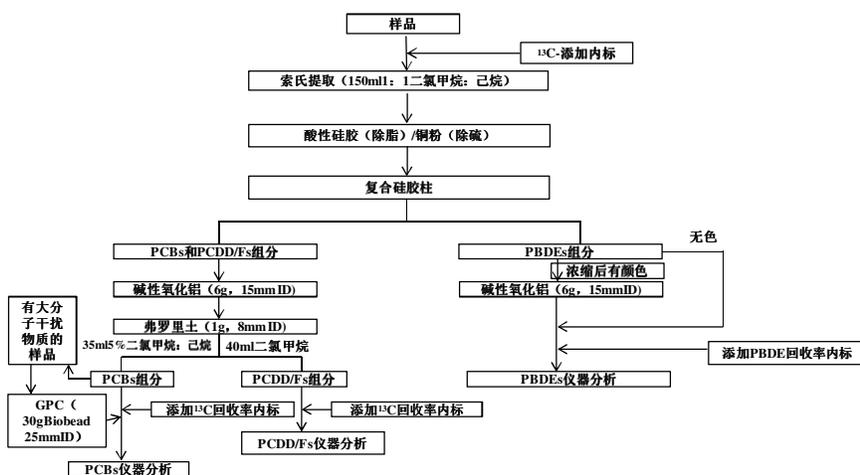
• 种类

艾氏剂、氯丹、狄氏剂、滴滴涕、异狄氏剂、七氯、灭蚁灵、毒杀酚、六氯苯、多氯联苯、多氯代二苯并二噁英、多氯代二苯并呋喃、 α -六氯环己烷、 β -六氯环己烷、 γ -六氯环己烷（六六六）、十氯酮、六溴联苯、六溴联苯醚、七溴联苯醚、五氯苯、全氟辛酸、全氟辛酸盐和全氟辛酰氯、四溴联苯醚、五溴联苯醚共21种化合物。

157

ThermoFisher
SCIENTIFIC

同时分析多溴联苯醚、多氯联苯、和二噁英的前处理方法流程



158

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

实例1: 汽车材料中多溴联苯 (PBBs) 和多溴二苯醚 (PBDEs) 的检测方法 - 气相色谱质谱法

➤ **方法范围**

本标准规定了汽车材料中10种多溴联苯和10种多溴联苯醚含量气相色谱-质谱测定方法。本标准适用于汽车材料中10种多溴联苯和10种多溴联苯醚含量的测定。

159

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

➤ **仪器条件**

- a) 色谱柱: TR-5MS 石英毛细管柱, 15 m×0.25 mm (i.d.)×0.1 μm, 或相当者。
- b) 色谱柱温度: 110°C(2 min) → 40° C/min 200°C 340°C(2 min)。
- c) 进样口温度: 280°C。
- d) 色谱-质谱接口温度: 300°C。
- e) 载气: 氦气, 纯度≥99.999%, 流速1.2 ml/min。
- f) 进样量: 1.0 μL。
- g) 进样方式: 不分流进样。
- h) 电离方式: EI。
- i) 电离能量: 70 eV。
- j) 测定方式: 全扫描模式 (SCAN) 与选择离子监测模式 (SIM)。
- k) 选择监测离子 (m/z): 监测的离子分别见表A.1 和表A.2。。
- l) 溶剂延迟: 3.0 min。
- i) 驻留时间: 80 ms。

160

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

表 A.1 多溴联苯的分子量、定量和定性选择离子及测定下限

序号	化合物名称	分子式	分子量	特征离子/amu			测定下限 (mg/kg)	
				定量	定性			
1	一溴联苯	C ₁₂ H ₉ Br	233.1	231.9	152.2	232.0	233.9	5
2	二溴联苯	C ₁₂ H ₇ Br ₂	312.0	311.8	152.2	309.8	313.8	5
3	三溴联苯	C ₁₂ H ₅ Br ₃	390.9	389.8	230.0	387.8	391.8	5
4	四溴联苯	C ₁₂ H ₃ Br ₄	469.8	309.8	307.8	309.8	467.7	5
5	五溴联苯	C ₁₂ HBr ₅	548.7	387.7	385.7	545.6	549.6	5
6	六溴联苯	C ₁₂ HBr ₆	627.6	467.6	465.6	625.5	627.5	5
7	七溴联苯	C ₁₂ HBr ₇	706.5	545.6	543.6	703.4	705.4	5
8	八溴联苯	C ₁₂ HBr ₈	785.4	625.5	623.5	627.5	783.4	5
9	九溴联苯	C ₁₂ Br ₉	864.3	703.4	701.4	705.4	863.4	5
10	十溴联苯	C ₁₂ Br ₁₀	943.2	783.3	382.6	785.3	943.1	5

161

ThermoFisher
SCIENTIFIC

GCMS应用案例

表 A.2 多溴二苯醚的分子量、定量和定性选择离子及测定下限

序号	化合物名称	分子式	分子量	特征离子/amu			测定下限 (mg/kg)	
				定量	定性			
1	一溴二苯醚	C ₁₂ H ₉ BrO	249.1	247.9	141.0	249.9	251.9	5
2	二溴二苯醚	C ₁₂ H ₇ Br ₂ O	328.0	327.8	168.0	325.8	329.8	5
3	三溴二苯醚	C ₁₂ H ₅ Br ₃ O	406.9	405.8	246.0	403.8	407.8	5
4	四溴二苯醚	C ₁₂ H ₃ Br ₄ O	485.8	325.8	323.8	483.7	485.7	5
5	五溴二苯醚	C ₁₂ HBr ₅ O	564.7	403.7	401.7	561.6	564.6	5
6	六溴二苯醚	C ₁₂ HBr ₆ O	643.6	483.6	481.6	483.6	643.5	5
7	七溴二苯醚	C ₁₂ HBr ₇ O	722.5	561.6	559.6	563.6	721.4	5
8	八溴二苯醚	C ₁₂ HBr ₈ O	801.4	641.5	639.5	643.5	801.3	5
9	九溴二苯醚	C ₁₂ Br ₉ O	880.3	719.4	717.4	721.4	879.2	5
10	十溴二苯醚	C ₁₂ Br ₁₀ O	959.2	799.3	797.3	799.3	959.1	5

162

ThermoFisher
SCIENTIFIC

第七章

调谐和校正

163

ThermoFisher
SCIENTIFIC

ISQ调谐

– 确信真空和离子源温度到达适合值

	前接泵压力Fore pressure (mTorr) * < 80 mTorr	离子规Ion Gauge (Torr) < 7 e-5 Torr
70L	10-50	2-4 e-5
250L	10-50	1.9 e-005(2h), 1.2e-005 (12h)
200L/200L	10-50	8e-6 to 1.0e-5

注意: 柱流速= 1ml/min

- 在开机后五分钟内真空要抽到< 200 mTorr。否则表面有很大的泄漏需要立即检查。

164

ThermoFisher
SCIENTIFIC

调谐液-全氟三丁胺 (PFTBA)

NIST MS Search 2.0 - [Name search]

File Search View Tools Options Window Help

PFTBA Clear m/z mainib From MAINLIB

PFT
PFTBA
 [D-Fururylphenyl dimethylamine
 FG
 FG 12
 FG-2, α-methylester, triacetate
 FG 58
 FGA
 FGA1
 FGA2
 Fga(sub 1)
 Fga(sub 1)
 Fga(sub 2)
 FGDN
 FGE
 Fge1, methylester, methoxyoxime, bi
 Fge1, methylester, methoxyoxime, bi
 Fge-2, methoxyoxime, methylester, dia
 Fge-2, oxime, terakis(trimethylsilyl)-di
 Fglu-Hi-methn2
 Fglu-Hi-phepn2
 Fglu-Hi-valnh2
 G-Glycophenethide
 FGMW
 FGMWA
 p-Guacicol
 PH3
 Ph.549
 PH 60-40
 PH 778
 Phacetoperone
 Phocetur
 Phocitrine [Harm]

100
 50
 0
 30 50 70 80 100 131 169 201 244 276 314 364 414 466 502 576 614 680

(mainib) Perfluorobutylamine

Name: Perfluorobutylamine
 Formula: C₄F₉N
 MW: 471 CAS#: 311-89-7 NIST#: 233904 ID#: 29711 DB: mainib
 Other DB: Fine, TSCA, RTECS, HODOC, NIH, ENRCS, IRDB
 Contributor: Japan AIST/NIMC Database-Spectrum MS-IW-3056
[10 NIST peaks](#)
 69 999 | 219 664 | 131 383 | 244 111 | 100 110 |
 119 95 | 502 51 | 414 37 | 113 36 | 114 31 |
[Synonyms:](#)
 1. PFTBA
 2. 1-Butanamine, 1,1,2,2,3,3,4,4,4-nonafluoro-N,N-bis(nonafluorobutyl)-
 3. FC 43
 4. FC 47
 5. Fluorinet FC 43
 6. Fluorocarbon FC 43
 7. Heptafluoroisobutylamine
 8. Heptafluoro-3,3,3-trifluorobutylamine
 9. Perfluoro-3,3,3-trifluorobutylamine
 10. Perfluoro-3,3,3-trifluorobutylamine

Lib. Search Other Search Names Compare Librarian MSMS

For help, press F1

ThermoFisher
SCIENTIFIC

165

ISQ 调谐 - 空气峰

Untitled - Thermo Xcalibur Instrument Setup

File ISQ Help

Method Setup

Method type: Acquisition Use acquisition methods to acquire data.

MS transfer line temp.: 250 °C Ionization mode: EI

Ion source temp.: 250 °C CI gas type: Methane (Port A)

Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 1.00 mL/min

Run completion

GC run time Probe run time
 Stop after: 10.0 min

Scans

Time (min)	Mass List or Range (amu)	Dwell or Scan Times (sec)	Tune File Name
0.00	10-60	0.5	AutoTune_EI
*	Fill Down		
Scan Now			

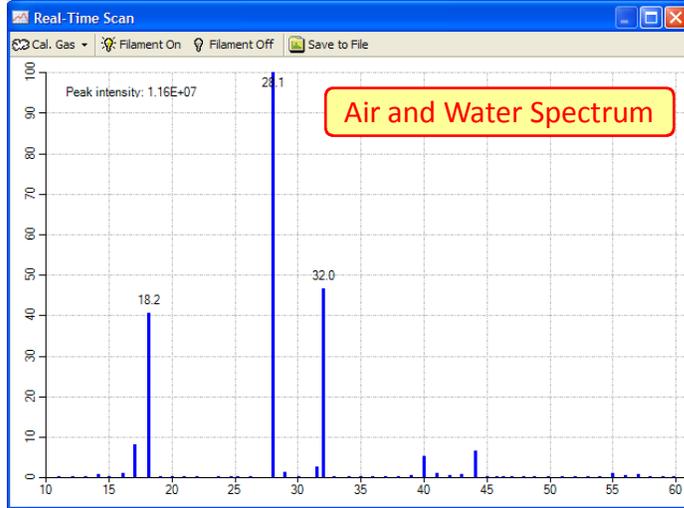
Groups

Time (min)	Total Scan Time (sec)
0.00	0.504

ThermoFisher
SCIENTIFIC

166

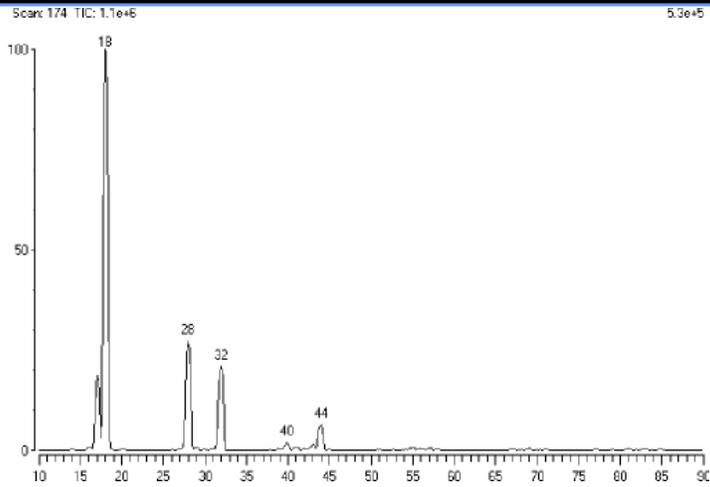
Air and Water Check



167

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Air/water

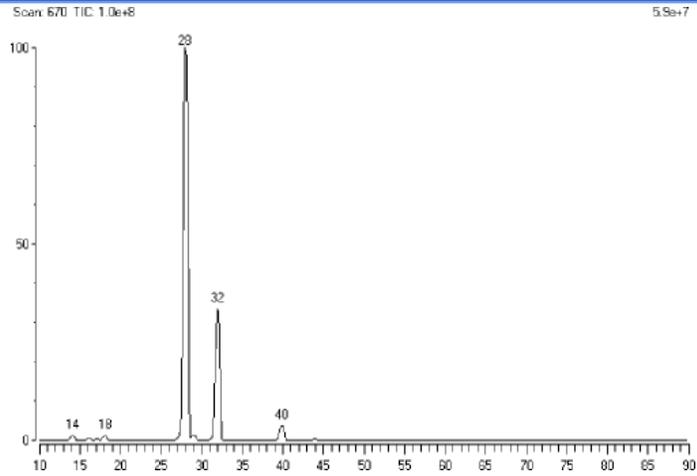


空气/水谱图 (无泄漏)

168

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Air/water

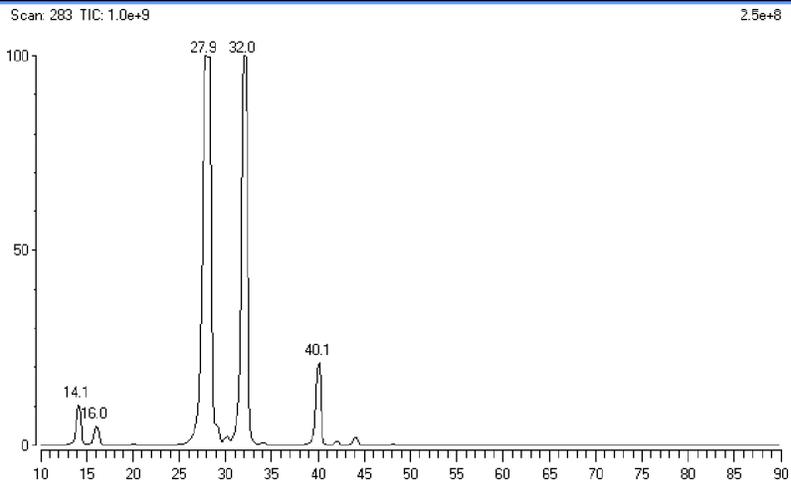


空气/水谱图 (少量泄漏)

169

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Air/water



空气/水谱图 (大量泄漏)

170

ThermoFisher
SCIENTIFIC

ISQ 调谐 - 核查背景谱图

The screenshot displays the 'Method Setup' window in the ThermoFisher Scientific software. The 'Method type' is set to 'Acquisition'. The 'MS transfer line temp.' and 'Ion source temp.' are both set to 250 °C. The 'Ionization mode' is 'EI', and the 'CI gas type' is 'Methane (Port A)'. The 'CI gas flow' is 1.00 mL/min. The 'Acquisition threshold' is 1000. The 'Run completion' options are 'GC run time' and 'Probe run time', with 'Stop after' set to 10.0 min.

The 'Scans' table is as follows:

Time (min)	Mass List or Range (amu)	Dwell or Scan Times (sec)	Tune File Name
0.00	50-650	0.5	AutoTune_EI
*		Fill Down	

The 'Groups' table is as follows:

Time (min)	Total Scan Time (sec)
0.00	0.504

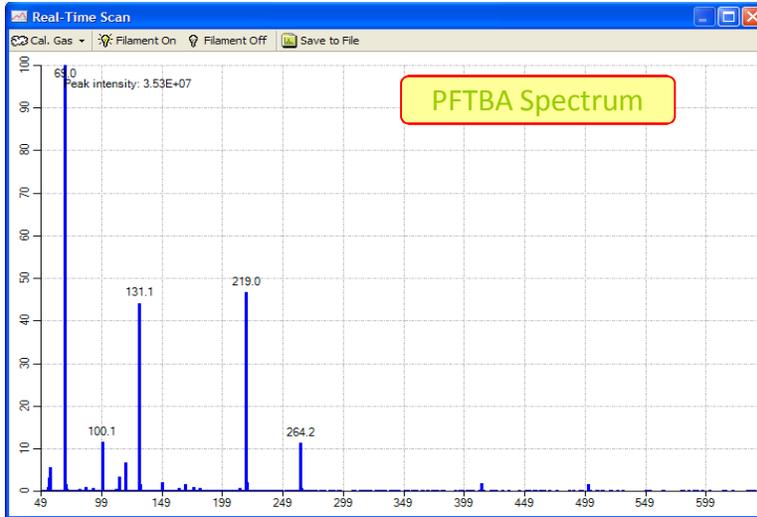
171 **ThermoFisher**
SCIENTIFIC

核查背景谱图

The screenshot shows a 'Real-Time Scan' window with a mass spectrum plot. The x-axis represents mass-to-charge ratio (m/z) from 49 to 599, and the y-axis represents relative intensity from 0 to 80. The spectrum shows a series of peaks, with the most prominent ones at low m/z values. A yellow box highlights the text 'Background Spectrum' on the plot.

172 **ThermoFisher**
SCIENTIFIC

校准气的谱图



173

ThermoFisher
SCIENTIFIC

ISQ 调谐介绍

General Ion Source Lenses Resolution Targets De

Ionization mode & ion polarity: EI+

CI gas type: None

CI gas flow: 0 mL/min

Emission current: Custom 50 μ A

Electron energy: Custom 70 eV

Electron lens positive voltage: Custom 15 Volts

Electron lens negative voltage: Custom -75 Volts

Set ion source temperature: 250 $^{\circ}$ C

General Ion Source Lenses Resolution Targets Detector Diagnostics

Tune lenses

Device	Mass	Start	Stop	Step	Max. Width	Measure at %	Threshold
Lens 1	69	-50	-50	0	2	50	1
Lens 1	69	-50	-35	1	2	50	1.05
Lens 2	131	-35	0	0.25	2	50	1.05
Lens 3	219	-35	-35	0	2	50	1
Lens 3	219	-35	0	0.5	2	50	1.05

Initial detector gain: 3 $\times 10^5$

Tune detector

EI+

174

ThermoFisher
SCIENTIFIC

诊断

Name: EI Full Tune

Description: Complete EI tuning. Tunes and sets detector gain to 3×10^{-5} . Starts with last saved tune.

Type: Tune and diagnostics Diagnostics only

General | Ion Source | Lenses | Resolution | Targets | Detector | **Diagnostics** | Report

- Communication Check
- Detector Check
- Filament Check
- Ion Guide Frequency Check
- Leak Check
- Lens Check
- Power Supply Check
- Q1 Frequency Check
- RF/DC System Check
- Temperature Check
- Vacuum System Check

175

ThermoFisher
SCIENTIFIC

诊断结果

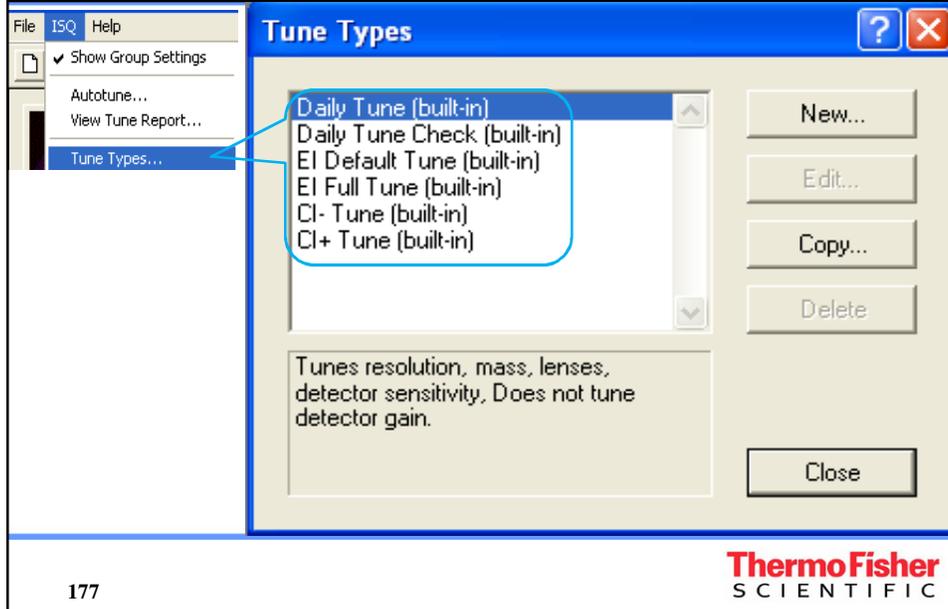
Diagnostics

Filament Check	Pass
Lens Check	Pass
Leak Check	Pass
Power Supply Check	Pass
RFDC Check	Fail - Rod Polarity: Rod A is not greater than rod B.
Temperature Check	Pass
Detector Check	Fail - Multiplier noise too high.
Vacuum Check	Pass
Communication Check	Fail -
Ion Guide Frequency Check	Pass
Q1 Frequency Check	Pass

176

ThermoFisher
SCIENTIFIC

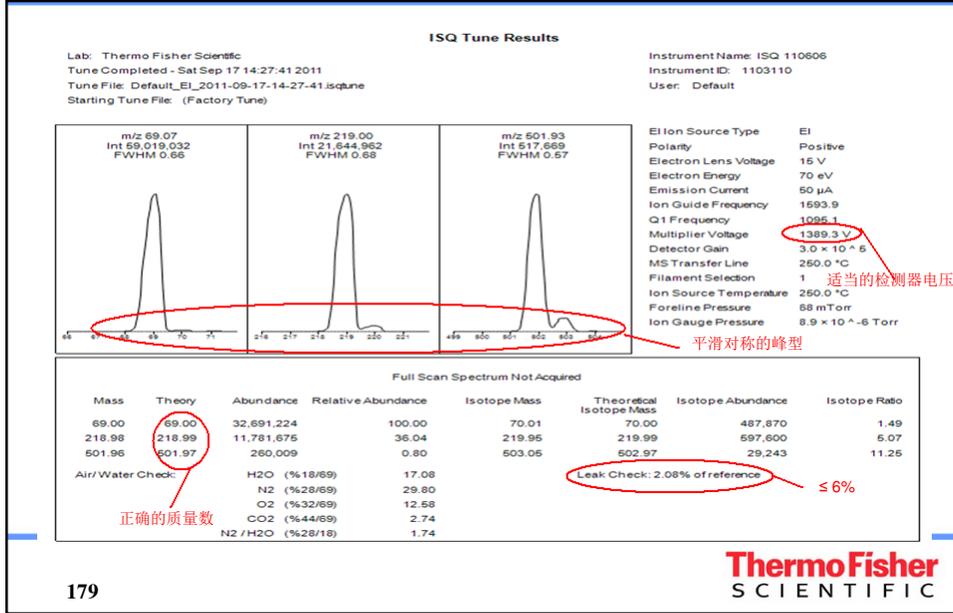
自动调谐类型



自动调谐类型

- **Daily Tune Check (built-in):** 该调谐用于检查最近一次调谐的参数状态。在所有类型的调谐中，该调谐的速度是最快的。如您的SOP允许，您可以使用该调谐以验证能否通过最近调谐文件中的透镜调谐参数获得满意谱图。
- **Daily Tune (built-in):** 该调谐用于对系统进行快速调谐。您可以根据您的SOP频度要求做Daily Tune，如果系统做该调谐能达到满意结果，则您无需再进行耗时的EI Default Tune或Full Tune。
- **EI Default Tune (built-in):** 该调谐用于创建一个默认的调谐文件，做该调谐的前提是仪器必须洁净，而且在该调谐过程中应用出厂参数进行调谐。当离子源进行了清洗或者更换，或电脑进行了更新均需要使用该类型的调谐。该调谐所产生的谱图最接近出厂调谐结果。
- **EI Full Tune (built-in):** 该调谐用于对系统进行全新的全调谐。在所有的调谐模式中，该调谐耗时最长，但它的优势是几乎会对所有影响信号强度的参数进行重新优化。当Daily Tune或Daily Tune Check调谐结果不理想，或电子倍增器出现老化，或电子倍增器进行了更换时，均应进行EIFull Tune。由于该调谐耗时太长，所以除非您的SOP有要求，否则，不推荐使用该调谐进行常规调谐。

自动调谐报告合适的检测器电压



第八章

自建谱库

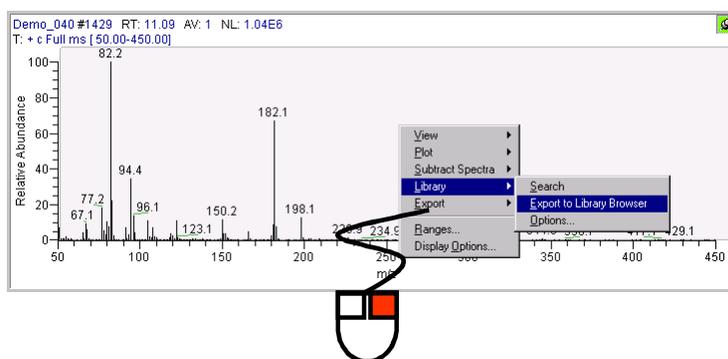
Library Browser

- 检索一张已有的质谱图
- 对原始数据进行谱库检索匹配
- 自建谱库

181

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Librarian – 创建一个用户自己的谱库



- 把目标化合物的质谱图导到Library Browser

182

ThermoFisher
SCIENTIFIC

NIST H₂S Search 2.0 - [Ident, Presearch Default - InLib = 103, 100 spectra]

File Search View Tools Window Help

T. 060315-01#3197 RT: 14.55 AV: ?

Src. Name
1 L 06031

Names / Structures / Spec List

Points: 147198 total spectra

100 50 0
50 100 150 200 250 300 350 400

118 203
58
167

History: 060315-01#3197 RT: 14.55 AV: ?
PlotText of Search Spectrum Plot of Search Spectrum PlotText of Spec List

#	Lib.	M	Match	R	Match	Prob.	Name
1	M	839	846	55.1			n-Prop...
2	M	831	842	41.1			(1)-C-NL...
3	M	720	785	2.40			3-C-N...
4	M	645	649	0.33			(1)-2-I...
5	M	639	793	0.26			1,1,7,7...
6	M	619	677	0.12			9-C-N...
7	M	617	650	0.11			2-Iop...
8	M	596	706	0.04			Norc...
9	M	593	624	0.04			4-Iop...
10	M	569	745	0.01			Benz...
11	M	563	676	0.01			2-Azet...
12	M	550	618	0.00			Quino...
13	M	549	689	0.00			Benz...
14	M	549	601	0.00			Dipr...
15	M	547	667	0.00			4-Ad...
16	M	547	655	0.00			Inden...
17	M	546	601	0.00			Napht...
18	M	544	676	0.00			1H-Ind...
19	M	543	579	0.00			Pyrid...
20	M	542	655	0.00			9-Cy...
21	M	537	566	0.00			Aceto...
22	M	534	652	0.00			9-Cy...

NIST H₂S Search 2.0

You can either OVERWRITE or PREPEND the Spec List contents.

Overwrite Prepend Cancel

100 50 0
50 100 150 200 250 300 350 400

58 167

History: 060315-01#3197 RT: 14.55 AV: ?
PlotText of Search Spectrum Plot of Search Spectrum PlotText of Spec List

Lib. Search Other Search Names Compare Librarian

ThermoFisher SCIENTIFIC

183

NIST H₂S Search 2.0 - [Librarian]

File Search View Tools Window Help

Src. Name
1 A 06031

Names / Structures / Spec List

100 50 0
50 100 150 200 250 300 350 400

58 72 95 117 139 167 181 203 216

History: 060315-01#3197 RT: 14.55 AV: 1.58:38 14.46-14.52 , 14.59-14.63
PlotText of Search Spectrum Plot of Search Spectrum PlotText of Spec List

Name: 060315-01#3197 RT:14.55 AV:1.58:38 14.46-14.52 , 14.59-14.63
Formula:
MW: N/A CAS# N/A NIST# N/A [De: 4 DB] Text File
Other DBs: None
Comments: T+ c Full.ms [50.00-400.00]
10 broad peaks:
203 999 | 205 302 | 58 206 | 202 194 | 147 142 |
204 137 | 72 73 | 168 55 | 166 45 | 206 34 |
Synonyms:
no synonyms.

Lib. Search Other Search Names Compare Librarian

ThermoFisher SCIENTIFIC

184

Spectrum Information

Name: 060315-0123197 RT: 14.55 AV: 1 SB: 3E

Formula: From structure

Other Names (Synonyms):

Comments: T: + c Full ms [50.00-400.00]

Mol. Weight: ID Number: 4

CAS Number: Peaks: 115

Library: Text File

Add to Library: Replace Add to List

Peak information:

m/z	Abund.
51	6
52	3
53	8
54	3
55	3
56	11
57	16
58	206
59	17
60	1
63	7

Structure: No structure

Buttons: Exit, Help, Attach Struct, Clipboard Struct

185

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Spectrum Information

Name: 060315-0123875 RT: 16.36 AV: 1 SB: 3E

Formula: From structure

Other Names (Synonyms):

Comments: NIST MS Search 2.0
Structure for CAS-58333 is in the Main Library. Use this structure or attach another one?

Mol. Weight:

CAS Number:

Library:

Add to Lib: From Main Another Cancel

Peak information:

m/z	Abund.
51	2
55	3
56	3
57	14
58	5
59	7
63	2
65	3
66	1

Structure: No structure

Buttons: Exit, Help, Attach Struct, Clipboard Struct

186

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Librarian – 编辑质谱图 – 粘贴结构

The screenshot shows two windows in the ThermoFisher Librarian software. The top window is titled "Attach Structure to User Spectrum". It contains a "Get Structure From" section with a list of sources: "Clipboard", "Clipboard Struct", and "Clipboard File". The "Clipboard Struct" option is highlighted. Below this is a list of chemical structures, with "BENZOIC ACID, 3-CHLORO-" at the top. The bottom window is titled "Open" and shows a file explorer view of the "Msearch" directory. The file "clipboard.mol" is selected. The "Files of type" is set to "Mol File (*.MDL)".

187

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Librarian – 编辑质谱图

The screenshot shows the "Spectrum Information" dialog box. The "Name" field contains "Demo_040#1429 RT: 11.09 AV: 1 NL: 1.". The "Formula" field contains "C17H21N04" and is circled in red. The "Other Names (Synonyms)" field contains "abc" and "xyz". The "Comments" field contains "T: + c Full ms [50.00-450.00]". The "Mol. Weight" field contains "303" and "ID Number" contains "6". The "CAS Number" field contains "0" and "Peaks" contains "179". The "Library" field contains "Text File". The "Add to Library" button is highlighted. The "Peak information" table shows the following data:

m/z	Abund.
50	5
51	69
52	7
53	9
54	6
55	20
56	7
57	2
58	8
59	2
65	42

The "Structure" field at the bottom contains "Clipboard #3".

188

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Spectrum Information

Name: 060315-01#3875 RT: 16.36 AV: 1 SB: 3E

Peak information

m/z	Abund.
51	2
55	3
56	14
57	5
58	7
63	2
65	3
66	1
69	6
70	21
71	35

Library: **Add to Library** | Replace | Add to List

Structure: MAINLIB via CAS number

Choose library to save to

List of libraries

- user
- nistdemo
- user
- demo

Library Statistics

3	Spectra
1 - 3	ID

189

ThermoFisher
SCIENTIFIC

第九章

化学源调谐

PCI 调谐

Method Setup

Method type: Acquisition Use acquisition methods to acquire data.

MS transfer line temp.: 250 °C

Ion source temp.: 200 °C

Acquisition threshold: 10000

Ionization mode: CI

CI gas type: Methane (Port A)

CI gas flow: 1.50 mL/min

Run completion: GC run time (selected), Stop after: 10.0 min

Time (min)	Scan Name	Mass List or Range (amu)	Dwell or Scan Times (sec)	Tune File Name	Ion Polarity	Time (min)	Total Scan Time (sec)	CI Gas Flow (mL/min)
3.00	Full Scan	10-50	0.2	Auto Tune_PCI	Positive	3.00	0.204	1.50

Scanning for reagent gas

191

ThermoFisher SCIENTIFIC

反应气质谱图- 甲烷

Real-Time Scan

Cal. Gas Filament On Filament Off Save to File

Peak intensity: 2.63E+07

m/z	Relative Intensity
29.2	~35
41.1	100

192

ThermoFisher SCIENTIFIC

PCI 调谐

Method Setup

Method type: Acquisition Use acquisition methods to acquire data.

MS transfer line temp.: 250 °C
 Ion source temp.: 200 °C
 Acquisition threshold: 1000

Ionization mode: CI
 CI gas type: Methane (Port A)
 CI gas flow: 1.50 mL/min

Run completion
 GC run time Probe run time
 Stop after: 10.0 min

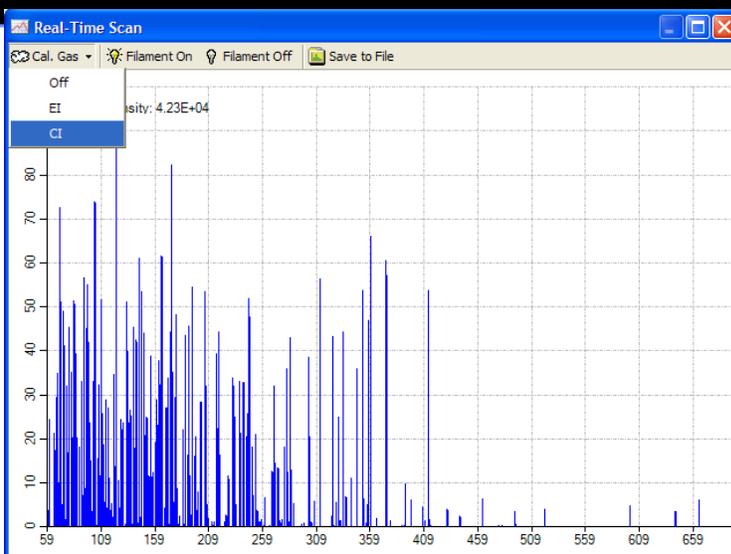
Scans							Groups		
Time (min)	Scan Name	Mass List or Range (amu)	Dwell or Scan Times (sec)	Tune File Name	Ion Polarity	Time (min)	Total Scan Time (sec)	CI Gas Flow (mL/min)	
3.00	Full Scan	50-700	0.2	Auto Tune_PCI	Positive	3.00	0.204	1.50	
*									

Scanning for cal gas, PFTBA

193

ThermoFisher
SCIENTIFIC

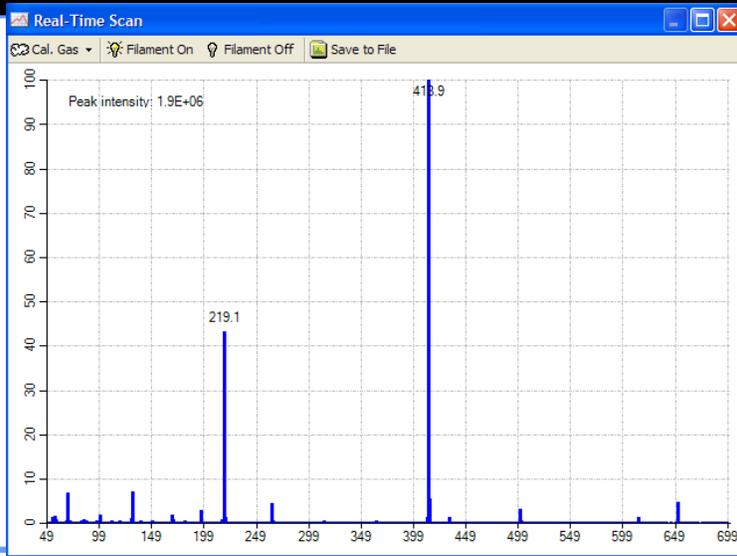
打开校正气



194

ThermoFisher
SCIENTIFIC

PCI模式校正气质谱图



195

ThermoFisher
SCIENTIFIC

PCI- Tuning

Autotune window showing configuration options. The 'Tune types' section has radio buttons for 'EI', 'CI', and 'Both', with 'CI' selected. A list box contains 'CI- Tune (built-in)', 'CI+ Tune (built-in)', and 'CI+ AutoTune', with 'CI+ Tune (built-in)' selected. There are checkboxes for 'Standard positive CI tuning' and 'Display report when complete'. Below, there are fields for 'Now running:' and 'Action:', a 'Show spectra' checkbox, and a 'Start' button.

Autotune window showing the results of a lens tune. The 'Now running:' field is 'CI+ Tune - Lens Tune' and the 'Action:' is 'Tuning 'Lens 1 Voltage' at mass 219.'. A green progress bar is visible. Below is a zoomed-in mass spectrum plot with a peak at m/z 219. The peak intensity is 9.39E+05. The x-axis ranges from 217 to 221, and the y-axis ranges from 0 to 100.

196

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Tune Report – Positive CI

ISQ Tune Results

Tune Completed - Wed Aug 25 16:23:57 2010
 Tune File: AutoTune_PCI_2010-08-25-16-23-57.isqtune
 Starting Tune File: (Last Saved Tune)

Instrument Name: ISQ Spare Source
 Instrument ID: 100992000
 User: Default

El Ion Source Type: CI
 CI Flow: 1.5 mL/min
 CI Gas Type: Methane
 Polarity: Positive
 Electron Lens Voltage: 15 V
 Electron Energy: 70 eV
 Emission Current: 50 µA
 Ion Guide Frequency: 1606.5
 CI Frequency: 1093.4
 Multiplier Voltage: 1671.3 V
 Detector Gain: 3.0×10^{-6}
 MS Transfer Line: 250.0 °C
 Filament Selection: 2
 Ion Source Temperature: 200.0 °C
 Foreline Pressure: 80 mTorr
 Ion Gauge Pressure: 5.0×10^{-8} Torr

Full Scan Spectrum Not Acquired

Mass	Theory	Abundance	Relative Abundance	Isotope Mass	Theoretical Isotope Mass	Isotope Abundance	Isotope Ratio
218.96	218.99	966.046	75.03	219.04	219.99	47.243	4.89
413.04	413.98	1,287.607	100.00	415.06	414.96	109.292	8.49
651.91	651.96	88.137	6.85	653.04	652.96	12.507	14.19

Air/Water check is not performed in CI mode
 Leak check not performed

若414不是基峰需检查反应气流量是否足够和离子核位置是否正确

197

ThermoFisher SCIENTIFIC

NCI 调谐

GCQ Test Mix FSNICL.meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup

File: ISQ Help

Method Setup

Method type: Acquisition Use acquisition methods to acquire data.

MS transfer line temp.: 250 °C Ionization mode: CI Run completion: GC run time Probe run time

Ion source temp.: 200 °C CI gas type: Methane (Port A) Stop after: 10.0 min

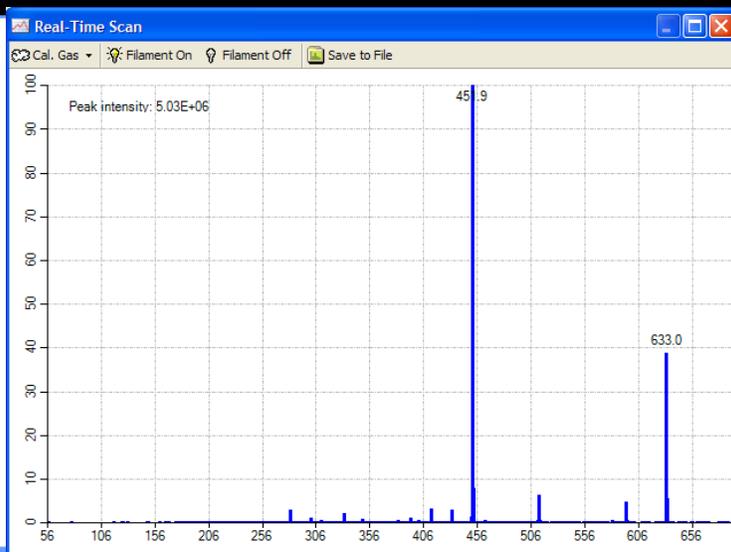
Acquisition threshold: 1000 CI gas flow: 1.00 mL/min

Scans					Groups			
Time (min)	Scan Name	Mass List or Range (amu)	Dwell or Scan Times (sec)	Tune File Name	Ion Polarity	Time (min)	Total Scan Time (sec)	CI Gas Flow (mL/min)
3.00	Full Scan	50-700	0.2	AutoTune_NCI	Negative	3.00	0.204	1.00

198

ThermoFisher SCIENTIFIC

PFTBA Spectrum Negative CI



199

ThermoFisher
SCIENTIFIC

NCI - Tuning

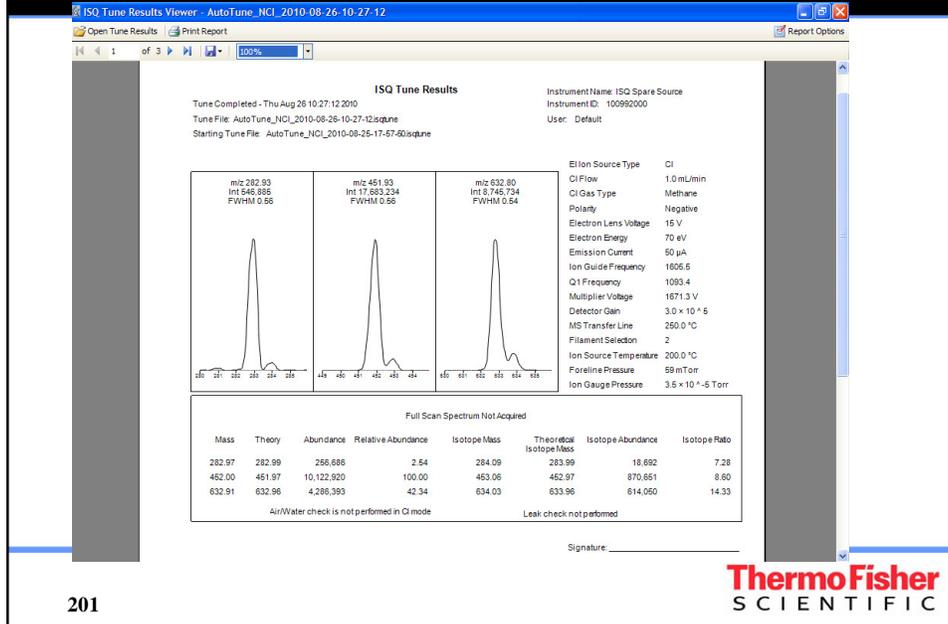
Autotune control panel. The 'Tune types' section has radio buttons for EI, CI, and Both, with CI selected. A list of tune types includes 'CI- Tune (built-in)', 'CI+ Tune (built-in)', 'CI+ AutoTune', and 'CI- Tune', with 'CI- Tune' checked. There are checkboxes for 'Standard negative CI tuning', 'Display report when complete', and 'Show spectra'. The 'Now running' field is empty. The 'Action' field is empty. A green 'Start' button is visible.

Autotune control panel during a resolution tune. The 'Now running' field is 'CI- Tune - Resolution Tune'. The 'Action' field is 'Tuning mass 452 amu at 100 amu/sec.'. A green progress bar is shown. A 'Stop' button is visible. Below the controls is a mass spectrum plot with a peak at m/z 452. The peak intensity is 4.16E+05. The x-axis ranges from 449 to 455, and the y-axis ranges from 0 to 100.

200

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Tuning Report Negative CI



201

第十章

色谱及质谱维护

202

ThermoFisher
SCIENTIFIC

Trace GC维护

- GC 控制面板
- 进样口端色谱柱安装
- 柱评价
- 检漏
- 更换进样垫
- 更换进样衬管
- 进样口维护
- 进样口问题的解决方案

203

ThermoFisher
SCIENTIFIC

分流/不分流进样口组成

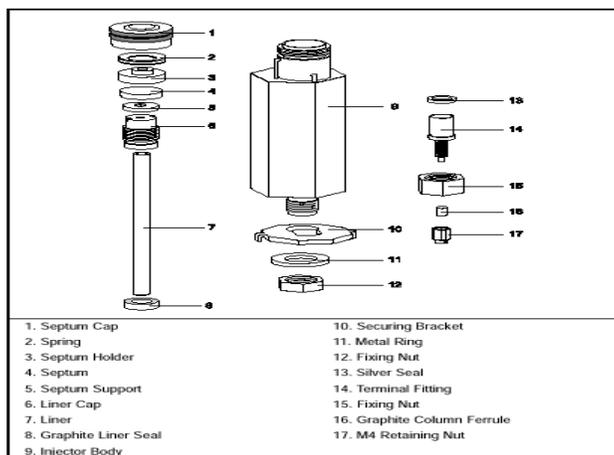


Figure 6-3. Split/Splitless Injector Components

204

ThermoFisher
SCIENTIFIC

进样口端色谱柱安装

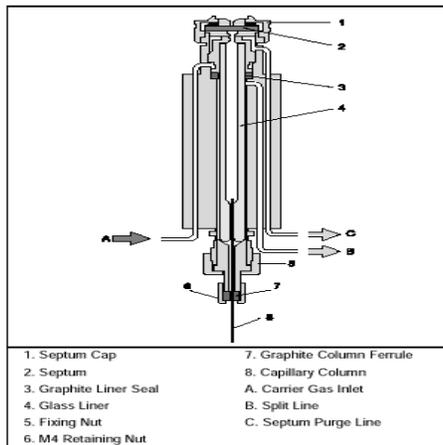


Figure 6-1. Split/Splitless Injector

- 1) 关闭MS
 - 2) 冷却柱温并且把载气关闭
 - 3) 装入石墨垫，后切平柱头
 - 4) 测量柱子的长度 (64mm for 不分流衬管, 40mm for 分流衬管)
 - 5) 把柱子装入进样口,用手拧紧后再用扳手拧 1/4 圈
- 注意：不要拧的过紧，会挤碎石墨垫。

205

ThermoFisher
SCIENTIFIC

检查进样口是否泄漏（在进样口安装完后）

- 用隔垫堵住进样口装柱端
- 在Valves里面把分流阀和隔垫吹扫管路关闭
- 把载气压力提高到200 kPa 后稳定。
- 在Valves里面把进样口的载气off.
- 观察实际压力. 如果系统不漏的话, 压力应该不会下降超过 1 kPa / min
- 在确认系统不漏后, 打开各个阀。
- 必要时, 将柱留在炉箱中老化后,再安装到MS



206

ThermoFisher
SCIENTIFIC

更换进样隔垫

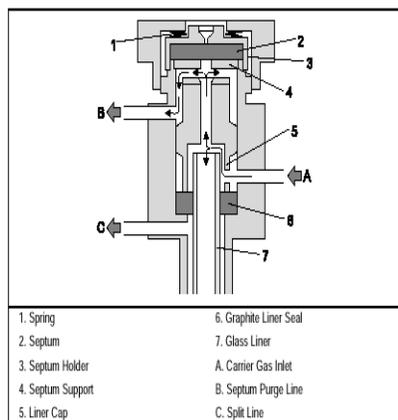


Figure 6-2. Septum Purge System

- 把气相部分的温度降下来后，关闭载气。
- 去掉隔垫帽。
- 去掉上盖。
- 把隔垫从上盖中取出，更换新的隔垫。
- 盖上上盖，后把隔垫帽拧上。不要太紧。
- 把载气打开后，把温度升高到100度进行检漏。

207

ThermoFisher
SCIENTIFIC

更换进样衬管

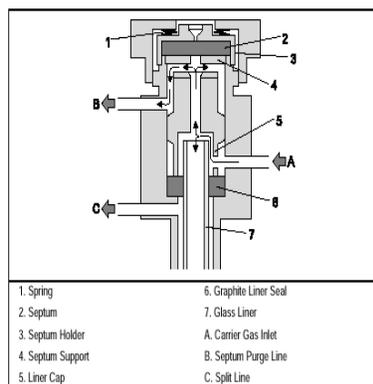


Figure 6-2. Septum Purge System

- 把气相面板上的所有温度降下来，移去隔垫帽 (同上)。
- 用工具拧松衬管帽 (#5)。
- 更换新的衬管。
- 拧上衬管帽。
- 装好隔垫 (同上)。
- 把温度，载气打开后，进样检漏。

208

ThermoFisher
SCIENTIFIC

分流/不分流进样口的维护

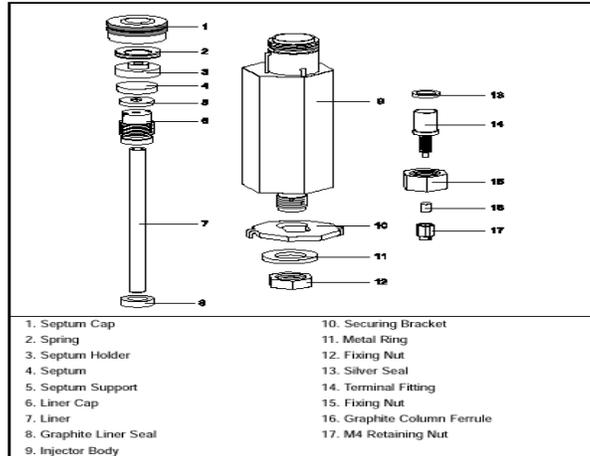
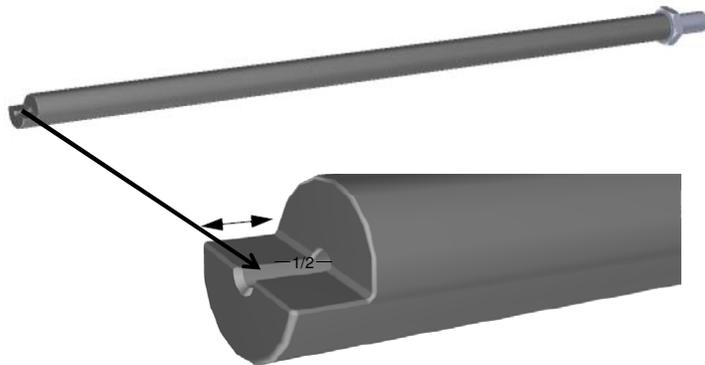


Figure 6-3. Split/Splitless Injector Components

209

ThermoFisher
SCIENTIFIC

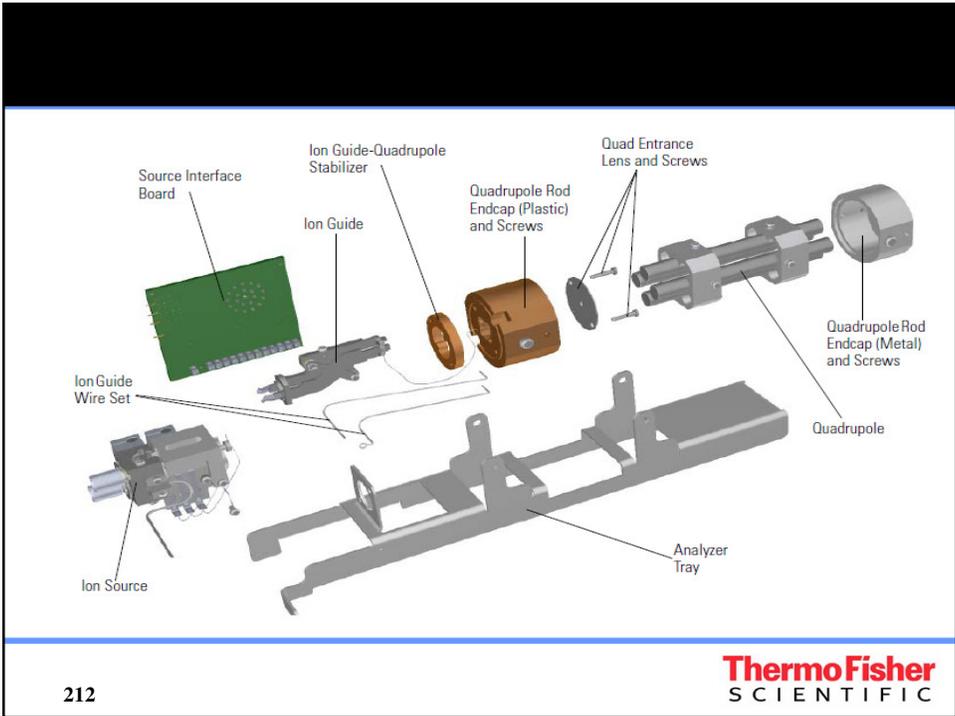
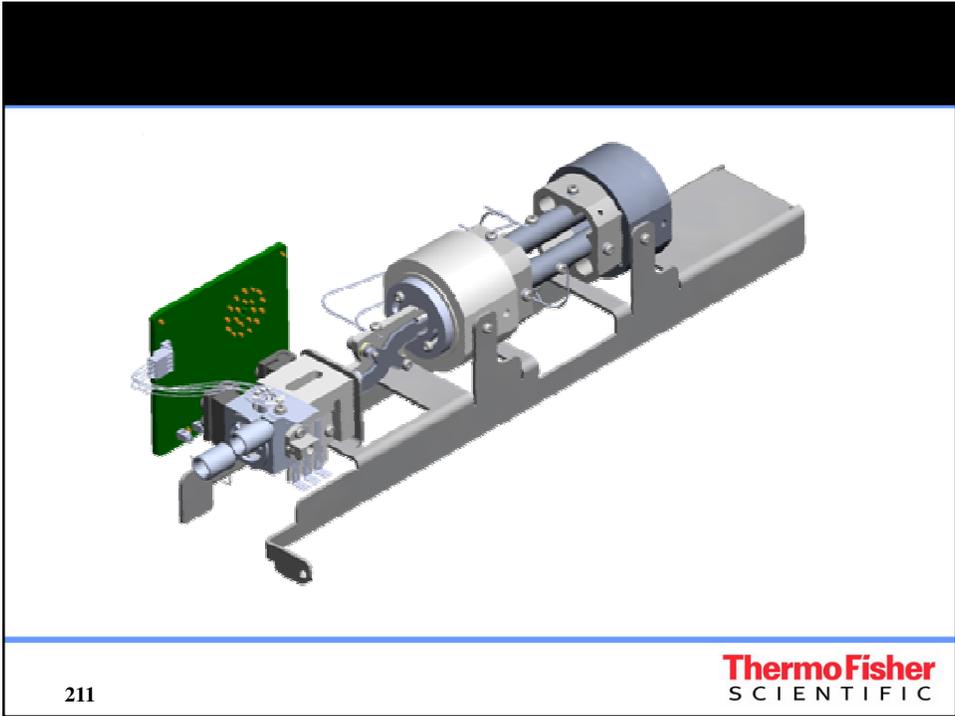
ISQ质谱端色谱柱安装



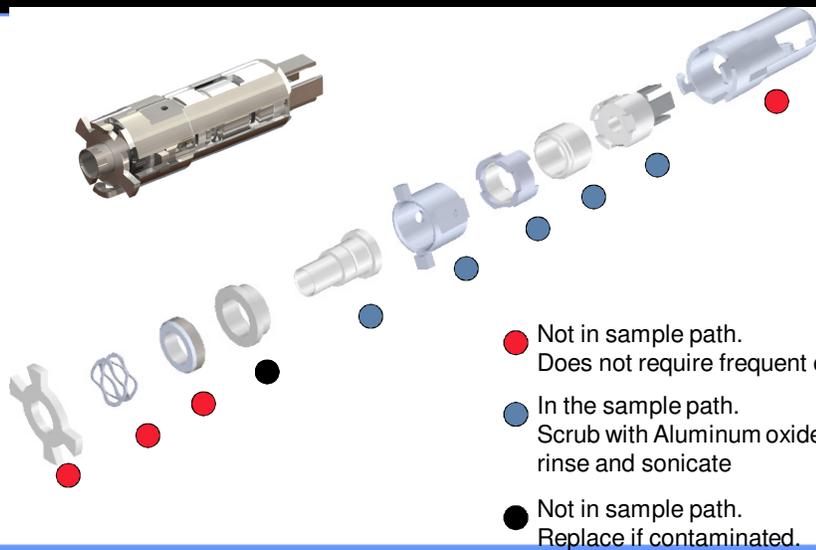
为了使毛细管柱到达离子源的合适位置，要求毛细管柱应在测量工具凹槽的1/2处。

210

ThermoFisher
SCIENTIFIC



ExtractaBright™ Ion Source Cartridge



213

ThermoFisher
SCIENTIFIC

服务中心微信二维码



214

ThermoFisher
SCIENTIFIC