

第二部分、分析测试机组实验室良好规范

质谱组

第一部分、样品制备

1. 基质辅助激光解吸质谱仪器

1.1 基质的选择:

多肽: 4-Hydroxy- α -cyanocinnamic acid (HCCA, α -氰基-4-羟基肉桂酸)

蛋白: 2,5-Dihydroxyacetophenone (DHAP, 2,5-二羟基苯乙酮)

Sinapinic acid (SA, 芥子酸)

2,5-Dihydroxybenzoic acid (DHB)

多糖: 2,5-Dihydroxybenzoic acid (DHB, 2,5-二羟基苯甲酸)

2,4,6-Trihydroxyacetophenone (THAP, 2,4,6-三羟基苯乙酮)

核酸: 3-Hydroxypicolinic acid (HPA, 3-羟基-2-吡啶甲酸),

2,4,6-Trihydroxyacetophenone (THAP, 2,4,6-三羟基苯乙酮)

聚合物: Dithranol, HABA, IAA, DHB, DCTB.....

金属团簇: DCTB

1.2 点样方法

1.2.1 HCCA 干点法

适合于多肽，蛋白酶解产物分析。

样品靶: Ground steel。

基质溶液配制: 用 TA30 配制 HCCA 饱和溶液。

样品: 用 0.1% TFA 或者 TA30 溶解，取 1 微升样品和 1 微升基质均匀混合，取 1 微升混合溶液点在样品靶上，自然干燥。样品不能含有碱金属盐、表面活性剂和其他已知的能干扰 MALDI 分析的污染物。如果有这些污染，请先用磁珠、ZipTips、透析或类似的方法去除它们。

1.2.2 SA 双铺法

适合于蛋白质分子量分析。

样品靶: Ground steel。

基质溶液 I 配制：SA 乙醇饱和溶液。

基质溶液 II 配制：SA 在 TA30 饱和溶液。

样品：用 0.1% TFA 溶解，取 1 微升基质溶液 I 点在样品靶上，形成基质薄层，将 1 微升基质溶液 II 和 1 微升样品均匀混合，移取其中 1 微升混合溶液点在基质薄层上。

2. 液质连用仪器

样品需溶解为浓度范围在 1×10^{-4} mol/L— 1×10^{-6} mol/L 溶液后进样。

2.1 可选溶剂：

水、甲醇、乙腈、各种比例混合液（常用），乙醇、异丙醇、丁醇、二氯甲烷、二氯甲烷/甲醇混合液、四氢呋喃、丙酮、二甲亚砜*、N,N-二甲基甲酰胺*（*高沸点，含量不得高于 10 %）、甲苯(用于富勒烯)

2.2 缓冲试剂：（含量 0.5-1%）

甲酸、乙酸、乙酸胺、氢氧化氨、甲氨、三乙氨

2.3 三氟乙酸(TFA)的抑制作用

三氟乙酸阴离子与样品形成离子对，导致中性化。0.1% TFA 会使样品信号下降至 1/5 - 1/10

3. 气质联用仪器

GCMS 适合检测浓度在 1-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液样品，所需样品量大约需要几百微升。根据送检样品形态把样品分为大块固体样品、粉末固体样品、纯液体样品和溶液样品四大类。依据样品的不同形态采用不同的方法制样：

3.1 大块固体样品首先要用研钵捣碎成粉末，然后用天平称取适量的粉末放入样品瓶中加入适量溶剂，溶解成浓度在 1-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液样品待测。

3.2 粉末样品可直接称量适量的样品置于样品瓶中加入溶剂溶解成 1-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液待测样。

3.3 纯液体样品用移液管提取适量样品放入样品瓶中，再加入适量溶剂稀释到 1-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围后待测。

3.4 溶液样品首先要询问样品中的溶剂是哪种溶剂，样品浓度是多大。如果样品浓度大于仪器的检测范围，就向样品中加入适量的溶剂。如果样品太稀，则

可以将样品瓶盖打开并置于通风橱内，让溶剂挥发掉一些从而提高样品溶液浓度。

4. 电子轰击离子源直接进样质谱仪器

采用固体进样模式，由于溶剂会导致检测器饱和并关闭，故样品中不可以有溶剂。

第二部分、上机操作

1. solariX 型傅里叶离子回旋共振质谱仪

1.1. 开机准备

在使用质谱仪前请确认并检查以下条件：

仪器已经正确安装并且经过厂商工程师的检测；

质谱仪属于精密贵重仪器，未经专门培训人员不得擅自开启使用，更不得随意“调校”氮气和氩气压力或更改仪器参数等；

检查液氮罐和氩气钢瓶是否有一定压力，以便为测试样品提供符合流速和压力要求的氮气（喷雾气体和干燥气体）和氩气（碰撞气体和脉冲阀控制气体）；

常规 ESI 源和 MALDI 源已安装完毕；

样品溶液必须澄清透明，不含有固体微粒，避免过多的基质和不挥发盐分，以免污染源和毛细管。

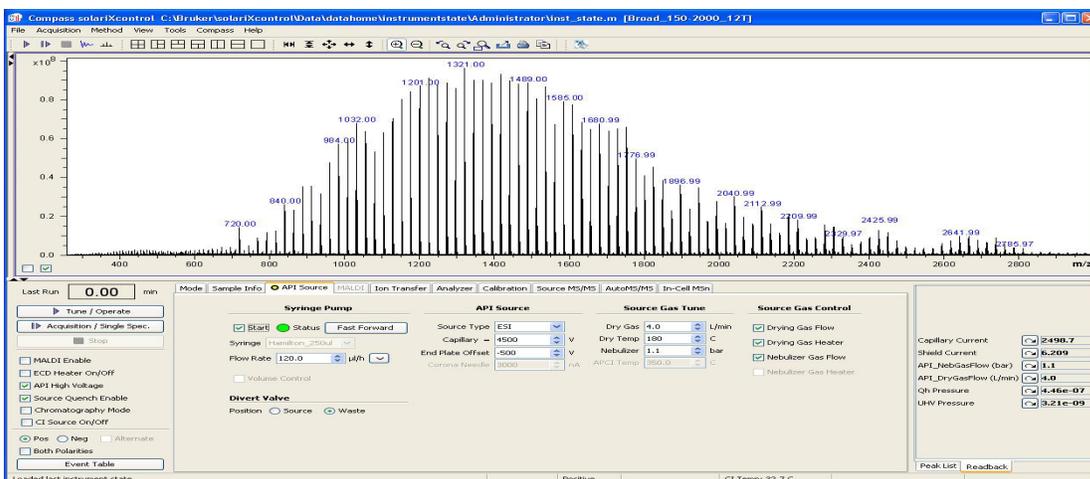
1.2. 开机

将电源面板上的 MAIN POWER 旋钮由 OFF 旋至 ON。

1.3. 启动 solariXcontrol 软件及选择方法

1.3.1 双击桌面图标  或者通过程序目录启动 Start > All Programs > Bruker Daltonics > solariXcontrol > Run solariXcontrol。

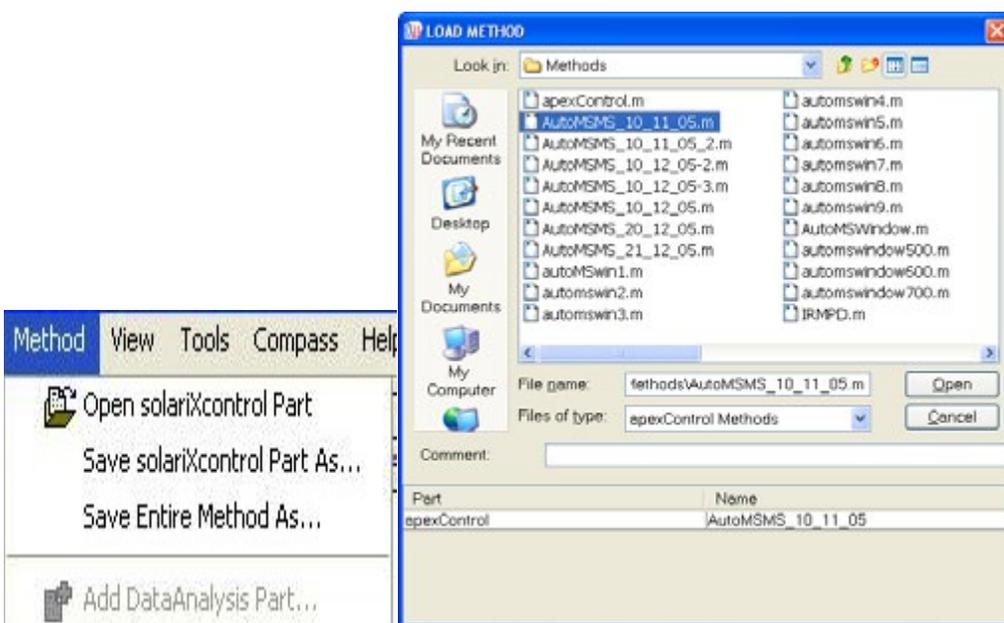
1.3.2 软件界面



1.3.3 选择合适的质谱方法

1.3.3.1 质谱方法可以从原来采集的数据中选择，双击左侧数据即可

1.3.3.2 通过 Method > Open solariXcontrol Part 调用方法



1.4. ESI 源直接测试样品（或标准品）

直接进样用于标准品、相对较纯且不含盐的混合样品测定。

1.4.1 标准品 Tuning Mix 按体积比 1:10 用乙腈稀释

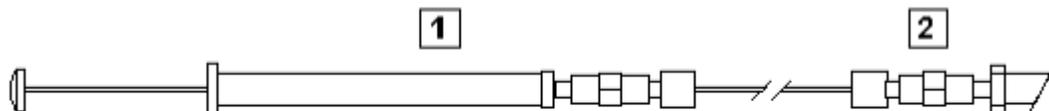
样品用标准溶剂（50% H_2O ，50%乙腈或甲醇，0.1%甲酸）溶解或稀释

1.4.2 将配好的样品或标准品吸入进样器（针），将进样器（针）放置于

进样泵中。

注意：进样器（针）内不能有气泡

1.4.3 将进样器（针）直接与离子源连接（如图）



注意：毛细管与注射器之间需紧密连接，进样器内不能有气泡。

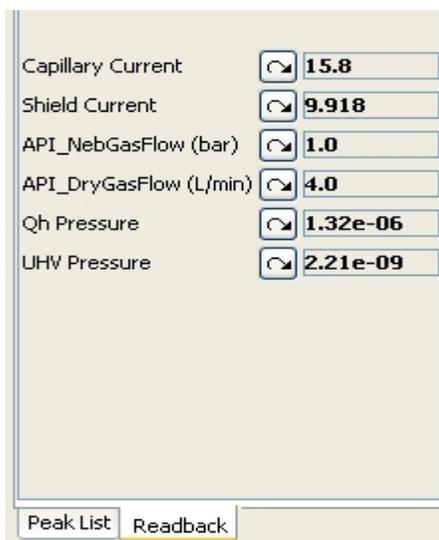
1.4.4 勾选 Start 打开进样泵，流速为 120~180 $\mu\text{l}/\text{h}$ ，可以按住 Fast Forward 快进，推出前端溶剂和气泡。



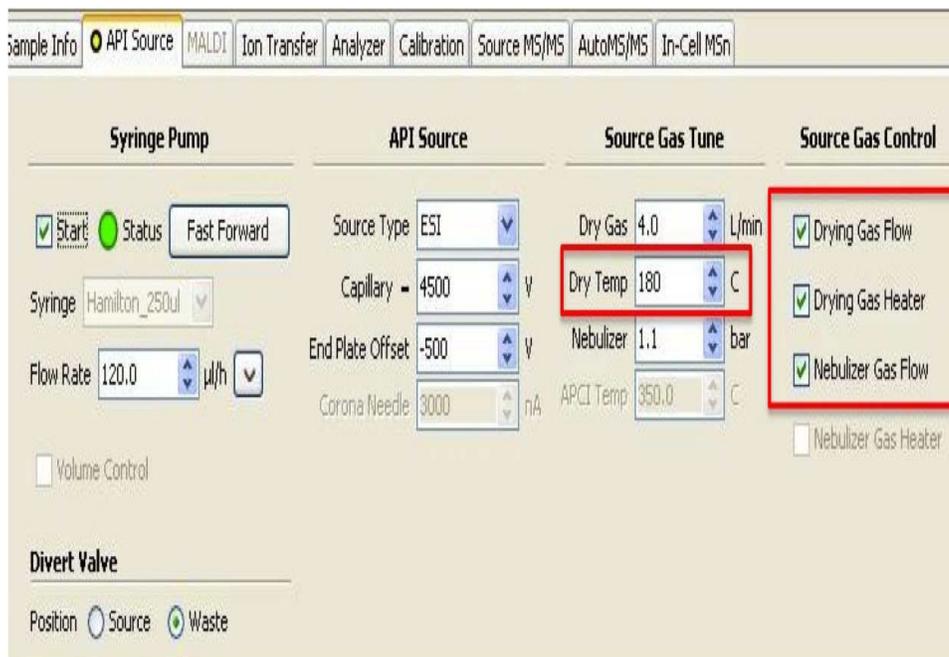
1.5 设置离子源参数

1.5.1 检查毛细管电流是否正确：

确保 Readback（右下角激活 Readback 选项卡）中 Capillary Current 电流范围 12~25 mA。

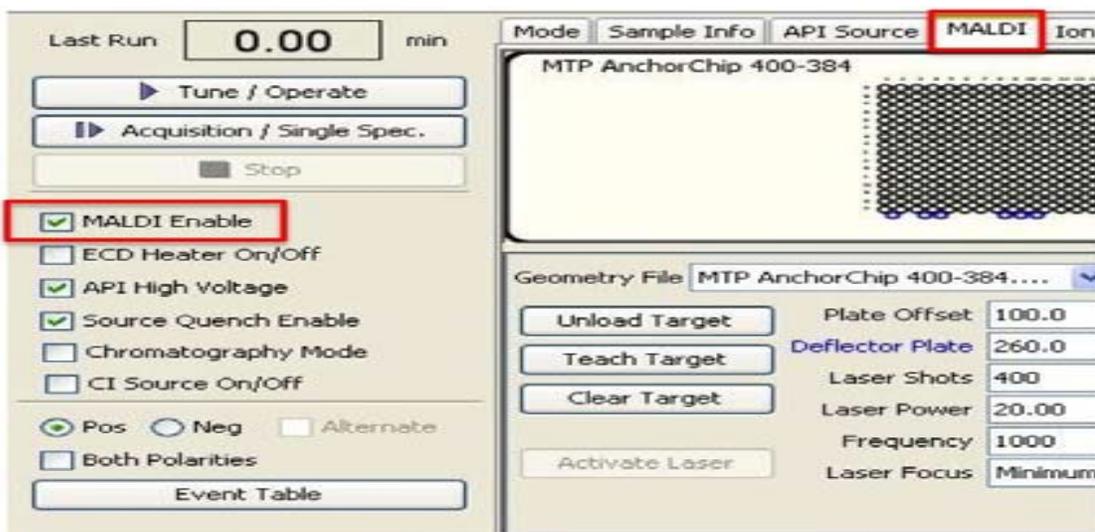


- 1.5.2 勾选 Nebulizer Gas Flow 和 Drying Gas Flow。
- 1.5.3 在左下方控制区，勾选 ESI High Voltage。
- 1.5.4 勾选 Drying Gas Heater，并将 Dry Temp 设置为 200 °C 左右。
- 1.5.5 调谐合适的 Capillary 电压，正离子最大 4500 V，负离子最大 3500 V。



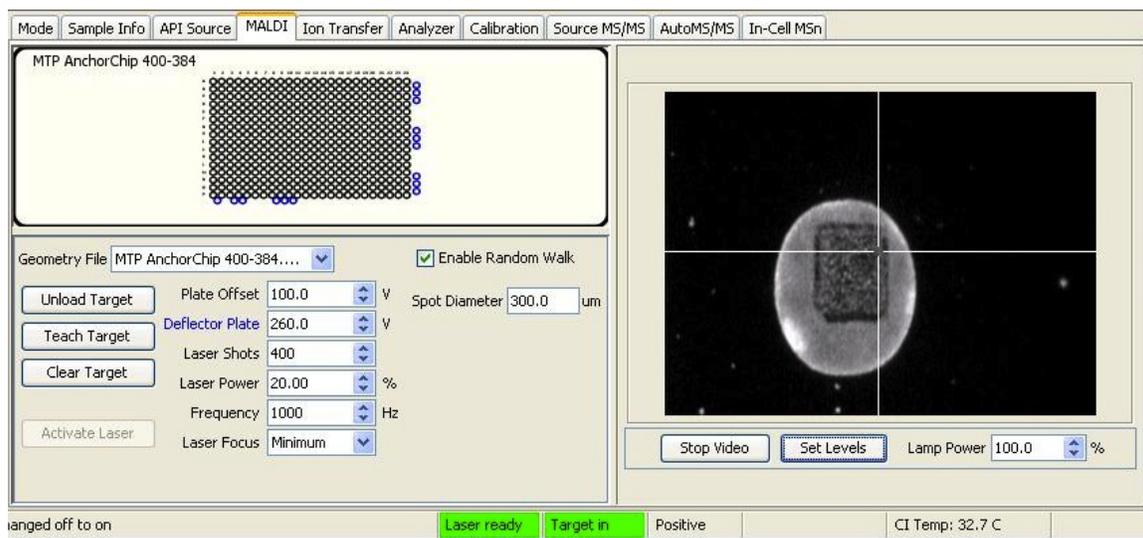
1.6 MALDI 源直接测试样品（或标准品）

1.6.1 激活 MALDI 控制界面



1.6.2 MALDI 操作

1.6.2.1 进入 MALDI 操作界面



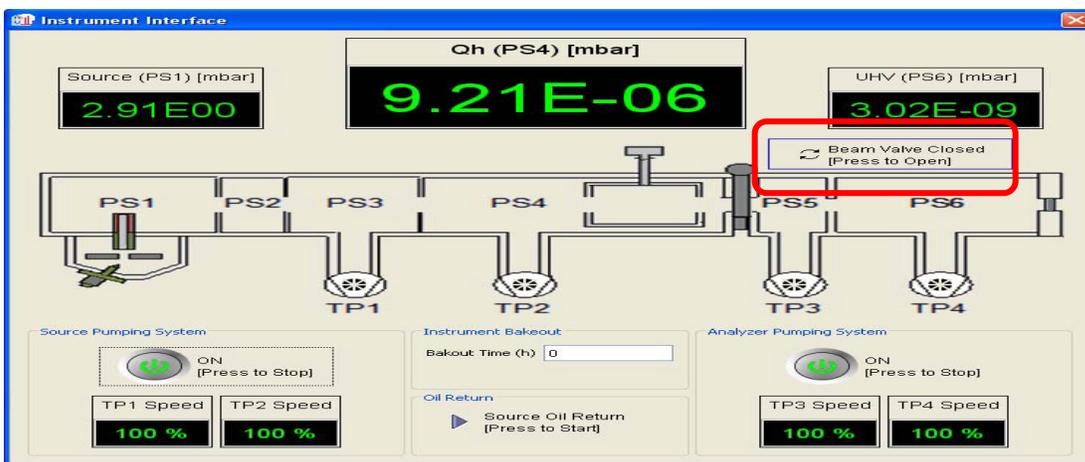
1.6.2.2 放入样品靶



1.6.2.3 激光在 30 min 不使用的情况下会自动待机(Laser standby)，
激活 MALDI 方法时会自动激活，请等待。

1.6.2.4 选择适合的 MALDI 方法测试(默认 D:\Methods\MALDI_Pos.m)。

1.7 测试前需确保 BEAM VALVE 处于打开状态



1.8 Tuning

点击 Tune/Operate 按钮进入 Tuning 模式。

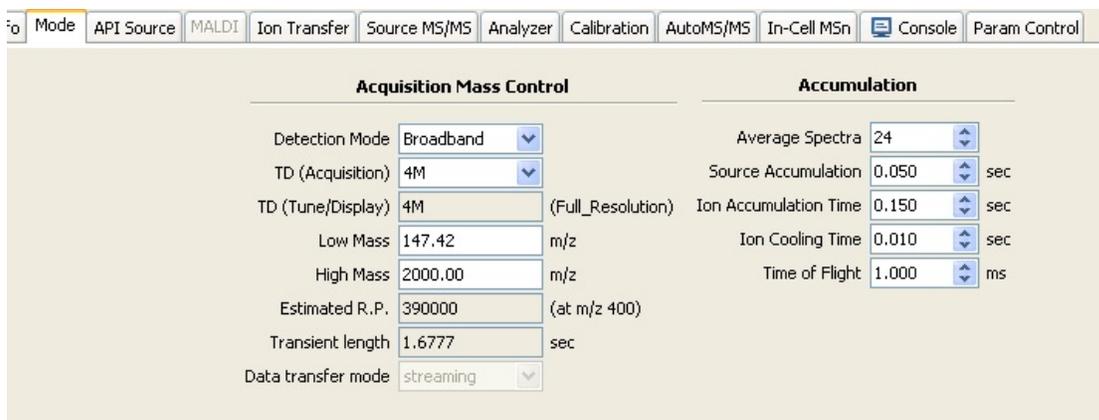
Tuning 模式用于优化参数并观察谱图的变化，可以适当调节参数，提高信号强度、分辨率等，并可用于多级质谱的参数调节。Tuning 模式下，可以实时观察到质谱图的变化，但是数据并不会被记录下来。



1.9 采集数据

1.9.1 采集前，可在 Mode 选项卡 -> Detection Mode 中选择相应模式：Broadband 用于一段较宽质荷比范围的检测；Narrowband 用于较窄范围的检测并借此提高分辨率。

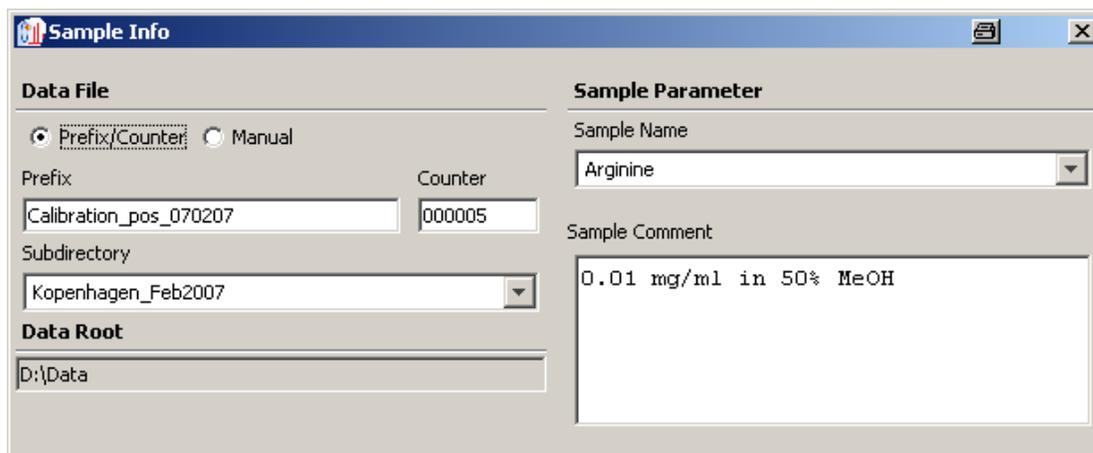
如果选择 Broadband，需要设置最低/最高质荷比（范围）。

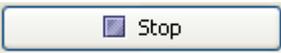


1.9.2 在 Mode 选项卡 -> Average Spectra 中设置平均的次数，一般为 $10 \sim 20$ scans。

1.9.3 输入样品信息

在数据文本选项里选择 Prefix 或者 Manual，在 Prefix 和 Counter 输入文件名或编号；在 subdirectory 中选择子目录；以上各项请采用字母、数字和下划线。在 Sample Name 选项下输入样品名；如果需要的话，在 comment 选项下输入关于样品的描述。这些内容以及样品名将显示在数据分析程序（DataAnalysis）下的分析信息窗口（参考数据后期处理）。

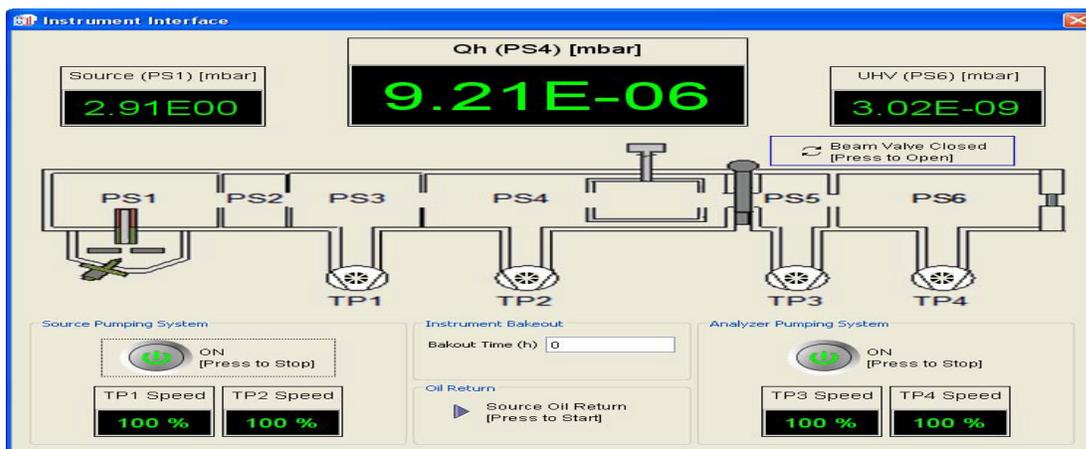


1.9.4 点击  按钮进入采集模式，采集模式会将所得的信号平均并记录在指定文件夹中。当达到 Average Spectra 中设置的次数后，采集自动停止；也可以按  按钮手动停止采集。注意：采集过程中不可修改参数。

1. 10 关机

1. 10. 1 确保 BEAM VALVE 处于关闭状态。

1. 10. 2 点击控制面板上的 Source pumping system 和 Analyzer pumping system 模块中的 ON 键，关闭真空。



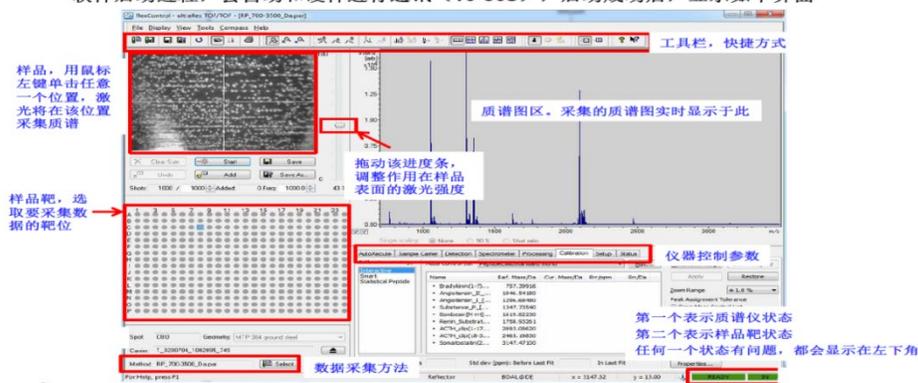
1. 10. 3 二十分钟后将电源面板上的 MAIN POWER 旋钮由 ON 旋至 OFF。

2. Autoflex & Ultraflex 型基质辅助激光解吸质谱仪

2.1 启动 flexcontrol

点击桌面快捷方式  启动 flexControl，或通过 windows 屏幕左下角程序中 flexControl 启动。

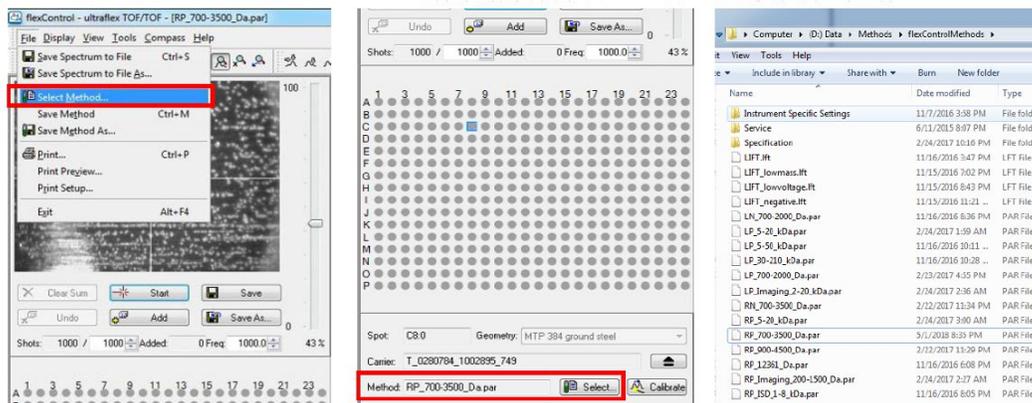
软件启动过程，会自动和硬件进行通讯（10-30s），启动成功后，显示如下界面



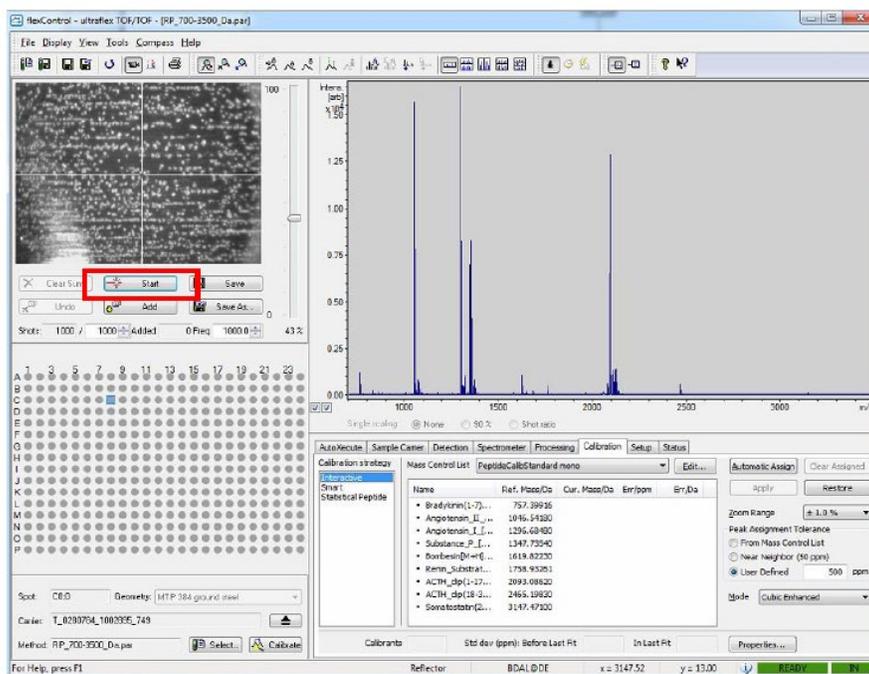
2. 1. 2 选择数据采集方法

可以通过 File Select Method 选择数据采集方法，也可以通过快捷方式选择数据采集方法命名规则：第一个字母 L 代表线性模式；R:代表反射模式；第二个字母 P 代表正离子模式；N 代表负离子模式；接下来的数字部分，代

表分子量区间； lift: 二级质谱 (TOF/TOF 方式)。

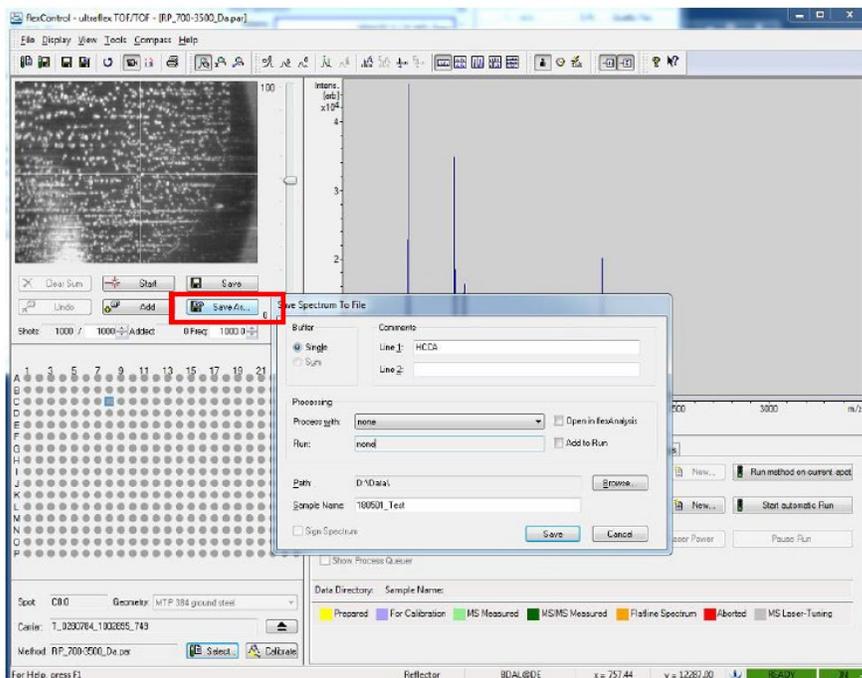


2.1.3 获取标准品的谱图



选择标准样品位置，合适的激光能量，点击 **start**。

2.1.4 保存谱图

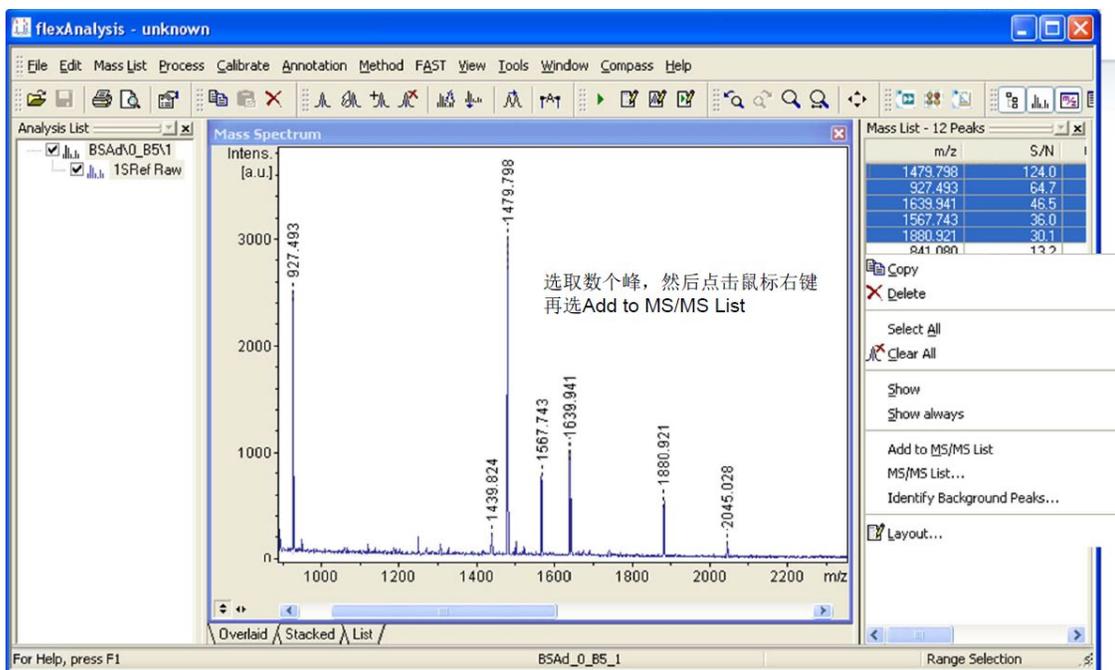


点击 **Save As**，更改 **Path** 和 **Sample Name**，保存谱图；点击 **Save**，则默认保存为上一次的文件路径和样品名。

2.2 MALDI-TOF-TOF (MS2) 操作流程 ($m/z < 4000$ 的分子)。

- 在**FlexControl**软件界面获取一级质谱图 (反射模式)
- 在**FlexAnalysis**中对一级质谱图标峰
- 在**FlexAnalysis**中选取一些信噪比较高的峰做**TOF/TOF**
- 将这些峰的信息发送到**FlexControl**
- 在**FlexControl**中选择**LIFT**方法
- 获取母离子质谱(**parent mode**)，并点击**Add**按钮
- 获取子离子质谱(**fragment mode**)，并点击**Add**按钮
- 保存数据

2.2.1 采集一级质谱图：



2.2.2 选取其中感兴趣母离子:

再点击鼠标右键
选取MS/MS List....
弹出右边窗口

Copy
Delete
Select All
Clear All
Show
Show always
Add to MS/MS List
MS/MS List...
Identify Background Peaks...
Layout...

MS/MS List

Peak Mass	Spot No.
927.49302	B5:0
1479.79763	B5:0
1567.74340	B5:0
1639.94088	B5:0
1880.92092	B5:0

Delete Clear

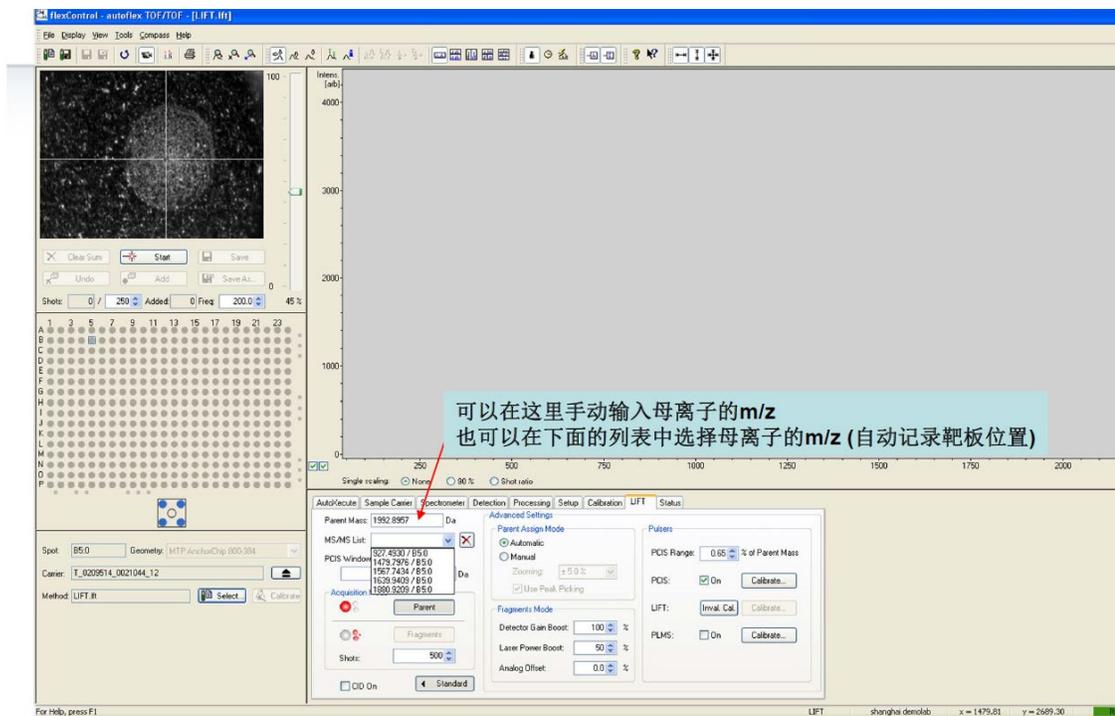
Send to flexControl

Append to AutoExecute Run

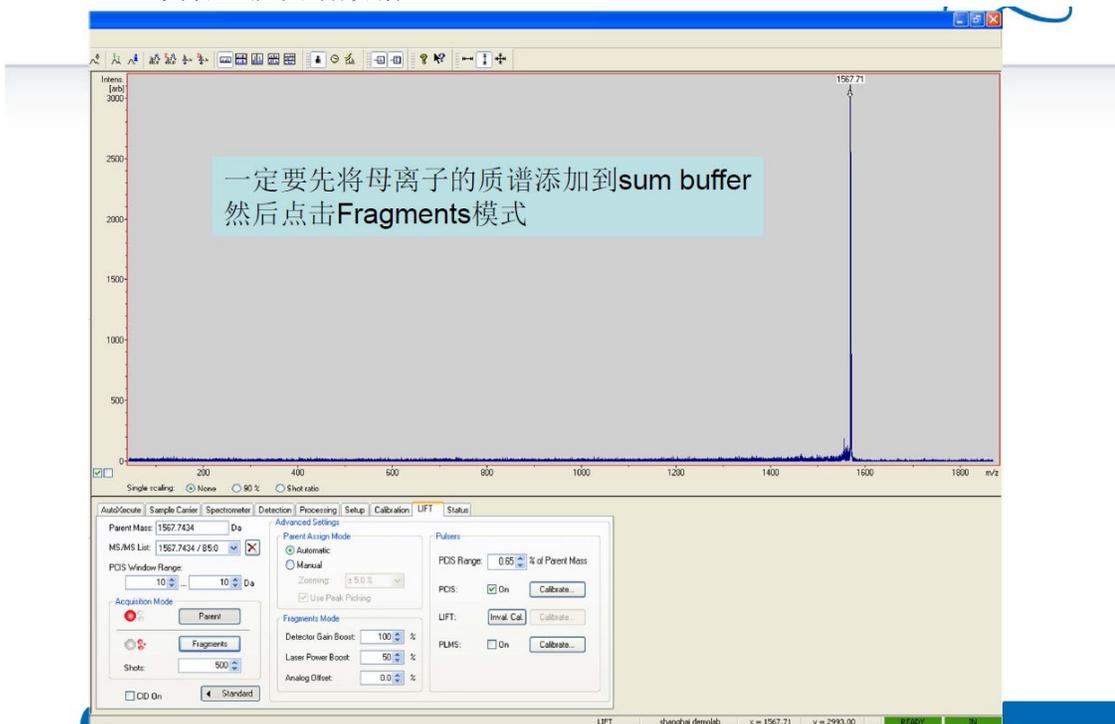
OK

点击Send to flexControl

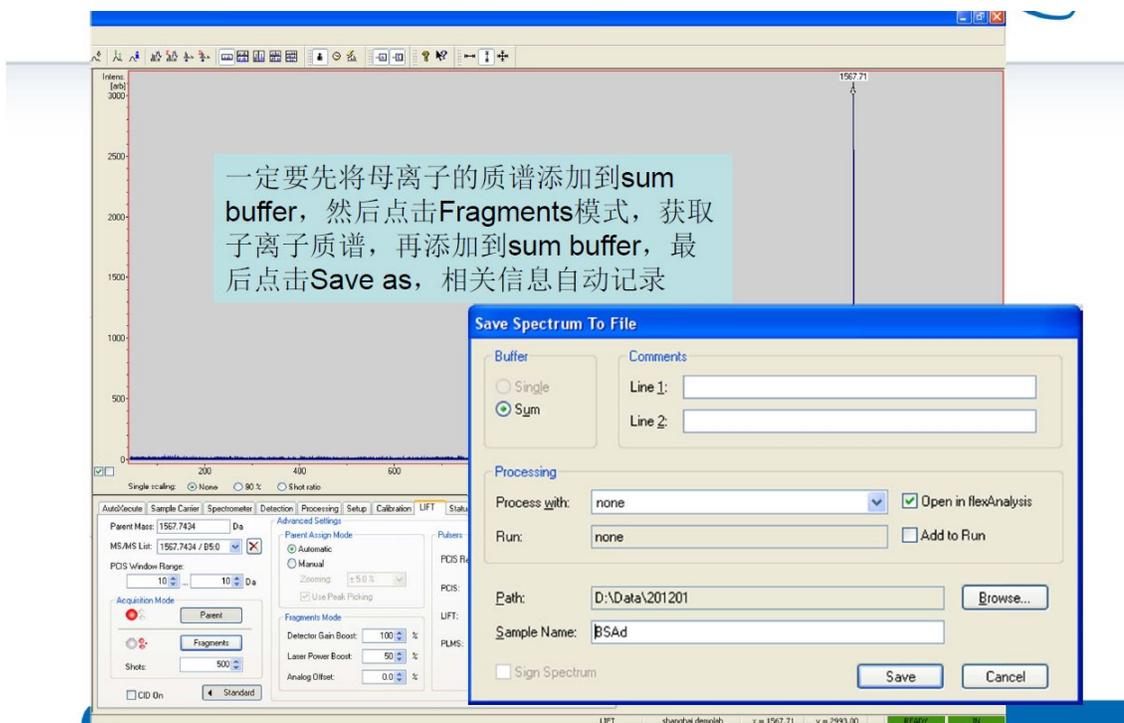
2.2.3 选择合适的 LIFT 方法:



2.2.4 采集二级质谱数据:



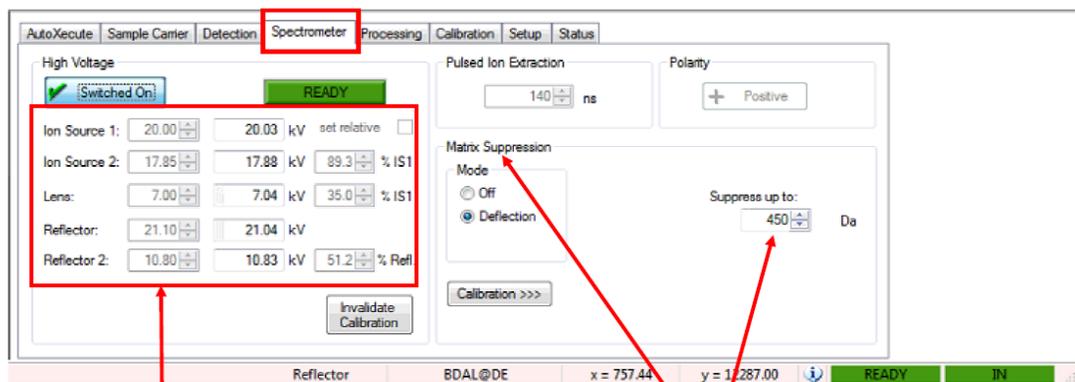
2.2.5 得到一级、二级质谱加和图:



2.3 flex control 主要参数介绍

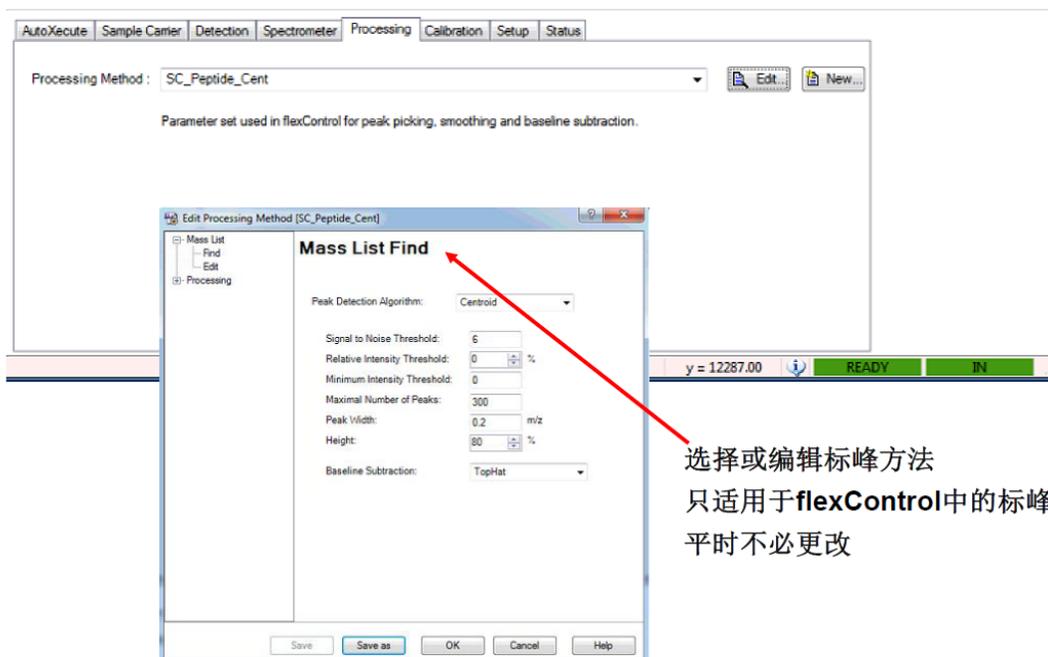


根据样品信息和测量要求，设定扫描范围。如果信号很弱，可适当调高检测器增益。



电压设置，一般不需调整。

基质峰抑制，测量小分子选择<Off>即不抑制，其它都需要选择<Deflection>



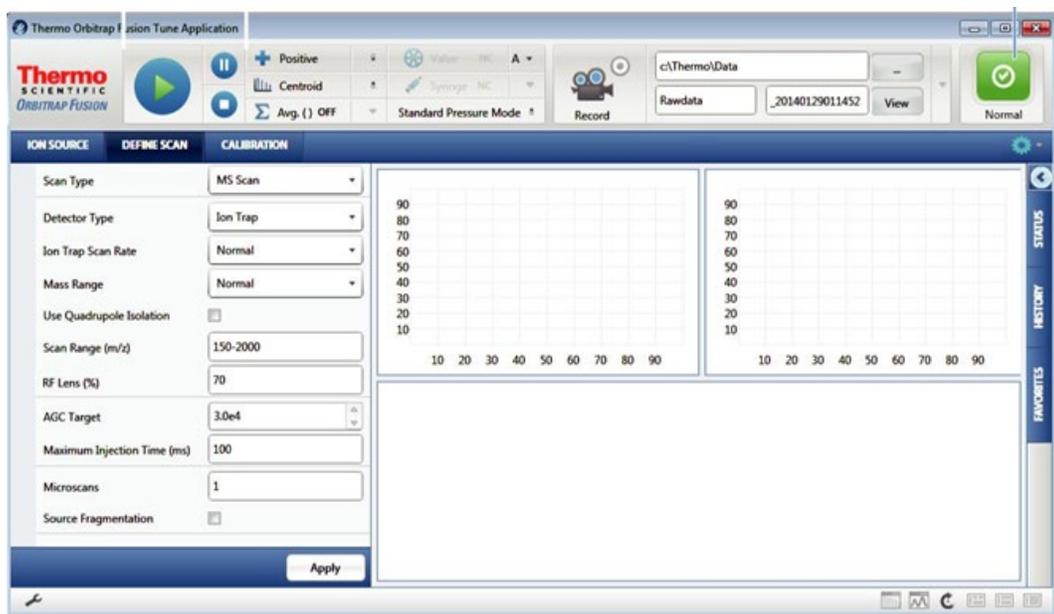
选择或编辑标峰方法
只适用于flexControl中的标峰
平时不必更改

3. Orbitrap Fusion Lumos 型液质联用质谱仪

3.1 系统关机、开机和重启

3.1.1 将质谱仪置于 Standby（待机）模式

若暂时不使用 Orbitrap Fusion 系列 MS，则不需要完全将其关闭。相反，将质谱仪置于待机模式。在 Windows 任务栏上，选择 Start（开始）> All Programs（所有程序）> Thermo Instruments（Thermo 仪器）> model x.x（型号x.x）> model Tune（型号调谐）以打开 Tune（调谐）窗口。



若 LC/MS 系统包含 LC 泵，则需关闭流至 API 离子源的液体流路。当通过 Xcalibur 数据系统控制 LC 泵时，使用 Direct Control（直接控制）对话框关闭溶剂流路。例如，若要关闭 Accela™ 泵的溶剂流路，执行以下步骤：

a. 在 Xcalibur Instrument Setup（Xcalibur 仪器设置）窗口中，点击 LC 泵的图标。

b. 在菜单栏中，选择 pump model（泵型号）> Direct Control（直接控制）以打开 Direct Control（直接控制）对话框。Direct Control（直接控制）对话框（Instrument Setup [仪器设置] 窗口

c. 点击 LC 泵的选项卡，然后选中 Take Pump Under Control（控制泵）复选框。

d. 点击 Stop（停止）按钮。

在 Tune（调谐）窗口中，将质谱仪置于 Standby（待机）模式。

所选电源模式图标的中心由白色变成绿色。前方面板上的 System（系统）LED 灯变成黄色。为了保持 API 离子源清洁，质谱仪将辅助气和鞘气流速降低至其待机时的默认设置（2 个任意单位）。质谱仪关闭电子倍增器、转换打拿极、连接至 API 离子源的 8 kV 电源、主 RF 电压和离子光学 RF 电压。

3.1.2 打开质谱仪

打开 Tune（调谐）窗口，点击 On（开）按钮，将质谱仪置于 On（开）模式。所选电源模式图标的中心由白色变成绿色。前方面板上的 System（系统）LED 灯变成绿色。电子倍增器的高压打开。

3.1.3 完全关闭质谱仪

仅在长时间不使用质谱仪，或必须将其关闭以进行维护或维修的情况下完全关闭 Orbitrap Fusion 系列 MS。如果暂时不使用系统，如过夜或过周末，则无需彻底关闭系统。而可以根据“将质谱仪置于 Standby（待机）模式”中的介绍将系统置于待机模式。

- a. 按照步骤“将质谱仪置于 Standby（待机）模式”进行操作。
- b. 将电子维修开关拨至 Service Mode（维修模式，向下位置。从而关闭非真系统电子组件的电源。
- c. 关闭 Main Power（主电源）开关。
- d. 从电源插座上拔下质谱仪的电源线。

3.1.4 完全关机后启动系统

启动质谱仪之前，确保数据系统正在运行。质谱仪在接收到数据系统的信息之前将无法运行。

- a. 打开氦气和氮气瓶上的流量（若已关闭）。
- b. 关闭 Main Power（主电源）开关，将电子维修开关置于 Service Mode（维修模式，向下）位置。接通质谱仪的电源线。
- c. 打开 Main Power（主电源）开关。
从而打开前级泵和涡轮分子泵。前方面板上的所有 LED 灯均熄灭。
- d. 若长时间关闭质谱仪，按照 Orbitrap Fusion 系列入门手册（Orbitrap Fusion Series Getting Started Guide）第 5 章中“质谱仪抽真空”部分中的步骤进行操作。否则，至少等待 1 小时使质谱仪抽真空。
- e. 将电子维修开关拨至 Operating Mode（运行模式，向上）位置。出现以下情况：

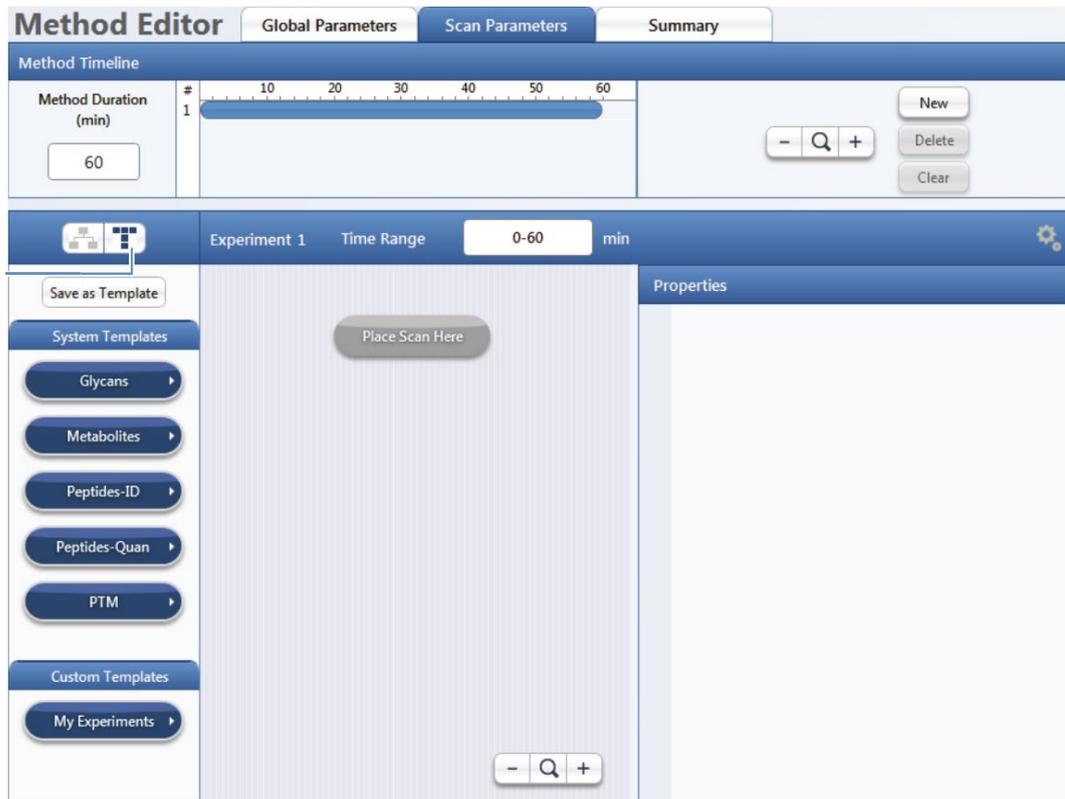
等待几秒后，Communication（通信）LED 灯变为绿色，表示质谱仪和数据系

统已建立通信连接。确保仪器控制台窗口已打开。数据系统将操作软件传输至质谱仪。3 分钟后，System（系统）LED 灯变为黄色，表示软件已从数据系统传输至质谱仪，且质谱仪处于待机模式。当用户将模式从待机更改为开机时，System（系统）LED 灯变为绿色，表示质谱仪已可以运行且已启动高压。

3.2 日常操作

3.2.1 Thermo Xcalibur的仪器设置模板

使用Xcalibur Instrument Setup(Xcalibur仪器设置)窗口中打开的 Method Editor(方法编辑器)创建实验的仪器方法。为了节省输入仪器方法参数的时间，打开欲执行实验类型的系统模板，输入实验的特定参数，然后将该条目保存为Xcalibur仪器方法(.meth 文件)的一部。Method Editor（方法编辑器）为以下几种实验类型提供系统默认模板：代谢组学、蛋白质组学和小分子实验。



3.2.2 采集样品数据

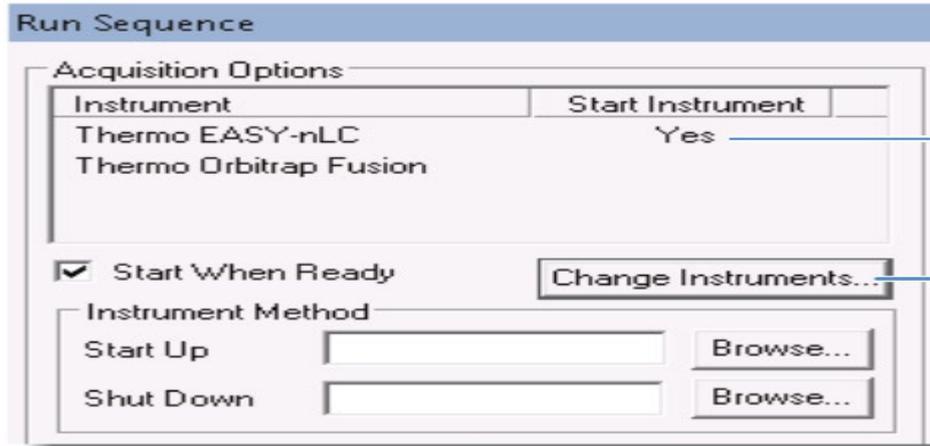
运行仪器方法采集样品数据之前使用Xcalibur数据系统启动仪器。数据系统计算机自动将采集的数据保存到硬盘。

使用Xcalibur数据系统采集样品数据按照以下步骤进行操作：

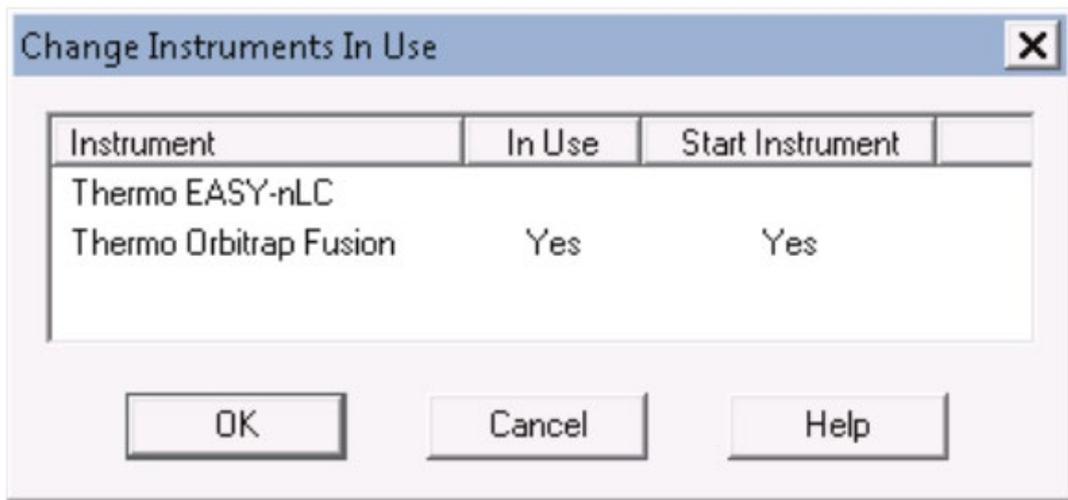
打开Xcalibur数据系统，然后选择 View（视图）> Sequence Setup View（序列

设置视图)以打开 Sequence Setup (序列设置)窗口。打开欲运行的序列，操作如下:a. 点击 Open(打开)按钮并浏览至合适的文件夹。b. 选择序列(.sld)文件并点击Open (打开)。

选择 Actions (操作) > Run Sequence (运行序列)或 Actions (操作) > Run This Sample (运行该样品)以打开 Run Sequence (运行序列)对话框Start Instrument (启动仪器)列中的Yes (是)用于指示序列运行的默认启动仪器。



若 MS 的 Start Instrument (启动仪器)列中出现 Yes (是)，或者若需
要将启动仪器更改为其他设备，点击 Change Instruments (更改仪器)以打开
Change Instruments In Use (更改使用的仪器)对话框。



在 Start Instrument (启动仪器)列中，点击适合的触发设备 (通常为自动进样器)右侧的空白字段，将 “Yes (是)” 移动到该区域。点击 OK (确定)。在 Run Sequence (运行序列)对话框中，完成余下的选项。点击 OK (确定)。启动仪器设置就此完成。

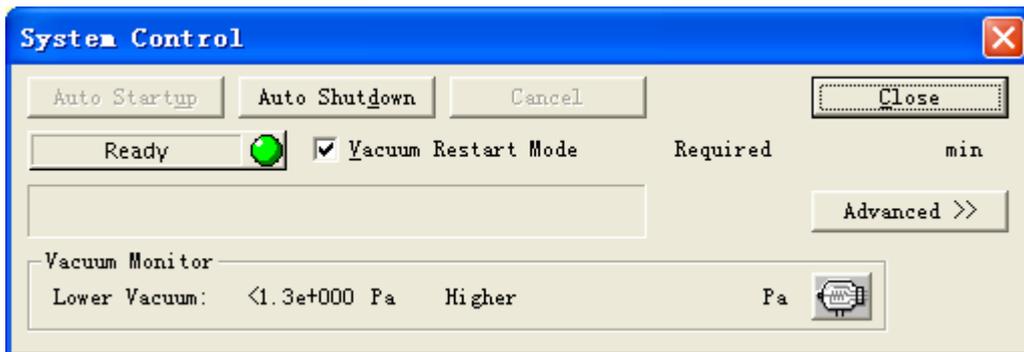
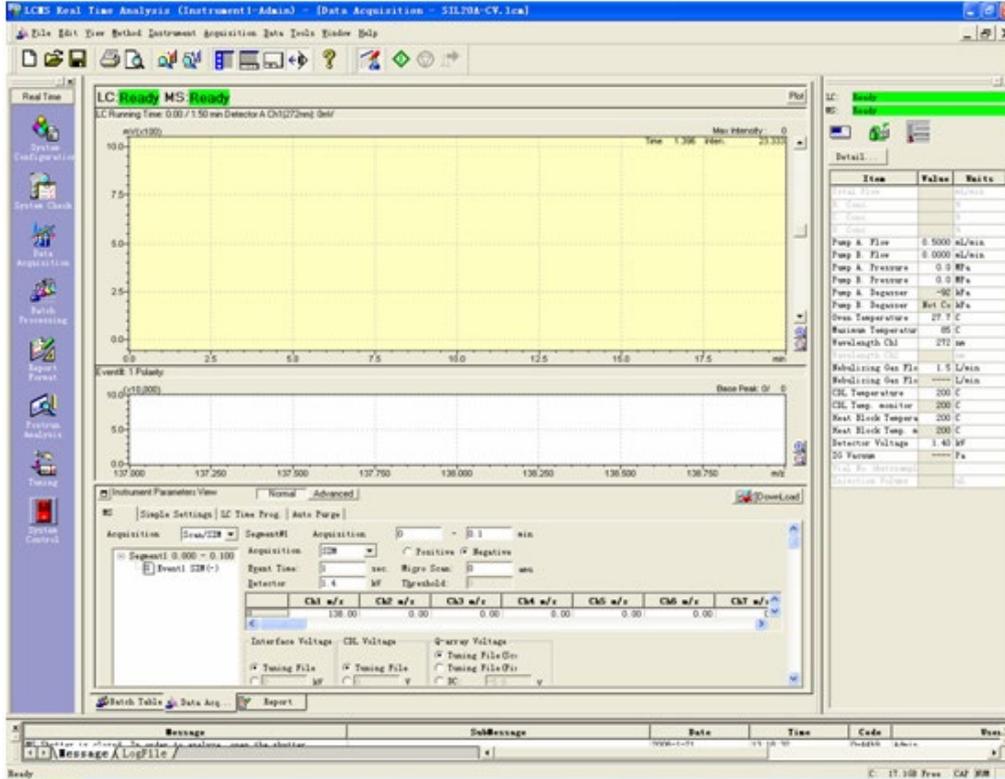
4. LC-MS2010型液质联用质谱仪

4.1 开关机

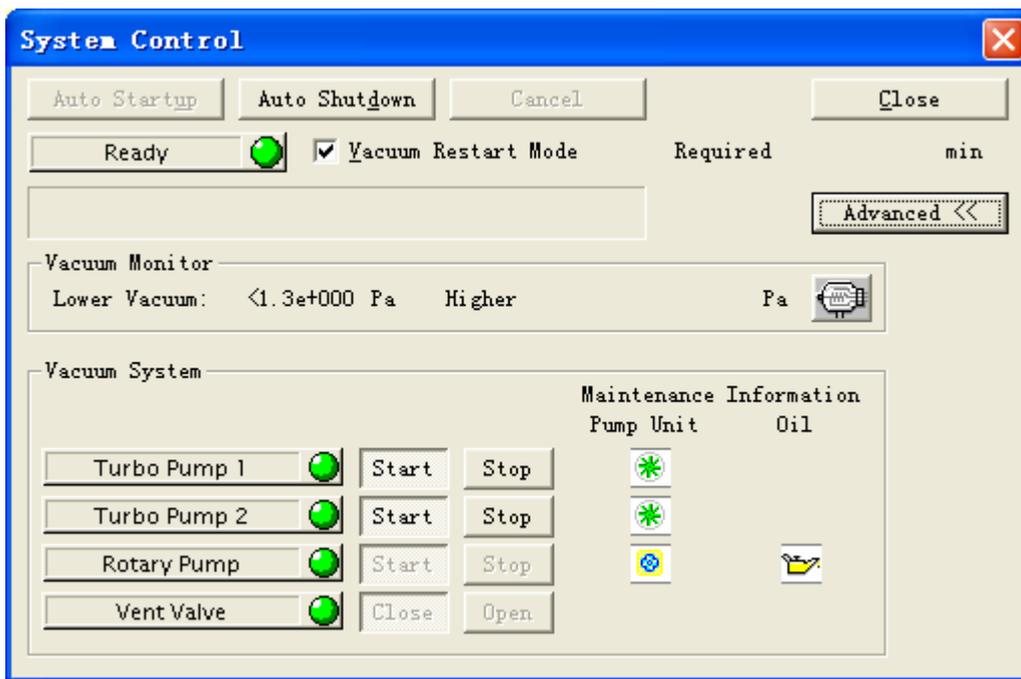
岛津质谱仪器的开关机分两种情况：

- (1) 完全开关机（主要是真空启动和关闭）
- (2) 日常开关机（主要是其它部分，如气体，CDL, IG, HV 的开启和关闭）

4.1.1 完全开关机打开仪器电源，打开软件，点击 System Control 。



点击 Auto Startup 开始抽真空，约 30min 后仪器会到 Ready 状态，仪器面板 STATUS 灯不闪，长亮。如果需要完全关机，必须先点击 Auto Shutdown 关闭真空，约 20-40min 再关闭主机电源开关。

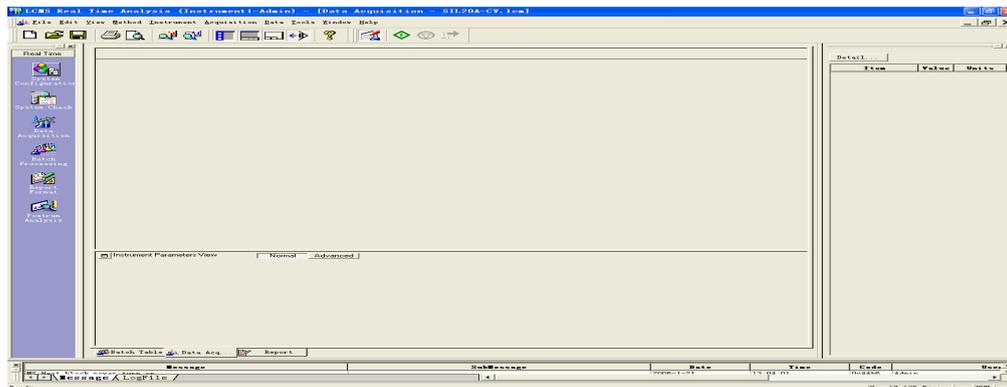


4.1.2 日常开关机：

一般情况下，在液相泵开始运行之前，最好先手动开启雾化气，CDL 和 Heat Block 的温度，然后再开启液相的输液泵。关机，请直接关闭 LCMSsolution 软件窗口，软件会提醒您是否关闭液相的泵，还有质谱气体，CDL 等等。

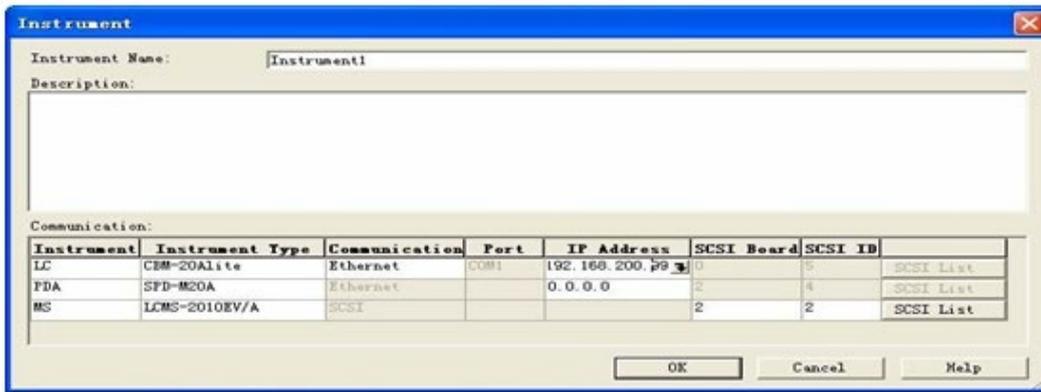
4.2 系统配置

4.2.1 点击 SYSTEM CONFIGURATION

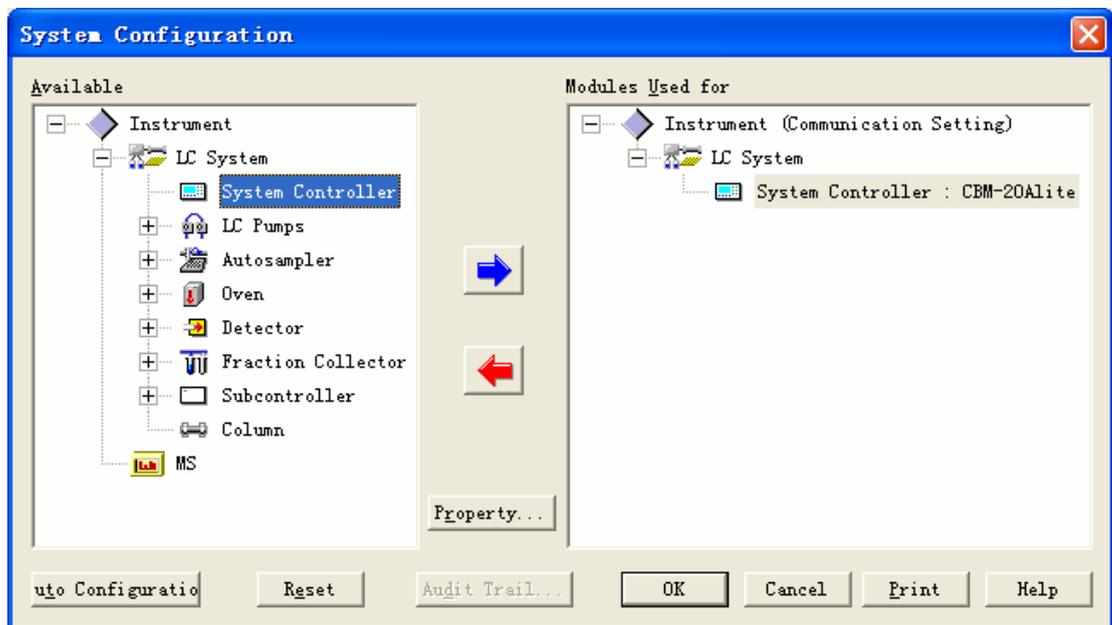


4.2.2 双击 Instrument (Communication setting)

设置液相控制器类型（如：CBM20A1ite），连接方式（Ethernet 或者 RS232C），IP 地址或者串口号。

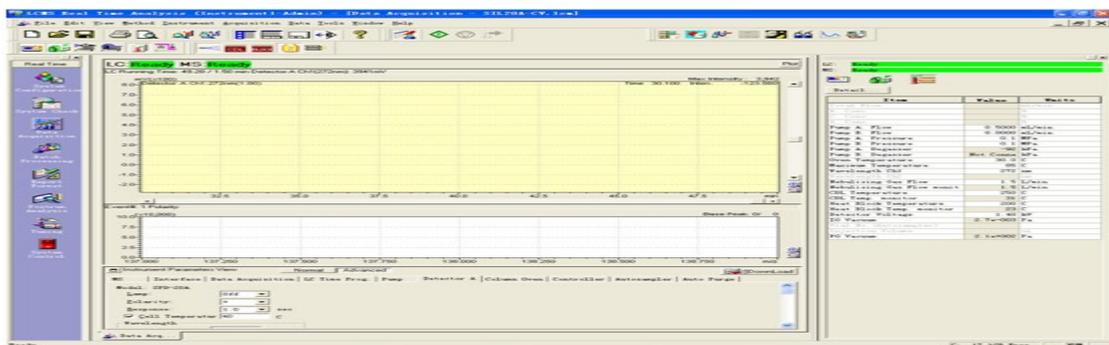


将左侧 System controller 选中，点击蓝色右箭头添加至 Modules Used For。同样添加 MS。然后点击 Auto Configuration, 所有部件均自动配置上，点击 OK 完成系统配置。

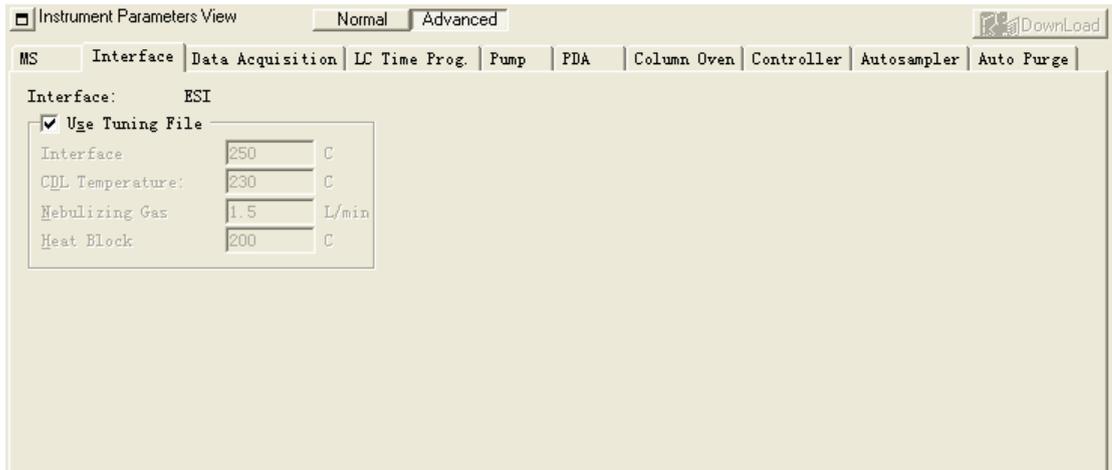
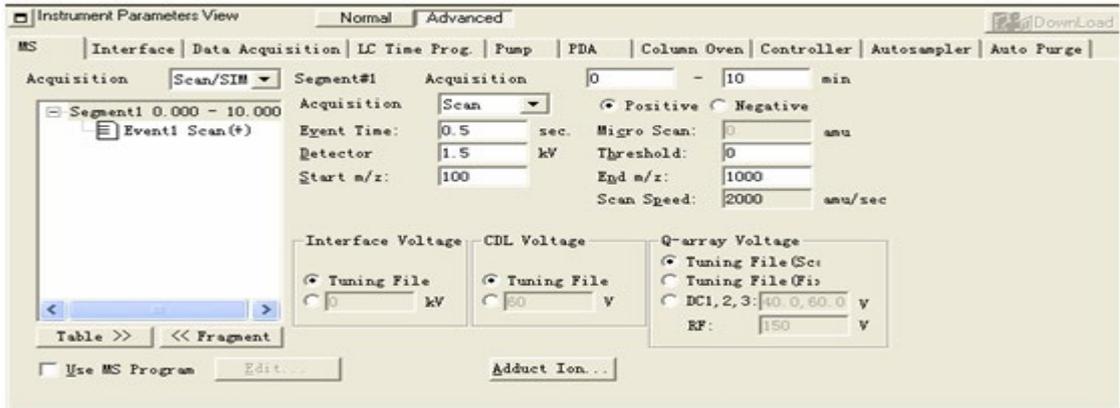


4.3 数据采集

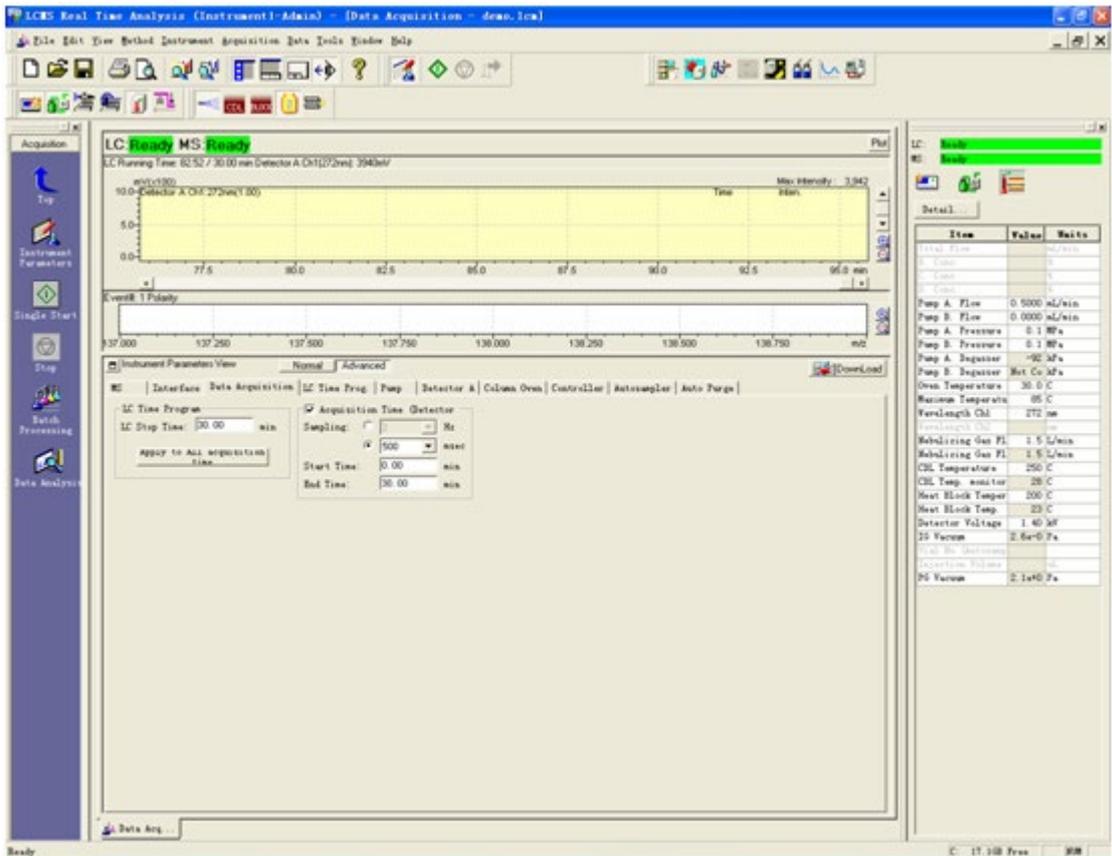
4.3.1 点击 Data Acquisition:



4.3.2 设置 Instrument Parameters: 选择 Advancedms 部分 (MS 和 Interface) :



LC部分



4.3.3 各部分均设置完成后保存方法.

点击 Download 下载参数。然后点击 Instrument on, GAS, CDL, Heat Block, IG, High Voltage, 观察基线, 稳定后即可进样分析。

4.3.4 点击 Single Start:或者建立批处理表 Batch, 批处理运行分析。

5. GCMS-QP2010 Ultra型及GCMS-QP2010型气质联用质谱仪

5.1 开机

5.1.1 检查 GC 部分、MS 部分和电脑的电源是否接通。打开载气钢瓶阀门将减压阀调到 0.3MPa。打开电脑使电脑停留在桌面状态。

5.1.2 打开 GC 电源键等待约 1 分钟左右再打开 MS 电源键此时会听到“嘀”的一声, 表示 GC 与 MS 部分已顺利连接好。接着双击桌面上的“GCMS Real



GCMS Real Time Analysis .ink

Time Analysis .ink”图标启动仪器控制软件, 同时会发出“嘀、嘀”的两声表示仪器和电脑已经顺利连接好。

5.1.3 单击软件左边竖排快捷键中的“Vacuum Control”图标随即弹出一个窗口, 单击窗口左上角的“Auto Startup”按钮, 这时仪器正式启动。窗口中的绿色安装条会慢慢的向右推进, 当安装条走到右边时, 仪器全部启动, 单击窗口中的“Close”按钮关闭“Vacuum Control”窗口。



5.1.4 点击界面右下脚的“Detail”按钮, 将进样口温度(SPL1 Temperature)调到 250℃, 柱前压(SPL1 Pressure)调整为 70-80KPa, 总流量(Total Flow) 10mL/min, 吹扫流量(Purge Flow)1mL/min, 柱温(Column Temperature)调到 50℃, 离子源(Ion Source) 200℃, 接口(interface)温度调到 250℃调节完点击“OK”关掉窗口, 这时界面右上角的 GC 和 MS 监控条为黄色, GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯也为黄色并闪烁, 等待这两灯变为绿色并停止闪烁且界面上的指示条也变为绿色并出现“ready”时, 仪器整个启动过程完毕。

5.2 调谐

5.2.1 完成上面的开机过程后, 等待约两小时左右待仪器真空度达到标准值后(低真空 6 Pa 左右, 高真空 4×10^{-4} Pa 左右时)。点击左边快捷键中的“Tuning”打开调谐窗口, 单击左边快捷键中



的“Start Auto Turning”开始自动调节。

5.2.2 调节完成后，保存调谐文件，关闭窗口。

5.3 关机

5.3.1 当仪器处在待机状态时点击图标“Vacuum Control”弹出窗口，点击窗口中的“Auto Shutdown”仪器开始自动关机蓝色安装条慢慢向右推进，即将结束时仪器会放气随即安装条全部走完。点击“OK”关闭窗口，关闭控制软件。



5.3.2 关闭 GC 电源

5.3.3 关闭 MS 电源

5.3.4 关闭载气

5.4 分析样品操作方法

5.4.1 GCMS 联用分析

5.4.1.1 点击左边快捷键中的“Data Acquisition”进入分析状态。单击其中的“Sample Login”弹出一个窗口，在窗口的相应栏目中输入“样品信息”、“存储数据文件的文件夹位置”，并调入已存储的调谐文件，点击“OK”关掉窗口。



5.4.1.2 点击左边快捷键中的“Method Detail”弹出一个窗口，在窗口中编辑样品所需的方法文件，编辑成功后存储并退出。

5.4.1.3 单击左边快捷键中的“Standby”按钮将已编辑好的数据文件和方法文件发送给仪器，这时仪器由待机状态变为等待运行状态，在这个过程中仪器的相关参数会由待机参数变为做样时的起始参数，并且 GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯会变成黄色闪烁，软件界面上的 GC 和 MS 状态指示条也会变成黄色。当指示灯和指示条都变成绿色时说明仪器的相关参数已经调整好可以开始进样分析了。

5.4.1.4 将已配好的样品用进样器取 1ul 左右，注入仪器的进样口并立即按下 GC 面板上的“Start”键，仪器开始正常运行分析样品。此时 GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯为绿色闪烁。

5.4.1.5 仪器运行完毕后会自动返回待机状态。可再重复上面操作进行下一个样品的分析。

5.4.2 EI 直接进样分析

5.4.2.1 当仪器打开以后，在待机状态下单击上面任务栏中的“Method”按钮，在下拉菜单中单击“Sample Inlet Unit”在随即打开的窗口中选择“DI”后单击“OK”关闭对话框。

5.4.2.2 制作数据文件和方法文件与做 GCMS 相同。

5.4.2.3 安装好进样杆滑道，将样品置于直接进样杆中，顺滑道慢慢进入仪器。单击“Start”仪器开始分析。

5.4.2.4 样品分析结束，等温度降到 100℃ 以下将杆慢慢拔出。

5.4.3 CI 分析样品

将离子源换成 CI 源，连接好反应气，其他操作与 GCMS 相同。

6. Exactive GC 高分辨气质联用仪

6.1 开机

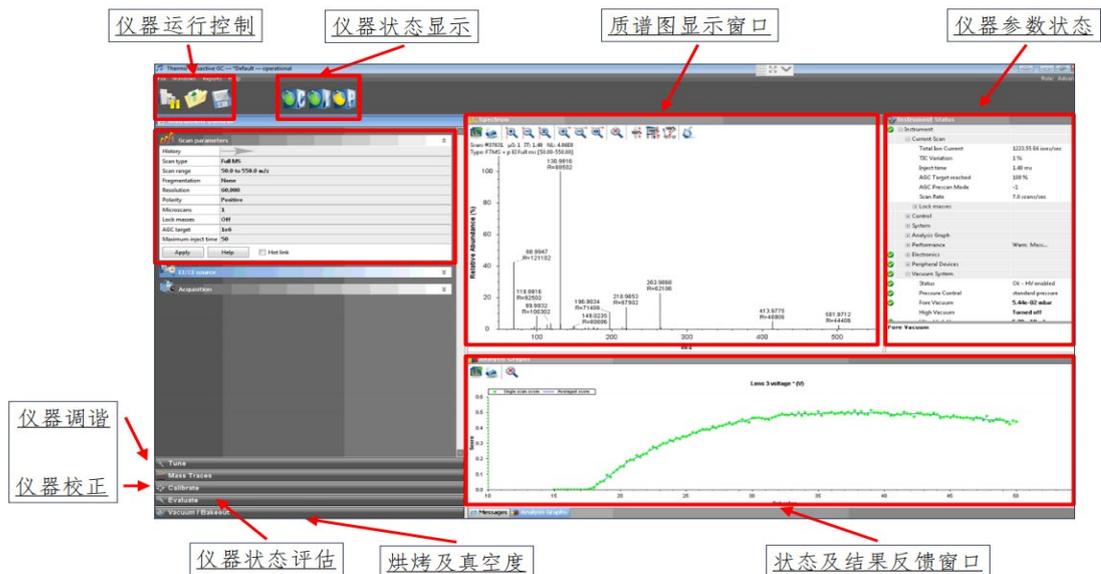
6.1.1 开启气瓶（氦气和氮气），氮气出口压力为 0.8 Mpa，氦气出口压力为 0.6 Mpa。

6.1.2 打开 GC、自动进样器电源，开启载气流速。

6.1.3 打开质谱电源开关，约 3 小时候后开启电子开关。

6.1.4 UHV 真空度到达 $1E-9$ 后，需进行 bakeout，建议时长 12 小时（加 3 小时平衡时间共 15 小时，真空度读数参考范围：Fore Vacuum: $3-6E-2$; High Vacuum: $3.1E-5$; Ultra High Vacuum: $2-6E-10$ 。）

6.2 调谐校正



6.2.1 打开软件 ，打开仪器运行按钮。

软件功能：质谱日常调谐、校正；参数设置和查看；状态显示和评估。

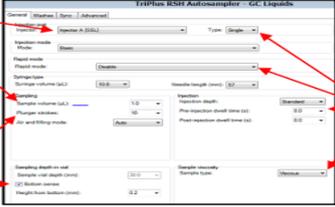
6.2.2 打开 Evaluate 仪器检漏，再打开 Calibrate 仪器校正，然后打开 Tune 进行仪器调谐。

6.3 分析样品操作方法

6.3.1 选择 “Method Development” 模块，选择 “Instrument View” 选项，选择 “新建”。

6.3.2 先设置  自动进样器方法、 气相方法，再设置  质谱方法。

自动进样器



选择进样口
进样量 1 μL
柱塞冲程
排气，5次以上
底部感应
RSH功能

推荐默认值

洗针溶剂

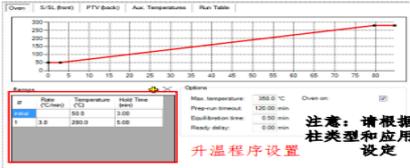


进样前
润洗
进样后

建议

1. 选择两种不同极性的溶剂；
2. 其中一种溶剂与样品溶剂相同

气相色谱仪



升温程序设置
注意：请根据色谱柱类型和应用具体设定

Rate: 升温速率 (°C/min)，越慢分离效果越好，耗时越长；
Temperature: 终止 (起始) 温度；
Hold Time: 终止温度持续时间；

传输线温度设置



注意：方法共需设定三段传输线温度；其中两段为GC控制；一段为MS控制

进样口温度



进样模式：通常选用不分流模式 (Splitless)

载气模式：通常恒流模式

载气流速/压力

分流流速

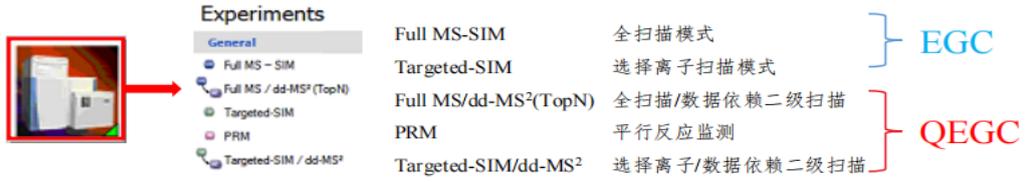
真空补偿 (必选)

隔垫吹扫 (推荐开启)

PTV程序升温进样口



程序升温



Experiments

General

- Full MS - SIM
- Full MS / dd-MS² (TopN)
- Targeted-SIM
- PRM
- Targeted-SIM / dd-MS²

Drag templates here to fill the method

拖拽选择

① 选择调谐文件

② 离子源参数

③ 质谱参数

Properties of the method

Global Settings

User Role: Standard

Use lock masses: best

Time: 85.00 min

Method duration: 4.00 min

EI/CI Source

Flament on delay: 250 °C

MS transfer line temp: 300 °C

Ion source temp: 300 °C

Ionization mode: EI

CI gas type: None

CI gas flow: 0.00 mL/min

Properties of Full MS - SIM

General

Runtime: 0 to 10 min

Polarity: positive

Resolution: 60,000

AGC target: 1e6

Maximum IT: auto

Scan range: 50 to 500 m/z

用户角色
质量校正

方法运行时间 (GC)
溶剂延迟
质谱端传输线温度
离子源温度 (>200°C)
离子化模式

数据采集时间

分辨率选择
AGC阈值
注入时间
扫描范围

推荐值

6.3.3 建序列，选择建好的新方法，开始测试样品。

Thermo Scientific Xcalibur - D:\DIP\SEQUENCE\20210819.jld (Open)

Sample Type	File Name	Comment	Sample ID	Path	Inst Meth	Proc Meth	Position	inj Vol	Level
1	Unknown	20210819-01	1	D:\GC-MS\202108	C:\Xcalibur\methods\Lipide GC-MS 2ZMIN		1	1.00	
2	Unknown	20210819-02	1	D:\GC-MS\202108	C:\Xcalibur\methods\Lipide GC-MS 2ZMIN		2	1.00	
3	Unknown	20210819-03BLUE	1	D:\GC-MS\202108	C:\TraceFinderData\InstrumentMethods\SPME-MASK		163	1.00	
4	Unknown	20210819-04FELLOW	1	D:\GC-MS\202108	C:\TraceFinderData\InstrumentMethods\SPME-MASK		164	1.00	
5	Unknown	20210819-05BLACK	1	D:\GC-MS\202108	C:\TraceFinderData\InstrumentMethods\SPME-MASK		165	1.00	
6	Unknown	20210819-06C24F45N3	1	D:\GC-MS\202108	C:\TraceFinderData\InstrumentMethods\Lipide GC-MS20MIN		2	1.00	

6.4 关机

6.4.1 降温-关闭/降低传输线、离子源、进样口和柱温箱的温度。

进样口、柱温箱、传输线 (GC段) 设置

Oven: Temperature → 50°C

PTV: Temperature → 50°C

SSL: Temperature → 50°C (通常只使用一个)

Auxiliary Aux1 and Aux2 → 50°C

⚠ 注意: 无需关闭载气

① Maintenance

② Start Cooldown

③ Ready

GC快速降温

在Tune软件中离子源和质谱端传输线温度降温

6.4.2 质谱关机: 先关闭电子开关, 等 20min 后关闭电源开关。

② 质谱关机

① 关闭电子开关 (质谱指示灯会熄灭)

② 20min后关闭电源开关 (此时GC会出现报警, 属正常情况)

6.4.3 关闭 GC、自动进样器 (RSH) 电源和气瓶 (氮气和氮气)。

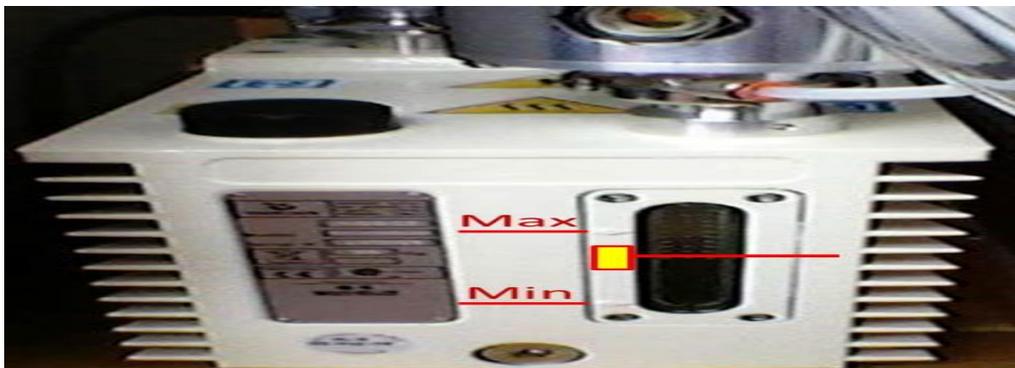
7. Bruker Q-TOF 质谱仪

7.1 开机

7.1.1 检查并打开干燥气 (Dry gas) 和雾化气 (Nebulizer Gas) 所需的氮气源；如配备液氮罐，则需打开增压阀及供气阀阀门，使罐体压力保持在 100 psi 以上，并调节减压阀出气口压力至 0.6 Mpa；

7.1.2 检查并打开碰撞气 (Collision Gas) 高纯氮气 N₂ 或高纯氩气 Ar 钢瓶 (纯度要求 99.999%)，并调节减压阀出气口压力至 0.4 Mpa；

7.1.3 检查机械泵泵油的水平线，需在小窗口的 1/2~2/3 之间；



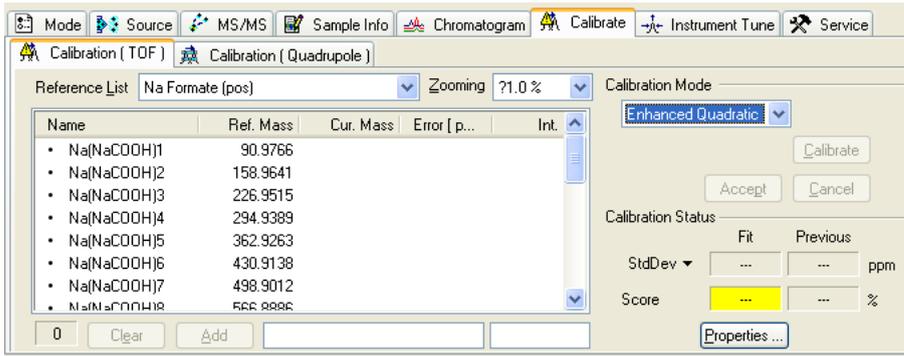
7.1.4 打开计算机，显示器电源；

7.1.5 打开质谱仪主机电源 (仪器左侧最下方)；

7.1.6 启动 micrOTOFcontrol 控制软件，务必保持仪器一直 shutdown 状态，待真空度达到 $\leq 1 \times 10^{-6}$ mbar 后，才可切换至 standby 状态待机；为了保证良好稳定的实验结果，待真空度下降至 10^{-7} mbar 以下后，再 operate 仪器开始测试。

7.2 仪器校正

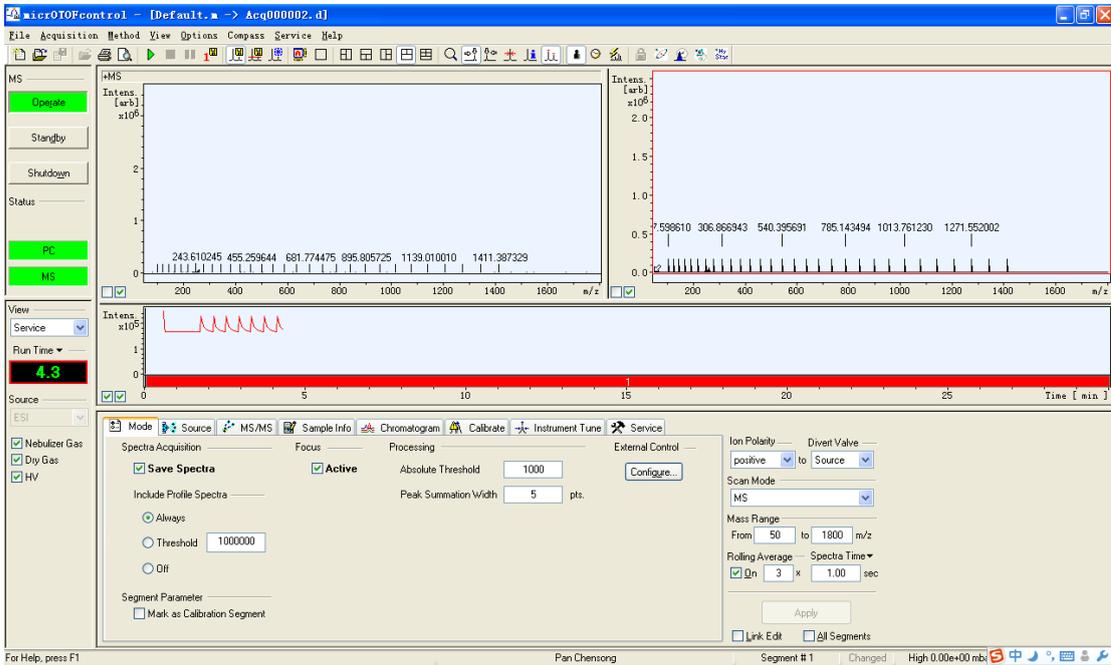
7.2.1 选择安装适当的离子源 (ESI, CSI, APCI)，仪器 Operate 半小时后，选 Calibrate 页面。



7.2.2 建议使用 10mM 甲酸钠或三氟乙酸钠标准品进行校正，在接受校正前，请仔细确认所有离子没有误匹配。

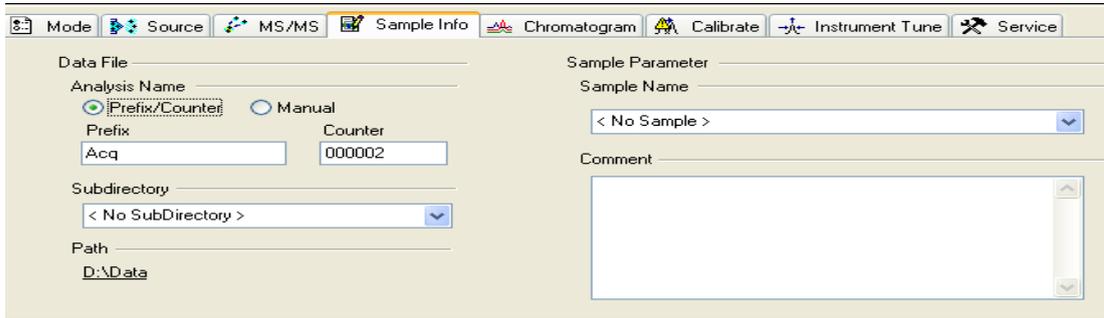
7.3 测试样品

7.3.1 双击 oTOFcontrol 软件；



7.3.2 点击方法编辑区 Source 激活相应的离子源，Source 页面包括 Source 和 Transfer 两部分，Source 部分参数影响样品的离子化，即信号的强度，Transfer 部分参数影响离子传输过程中的选择性，是方法编辑的重点。

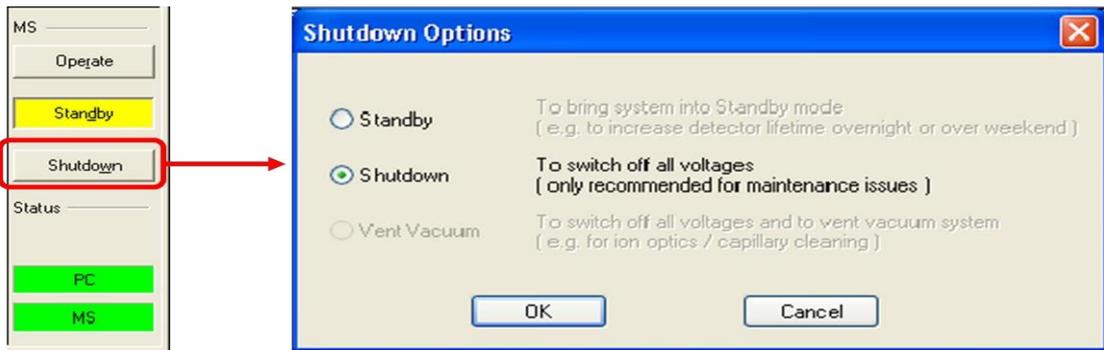
7.3.3 点击 Sample information 输入样品名称, 点击 Operate 开始样品采集, 获得质谱图。



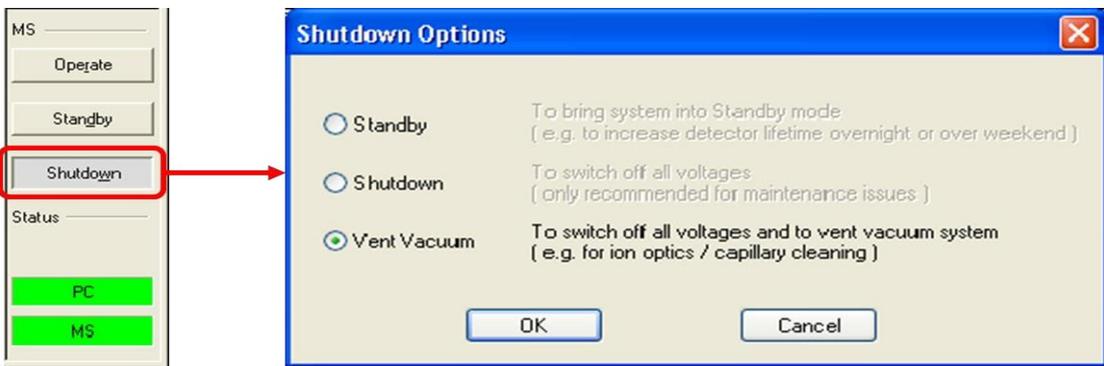
7.3.4 点击 Stop 停止采集数据。

7.4 关闭仪器

7.4.1 先使仪器恢复 standby 待机状态, 点击 micrOTOFcontrol 软件左侧 <Shutdown>, 出现以下【Shutdown Option】窗口, 选择<shutdown> (To switch off all voltages) 后, 点击 OK。



7.4.2 再次点击 micrOTOFcontrol 软件左侧 <Shutdown>, 出现以下【Shutdown Option】窗口, 选择<VentVacuum> (To switch off all voltage and to vent vacuum system) 后, 再次点击 OK。

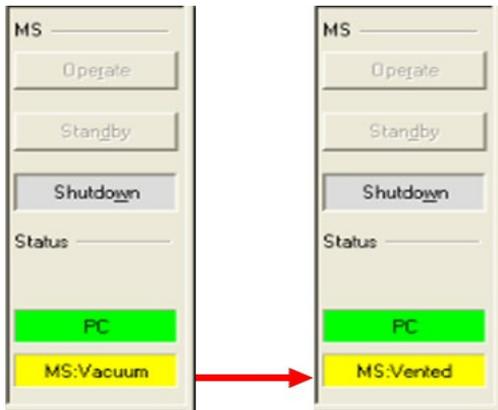


7.4.3 软件系统会再次确认是否需要释放真空, 如下界面, 点击 YES。



7.4.4 开始释放真空 (venting process is active), 蓝色进度条示意, 耐心等待 10-15 分钟, 氮气将充满整个仪器系统, 系统完全失去真空; 当在蓝色进度条左侧出现【the Venting process finished successfully】, 表示释放真空过程完全结束;

7.4.5 释放真空的过程中, 也可观察仪器状态栏, 待出现【MS:Vented】时, 表示释放真空过程完全结束;



7.4.6 关闭质谱仪主机电源。



7.4.7 关闭液氮增压阀及供气阀 (或关闭氮气发生器电源), 关闭减压阀。

7.4.8 关闭高纯氮气供气阀, 关闭减压阀。

7.4.9 关闭计算机, 显示器电源。

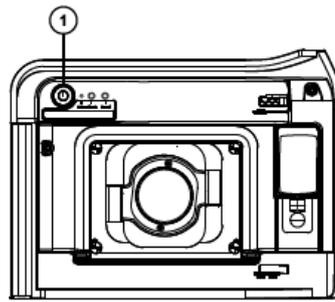
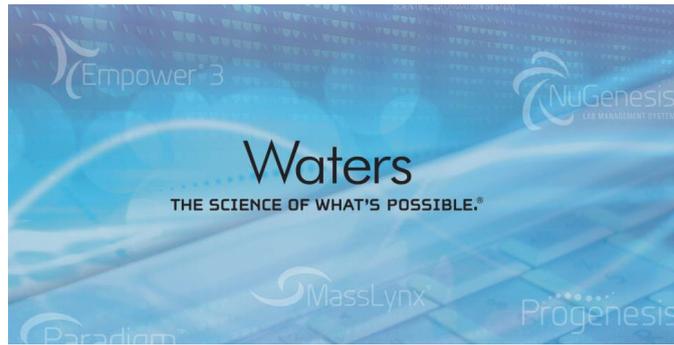
8. Xevo TQ-GC三重四级杆型高灵敏度气质联用仪

8.1 开机前准备

打开载气 (He, 99.999%) 调节压力为0.8MPa, 打开碰撞气 (Ar, 99.999%) 调节压力为0.08MPa。

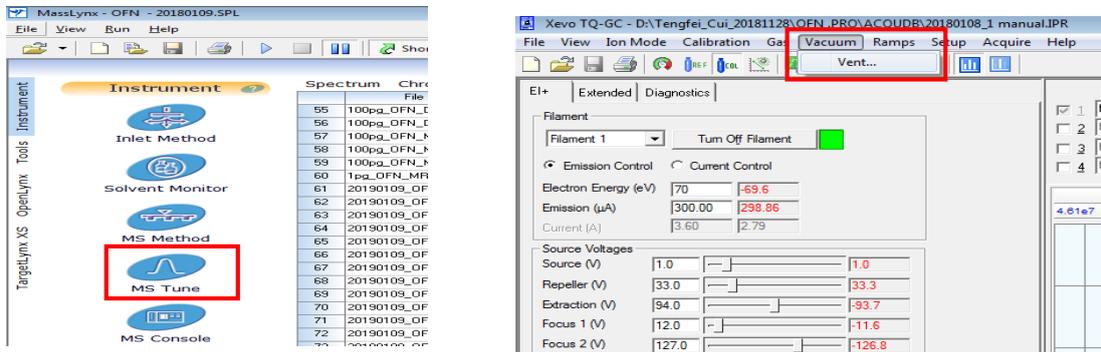
8.2 开机

打开电脑、气相色谱和质谱电源等待5分钟让三者联接并自检。

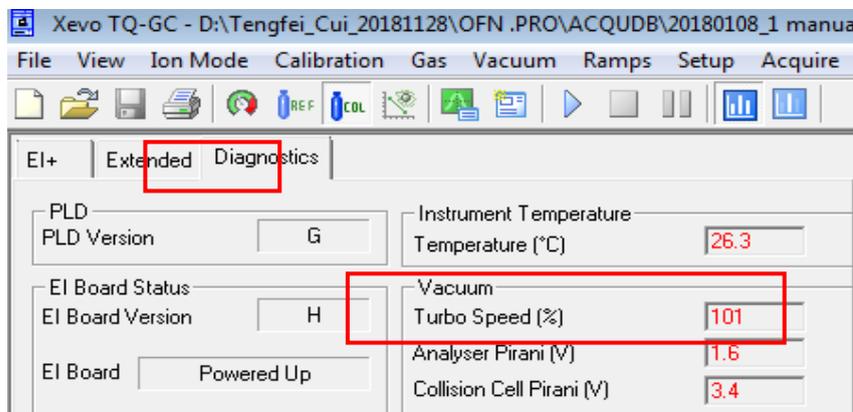


① Power button

打开Masslynx控制软件，进入MS Tune界面>Vacuum>Vent, 开始抽真空。



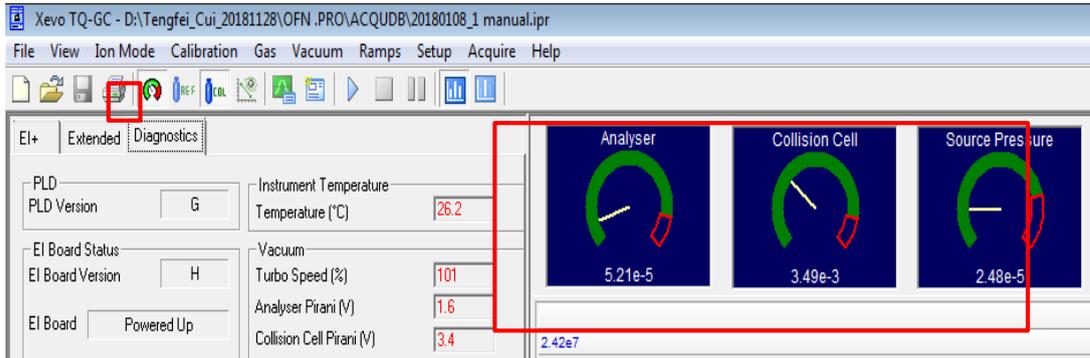
抽真空4小时以上，观察Turbo speed是否达到100%（5-10min左右）。



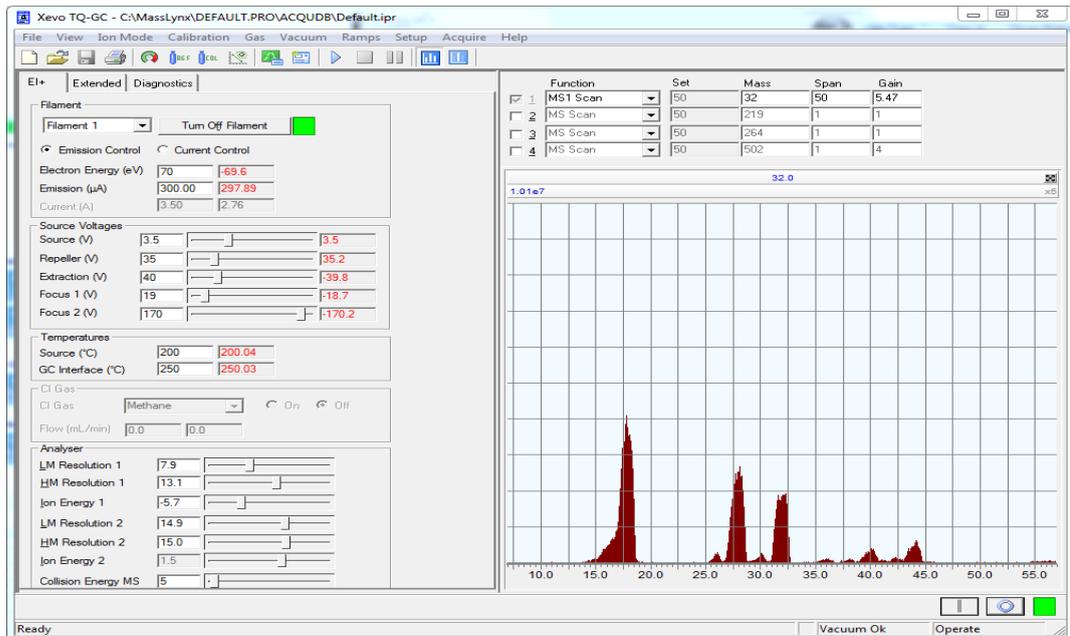
8.3 检查真空度

在抽真空至少4小时后，打开碰撞气，检查Analyser, Collision Cell,

Source Pressure三个真空规的读数是否正常（三个真空规的正常值大约为 1.2×10^{-5} , 6.0×10^{-3} , 2.8×10^{-5} 左右）。



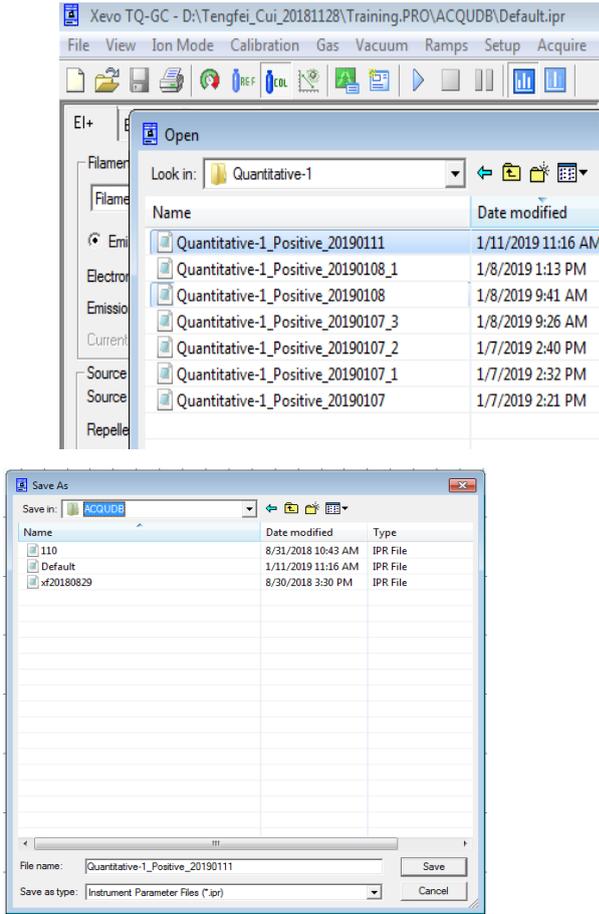
漏气检查：在正常状态下， H_2O 的峰高大于或者接近 N_2 峰高的2倍，但不能小于 N_2 峰的1/4，当漏气时， N_2 峰高远大于 H_2O 峰的4倍，此时就要检查钢瓶、联接管路、气相色谱和质谱等处是否漏气。



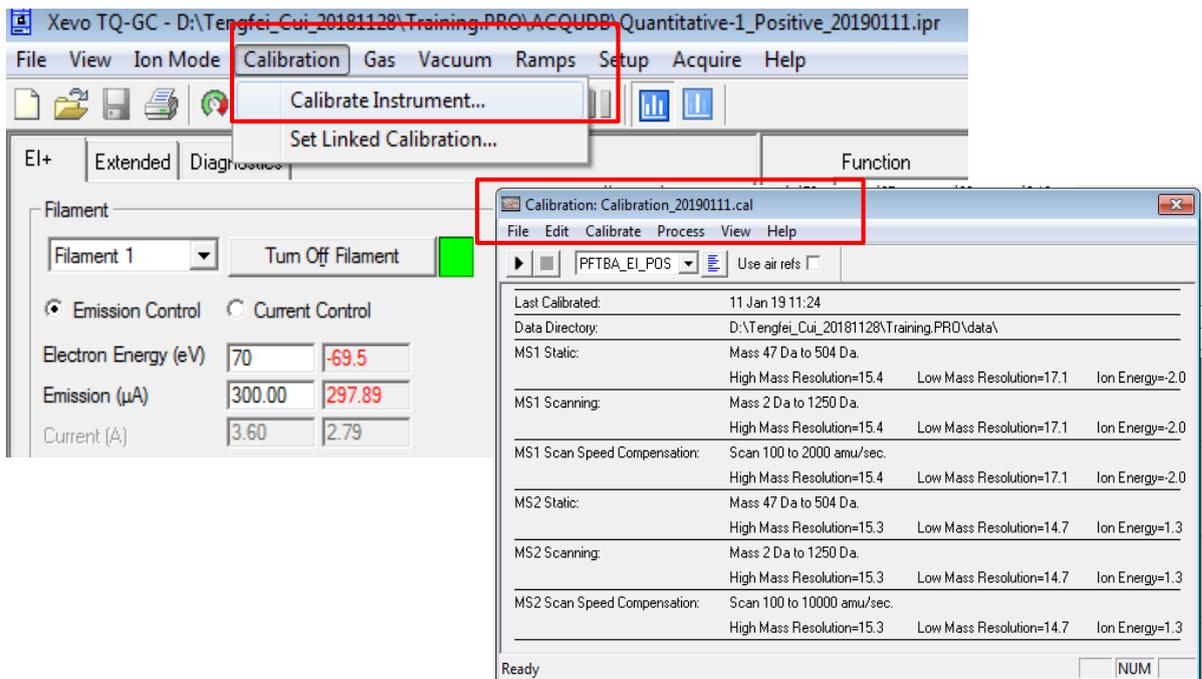
8.4 调谐仪器的分辨率和质量数

8.4.1 手动调谐

在 MS Tune 界面打开最新的调谐文件，路径为 C:\Masslynx\Intellistart\Results\Quantitative Resolution。此时 MS Tune 界面保持打开状态。

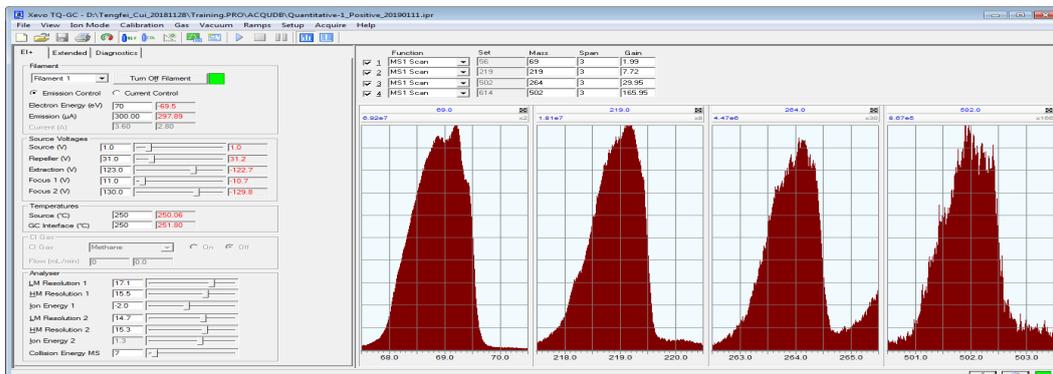


调用最新的调谐文件（质量轴），最新 Calibration 文件会自动连接。



MS Tune 方法优化：观察 69/219/264/502 四个参考离子，检查参考标品半峰

宽和质量数准确性。关闭碰撞气，打开内置标品(Reference)，确保仪器为 Operate 状态，查看其半峰宽和峰质心质量数，半峰宽 1 左右，峰质心偏差小于 ± 0.2 Da。

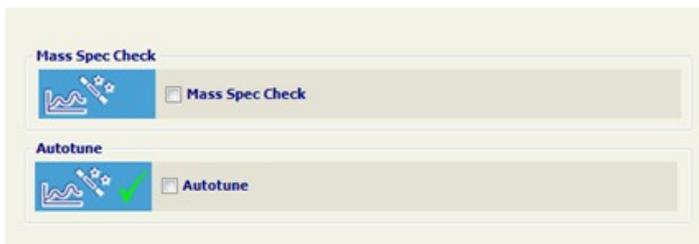


调节 Ion Energy1/Source/Repeller/Extraction/Focous1/Focous2 的数值，在保证峰形和半峰宽的前提下，让响应值达到最高。调整好后，把修改后的文件另存为最终要使用的方法。

8.4.2 自动调谐峰响应

为使仪器响应达到最佳，可进行 Auto Tune，在保证分辨率的前提下，优化响应至最佳。在 MS Console 界面>Intellistart 中，选择 Auto Tune, start。

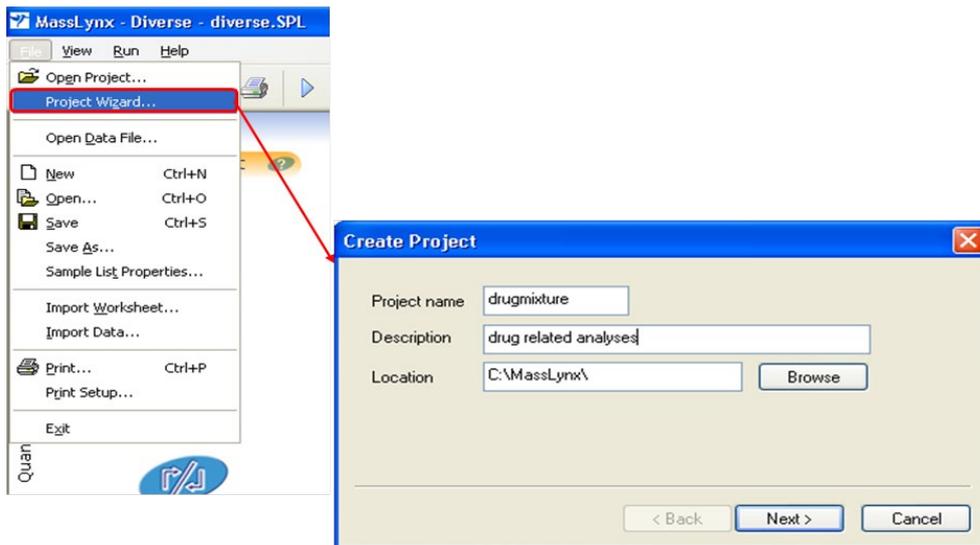
注意：自动的 Auto Tune 是按照既定的程序进行检查，若仪器状态不佳或者仪器设置有误，可能造成分辨率变差，建议再进行手动调谐。



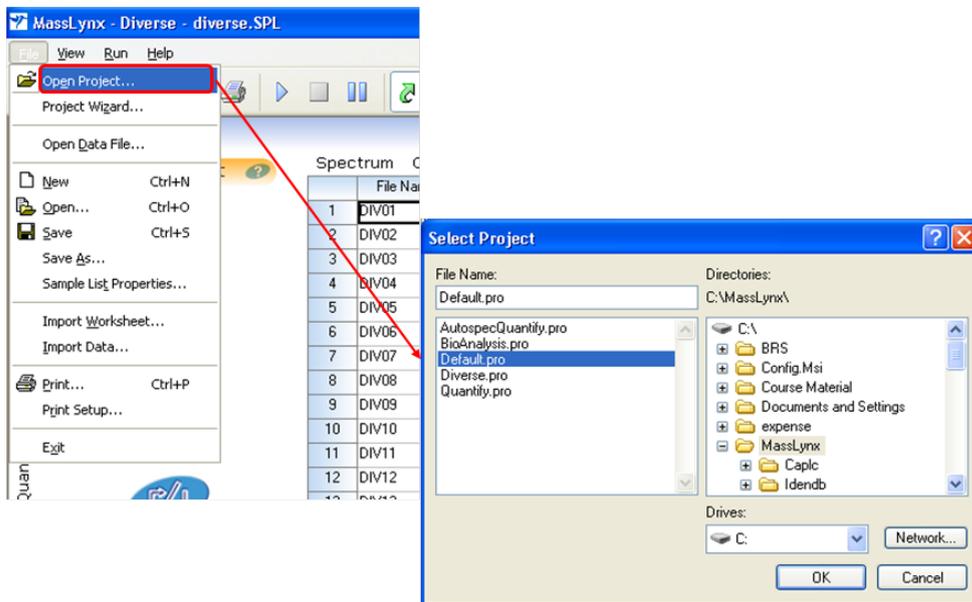
8.5 分析样品

用移液枪把 1mL 样品溶液转移到 1.5mL 样品瓶中，把样品瓶放到进样盘中。

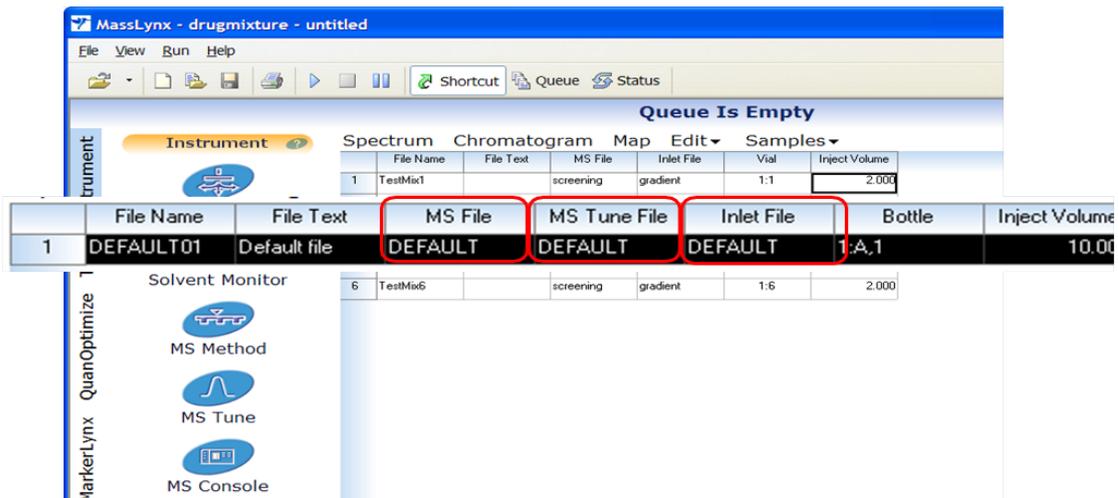
8.5.1 打开 File>Project Wizard 建立一个新的 Project



8.5.2 打开刚刚建好的Project



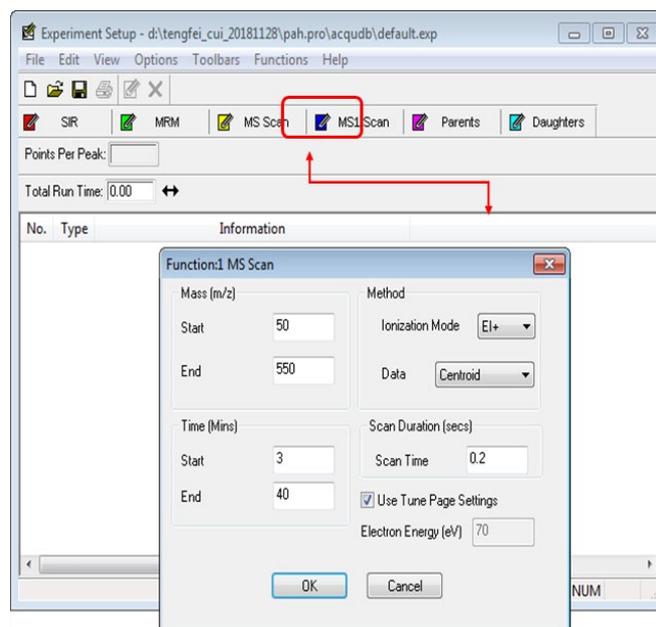
8.5.3 在Sample list中填入“file name”、“file text”、“MS File”、“MS Tune File”、“Inlet File”、“Bottle”和“Inject Volume”的信息，信息填好后存盘。



8.5.3.1 “file name” 为数据的存档名，注意不能重名，建议以日期命名。

8.5.3.2 “file text” 为样品名字可以随意命名。

8.5.3.3 “MS File” 为质谱检测方法，用鼠标右键单击此窗口会弹出下拉菜单，左键单击下拉菜单中的“Edit” 会弹出质谱方法编辑窗口，根据具体的样品分析要求选择单级检测，MRM检测等不同的质谱检测方法。设定好后单击左上角的File>Save存储方法文件。

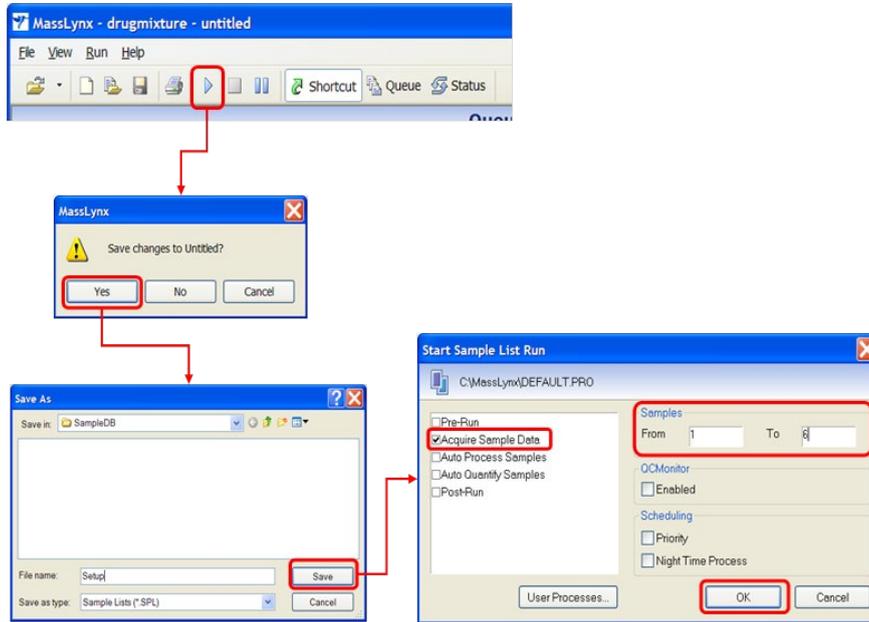


8.5.3.4 “Inlet File” 为创建色谱方法。右键单击Inlet File窗口在下拉菜单中单击Edit进入气相色谱方法编辑窗口，单击左侧的Inlet进入气相色谱升温方法编辑窗口，根据分析样品的具体情况，输入色谱升温条件然后单击File>Save存储方法。

8.5.3.5在 “Bottle” 一栏中输入样品瓶在样品盘中的具体位置。

8.5.3.6在“Inject Volume”一栏中输入进样量，一般样品进样量为1uL。完成上面操作后，单击上面窗口快捷菜单中的存盘按钮。

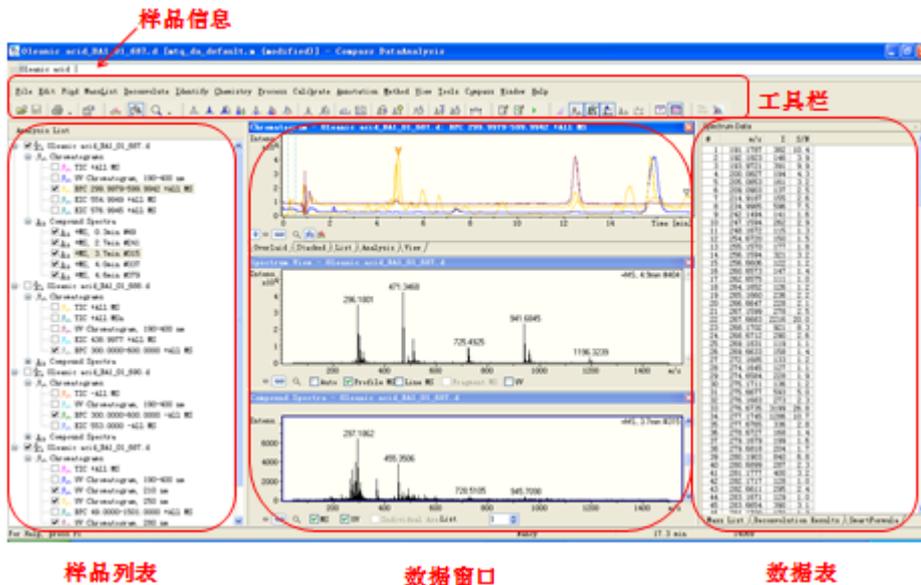
8.5.4单击界面上的三角按钮开始分析样品



第三部分、数据处理

1. solarix型傅里叶离子回旋共振质谱仪

1.1 DataAnalysis 基本界面



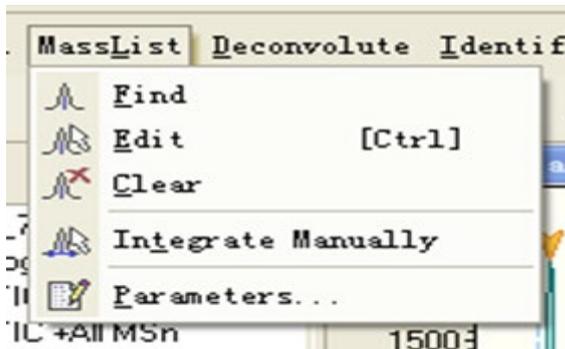
1.1.1 打开数据File>Open. 文件格式Compass Analyses (*.d)。

1.1.2 Method>Parameters>Display推荐小数位数Mass 5Retention time 1。

1.2 标峰

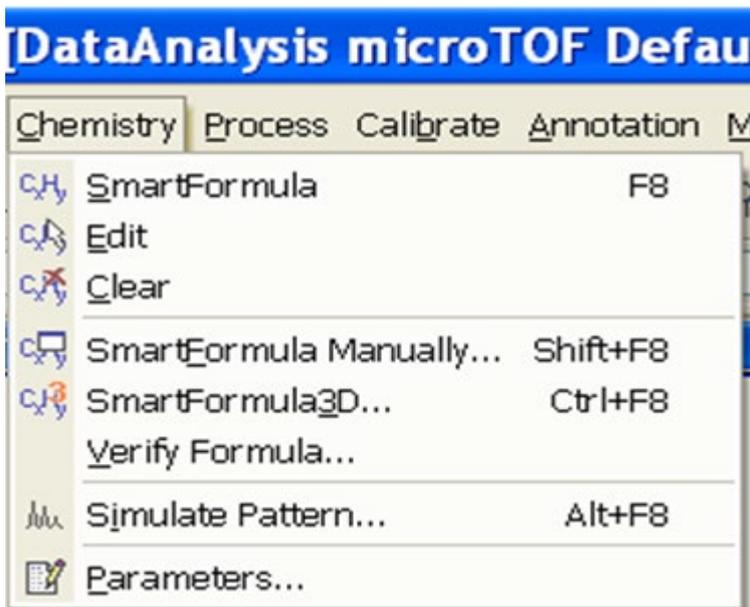
1.2.1 Find: 根据参数设置对质谱图进行自动标峰。

- 1.2.2 Edit: 手动标记或清除质谱峰。
- 1.2.3 Clear: 清除所有峰。
- 1.2.4 Intergrate Manually: 手动强制标峰。
- 1.2.5 Parameters: 定义标峰方法及参数。



1.3 分子式预测菜单<Chemistry>

- 1.3.1 SmartFormula计算所选定的质谱图中所有出峰组分的分子式。
- 1.3.2 Edit编辑所选定质谱图的SmartFormula List。
- 1.3.3 Clear清除所选定质谱图的SmartFormula List。
- 1.3.4 SmartFormula Manually计算某一指定质量峰 (m/z) 的分子式。
- 1.3.5 SmartFormula3D根据母离子和碎片离子的质量峰计算分子式。
- 1.3.6 Verify Formula验证质谱图中某一指定的分子式。
- 1.3.7 Simulate Pattern根据分子式，模拟指定分子式的理论同位素峰形。
- 1.3.8 Parameters 定义<Chemistry>方法的参数。



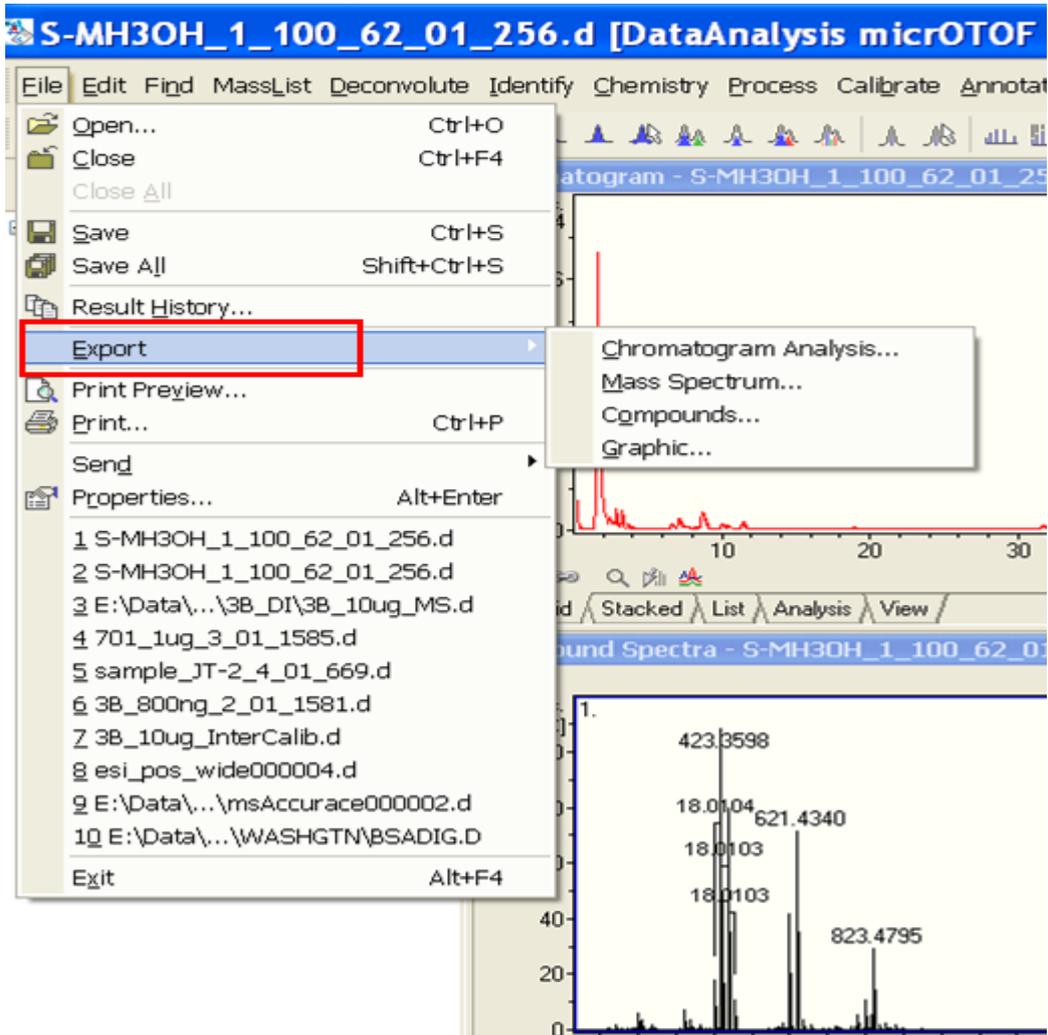
1.4 导出数据

1.4.1<Chromatogram Analysis>输出所选定的色谱图。

1.4.2<Mass Spectrum>输出所选定的单一质谱图。

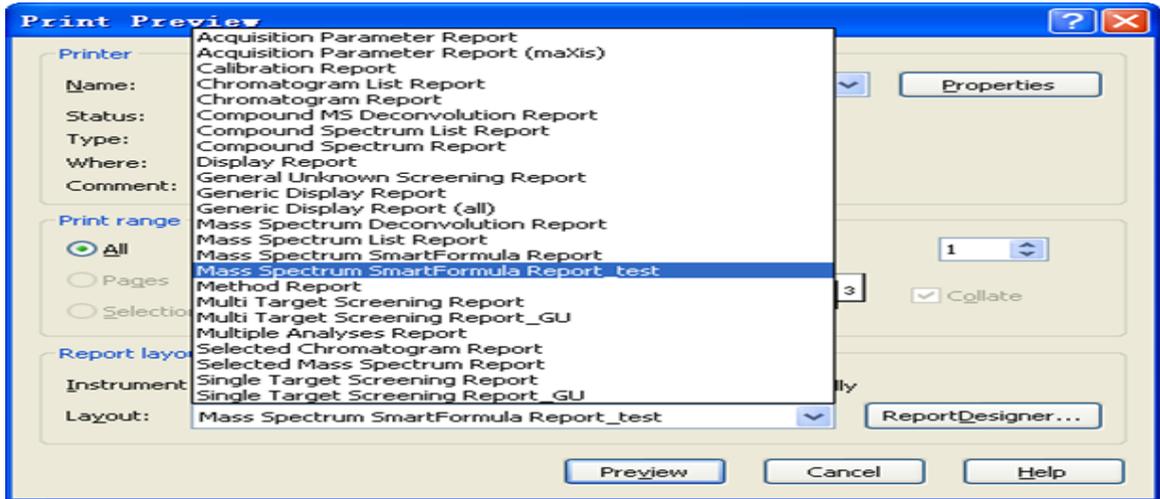
1.4.3<Compounds>输出所选定的某一个compound质谱图。

1.4.4<Graphic>将所显示的色谱图和compound质谱图同时以.emf 形式输出。



1.5 打印报告

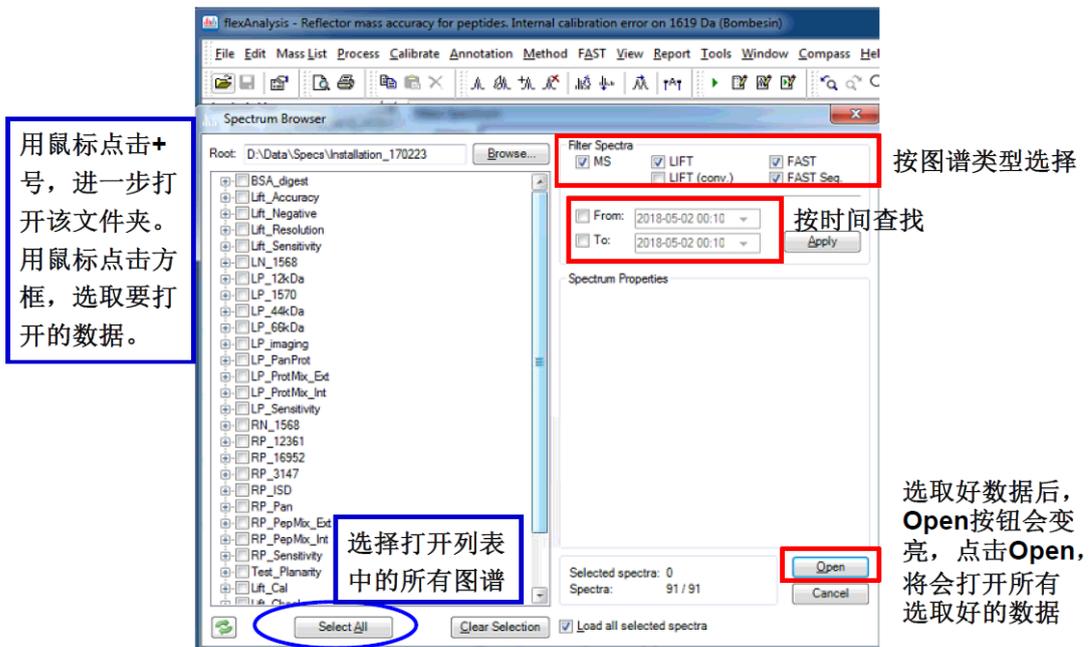
选择适合的报告格式>预览>打印。

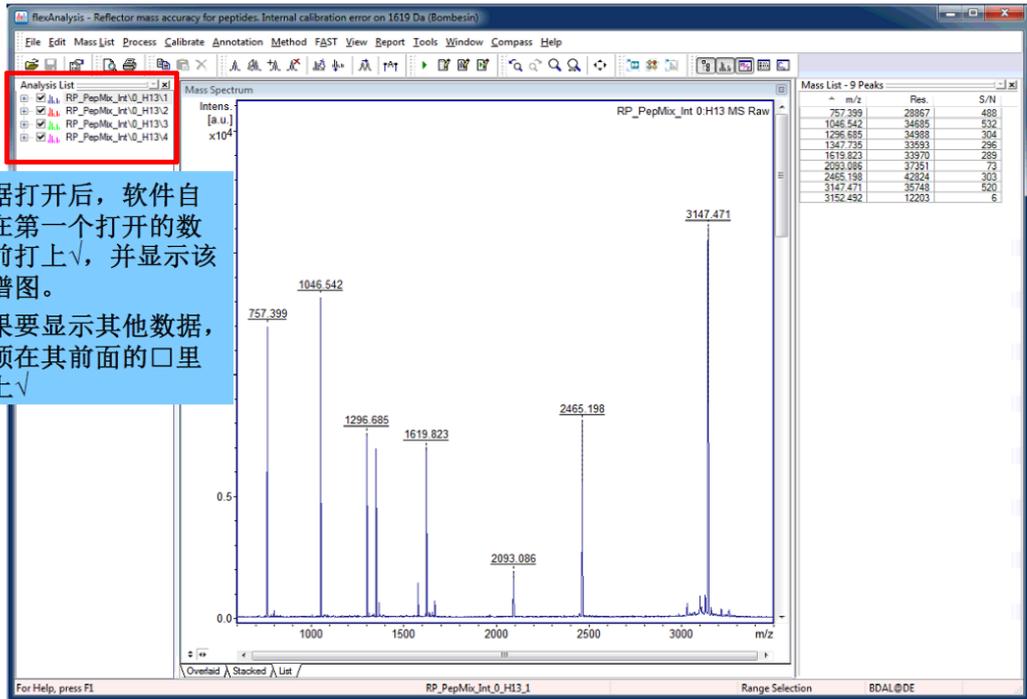


2. Autoflex & Ultraflex型基质辅助激光解吸质谱仪

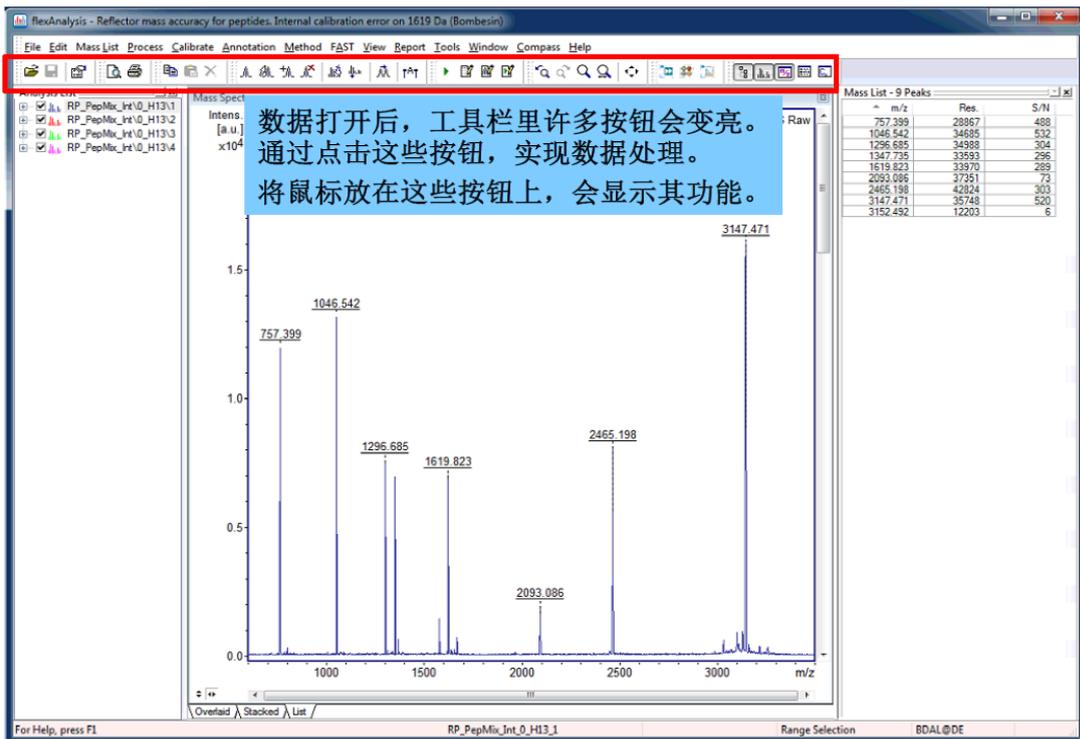
2.1. 打开待分析的数据

可以通过 StartAll ProgramsBrukerDaltonicsflexAnalysis 启动也可以通过双击桌面上的快捷方式  启动。



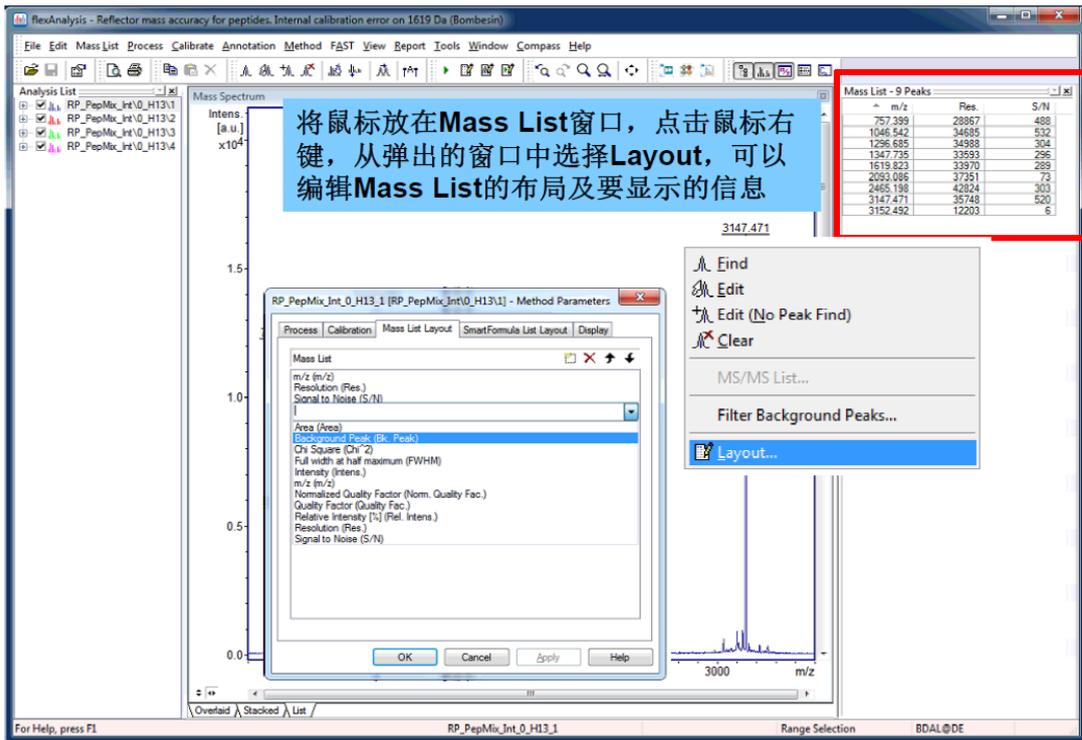
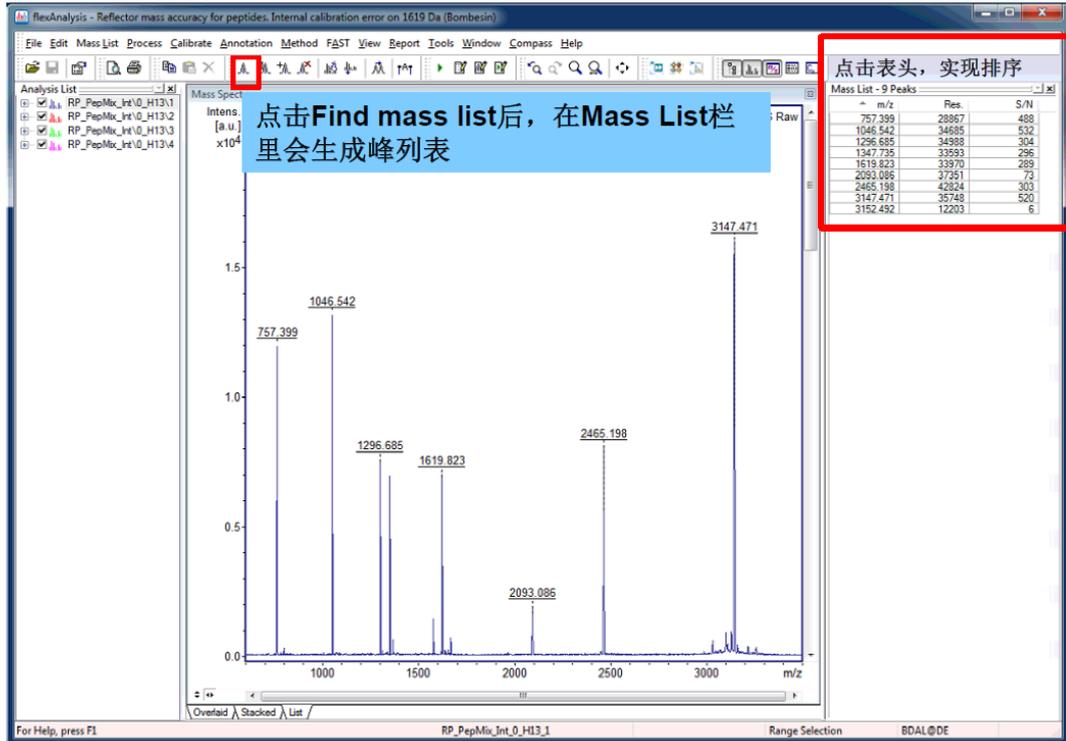


数据打开后，软件自动在第一个打开的数据前打上√，并显示该质谱图。
如果要显示其他数据，必须在其前面的口里打上√



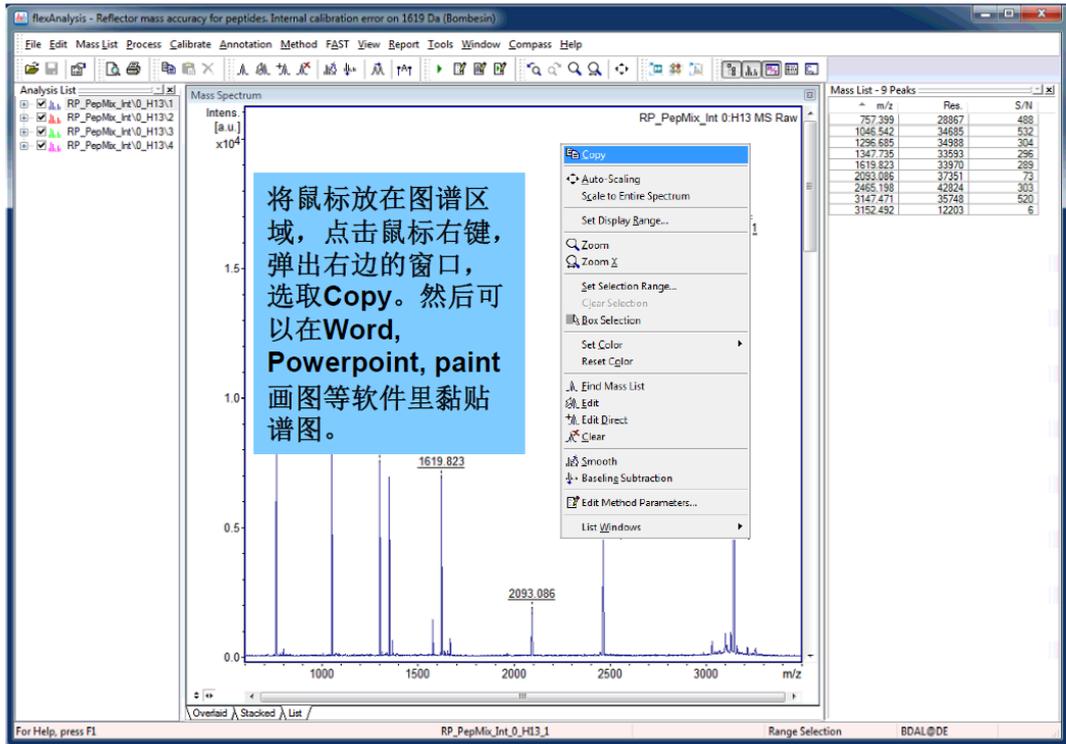
数据打开后，工具栏里许多按钮会变亮。通过点击这些按钮，实现数据处理。将鼠标放在这些按钮上，会显示其功能。

2.2 标峰

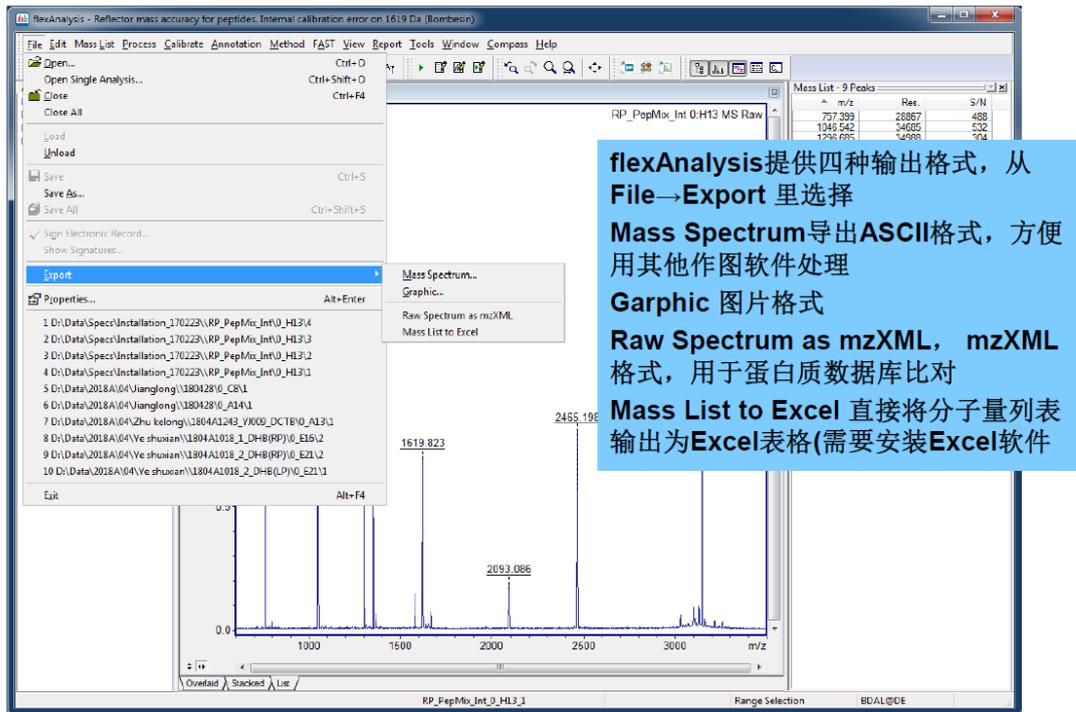


2.3 谱图导出

2.3.1 导出图片

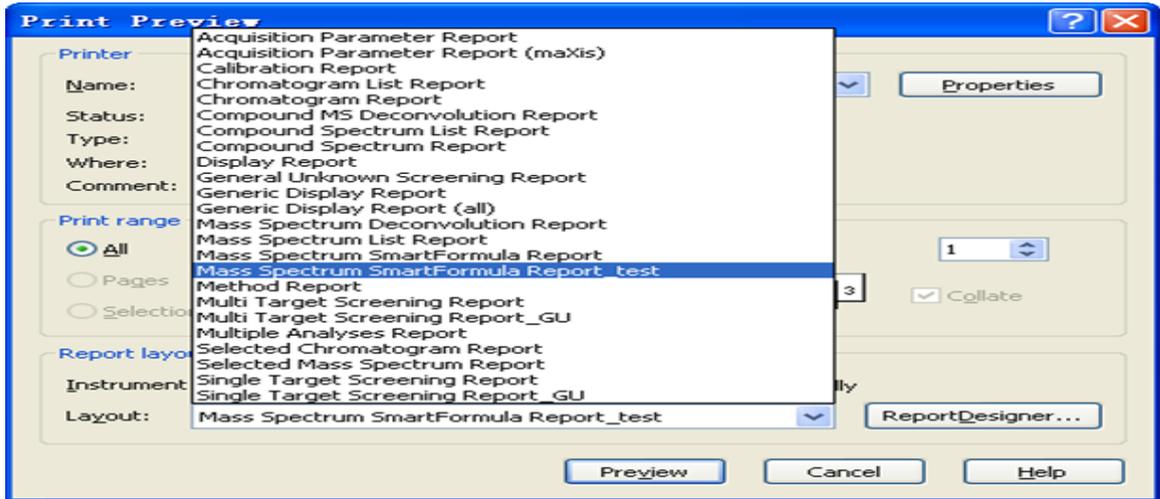


2.3.2 导出文本数据



2.4 打印

选择适合的报告格式>预览>打印。

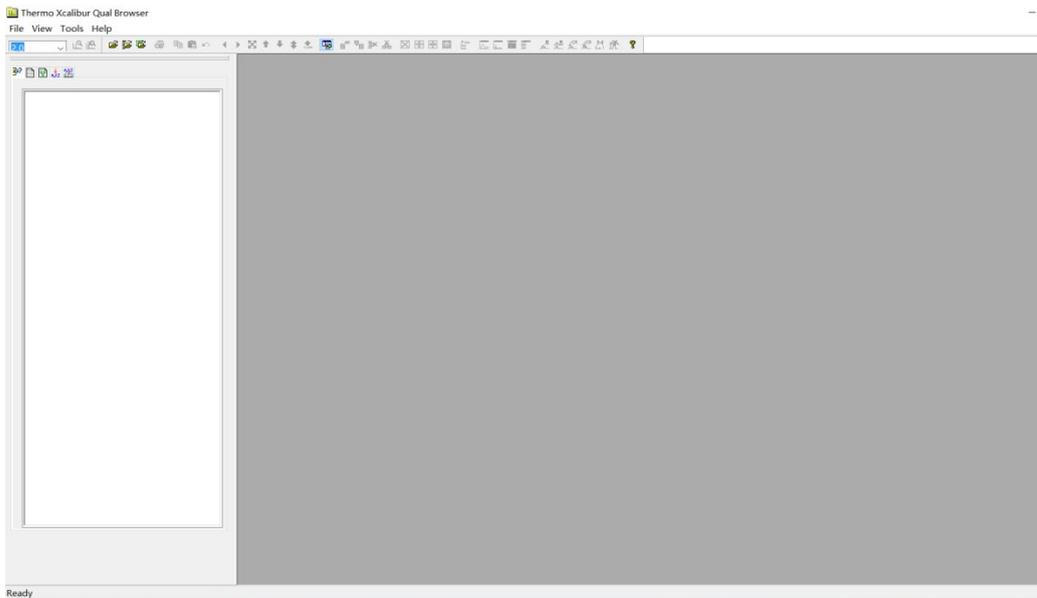


3. Orbitrap Fusion Lumos型液质联用质谱仪

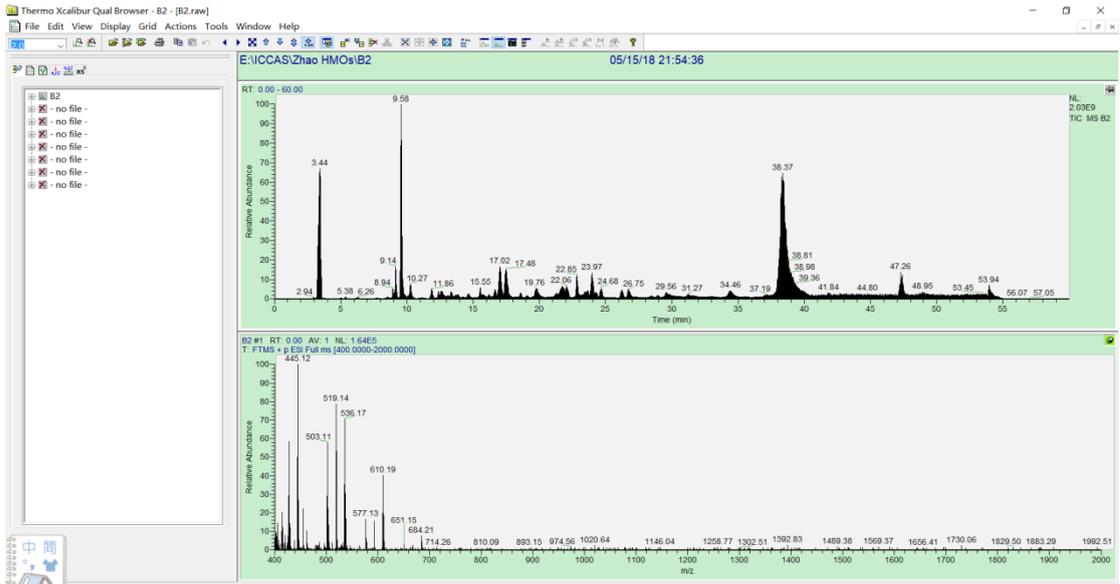
3.1 打开Xcalibur , 显示如下界面:



3.2 点击Qual Browser 。

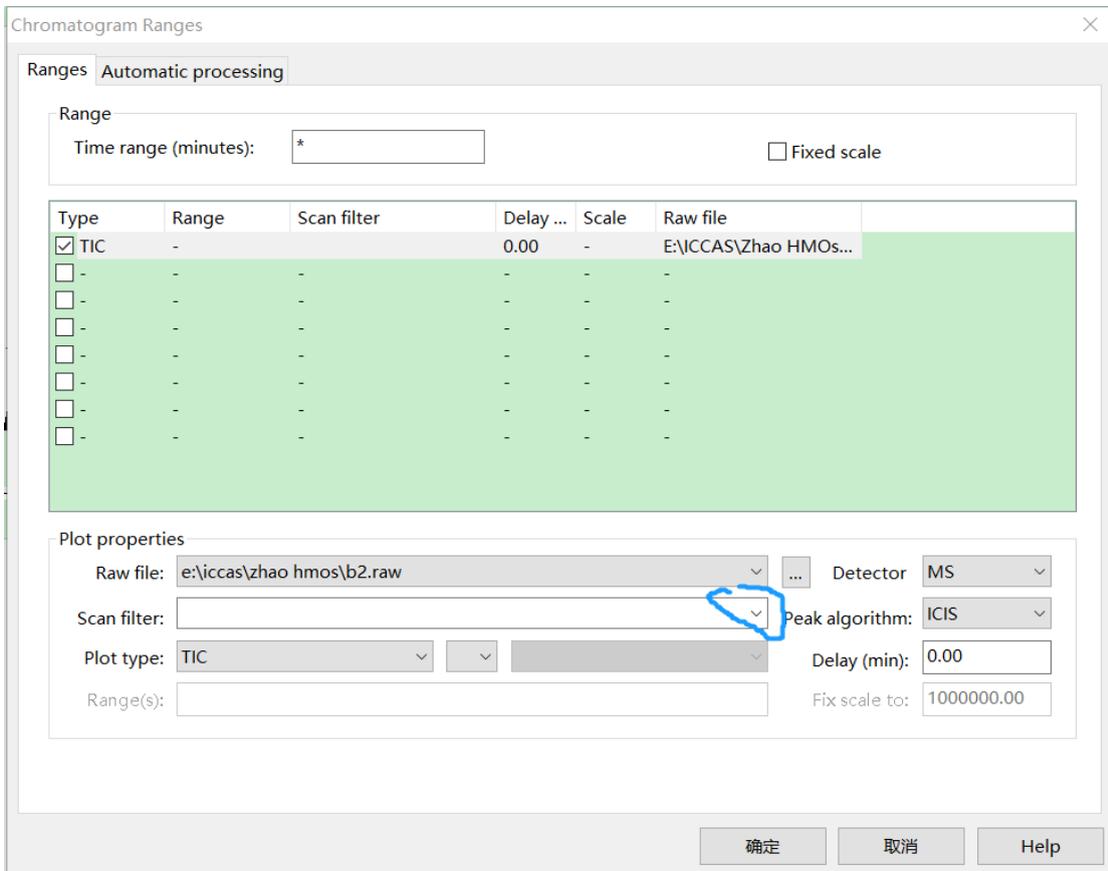


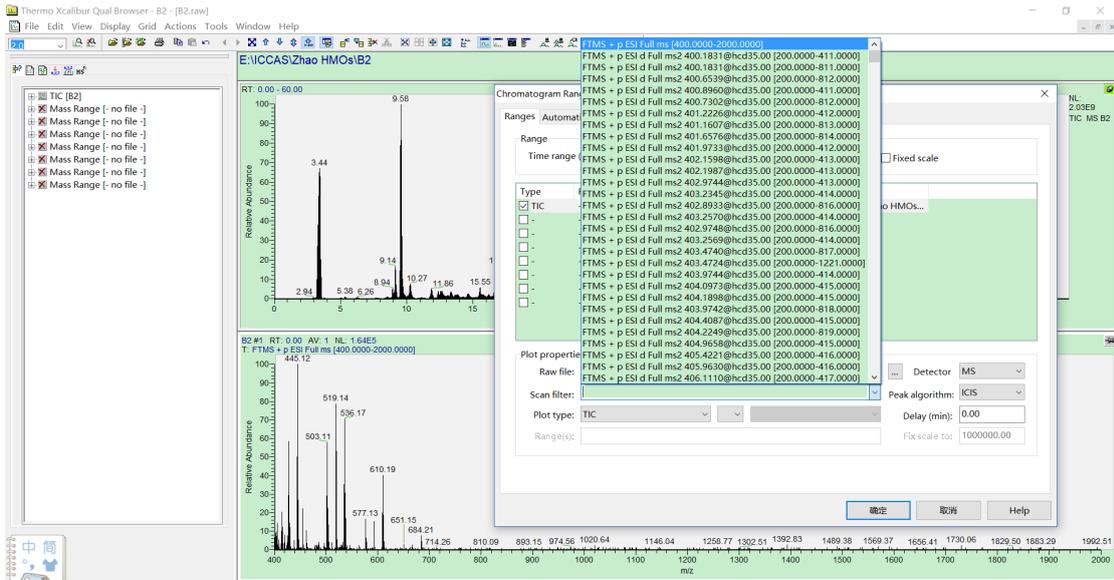
选择左上角打开 , 在相应文件夹中选择数据文件 (raw格式)。



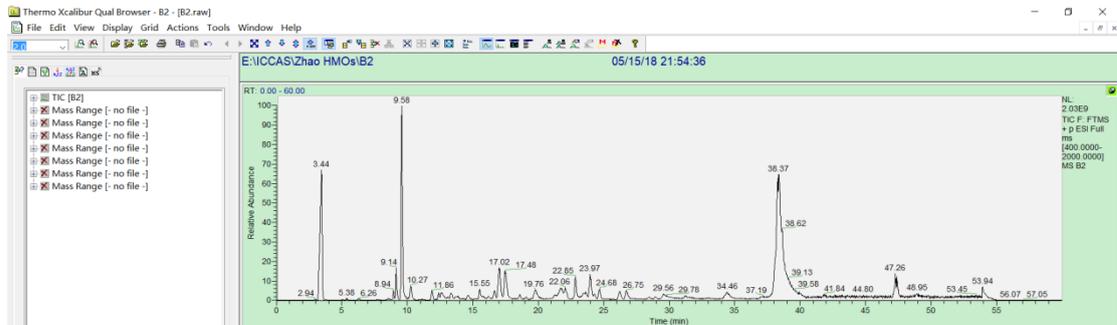
打开后得到的谱图如上图，谱图分为色谱图(上)和质谱图(下)，左边工具条为化合物元素组成模拟。如果所做测试带有二级质谱测试(MS2)，则色谱图如上图，需进行如下设置：

(1) 激活色谱图 ，在色谱图上点击右键并选择 ranges。

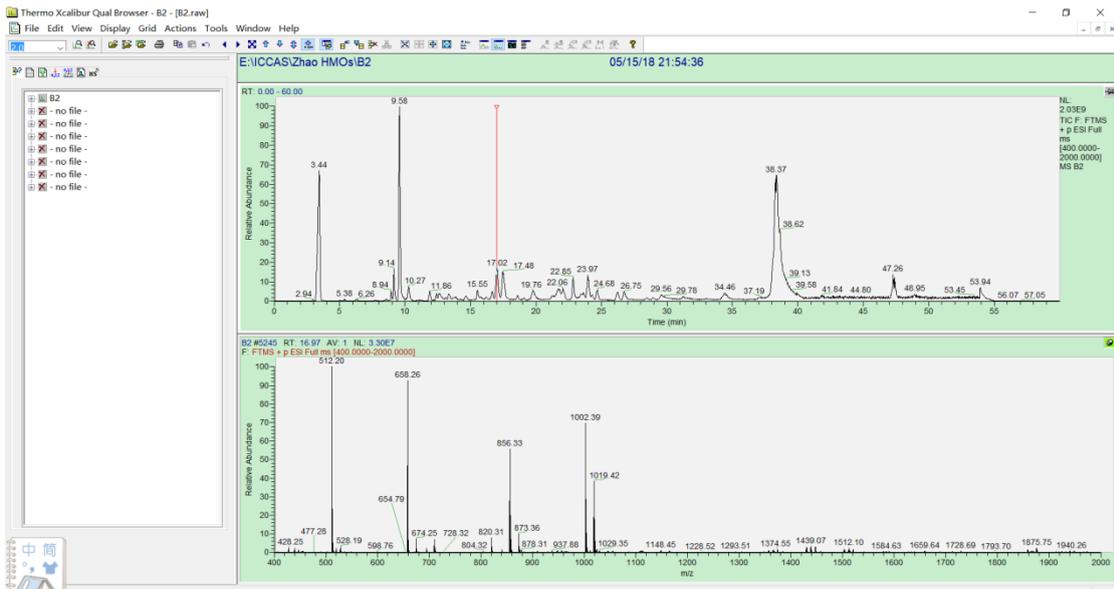




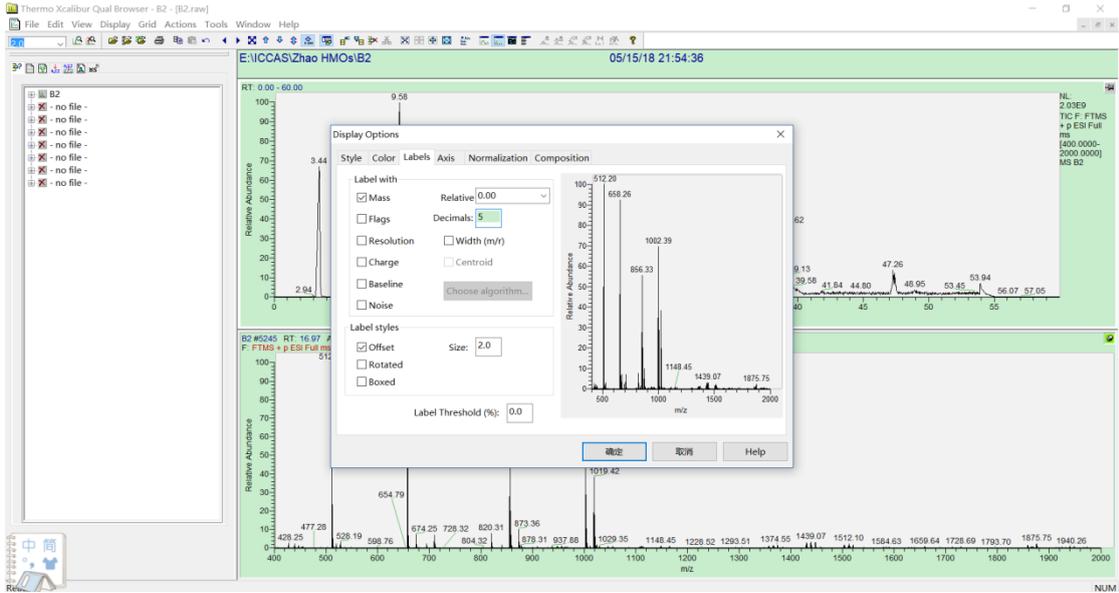
选择上面选项(full ms)，(@hcd代表二级数据)。色谱图会变为下图：



激活质谱图，用鼠标左键在色谱图上点击即可选择不同保留时间对应的质谱图。

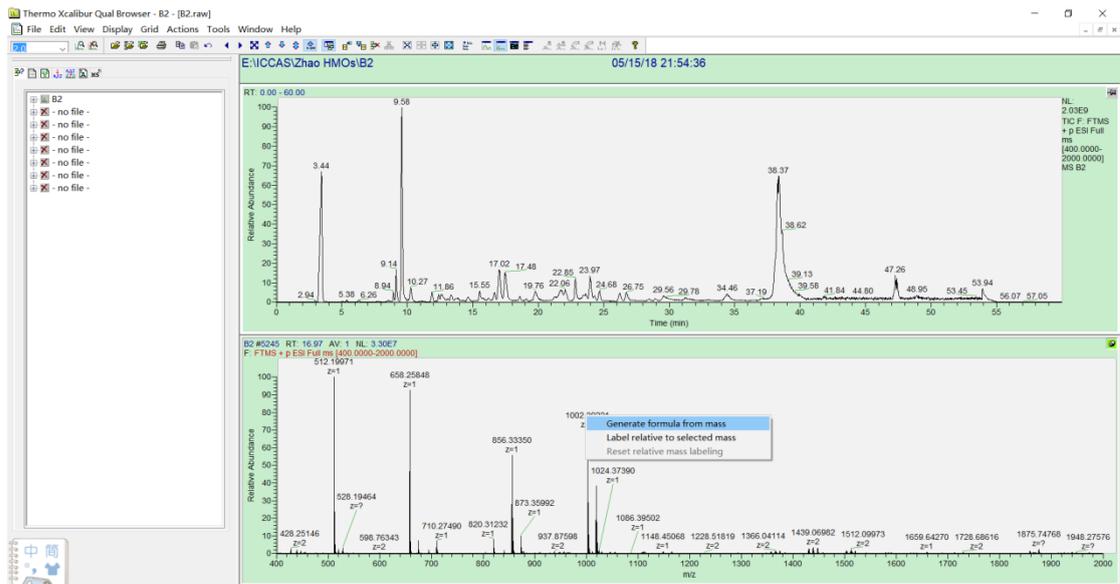


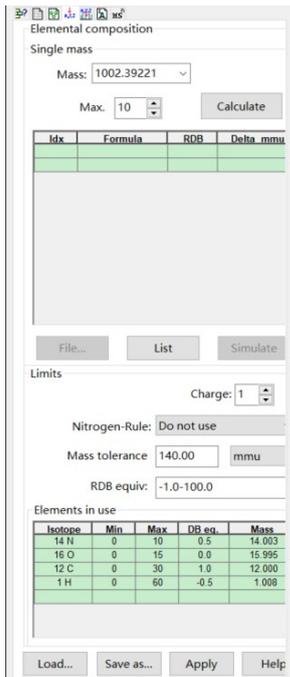
如需改变质谱图中质量数的显示位数，则在质谱图激活的情况下，空白处点击右键-display options-label-decimal-(输入位数)。



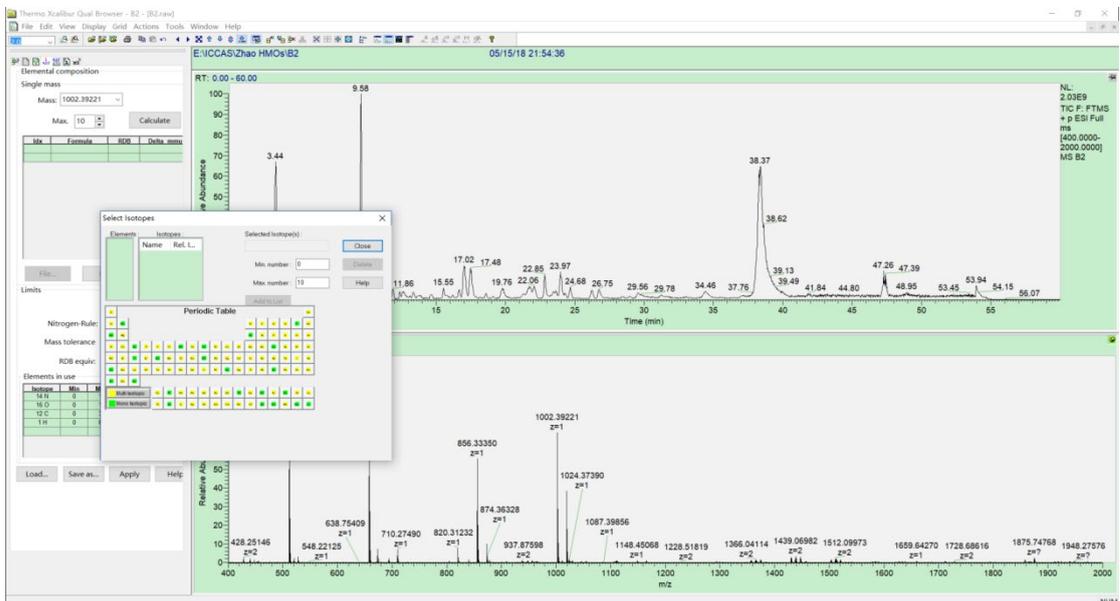
3.3 用精确分子量对化合物的元素组成进行计算

在需要进行计算的峰(质谱图)上点右键-generate formula from mass会在左边窗口显示搜索的结果:





其中上方表格为匹配结果，下方表格为定义的搜索范围(如上图C原子数量最少为0最多为30)。若未得到匹配结果，则需要重新调整搜索范围和元素种类，有必要时添加新的元素(点击下方表格空白格，出现元素周期表，选择相应元素添加即可)。



Single mass

Mass: 1002.39221

Max. 10

Idx	Formula	RDB	Delta mmu
1	C57 H56 O12 N5	32.5	0.212
2	C43 H58 O18 N10	20.0	-0.296
3	C44 H64 O23 N3	14.5	-0.301
4	C72 H50 O2 N4	50.0	-0.618
5	C71 H54 O6	45.0	0.719
6	C70 H48 O N7	50.5	0.724
7	C30 H68 O29 N6	2.0	-0.809
8	C42 H62 O22 N6	15.0	1.041
9	C58 H52 O8 N9	37.5	-1.126
10	C59 H58 O13 N2	32.0	-1.131

Limits

Charge: 1

Nitrogen-Rule: Do not use

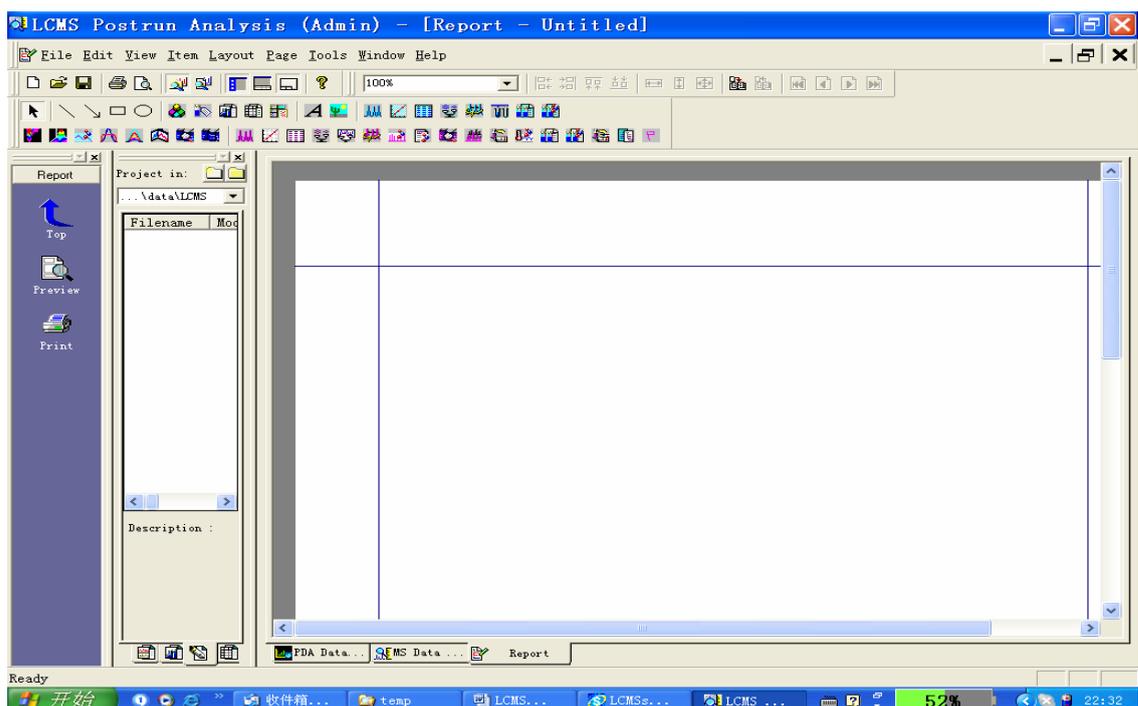
Mass tolerance: 140.00 mmu

RDB equiv: -1.0-100.0

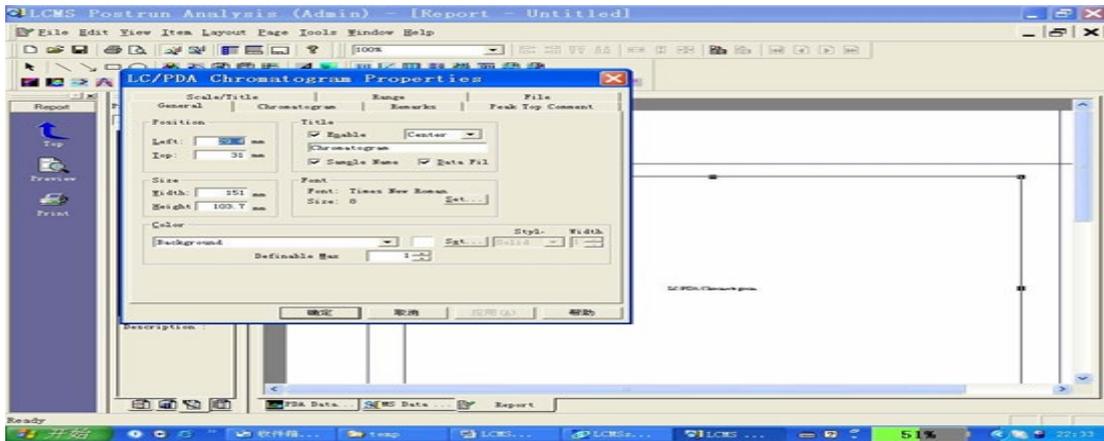
重新设置后可获得相应的分子组成表，其中Delta表示理论值和实测值之间偏差，越小越准确(可以通过masstolerance调节偏差的单位，常用为ppm)。Charge表示化合物所带电荷数，根据实际情况进行更换。

4. LC-MS2010型液质联用质谱仪

4.1 点击Report Format进入界面



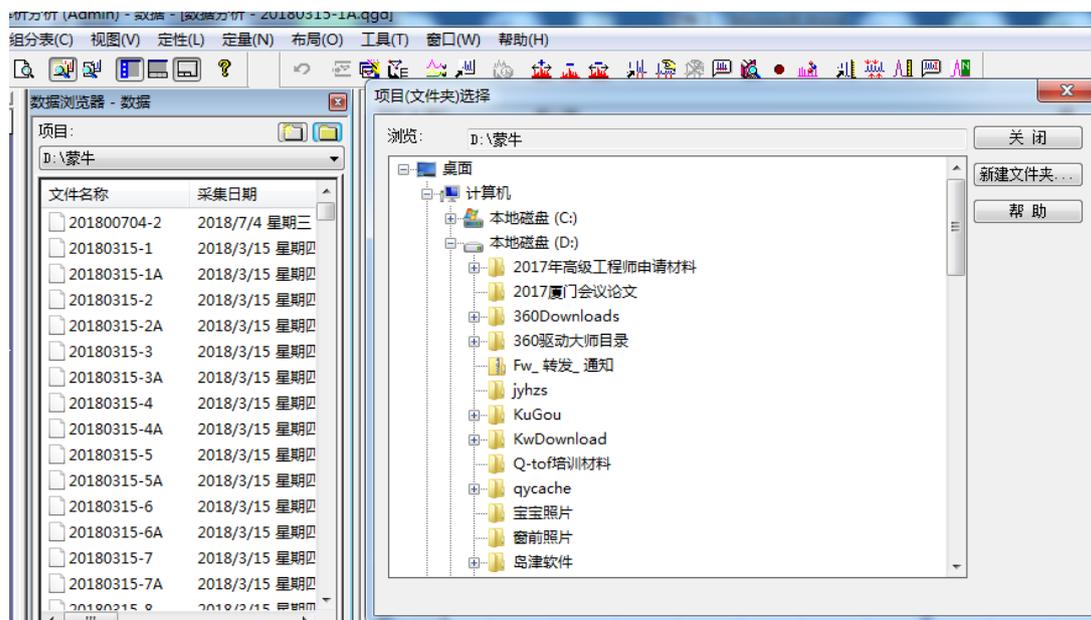
4.2 点击菜单 Item 选项，有 Common, General, LC/PDA Common, PDA, MS Items, Figure 等, 根据需要选中后在报告模板中拉出一框进行设定。



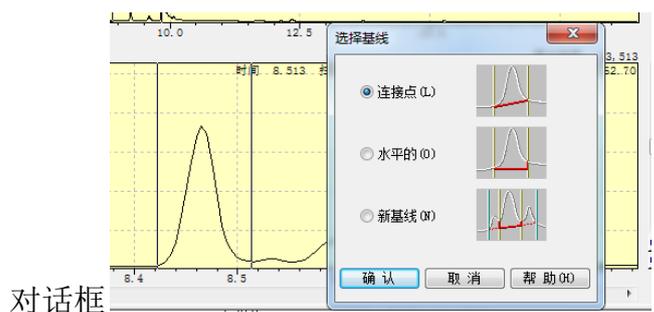
5. GCMS-QP2010 Ultra型及GCMS-QP2010型气质联用质谱仪

5.1 目前 GCMS 气相色谱质谱联用仪主要用于半定量分析小分子混合物样品，测试数据也采用半定量处理方式。

5.2 单机图标打开 GCMS 数据分析软件，在项目一栏中打开存有数据的文件夹，在目录中找到相应的文件，左键双击文件名即可打开文件。



5.3 用手动积分法积分被处理数据的色谱图。左键单机图标后，鼠标光标在色谱图对话框内变为一条竖线，用鼠标将这条竖线移动到要积分的色谱峰左边峰底，按住鼠标左键拖动光标至色谱峰右边峰底，松开鼠标左键此时弹出

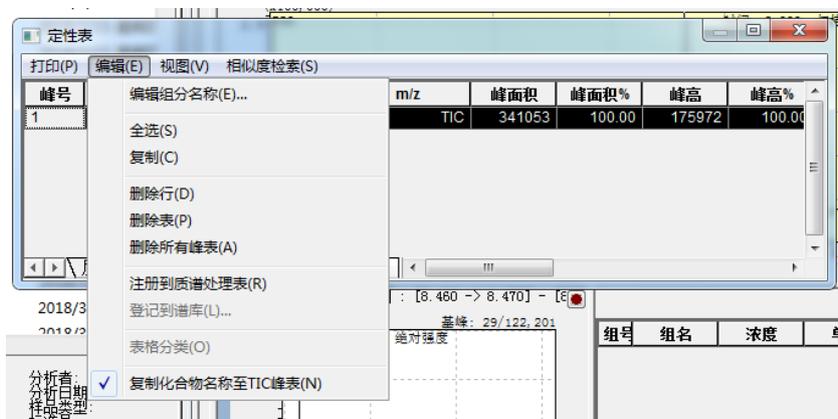


对话框，根据具体情况选取相应的积分模式，然后单击确定积分色谱峰。重复此项操作直到将所有色谱峰全部积分完毕。

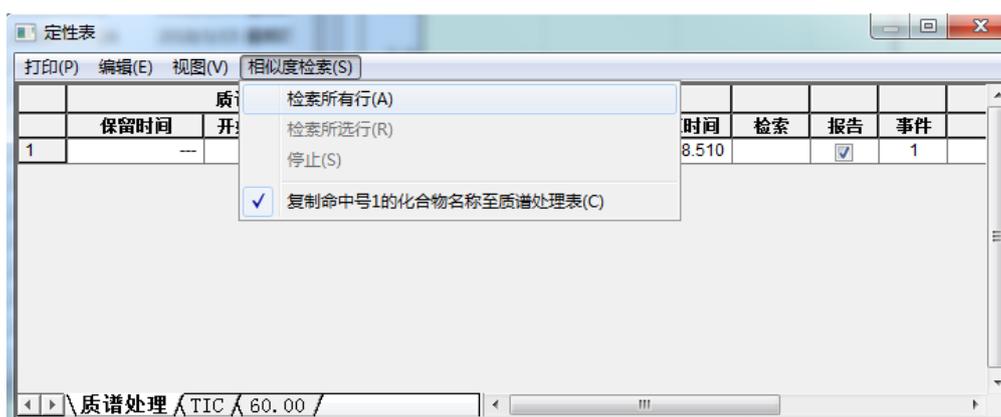
5.4 单击左边快捷键栏中的定性表图标，弹出定性表对话框。在定性表对话框下边单击 TIC 选项，此时对话框中显示的就是刚刚手动积分的色谱峰信息。



用鼠标左键单击左上角“峰号”将所有色谱峰积分信息选定。接着单击表头项目栏中的编辑选项并单击注册到质谱处理表。这时所有被积分的色谱峰信息全部被发送到质谱处理表中。



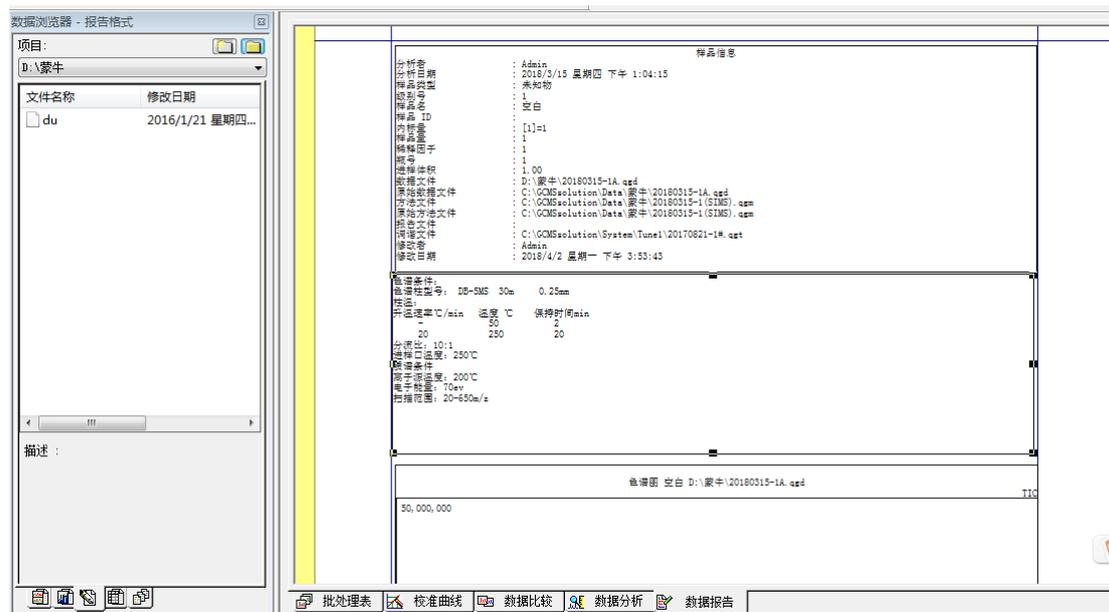
5.5 在定性表最下面一行选项中单击“质谱处理”选项，此时定性表中显示所有被分析的色谱峰所对应的质谱图数据。单击表格“左上角”选定所有数据，然后单击表格最上面一行中的相似度检索选项中的检索所有行。



此时即对每个色谱峰所对应的化合物进行标准谱库检索。检索完毕后，关掉此对话框。

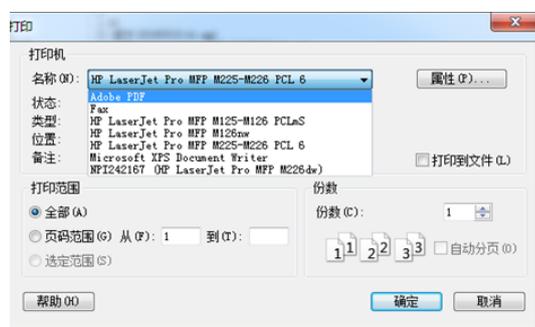
5.6 单击定性对话框中报告图标 。此时软件会转到数据报告界面，

双击左边项目栏中的数据报告模板，此时数据报告栏中弹出相应的数据报告。



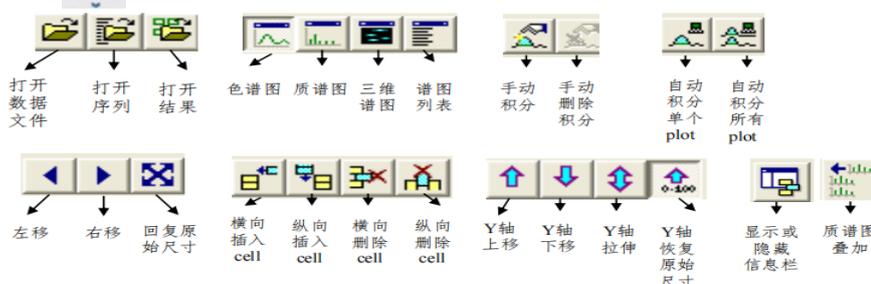
如果，数据报告中有排版不美观或者有错误的地方可以用鼠标直接双击报告中的相应栏目弹出编辑对话框，对该对话框进行重新编辑修改。

5.7 报告编辑完成后，单击文件中的打印选项进行打印操作。如果，想得到 PDF 格式的电子版数据，则需要在打印机选项中选择 Adobe PDF 选项，就可以将数据直接打印成 PDF 文本文件了。



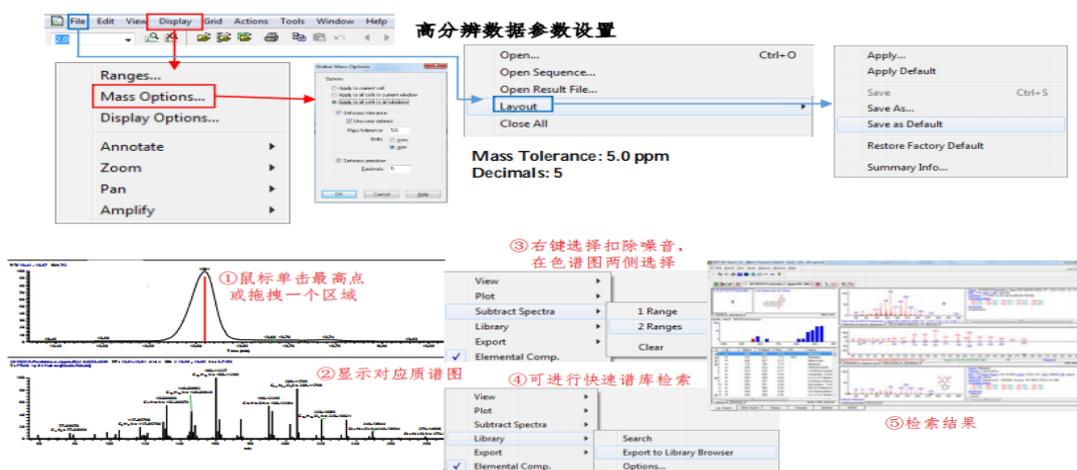
6. Exactive GC 高分辨气质联用仪

6.1  软件，选择要处理的数据文件。

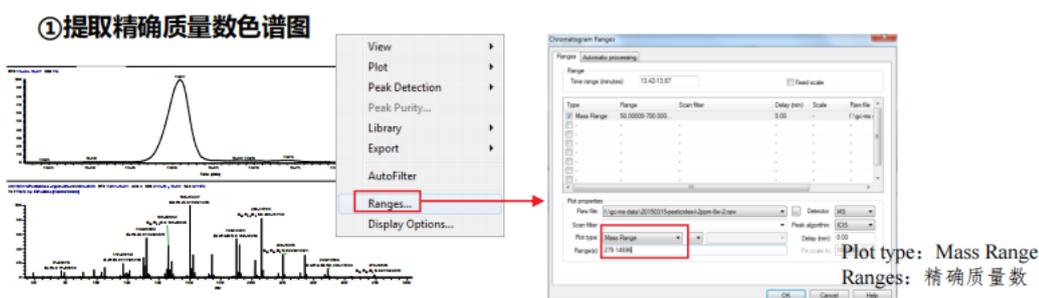


6.2 鼠标单击 TIC 最高点或拖拽一个区域，右键选 Subtract Spectra 扣除

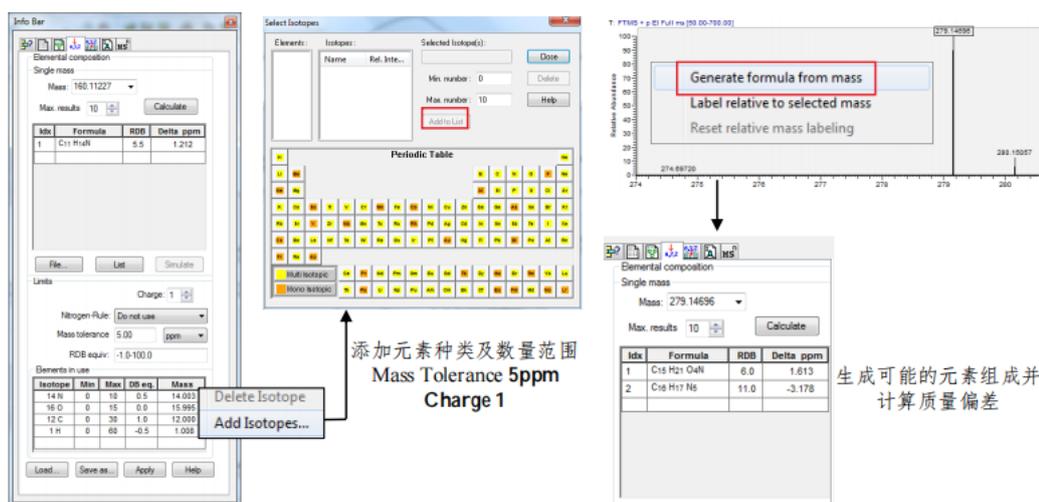
噪音，得到对应质谱图，右键选 Library 可以进行快速的库检索。



6.3 右键点击 Ranges，选择 Mass Range，输入精确质量数，可以提取精确质量数色谱图。

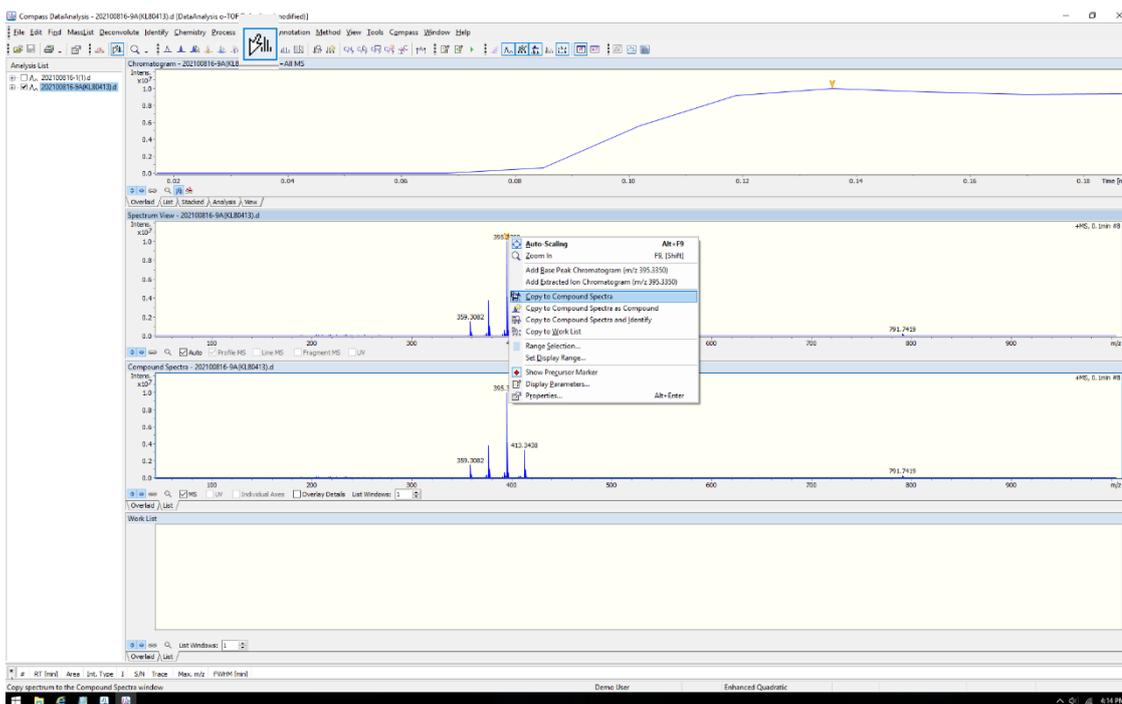


6.4 选择质谱图中任意精确质量数，右键点击 Generate formula from mass 可以推导出分子离子或者碎片离子元素组成。



7. Bruker Q-TOF 质谱仪

7.1 双击 DataAnalysis 软件，打开要处理的数据文件。



7.2 双击工具栏中 ，单击 TIC 得到对应质谱图，选择 Copy to Compound Spectra，进行质谱图编辑。

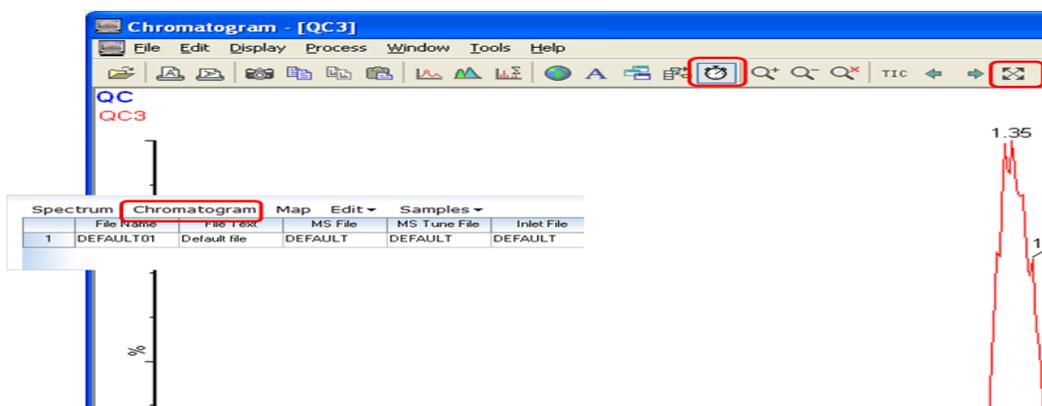
7.3 选定图谱，选择 <SmartFormula Manually>，计算某一指定质量 (m/z) 峰的分子式，得到对应 m/z 化合物的准确分子组成。

7.4 点击 file 中 print 打印谱图。

8. Xevo TQ-GC三重四级杆型高灵敏度气质联用仪

8.1 查看实时色谱和质谱分析数据

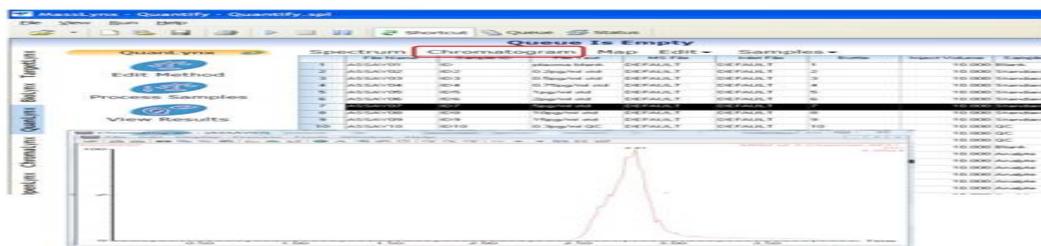
用左键在 Sample list 中选中正在运行的样品行，然后单击“chromatogram”，显示实时检测的色谱图。



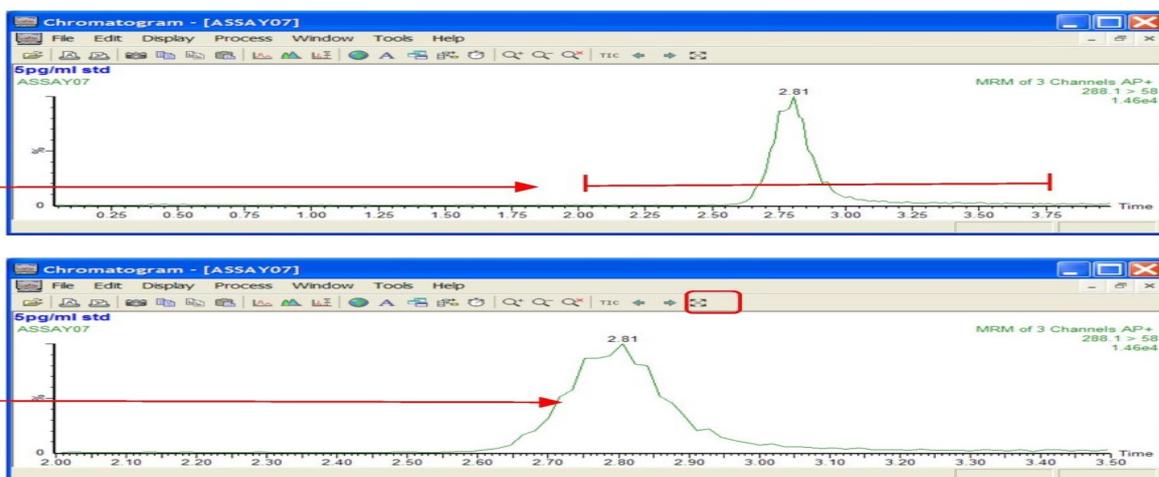
在色谱图中双击左键会显示实时运行的质谱图。

8.2 处理分析数据

8.2.1 在样品表中，选中要打开的色谱图，可以单选也可以多选，然后单击Chromatogram显示色谱图。

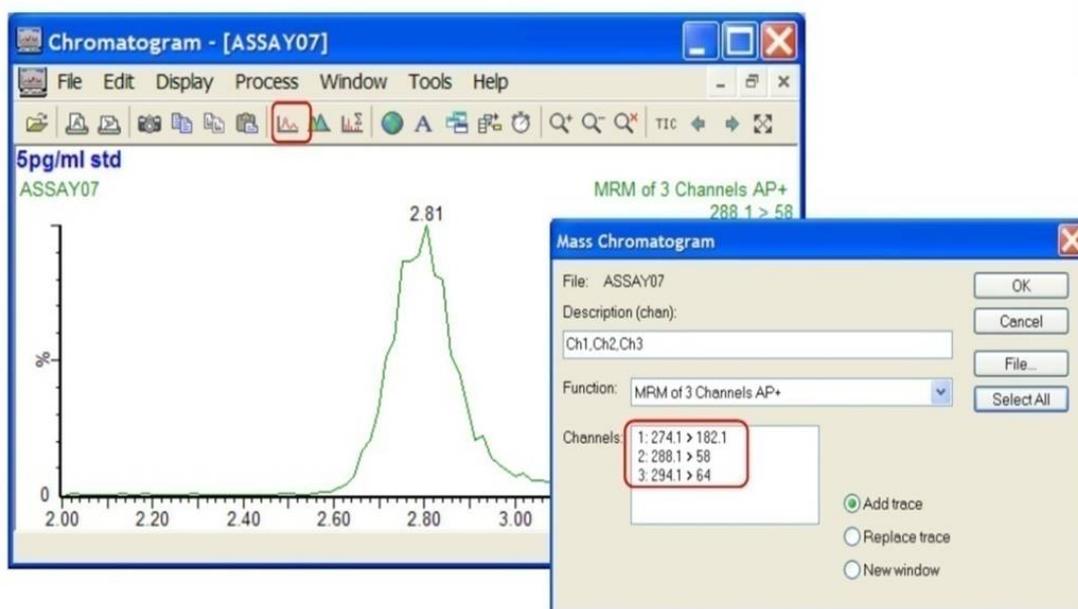


8.2.2放大、缩小色谱图，按住左键拖动鼠标-放大恢复到原始范围。



8.2.3 提取质量色谱图。

提取质量色谱图，菜单栏 > Display > Mass 出现质量色谱图窗口，单击 Select All > OK，所有质量色谱图将会显示；或双击欲显示的离子通道。



8.2.4 删除一个色谱图

单击要删除的色谱图，确保图的左侧有一个彩色的小方块（Figure 1），按 Delete 键，单击 Yes，就可将其删除（Figure 2）

8.2.5 显示不同项目下的色谱图

首先打开一张色谱图，File > Open，从文件名列表中选择欲打开的色谱图，单击 Add，点击 OK。

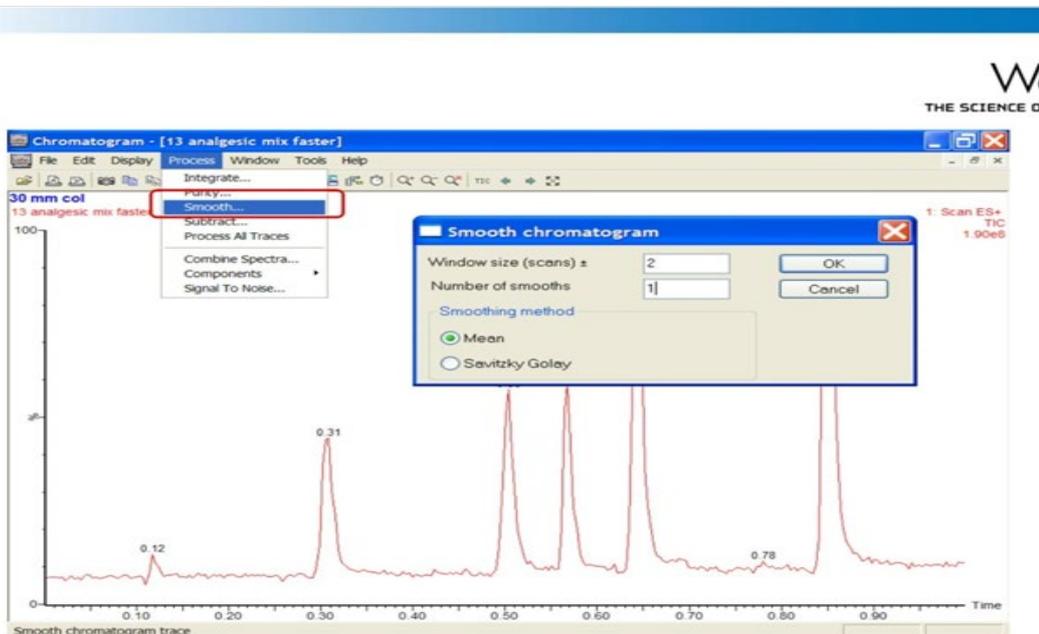
8.2.6 纵轴关联，重叠

菜单栏>Display>view>勾选 Overlay graphs，不勾 link vertical axes，所有色谱图会重叠，但纵轴不关联。菜单栏>Display>view>勾选 Overlay graphs 和 link vertical axes，所有色谱图会重叠，纵轴关联。

8.2.7 色谱图窗口添加文字

在工具栏单击 A，鼠标左键在色谱窗口中空白区域单击一下，出现 Edit TextString 对话框，在 TEXT 区域输入要输入的内容，在上面部分选择显示方式，单击 OK。

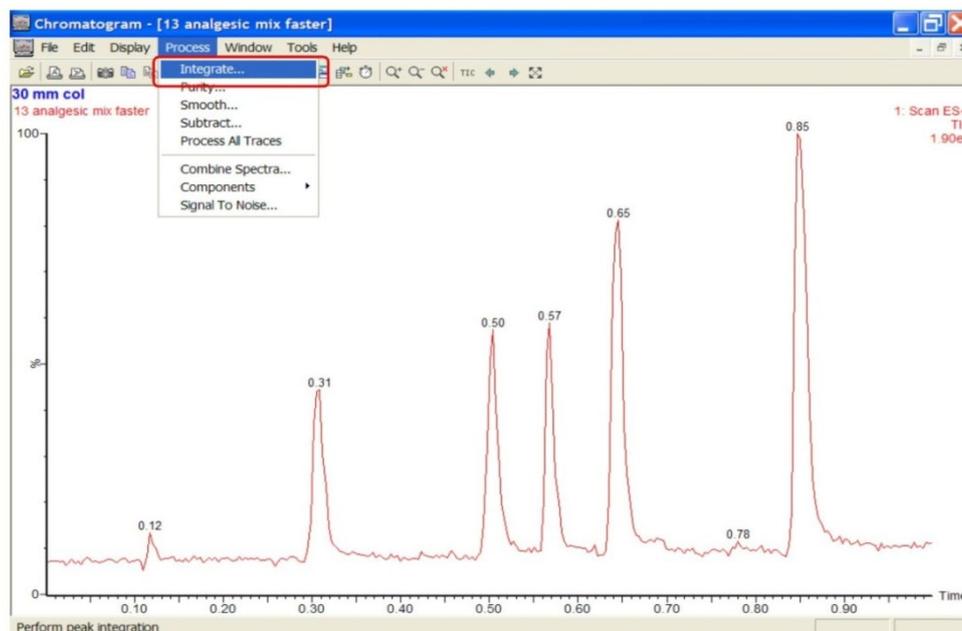
8.2.8 色谱图平滑



选择Process>Smooth，输入平滑参数，单击OK。推荐窗口用2，次数用3。如果平滑效果不佳，可以适当增加次数。

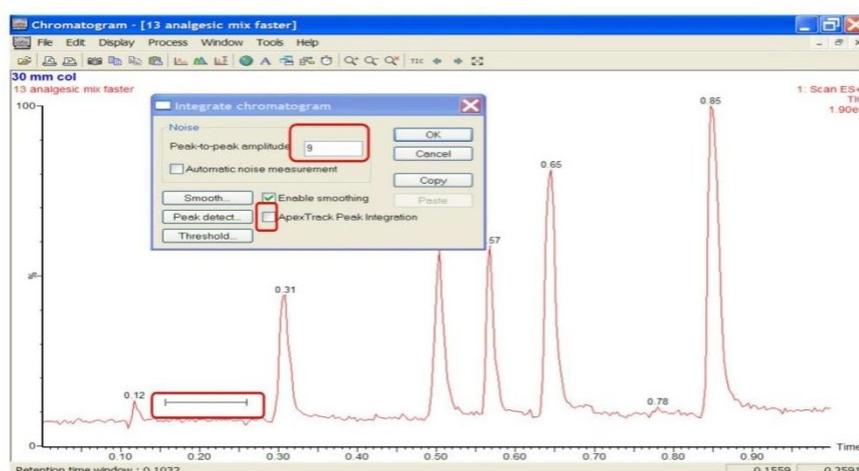
8.2.9 积分方法编辑界面

选择Process>Integrate，进入积分方法编辑界面。MassLynx有两种积分方法：标准积分方法和Apex Track积分方法。色谱峰的积分涉及到计算基线噪音、平滑、峰检测参数、阈值设定。



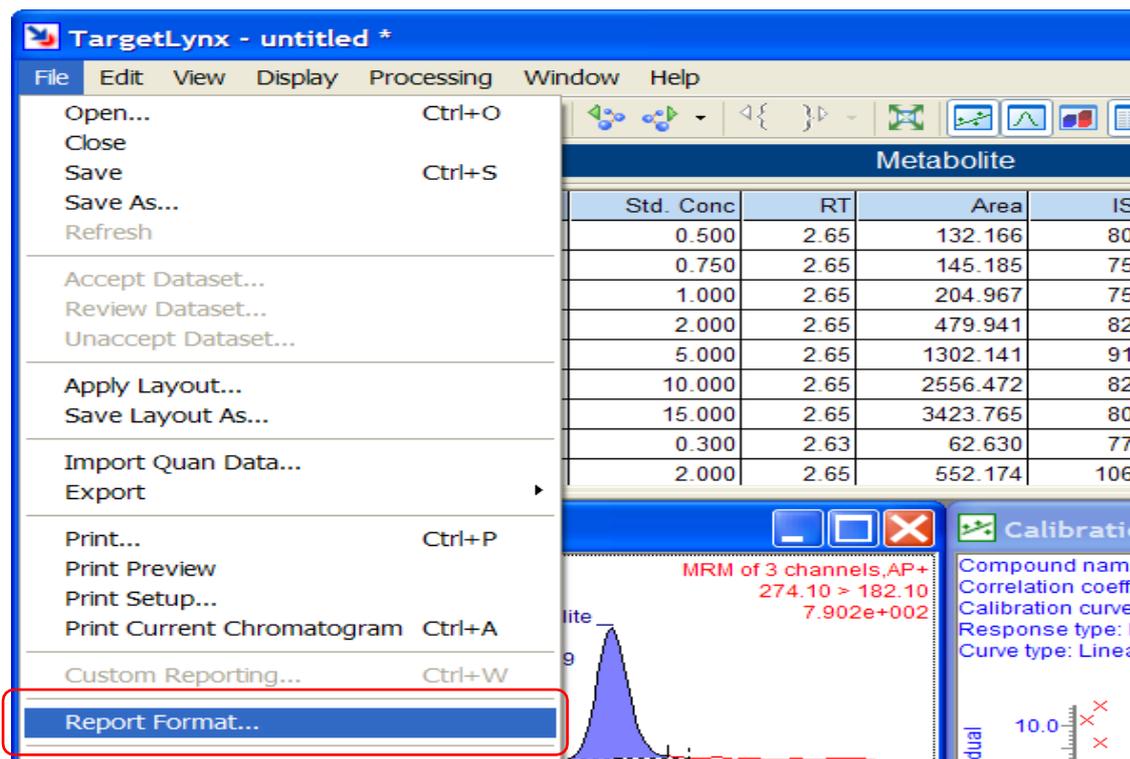
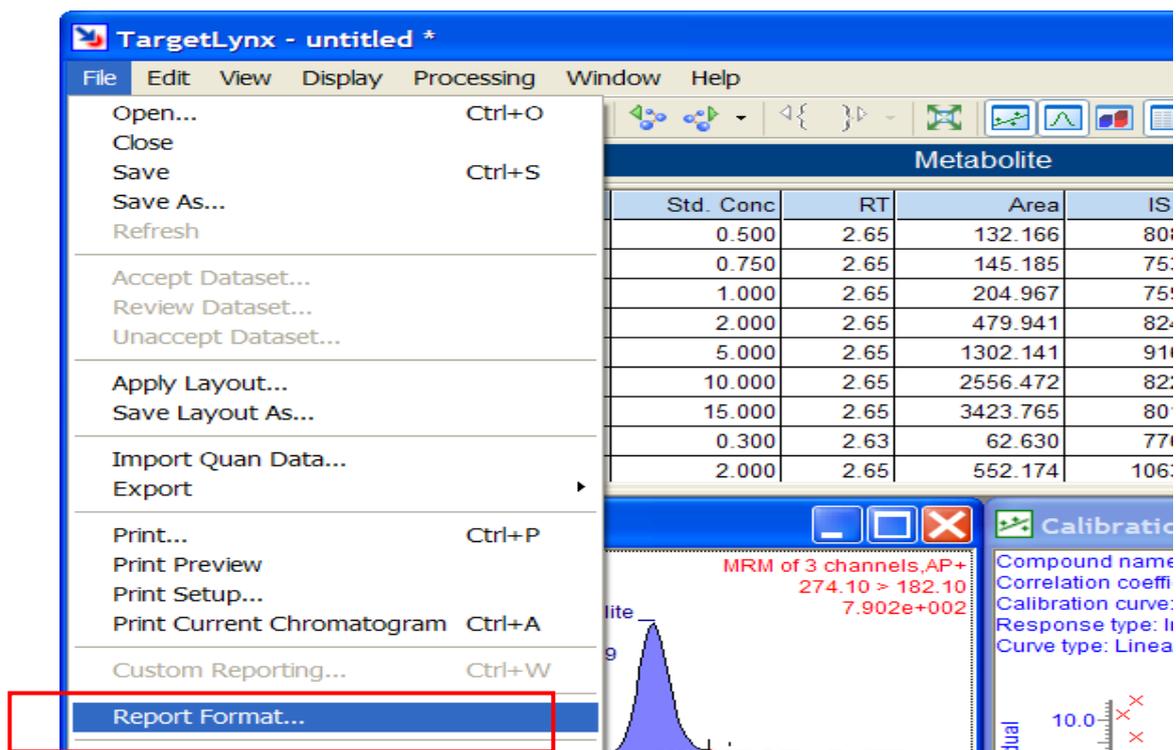
标准积分方法：

如采用标准积分方法，在Integratechromatogram窗口中，不勾选ApexTrackPeakIntegration。Peak-to-peaknoiseamplitude：可用鼠标的右键在噪音位置拉一段来自动输入，也可以勾选Automaticnoisemeasurement让软件自动检测噪音。



8.3 编辑报告

8.3.1 菜单栏选择File> Report Format 可显示报告模板编辑窗口。



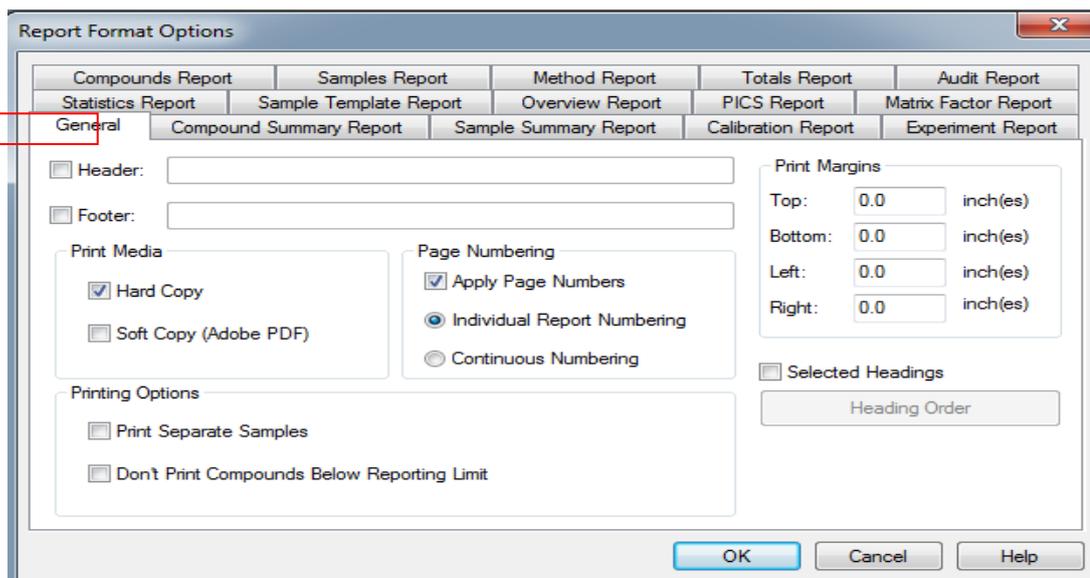
8.3.2 点击 General，编辑报告的通用内容

PageNumbering - 页码；

Header - 页眉，会在每页报告示；

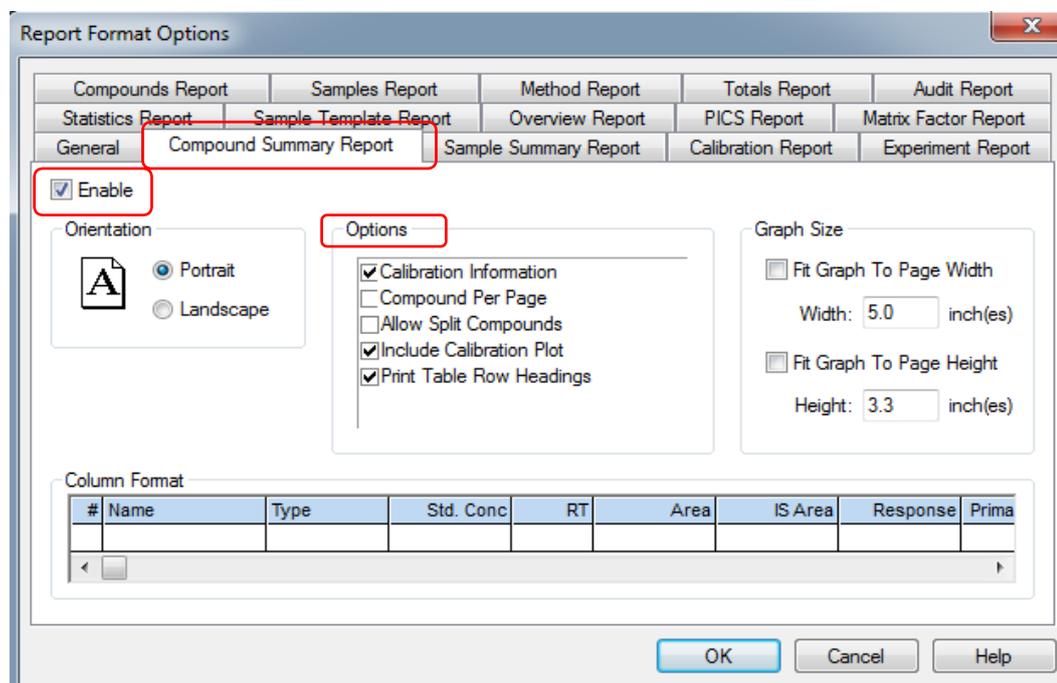
Footer - 页脚，在报告最下内容Print；

Margins - 设置页边距；

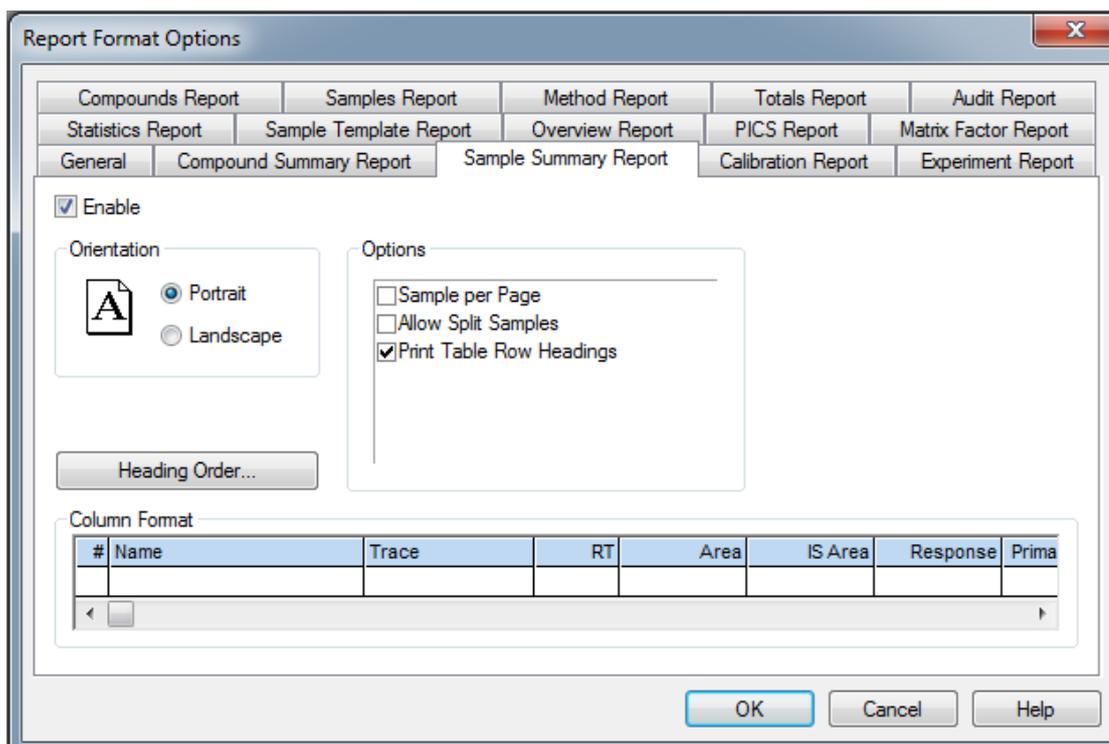


8.3.3 报告模板选项

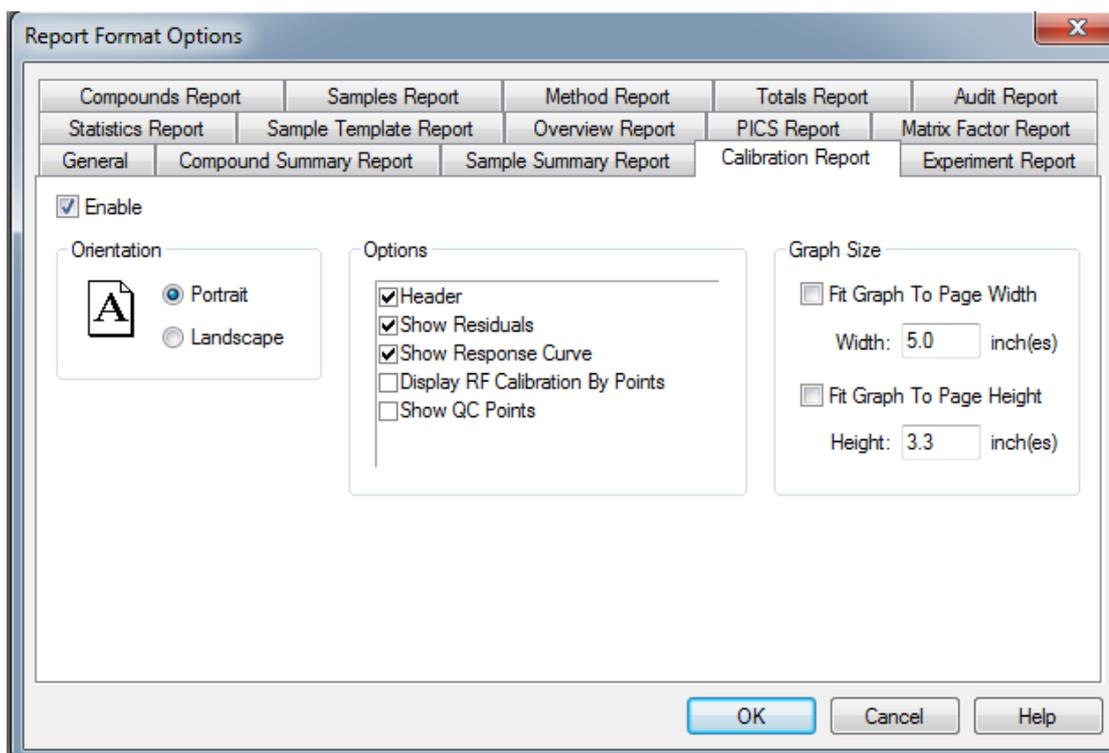
(1) Compound Summary Report-按化合物排列待测物的检测结果Enable - 勾选可启用该报告页，否则不启用。Options - 选择需要的项目Calibration Information - 引入工作曲线的信息Allow Split Compounds-打印完一个化合物的信息紧接着打印另外一个化合物的信息，而不是新开一页。Column Format-可以编辑，通过 change column order 增加或减少列表中的项目，或通过 Edit Column Properties 编辑每一列的显示方式。



(2) Sample Summary Report - 按样品排列待测物的检测结果Heading Order- 可编辑 title 的内容

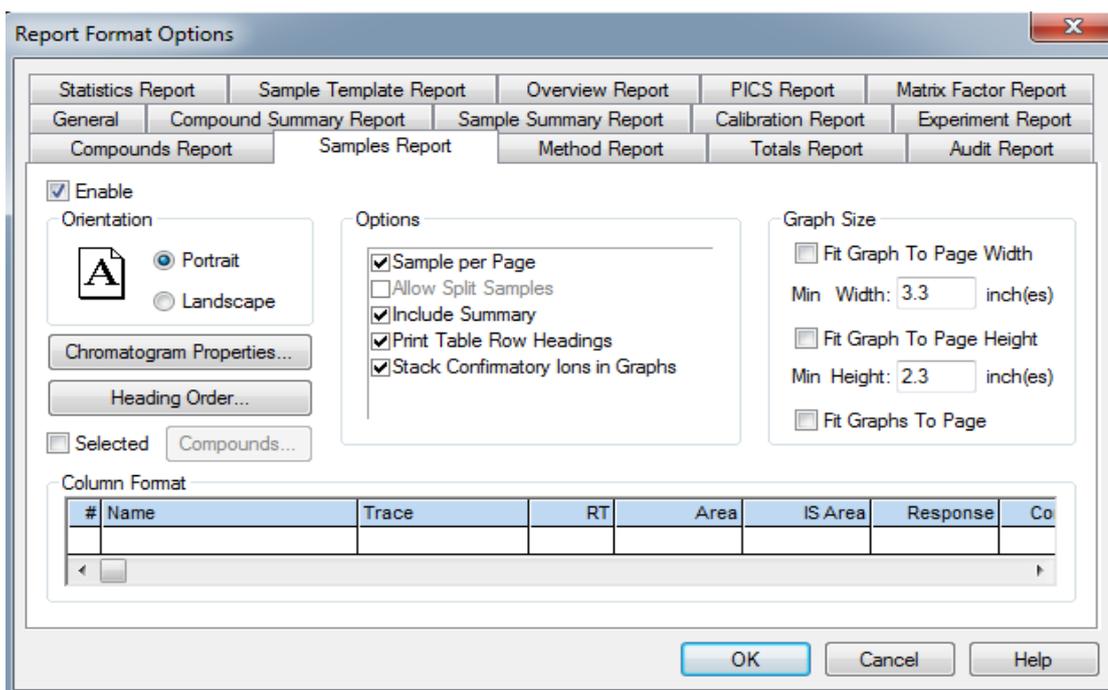


3) Calibration Report-工作曲线报告

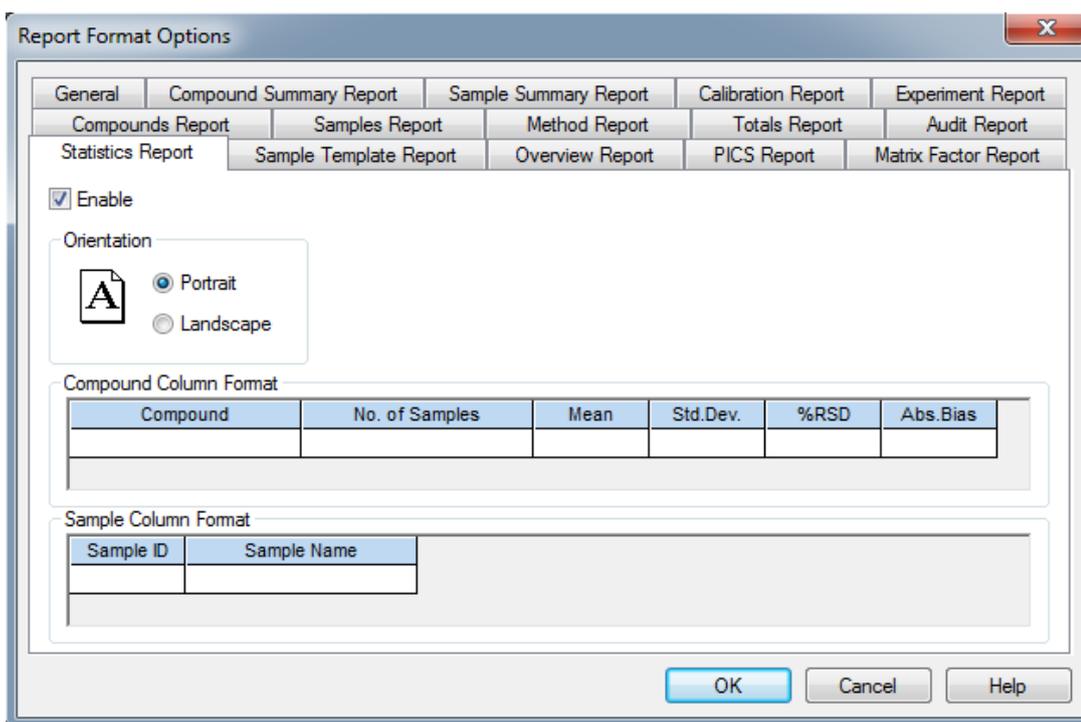


(4) Samples Report-样品报告

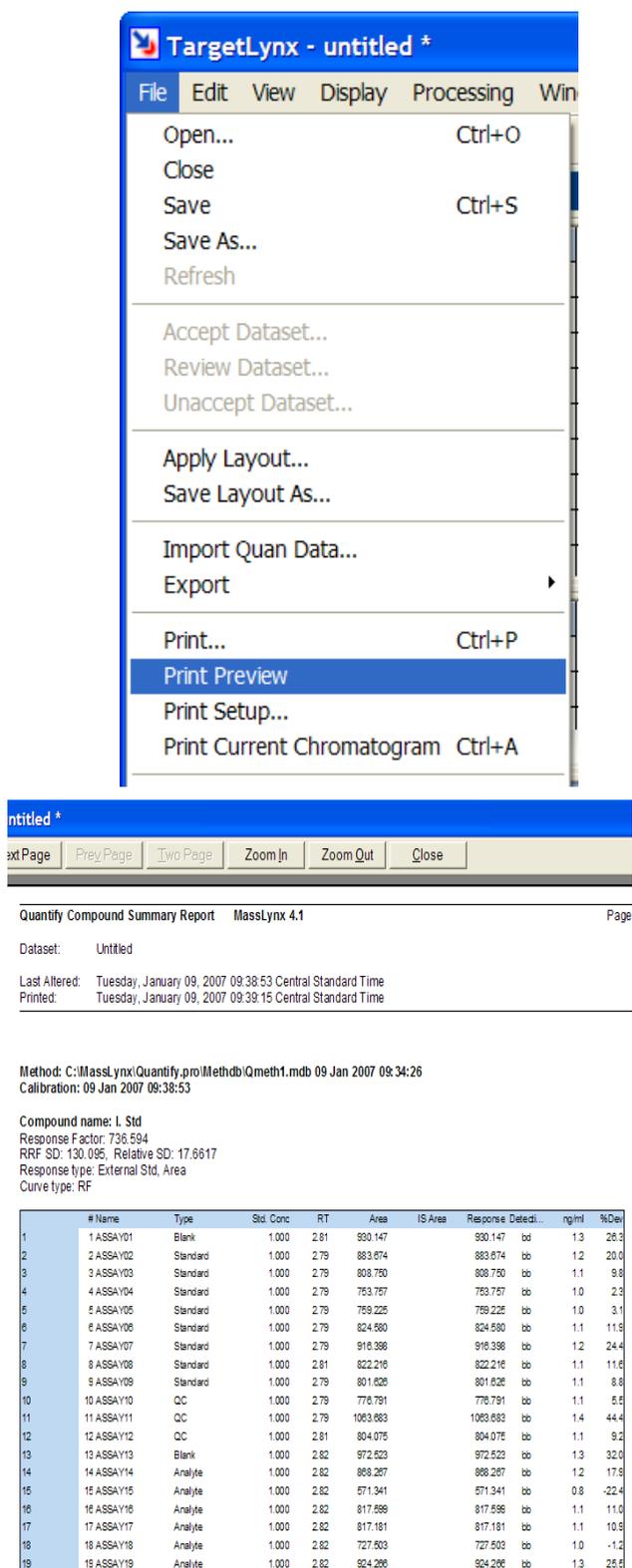
Heading Order - 可编辑title, 例如日期、时间等。Edit Column Properties or Change Column Order-可编辑列表中内容。Chromatogram-可编辑色谱图的显示方法。



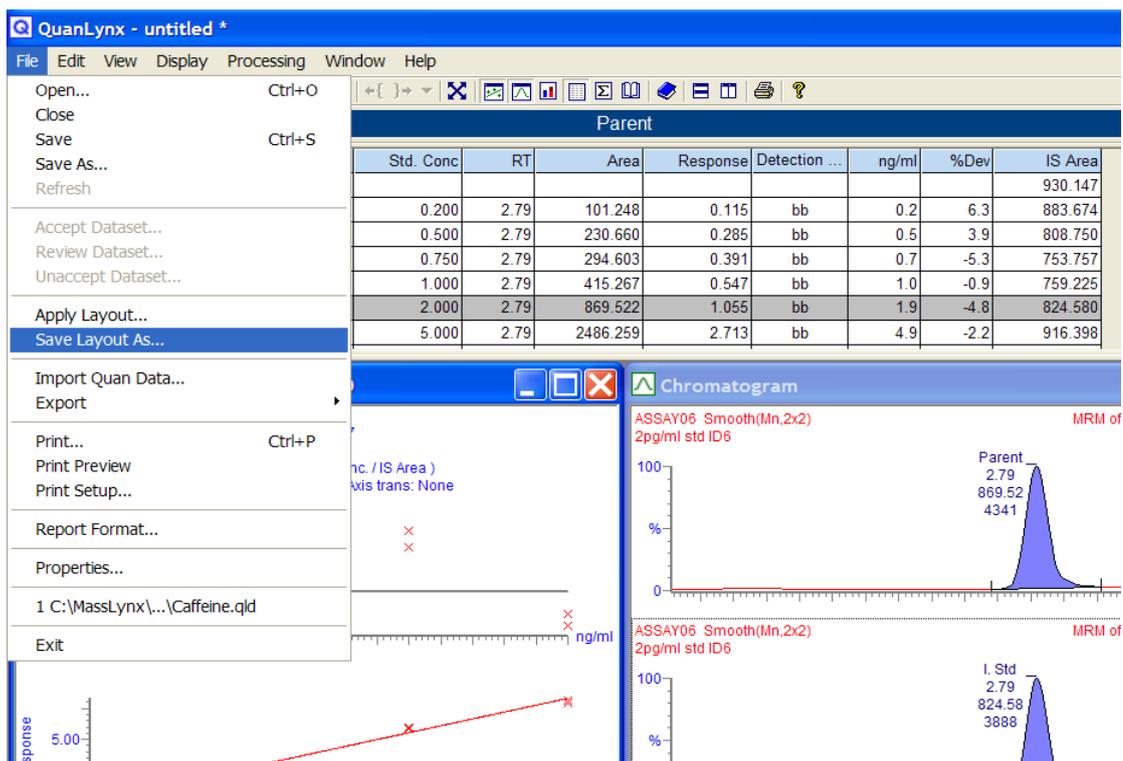
(5) Statistics Report-用来显示重现性等统计结果



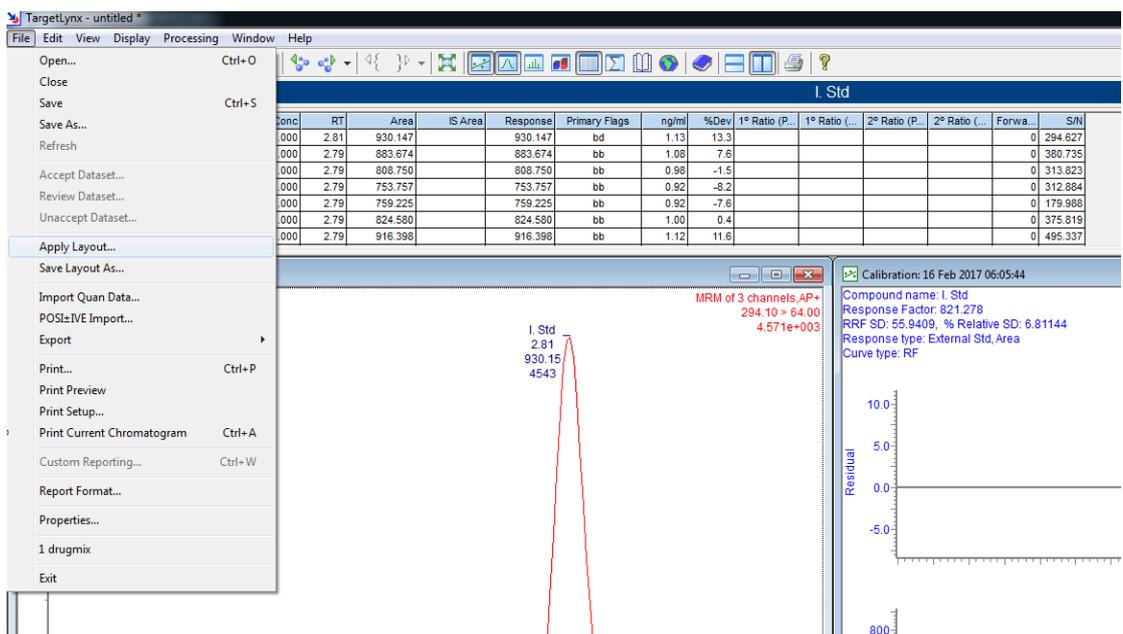
8.3.4菜单栏选择File > Print Preview，预览报告



8.3.5菜单中选择File > Save Layout As，保持报告模板，同时也保存了结果显示界面的布局。



8. 3. 6菜单中选择File > Apply Layout... 加载报告模板和页面布局。



8. 3. 7 打印报告即可

第四部分、测试注意事项

1. solariX 型傅里叶离子回旋共振质谱仪

- 1.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。
- 1.2 每天测试完毕后要清洗管道，喷雾针和离子源。

1.3 每测试完一个样品后需清洗管道和喷雾针。

2. Autoflex & Ultraflex型基质辅助激光解吸质谱仪

2.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

2.2 在制样时避免使用DMF，DMSO等高沸点，难挥发有机溶剂。

2.3 需等靶点溶剂完全挥发，靶点结晶之后才可进靶，进行测试。

2.4 不可测试导电性粉末状样品(碳纳米管等)，会引发离子源位置放电。

2.5 测试时激光强度以刚好激发样品信号为好，过强则会损失分辨率。

2.6 在更改实验方法后请另存为其他名字，不要覆盖原始方法。

2.7 测试之后退靶，并将托盘顺利送回仪器参数正常后才可下机。

3. rbitrap Fusion Lumos型液质联用质谱仪

3.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

3.2 每日开始首次分析测试之前，检查系统模式；检查真空值；检查气源压力。

3.3 每日分析测试完成后，执行以下预防性维护步骤。

3.3.1 冲洗进样组件。

3.3.2 净化前级泵油。

3.3.3 清空溶剂废液瓶。

3.3.4 将系统置于待机模式。

4. C-MS2010型液质联用质谱仪

4.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

4.2 流动相需用高纯试剂，易挥发试剂，切勿用不挥发性无机盐。

4.3 样品经 0.45 μ m 滤膜过滤。

4.4 在没有分流阀情况下，ESI 源建议流速 0.1-0.2 mL/min；不超过 1.0 mL/min。

4.5 一般状况下质谱电源不关，如需关闭质谱电源，先将真空卸载。方法如下：进入抽真空界面，点击 Auto shutdown.。

4.6 定时清洗离子源，尤其分析实际样品。

5. CMS-QP2010 UIta型及GCMS-QP2010型气质联用质谱仪

5.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

5.2 GCMS质谱仪适合分析小分子弱极性易挥发的样品。被测试化合物的分子量一般不大于500Da。

5.3 被分析的溶液样品浓度不能太高（一般浓度不高于10mg/mL），样品进样量一般控制在0.2uL左右。

5.4 质谱的分子量检测范围一般设置在20~650Da之间，使用常用的DB-5 MS毛细管色谱柱分析时，最高温度不超过250℃。

6. Exactive GC高分辨气质联用仪

6.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

6.2 Exactive GC质谱仪适合分析小分子弱极性易挥发的样品。被测试化合物的分子量一般不大于500Da，直接进样分子量不大于800Da。

6.3 被分析的溶液样品浓度不能太高（一般浓度不高于10mg/ml），进样量一般控制在0.2uL左右。

6.4 定期清洗离子源（三个月清洗一次内源，6个月清洗一次外源）。

7. Bruker Q-TOF质谱仪

7.1 建立登记制度（仪器状态、样品记录）。

7.2 每日开始首次分析测试之前，检查系统模式；检查真空值；检查气源压力。

7.3 每日分析测试完成后，冲洗进样组件，将系统置于待机模式。

8. Xevo TQ-GC三重四级杆型高灵敏度气质联用仪

8.1 在分析样品前要认真了解样品的极性大小，分子量大小和沸点情况，根据这些情况选择对应的色谱柱，设置恰当的质谱和色谱分析参数。

8.2 在使用三重四级杆高灵敏度质谱仪MRM模式分析样品前，一定要用离子检测模式做预实验，优化碰撞能量，找出丰度最高的子离子作为定性离子。

8.3 三重四级杆高灵敏度质谱仪每个月要定期调谐，以确保仪器的准确度和灵敏度。

8.4 在使用三重四级杆高灵敏度质谱仪做定量分析前要做溶剂空白实验，检测仪器的背景是否干净，灵敏度和准确度是否正常。