

Agilent 6100 系列 四极杆 LC/MS 系统

概念指南



Agilent Technologies

注意

© 安捷伦科技有限公司，2007-2008

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

手册部件号

G1960-97030

版本

2008 年 1

中国印刷

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

Microsoft® 是微软公司的美国注册商标。

软件修订版

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

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

声明

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

技术许可

本书对硬件和 / 或软件的介绍已获得特许，未经许可，不得使用或复制。

权力限制说明

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

安全警告

小心

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

警告

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

内容提要 ...

《概念指南》介绍了 **Agilent 6100** 系列四极杆 LC/MS 系统的概述信息，以帮助您了解硬件和软件的工作原理。

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

1 概述

在 **Agilent 6100** 系列四极杆 LC/MS 系统中了解硬件的工作原理，并获取化学工作站软件的简要介绍。

2 仪器准备

了解准备 LC 和色谱柱用于分析以及准备调谐 MS 需要的概念。

3 数据采集

学习建立方法和运行样本。

4 数据分析

了解用于定性和定量数据分析所需的软件概念。

5 报告

学习预定义的结果报告和建立自定义报告。

6 性能认证

了解操作验证 / 性能认证 (OQ/PV) 以及系统认证的软件概念。

7 维护和故障排除

学习有助于您维护系统和诊断并解决问题的软件工具。

目录

1	硬件和软件概述	9
	安捷伦四极杆 LC/MS 系统的工作原理	10
	概述	10
	详细信息	11
	可以采集的数据类型	15
	扫描与选定离子监测 (SIM)	15
	碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离	16
	正离子和负离子	19
	多信号采集	19
	离子源	21
	电喷雾电离 (ESI)	21
	大气压化学电离 (APCI)	25
	大气压光电离 (APPI)	26
	多模式电离 (MMI)	27
	化学工作站软件简介	28
	概述	28
	远程查看数据	30
2	仪器准备	31
	LC 系统的准备	32
	用途	32
	操作步骤总结	32
	设置 LC 模块的参数	34
	色谱柱调节与平衡	37
	监视流量和压力的稳定性	38
	MS 的准备—调谐	39
	概述	39
	调谐方式	40

调谐时间—检查调谐	41
自动调谐	43
手动调谐	45
调谐报告	47
增益校正	48
3 数据采集	51
使用方法	52
方法和运行控制视图	52
调用、编辑、保存和打印方法	53
编辑方法的更多信息	55
运行样品	58
运行单个样品	59
运行序列	59
流动注射分析	64
监测分析	68
在线信号图	68
快速方法概览	69
日志	69
仪器关闭	71
4 数据分析	73
数据分析视图	74
调用和处理色谱图	75
调用信号	76
从色谱图显示中删除信号	79
更改色谱图的显示方式	80
使用光谱	81
显示光谱	82
峰纯度	83

执行定量分析	84
积分峰	84
校正	86
数据浏览和序列数据再处理	88
导航表	88
批处理浏览	88
5 报告	91
使用预定义报告	92
生成报告	92
报告类型	93
定义自定义报告	94
过程总结	94
报告模板示例：	94
“报告格式”视图	95
6 性能验证	97
验证 (OQ/PV) 视图	98
仪器验证	99
设置和运行仪器验证	100
软件中包含的 OQ/PV 测试	102
验证日志	103
系统验证	104
概述	104
设置和运行系统验证	105
7 维护和故障排除	107
“诊断”视图	108
概述	108
仪器面板	109
日志	111

维护	112
早期维护预警	112
维护日志	113
维护过程	113
放空和抽取 MS	114
诊断和解决问题	115
症状和原因	115
MS 诊断测试	116
解决问题	116



1

硬件和软件概述

安捷伦四极杆 LC/MS 系统的工作原理	10
概述	10
详细信息	11
可以采集的数据类型	15
扫描与选定离子监测 (SIM)	15
碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离	16
正离子和负离子	19
多信号采集	19
离子源	21
电喷雾电离 (ESI)	21
大气压化学电离 (APCI)	25
大气压光电离 (APPI)	26
多模式电离 (MMI)	27
化学工作站软件简介	28
概述	28
远程查看数据	30

本章概述了构成 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统的硬件和软件。该系列包含四个系统— 6110、6120、6130 和 6140。



1 硬件和软件概述

安捷伦四极杆 LC/MS 系统的工作原理

安捷伦四极杆 LC/MS 系统的工作原理

概述

质谱 (MS) 基于对在真空中移动的离子的分析。分析结果是质谱，提供有关分子量、结构、特征、数量和样品纯度等有价值的信息。MS 对定性和定量分析添加了特性。

四极杆质量分析器有时被称为四极滤质器或四极杆。

图 1 显示了 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统的图解。大气压力下样品的电离发生在左侧显示的离子源中。Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统与很多安捷伦大气压电离 (API) 源兼容。

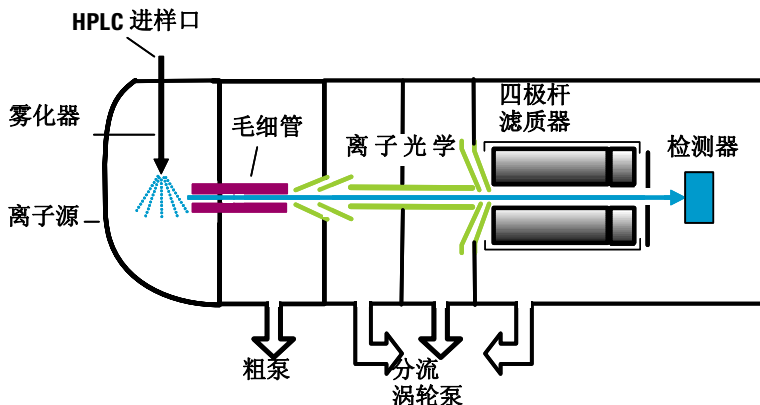


图 1 安捷伦四极杆 LC/MS 系统结构图

API—大气压电离

一种常用的大气进样接口将离子从电离源引入质谱仪的真空系统。各种离子光学元件将聚焦离子并指导离子通过一系列真空级，直到离子到达四极杆质量分析器（质量分析器可分离离子）。然后，离子移动到检测器，检测器将离子记录为信号。

详细信息

图 2 和图 3 显示了 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统中离子路径的更详细图解。API 源生成离子后，系统离子传输和聚焦区域中的离子光学元件将指导离子向四极杆和检测器移动。运行过程中，离子将从大气压力为 760 torr 的源位置移动到为真空（大气压力为 10^{-6} torr）的四极杆和检测器位置。

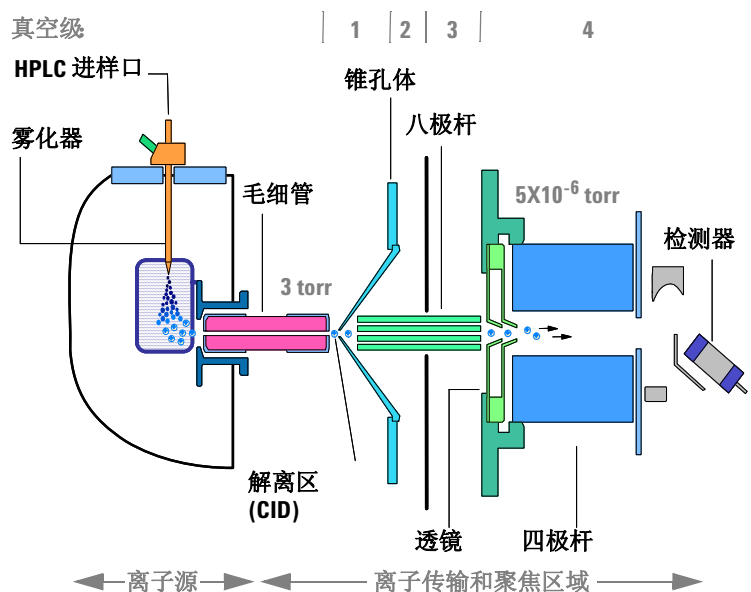


图 2 Agilent 6130 和 6140 四极杆 LC/MS 系统的离子路径

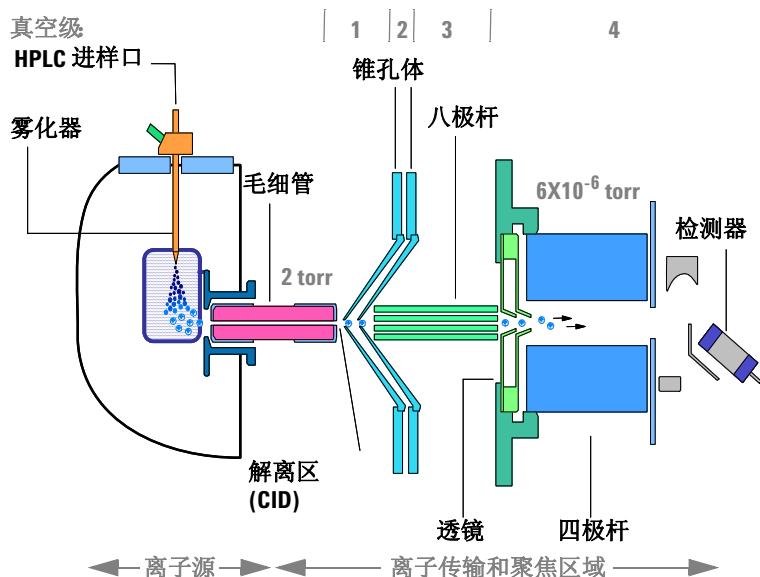


图3 Agilent 6110 和 6120 四极杆 LC/MS 系统的离子路径

Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统的离子传输和聚焦区域封闭在真空多路连接管中。真空系统的功能是抽空离子聚焦和传输区域，并保持四极杆处于低压状态。

因为雾化器与进样口毛细管成一合适的角度，所以大部分溶剂都从雾化室放空了，根本不会到达毛细管。只有离子、干燥气体和少量溶剂能通过毛细管传输。

以下对离子光学元件的讨论是根据离子路径级和质谱仪的真空级进行组织的。

离子传输和解离（第一真空级）

API 源中产生的离子被静电吸引通过干燥气体，然后通过加热进样毛细管，进入真空系统的第一级。靠近毛细管出口处是一个带小孔的金属锥孔体。较重的离子动量也较大，会通过锥孔体的小孔。大多数较轻的干燥气体（氮气）分子被锥孔体转向，然后被粗泵抽出。通过锥孔体的离子移动到真空系统的第二级。

通过自动调谐仪器，可以自动设置离子路径中大部分元件的电压。参见第 39 页的“MS 的准备—调谐”。

大气压电离技术都是相对“软”技术。这些技术主要生成：

- 分子离子 M^+ 或 M^-
- 质子化的分子 $[M + H]^+$
- 简单加合物离子 $[M + Na]^+$
- 表示简单损耗（如水分子 $[M + H - H_2O]^+$ 损耗）的离子

CID — 碰撞诱导解离

这些类型的离子可提供分子量信息，但您通常需要补充性结构化信息。要取得结构化信息，可以解离第一级中的分析物离子。要解离分析物离子，需要为这些离子提供额外的能量，然后在称为碰撞诱导解离 (CID) 的过程中让它们与中性分子碰撞。在大气进样毛细管的末端施加电压，为碰撞增加能量并生成更多解离。有关详细信息，请参见第 16 页的“碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离”。

离子传输（第二和第三真空级）

八极杆离子向导是带公共开放轴的一组平行小金属杆，离子能通过此轴。

Agilent 6130 和 6140 四极杆 LC/MS 系统 在第二真空级中，离子立即被八极杆离子向导聚焦，该八极杆离子向导在两个真空级之间来回移动。由于被大气压力牵引通过进样毛细管时获得的动量，离子能通过八极杆离子向导。应用到八极杆的射频电压会将超过特定质量范围的离子排斥到杆组的开放中心。离子会离开离子向导，然后经过两个聚焦透镜进入真空系统的第四级。

Agilent 6110 和 6120 四极杆 LC/MS 系统 在第二真空级，离子在锥孔体 1 和锥孔体 2 之间传输。然后，离子进入第三真空级，并在该级通过八极杆离子向导。离子离开此离子向导后，经过两个聚焦透镜进入真空系统的第四级。

离子分离和检测（第四真空级）

在第四真空级中，四极杆质量分析器根据质荷比分离离子。然后，电子倍增器检测这些离子。

m/z —质荷比

四极杆质量分析器（图 4）包含四个平行的杆，在这四个杆上施加有特定直流 (DC) 和射频 (RF) 电压。分析物离子被导入杆的中心。应用到杆上的电压生成电磁场。这些电磁场确定了哪些质荷比的离子能在给定时间通过过滤器。通过的离子聚焦在检测器上。

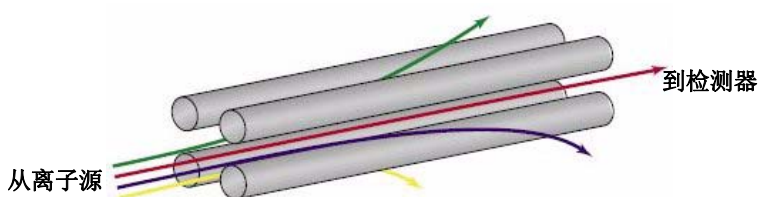


图 4 四极杆质量分析器

可以采集的数据类型

扫描与选定离子监测 (SIM)

您可以在“方法和运行控制”视图中建立扫描或 SIM 分析，如第 3 章所述。

如图 5 所示，四极杆质量分析器能在两种模式下进行操作。要最有效地使用分析，挑选适当的模式非常重要。下面的讨论将帮助您进行选择。

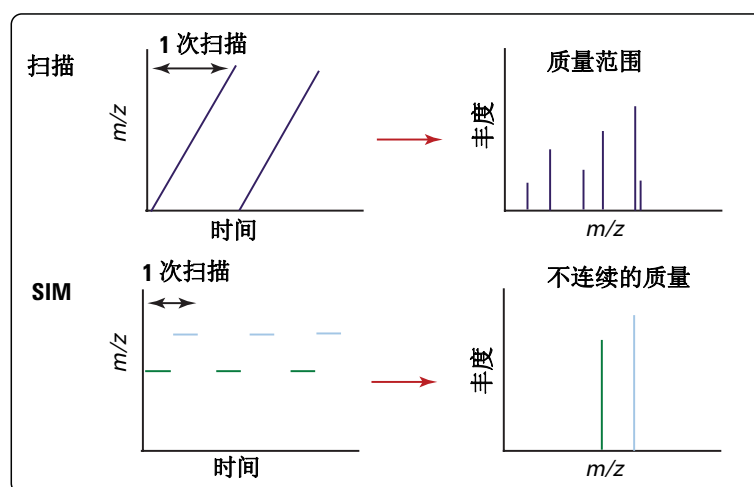


图 5 四极杆质量分析器能在扫描模式或选定离子监测 (SIM) 模式下进行操作。

扫描模式

在扫描模式中，将分析一定范围的 m/z 值，例如， m/z 200 到 1000。四极杆按顺序逐个过滤质量，整个扫描通常大约需要 1 秒钟。（准确时间取决于质量范围和扫描速度。）MS 固件通过增加 DC 和 RF 电压逐步调整四极杆，这样可按顺序过滤整个质谱内相应的 m/z 值。

1 硬件和软件概述

碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离

全扫描分析很有用，因为该分析显示了离子源中存在的、给定质量范围内的所有离子。因为全扫描分析提供了在选定质量范围的检测限之上出现的所有电离化合物的全貌，所以该分析经常用于样品特性、结构解析和杂质分析。它还是开发 **SIM** 数据采集方法的起点（接下来讨论）。

选定离子监测 (SIM) 模式

为获得最佳的灵敏度，四极杆将在 **SIM** 模式下进行操作。在 **SIM** 模式中，四极杆只分析具有几个指定 m/z 值的信号。所需的 **RF/DC** 电压设置为一次只过滤一个质量。四极杆只逐步处理分析员选择的值，而不是逐步处理给定质量范围内的所有 m/z 值。因为四极杆花费将多时间采样每个选定的 m/z 值，所以系统能检测较低级别的样本。

SIM 模式明显比扫描模式更灵敏，但只提供较少离子的信息。扫描模式通常用于定性分析或预先不知道分析物质量时的定量分析。**SIM** 模式用于对目标化合物进行定量分析和监测。

碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离

建立数据采集方法时，您可使用碰撞诱导解离设置来控制解离量。您可以在“方法和运行控制”视图中建立方法，如第 3 章所述。

碎片离子（也称为产物离子）通过分解离子前体而形成。在 **Agilent 6100** 系列四极杆 **LC/MS** 系统上，解离区域位于毛细管出口和锥孔体之间，那里的气压大约为 2 到 3 torr。根据该区域的电压，离子前体也许能保持不变地通过，也许被解离。

当向该区域施加较低电压时，离子保持不变地通过。即使这些离子与该区域的气体分子发生碰撞，通常也没有足够能量进行解离。（请参见图 6。）

碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离

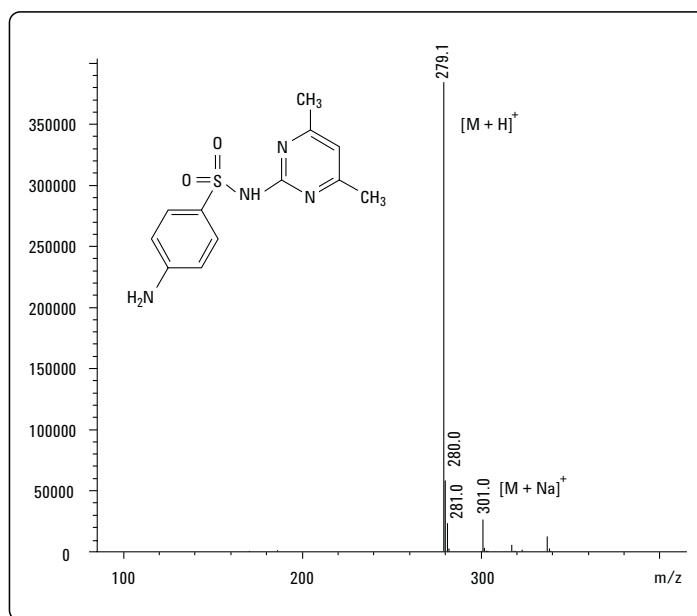


图 6 磺胺甲嘧啶的质谱—低碰撞诱导解离

1 硬件和软件概述

碎片离子的生成：低碰撞诱导解离和高碰撞诱导解离

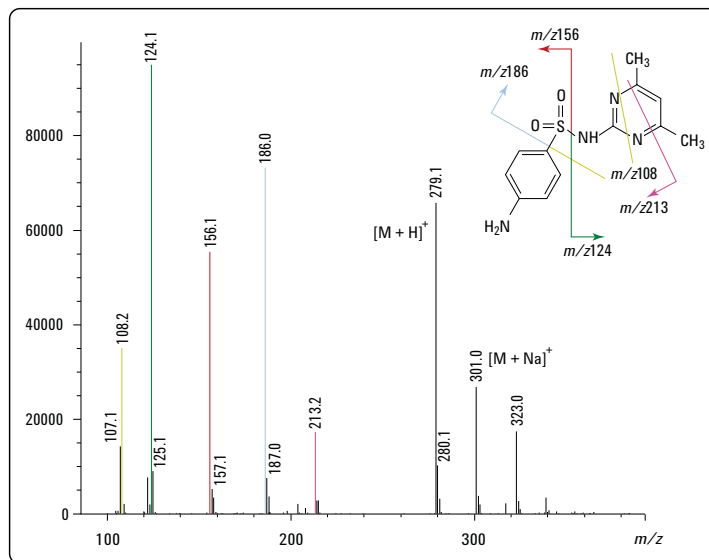


图7 磺胺甲嘧啶的质谱—高碰撞诱导解离

如果增加电压，离子拥有更多的平动能。然后，如果离子与气体分子发生碰撞，碰撞将平动能转化为分子振动，分子振动可导致离子解离。这称为碰撞诱导解离 (CID)。图 7 显示了一个示例。即使发生该解离的位置不是离子在大气压力下形成的位置，按惯例还是称这种解离为“源内 CID”。通过分子解离得的离子用于结构测定或确认是否存在特定化学核素。

通过使用中间解离电压，可以在同一个光谱里同时生成分子离子和碎片离子。

FIA — 流动注射分析

理想的解离电压取决于化合物的结构和分析的需求。对于目标化合物分析，较好的方法是预先确定化合物对碰撞诱导解离设置的响应。达到这个目的最快方法是使用流动注射分析 (FIA) 系列。使用 FIA 系列，您可以在同一次分析中多次注入化合物，并在不同的时间窗口里改变碰撞诱导解离设置。您可以从结果数据评判最佳碰撞诱导解离设置。有关 FIA 的详细信息，请参见第 64 页的“流动注射分析”。

正离子和负离子

您在“方法和运行控制”视图中设置方法时也设置了离子极性，如第 3 章所述。

大气压电离技术能生成正离子和负离子。对于任何指定的分析，主要的离子类型取决于分析物的化学结构和（尤其对于电喷雾电离）溶液的 pH 值。虽然离子源中可能存在一种或两种离子类型，离子传输和聚焦区域中离子光学元件的极性决定了检测到的离子类型。

正离子和负离子分析要求不同的离子光学元件设置。软件控制的自动调谐过程会对正离子和负离子的设置进行优化，并将这些设置保存在一个调谐文件中。数据采集过程中，软件会访问这个调谐文件取得适当的设置。

多信号采集

您可以在“方法和运行控制”视图中为多信号采集建立条件，如第 3 章所述。

使用 Agilent 6120、6130 和 6140 LC/MS 模型，您可以在单个分析中采集多种类型的数据。在单个分析运行中，您可以选择交互切换正负电离，交互切换高碰撞诱导解离和低碰撞诱导解离设置，以及交互切换扫描和 SIM 模式。因为最佳 MS 条件随化合物的不同而不同，所以多信号功能使您可以在单次运行中以更高的灵敏度分析更多的化合物。

极性切换

使用 Agilent 6120、6130 和 6140 LC/MS 模型，您可以交替切换扫描对正离子的分析和对负离子的分析。为快速切换极性，这些模型合并了用于 API 源的快速切换电源、透镜系统、四极杆和检测器。在色谱时间标度上切换极性的功能在分析完全未知样品时非常有用，因为它能避免为了检测两种离子而两次分析样本的需求。

交互切换高 / 低碰撞诱导解离

使用 Agilent 6120、6130 和 6140 LC/MS 模型，您还可以在高解离电压和低解离电压之间交替切换扫描。使用此功能，您可以以低碰撞诱导解离设置采集扫描取得分子量信息，而以高碰撞诱导解离设置取得结构化信息。

交互切换 SIM/ 扫描

许多分析需要使用 SIM 模式来监测和/或定量底层目标化合物。有时还需要使用扫描分析来识别其他样品组分。使用 Agilent 6120、6130 和 6140 LC/MS 模型，您可以在 SIM 和扫描模式之间交互切换，这样就可以在单个分析中达到这两个目标。

总而言之

6120、6130 和 6140 LC/MS 模型可在单次分析中，在逐个扫描的基础上完成经过四种不同用户选择采集模式的循环。例如，您可以设置单次运行执行以下操作：

- 以低碰撞诱导解离电压进行正离子扫描
- 以高碰撞诱导解离电压进行正离子扫描
- 以低碰撞诱导解离电压进行负离子扫描
- 以高碰撞诱导解离电压进行负离子扫描

如果混合化合物中的有些化合物在正离子模式下响应较好而有些在负离子模式下响应较好，或者如果既需要分子离子又需要碎片离子，那么这样的分析是很理想的。

一个周期所需的时间根据选择的模式个数、扫描范围和切换所需的内扫描延迟的不同而有所不同。为与窄色谱峰相分离，确保总周期时间短到仪器足以在峰中进行充足的检测非常重要。

离子源

Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统使用以下可互换的大气压电离 (API) 源进行操作：

- ESI（电喷雾电离）
- APCI（大气压化学电离）
- APPI（大气压光电离）
- MMI（多模式电离）

注意

6100 系列 LC/MS 系统上使用的源是 B 类源。6100 系列 LC/MS 系统与先前安捷伦 LC/MS 模型上使用的 A 类源不兼容。

电喷雾电离 (ESI)

您在“方法和运行控制”视图中设置方法时也可控制雾化室参数（雾化器压力、干燥气体流速和温度以及毛细管电压），如第 3 章所述。

在分析物到达质谱仪之前，电喷雾电离部分依靠化学成分在溶液中生成分析物离子。如图 8 所示，在大气压力下，存在强静电场和加热的干燥气体时，将 LC 洗脱液喷雾（雾化）进雾化室。静电场出现在雾化器和毛细管之间，雾化器在安捷伦设计中是接地，而毛细管是高电压。

喷雾与毛细管成一合适的角度。这个安捷伦专利设计可以减少液滴的背景噪声，提高灵敏度并较长时间保持毛细管清洁。

1 硬件和软件概述

电喷雾电离 (ESI)

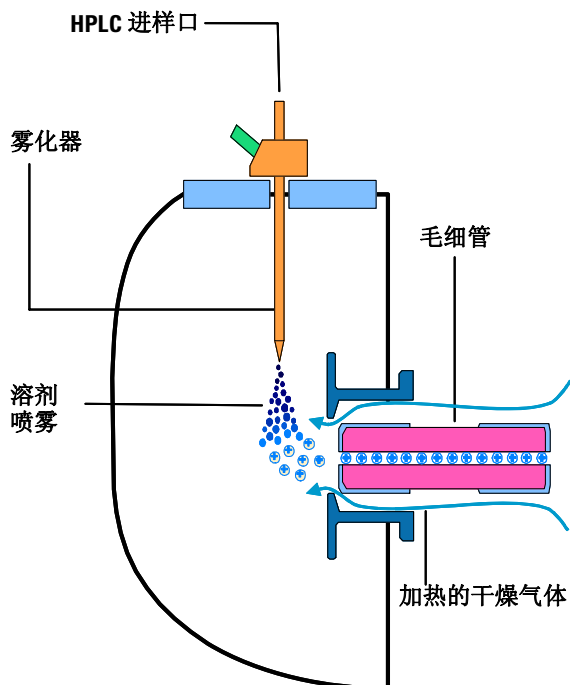


图 8 电喷雾离子源

电喷雾电离 (ESI) 包括四个步骤:

- 1 离子的形成
- 2 雾化
- 3 去溶剂化
- 4 离子蒸发

离子的形成

大气压电离 - 电喷雾中的离子形成通过多个机械装置形成。如果分析物、溶剂和缓冲液的化学成分正确，则离子可以在雾化之前在溶液中生成。这将带来高分析物离子浓度和良好的大气压电离 - 电喷雾灵敏度。

ESI 不是总需要预制的离子。未在溶液中电离的一些化合物仍可以分析。雾化、去溶剂化和离子蒸发的过程，可以在喷雾液滴的表面产生强电荷。这会引起液滴表面处分析物分子的电离。

雾化

雾化（气雾剂生成）在以下步骤中使用样品溶液：

- a 样品溶液通过称为雾化器的接地针进入雾化室。
- b 对于高流速电喷雾，雾化气体通过罩在针外面的一根管子集中进入雾化室中。
- c 雾化气体生成的强剪力和雾化室中强电压 (2-6 kV) 的共同作用，可以将样品溶液抽出并分成液滴。
- d 随着液滴的分散，静电场会将一种极性的离子优先迁移到液滴表面。
- e 结果，样品被充电并同时分散成带电液滴的精细喷雾，因此得名 **电喷雾**。

因为创建气雾剂时并未加热样品溶液，所以 ESI 不对大部分分析物进行热分解。

去溶剂化和离子蒸发

在对离子进行质量分析之前，必须除去溶剂以生成裸离子。

中性、加热的干燥气体（通常为氮气）的计数器电流会蒸发溶剂，减小液滴直径，并强制主要的电荷（如表面电荷）更加接近（请参见图 9）。

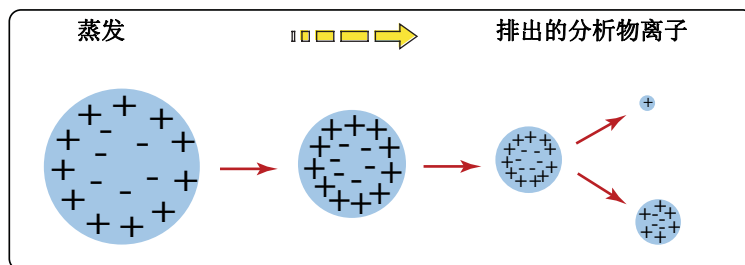


图 9 离子从溶液的脱附

库伦排斥力—带相同符号电的
核素之间的排斥力

当库伦排斥力等于液滴的表面张力时，液滴将爆炸并产生更小的带电液滴，可进一步蒸发。这个过程在液滴上反复发生，以至形成带有高表面电荷密度的液滴。当电荷密度达到约 10^8 V/cm^3 时，将发生离子蒸发（裸离子直接从液滴表面脱离）。这些离子被吸引并通过毛细管进样口进入离子光学元件和质量分析器。

溶液化学成分的重要性

对溶剂和缓冲液的选择是使用电喷雾进行成功的电离的关键。如甲醇等溶剂有较低的热容量、表面张力和电容率，可促进雾化和去溶剂化。要获得电喷雾模式的最佳结果：

- 根据所需的离子极性和样本的 pH 值调整溶剂的 pH 值。
- 要加强离子脱附，可使用汽化温度低且表面张力低的溶剂。
- 选择在气相反应（例如，质子传递或离子偶反应）中不会中和离子的溶剂。
- 要降低离子源中盐的积聚，可选择更易挥发的缓冲液。

多次充电

电喷雾尤其适用于分析大生物分子（例如，蛋白质、肽和低聚核苷酸），不过也能分析较小的分子（例如药品和环境污染物）。大分子通常需要多次充电。由于多次充电，即使典型的四极杆 LC/MS 仪器的质量范围（更准确的说，是质荷比）约为 $3000\ m/z$ ，您也可以使用电喷雾来分析有 $150,000\ u$ 这么大的分子。例如：

$$100,000\ u / 10\ z = 1,000\ m/z$$

可选的 Agilent LC/MSD
Deconvolution & Bioanalysis 软件
可执行完成解卷积的计算。

大分子需要多次充电时，可使用称为解卷积的数学过程来确定分析物实际的分子量。

大气压化学电离 (APCI)

APCI 是气相化学电离过程。APCI 技术通过雾化针传送 LC 洗脱液，产生精细喷雾。喷雾通过加热陶瓷管，洗脱液滴可在陶瓷管中完全汽化（图 10）。

然后，所产生的气体 / 蒸汽混合物通过电晕放电针，其中溶剂蒸汽被电离以产生试剂气体离子。这些离子通过化学电离过程依次电离样品分子。然后样品离子被引入毛细管中。

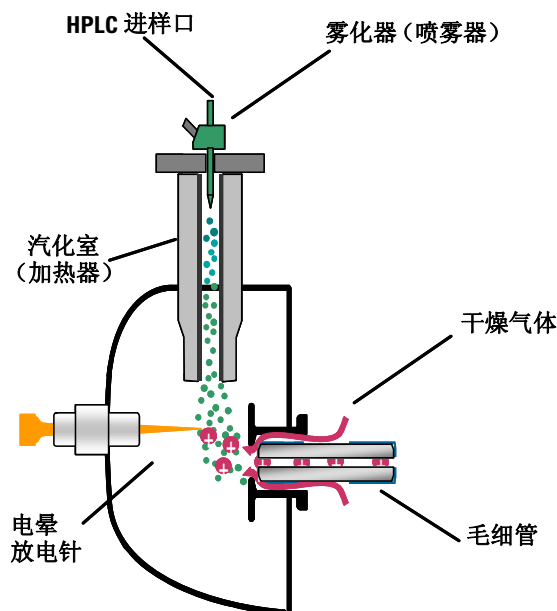


图 10 大气压化学电离 (APCI) 源

APCI 要求分析物处于气相才能发生电离。要汽化溶剂和分析物，APCI 源通常在 400 到 500 °C 的汽化室温度下进行操作。

APCI 适用于各种分子极性。APCI 很少导致多次充电，因此通常用于小于 1,500 u 的分子。由于该分子量限制和对高温汽化的使用，相对于电喷雾，APCI 较不适于分析热稳定性差的大生物分子。APCI 非常适于电离极性较低的化合物，这些化合物通常由正相色谱进行分析。

大气压光电离 (APPI)

使用 APPI 技术，LC 洗脱液可通过雾化针产生精细喷雾。喷雾通过加热陶瓷管，洗脱液滴可在陶瓷管中完全汽化。所产生的气体 / 蒸汽混合物通过氪灯的光子束电离样本分子（图 11）。然后样品离子被引入毛细管中。

APPI 和 APCI 相似，只是 APPI 用灯替代电晕针用于电离。APPI 通常还使用附加的溶剂或流动相改良剂（称为“掺杂剂”）来帮助光电离过程。

APPI 适用于许多通常由 APCI 分析的相同化合物。已证实 APPI 对非极性化合物的分析尤其有价值。

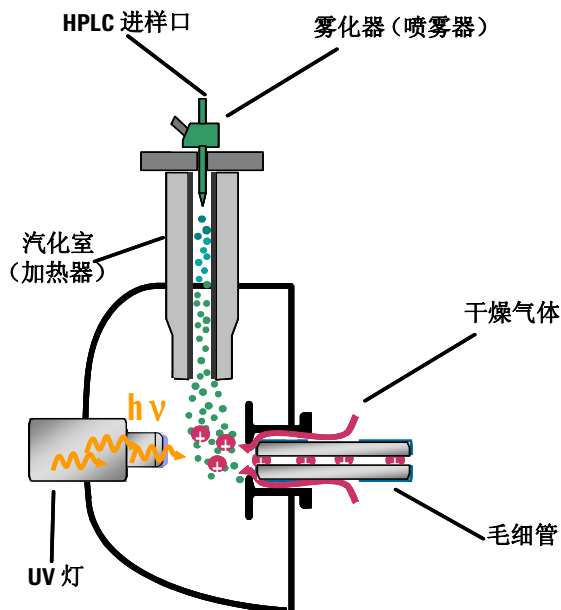


图 11 大气压光电离 (APPI) 源

多模式电离 (MMI)

多模式源是能在三种不同模式（APCI、ESI 或同时 APCI/ESI）下操作的离子源。多模式源包含两个电力相分离的优化区域，一个区域用于 ESI，另一个用于 APCI。在同时 APCI/ESI 时，两个电离模式中得到的离子都进入毛细管，并由质谱仪同时进行分析。

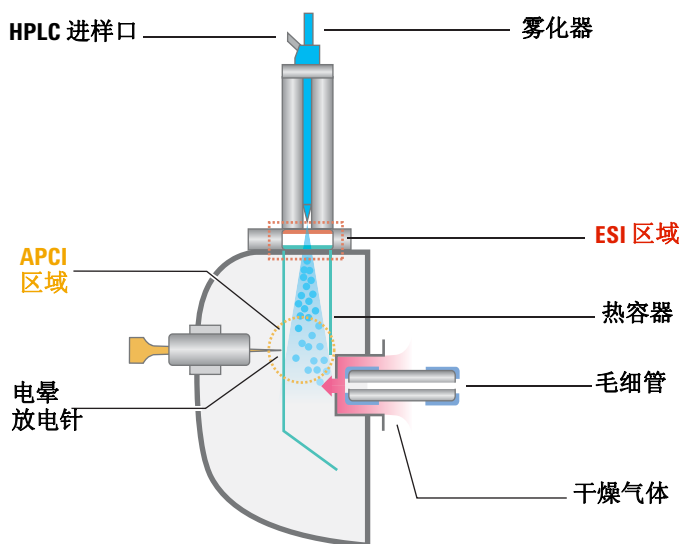


图 12 多模式源

多模式电离 (MMI) 对筛选以下样品很有用处：未知样品，或者样品为混合化合物并且一些化合物由 ESI 响应而另一些由 APCI 响应。在这些情况下，多模式源能避免为了得到完整分析而两次分析样本的需求。

与 APCI 和 APPI 源中监视汽化室温度不同，多模式源中监视实际的蒸汽温度。结果，汽化室通常设置为 200 到 250 °C 之间。

化学工作站软件简介

概述

Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统的化学工作站软件按视图组织。您可以通过每种视图执行一组特定的任务。菜单和工具栏随每个视图而更改。



图 13 您可以使用这些按钮在六个化学工作站视图之间切换。

以下总结了化学工作站视图及其功能：

有关“方法和运行控制”视图的详细信息，请参见第 3 章。

方法和运行控制

- 设置方法
- 更改 Agilent 1100 系列 LC 模块或 Agilent 1200 系列 LC 模块的设定值，包括芯片箱
- 更改 Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统的设定值
- 更改安捷伦 API 源的设定值
- 分析单一样品
- 分析自动序列
- 分析 FIA 系列
- 按需实时查看数据

有关“数据分析”视图的详细信息，请参见第 4 章。

数据分析

- 查看从 MS 和 UV 监测器收集的色谱和光谱
- 积分色谱峰
- 执行定量分析
- 检查峰纯度
- 解卷积多次充电光谱
- 生成报告
- 再处理序列中的数据

有关“报告格式”视图的详细信息，请参见第 5 章。

报告格式

- 设计自定义的报告模板

有关“验证”视图的详细信息，请参见第 6 章。

验证 (OQ/PV)

- 验证系统性能
- 执行测试用于证明是否完全遵循法规要求（操作认证 / 性能验证，或者 OQ/PV）

有关“诊断”视图的详细信息，请参见第 7 章。

诊断

- 了解仪器问题的可能原因
- 运行测试以诊断仪器问题
- 需要执行系统维护时接收通知
- 抽取并放空系统

有关“MSD 调谐”视图的详细信息，请参见第 2 章。

MSD 调谐

- 优化并校正 MS

远程查看数据

有两种设置计算机的方式，从而您可以远程查看化学工作站数据。

一种方式是安装数据分析，数据分析是化学工作站软件在远程计算机上的唯一版本。此安装提供与您在控制 **Agilent 6100 系列 LC/MS system** 的化学工作站上相同的数据分析功能。如果您需要详细的数据分析的全部功能，这种方式很理想。

*您可以在 **LC/MS** 化学工作站安装 **CD** 上找到化学工作站数据浏览器软件。*

另一种方式是在远程计算机上安装化学工作站数据浏览器。使用化学工作站数据浏览器，您可以轻松地查看化学工作站 **LC** 和 **LC/MS** 数据文件，不过其功能与全部化学工作站数据分析有所不同。数据浏览器软件对于合成化学家和其他将 **LC/MS** 系统用于“一步步”分析的人来说很理想。



2 仪器准备

LC 系统的准备	32
用途	32
操作步骤总结	32
设置 LC 模块的参数	34
色谱柱调节与平衡	37
监视流量和压力的稳定性	38
MS 的准备—调谐	39
概述	39
调谐方式	40
调谐时间—检查调谐	41
自动调谐	43
手动调谐	45
调谐报告	47
增益校正	48

本章中，您会了解有助于准备仪器进行分析的概念。本章假设已安装了硬件和软件，配置了仪器并进行了性能验证。如果以上未完成，请参见《*Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统安装指南*》。



LC 系统的准备

用途

要实现良好的灵敏度，开始 LC/MS 分析前正确准备 LC 和色谱柱非常重要。

要实现最佳信噪比，整个 LC 系统必须没有盐（如非挥发性缓冲液）和不需要的有机化合物的污染。一些对 UV 检测器没有影响的污染物会导致 MS 出现问题。这些污染物可能会引起离子抑制和 / 或高背景，而这些问题都会严重降低灵敏度。

要使基线平滑且噪音小，LC 流必须也非常稳定。

操作步骤总结

准确的 LC 准备步骤取决于先前使用 LC 的方法和要执行的分析类型。下面提供了一些规则：

典型准备

在开始分析前，LC 路径应该无污染，且流量应该非常稳定。通常，您可以通过执行以下操作来实现这些目标：

- 1 吹扫泵以去除气泡。吹扫计划使用的每个通道。
有关吹扫泵的说明，请在在线帮助中搜索关键字“吹扫”，滚动主题列表，直到您看到以“吹扫”作为开头的条目。
- 2 调节色谱柱以除去不纯物或残留样品。
有关详细信息，请参见第 37 页的“[色谱柱调节与平衡](#)”。
- 3 在流动相初始组成时使色谱柱达到平衡。
有关详细信息，请参见第 37 页的“[色谱柱调节与平衡](#)”。
- 4 确保系统流量和压力稳定。
有关详细信息，请参见第 38 页的“[监视流量和压力的稳定性](#)”。

更全面的准备

在日常工作中采用上述四个步骤即可，但如果出现以下情况之一，则可能需要进行更全面的 LC/ 色谱柱冲洗：

- 您没有将此 LC 用于 MS。
- 色谱柱为新色谱柱。
- 更改为不同的流动相组成。
- LC 用来分析不洁样品。
- 下一次分析需要最高灵敏度。

更彻底的 LC 清洗协议在《*Agilent 6100 单四极杆系统安装指南*》中介绍。请参见系统认证一章中有关调节 LC 的一节。

冲洗 LC 时，请别忘记冲洗计划使用的所有通道。并且，应通过将用来冲洗系统的相同溶剂分成若干次注射来冲洗进样器。

2 仪器准备
设置 LC 模块的参数

设置 LC 模块的参数

在“方法和运行控制”视图中设置 LC 模块。在系统示意图中，单击要设置参数的每个模块。

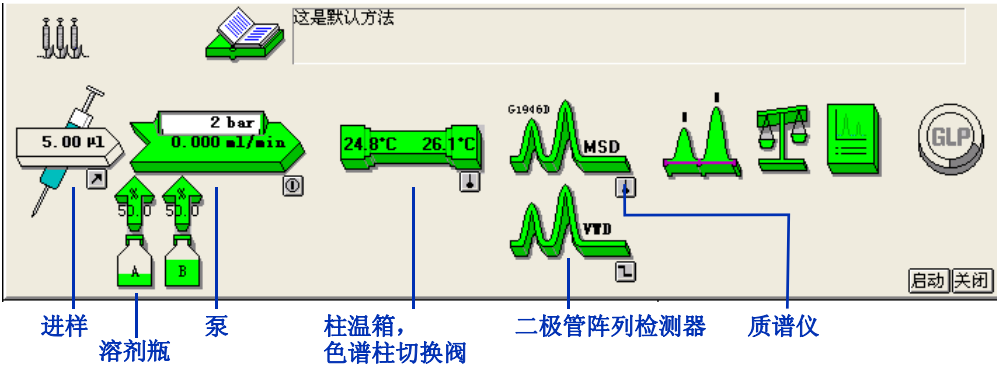


图 14 系统示意图（您的可能不同）


表 1 显示了可以执行来设置 LC 模块的任务以及允许您执行这些任务的菜单项。要访问所有的仪器菜单项，请确保启用了全菜单。（选择“视图”>“全菜单”。）

要访问任何系统模块的帮助，请单击该模块，然后单击“帮助”菜单项。要访问给定对话框的帮助，请单击对话框中内的“帮助”按钮。

表 1 设置 LC 模块的任务

如果您具有此模块：	并且您要：	则单击模块图标，然后选择以下菜单项：	或从“仪器”菜单中选择以下项
自动进样器	设置自动进样器参数	设置进样器	设置进样器
	更改安装的注射器的体积	配置	进样器的更多设置 > 配置
	在卸下托盘之前将机械臂移至初始位置	单击进样图标右下角的小图标	

表 1 设置 LC 模块的任务


如果您具有此模块:	并且您要:	则单击模块图标, 然后选择以下菜单项:	或从“仪器”菜单中选择以下项
多孔板进样器 (WPS) 或 μ WPS	设置自动进样器参数	设置进样器	设置进样器
	更改安装的注射器的体积	配置	进样器的更多设置 > 配置
	设置托盘类型及其位置	配置	进样器的更多设置 > 配置
	设置样品柱温箱		进样器的更多设置 > 样品柱温箱
	查看预配置多孔板列表		预配置多孔板类型
	配置新类型的多孔板		配置多孔板类型
二元、单元和四元泵	设置泵参数	设置泵	设置泵
	将泵关闭或打开	单击溶剂传输 (泵) 图标右下角的小按钮 	泵的更多设置 > 控制
	为唯一的溶剂设置压缩因子	辅助功能	泵的更多设置 > 辅助功能
	选择要存储在磁盘上的基于运行时间的泵信息	数据曲线	泵的更多设置 > 数据曲线
	使软件监视溶剂级别	单击溶剂瓶图标, 然后选择“填充量”	泵的更多设置 > 瓶填充
	设置泵自动开启的日期和时间		泵的更多设置 > 控制
	设置仪器出现错误时使用的方法		泵的更多设置 > 控制

2 仪器准备
设置 LC 模块的参数

表 1 设置 LC 模块的任务

如果您具有此模块:	并且您要:	则单击模块图标, 然后选择以下菜单项:	或从“仪器”菜单中选择以下项
毛细管泵和纳流泵	执行与二元泵相同的任务	与二元泵相同	与二元泵相同
	吹扫泵		泵的更多设置 > 吹扫
	设置混合器和过滤器体积	配置	泵的更多设置 > 配置
	使溶剂组成快速更改	配置	泵的更多设置 > 配置
柱温箱 (TCC)	设置柱温箱左侧的温度	设置柱温箱	设置柱温箱
	设置柱温箱右侧的温度	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮
	激活温度控制	单击色谱柱图标右下角的小按钮 	
	选择要存储在磁盘上的基于运行时间的柱温信息	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮
	设置柱温时间表	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮
色谱柱切换阀	更改阀位置以更改流的方向	设置柱温箱	设置阀
	在分析运行过程中更改阀位置	“设置柱温箱”, 然后单击“更多信息 >>”按钮	设置阀

表 1 设置 LC 模块的任务

如果您具有此模块:	并且您要:	则单击模块图标，然后选择以下菜单项:	或从“仪器”菜单中选择以下项
二极管阵列检测器 (DAD)	设置检测器参数	设置 DAD 信号	设置 DAD 信号
	打开或关闭 UV 灯和可见光灯		DAD 的更多设置 > 控制
	将图的基线调零	单击 DAD 图标右下角的小按钮 	DAD 的更多设置 > 控制
	每次分析前将图的基线调零	设置 DAD 信号	设置 DAD 信号
	选择要存储的光谱	设置 DAD 信号	设置 DAD 信号
	设置仪器出现错误时使用的方法		DAD 的更多设置 > 控制

色谱柱调节与平衡

有几种设置参数的方法可调节和平衡色谱柱。

调节

色谱柱调节可消除色谱柱中先前分离的化合物或不纯物，尤其是使用单成分的溶剂分析（等度分析）后。

有多种方法可在分析样品前调节色谱柱。一种方法是将要使用的有机溶剂（100% 的溶剂 B）用泵注入色谱柱并保持一段时间。另一种方法是分析要使用的梯度，然后在分析最后一种组分时延长时间，直到不会再出现峰洗脱。

如果色谱柱是新色谱柱，“调节”可以包括进样一些样品或高级别的标样，直到峰面积和保留时间稳定。

平衡

进行梯度分析之后，色谱柱平衡将使色谱柱特性返回到其初始状态。要在分析样品前平衡色谱柱，可使初始组分的溶剂从色谱柱通过，并保持一段时间。

2 仪器准备

监视流量和压力的稳定性

使用软件调节和平衡色谱柱

通过化学工作站软件，可以使用以下三种方法之一调节和平衡色谱柱。

- 交互式

将泵设置为分析末期的溶剂组成，并将流速设置为高于常规的流速。然后可立即将这些设定值应用于泵。抽取了大约三倍色谱柱体积的溶剂后，将泵的溶剂成份和流速设置为分析开始时的值。如果使用此程序将不存储数据文件。

如果使用此程序，可以在调节和平衡色谱柱时调谐 MS。调谐 MS 时，MS 流选择阀会自动将 LC 排出物分流到废液。有关调谐的信息，请参见第 39 页的“MS 的准备—调谐”。

- 通过交互式运行中的方法

设置一种分析方法，然后无调谐液运行。运行将使用方法停止时间。还可以使用此方法中的后运行时间平衡色谱柱。

如果使用此程序将存储数据文件。

- 通过序列

设置一种分析方法，然后将无调谐液设置为序列中的第一个分析。方法包括后运行时间以平衡色谱柱。

如果使用此程序将存储数据文件。

如第 3 章所述，在“方法和运行控制”视图中设置方法和序列。

监视流量和压力的稳定性

LC 溶剂流量和系统反压必须稳定才能确保基线平稳且 API-MS 的结果最佳。监控流量和压力稳定性的最佳时间是平衡色谱柱之后、开始分析之前。

第 3 章提供了有关在线信号（也称在线图）的详细信息。

可以使用化学工作站软件测量稳定性。要测量稳定性，可设置等度方法，溶剂组成与要用于分析的初始组成相同。在分析过程中，监视在线信号的流量和压力。

MS 的准备—调谐

概述

对与调谐相关的所有任务使用“MSD 调谐”视图。

调谐是调整 MS 参数以生成高质量的准确质谱的过程。在调谐过程中，会优化 MS 以：

- 使灵敏度达到最高
- 保持可接受的分离度
- 确保准确的质量指定

调整的参数

Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统有两组可以调整的参数。其中一组参数与离子的形成相关。这些参数控制雾化室（例如，电喷雾或 APCI）和碰撞诱导解离。另一组参数与离子的传输、过滤和检测相关。这些参数控制锥孔体、八极杆、透镜、四极滤质器以及高能打拿极 (HED) 电子倍增器（检测器）。

调谐主要是找到控制离子传输、过滤和检测的参数正确设置。将调谐液引入 MS 并生成离子，即可完成这一工作。使用这些离子时，可以调整调谐参数，从而达到灵敏度、分离度和质量指定的目标。在一些例外情况下，将不调整控制离子形成的参数。这些参数将被设为有利于生成调谐液溶剂离子的固定值。

调谐文件和报告

调谐的结果是生成一个调谐文件（实际上是一个目录），该文件包含两组参数设置：其中一组参数用于正极电离，另一组参数用于负极电离。无论数据采集何时使用调谐文件，软件都将自动调用适合数据采集方法指定的离子极性的设置。

自动调谐（自动调谐的程序）同时还生成一个报告。参见第 47 页。

在数据采集过程中使用调谐文件

在数据采集的过程中，与离子形成关联的参数由数据采集方法控制。与离子传输关联的参数由指定给数据采集方法的调谐文件控制。

调谐方式

在“MSD 调谐”视图中通过“调谐”菜单访问此功能。

软件提供了两种方法来调谐 MS：

- 自动调谐是一种在整个质量范围内对 MS 进行调谐以获得良好性能的自动调谐程序。它在通过调谐传输系统 (CDS) 引进的标准校正混合物中使用已知化合物。这就是您在多数情况下使用的调谐方法。
- 手动调谐使您可以通过一次调整一个参数来调谐 MS，直到获得所需的性能。手动调谐更多地用于以下情况：需要最大灵敏度、分析针对受限的质量范围或需要调谐化合物（标准调谐液除外）。

此外，检查调谐程序允许您确定是否需要调谐。

将在下一节中对检查调谐、自动调谐和手动调谐进行详细介绍。

注意

正常的操作不需要经常进行调谐。LC/MS 在调谐之后非常稳定。通常只需一个月、最快一周后再进行调谐。如果您怀疑存在调谐问题，请在重新调谐之前，使用检验调谐程序确认 MS 是否未经调整。

小心

启动真空后请等待至少四个小时，然后再调谐或操作您的 Agilent 6100 系列 LC/MS 系统。四极滤质器中的陶瓷部件可以吸收空气中的湿气。调谐或采集数据太快可能会导致放电。此外，分析器至少需要九个小时才能达到热平衡。在 MS 达到热平衡之前创建调谐文件或采集数据可能会导致不正确的质量指定和其他不准确的情况出现。

调谐时间—检查调谐

“检查调谐”允许您在不执行完整快速调谐的情况下快速确定 MS 是否已正确调谐。它会对调谐质量执行一次轮廓图扫描，并将峰宽和质心轴与目标值进行比较。如果通过“检查调谐”获得的值在可接受范围之内，则调谐报告会指示检查调谐通过。（请参见第 42 页的图 15。）如果值超出可接受的范围，则“检查调谐”会建议您调整峰宽或校正质心轴。

第三个参数，即“增益”，可以添加到由“检查调谐”检查的参数中。添加后，“检查调谐”会将当前增益值与最近自动调谐的增益值进行比较。有关增益的讨论，请参见第 48 页。

2 仪器准备

调谐时间—检查调谐

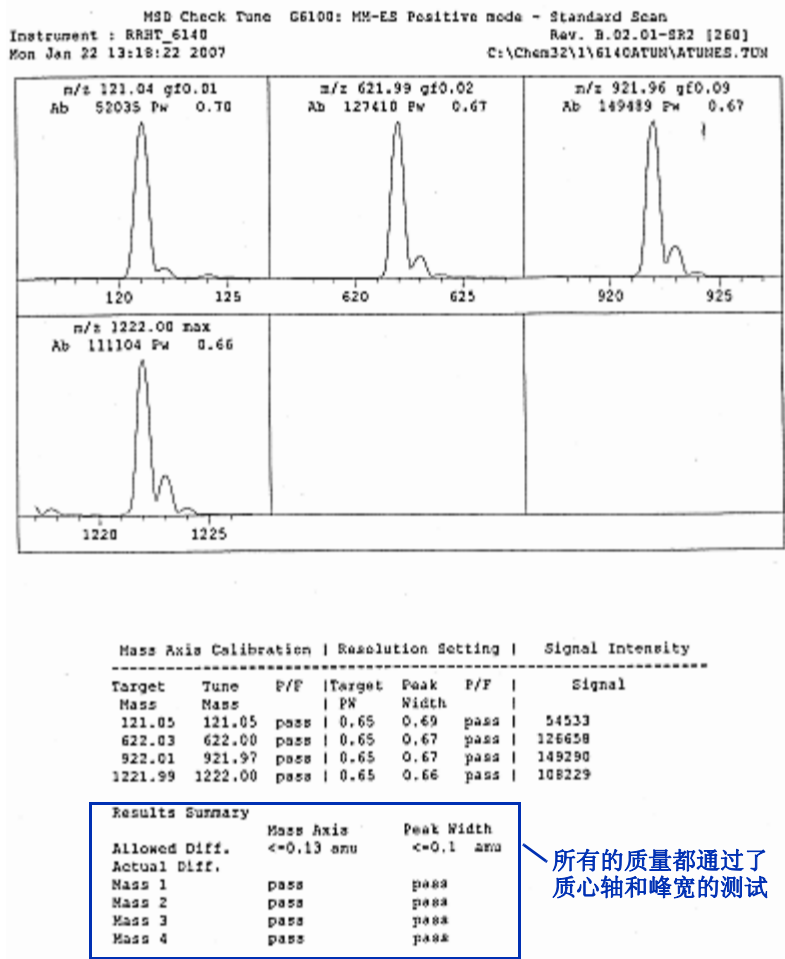


图 15 “检验调谐”报告

自动调谐

自动调谐是一种在整个质量范围内对 MS 进行调谐以获得良好性能的程序。

自动调谐文件

调谐文件 ATUNES.TUN 用作自动调谐的起点。

自动调谐的结果将保存到当前自动调谐文件中。由于每个自动调谐均从最近的良好调谐参数开始，因此这将加速自动调谐。不过，这也意味着先前的调谐值将丢失。因此，在某些情况下，您可能要在使用自动调谐之前，将自动调谐文件以其它文件名进行保存。

一个自动调谐文件包含正电离自动调谐和负电离自动调谐的结果。

自动调谐极性与扫描速度

要运行自动调谐，有以下六种选择：

- 双极性
- 正极性
- 负极性
- 双极性快速扫描
- 正极性快速扫描
- 负极性快速扫描

“双极性”模式可以执行正电离和负电离的自动调谐。“正极性”和“负极性”模式仅执行指定极性的自动调谐。

自动调谐时的增益检查

“增益检查”仅在进行正极性自动调谐或双极性自动调谐的正极性部分时发生。有关“增益检查”的详细信息，请参见第 48 页的“增益校正”。

雾化室参数

自动调谐可以调整影响离子传输的参数，但不调整影响离子形成的雾化室参数。这些参数会设置成有利于生成调谐液离子的缺省值。

由于雾化室之间可能存在细微的差别，因此对于特定的雾化室，缺省参数可能并非最佳设置。例如，雾化器调整和 LC/MS 系统组件正常老化所引起的变化也可能导致缺省值不是系统的最佳设置。因此，可以考虑手动设置雾化室参数。通常仅当仪器无法自动调谐或自动调谐的结果表明系统性能显著降低时，才有必要进行此操作。请注意，其它因素也可能会降低系统性能。

手动调谐

自动调谐程序将在整个质量范围内调整 **MS** 以获得良好性能，此调谐程序对于大多数应用程序而言已经足够了。但是，有时手动调谐 **MS** 是非常有益的。这包括：

- 当您要牺牲部分分离度获取最大灵敏度时
- 当您要专门对极低限度的质量范围 ($< 150 \text{ u}$) 进行调谐时
- 当您要使用化合物（标准调谐液除外）进行调谐时。

小心

调谐液传输系统 (**CDS**) 是特别为安捷伦调谐液在乙腈:水为 **90:10** 的溶剂混合液中的精确传输而设计的。其它溶剂和混合液可能具有不同的流速，对于调谐而言，这可能不是最佳的。此外，**CDS** 内的 **O** 形密封垫是乙烯 - 丙烯。它们可被脂肪族烃、芳烃或卤代烃损坏。请勿在 **CDS** 中使用这些类型的溶剂。我们建议您通过 **LC** 传输非标准调谐液。

手动调谐提示

- | | |
|-------------|---|
| 电离模式 | 电喷雾、APCI/APPI 和多模式 ES+APCI 不需要单独的调谐。调谐包括调整控制离子传输的参数。那些离子是怎样生成的没有关系。在电喷雾模式下创建的调谐文件通常将为 APCI/APPI 样品提供良好的结果。反之亦然。 |
| 极性 | 正负电离需要单独的调谐。有时，必须对 MS 进行两次调谐，一次使用正离子，另一次使用负离子。可以将两个调谐文件以相同的文件名进行存储；软件将分开保存正离子和负离子的设置。可以分别对正离子和负离子的设置进行更新。 |
| 质量范围 | 在整个质量范围内始终都需要调谐。只有在所有目标离子都小于约 150 u 时才例外。对减小的质量范围进行正确的手动调谐可以改善传输，并可以对这些质量非常低的离子进行检测。 |

手动调谐的步骤

在线帮助包括对手动调谐的逐步说明。这些说明假定使用其中一种标准调谐液，并在整个质量范围内进行调谐，但是使用的标准调谐液可以改为非标准调谐液，而质量范围可以改为较窄的质量范围。

要访问手动调谐说明：

- 1 打开在线帮助。
- 2 单击展开 “如何使用化学工作站”。
- 3 单击展开 “基本任务”。
- 4 单击展开 “方法和运行控制”。
- 5 单击展开 “MSD 调谐”。
- 6 单击链接 “手动调谐 LC/MSD 或 CE/MSD”。
- 7 向下滚动，直到您看到 “步骤”。

调谐报告

在每次自动调谐结束时，系统都会打印调谐报告。还可以通过“文件”菜单手动打印调谐报告。

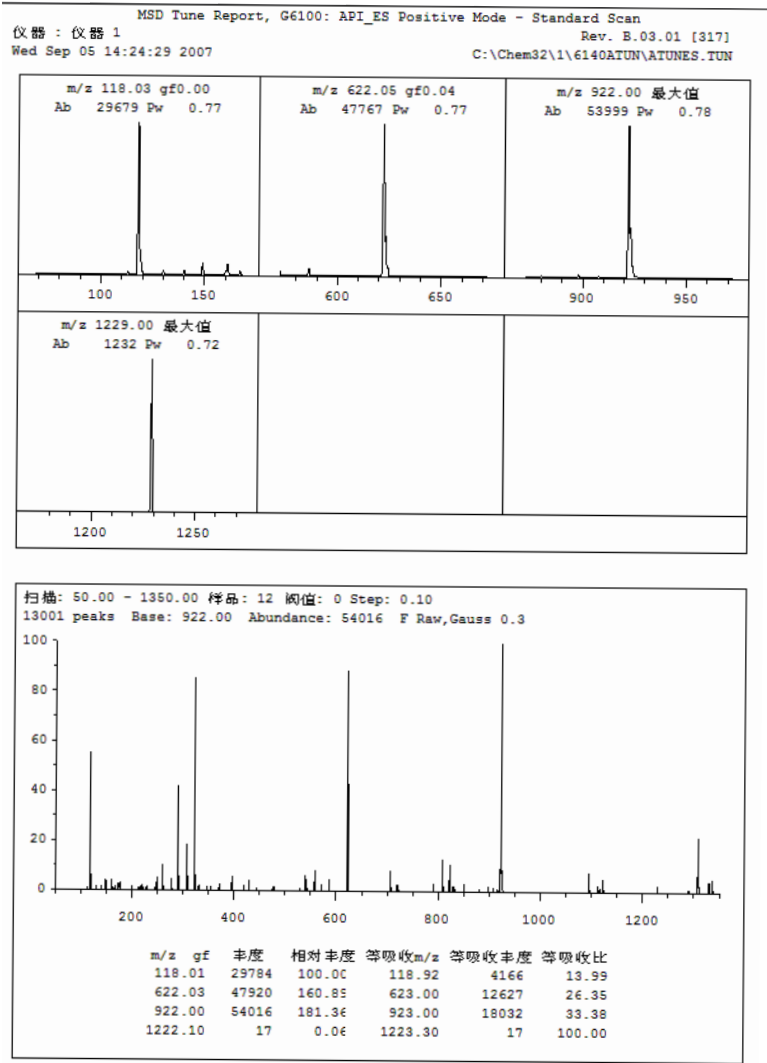


图 16 调谐报告（第 1 页，共 4 页）

增益校正

增益校正以一种简化方法开发和可移植性的方式设置电子倍增器电压。自动调谐过程中自动执行增益校正。还可以在手动调谐过程中检查并调整增益校正。

什么是增益？

HED 电子倍增器会收到通过离子撞击倍增器生成的输入电流，并会增强该电流以及生成相应比例的输出电流。

增益 = 输出电流 / 输入电流

增益由电子倍增器电压 (**EMV**) 控制。**EMV** 越高，增益越高。**EMV** 和增益之间是对数线性关系。这种线性关系适用于所有倍增器。由于该直线斜率为常数，因此要设置增益，软件只需调整截距。增益校正过程仅调整特定仪器的截距值。特定仪器的增益曲线系数将存储在 **MS** 中。

增益校正曲线

通过获取根据倍增器范围内严谨的倍增器设置产生的离子电流读数，可以生成增益校正曲线。将为正负两极单独生成增益校正曲线，因为在这两种模式下产生的离子电流在某种程度上会有所不同。增益为 **1** 时则将倍增器值设为 **1e6**。即，一个撞击检测器输入端的电子将在输出端生成 **1e6** 个电子。可以同时为正负两极或在当前极上生成增益检查。

增益与方法可移植性

使用增益将启用仪器之间的方法分布。原则上，在两个不同的仪器上使用同一增益应该产生相同的信号响应，从而便于方法的开发和仪器的可移植性。由于 **EMV** 和增益之间是对数线性关系，因此增益 **2.0** 的丰度应该是增益 **1.0** 的丰度的两倍。

增益并非总是越大越好

一般来说，应在最低增益状态下（仍可产生足够的丰度）运行检测器。高增益将增加噪声和信号，并且经常会导致较低的信噪比。提高增益可以提高 EMV，这将缩短电子倍增器的使用寿命。无论将增益设置为多高，EMV 的最大值均为 3000 eV，70 或高于 70 的增益得出的均为 3000 eV 的设置。

随着电子倍增器的老化，其效率也会随之降低。对于给定的离子电流输入，倍增器产生的输出电流（丰度）将越来越小。很难将由老化的电子倍增器造成的低丰度与弱离子生成或传输（低离子电流输入）造成的低丰度区分开。即使电子倍增器实际是在其先前的增益状态下正常运行，也可以尝试通过提高增益（从而提高 EMV）来补偿弱离子生成或传输。提高的增益将提高丰度，但可能会降低信噪比并将缩短电子倍增器的使用寿命。

检查增益校正

在“MSD 调谐”视图中通过“调谐”菜单访问此功能。

增益校正检查期间，会采用离子电流的读数，并根据电流极性的当前增益校正曲线检查离子电流的读数。如果该读数在可接受的限制范围内，则不会对该极性的曲线进行更改。如果该读数超出限制范围，会生成新的增益曲线。增益 1 将被设置为乘积因子 $1e6$ 。即，一个撞击检测器输入端的电子将在输出端生成 $1e6$ 个电子。如果该乘积因子的设置超过 2600 伏（表明降低电子倍增器性能或仪器性能），会警告您需要进行系统维护。

2 仪器准备

增益校正



3 数据采集

使用方法	52
方法和运行控制视图	52
调用、编辑、保存和打印方法	53
编辑方法的更多信息	55
运行样品	58
运行单个样品	59
运行序列	59
流动注射分析	64
监测分析	68
在线信号图	68
快速方法概览	69
日志	69
仪器关闭	71

本章中，您会了解有助于运行样品以及采集数据的概念。本章假设已安装了硬件和软件，配置了仪器并进行了性能验证。如果以上未完成，请参见《*Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统安装指南*》。



使用方法

方法和运行控制视图

您从“方法和运行控制”视图中设置方法并运行分析（如图 17 所示）。

在数据采集过程中，化学工作站方法控制着仪器。准备方法的最简便的方式是调用一个相似的方法（或调用 DEF_LC.M），用新名称将其保存，进行修改（或编辑），再重新保存它。然后您可以用该方法通过序列运行单个样品或多个样品。

您也可以为流动注射分析 (FIA) 设置方法，其中您可在单个运行中进行多次进样。

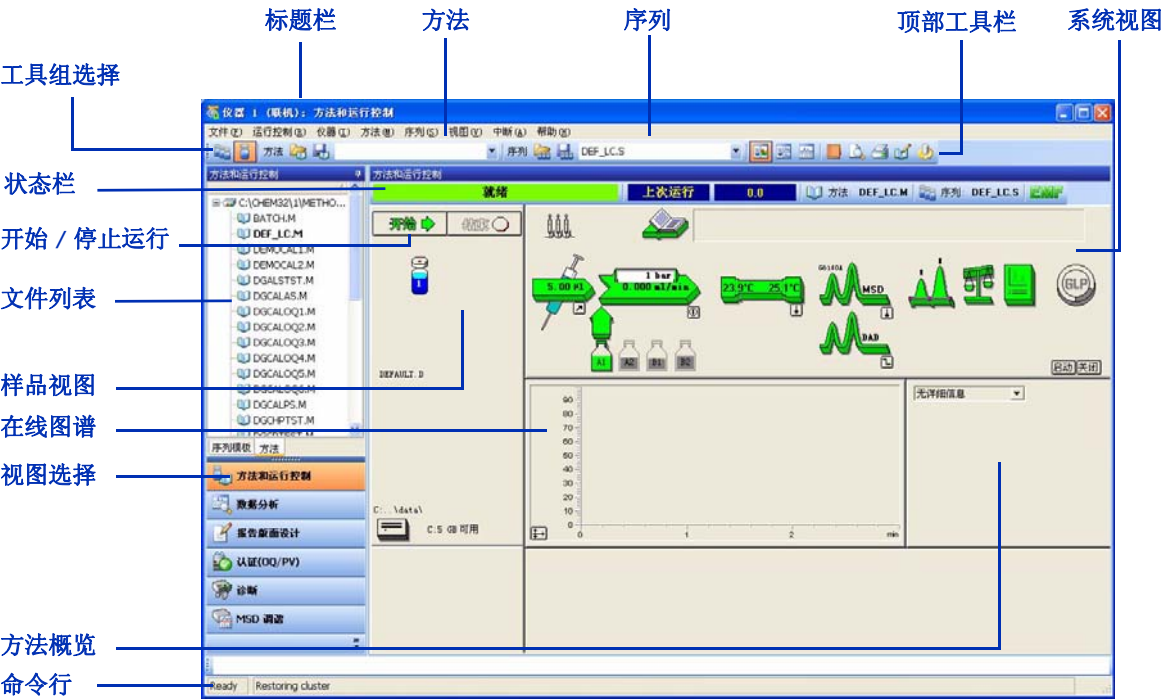


图 17 本视图中，您可设置方法、建立仪器设置并进样样品。

调用、编辑、保存和打印方法

当您需要使用方法时，有几种方式访问必需的功能：

- 从“方法”菜单中选择。



图 18 “方法”菜单允许您调用、编辑、保存和打印方法。

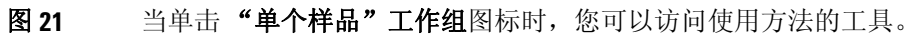
- 使用系统视图。



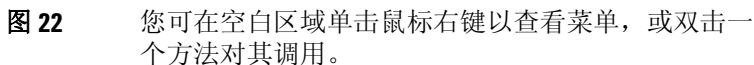
图 19 “方法”图标允许您编辑或打印方法。单击此图标可访问菜单。

调用、编辑、保存和打印方法

- 当您查看方法的所有工具（或交互式运行单个样品）时，先单击“单个样品”工作组图标（如图 20 所示）。



- 使用“方法和运行控制”文件列表。
- (如果需要, 请先单击底部的“方法”选项卡。)



编辑方法的更多信息

编辑方法有多种方式。如果您需要为新分析创建新方法，则最好浏览一个方法然后编辑整个方法，如下所述。如果您仅要对现有方法做很少更改，最简便的方法是仅编辑需要更改的设置，如第 56 页的“编辑方法的一部分”所述。

编辑整个方法

您可以通过工具栏中的“方法”菜单或“编辑整个方法”图标，或者仪器视图中的“方法”图标编辑整个方法。如果您选择编辑整个方法，软件会相继显示所有相应的对话框。通过第一个对话框（图 23），您可以限制要查看并可能修改方法的哪些部分。如果编辑方法时您需要其详细信息，在每个对话框中单击“帮助”按钮。

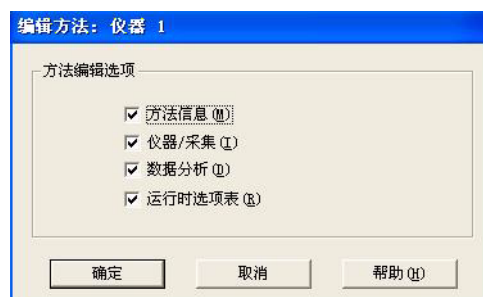


图 23 您可显示并修改的方法的部分

运行时选项表（列于图 23 的最后一项）控制着您运行分析时软件执行方法的哪些部分。如图 24 所示，一个完整的方法可同时包含数据采集和数据分析。

注意

请确保编辑后保存方法。

3 数据采集
编辑方法的更多信息

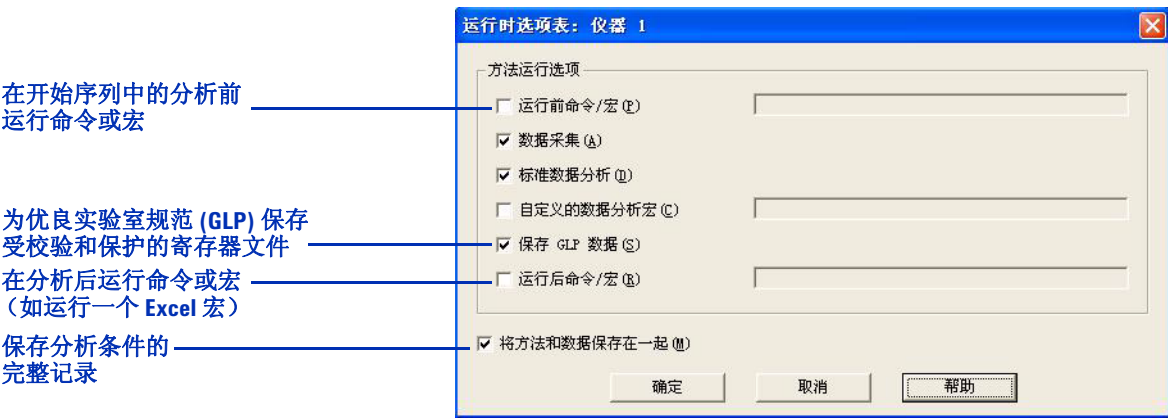


图 24 运行时选项表

编辑方法的一部分

如果仅需要更改数据采集方法中的很少设置，可以编辑该方法的一个子集。您可以通过系统视图（图 25）或“仪器”菜单完成此操作（图 26）。外部阀（如果存在）不出现在系统视图中。您必须通过“仪器”菜单编辑其设置。

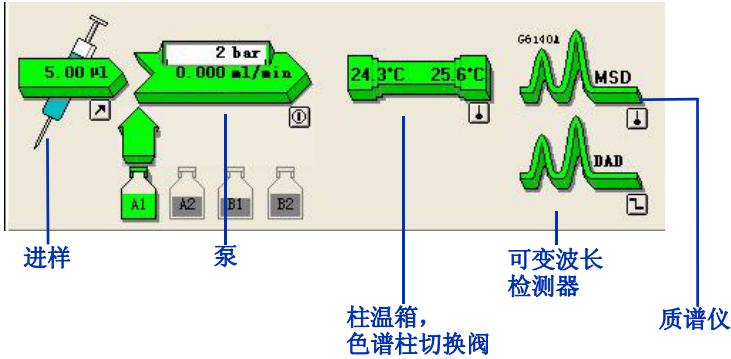


图 25 您可以单击系统视图中的模块来访问允许您更改设置的菜单。



图 26 您可以使用“仪器”菜单来编辑系统中特定模块的参数。

注意

请确保更改仪器设置后保存方法。

有关设置 LC 参数的详细信息，请参见第 34 页的表 1。有关设置 MS 参数的详细信息，请参阅下表。

表 2 设置 MS 的任务

如果您要：	单击 MS 图标，然后选择以下菜单项：	或从“仪器”菜单中选择以下项
设置扫描范围或 SIM 离子	设置 MSD 信号	设置 MSD 信号
设置仪器极性	设置 MSD 信号	设置 MSD 信号
设置干燥气体流量或温度或雾化器压力	雾化室	MSD 的更多设置 > 雾化室
设置毛细管电压	雾化室	MSD 的更多设置 > 雾化室
运行时选择要保存的 MSD 参数	数据曲线	MSD 的更多设置 > 数据曲线

运行样品

LC/MS 化学工作站提供三种方式来运行样品：

- 交互式运行单个样品并创建单个数据文件。
- 通过序列运行单个或多个样品，并为每个样品创建数据文件。
- 通过 **FIA**，在单个数据文件中运行多次进样。

FIA = 流动注射分析

您可以使用相同方法运行序列中的单个样品或多个样品。对于 **FIA**，您必须修改方法才能在同一运行中启用多次进样。

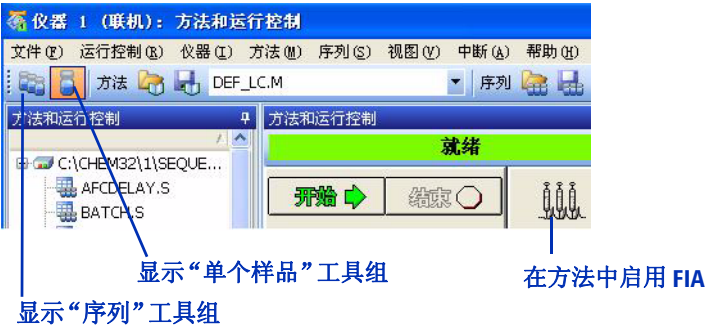


图 27 要运行样品，先单击相应的图标。

运行单个样品

在您设置并保存了方法后，就准备好了交互式运行单个样品。如图 28 所示，该软件提供了多种途径来输入样品信息并启动运行。

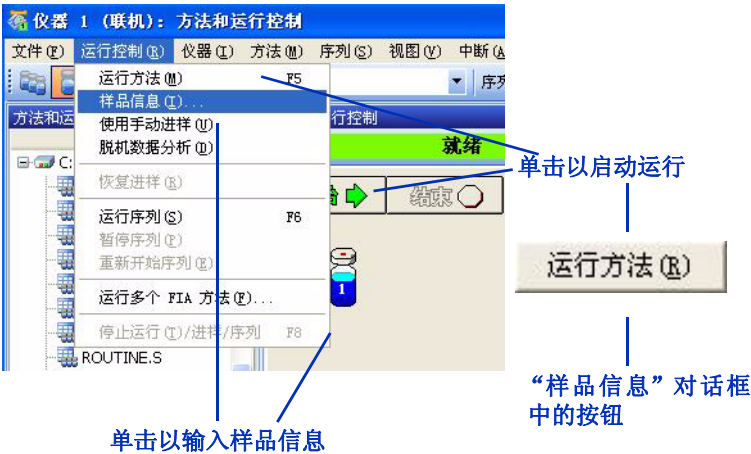


图 28 输入样品信息并启动运行的多种方式

运行序列

要运行无人参与的自动序列中的样品，先单击该图标显示以“序列”工具组。

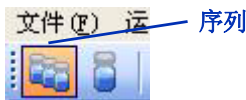


图 29 单击左边的“序列”图标，可访问“序列”工具组和显示样品盘的进样视图。

调用、编辑、保存和打印序列

当您需要调用、编辑、保存和打印序列时，有几种方式可访问必需的功能：

- 从“序列”菜单中选择。

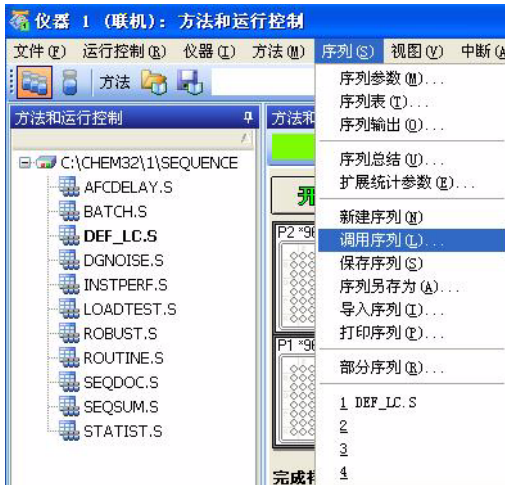


图 30 “序列”菜单允许您调用、编辑、保存和打印序列。

- 使用工具栏或序列下拉列表。



图 31 使用序列的工具

- 使用“方法和运行控制”文件列表。
(如果需要,先单击底部的“序列”选项卡。)



图 32 您可在空白区域单击鼠标右键以查看菜单,或双击一个序列对其调用。

- 使用进样视图。



图 33 单击进样视图以访问菜单。

编辑序列的更多信息

当您编辑序列时，以下对话框是可用的：

- 序列参数—您输入信息，例如，数据文件路径、要运行的方法的部分和关闭系统的后序列命令 / 宏。
- 序列表—包括样品列表和所有校正信息
- 序列输出—控制报告（样品结果和序列总结）的打印
- 导入序列—您可通过它从文本 (.txt) 文件或分隔文件（如 Microsoft® Excel 中创建的逗号分隔值 (.csv) 文件）中导入样品表

注意

在您编辑完序列后，确保保存该序列。

启动序列

在您设置并保存了序列和其使用的所有方法后，您就可以运行该序列。如图 34 所示，该软件提供了多种方法来启动序列。

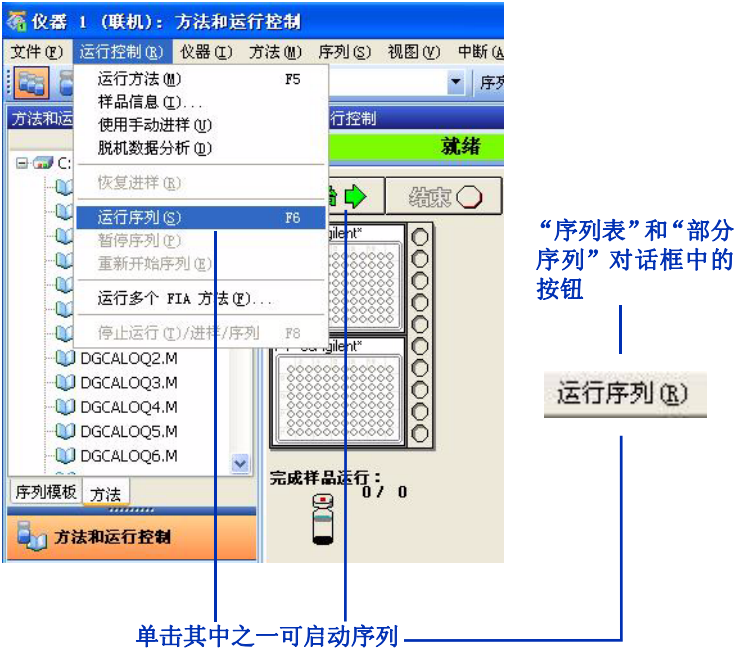


图 34 启动序列的多种方法

流动注射分析

流动注射分析 (FIA) 是多个样品在同一运行中的进样，且在无色谱柱的情况下执行。当您要优化诸如以下的 MS 参数时 FIA 非常有用：

- 干燥气体流量和温度（取决于流动相、流速以及电离模式）。
- 雾化器压力（取决于流动相、流速以及电离模式）。
- 解离电压（取决于化合物的结构）。

FIA 在快速检查化合物灵敏度和线性，或在无分离的情况下随时执行分析时也是非常有用的。

在方法中设置 FIA

您可以通过“方法”菜单或“FIA”图标将 FIA 添加到方法中（请参见图 35）。

优化单个样品的设置 “编辑 FIA 系列”对话框具有自动填充功能，因此您可以自动建立 FIA 表。您最多可选择两个 MSD 参数，然后自动增加其设置。此功能可使您轻松设置 FIA 来优化设置，如图 36 中的示例所示。如果您以后决定添加设定值，可以使用插入行 / 添加行功能。

注意

一些参数（如气体温度）要花费一些时间才能达到设定值。在这些情况下，可在每个设定值执行多次进样并允许进样间的时间更长。

进样多个样品 如果需要进样多个样品来检查灵敏度或线性，您也可以使用“编辑 FIA 系列”对话框中的自动填充功能。这种情况下，使 MS 参数保持常数仅增加样品瓶号。或者，您可以用插入行 / 添加行功能来添加样品。图 37 显示了 FIA 线性检查的一个示例。

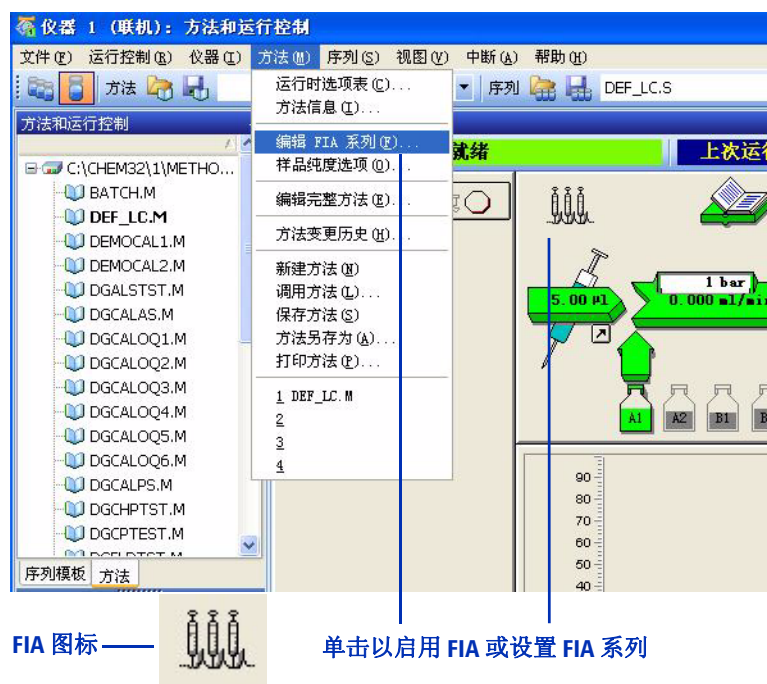


图 35 在方法中启用 FIA 的两种方式

3 数据采集
流动注射分析

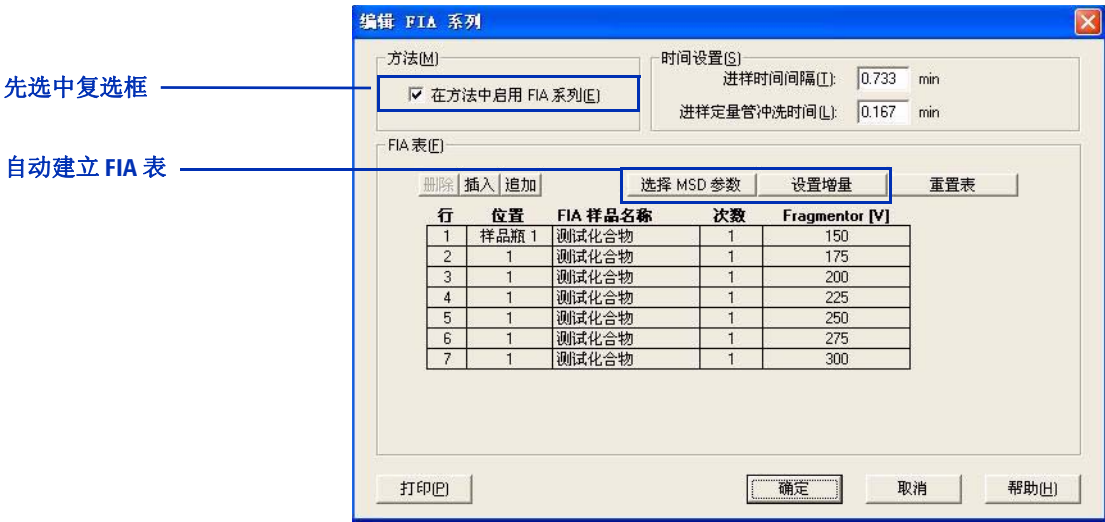


图 36 FIA 是优化 MS 参数的便捷方式。本示例显示了离解电压的测试。

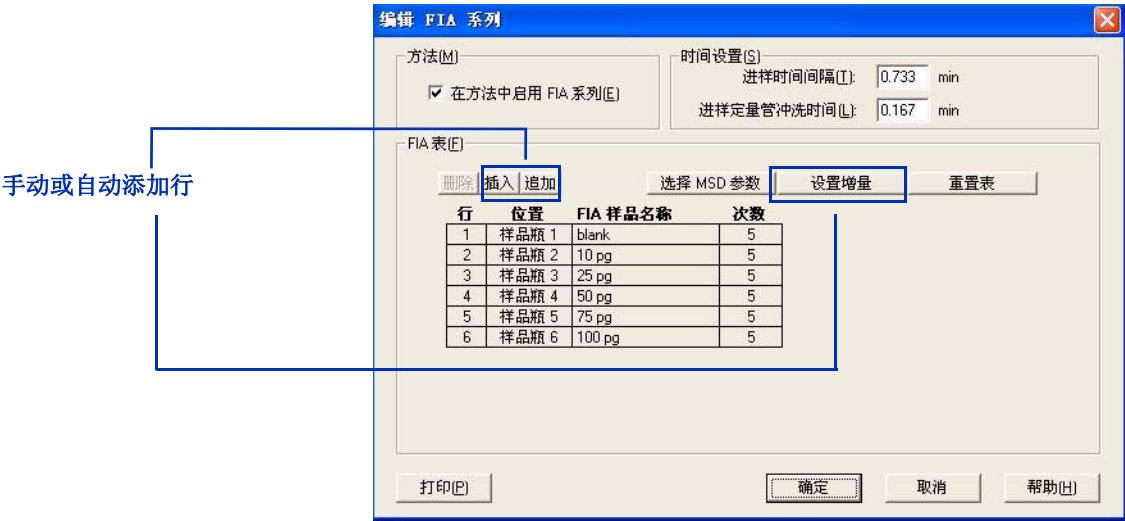


图 37 对于纯样品，FIA 系列可用于检查灵敏度或线性。本示例显示了一个线性检查。

运行多个 FIA 方法

如果您有多个化合物要测试或您需要执行更复杂的方法开发，则可以运行一连串的 **FIA** 方法，类似于序列。您可通过“**运行控制**”菜单访问该功能。

监测分析

在线信号图

分析过程中，您可以查看在线信号，如图 38 所示。（选择“查看”>“在线信号”。）

您可以单击信号显示左下方带箭头的小框，将在线图谱显示为一个独立的窗口。如果您想让窗口变大以能够查看更多的信号，此功能很有用。



对于在线图谱，您可以选择要显示哪些信号，且您可以调整 x 和 y 轴的刻度。

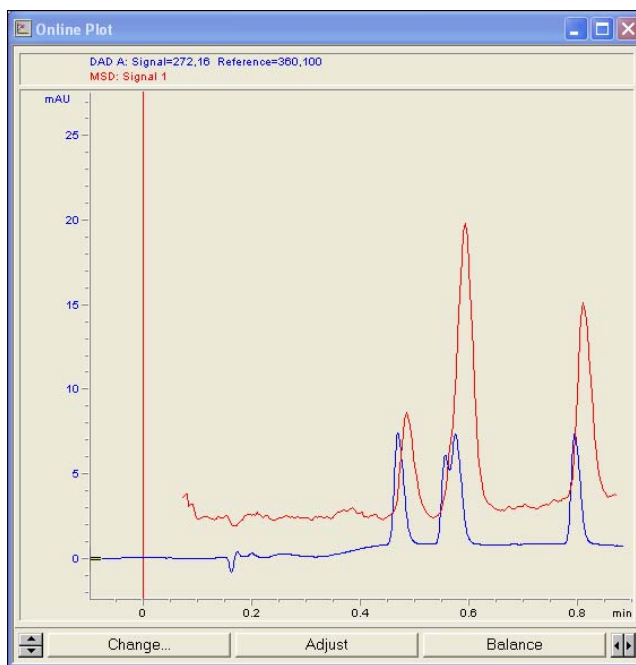


图 38 在线图谱

快速方法概览

您可以在在线图谱的正右方获取方法参数的快速概览。您可以选择要查看哪种类型的设置，包括 **LC**、**MS** 和数据分析设置。您可以单击每个参数来显示可更改该参数的对话框。

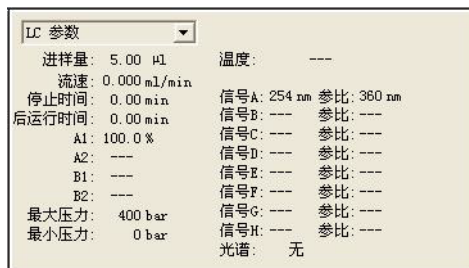


图 39 快速方法概览，显示 LC 设置

日志

在“方法和运行控制”视图中以下几个日志很重要：

当前日志

当前日志存储所有错误、系统和事件消息，对于常规信息和故障排除很有帮助。它记录了诸如化学工作站开启和关闭、序列和方法的调用、序列和方法的运行等事件。

图 40 显示了如何查看当前日志。

该日志文件位于 **CHEM32** 中仪器文件夹下的临时文件夹（如 **C:\CHEM32\1\TEMP**）中，名称为 **INSTRx.LOG**（其中 **x** 为仪器编号）。

运行日志

RUN.LOG 存储了与特定样品分析有关的所有消息。它位于数据文件文件夹中。您可以用它来检查样品是否被正确处理。

序列日志

序列日志显示了序列运行时发生的情况。您可以用它排除无人值守的操作中发生的故障。

图 40 显示了如何查看序列日志。

日志文件的名称为 **sequencename.LOG**（其中 **sequencename** 为化学工作站序列的名称）。该软件会在序列每次运行时生成一个日志文件，通常在仪器文件夹中的 **DATA** 文件夹中（例如，**C:\CHEM32\1\DATA**）。

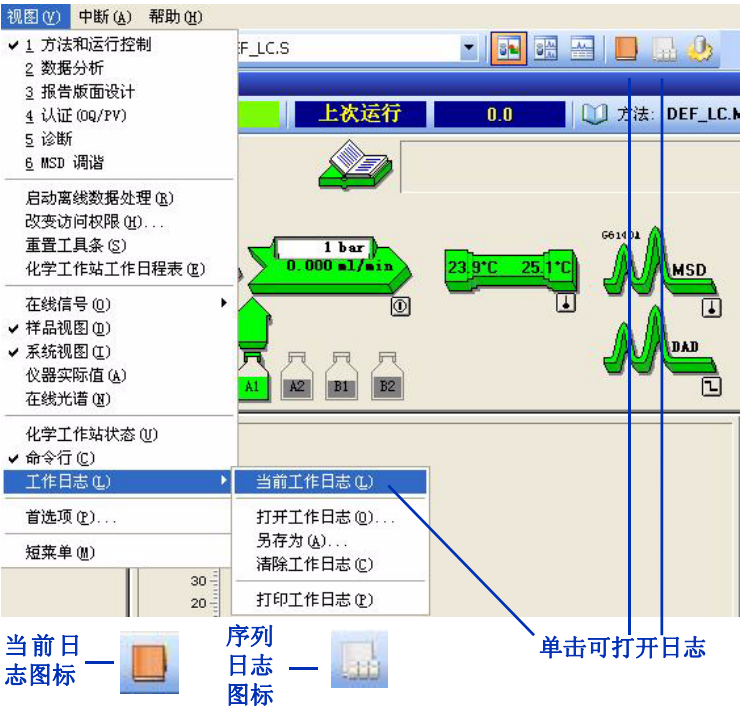


图 40 您可以通过“查看”菜单或“日志”图标查看日志。

仪器关闭

分析结束后，如果您计划当天不再分析更多样品，则执行以下操作非常重要：

- 不使用缓冲区，用流动相冲洗系统。
- 将系统置于待机模式。

有关详细信息，请参见《*Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南*》中的“基本操作”一节。

3 数据采集

仪器关闭



4 数据分析

数据分析视图	74
调用和处理色谱图	75
调用信号	76
从色谱图显示中删除信号	79
更改色谱图的显示方式	80
使用光谱	81
显示光谱	82
峰纯度	83
执行定量分析	84
积分峰	84
校正	86
数据浏览和序列数据再处理	88
导航表	88
批处理浏览	88

在本章中，您将了解有助您分析数据的概念。有关与数据分析相关的概念的详细信息，请参见以下两本手册：

- *安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站*
- *安捷伦 LC 3D 系统化学工作站：了解光谱软件*

有关与任务相关的深入信息以及有关对话框和工具栏的特定信息，请参见在线帮助。有关工具栏上所有按钮的说明，请在帮助中双击“用户界面参考”，然后双击“工具栏”。



数据分析视图

数据分析视图（如图 41 所示）提供了用于定量和定性数据分析的所有工具。在此视图中，您可以：

- 评估色谱图和光谱
- 查看来自 MS 和 UV 检测器的信号，并对其进行比较
- 对峰进行积分并执行定量分析
- 检查峰纯度
- 执行解卷积（使用可选的安捷伦 LC/MSD 解卷积和生物分析软件）
- 通过预定义的报告模板生成报告
- 对序列中的数据进行再处理



图 41 “数据分析”视图提供用于定性和定量分析的菜单和工具。

调用和处理色谱图

在化学工作站软件中，色谱图被称为“信号”

化学工作站软件可在同一数据文件中存储多个信号。信号的示例是 MS 色谱图和 UV 色谱图。

对于许多分析而言，能够比较不同检测器或不同仪器设置所产生的结果，或比较不同样品的结果是很重要的。通过化学工作站软件，您能够调用并比较同一数据文件中或不同数据文件间的信号。例如，在同一数据文件中，您可以两种不同碰撞诱导解离设置或离子极性同时调用并评估 UV 和 MS 数据或 MS 数据。您可以调用多个样品中的数据文件，以比较保留时间和峰高。

TIC — 总离子色谱图
EIC — 萃取离子色谱图
BPC — 基峰色谱图

该软件还允许您调用特定于 MS 的色谱图。这些色谱图包括：

- 总离子色谱图 (TIC) — 包括每个时间点上的所有离子的色谱图
- 萃取离子色谱图 (EIC) — 选定 m/z 值或某范围内值的色谱图
- 基峰色谱图 (BPC) — 代表数据文件中每个光谱的最大峰丰度的色谱图

总离子色谱图和基峰色谱图可用于查找样品中的所有色谱峰。由于其专属性，萃取离子色谱图是定量分析的理想选择。您还可以使用萃取离子色谱图检查色谱峰的纯度。当色谱峰由一个以上的组分组成时，EIC 经常无法对齐。

调用信号

调用信号的方式

化学工作站软件提供了几种调用色谱图（信号）的方式：

- 从“文件”菜单中选择。

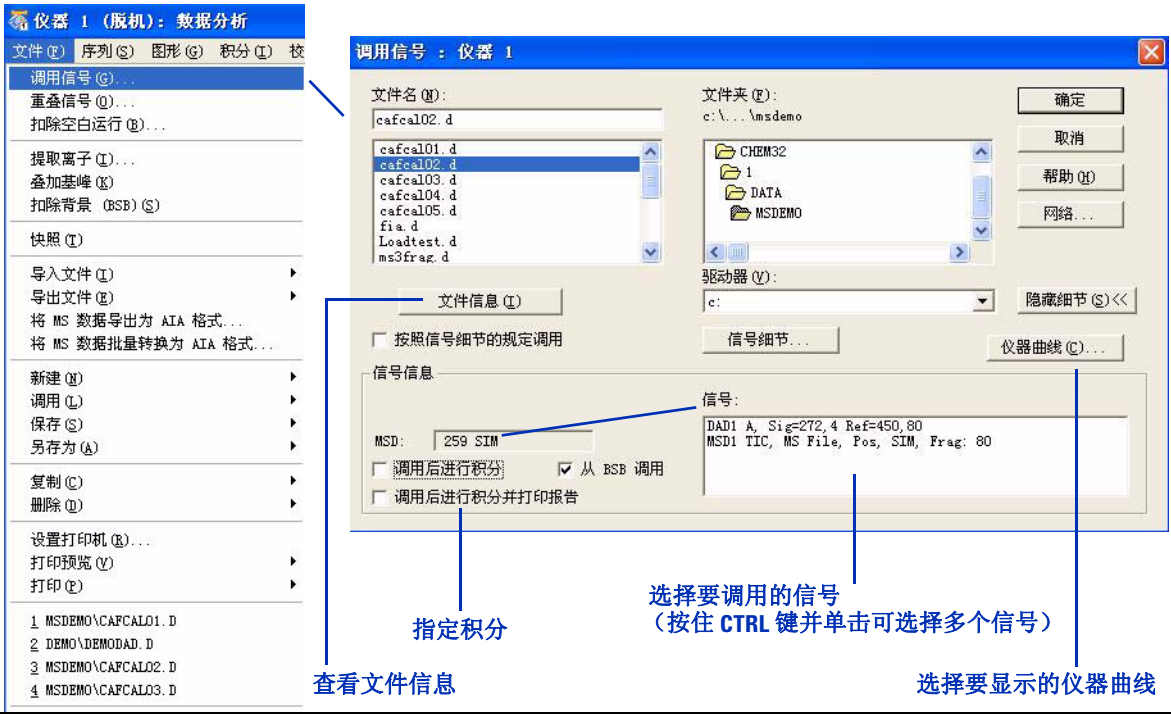


图 42 通过“调用信号”对话框，您可以选择要调用的数据文件和信号。

- 使用顶部工具栏。

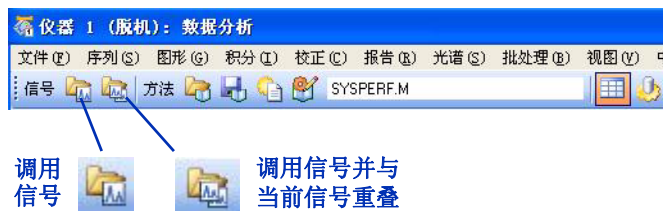


图 43 调用信号的工具。

- 使用化学工作站资源管理器中的“数据文件”列表。
(如果需要, 先单击底部的“数据”选项卡。)

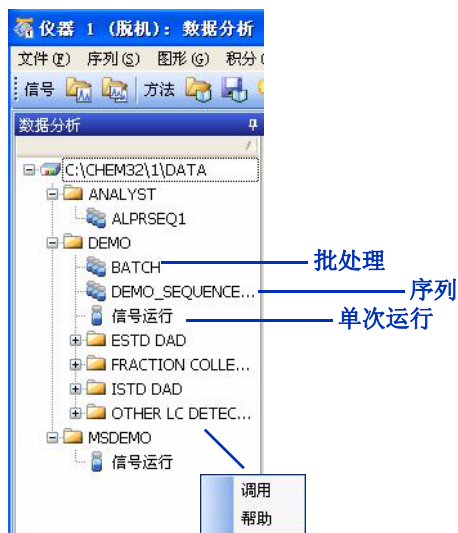


图 44 您可以用鼠标右键单击样品瓶以查看菜单, 也可以双击样品瓶以调用多个数据文件。

更新选择

调用一个或多个数据文件的信号后，软件将允许您更新选择。参见图 45 和图 46。

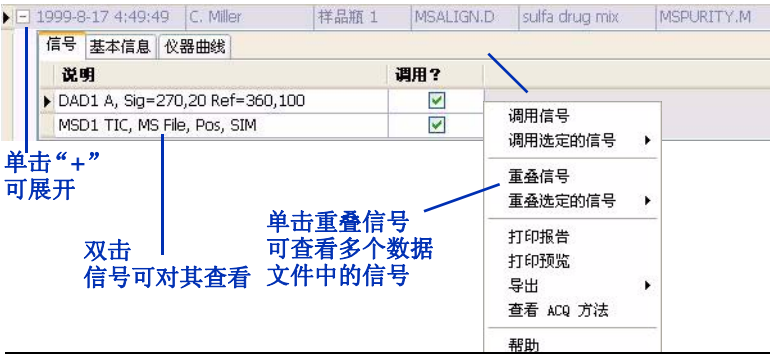


图 45 可以通过双击某个信号（左侧）而查看特定信号，也可以通过右键单击以在右侧显示菜单。

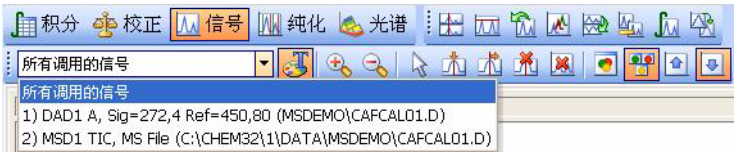


图 46 可以通过从下拉菜单中选择来查看特定信号。

有关信号的更多信息

除了从单个数据文件调用信号，“文件”菜单还允许您从多个文件调用信号，并显示萃取离子色谱图和扣除背景的色谱图。

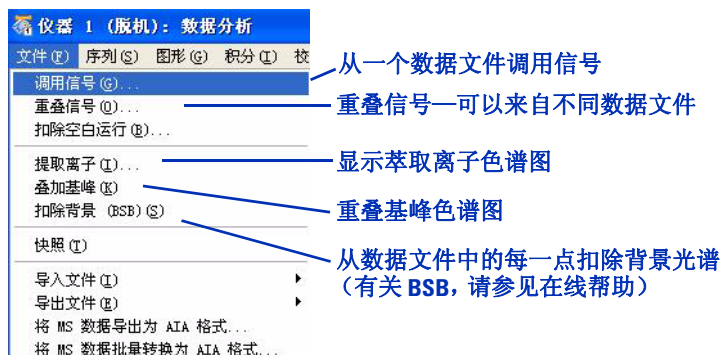


图 47 “文件”菜单提供调用色谱图以及执行背景扣除的方式。

在化学工作站软件中，“重叠”表示同时调用一个以上的信号。

在“文件”菜单中，“重叠信号”允许您比较来自不同样品或进样的信号，因此您能够仔细检查细微差异。请注意，虽然术语“重叠”可能意味着在同一窗口中将信号显示在其他信号的顶部，但是实际上您可以使用可从“信号”工具组、“纯度”工具组或“图形”工具组访问的按钮来控制显示。这些按钮分别是：



显示重叠

(在“图形”工具组中，此按钮可在重叠和独立状态间切换。)



显示独立

从色谱图显示中删除信号

如果同时显示的信号过多，则各显示会变得太小或难以查看。该软件提供了两种方式，可从显示中删除信号：

- 选择“视图” > “窗口功能” > “删除窗口”。
- 使用“信号”工具组和“纯度”工具组中允许您从色谱图显示中删除信号的工具。



更改色谱图的显示方式

分析数据时，能对数据显示进行控制是很有用的。例如，您可能想在独立的窗口中显示各色谱图，或在单个窗口中重叠显示这些色谱图。如果您想查看同一分析中的 UV 和 MS 色谱图，独立窗口通常是最佳选择。如果您需要比较两种复杂样品间的细微差异，重叠窗口也许更合适。

能够进行缩放、添加标注、对齐色谱图（例如，UV 和 MS 色谱图）以及控制是否显示保留时间和积分基线也是很有用的。

为满足这些需求，化学工作站软件提供了自定义色谱图显示的方法：

- 从“图形”菜单中选择。

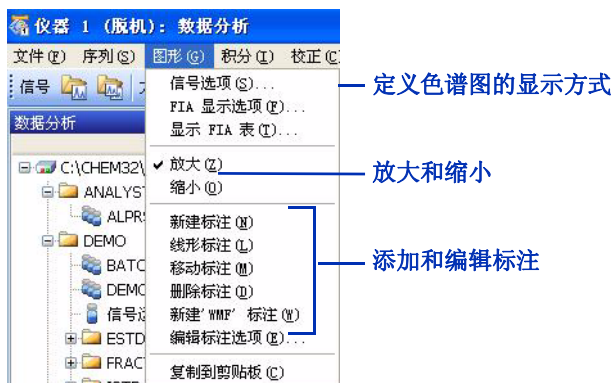


图 48 “图形”菜单提供了更改软件显示色谱图方式的方法。

- 使用如下所述的工具组。

- “图形”工具组



图形工具提供了更改信号显示的方法。可以添加标注，以及更改是否显示化合物名称、保留时间、基线、标题和轴。可以打印窗口然后将窗口复制到剪贴板。

显示“图形”工具组的图标位于“数据分析”窗口的中部附近。

- “信号”工具组



通过信号工具，您可以更改色谱图的显示。您可以更改独立显示为重叠显示、对齐 x 轴和 y 轴、按满量程还是按相同量程显示信号、平滑色谱图、扣除色谱图（例如，扣除空白运行）以及对色谱图执行其他操作。

使用光谱

在化学工作站软件中，背景光谱称为“参比光谱”。

借助化学工作站软件，您可以显示 UV 和质谱。

通过 MS 数据，色谱图中的每一点都有一个关联的质谱。可以显示单光谱、平均光谱和扣除背景的光谱。对于 LC/MS 数据，通常从每个分析物光谱中扣除背景光谱。扣除背景光谱时，便删除了可归于流动相和其他背景的离子。

对于 UV 信号，根据存储模式不同，可能仅有峰顶点或峰中的光谱。仅当您设置方法的 UV 检测器部分时将“保存”设置为“全部”的情况下，色谱图中的每个点才都会有一个光谱。

显示光谱

化学工作站软件提供了几种显示光谱的方法：

- 从“光谱”菜单中选择。

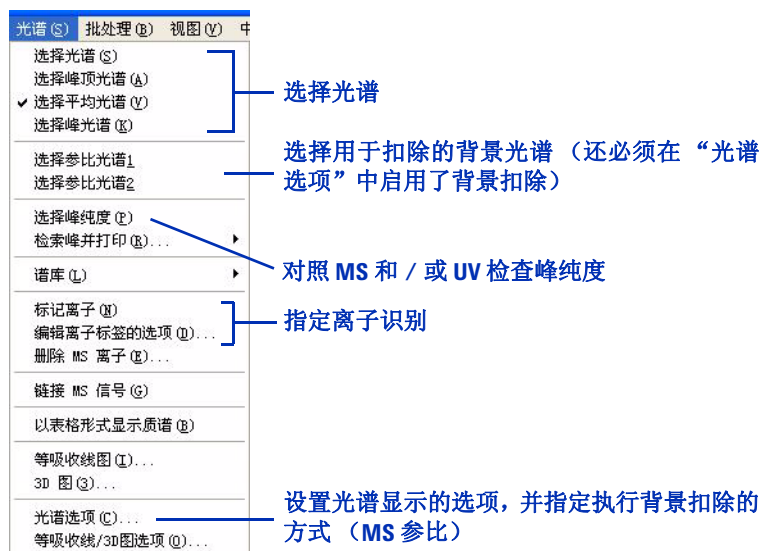


图 49 “光谱”菜单提供了选择和显示光谱的方法。

- 使用如下所述的工具组。

- “光谱”工具组



光谱工具帮助您快速显示和评估光谱。可以选择光谱（包括背景光谱），放大和缩小，将光谱保存到库，搜索光谱库，设置光谱选项，选择用于纯度分析的色谱图峰，以及执行其他与光谱相关的任务。

- “计算”工具组



通过计算工具，您可以对光谱进行加、减和乘操作。您可以通过此处显示的图标访问这些操作，该图标属于“光谱”工具组。

峰纯度

对于许多分析，了解色谱峰是表示单一组分还是多个组分是很重要的。通过化学工作站软件，您可以使用 UV 和 / 或 MS 数据评估峰。要开始评估，请选择“光谱”>“选择峰纯度”。有关峰纯度的详细概念，请参见《安捷伦 LC 3D 系统化学工作站 了解光谱软件》。

执行定量分析

ESTD —外标校正
ISTD —内标校正

校正曲线是 y 轴上的峰面积或高度与 x 轴上的浓度之比的图形。

定量分析是确定样品中每种组分含量的过程。通过将样品中分析物的峰面积或高度与标准已知浓度的峰面积或高度进行比较，来执行定量分析。对于每种标样和样品，可以添加恒量的内标，可用于修正进样量和检测器灵敏度等的细微差异。

对于定量分析，最好对数据采集使用 SIM 模式，原因是该模式在整个峰中生成更多数据点，这提供了最佳精度和准确度。执行定量分析时，通常以对样品进行区间循环校正的浓度来分析标样。然后可使用化学工作站软件为每种分析物生成校正曲线，并确定样品中每种分析物的含量。

积分峰

积分—计算峰面积的过程

确认离子—用于确定用于定量分析的离子属于分析物而非属于干扰的离子

测定峰面积是定量分析的基本组成部分。为避免干扰，可使用萃取离子色谱图 (EIC) 而非总离子色谱图的峰面积。可以使用分子离子的 EIC 进行定量分析，使用一个或多个碎片离子的 EIC 进行确认。后者称为“确认离子”，必须为这些离子配置合适的比率，才能确认是否存在分析物。

在化学工作站软件中，“信号细节”指定了哪些提取离子信号用于定量分析以及哪些（如果有）用于确认离子。可以在“校正”菜单中访问“信号细节”，并且可以保存方法中的“信号细节”。

为确保对峰的积分正确，需要建立相应的积分参数。浓度最低的标样通常代表了积分的最大挑战，因此最好使用该标样来改进积分设置。然后您可以将这些积分参数和方法一起保存，并将其应用到较高级别的标样和样品中。

化学工作站软件提供了一种以上的方法来设置积分参数以及执行峰积分：

- 从“积分”菜单中选择。

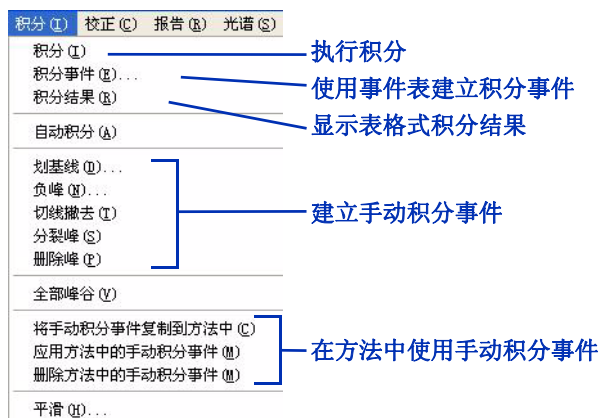


图 50 “积分”菜单

- 使用“积分”工具组。



积分工具帮助您执行积分和生成报告。可以定义积分事件，执行自动和手动积分，绘制基线，放大和缩小，指定报告类型，以及查看和打印报告。

注意

完成后，请务必将积分设置和方法一起保存。

有关积分概念的更多信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》。

校正

校正曲线是 y 轴上的峰面积或高度与 x 轴上的浓度之比的图形。

执行校正时，可将标样的峰积分插入到校正表中。软件使用这些区域生成校正曲线。

在化学工作站软件中，每一种浓度的标样都称为一个“级别”。当对最低浓度的标样进行积分后，可将其添加到校正表中作为级别 1。然后，添加次低浓度的标样作为级别 2，依此类推，直到添加了所有标样。

提示：如果已将“信号细节”（请参见**校正**菜单）保存为方法的一部分，则可以自动调用每种标样的萃取离子色谱图并对其积分。（请参见图 51。）



图 51 突出显示的功能可较快的向校正曲线添加级别。

化学工作站软件提供了以下方法来原因校正：

- 从“校正”菜单中选择。

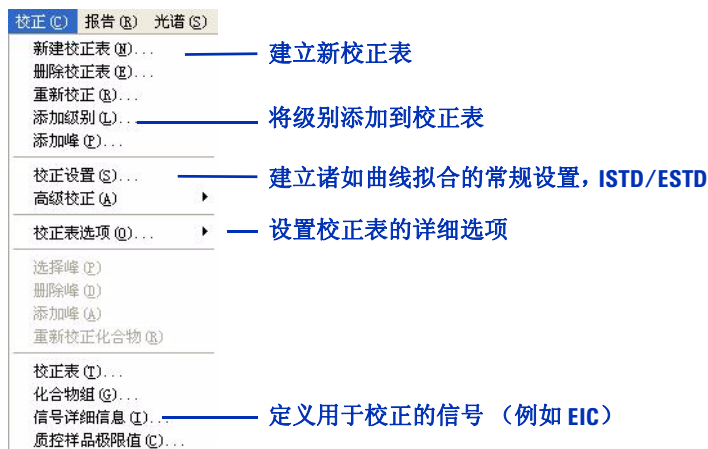
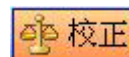


图 52 “校正”菜单

- 使用“校正”工具组。



校正工具提供了完成校正任务和生成报告的快速方法。可以创建新校正表、将级别和峰添加到表、使用当前色谱图重新校正，以及执行其他校正任务。还可以指定报告类型，以及查看和打印报告。

注意

完成后，请务必将校正表和方法一起保存。

有关校正概念的更多信息，请参见《安捷伦化学工作站：了解您的化学工作站》。

数据浏览和序列数据再处理

化学工作站软件为您提供了两个选项，可快速浏览多个数据文件。
可以使用导航表或批处理浏览功能。

导航表

导航表显示了给定文件夹中的数据文件，并提供了在样品中导航的便捷方式。可以使用导航表进行数据浏览或再处理序列。



图 53 导航表，显示有序列运行的列

批处理浏览

批处理—用户从序列（使用单一用户定义的方法处理）中选择的一系列数据文件

通过批处理浏览可以快速浏览序列或从序列中选择的分析物。可以将批处理浏览用于定量分析也可用于定性分析。只要运行序列，软件就会生成一个批处理文件（扩展名为 .b）并将其放置在数据文件所在的同一文件夹中。且与数据文件一起被保存在数据子目录中批处理文件中包含数据文件的索引，

可通过“批处理”菜单调用批处理（图 54）。调用批处理时，可以选择用于批处理的方法并分别选择所需的数据文件。

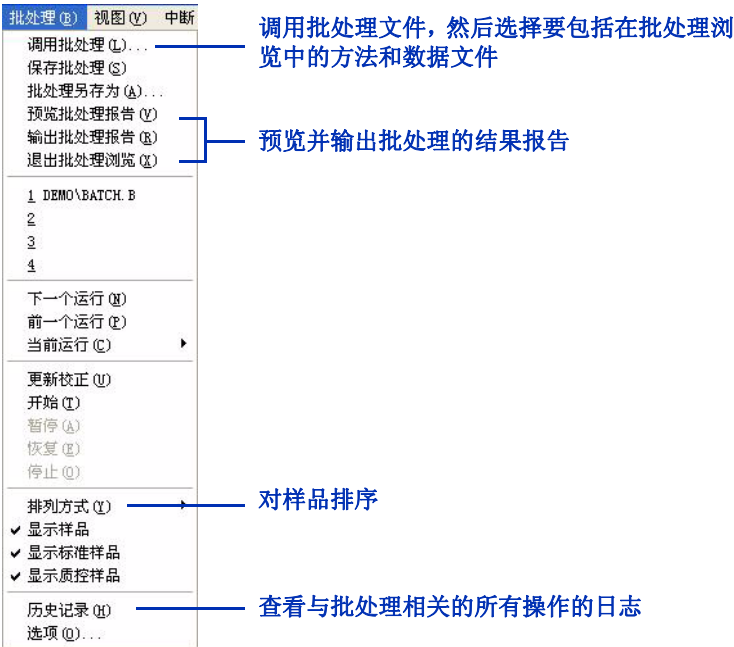


图 54 “Batch” 菜单

调用批处理时，软件显示（在“数据分析”窗口的底部附近）“批处理浏览”工具栏、批处理表和化合物列表。要获取帮助，请单击工具栏上的问号。

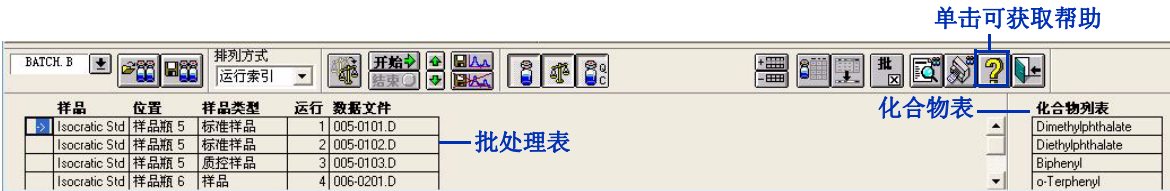


图 55 “批处理浏览” 工具栏、批处理表和化合物列表

4 数据分析

批处理浏览



5 报告

使用预定义报告	92
生成报告	92
报告类型	93
定义自定义报告	94
过程总结	94
报告模板示例:	94
“报告格式”视图	95

您将在本章中了解能帮助您生成结果报告的概念。

与报告相关的更多概念，请参见以下两本手册：

- *安捷伦化学工作站：了解化学工作站*
- *安捷伦 LC 3D 系统化学工作站：了解光谱模块*

对于任务相关的详细信息以及有关对话框和工具栏的特定信息，请参见在线帮助。有关工具栏上所有按钮的说明，请在帮助中双击“**用户界面参考**”，然后双击“**工具栏**”。



使用预定义报告

提供所分析样品的定性或定量信息的报告。您可以打印报告，在计算机屏幕上显示报告或者将报告保存成文件。化学工作站软件包括许多预定义的报告类型，您还可以为自定义报告生成新类型。

生成报告

生成报告的方法

化学工作站软件在“数据分析”视图中给出了几种生成报告的方法：

- 从“报告”菜单中选择。



图 56 “报告”菜单提供打印报告和设置报告属性的方法。

- 使用“积分”工具组或“校正”工具组中的报告工具。可通过单击右侧按钮中的一个来访问这些工具组。

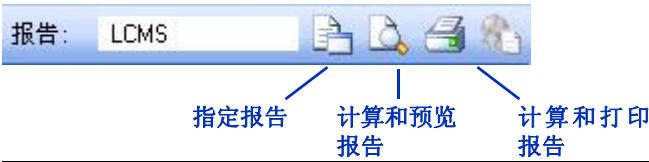


图 57 使用报告的工具

系统适用性报告

使用“报告”菜单中的“系统适用性”，可以在分析前和分析过程中检查系统性能。使用该报告类型，您可以设置保留时间的上限和下限、峰高、峰宽、理论塔板数、分离度、谱库匹配、峰纯度以及校正峰的其他属性。选择一种“性能”报告类型后，当任何参数超出指标时，报告会将其指出。

注意

完成以后，请务必将报告参数与方法一同保存。

报告类型

化学工作站软件提供多种报告类型。以下两本手册中描述了大部分报告类型：

- 安捷伦化学工作站：了解化学工作站
- 安捷伦 LC 3D 系统化学工作站：了解光谱模块

有两种报告类型是 LC/MS 专用的，因此上述手册中没有讨论。

- LC/MS — 包括：
 - 数据文件中的表头信息
 - 总离子色谱图（可选）
 - 每个积分峰表格形式和图形方式的光谱
 - 解卷积结果（使用可选的 Agilent LC/MSD Deconvolution & Bioanalysis 软件可得到）。
- LC/MS 定性分析 — 包括：
 - 数据文件中的表头信息
 - 总离子色谱图（可选）
 - 提取每个积分峰的离子色谱图和光谱。

定义自定义报告

化学工作站软件提供设置自定义报告格式的功能，可包括文本、色谱图、表和公司徽标等自定义元素。文本可以是用户定义的文本或者是存储在化学工作站中的信息，例如样品名称、操作员和数据文件名。

过程总结

创建和使用自定义报告的全过程如下：

- 1 使用“报告格式”视图创建自定义报告格式，如第 95 页所述。
- 2 将自定义格式保存为报告模板。
- 3 通过调用数据文件并生成报告来测试报告模板。
- 4 将报告模板添加到可用报告类型列表。
- 5 将新报告类型添加到方法中并保存此方法。

有关详情，请参见在线帮助中**化学工作站教程**里的**报告格式教程**。

报告模板示例：

化学工作站软件包括示例报告格式。位于 **chem32\repstyle** 文件夹中。有关这些格式的说明，请参见《*Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南*》。

“报告格式”视图

“报告格式”视图（如图 58 所示）提供了创建自定义报告模板所必需的所有菜单和工具。

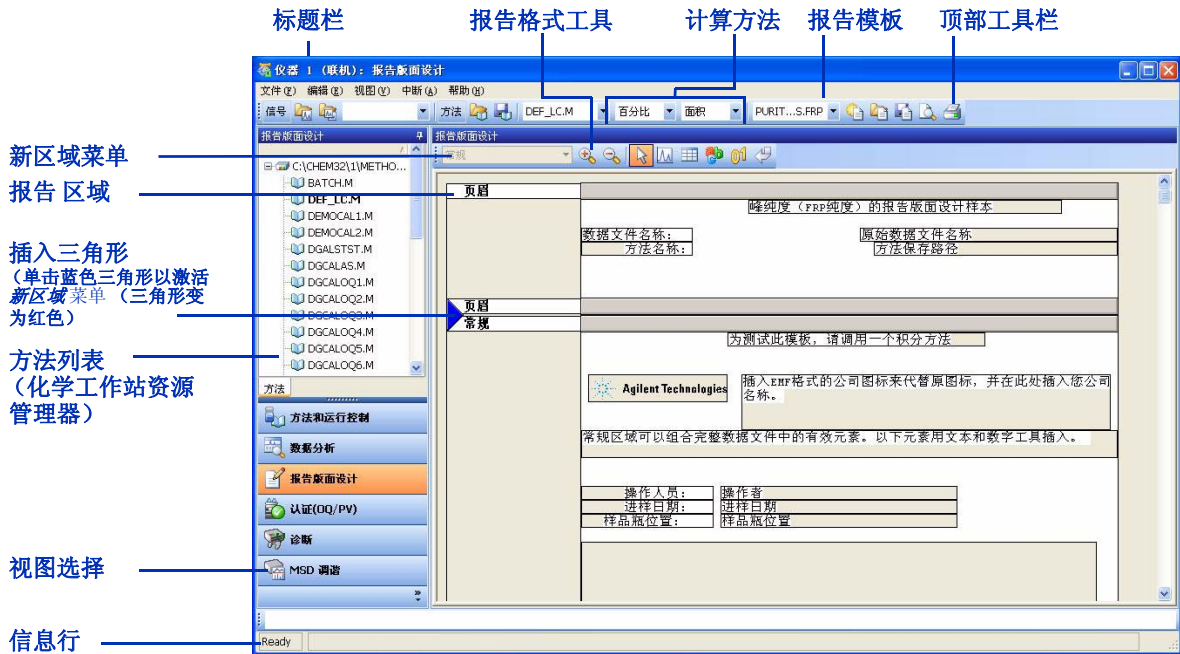


图 58 “报告格式”视图提供了设置自定义报告的图形界面。

“文件”菜单（如图 59 所示）提供了初始化、打开和保存报告模板的功能。您还可以从顶部工具栏访问此功能。（请参见图 58。）添加新区域后，可以使用图 58 中显示的报告格式工具来添加文本、色谱图和表。

5 报告

“报告格式”视图

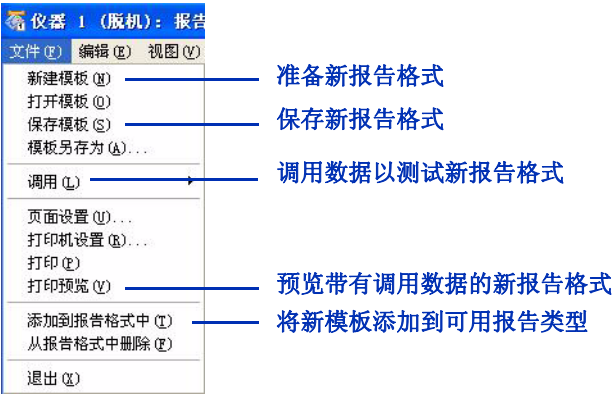


图 59 “报告格式”视图中的“文件”菜单



6 性能验证

验证 (OQ/PV) 视图	98
仪器验证	99
设置和运行仪器验证	100
软件中包含的 OQ/PV 测试	102
验证日志	103
系统验证	104
概述	104
设置和运行系统验证	105

本章中，您将了解能帮助您验证系统中硬件和软件性能的概念。化学工作站软件包括帮助您验证系统是否正常工作的测试和分析方法。本章介绍了该功能。



验证 (OQ/PV) 视图

操作认证 / 性能验证 (OQ/PV) 验证并证明仪器能够满足预定义的性能标准。您可根据实验室的特定需求来确定接受限值。通常，OQ/PV 过程会执行几个系统测试、报告结果并证明系统是否满足验收标准。使用“验证”视图（如图 60 所示），您或安捷伦服务工程师可以执行 OQ/PV。

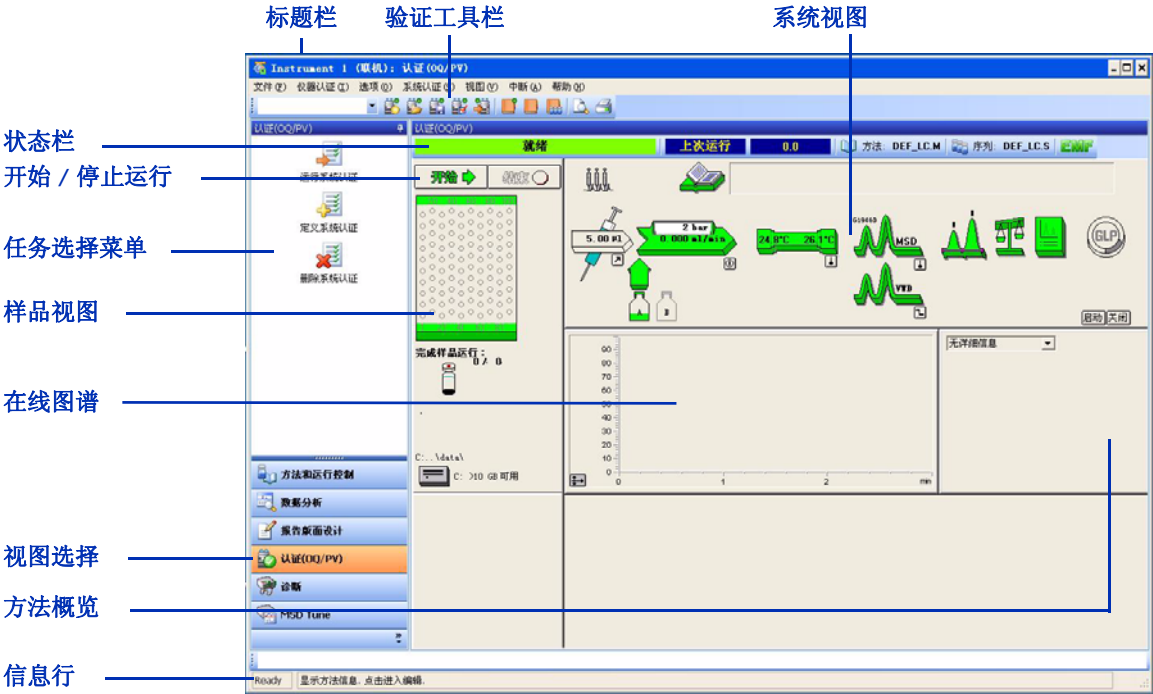


图 60 使用“验证”视图，您可以验证系统性能。

OQ/PV 频率取决于实验室的特定需求。通常您应在任何主要服务之后执行 OQ/PV。如果需要满足优良实验室规范 (GLP) 和优良生产规范 (GMP) 等条例，或者 ISO 9000 等质量或认证标准，系统可能需要更频繁地进行 OQ/PV。

仪器验证

仪器验证测试用于测试 LC/MS 系统的性能。要验证完整的 LC 系统，您必须执行一系列测试。特定测试取决于您配置的 LC 模块。测试可能包括：

- 进样器的交叉污染、线性和重现性
- 泵的梯度性能
- 柱温箱的温度准确度和精度
- UV 检测器的噪音、漂移、线性和波长准确度
- MS 检测器的线性
- 其他所需测试

可以使用化学工作站来定义要运行哪些测试，以及每个测试的验收标准。可以从安捷伦或实验室获得相应的标准，并使用软件指定的样品瓶装载自动进样器。然后，化学工作站运行测试，计算和打印报告，该报告将实际结果与指定的验收标准进行比较。每个报告都包括一个通过 / 失败标识。

设置和运行仪器验证

化学工作站软件提供了几种方式来设置和运行仪器验证：

- 选择“文件” > “新建”，或者“文件” > “打开”。软件将显示如图 62 中所示的对话框。
(直到您使用“文件” > “新建”设置了第一个仪器验证，使用“文件” > “打开”才有可以打开的文件。)
- 使用图 61 中所示的验证工具栏。

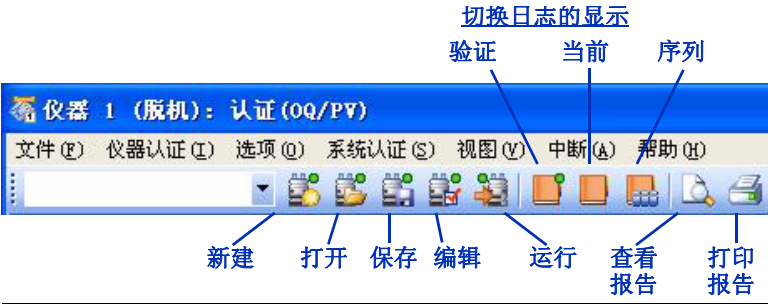


图 61 处理仪器验证的工具

设置新的仪器验证，打开现有仪器验证，或者编辑当前的仪器验证后，软件都会显示图 62 中所示的“编辑仪器验证”对话框。

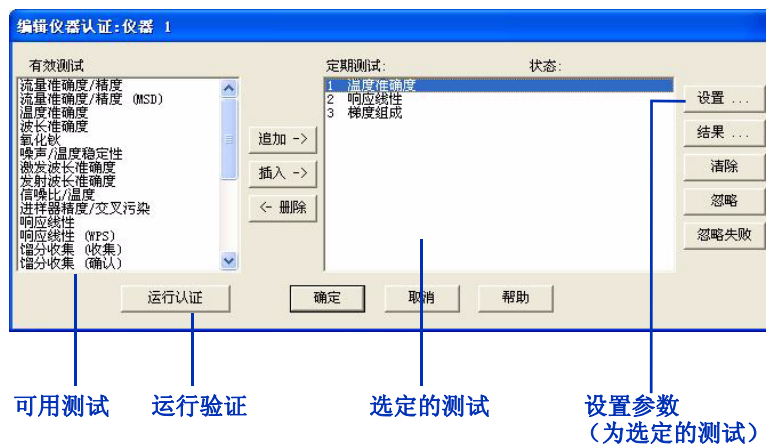


图 62 使用“编辑仪器验证”对话框，您可以确定特定测试及测试顺序。

图 62 中的“设置”按钮很重要。单击预定测试，然后单击“设置”，软件将显示特定于该测试的对话框。在该对话框中，您可以：

- 设置测试的特定条件（例如，测试哪一个监测器或通道流量）
- 建立测试的接受限值
- 单击“帮助”按钮可获取：
 - 测试的常规信息
 - 特定测试条件，例如所需标准和流动相。

软件中包含的 OQ/PV 测试

化学工作站软件包含多种验证测试。部分测试为：

- 流量准确度和精度
- 进样精确度和交叉污染
- 线性响应

“选项”菜单（如图 63 所示）确定了在给定时刻能使用的一组特定测试。

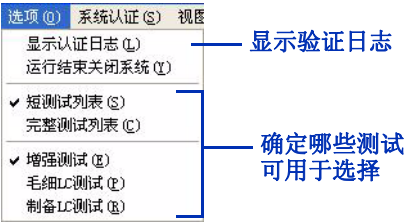


图 63 这些选项控制了您能选择用于仪器验证的测试类型。

在线帮助包括可用测试的完整列表，每个测试都有说明。要访问此信息：

- 1 打开帮助。
- 2 在左侧树视图的“目录”选项卡中，双击“用户界面参比”。
- 3 双击“菜单结构”。
- 4 双击“验证 (OQ/PV)”。
- 5 单击“选项”。
- 6 在右侧窗口中，单击“增强型测试成套功能”、“毛细管测试成套功能”或“制备测试成套功能”的链接。
- 7 单击这些测试中的任一个可查看详细信息。

验证日志

验证日志记录了与仪器验证相关的所有事件。日志中包含了一张表，该表列出了所有事件以及事件发生的日期和时间。“**仪器验证**”菜单为您提供了向日志中添加注释的机会。

可以从“验证”工具栏或者“选项”菜单打开验证日志，如图 61 和图 63 中所示。

系统验证

概述

系统验证测试使您可以验证您的化学工作站软件的操作是否正确并且一致。您可以通过使用特定的方法重新处理数据文件，并将结果与预定义的标准相比较来进行此验证。验证测试对于保证积分及定量结果的完整性至关重要。您可以使用标准的安捷伦验证测试，或使用其他方法和数据文件定义您自己的测试方法。安捷伦验证测试是一个受保护文件，您无法从化学工作站软件之外更改或删除该文件。

如果您的系统配备了 **Agilent 1100/1200** 系列二极管阵列检测器，则系统验证测试还允许您测试检测器电子元件。

设置和运行系统验证

如图 64 所示，有两种方式可用来访问执行系统验证的功能。



图 64 软件提供了两个位置用来设置和运行系统验证。

可以使用“**定义测试**”功能来定义您自己的验证测试。指定一个数据文件和一个方法文件，这两个文件都存储在受保护的寄存器中。运行测试时，软件将使用测试方法处理数据，并将结果与原始结果进行比较。软件将结果标识为“**通过**”或“**失败**”。

6 性能验证

设置和运行系统验证



7 维护和故障排除

“诊断”视图	108
概述	108
仪器面板	109
日志	111
维护	112
早期维护预警	112
维护日志	113
维护过程	113
放空和抽取 MS	114
诊断和解决问题	115
症状和原因	115
MS 诊断测试	116
解决问题	116

本章中，您将了解能帮助您维护和对 Agilent 6100 系列 LC/MS 系统进行故障排除的概念。化学工作站软件中的“诊断”视图包括用于维护和故障排除的软件工具。



“诊断”视图

概述

“诊断”视图提供以下功能：

- 了解系统问题的可能原因
- 执行诊断测试
- 抽取及放空 MS
- 获取早期维护预警，这样能在问题发生前执行维护。
- 在维护日志中记录维护
- 获取系统中模块的详细信息，例如序列号、固件版本和操作小时数

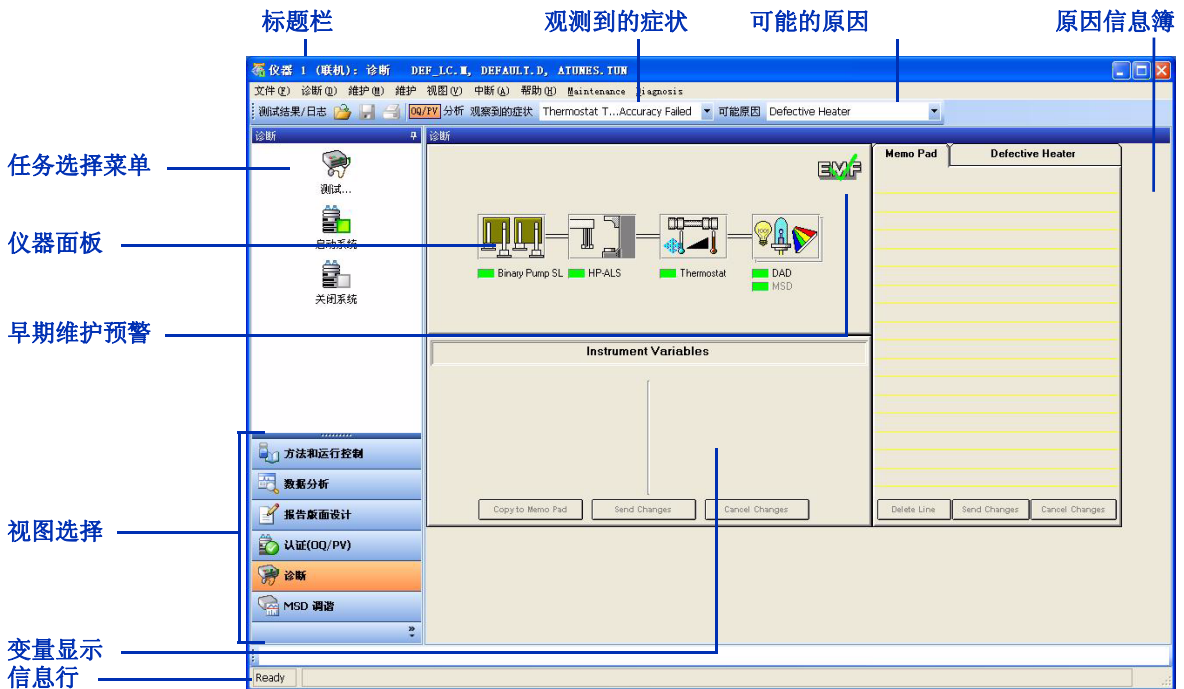


图 65 “诊断”视图可帮助您对系统进行故障排除及维护系统。

仪器面板

顶级显示

“诊断”视图中心的仪器面板显示系统中的所有模块。（请参见图 66。）您可单击每个模块显示一个菜单，该菜单使您可以执行以下操作：

- **更新变量显示**—在仪器面板下方的空间显示模块信息，例如序列号、固件版本和 LAN 地址。
- **显示模块细节**—显示模块的详细图解，如第 110 页的图 67 所示。
- **显示模块测试**—显示该模块的诊断测试列表，如第 116 页的图 71 所示。

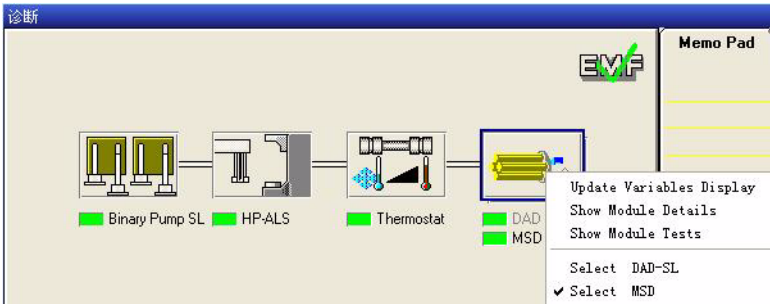


图 66 仪器面板—顶级显示

模块细节

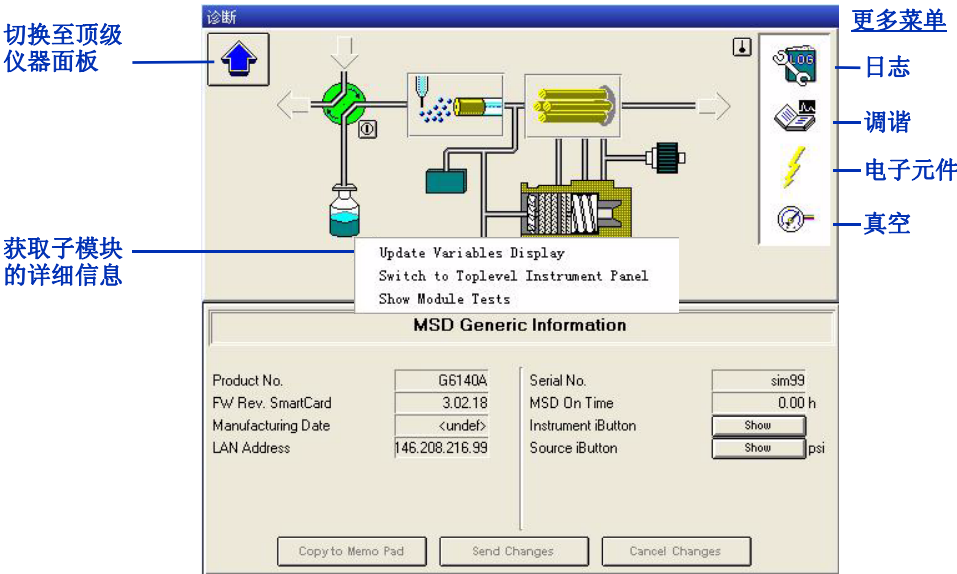


图 67 仪器面板—MS 的模块详细信息。

您在图 67 中显示的视图中移动鼠标时，只要光标从指针变成一个小手，您就可以单击以显示能访问子模块详细信息的菜单。例如，可以单击涡轮分子泵的图标来查看真空读数，或者单击四极杆的图标来查看其温度。还可以单击右侧白色区域中的图标来显示这些图标的菜单。

日志

“诊断”视图提供对许多日志的访问，这些日志有助于故障排除及维护。

- 错误日志—查看模块的最新错误
- 运行日志—查看最新运行的开始和停止时间
- 维护日志—查看最新维护事件。有关此日志的详细信息，请参见第 113 页的“[维护日志](#)”。
- 日期更改日志—查看日期更改

您可通过几种方式访问这些日志：

- “文件”菜单（“文件” > “打开” > “日志”）
- “日志”图标，如第 110 页的图 67 所示（单击该图标，然后选择“更新变量显示”）
- 顶部工具栏上的“打开”图标。



维护


对 LC/MS 系统进行正常维护有助于确保分析的质量，并避免因故障引发的高额维修费和意外的停工时间。化学工作站软件包括能帮助进行定期维护计划的功能。

早期维护预警

早期维护预警 (EMF) 将警告您进行必要的维护，这样您能防止问题发生。该软件允许您使用过去的经验来预测需要每种维护的时间。可以在“诊断”视图输入维护间隔的限值。



在“方法和运行控制”视图以及“诊断”视图中，当达到维护限值时，绿色的 EMF 复选标记将更改为黄色的问号。这时，您可以单击“诊断”视图中的 EMF 图标以查看 EMF 信息板中的限值，确定需要服务的模块。该模块的限值以黄色突出显示。



Memo Pad		EMF Info Pad	
		MSD (Detector) - G6130A - <undef>	
		Limit	Actual
MS Calibrant (A)	none	13489.9 day	
MS Calibrant (B)	none	13489.9 day	
MS Pump Fluid	none	2.0 day	
MS e- Multiplier	none	0 Bil	
MS Selection Valve	none	0	
MS Gas Conditioner	none	12276 l	

图 68 EMF 信息簿

维护日志

维护记录有助于确保系统保持极好的运转状况，当您有多名操作员时维护记录尤其重要。化学工作站维护日志提供了一个方便的地方记录您对 LC 模块或 MS 执行的任何维护。

可以通过“日志”图标（如第 110 页的图 67 所示）访问维护日志。（单击该图标，然后选择“维护日志条目”。）然后，通过化学工作站软件手动输入信息。

维护日志并不存储在计算机磁盘上，而是存储在 LC 或 MS 模块的内存中。这样，如果您将模块移动到其他系统，维护记录也随着模块移动。

维护过程

当您需要执行维护时，可以在《Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统维护指南》或者 LC 模块的手册中查找常见过程的说明。

您可以通过“诊断”视图的“维护”菜单实施某些维护过程，例如 DAD 检测器的波长校正。



图 69 “维护”菜单包括用于 MS 和 LC 模块的软件驱动维护任务。

放空和抽取 MS

放空

有时候，您需要对位于真空系统内的 MS 组件执行维护。此类维护的示例包括更改电子倍增器和清洗离子光学元件等。对这些组件执行维护之前，您需要先放空 MS。放空会将真空置于受控制的方式。

可以使用“诊断”视图中的“维护”菜单启动放空。（请参见第 113 页的图 69。）软件会执行一系列步骤安全地放空仪器。使用一个对话框，您可以查看放空的进度并在需要时反转此过程。

小心

请勿只通过关闭 MS 上的电源按钮来放空仪器。这会导致涡轮分子泵过度磨损。

抽取

完成维护后，您需要抽取系统。抽取时，真空泵将以正确的顺序打开，在真空状态下安全带动系统运转。只需打开 MS 电源开关就可进行抽取，并以正确的顺序启动事件。通过从“维护”菜单访问一个对话框，您可以监视并反转抽取过程。

放空和抽取的频率

有关将 MS 置于待机模式的详细信息，请参见《Agilent 6100 系列四极杆 LC/MS 系统快速入门指南》的“基本操作”部分。

通常，应将 MS 置于真空，即使在不使用时。重复进行放空和抽取会导致涡轮分子泵不必要的磨损。保持系统处于真空时，您需要维护清洁度级别，敏感分析需要此清洁度。如果有一段时间不打算使用 MS，请将其置于待机模式而不是将其放空。

诊断和解决问题

症状和原因

图 70 显示能帮助您对仪器问题逐步进行故障排除的软件组件。

- 1 对于失败的 OQ/PV 测试，单击“OQ/PV”，或者对于您在分析中观察到的症状，单击“分析”。
- 2 选择特定的症状。
- 3 软件会显示可能原因的列表。选择其中一个原因。
- 4 备忘录会显示仪器数据和可以执行用来确认或反驳该症状原因的测试。单击“开始”以显示测试的对话框。
- 5 软件将显示测试的对话框。单击“开始”可启动测试，单击“说明”可查看对测试的详细说明。

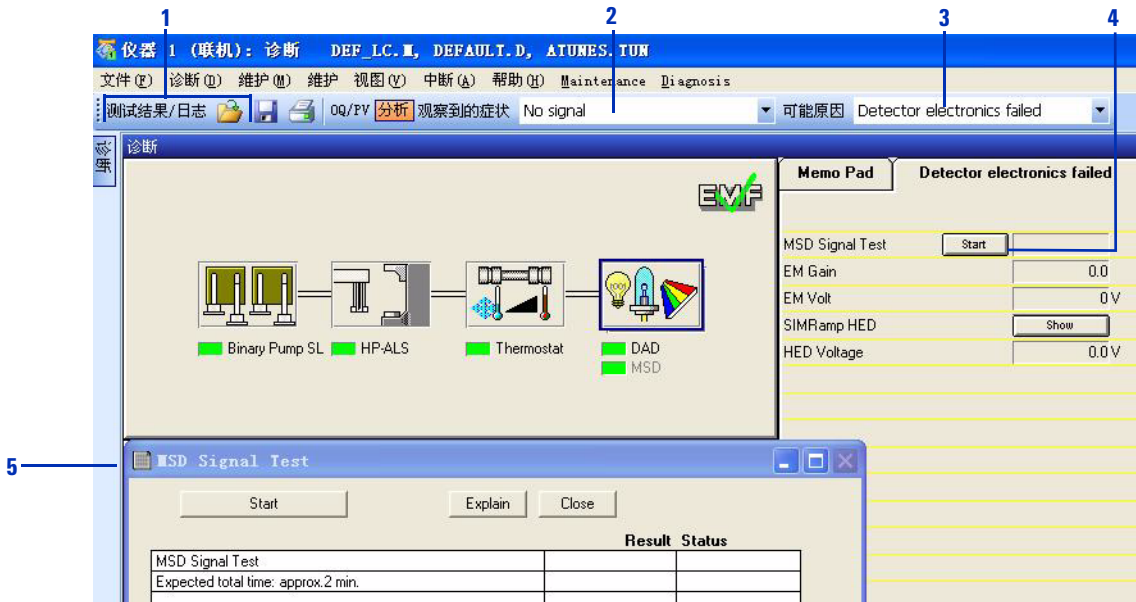


图 70 发现仪器问题根本原因的过程概述

MS 诊断测试

有许多预编程的诊断测试，可用于系统中的每个模块。通过单击仪器面板中的模块图标，然后选择“显示模块测试”，可以显示每个模块完整的测试列表。图 71 显示 MS 的测试。

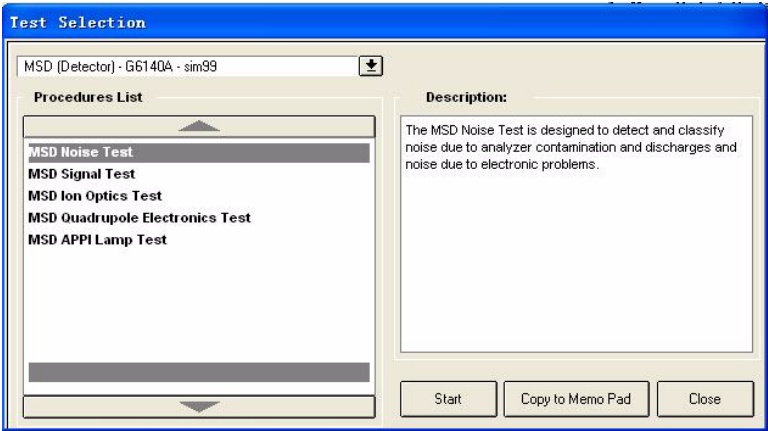


图 71 MS 诊断测试

解决问题

当您已经诊断出问题，需要解决此问题时，可以在《*Agilent 6100 系列单四极杆 LC/MS 系统维护指南*》中找到常见过程的说明。较严重的问题可能需要致电安捷伦客户工程师以获取服务。

内容提要

《概念指南》介绍了 Agilent 6100 系列 四极杆 LC/MS 系统的概述信息，以帮助您了解硬件和软件的工作原理。

© Agilent Technologies, Inc. 2007-2008

中国 印刷
2008 年 1



G1960-97030



Agilent Technologies