

EXPEC5231 型 GC-MS/MS

日常操作手册



杭州谱育科技发展有限公司

目录

1. 软件密码.....	3
2. 准备与开机.....	3
3. 调谐.....	5
4. 方法建立.....	16
5. 数据分析.....	19
6. 关机.....	25

1. 软件密码：密码可自行设置

2. 准备与开机

(1) 打开仪器主机电源、(电源位于仪器左后方)、气相电源(电源位于仪器右下方)和电脑(正常使用情况下,仪器应一直处于抽真空状态),打开机械泵电源。

(2) 打开气源, 氦气输出压力 0.4Mpa, 氮气输出压力 0.1 Mpa。



(3) 双击软件“MassExpert”图标。

(4) 若仪器刚上电,则需要先进行抽真空。点击“真空控制”,等待碰撞池腔室真空度抽到 $1E^{-1}$ 以下时,点击启动分子泵。



(5) 等待分子泵转速达到指定泵速,碰撞池的压力 $<3 \times 10^{-5}$ Torr。

(6) 打开 EI 加热、真空接口加热。

(7) 若长时间未开机,需要抽 4H 以上真空,在开始使用仪器。

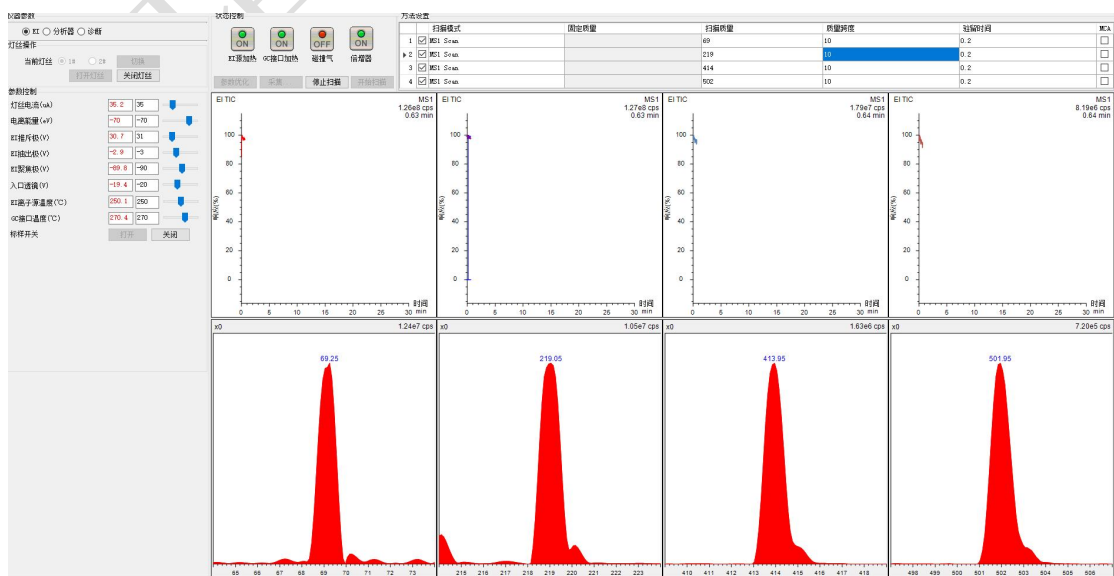
3. 调谐

3.1 手动调谐

在方法设置里输入 69, 219, 414, 502 四个质量数, 电压参数推荐值参考如下, 将质量数响应调到 69: 8e6 以上, 219: 6e6 以上, 502: 2e5 以上;

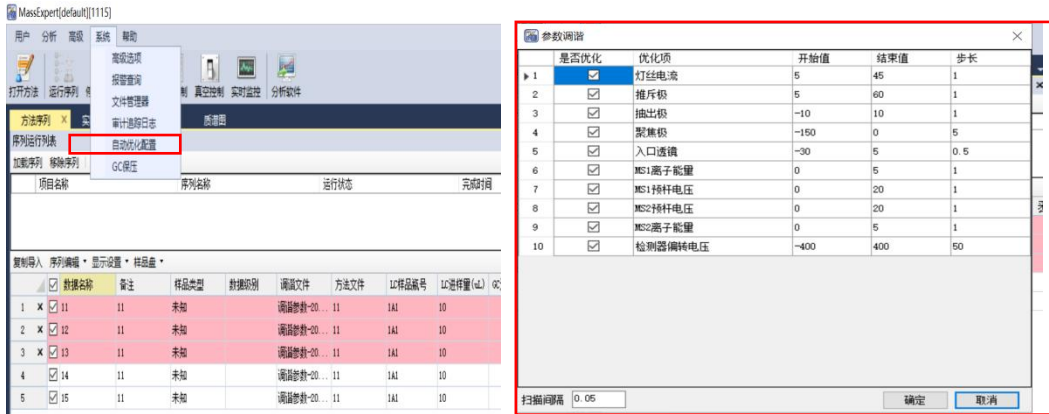
方法设置						
	扫描模式	固定质量	扫描质量	质量跨度	驻留时间	MCA
	<input checked="" type="checkbox"/> MS1 Scan		69	10	0.1	<input type="checkbox"/>
2	<input checked="" type="checkbox"/> MS1 Scan		219	10	0.1	<input type="checkbox"/>
3	<input checked="" type="checkbox"/> MS1 Scan		414	10	0.1	<input type="checkbox"/>
▶ 4	<input checked="" type="checkbox"/> MS1 Scan		502	10	0.1	<input type="checkbox"/>

	推荐值		推荐值
灯丝电流	15~50	碰撞室:	MS MSMS
电离能量	-70	入口电压	50 0~10
EI推斥极	20~60	碰撞能量	2 /
EI抽出极	. -5~5	出口电压	50 0~10
EI聚焦极	. -50~120	碰撞气	/ 0-1
入口透镜	. -30~10		
EI源温度	260		
GC接口温度	270		
MS1离子能量	0~3		
MS1预感电压	5~20		
MS2预感电压	5~20		
MS2离子能量	0~5		
入口电压	6000		
偏转电压	. -400~400		
倍增电压	2000~3000		

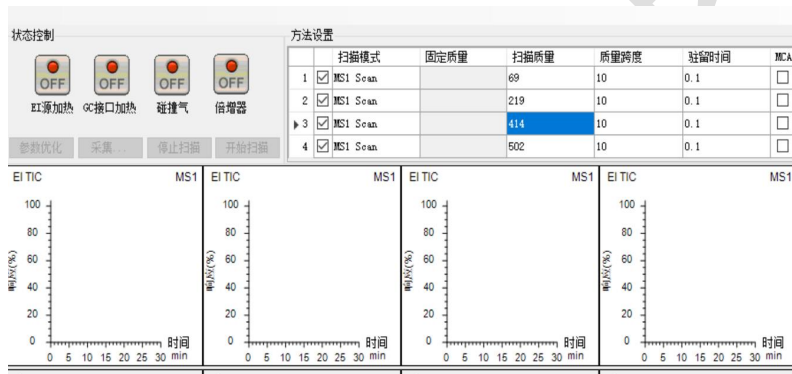


3.2 自动调谐

第一步，点击系统-自动优化配置，检查参数调谐设置参数是否合理

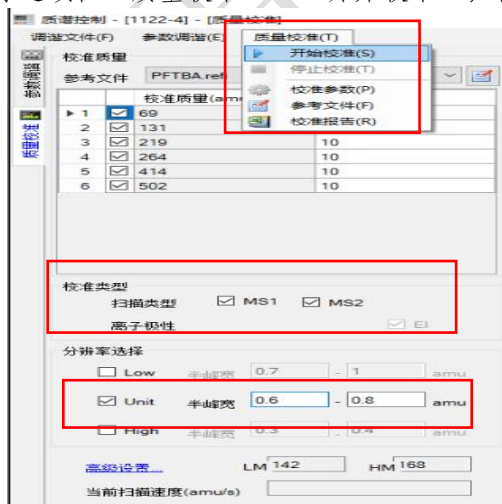


第二步，在质谱控制界面，将扫描质量数设置好，点击参数优化（自动优化过程大约持续 30min）



3.3 自动质量校正

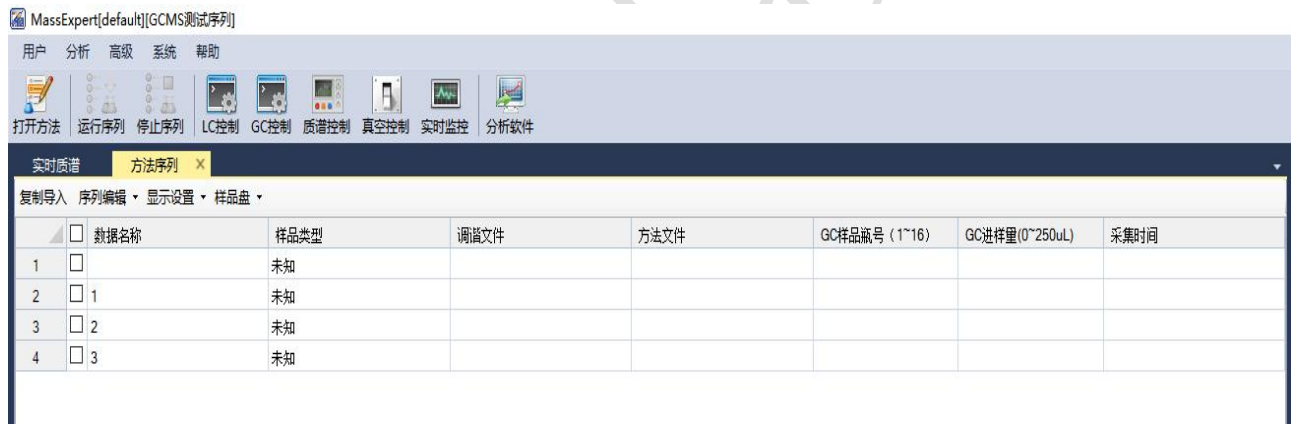
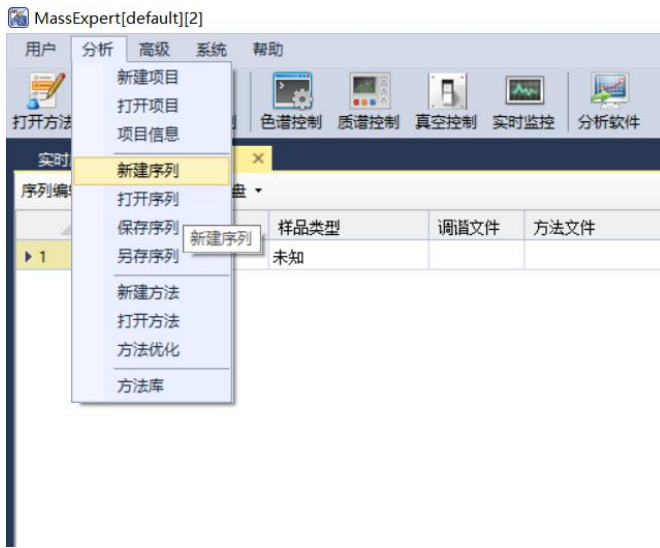
参数优化完毕后，进行自动质量轴校正：点击“质量校准”，勾选“MS1”、“MS2”，半峰宽设置“0.6-0.8”，点击“质量校准——校准参数”，设置扫描速度：1000，点开软件上方选项栏“质量校准”→“开始校准”，校正完成后，点击保存即可。




4. 方法运行

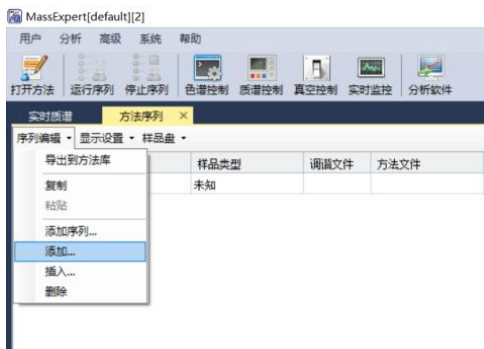
4.1 序列创建

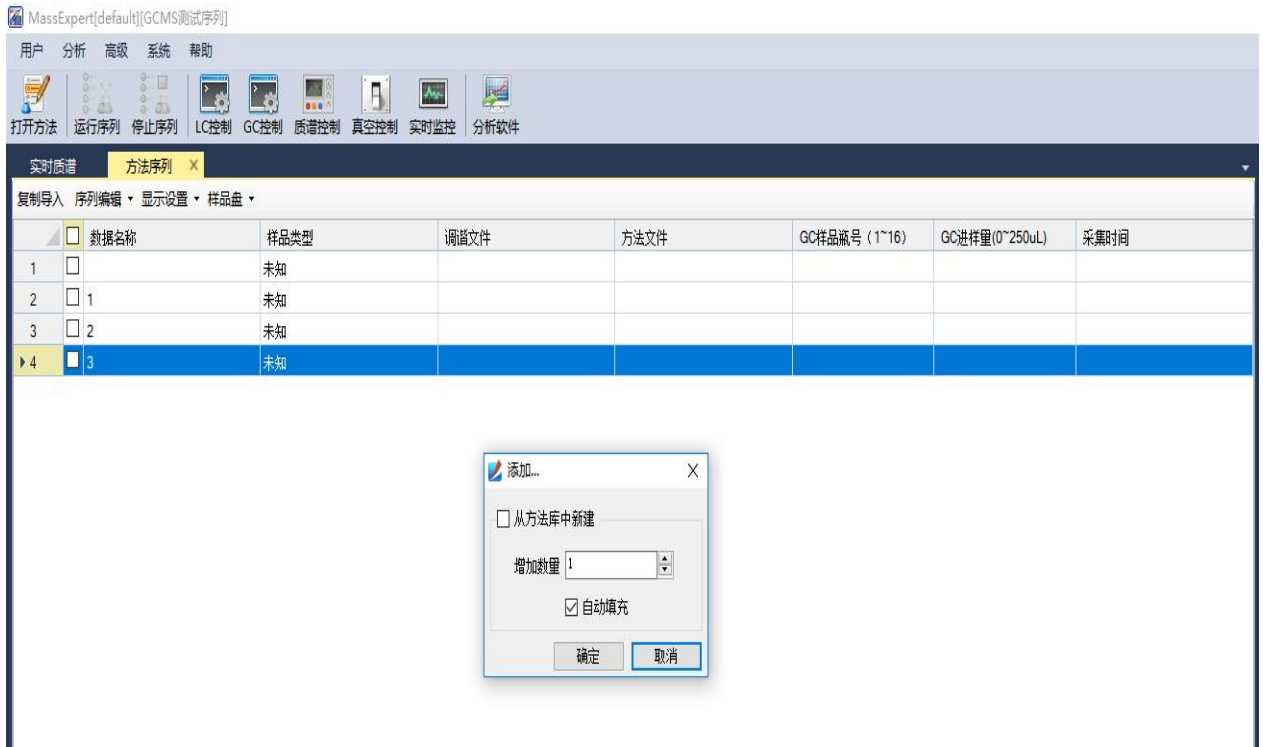
1. 在软件主界面中上方菜单栏“分析”中选择“新建序列”，输入序列名称和序列描述；也可以点击“打开序列”，导入用户之前保存的序列。



2. 在“显示设置”中选择“定制”，可在弹出的对话框中对序列表进行配置，配置如下：

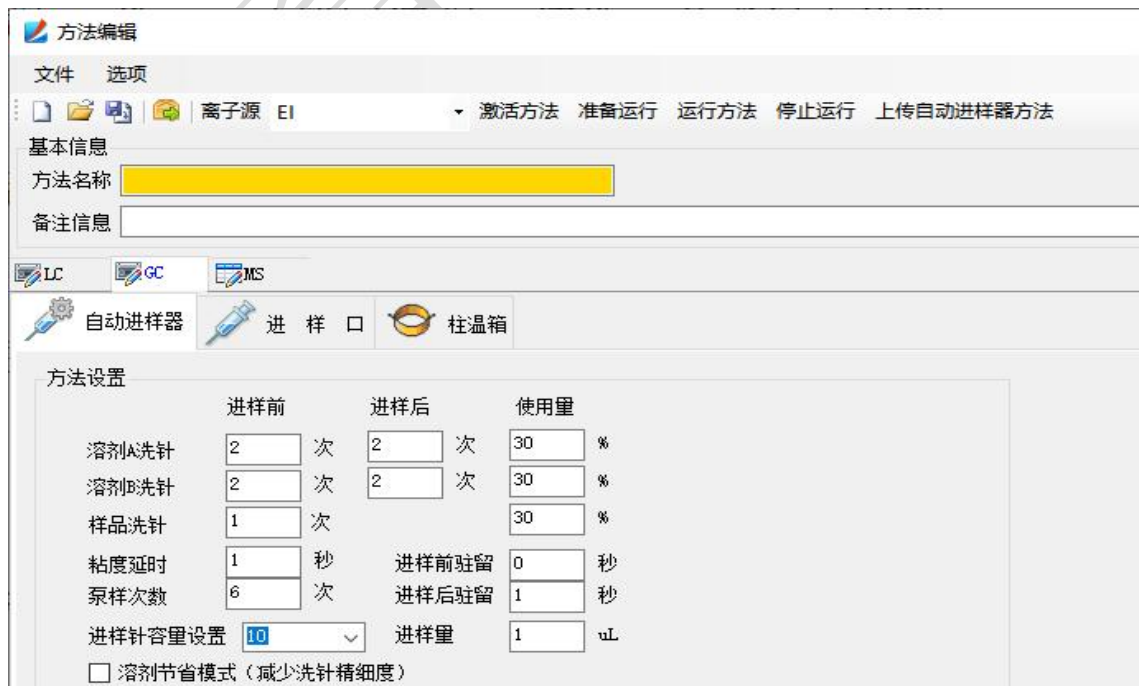
3. 在序列编辑下拉菜单中，选择“添加”，设定要添加的样品数量，也可以勾选“从方法库中新建”，进入方法库，选择要导出的序列，单击 ，导出方法库中的序列信息。



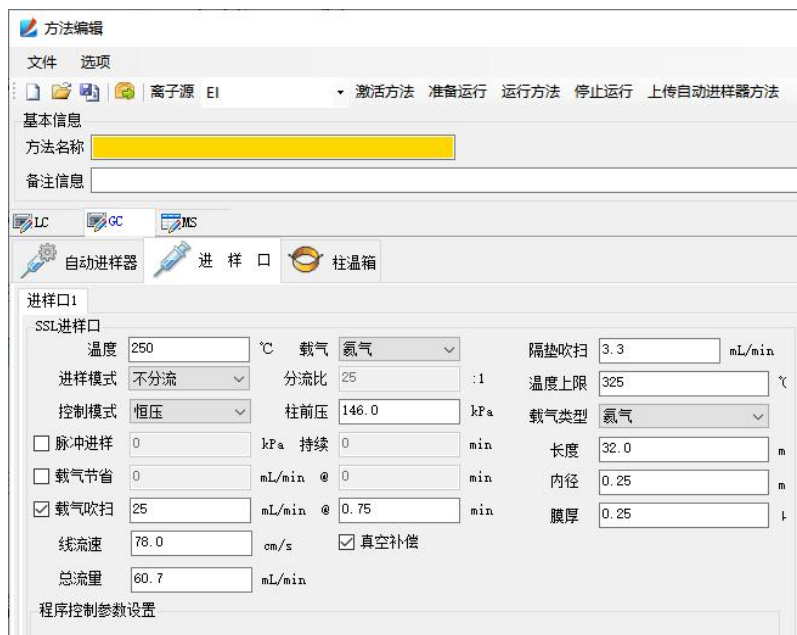


4.2 GC 方法编辑

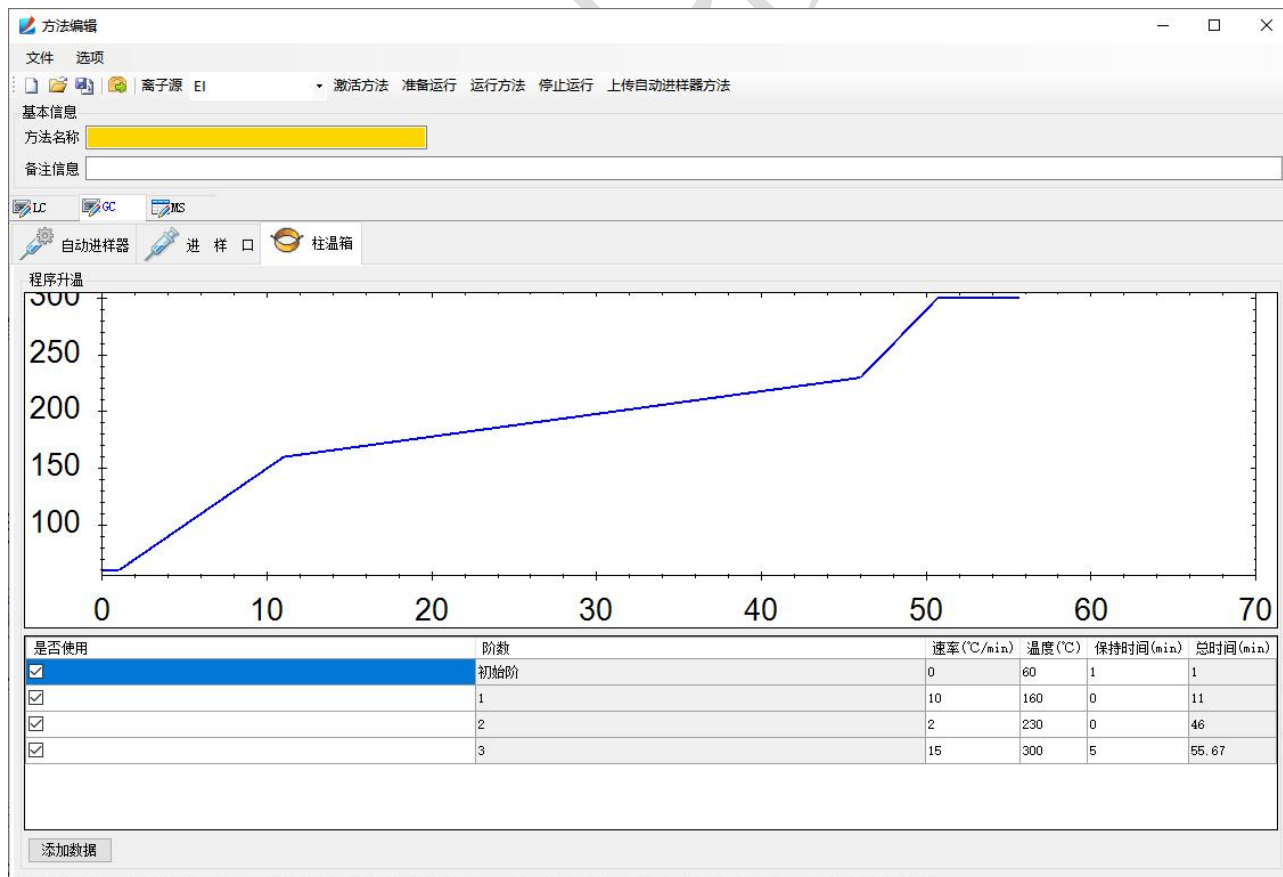
1) 以标配的 GC 2000 型 GC 为例（其他用户自配的气相色谱仪方法编辑请参考其对应的用户手册），在软件主界面上方菜单栏“方法管理”中选择“新建方法”，进入方法编辑界面。打开 GC 页面，点击自动进样器的图标，方法设置，如下图所示。




2) 点击进样口图标，在下方窗口中进行进样口方法设置，如下图所示。



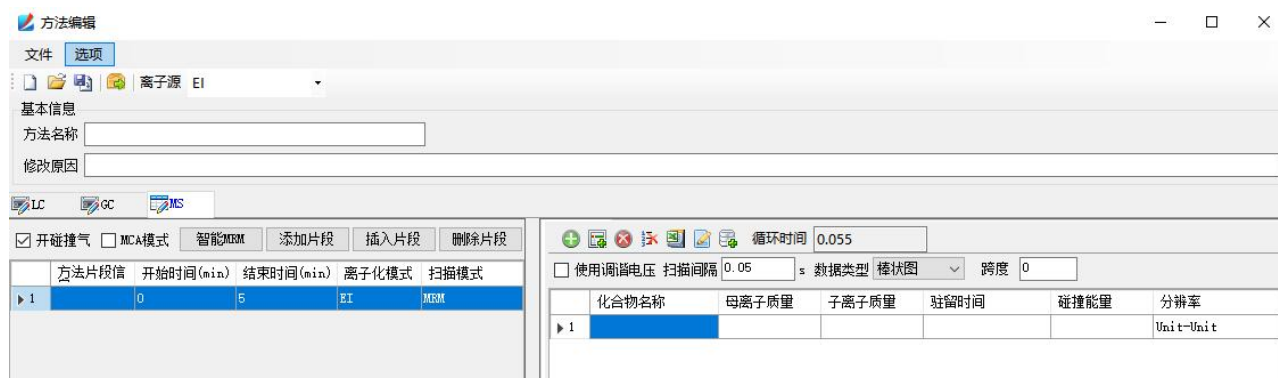
3) 点击柱温箱图标，在下方窗口进行柱温箱方法设置，如下图所示。



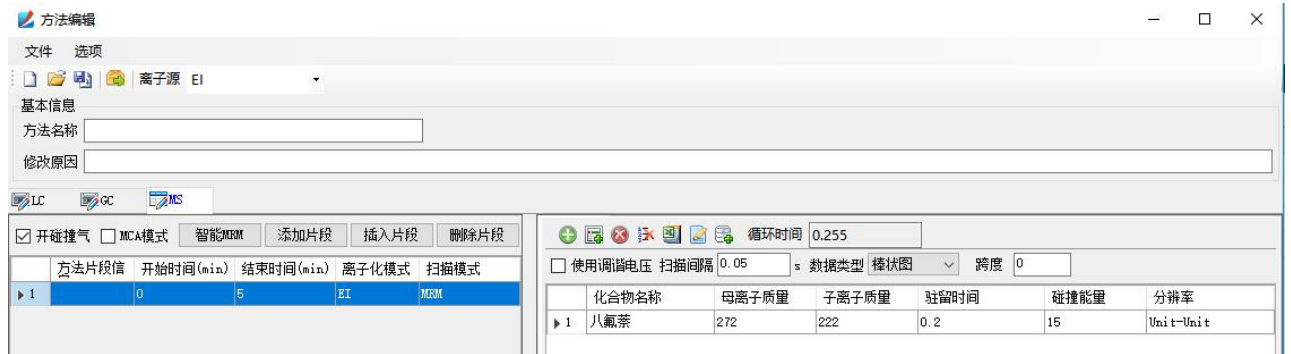
4.3 质谱方法编辑

- 1) 单击 ，打开 MS 页面，EXPEC 5231 配置 EI 离子源。在离子源下拉框中选择离子模式。再点击“添加片段”，显示如下窗口。EXPEC 5231 质谱仪具有 MS1 扫描 (MS1 Scan)、MS2 扫描 (MS2 Scan)、子离子扫描 (Daughters)、母离子扫描 (Parents)、中性丢失扫描 (Neutral Loss)、MS1 选择离子扫描 (MS1 SIM)、MS2 选择离子扫描 (MS2 SIM)、和多反应监测 (MRM) 等多种扫描功能。各工作模式用途如下表所示。

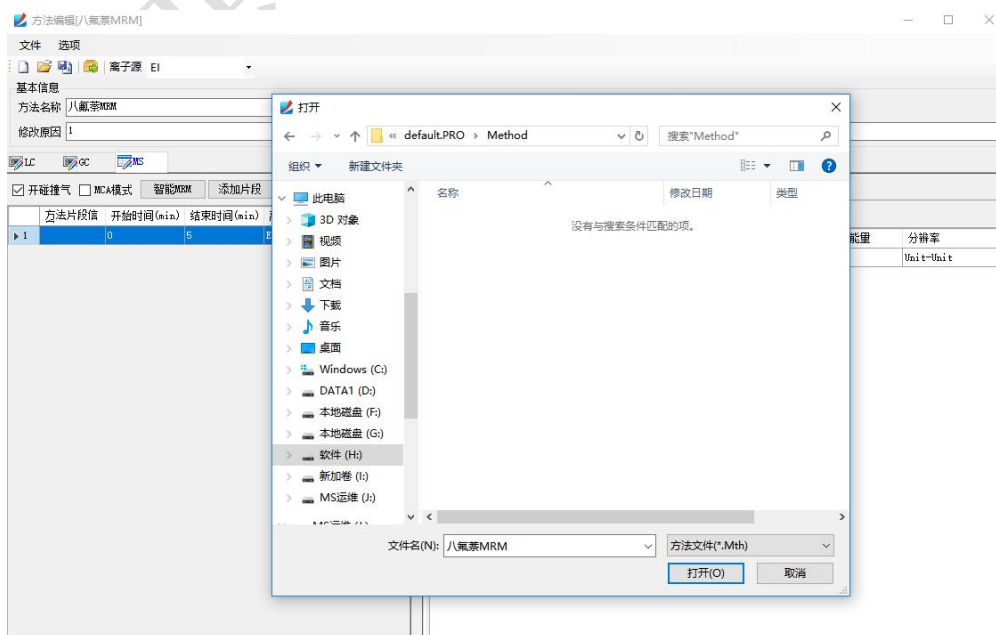
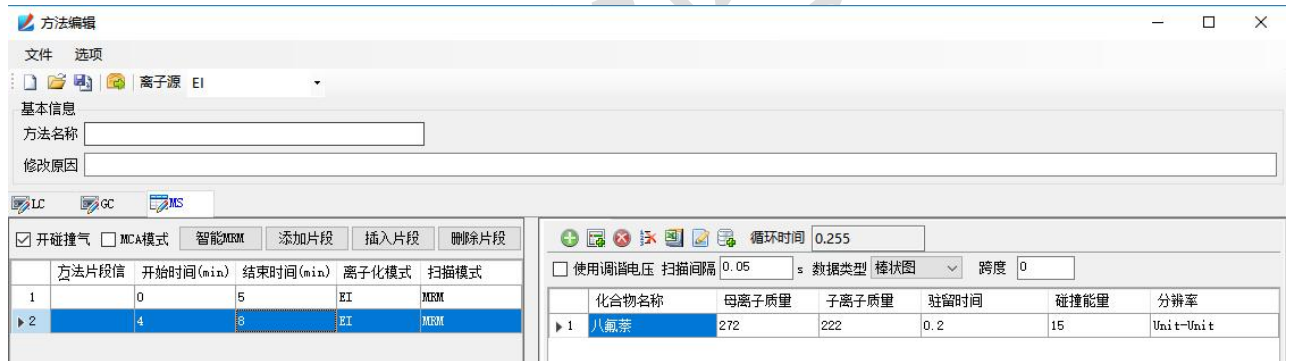
模式	作用及用途
MS1 扫描 (MS1 Scan)	Q1 进行化合物扫描，碰撞池和 Q2 只起到离子传输作用，用于确定化合物母离子，了解化合物基本信息
MS2 扫描 (MS2Scan)	Q1 和碰撞池起到离子传输作用，Q2 行化合物扫描，用于确定化合物母离子，了解化合物基本信息
子离子扫描 (Daughters)	Q1 扫描固定的母离子，碰撞池打碎母离子，Q2 扫描产生的碎片离子，用于确定化合物碎片离子，研究母离子结构特征
母离子扫描 (Parents)	Q1 扫描母离子，碰撞池打碎离子，Q2 扫描固定的碎片离子，可用于筛选具有特征子离子 (结构) 的分子
中性丢失扫描 (Neutral Loss)	Q1 扫描母离子，碰撞池打碎离子，Q2 扫描与母离子有特征差异的碎片离子，用于筛选具有特征结构的分子
MS1 选择离子扫描 (MS1 SIM)	Q1 扫描固定母离子，碰撞池和 Q2 只起到离子传输作用，用于目标化合物监测，缺少进一步结构信息，用于定量时易产生假阳性
MS2 选择离子扫描 (MS2 SIM)	Q1 和碰撞池起到离子传输作用，Q2 描固定母离子，用于目标化合物监测，缺少进一步结构信息，用于定量时易产生假阳性
多反应监测 (MRM)	Q1 扫描固定母离子，碰撞池打碎母离子，Q2 扫描过滤固定碎片离子，用于目标化合物监测，灵敏度高，主要用于定量，假阳性低



2) 以定量分析时常用的 MRM 为例，创建质谱方法，将扫描模式选择为“MRM”，界面如下所示。

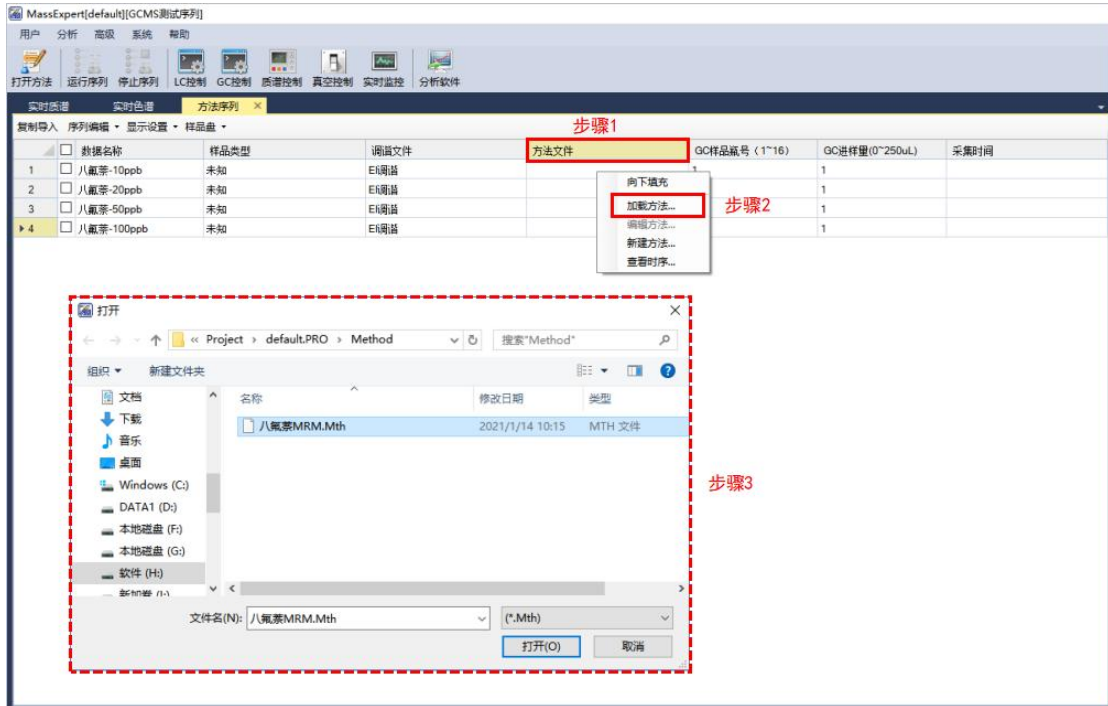


在方法片段中选择离子化模式，在时间窗口中输入质谱数据采集时间。如果想要设置多个片段，在上侧点击“添加片段”或者“插入片段”按钮。在每个方法片段中增加化合物通道，输入化合物名称、目标化合物的母离子质量、子离子质量、驻留时间、碰撞能量和分辨率模式。




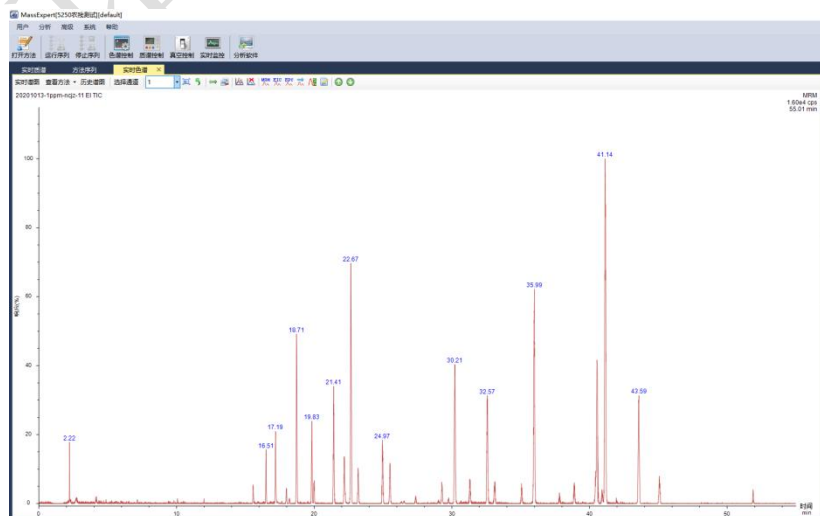
4.4 序列运行

1) 如果在已有的序列上进行编辑，直接单击 **序列编辑**，进行增加样品或者编辑样品。可直接在样品条上修改所需信息。调用历史方法文件操作步骤如下所示：①右击序列表中 **方法文件** 图标，②选择“加载方法”选项，③选择所需的历史方法文件。调用 GC-MS 的方法文件，可编辑 GC 样品瓶号和 GC 进样量。可根据自己的需求进行 GC-MS 序列编辑并运行。



1) 确保 GC 处于“待机中”状态、MS 处于“空闲中”状态。


2) 在序列表中勾选要采集的样品，然后在主界面上方点击图标 ，开始运行样品序列。

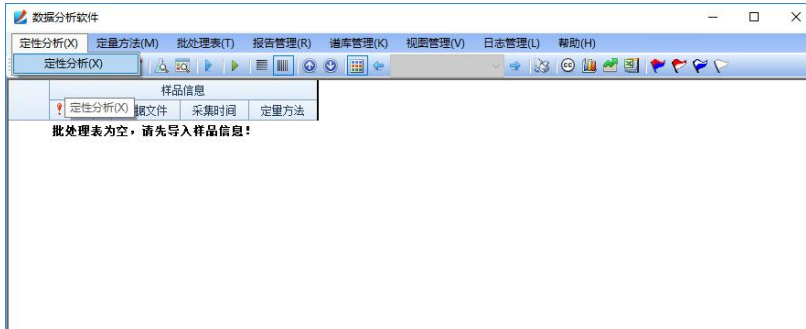




5. 分析数据处理

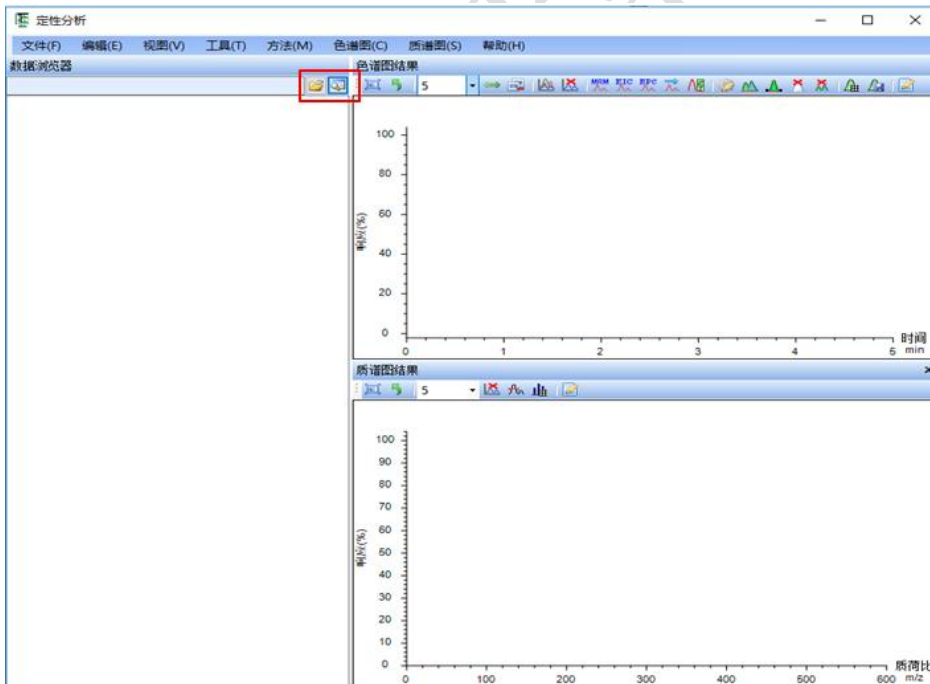
5.1 定性分析



- 1) 在主界面中点击图标 ，打开数据分析软件。
- 2) 在弹出的窗口上方菜单栏选择“定性分析”，打开定性分析界面，如下所示。




- 3) 打开待分析的数据文件，可以选择  将整个文件夹导入，也可以选择  加载某几个数据文件。

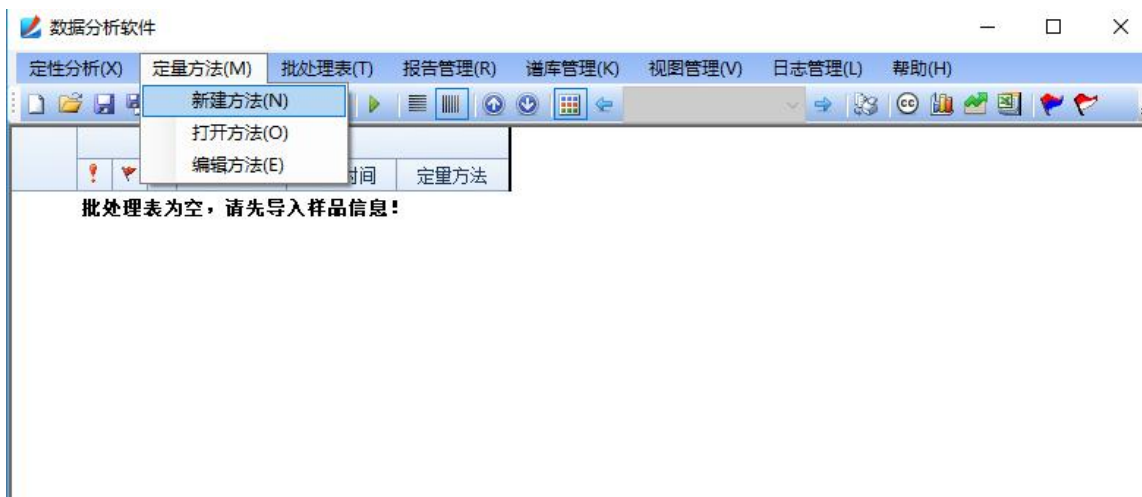


4.2 定量分析

本部分基于已经采集到的MRM数据来创建定量方法和批处理，参考以下步骤进行练习。



首先在主界面中点击图标 ，打开数据分析软件。然后在弹出的窗口上方菜单栏选择“定量方法—新建方法”，打开定量方法设置界面。



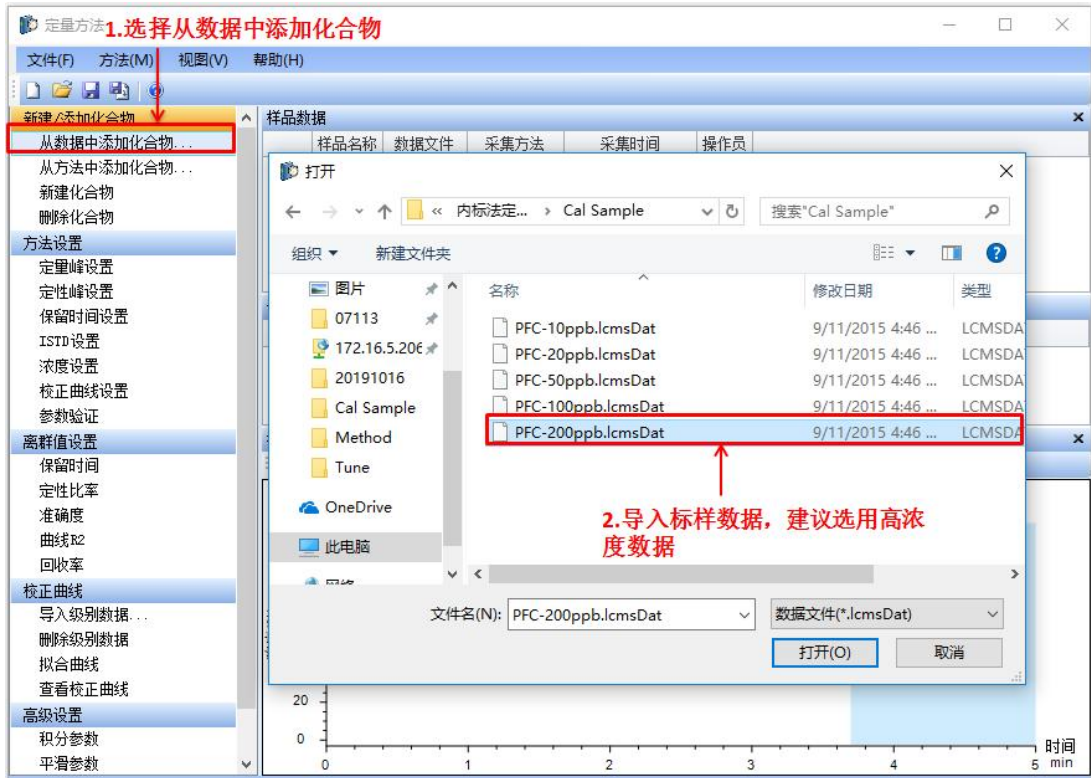
内标法

内标法定量练习数据包含 2 种全氟化合物（PFOA 和 PFOS）以及对应的内标（M4-PFOA 和 M4-PFOS）的校正/Sample 样品，数据保存路径为 Mass Analyst/定量练习数据/内标法定量练习，数据目录如下所示。

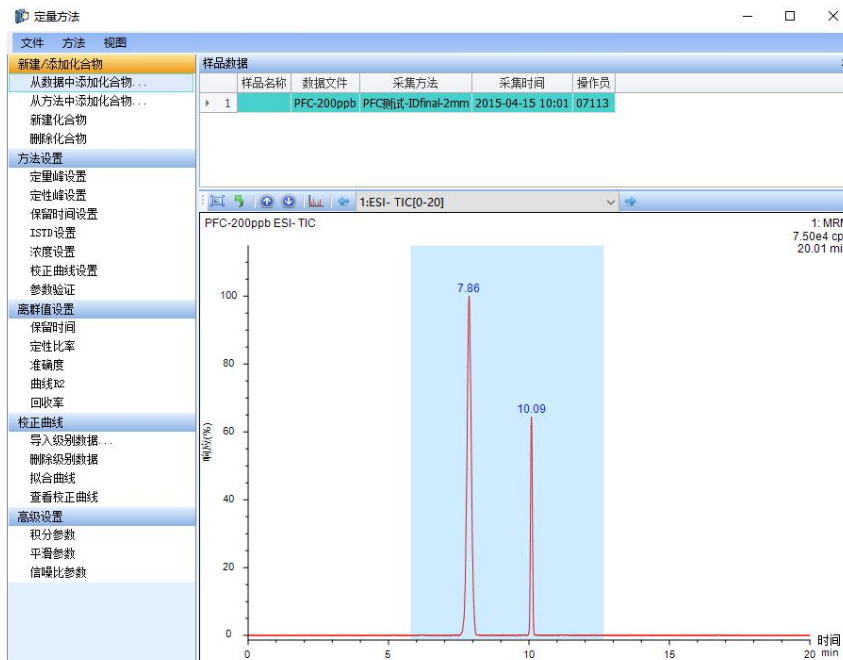


内标法定量的步骤与外标法定量相似，需要额外增加 ISTD 设置这一步骤。

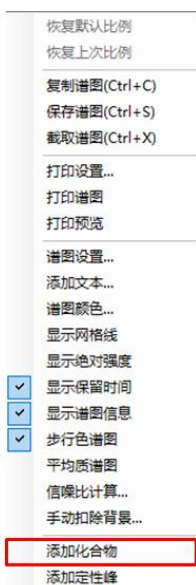
- 1) 在定量方法设置界面点击“从数据中添加化合物”，导入已经采集到的 MRM 数据 PFC-200ppb.lcmsDat（此处建议选择具有代表性的谱图，一般选择较高浓度样品数据，这样保留时间、定性比率等比较准确。



- 2) 数据导入后, 在界面下方弹出的样品信息窗口, 会显示该样品的 TIC 色谱图, 鼠标左键选择一段包含待分析化合物的时间范围, 在右键菜单中选择“添加化合物”, 将需要定量分析的化合物添加至化合物列表。

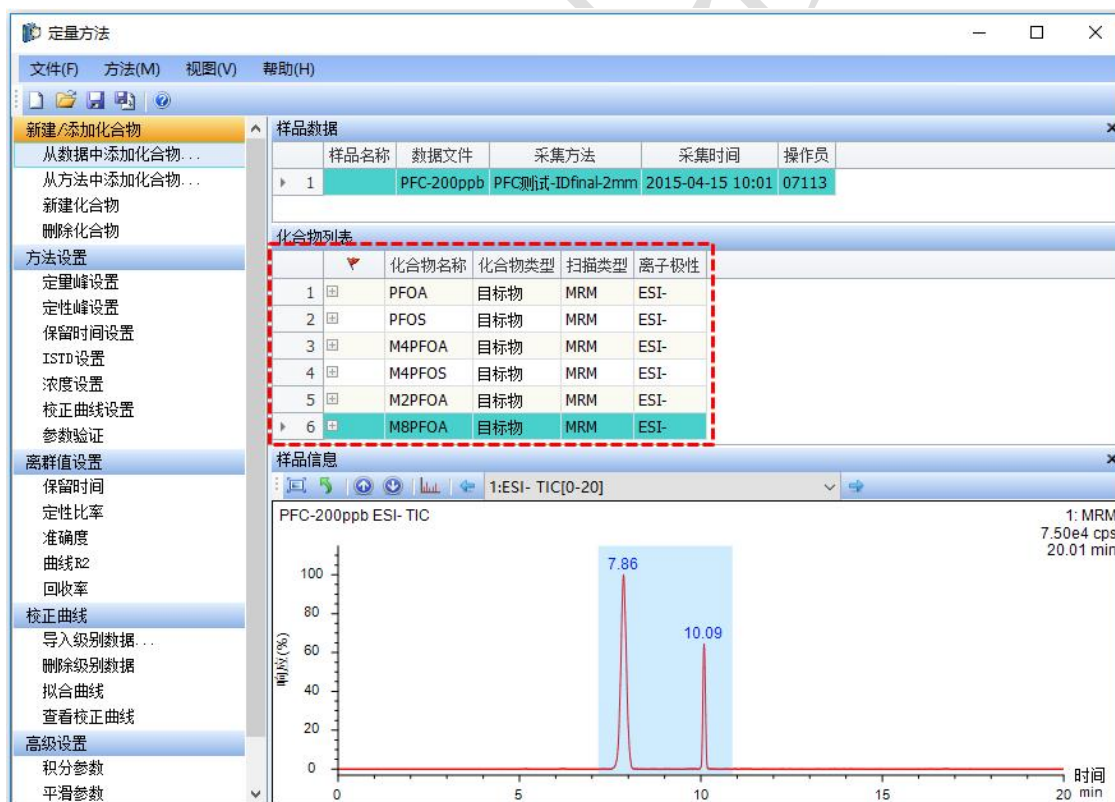


1. 选择时间范围, 包含定量化合物以及内标

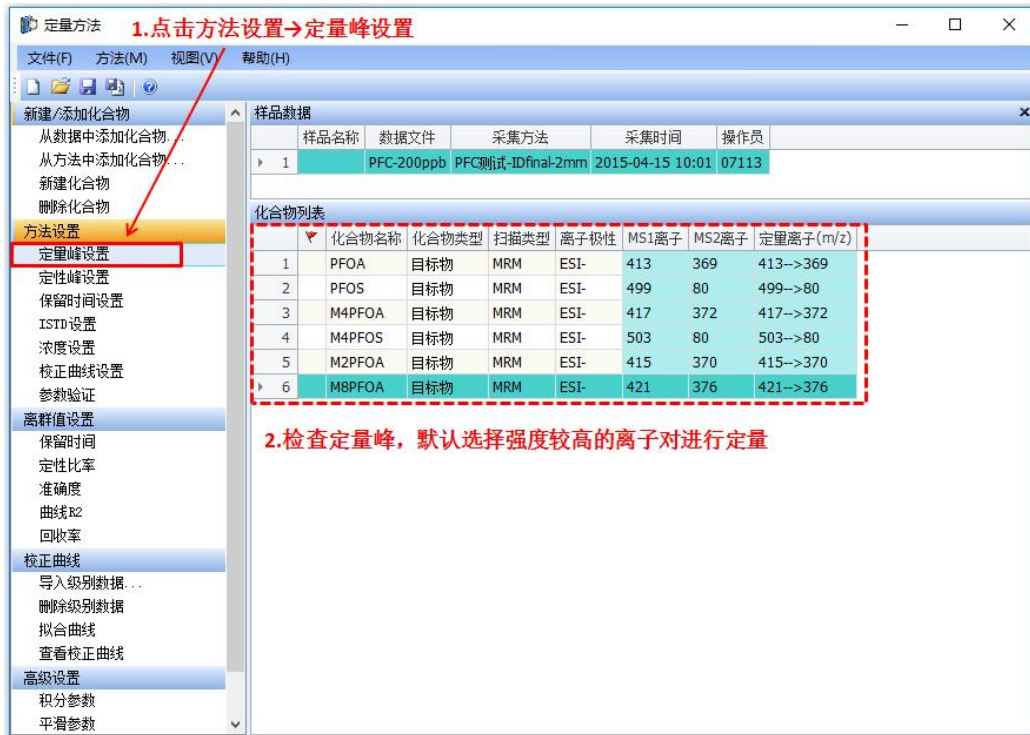


2. 右键单击，选择添加化合物

3) 软件会自动生成化合物列表，检查化合物是否有遗漏，如下图所示。



4) 左侧导航栏“方法设置”选项下自上而下进行，首先点击方法设置→定量峰设置，检查添加的化合物定量离子是否正确，默认选择每个化合物强度较高的离子对进行定量。



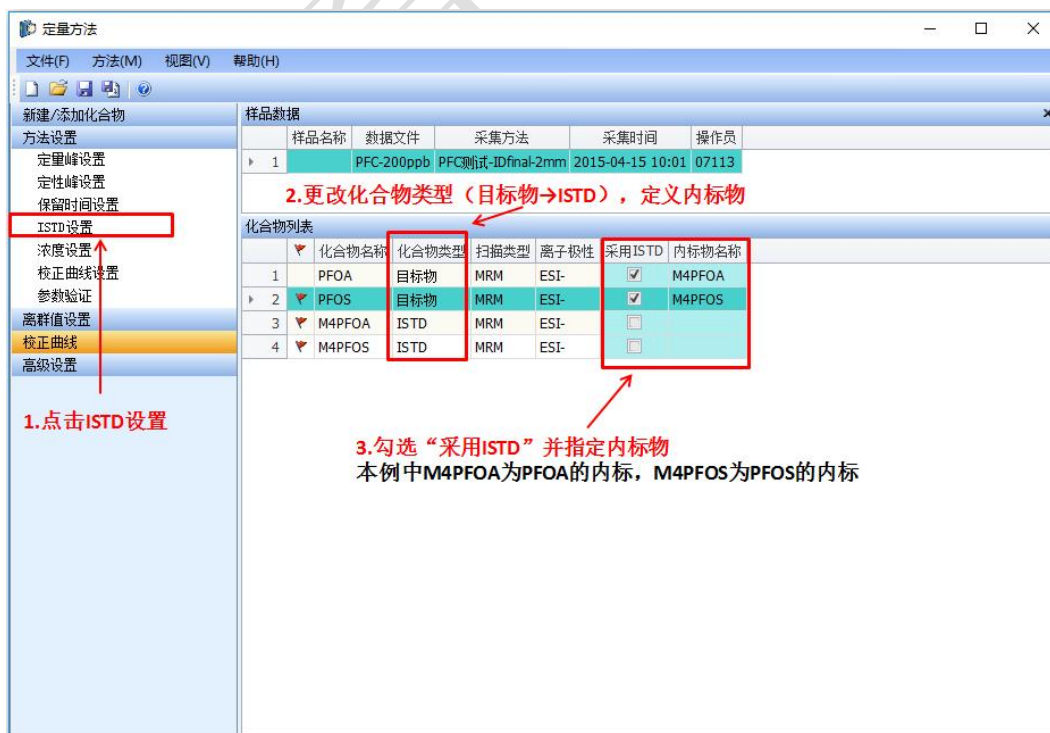
- 5) 单击方法设置→定性峰设置，检查添加的化合物定性离子参数，在添加化合物时定性离子参数自动产生，默认选择每个化合物强度较弱的离子对进行定性。



- 6) 单击方法设置→保留时间设置，检查添加化合物的保留时间和设定积分时间范围（默认为 $RT \pm 0.5min$ ）。



- 7) 单击方法设置→ISTD 设置，首先更改欲标记为内标的化合物类型（目标物→ISTD），然后勾选“采用 ISTD”，在“内标物名称”下拉菜单中为每个目标化合物指定内标化合物。本例中，目标化合物“M4PFOA”为“PFOA”的内标，目标化合物“M4PFOS”为“PFOS”的内标。



- 8) 单击方法设置→浓度设置，首先在稀释最高浓度处输入校正曲线中该化合物的最高浓度，

在稀释模式列从高到低输入每一浓度级别的稀释倍数，稀释倍数为上一级浓度与下一级浓度的比值（最高级别则为1）。

浓度设置方法1：输入稀释最高浓度和稀释倍数

2.输入校正曲线的最高浓度 - 通常曲线中内标物浓度是不变的

1.点击浓度设置

3.输入稀释模式
从高到低输入每一浓度级别的稀释倍数，稀释倍数为上一级别与当前级别浓度的比值

4.浓度单位和乘积因子
浓度单位是选择标准曲线的浓度单位；乘积因子是经过前处理后的实际浓度折算系数，批处理表中的是最终浓度 = 计算浓度 * 乘积因子

浓度	稀释倍数
200	1
100	2
50	2
20	2.5
10	2

目标物稀释模式为：1:2:2:2.5:2
内标物稀释模式为：1:1:1:1:1

9) 单击方法设置→校正曲线，选择拟合类型（线性、平方和3次幂）、拟合原点设置（忽略、强制、包含和空白偏移）和权重类型（1/x、1/x²等）。

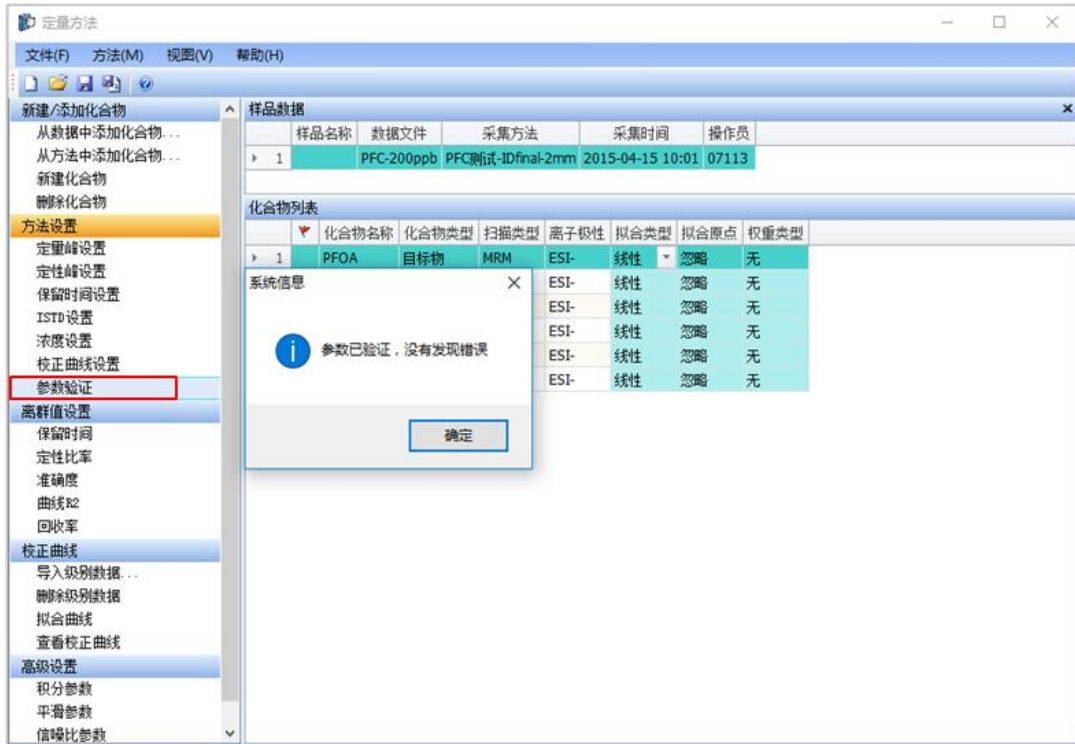
1.点击校正曲线设置

2.选择拟合类型（默认为线性）
线性/平方/3次幂

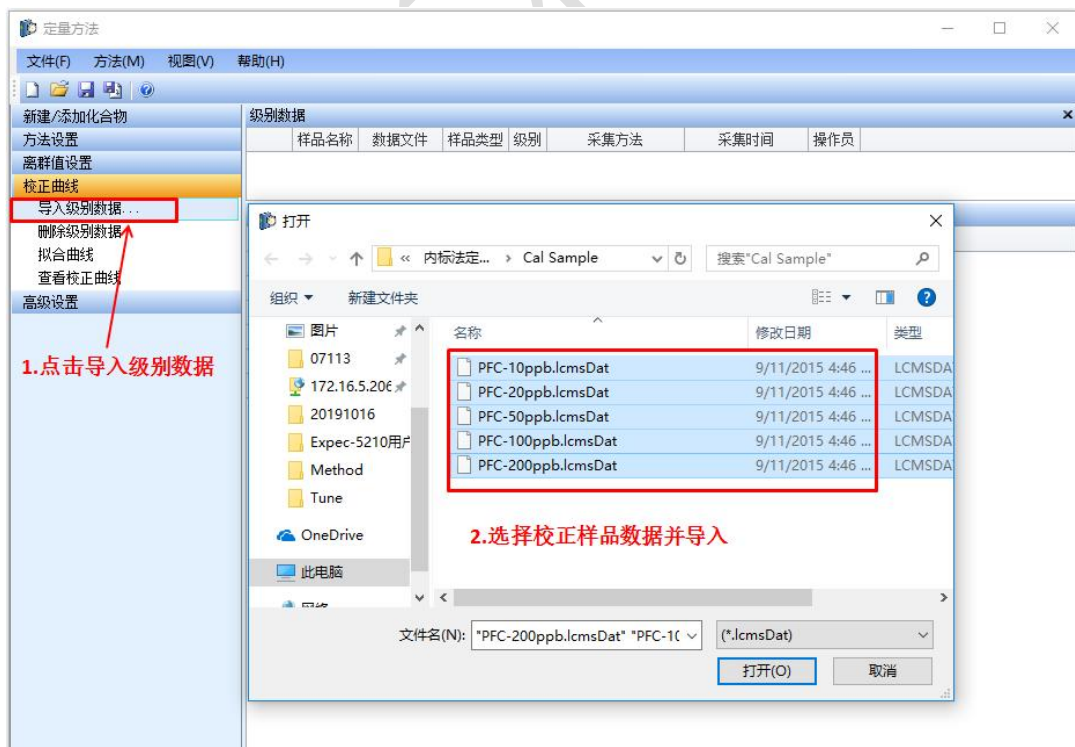
3.拟合原点，（默认为忽略）
忽略：不使用原点；包含：将原点用于校正点参与拟合；强制：曲线必须过原点空白漂移：扣除空白背景

4.选择权重类型，（默认为无权重）
浓度范围较大时，选用1/x

10) 单击“参数验证”对定量方法进行校验，若参数无误，将弹出如下对话框。

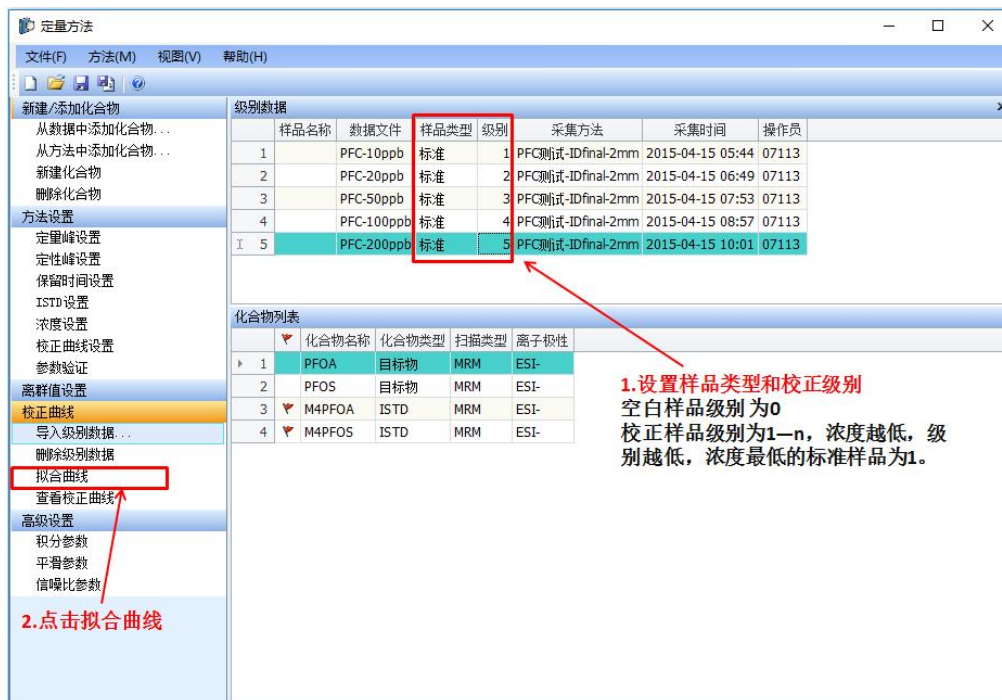



- 11) 设置离群值和高级参数，具体可参考外标法部分。
- 12) 在左侧导航栏双击校正曲线→导入级别数据，选择校正样品数据并导入。

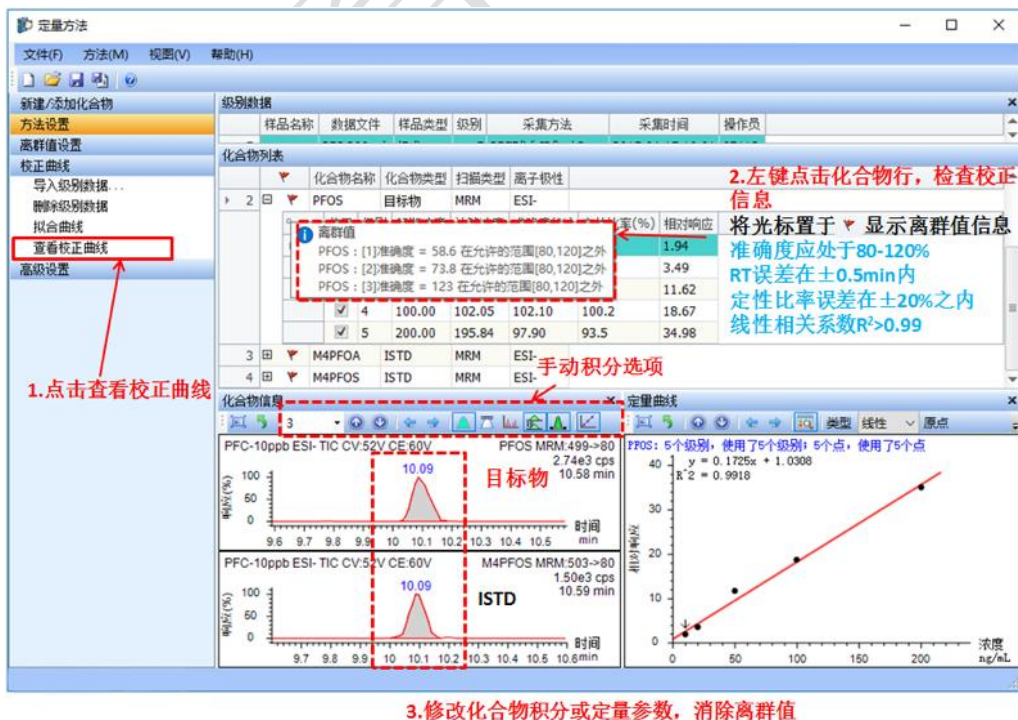


- 13) 在级别数据页面中设置样品类型和校正级别，空白样品的浓度级别为 0，校正样品的浓度级别为从 1 开始递增的整数，浓度越低，级别数越低，浓度最低的校正样品为 1。然

后点击选项“拟合曲线”，软件依据设置的方法参数开始拟合校正曲线。



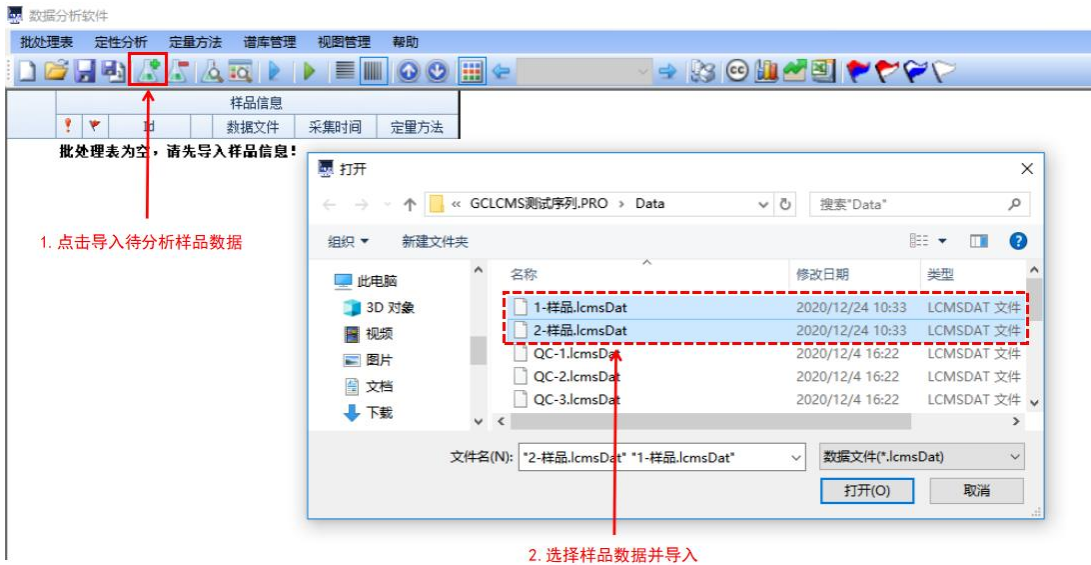
14) 点击选项“查看校正曲线”，右侧显示化合物列表和化合物信息窗口。单击化合物行可以展开化合物的校正信息。点击图标可显示内标 ISTD 的定量色谱图。将光标置于图标上，会自动显示该化合物的离群值信息。



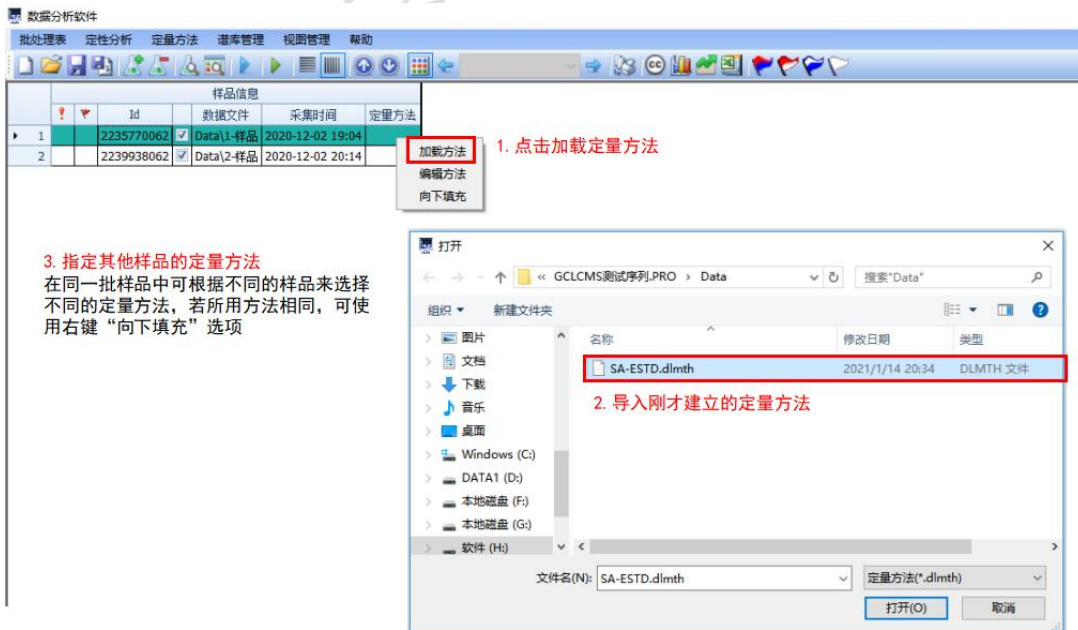
5.3 批处理分析

1) 数据导入与方法选择

以外标法处理的农残数据为例，在批处理界面中点击图标，导入待分析的数据。




选择样品行，在右键菜单中加载刚才新建的定量方法 SA-ESTD.dlmth。为了方便灵活使用，在同一批处理表中可根据不同的样品来选择不同的定量方法，如果导入的该批数据使用相同的定量方法，可使用右键菜单中的“向下填充”选项。




2) 样品批处理


选中要分析的样品，首次加载的样品数据默认处于勾选状态，未勾选的样品数据不会进行批处理析。点击“分析批处理”图标，软件开始对样品进行批处理分析，自动积分和

计算化合物浓度，在批处理表中会显示样品处理结果，同时在批处理下方自动弹出化合物信息窗口，里面包含定量色谱图和校正曲线。点击“定量批处理”图标，会保留之前的积分结果，仅对当前批处理重新计算浓度，适用于校正曲线变更等情况。

1. 勾选要分析的样品，首次加载样品默认处于勾选状态

样品信息					灭线磷				杀虫脒			
Id	数据文件	采集时间	定量方法		保留时间	响应	定性比率	计算浓度	保留时间	响应	定性比率	计算浓度
1	Data\1-样品	2020-12-01 23:27	SA-ESTD	<input checked="" type="checkbox"/>	16.52	62456.10	25.57	27.04	17.22	51673.14	62.88	25.46
2	Data\2-样品	2020-12-02 00:36	SA-ESTD	<input checked="" type="checkbox"/>	16.52	61317.62	26.76	26.54	17.22	54099.33	56.62	26.66

2. 点击图标 分析批处理，自动积分和计算化合物浓度

点击图标 定量批处理，保留之前的积分结果，仅重新计算化合物浓度，适用于校正曲线变更的情况

3. 显示样品分析结果

批处理结果表

化合物信息

1-样品 EI TIC CV:10V CE:20V 灭线磷 MRM:157.8->96.7
1.92e4 cps 17.00 min

定量色谱图

校正曲线

灭线磷: 6个级别, 使用了6个级别; 6个点, 使用了6个点
 $y = 2310.0036x$
 $r = 0.9999$

谱育科技 (杭州) 股份有限公司

1. 点击图标可以删除不参与数据统计的数据

样品信息					灭线磷				杀虫脒			
Id	数据文件	采集时间	定量方法		保留时间	响应	定性比率	计算浓度	保留时间	响应	定性比率	计算浓度
1	Data\1-样品	2020-12-01 23:27	SA-ESTD	<input checked="" type="checkbox"/>	16.52	62456.10	25.57	27.04	17.22	51673.14	62.88	25.46
2	Data\2-样品	2020-12-02 00:36	SA-ESTD	<input checked="" type="checkbox"/>	16.52	61317.62	26.76	26.54	17.22	54099.33	56.62	26.66
Min					16.52	61317.62	25.57	26.54	17.22	51673.14	56.62	25.46
Max					16.52	62456.10	26.76	27.04	17.22	54099.33	62.88	26.66
AVG					16.52	61886.86	26.16	26.79	17.22	52886.23	59.75	26.06
SD					0.00	805.03	0.84	0.35	0.00	1715.58	4.42	0.85
RSD					0.00	1.30	3.21	1.30	0.00	3.24	7.40	3.24
IDL					0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

2. 点击图标，显示数据统计信息

数据统计: 自动计算和显示当前列表中所有样品中任意化合物结果列的统计信息(最大值、最小值、标准偏差和相对标准偏差)

化合物信息

1-样品 EI TIC CV:10V CE:20V 灭线磷 MRM:157.8->96.7
1.92e4 cps 17.00 min

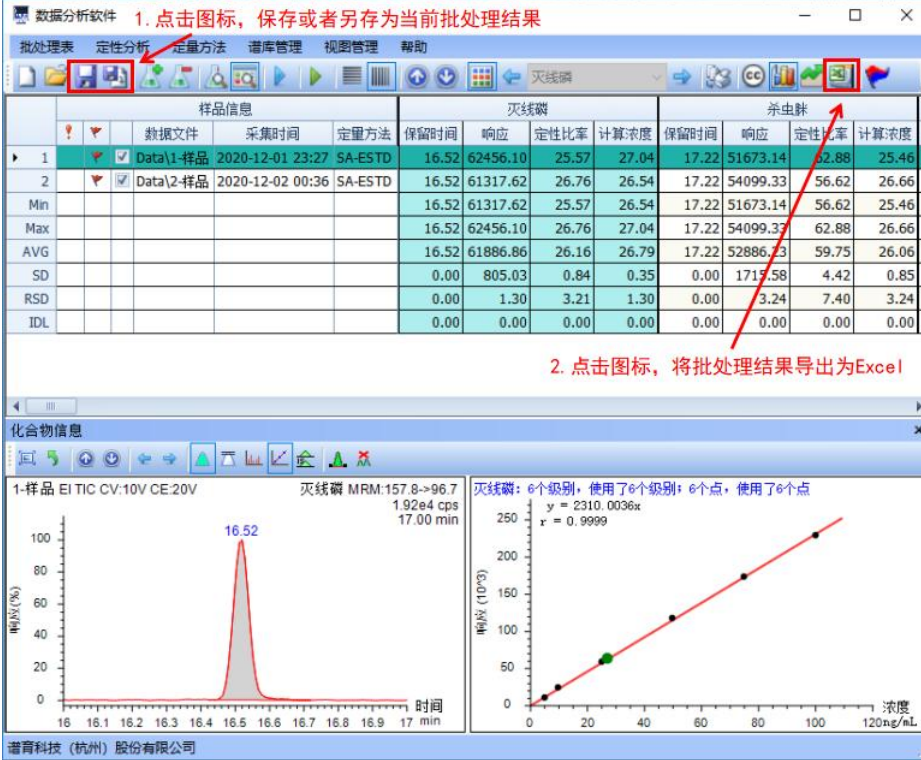
定量色谱图

校正曲线

灭线磷: 6个级别, 使用了6个级别; 6个点, 使用了6个点
 $y = 2310.0036x$
 $r = 0.9999$

谱育科技 (杭州) 股份有限公司

单击  保存当前样品列表, 或者单击  将当前样品列表另存。以后可通过单击  打开之前保存的样品列表。单击  将批处理结果导出为 Excel。



1. 点击图标, 保存或者另存为当前批处理结果

2. 点击图标, 将批处理结果导出为Excel

样品信息				灭线磷				杀虫脒			
	数据文件	采集时间	定量方法	保留时间	响应	定性比率	计算浓度	保留时间	响应	定性比率	计算浓度
1	Data\1-样品	2020-12-01 23:27	SA-ESTD	16.52	62456.10	25.57	27.04	17.22	51673.14	52.88	25.46
2	Data\2-样品	2020-12-02 00:36	SA-ESTD	16.52	61317.62	26.76	26.54	17.22	54099.33	56.62	26.66
Min				16.52	61317.62	25.57	26.54	17.22	51673.14	56.62	25.46
Max				16.52	62456.10	26.76	27.04	17.22	54099.33	62.88	26.66
AVG				16.52	61886.86	26.16	26.79	17.22	52886.23	59.75	26.06
SD				0.00	805.03	0.84	0.35	0.00	1717.58	4.42	0.85
RSD				0.00	1.30	3.21	1.30	0.00	3.24	7.40	3.24
IDL				0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

化合物信息

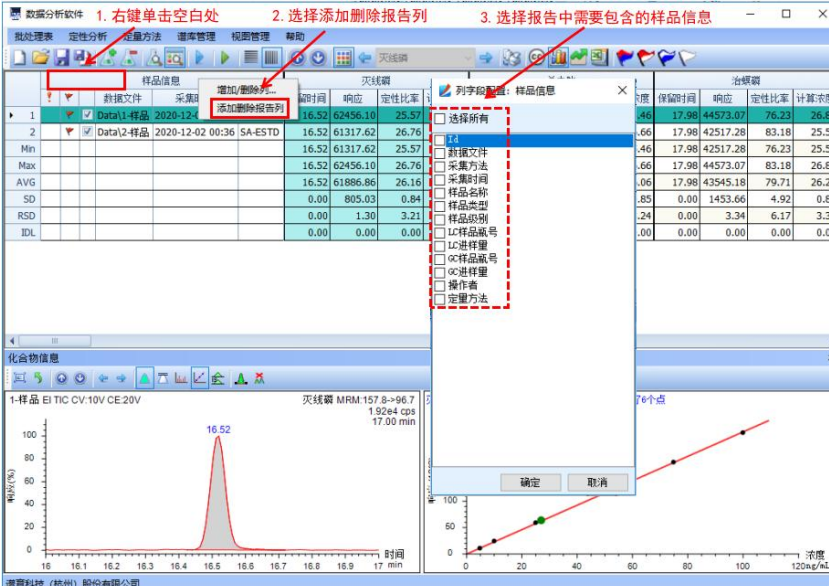
1-样品 EI TIC CV:10V CE:20V 灭线磷 MRM:157.8->96.7
1.92e4 cps
17.00 min

灭线磷: 6个级别, 使用了6个级别; 6个点, 使用了6个点
 $y = 2310.0036x$
 $r = 0.9999$

5.4 报告输出

编辑报告模板

右键单击图中的“空白处”, 在弹出的窗口中选择“添加删除报告列”, 选择样品信息设置报告模板。



1. 右键单击空白处

2. 选择添加删除报告列


3. 选择报告中需要包含的样品信息

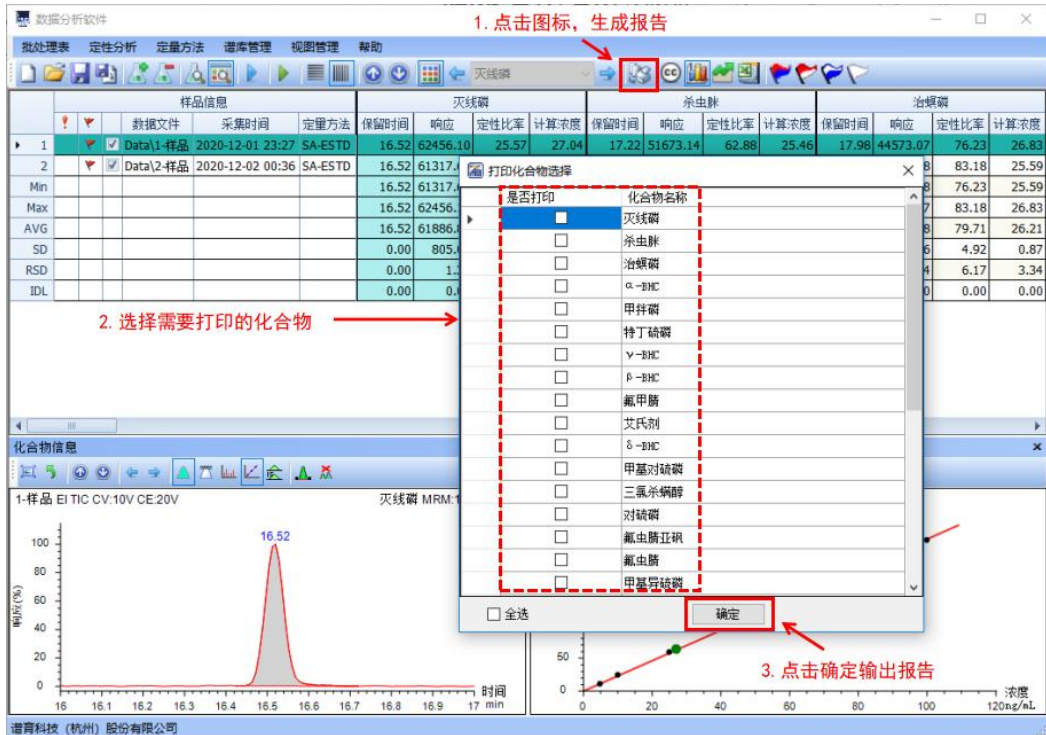
样品信息				灭线磷				杀虫脒			
	数据文件	采集时间	定量方法	保留时间	响应	定性比率	计算浓度	保留时间	响应	定性比率	计算浓度
1	Data\1-样品	2020-12-01 23:27	SA-ESTD	16.52	62456.10	25.57	27.04	17.22	51673.14	52.88	25.46
2	Data\2-样品	2020-12-02 00:36	SA-ESTD	16.52	61317.62	26.76	26.54	17.22	54099.33	56.62	26.66
Min				16.52	61317.62	25.57	26.54	17.22	51673.14	56.62	25.46
Max				16.52	62456.10	26.76	27.04	17.22	54099.33	62.88	26.66
AVG				16.52	61886.86	26.16	26.79	17.22	52886.23	59.75	26.06
SD				0.00	805.03	0.84	0.35	0.00	1717.58	4.42	0.85
RSD				0.00	1.30	3.21	1.30	0.00	3.24	7.40	3.24
IDL				0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

列表信息: 样品信息

- 选择所有
- 数据文件
- 采集方法
- 采集时间
- 样品名称
- 样品类型
- 样品级别
- LC样品编号
- LC进样量
- GC样品编号
- GC进样量
- 操作者
- 定量方法

1) 输出报告

单击快捷图标，弹出“打印化合物选择”窗口，点击选择需要打印的化合物，点击“确定”输出报告，会弹出一个报告预览界面，见下图。




2) 在报告预览界面中，点击“文件”，选择“输出文档”，再选择需要输出的文件格式，在弹出的窗口中点击“确定”，选择合适的保存路径，另存报告。



6. 关机



- 1) 在控制软件主界面中点击图标 ，打开真空控制界面，点击“待机”按钮，使质谱仪处于待机状态。
- 2) 点击“卸载真空”按钮，涡轮分子泵开始降低转速，质谱内部开始放空，分子泵转速逐渐降低，整个过程需要 10~15min。当分子泵转速低于 50Hz 时，可关闭机械泵。
- 3) 在 GC 触摸屏上点击“关机”按钮，会提示“是否关闭 GC 工控机”，点击“是”，待显示屏变为白色后。
- 4) 关闭质谱仪和气相主机电源
- 5) 关闭控制软件，然后关闭电脑。

如果使用氮气钢瓶，请同时关闭气体钢瓶阀门

注意

日常使用时，请勿点击“卸载真空”，请勿断开仪器总电源、氮气和氦气气源。