

## 7.1 定量分析概要（按选择离子检测）

用GC/MS进行定量分析时，采用「SCAN」方式或选择离子检测（Selected Ion Monitoring; SIM）方式。SIM方式用于检测化合物中的微量成分。但是，由于受到可测定的离子数的限制。在一次分析做多成分的定量分析时，测定离子的时间程序需分组。

以下叙述选择离子检索（SIM）方式的定量分析。

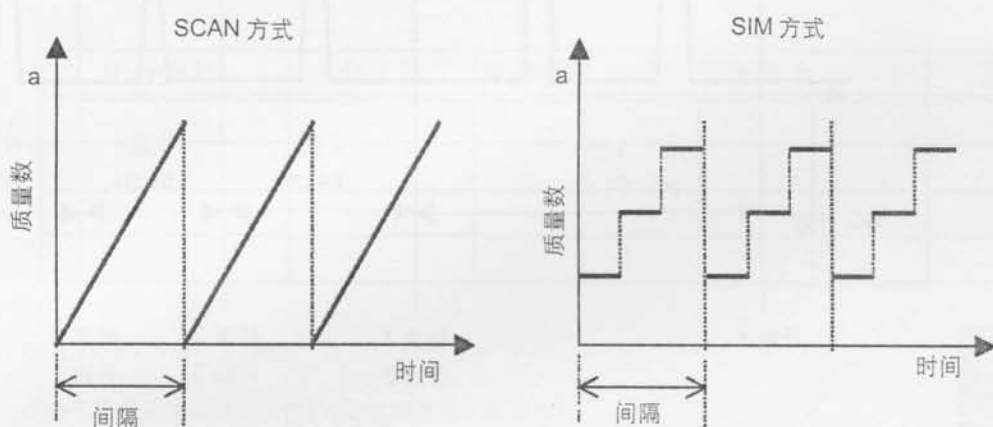


图 7.1 · SCAN 方式与 SIM 方式

质谱中，确定用于定量的离子的点，有以下两点。

1. 质量数尽量大的点
2. 离子强度尽量高的点

分子离子或基峰能选择时就选择。其它的离子如果直线性、重现性、灵敏度良好时，问题也不大。

SIM方式在保留时间、质量数以及与其它离子的相对强度比的三点上进行化合物的鉴定。另外，对用GC不能分离的化合物，也能利用不同的质量数有选择地进行定量分析。

SIM方式是以特定成分进行高灵敏度检测作为目的。随其成分的保留时间划分测定时间，从质谱中选择测定的离子。

QP2010上时间划分带称为组，最大划分为64组，1组中最多可同时测定64个离子。选择的离子称为1~64通道（CH）。

## 7.1 定量分析概要 (按选择离子检测)

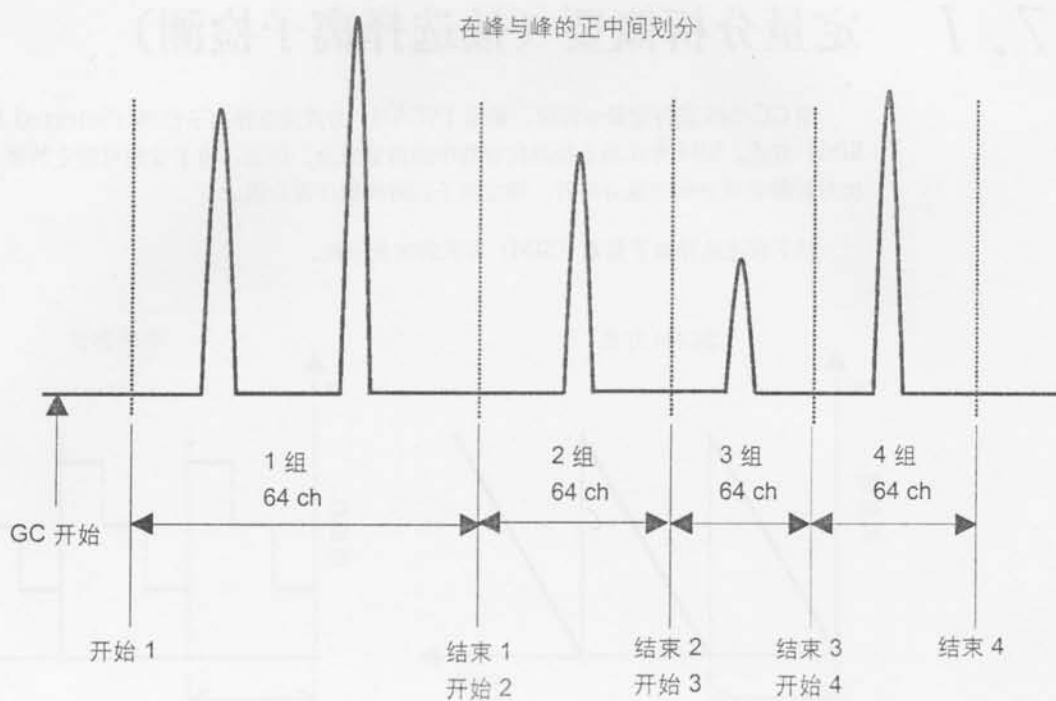


图 7.2 · 组

若按这样的时间划分设定适当的质量数。最多可选择、测定  $64 \times 64 = 4096$  个离子。



### 参考设定组条件的要点

- 高灵敏度测定时，组中使用的通道数按 10 个以内进行分组。
- 峰与峰的时间间隔在 1 分钟以上处分组。

另外，峰间隔找不到时最少也要在 0.5 分钟以上处划分。

## 7.2 SIM 方式的测定

# 7.2 SIM 方式的测定

### 7.2.1 设置方法

1. 根据 SCAN 方式定性分析的结果作成下表。(化合物名、保留时间、特征离子、组等)

化合物名	分子量	保留时间	特征离子	组

2. 起动「GMCS 分析」图标。
3. 点击「数据采集辅助栏」的[方法详细显示 / 不显示]。
4. SCAN 的方法文件未打开时选择菜单的[文件 (F)]中的[打开方法文件 (O)]。



图 7.3 · 文件>打开方法文件

5. 选择 SCAN 用的方法文件，点击[打开 (O)]

## 7.2 SIM 方式的测定

### 7.2.2 GC 和 MS 参数的设定

1. GC 的参数直接使用 SCAN 的条件。
2. 点击[MS]标记。显示 MS 参数。设定 MS 参数。
3. 输入组的开始时间、结束时间。
  - 开始时间：该组的测定开始时间
  - 结束时间：该组的测定结束时间
4. 测定方式转换成 SIM。
5. 输入各组的 ch 上选择的质量数。

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Interval (sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z
1	1.74	3.15	SIM	0.20				100.00	85.00	123.00
2	3.15	5.71	SIM	0.20				112.00	77.00	91.00
3	5.71	9.02	SIM	0.20				170.00	91.00	134.00
4	0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00			

图 7.4 · 设置 MS 参数



#### 参考：精确质量数的计算

输入质量数时，计算分析对象离子的准确质量数，输入到小数点以后第一位时，可测定灵敏度和精确度。

## 7.2 SIM 方式的测定

精确质量数

$^1\text{H}$ : 1.00782522     $^{14}\text{N}$ : 14.00307440     $^{28}\text{Si}$ : 27.976928     $^{35}\text{Cl}$ : 34.9688536  
 $^2\text{H}$ : 2.01410222     $^{16}\text{O}$ : 15.99491502     $^{31}\text{P}$ : 30.9737633     $^{79}\text{Br}$ : 78.9183320  
 $^{12}\text{C}$ : 12.00000000     $^{19}\text{F}$ : 18.9984046     $^{32}\text{S}$ : 31.9720728     $^{127}\text{I}$ : 126.9044755

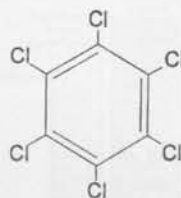
例：六氯苯 分子量：282

测定  $m/z$  282 时

$12.000 \times 6 + 34.969 \times 6$

$=281.914 \rightarrow 281.9$

※选择的碎片离子的组成式不清楚时，从质谱的数据中读取小数点以后的质量数，输入此数。



6. 从菜单的[文件 (F)]中选择[方法文件命名保存 (A)]

7. 输入文件名，点击[保存 (S)]。

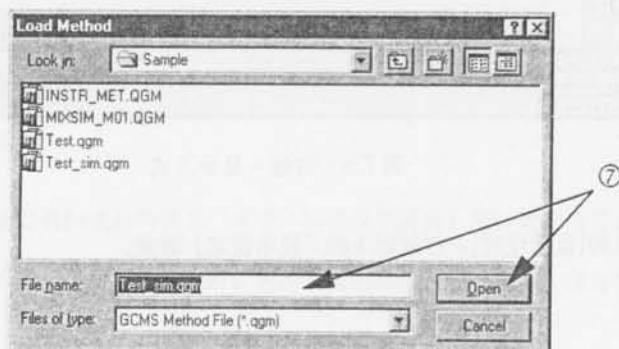


图 7.5 · 设置方法名称

注意

选择上述保存时，SCAN 的条件被覆盖。

## 7.2 SIM 方式的测定

### 7.2.3 样品的分析

1. 设定分析中显示的SIM色谱图。色谱图画面上右击。打开上级菜单。

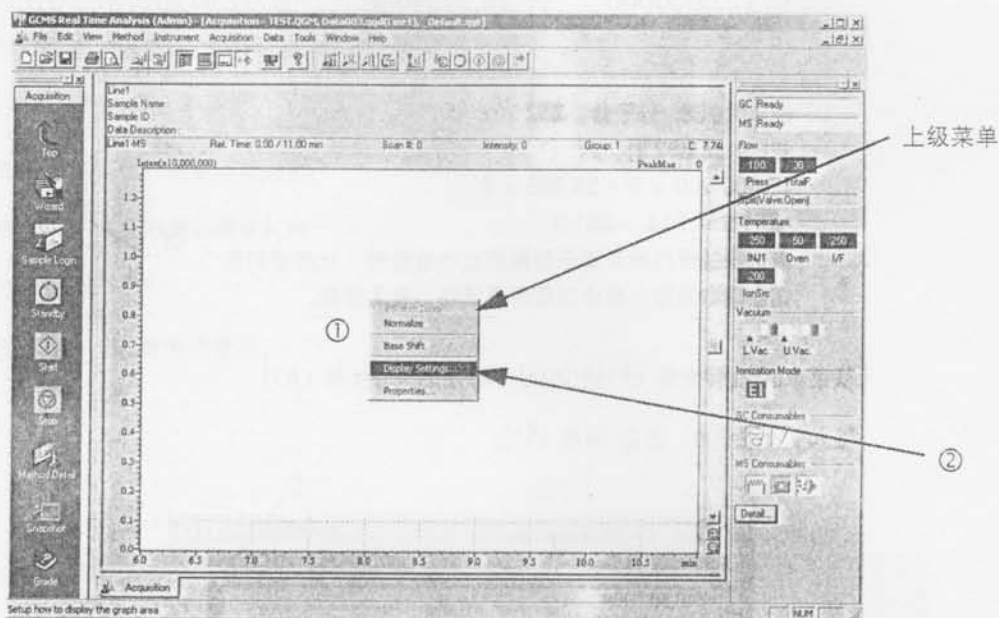


图 7.6 · 右击 - 显示方式

2. 选择上一级菜单的[显示设定]，打开如下的「显示设定」画面。

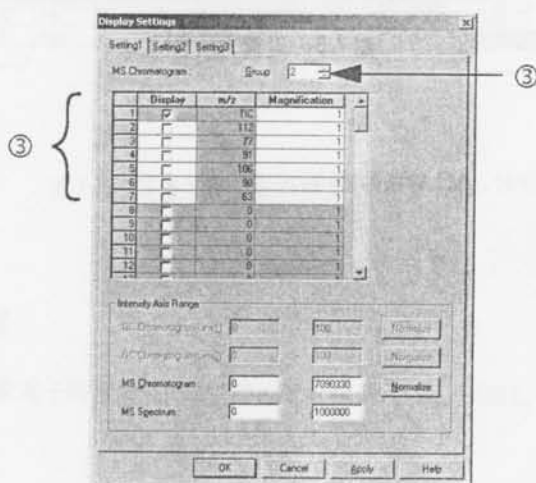


图 7.7 · “显示设定”窗口

3. 欲显示的质量数的显示 () 选择框上选 (V).
  - 组用   切换。
  - 设定各质量数的显示倍率。
4. 登记样品。
5. 测定样品。(首先测定校准线作成用的标准试样)

## 7.3 校准线的作成

### 7.3.1 目标成分的登记

最初欲定量的目标成分的信息 (质谱、标准保留时间) 登入质谱处理表。(操作参阅「6 定性处理」)  
显示出的质谱登入质谱处理表时, 进行质谱的输出、谱库检索、化合物表的作成。

#### 手动登记时

1. 选目标成分的峰, 它的质谱在画面上显示。(参照定性部分) 在质谱画面上右击, 选择[登入质谱处理表 (R)]。

## 7.3 校准线的作成

2. 所有的目标成分进行同样的登记。

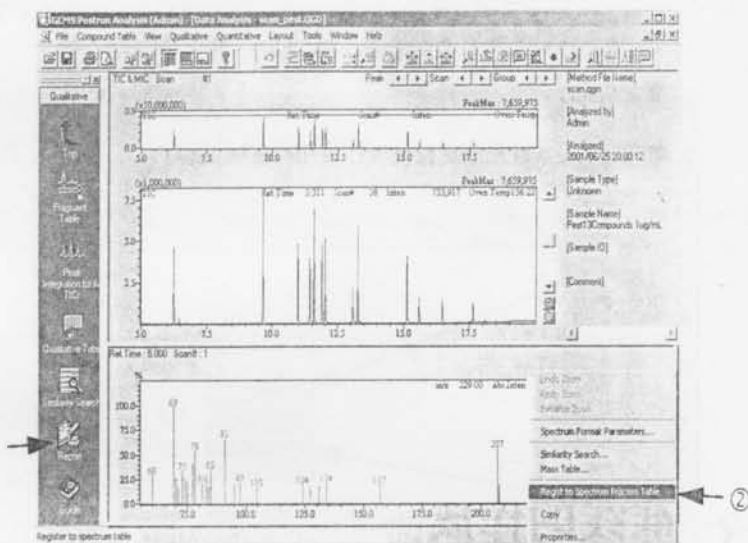


图 7.8 · “定性处理表”

3. 点击定性处理辅助栏的[定性处理表], 打开「定性处理表」, 点击“所有 TIC 的峰积分”
4. 从菜单的[相似性检索 (S)]中选择[所有行的检索 (A)]

\* 如果已经做了谱库检索, 那么, 登入谱库的化合物名称可在编制化合物表时利用。

Ret Time	Start	End	Search	Result	Name
152	151	147	157	Done	
174	176	175	171	Done	
560	562	561	556	Done	
713	721	720	715	Done	
772	774	773	768	Done	
791	793	782	780	Done	
827	829	828	823	Done	
841	843	842	838	Done	
865	871	870	866	Done	

图 7.9 · 相似性检索 > 选择所有表

5. 保存数据, 登记完毕。



## 自动登记时

1. 点击定性处理辅助栏的[全 TIC 的峰积分]。
2. 选择「定性处理参数」画面的「峰积分」标记。输入参数。

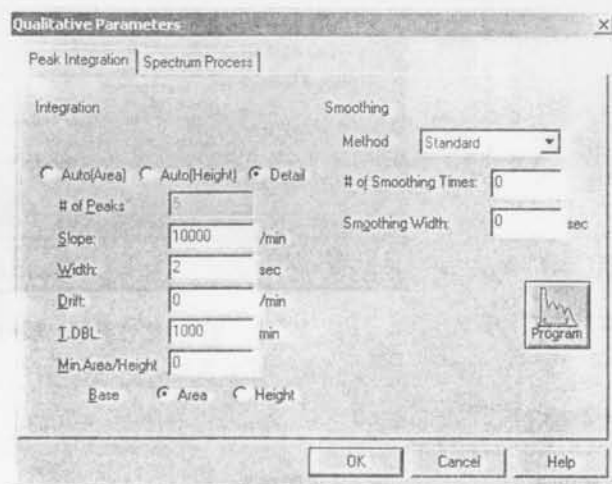


图 7.10 · 定性参数-峰积分表



## 参考

- 峰形处理: 自动峰处理时用的参数。  
 自动 (面积 / 高度): 为了得到最大峰数, 自动检测面积 / 高度大的峰。  
 详细: 根据参数进行峰处理  
 斜率: 峰的起点、终点上的倾斜界限。  
 峰宽: 识别噪声和峰的参数, 设定最小峰宽。  
 飘移: 设定基线变动的参数。(通常 0= 自动判断)  
 T.DBL: 斜率和峰宽随时间变换的参数 (GC 恒温分析时用)
- 平滑: 从以下 2 种方法中选择。(不使用时选择无)  
 标准: 平均移动法。设定宽度和次数。  
 Savitzky-Golay: Savitzky-Golay 法。设定点数。

## 7.3 校准线的作成

3. 选择「定性处理参数」画面的[质谱处理参数]标记。输入参数。

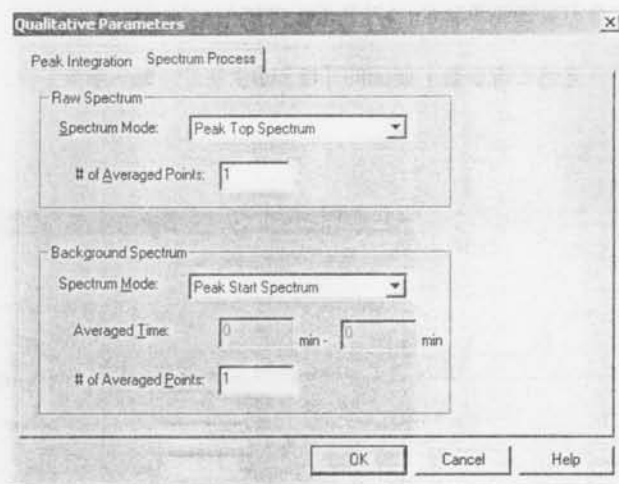


图 7.11 · 定性参数-质谱处理表



### 参考

- 原始质谱: 设定质谱的参数。
- 峰顶光谱: 以峰顶为中心的[平均点数]设定的点数进行平均。
- 峰由起点至终点平均: 由峰的起点至终点进行平均。
- 背景: 设定背景的参数。
- 峰起点的光谱: 选择峰的起点作为背景。
- 峰终点的光谱: 选择峰的终点作为背景。

4. 点击[OK]关闭「定性处理参数」画面, 进行峰处理。结果登入「定性处理表」
5. 点击定性处理辅助栏的[定性处理表], 打开「定性处理表」。



## 7.3 校准线的作成

6. 选择[TIC]标记。换成「TIC表」画面。选择所有的行，从菜单的[编辑(L)]中选择[登入质谱处理表(R)]。

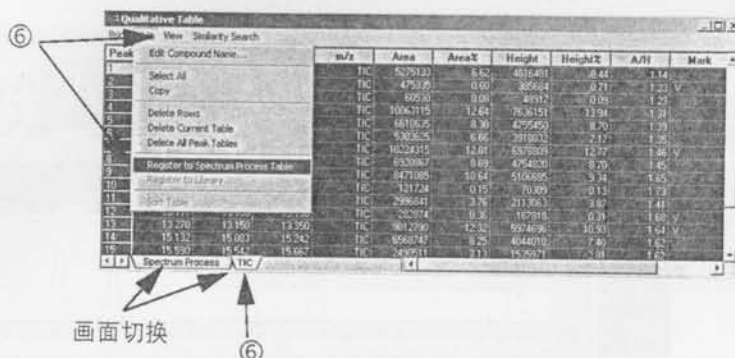


图 7.12 · 定性表 - TIC 表

7. 点击[质谱处理表]标记，切换到「质谱处理表」画面。从菜单的[相似性检索(S)]中选择[所有行的检索(A)]

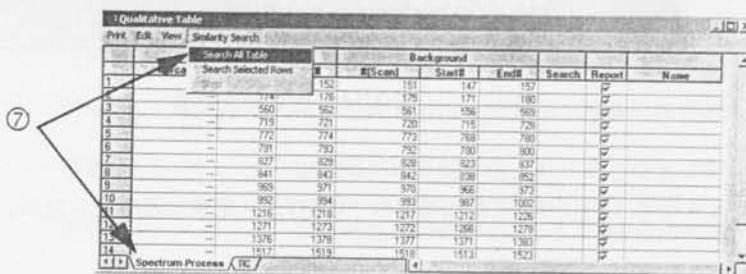


图 7.13 · 定性表 - 质谱处理表

8. 保存数据，登记完毕。登记完成后作成化合物表。

## 7.3 校准线的作成

### 7.3.2 定量参数的设定

1. 点击后运行辅助栏的[化合物表作成]，显示如下的「化合物作成」画面。

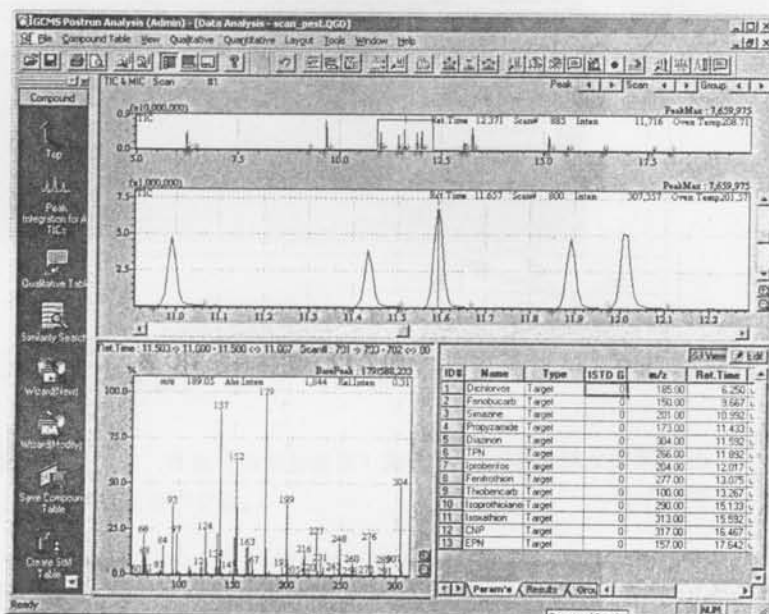


图 7.14 · 生成化合物表

2. 点击菜单的[定量处理 (N)]中的[定量处理参数 (P)]打开「定量处理参数」画面。

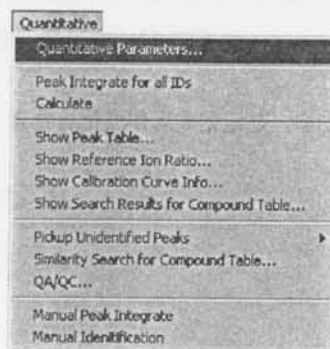


图 7.15 · 定量>定量参数

3. 点击「峰积分」标记，显示「峰积分参数」画面。根据需要，输入各参数。

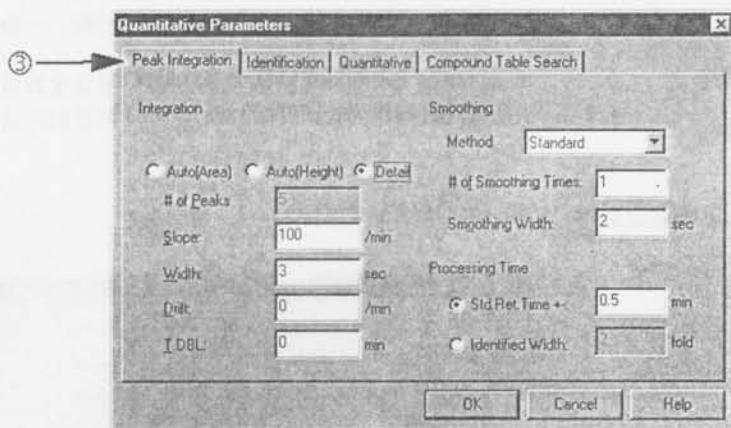


图 7.16 · 定量参数 - 峰积分表

## 参考

- 积分: 自动峰处理时使用的参数。
- 自动 (面积 / 高度): 为了形成最大峰数, 自动检测面积 / 高度大的峰。
- 详细: 根据参数进行峰处理。
- 斜率: 峰的检测灵敏度 (值越小, 检测的峰也越小) (例: 10~100)
- 峰宽: 识别噪声和峰的参数。设定最小峰宽 (例: 3~5sec)
- 飘移: 设定基线漂移的参数。(通常 0= 自动判断)
- T. DBL: Slope 和 Width 随时间变更的参数 (GC 恒温分析时使用)
- 平滑: 由以下 2 种方法中选择。
- 标准: 平均移动方法。设定宽度和次数。(通常输入次数 2, 宽度 2sec)
- Savitzky-Golay: Savitzky-Golay 法。设定点数。

## 7.3 校准线的作成

- 处理时间: 定量处理设定峰处理的时间。
- 标准保留时间 +/-: 从化合物表中的标准保留时间中减去这里设定的时间所得的时间为处理开始时间, 不足的时间为处理完了时间, 一般为 0.5min。
- 鉴定幅度: 在鉴定参数设定的鉴定幅度上乘这里设定的倍数, 从标准保留时间中减去所得的时间作为处理开始时间, 不足的时间作为处理完了的时间。

4. 点击[鉴定参数]标记, 显示「鉴定参数」画面。

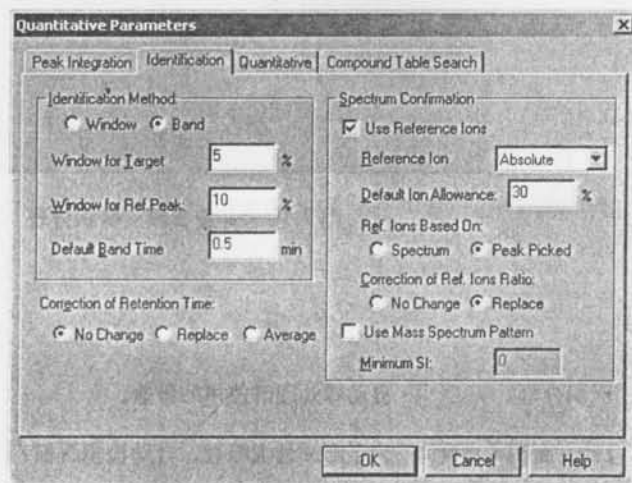


图 7.17 · 定量参数 - 鉴定表

• 鉴定方法: 选择峰鉴定时使用的容许时间范围的设定方法

窗:  $W\%$  (GC 恒温分析时) 谱带  $B(\text{min})$  (GC 升温分析时)

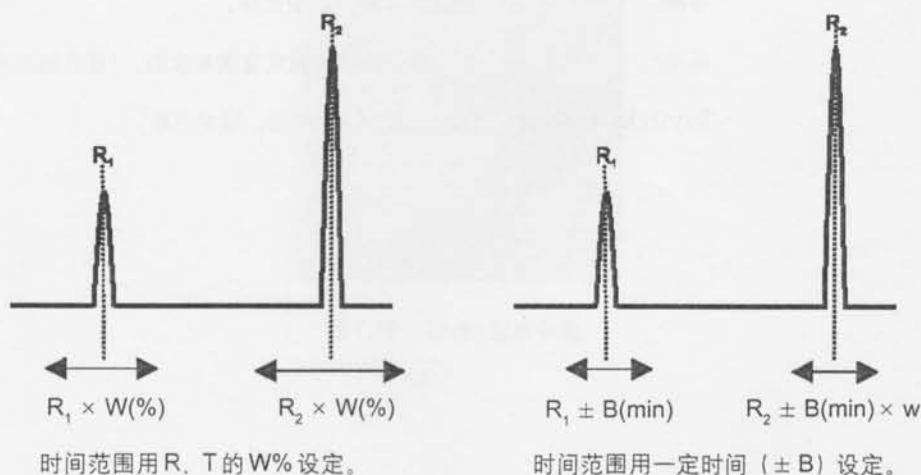


图 7.18 · 窗口和频带方法的比较

## 7.3 校准线的作成

- 使用参考离子: 鉴定使用参考离子的化合物。
- 参考离子的方式: 从绝对容许、相对容许中选择。
- Ri: 参考离子与目标离子的离子强度比。
- Rw: 设定容许范围 (%)
- 绝对容许:  $R: \pm Rw (\%)$
- 相对容许:  $R: \pm (Ri, Rw) / 100 (\%)$
- 缺省离子比容许范围: 输入离子比的容许范围 (Rw%) 缺省离设定 30%。
- 参考离子的基线: 选择计算参考离子比时使用的值的原信息。从质谱和峰处理结果中选择。  
\* 通常选择峰处理结果。
- 质量图形的匹配: 用 SCAN 进行定量时使用。

5. 点击「化合物表辅助栏」的 Wizard (New)。打开汇集。



### 7.3.3 汇集的输入

#### 1. 汇集 Step1

核对「使用现有质谱处理表」, 点击[下页 (N)]。

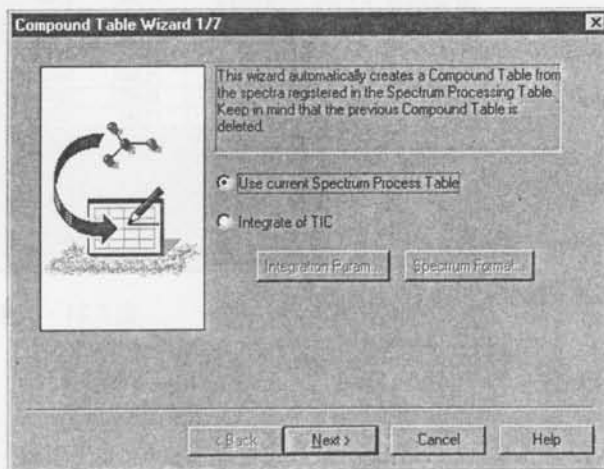


图 7.19 · 化合物表汇集 1/7

## 7.3 校准线的作成

### 2. 汇集 Step2

所有化合物都积分时峰数显示为默认值，不正确的积分设置可能减少或增加峰的数量。点击[下页(N)]

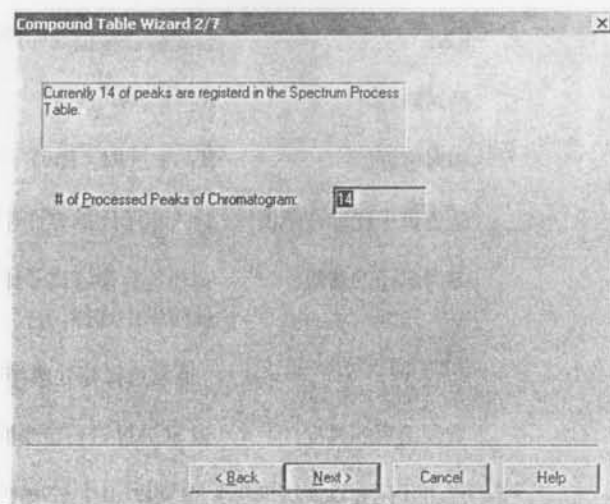


图 7.20 · 化合物表汇集 2/7

### 3. 汇集 Step 3

核对各成分的质谱。点击各行时显示质谱

质谱的显示切换

	Proc.	Ret. Time	Intensity
1	<input checked="" type="checkbox"/>	6.250	4632016
2	<input checked="" type="checkbox"/>	6.450	406700
3	<input checked="" type="checkbox"/>	9.667	7659975
4	<input checked="" type="checkbox"/>	10.992	4787001
5	<input checked="" type="checkbox"/>	11.433	3946341
6	<input checked="" type="checkbox"/>	11.592	7021934
7	<input checked="" type="checkbox"/>	11.892	4782234
8	<input checked="" type="checkbox"/>	12.008	5142810
9	<input checked="" type="checkbox"/>	13.075	2141140
10	<input checked="" type="checkbox"/>	13.267	6015928
11	<input checked="" type="checkbox"/>	15.133	4072984
12	<input checked="" type="checkbox"/>	15.592	1568867
13	<input checked="" type="checkbox"/>	16.467	1382830
14	<input checked="" type="checkbox"/>	17.642	1220787

图 7.21 · 化合物表汇集 3/7



## 4. 汇集 Step4

输入校准线的种类、定量法等参数。

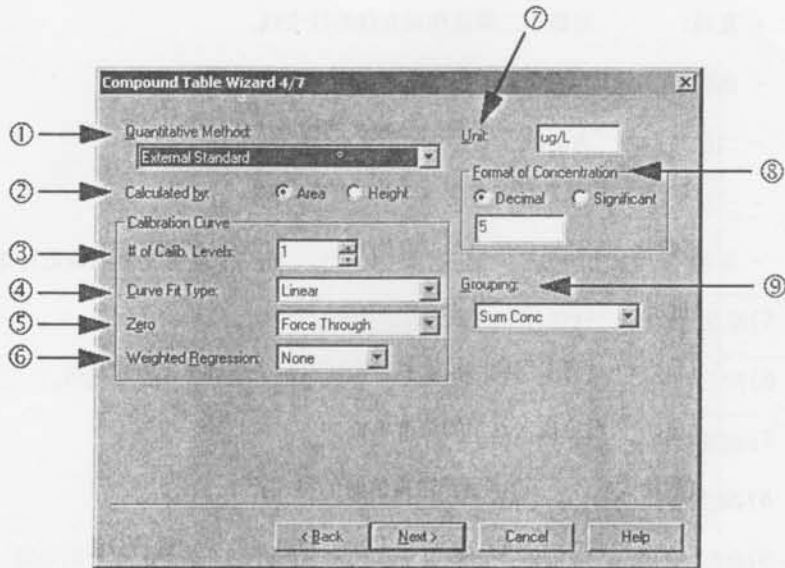


图 7.22 · 化合物表汇集 4/7

## 1) 定量法

- 绝对校准线法: 由标准试样中的成分的绝对量(浓度)与面积或高值的校准线进行定量。
- 内部标准法: 试样中添加内标成分(I, S)进行分析, 由与内标峰的相对灵敏度与量比的校准线进行定量。

2) 使用数据: 选择面积或高度。通常选择面积。

## 7.3 校准线的作成

- 3)最大水平: 设定作成校准线的水平。
- 4)校准线的种类
  - 直线: 用最小二乘法作成直线的校准线。
  - 曲线: 标准试样的各点连结成曲线。
  - 二次式: 为使各点吻合作成2次式的校准线。
  - 三次式: 为使各点吻合作成3次式的校准线。
  - 平均系数法: 求通过各个点与原点的直线, 这些直线的斜度系数进行单纯平均。
- 5)原点通过: 选择校准线是否通过原点。
- 6)附加重量: 对高浓度侧的校准点为使比重减小附加重量时使用。
- 7)浓度单位: 设定报告时用的浓度单位。
- 8)浓度值的格式: 设定显示浓度值时的格式。
- 9)分组:
  - 根据化合物表的「组 ID#」和组表的设定进行分组处理。
  - 组校准: 取分组的各化合物的峰面积或高度的总和, 画出每组的校准线, 进行定量。
  - 浓度和: 分组的各化合物的浓度之和作为各组的浓度进行定量。
- 10)输入后, 点击[下页 (N)]

## 5. 汇集 Step5

设定温度和测定离子。

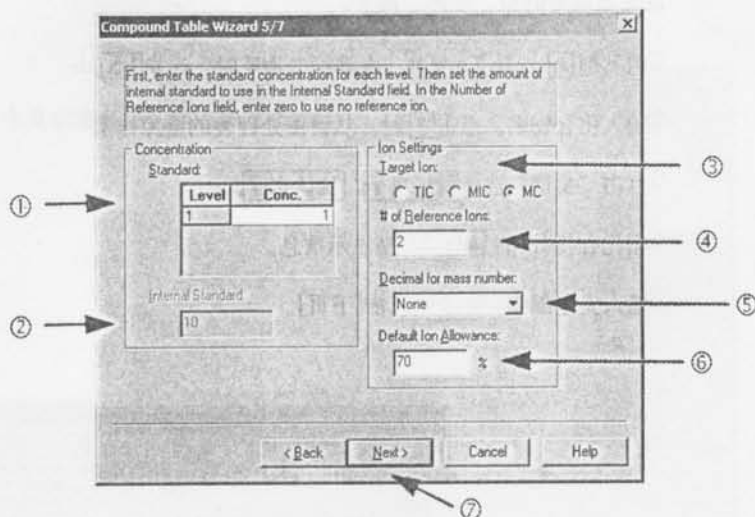


图 7.23 · 化合物表汇集 5/7

- 1) 标准试样量: 设定标准试样的浓度。因成分浓度不同时, 在汇集完成后分别进行订正。
- 2) 内部试样量: 选用内部标准法时, 输入内标量。
- 3) 目标离子: 选择校准线作成中使用的色谱图。
- 4) 确认离子数: 设定确认的离子数。(通常输入 1。)
- 5) 质量数小数点以后的位数: 确定目标离子和确认离子的质量数的小数点以后的位数。这里设定的位数在下一页反映。与 SIM 条件设定的位数相吻合。
- 6) 离子比的容许范围: 设定离子比的容许范围。通常为 30%。
- 7) 设定完了后, 点击[下页 (N)]。

## 6. 汇集 Step6

设定各成分的类型、名称、离子。

- ① 用类型 ▲ 选择 Target。内部标准物质时，选择 [I.S.]。
- ② 输入化合物名。点击 [ ] 时。从谱图处理表的谱库检索结果中选择化合物名。
- ③ 点击“类型”选择目标离子，确认离子。
- ④ 用化合物 ID 的 ▲▼ 切换显示信息。
- ⑤ 输入完全部化合物后，点击[下页]。

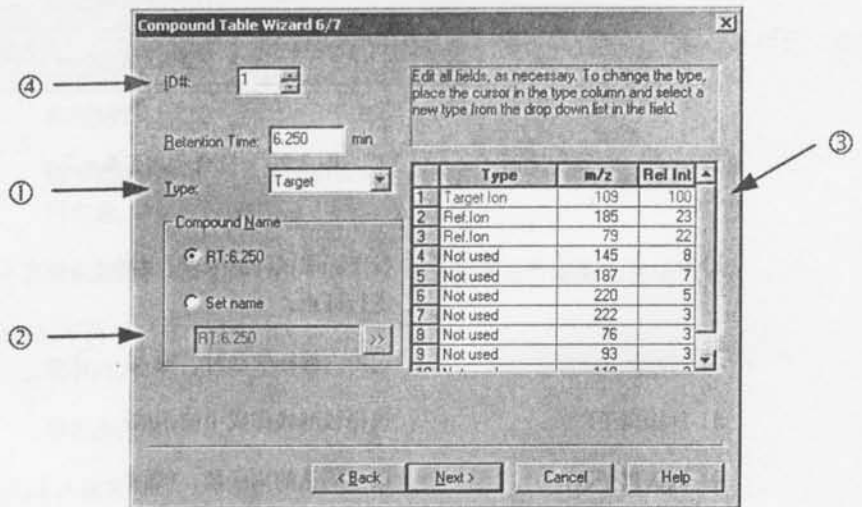


图 7.24 · 化合物表汇集 6/7

## 7. 汇集 Step7

点击[完成]。化合物表作成。

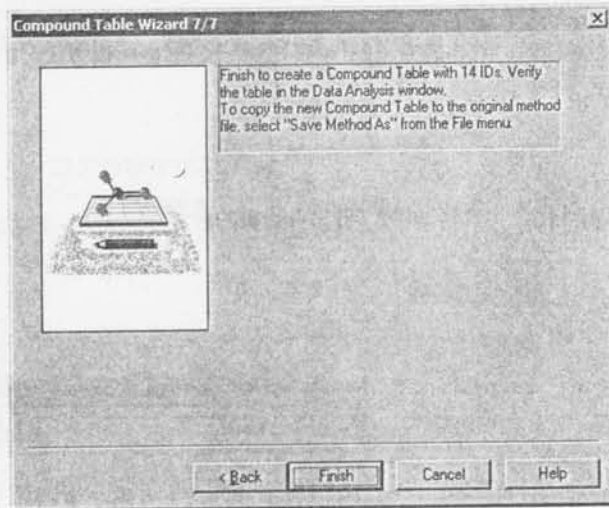


图 7.25 · 化合物表汇集 7/7



## 7.3 校准线的作成

### 7.3.4 化合物表的编辑和保存

1. 需要时进行表内的订正。



#### 注意

进行编辑时，点击表右上的[编辑] ，形成编辑方式。编辑完成，点击[显示] ，恢复为显示方式。

2. 点击「化合物表辅助栏」的[化合物表的保存]。

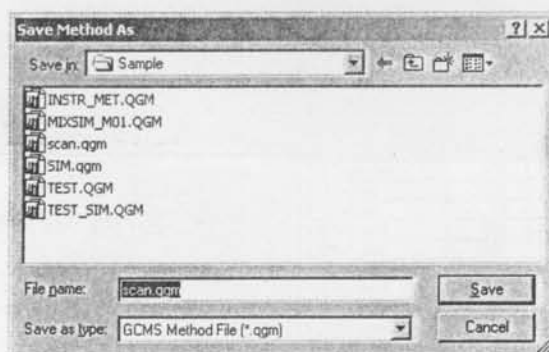


图 7.26 · “保存方法为”对话框

3. 选择方法文件 (SIM 用)，点击[保存 (S)]。



#### 注意

用SCAN方式测定的数据作成化合物表。所得的化合物表需在方法文件上保存。

## 7.3.5 校准线的计算

1. 点击「后运行辅助栏」的「校准线作成」，显示「校准线作成」画面。
2. 打开数据管理器，显示方法文件。



## 参考数据管理器的使用方法

- 1). 点击 打开数据管理器表。
- 2). 选择数据管理器下部的变更显示文件 。



数据文件显示



批处理文件显示



方法文件显示



全部文件显示



报告文件显示

- 3). 选择数据管理器上部的 ，可变更显示文件夹

\* 显示储存到每个用户上。

- 4). 拖动文件到窗口上即可读取。

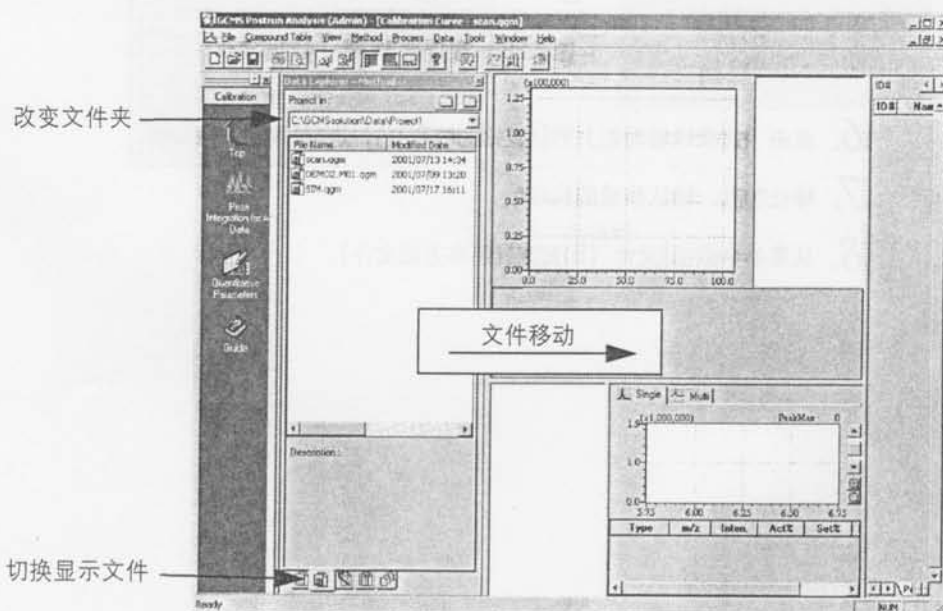



图 7.27 · 使用数据管理器

3. 在校准线作成画面上读取方法文件。
4. 数据管理器上选择 , 显示数据文件。
5. 标准样品的数据文件在水平位置上移动。

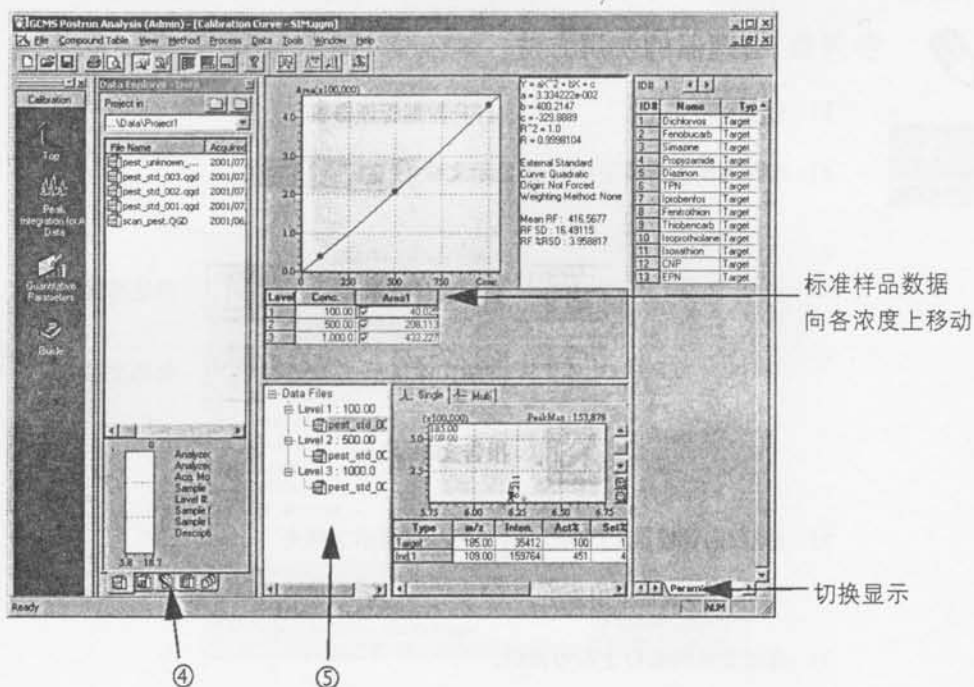


图 7.28 · 数据管理器—数据文件

6. 点击「校准线辅助栏」的[全数据的峰积分], 进行数据的峰处理。
7. 峰处理后, 确认作成的校准线。
8. 从菜单中点击[文件 (F)]选择[保存方法文件]。







## 参考峰结果的确认方法

- 1). 点击化合物表的「结果, 标记」。显示峰处理结果。
- 2). 选择化合物表上的化合物时, 变为显示的校准线和色谱图。
- 3). 选择数据文件时, 变为显示的化合物表和色谱图。
- 4). 校准线未能准确计算时, 进行如下操作。操作后, 再次进行峰形处理。
  - 峰未能检出时, 点击辅助栏的[定量处理参数], 变更峰处理参数。
  - 参考离子的强度比不一致时, 在「设定」上改变化合物表的编辑方式。点击化合物表的[参考离子], 变更离子比或容许宽度。
  - 手动峰处理时, 在色谱图上右击, 选择菜单中的[手动峰处理 (N)]。拖动峰的起点至终点的鼠标。选择基线, 点击[OK]。

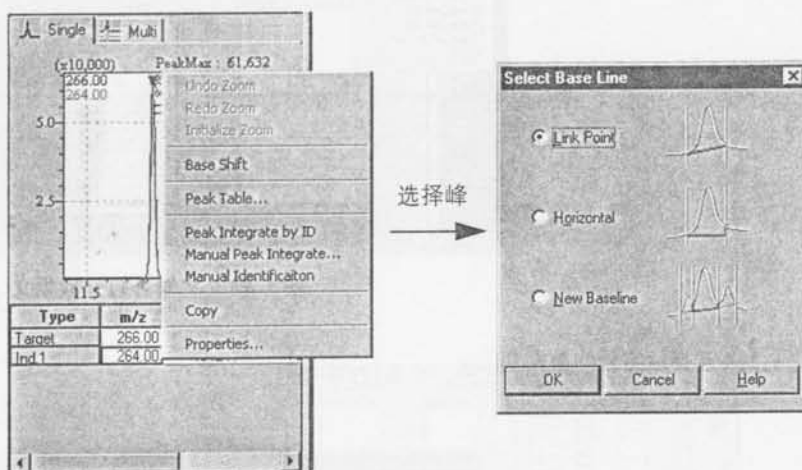


图 7.29 · 选择峰

## 7.4 未知样品的定量分析

### 7.4 未知样品的定量分析

使用 GC/MS 分析上校准线作成的方法文件，进行未知样品分析。

1. 点击「后运行辅助栏」的「定量处理」。
2. 从菜单中的[文件 (F)]中选择[打开数据文件 (O)]。

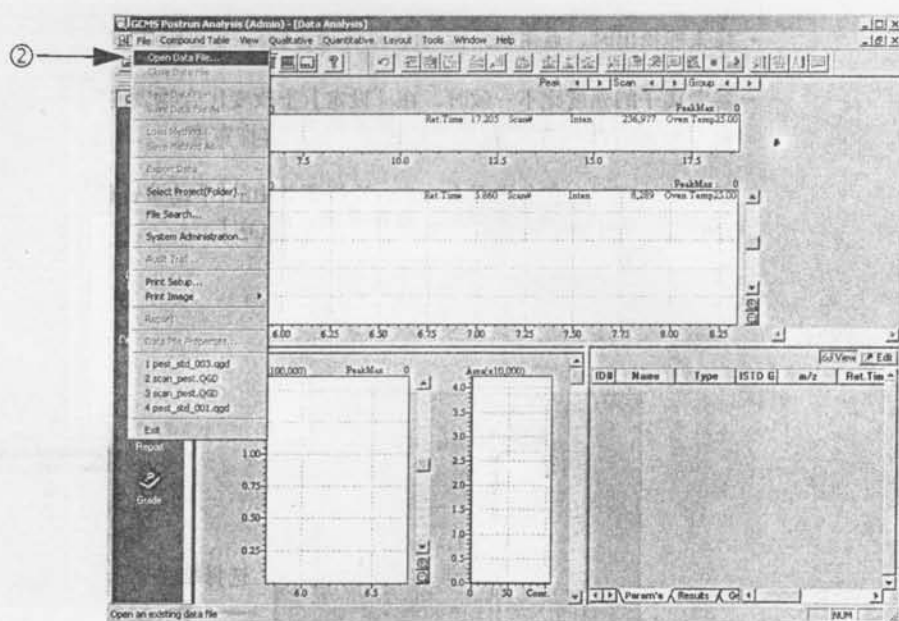


图 7.30 · 文件 > 打开数据文件

3. 选择欲定量的数据文件，点击[打开 (O)]。

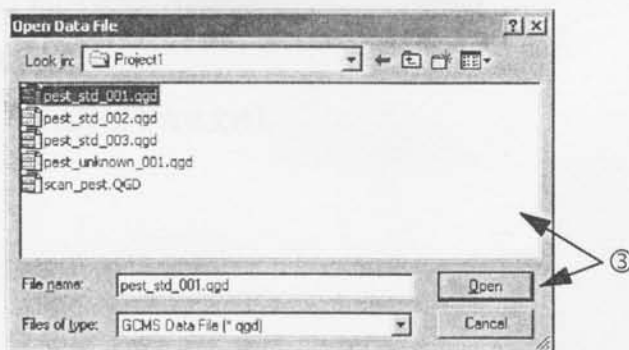


图 7.31 · “打开数据文件”窗口

4. 点击定量处理辅助栏的[峰积分]。



## 7.4 未知样品的定量分析



### 参考校准线的读取

在校准线作成前进行数据采集时，需有校准线。因此，须在峰处理前读取校准线。

- 1). 点击「定量处理辅助栏」中的[设置方法]。
  - 2). 选择已作成校准线的方法文件，点击[打开]。
  - 3). 方法文件的校准线在计算机上读取。
- 
5. 点击「化合物表」的[结果]标记，显示定量结果。
  6. 色谱图上的峰检测标志基线，确认结果。如果峰未能正确地检测出，须进行手动峰形处理。
    - 手动峰形处理、在色谱图上右击，即可选择。(参照校准线作成)。

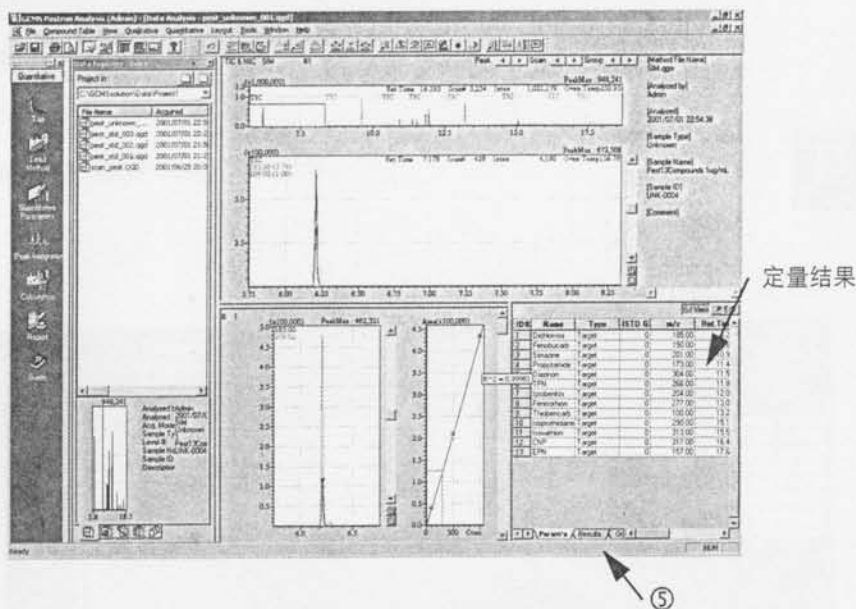


图 7.32 · 生成校正曲线

## 8. 批处理

GCMS 实时分析和 GCMS 后处理可进行批处理。

GCMS 实时分析：用于自动进样器的连续分析。

GCMS 后处理：用于数据采集后的再计算。

- 批处理的设定内容：不论是 GCMS 实时分析，还是 GCMS 后处理都用同样的文件形式保存。以下是 GCMS 实时分析的操作说明。

### 8.1 批处理的流程（批处理文件的作成和运行）

1. 点击「分析辅助栏」的[批处理]。
2. 点击「批处理辅助栏」的[批表汇集]。\* 批处理文件使用汇集作成。汇集的详细内容参照 8.2。
3. 根据需要变更各参数。
4. 点击「批处理辅助栏」的[开始]，开始批处理。

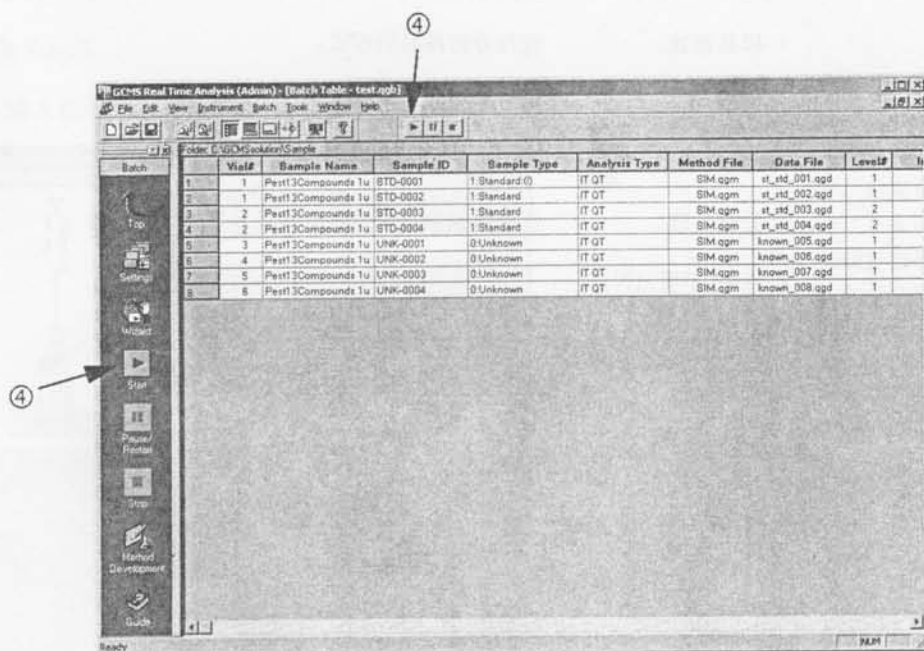


图 8.1 · 批处理辅助栏

## 8.2 汇集 (批处理)

### 8.2 批处理汇集

#### 1. 汇集 Step1

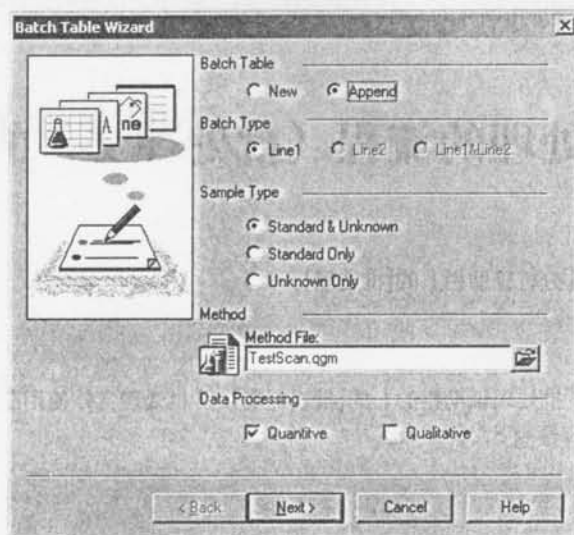



图 8.2 · 批处理汇集

- 批处理表: 选择新编制批处理表, 或者在已有的表末尾追加。
- 批处理形式: 选择分析中使用的分析线。
- 样品形式: 选择分析样品的形式。
- 方法: 指定使用的方法文件。  
 点击时, 打开方法选择画面, 选择方法。
- 数据处理: 选择数据采集后的数据处理方法。
- 点击[下页 (N)]:

## 8.2 汇集 (批处理)

### 2. 汇集 Step2

进行有关标准样品的设定。

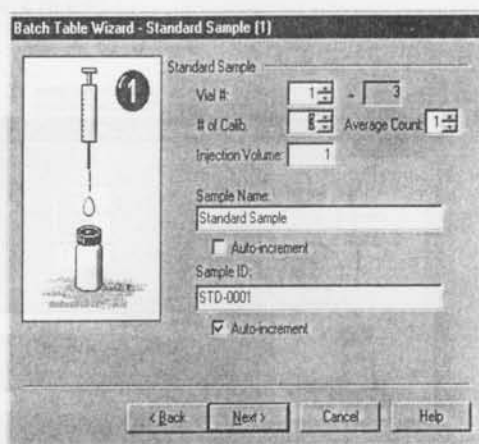


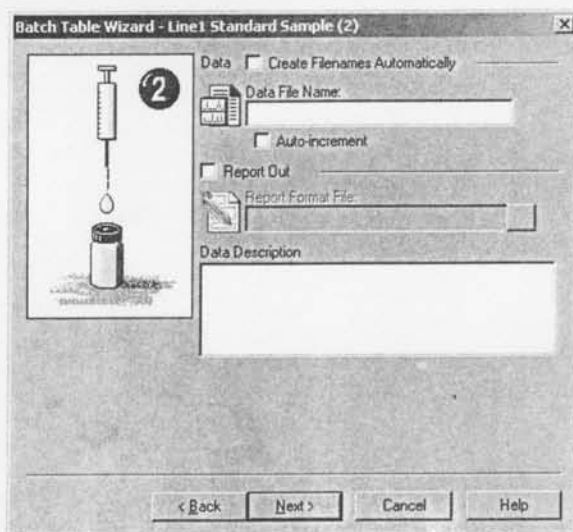
图 8.3 · 批处理表汇集 - 标准样品 (1)

### 3. 输入标准参数

- 样品瓶号码设定: 标准试样开始的样品瓶号码。
- 校准点数: 指定校准线的水平。
- 平均次数: 设定一个样品反复分析次数。
- 注入量: 设定样品的注入量。
- 试样名称: 设定样品名称。选定自动编号时, 自动在末尾附加增量的编号。
- 点击[下页 (N)]。

### 4. 汇集 Step3

输入标准样品的数据文件名称。



- ①数据文件名称: 指定数据文件名称。选定自动编号时, 在末尾自动附加增量编号。通常, 选定自动编号。
- ②输出报告: 设定是否输出数据采集后的报告。选定后, 指定使用的报告文件。
- ③点击[下页 (N)]:

图 8.4 · 批处理表汇集 - 标准样品 (2)

## 8.2 汇集 (批处理)

### 4. 汇集 Step4

未知样品的设定。

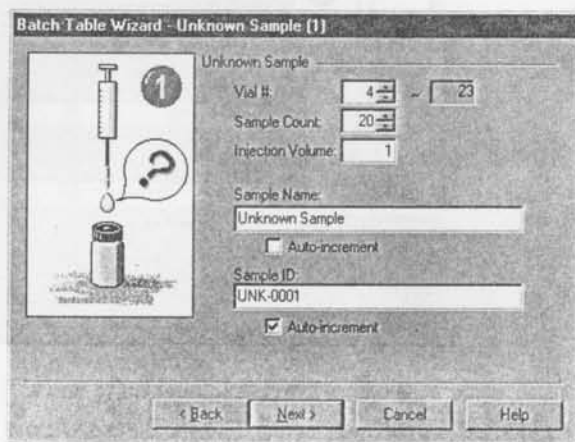


图 8.5 · 批处理表汇集 - 未知样品 (1)

- 样品瓶号: 设定未知样品开始的样品瓶号。
- 样品数: 待测未知样品数
- 进样量: 设定样品的进样量。
- 样品名称: 设定样品的名称。选定自动编号时末尾自动附加增量编号。
- 点击[下页 (N)]。

## 5. 汇集 Step5

输入未知样品的数据文件名称。

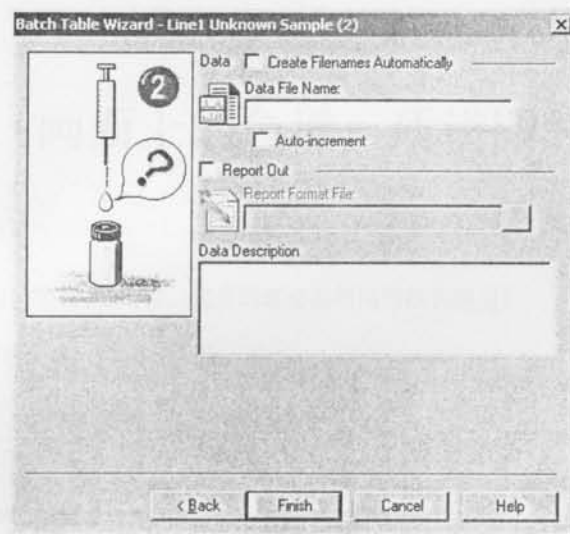


图 8.6 · 批处理表汇集 - 未知样品 (2)

- ①数据文件名称: 指定数据文件名称。选定自动编号时, 末尾自动附加增量编码。
- ②报告输出: 设定是否进行数据采集后的报告输出。选定后, 指定使用的报告文件。
- ③点击[结束]。



## 9. 报告打印

GCMS solution 有两种数据输出方法。

- 图象打印：显示的画面图象自动转换为报告。
- 报告作成：自己设定报告形式进行输出。

### 9. 1 图象打印（画面上的色谱、质谱图的打印）

1. 打开 GCMS 后处理中的数据。（定性、定量的画面都用同样报告输出）
2. 画面上按色谱图、质谱图输出的状态显示。
3. 点击[文件 (F)]。

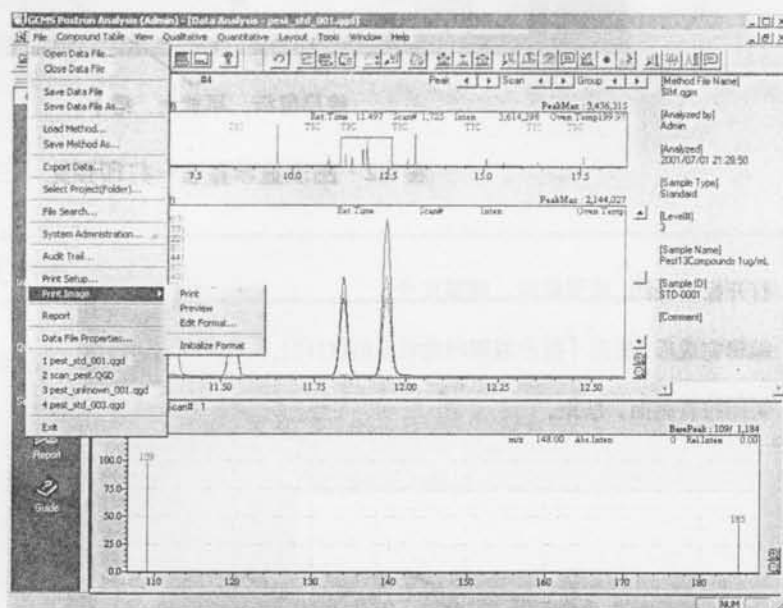
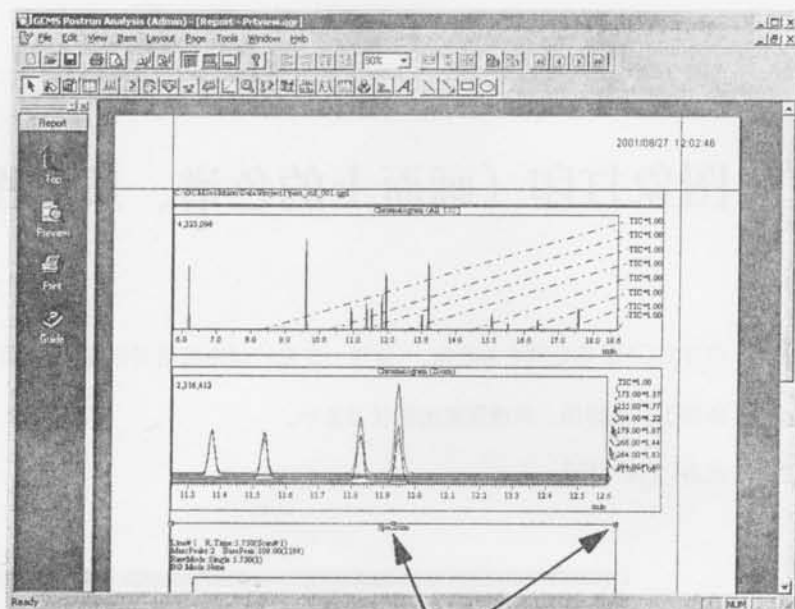


图 9.1 · 打印显示图象

## 9.1 图象打印 (画面上的色谱、质谱图的打印)

### 4. “报告”窗口打开



使用鼠标，可放大、缩小。

图 9.2 · 图表显示报告 - 打印预览

5. 打开报告画面。使用鼠标，调整尺寸。
6. 编辑完成后，点击「报告编辑辅助栏」的[打印]。
7. 关闭报告画面，结束。



## 9.2 生成报告

报告作成，设定报告格式，或用已有模板输出报告欲输出的结果（谱图信息等），数据必须事先登记。

### 9.2.1 报告生成的流程

1. 打开 GCMS 后处理的数据。（定性、定量画面都用同样报告输出）。
2. 点击「定性处理辅助栏」或「定量处理辅助栏」的[报告]。
3. 确定输出项目或打印格式。（详见 9.2.2）。
4. 显示欲打印的信息，点击辅助栏的[打印]。
5. 打印完了，关闭数据报告画面。



### 9.2.2 报告模板文件的生成

使用模板时

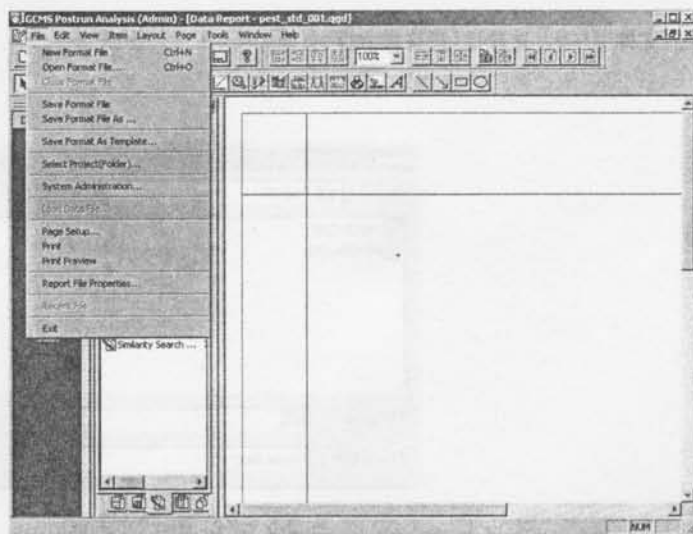


图 9.3 · 新报告文件

## 9.2 生成报告

1. 点击[文件 (F)], 选择[新格式文件]

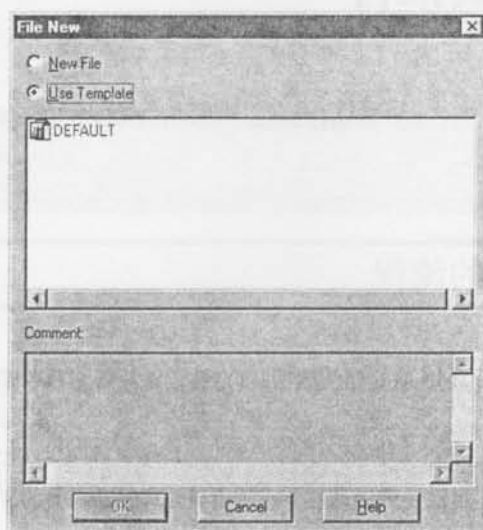


图 9.4 · “新文件”对话框

2. 选择[按模板作成 (U)]指定目标模板。

### 注意



当选择画面不能显示时, 从菜单的[工具 (I)]中选择[任选 (O)], 用显示的「任选设定」画面的「文件新模板」标记, 将报告格式文件设定为「模板作成时选择」。

3. 定击[OK]。

### 使用过去作成的报告文件时

1. 点击[文件 (F)], 选择[打开格式文件 (O)]。



图 9.5 · “打开”对话框

2. 选择报告文件, 点击[打开 (O)]。

## 自己设定打印格式时（作成任意的报告）

## 1. 选择欲打印的信息图标。



样品信息



方法。



定性处理表中的峰表。



色谱图 (TIC, MIC, MC)。



质谱处理表上登录的质谱。



质谱处理表上登录的质谱的质量表。



定量结果的色谱图和定量值。



定量结果表。



数据采集时的调谐结果。



校准线。



质谱处理表上登录的质谱的谱库检索结果。

\*需要在质谱处理表中先检索。

## 2. 用鼠标指定打印范围。

## 9.2 报告的生成

3. 设定各个项目的特性。关于特性的设定详见帮助。

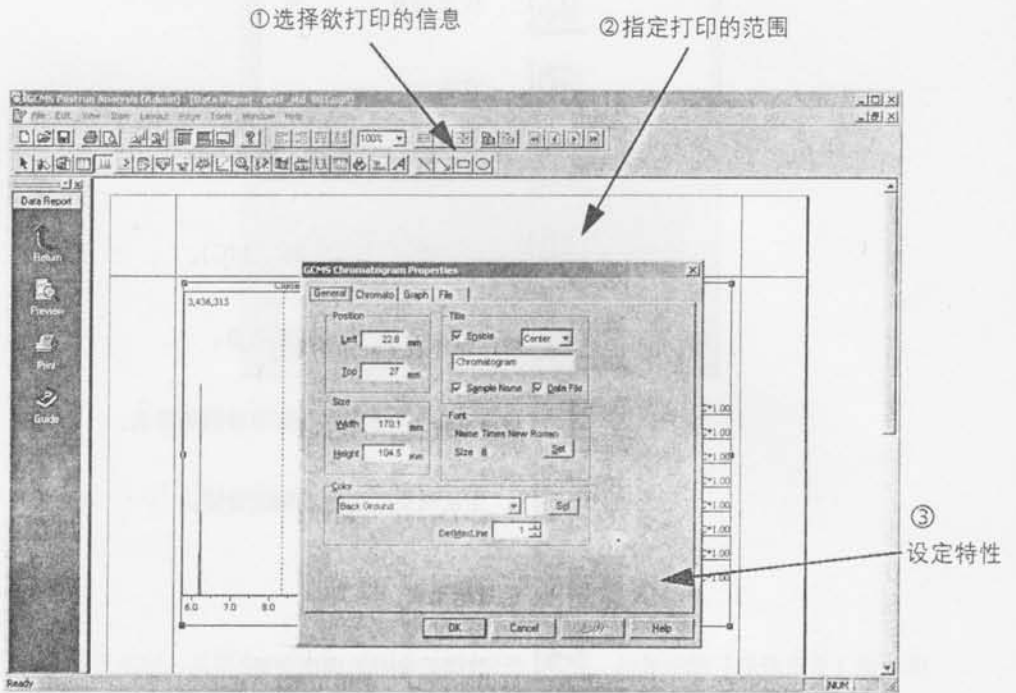


图 9.6 · GCMS 谱图特性窗口 - 生成表

4. 使用预览功能以确认报告的输出格式。
5. 打印，输出报告。
6. 需要时，在作成的报告文件上附名称保存。

# 10. 质量保证/质量控制功能 (QA/QC)

为确保测定值的可靠性，必须进行适当的质量控制。本软件按以下顺序进行质量控制

- 方法的登记：登记质量控制所需的目标成分，管理功能参数。
- 批处理：数据采集峰处理，数据评价的质量控制。
- 输出质量管理结果：试验文件，HTML 文件，CSV 文件。

以下按此顺序进行说明。

## 10.1 方法的登记

质量控制功能的参数登记在方法上。设定与质量控制的各项目相应的参数，作成方法。GC 和 MS 的测定条件使用预先确定的条件。

1. 在「GMCS 再解析」中，根据质量控制用样品的测定所得的色谱图，将质量控制所需的化合物登记在化合物表上。
2. 设定合适的定量、定性参数，在方法文件上保存。
  - 根据质量的评价项目分析条件不同时，用另外的方法文件名作成质量控制用化合物的化合物表。

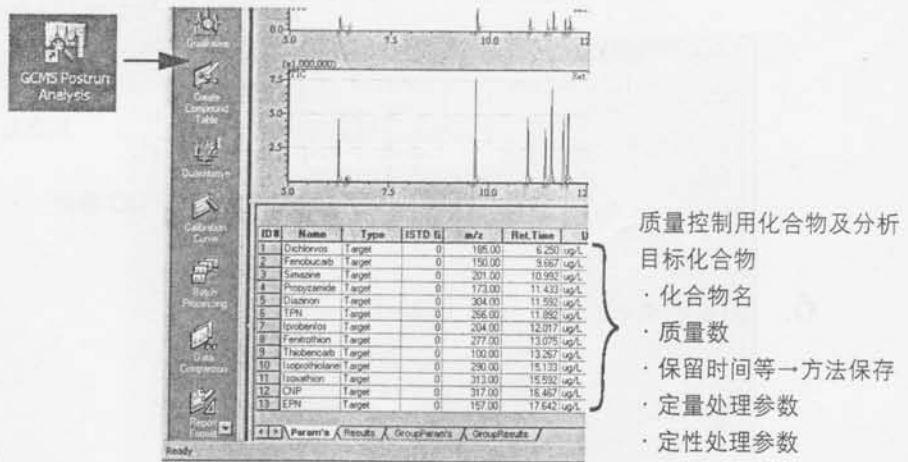


图 10.1 · 登记方法

3. 完成「GCMS 分析」。

## 10.1 方法的登记

4. 从[文件]菜单中选择[打开方法文件]，读取②中保存的方法文件。
5. 从[方法]菜单中选择[QA/QC 参数]。设定质量控制功能的参数。



### 参考 参数的设定

- 1). 样品形式的选择
- 2). 报告形式的选择
- 3). 详细的选择
- 4). 判定合格与否项目、标准值的设定

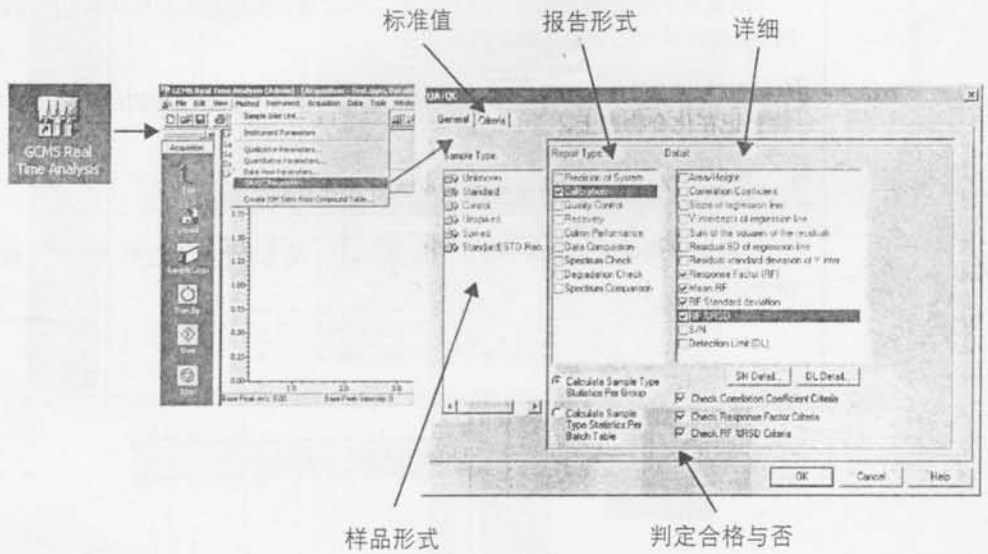


图 10.2 · QA / QC 参数

6. 从[文件]菜单中选择[方法文件保存]。



## 10.1.1 GC/MS 性能评价的设定例

- GC 的性能评价：一般根据 Endrin（艾试剂），滴滴涕的分解量评价进样口部分的降解检验。
- MS 的性能评价：根据 DFTPP、BFB 等标准试样的质谱图进行质谱评价。

1. MS 的性能评价用试样（DFTPP 等），GC 的性能评价样品（Endrin 等及其分解物）登记到化合物表上，输入化合物名、质量数和保留时间。

ID#	Name	m/z	Ret. Time	Unit	Ref. Ions
1	Dichlorvos	TIC	6.250	ug/L	1
2	Fenobucarb	150.00	9.667	ug/L	1
3	Simazine	201.00	10.992	ug/L	1
4	Propyzamide	173.00	11.433	ug/L	1

图 10.3 · 化合物表

2. 如图所示设定[定性处理参数]的[谱图处理参数]，作为方法文件保存。

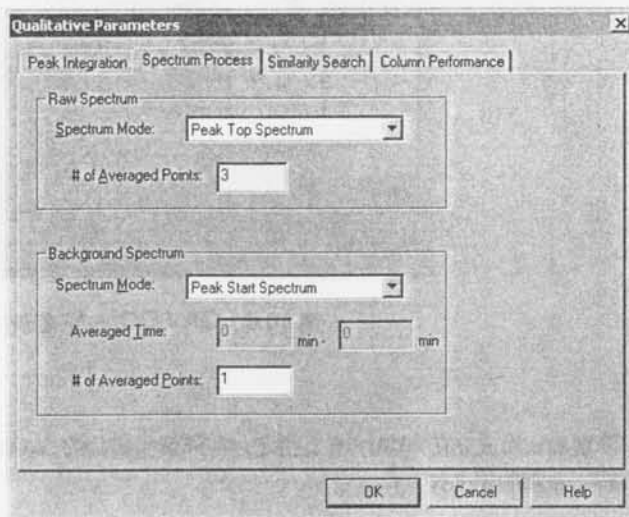


图 10.4 · 定性参数—谱图处理表

3. 开始「GCMS 分析」。
4. 从[文件]菜单中选择[打开方法文件]，读取②中保存的方法文件。
5. 从[文件]菜单中选择[QA/QC 参数]，设定有关「降解检查」的参数。

## 10.1 方法的登记

参考「降解检查」的参数

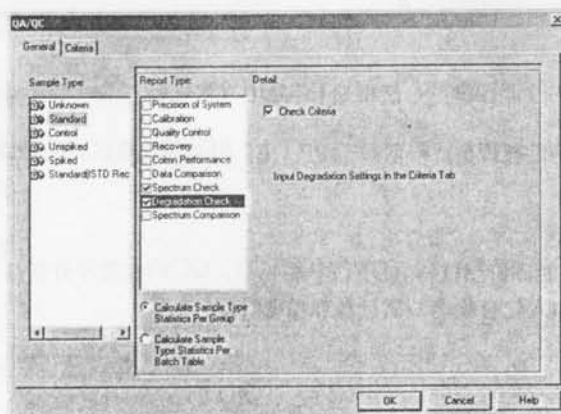


图 10.5 · QA / QC - 常用表

- 试样形式：标准
- 报告形式：降解检查
- 详细：判定是否合格，进行检验。

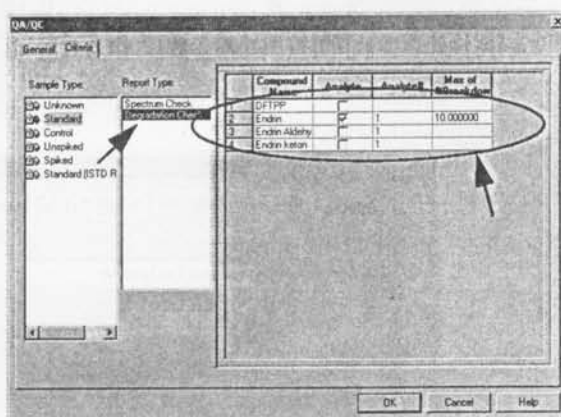


图 10.6 · QA / QC - 标准表

1. 降解确认用成分在 Analyte 上指定，在降解生成物的 Analyte 栏上设定与 Analyte 同样的号码。降解的定义如下式。

$$\text{降解} = ((1\text{Analyte}\# + 2\text{Analyte}\# + \dots) / (1\text{Analyte}\# + 2\text{Analyte}\# + \dots + \text{Analyte}))$$

$$= (\text{降解生成物的总面积} / \text{降解生成物和未降解物的总面积})$$

2. 设定「MS 质谱评价」。

参考「MS 质谱评价」的参数

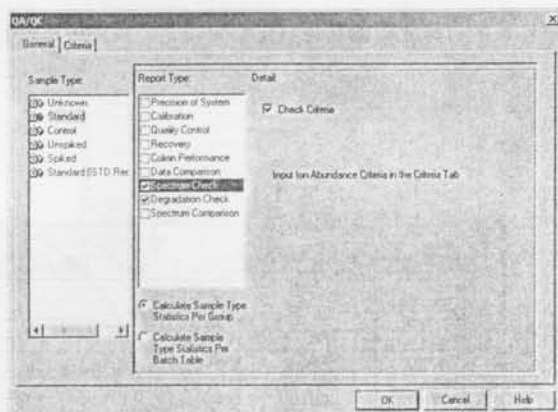


图 10.7 · QA / QC - 常用表

- 样品形式：标准
- 报告形式：质谱检验
- 详细：判定是否合格，进行检验。

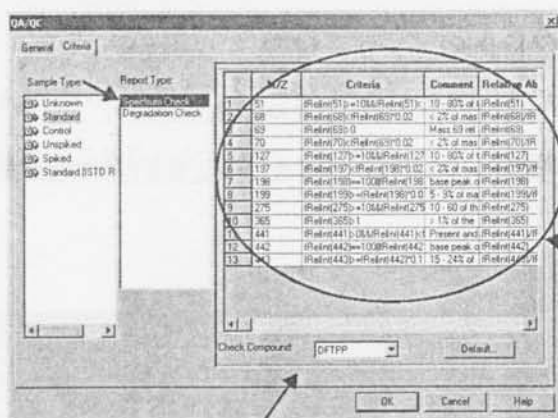


图 10.8 · QA / QC - 标准表

1. 选择用于质谱检验的目标化合物。

## 10.1 方法的登记

### 10.1.2 校准线评价的设定例

1. 用于校准线作成的目标化合物登录到化合物表上，设定校准线作成用的定量参数。

ID#	Name	m/z	Ret. Time	Unit	Ref. Ions	Conc. 1	Conc. 2	Conc. 3
1	Dichlorvos	185.00	6.250	ug/L	1	100	500	1000
2	Fenobucarb	150.00	9.667	ug/L	1	100	500	1000
3	Simazine	201.00	10.992	ug/L	1	100	500	1000
4	Propyzamide	173.00	11.433	ug/L	1	100	500	1000
5	Diazinon	304.00	11.592	ug/L	1	100	500	1000
6	TPN	266.00	11.892	ug/L	1	100	500	1000
7	Iprobenfos	204.00	12.017	ug/L	1	100	500	1000
8	Fenitrothion	277.00	13.075	ug/L	1	100	500	1000
9	Thiobencarb	100.00	13.267	ug/L	1	100	500	1000
10	Isoprotiolane	290.00	15.133	ug/L	1	100	500	1000
11	Isoxathion	313.00	15.592	ug/L	1	100	500	1000
12	CNP	317.00	16.467	ug/L	1	100	500	1000
13	EPN	157.00	17.642	ug/L	1	100	500	1000

图 10.9 · 化合物表

2. 开始「GCMS 分析」。
3. 从[文件]菜单中选择[打开方法文件]读取方法文件。
4. 从[文件]菜单中选择[QA/QC 参数]，设定质量控制功能的参数。

参考「校准线评价」的参数

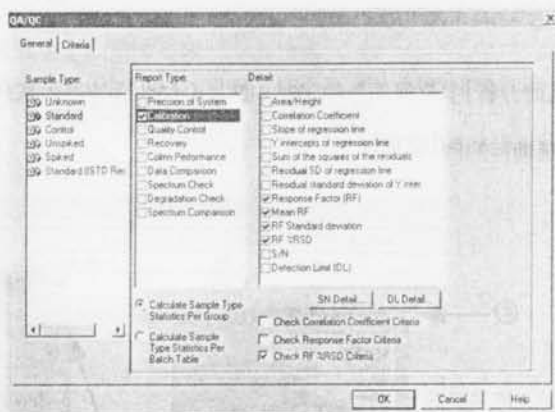


图 10.10 · QA / QC - 常用表

- 样品形式：标准
- 报告形式：校准线
- 详细：

响应系数 (RF)

平均 RF

RF 标准偏差

RF 相对标准偏差 (%)

判定 RF 相对标准偏差是否合格。

输入相对标准偏差的上限值

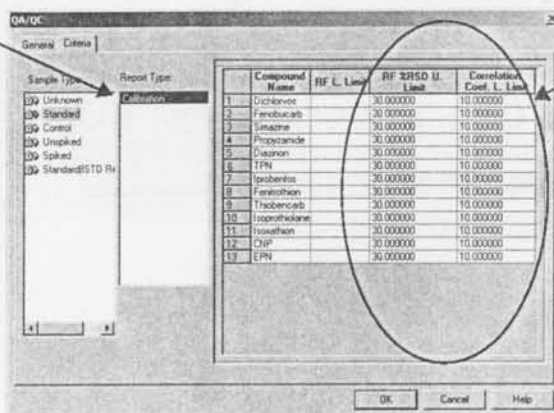


图 10.11 · QA / QC - 标准表

## 10.2 批处理和结果输出

### 10.2 批处理和结果输出

在[GCMS 实时分析]中数据采集的同时,在[GCMS]后处理中执行数据采集后的质量控制功能。

1. 点击批处理辅助栏的[设定]。

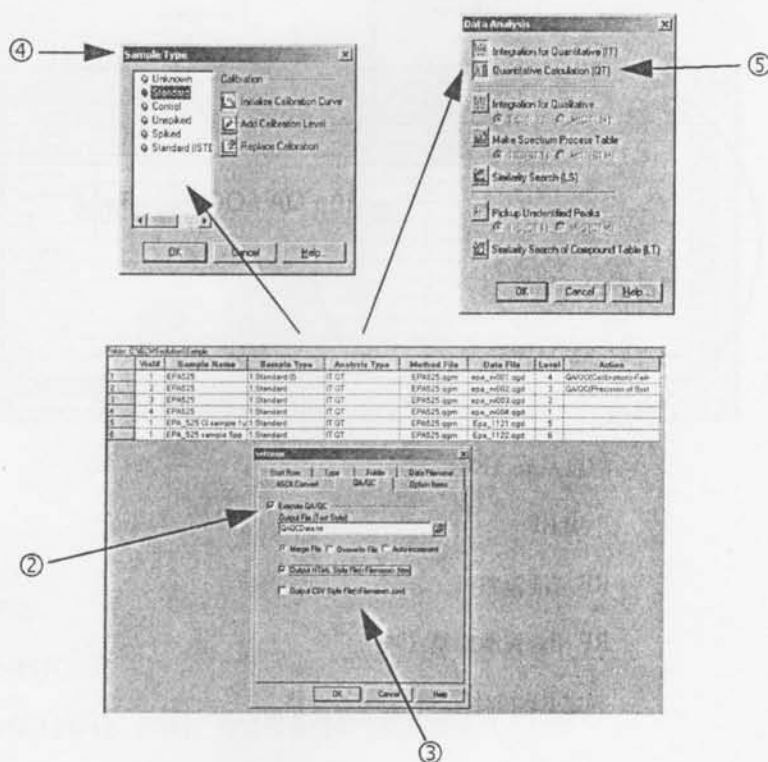


图 10.12 · 设置批处理

2. 选择 QA/QC 栏, 在 QA/QC 的执行的  中, 加入 V。
3. 输入或选择输出文件名称。

## 10.2 批处理和结果输出

4. 在批处理调度表的「样品形式」上，设定用方法定义的「样品形式」。执行与「样品形式」相对应的「质量控制项目」。
5. [分析类型]中必须设定定量用峰处理、定量计算。
6. 根据结果的判断，可设定批处理的暂停、中止等动作。

#	Test	Result	Action	P
1	QA/QC[Calibration]	Fail	Pause	
2	QA/QC[All]	Fail		
3	QA/QC[Precision of System]	Fail		
4	QA/QC[Calibration]	Fail		
5	QA/QC[Quality Control]	Fail		
6	QA/QC[Recovery]	Fail		
7	QA/QC[Column Performance]	Fail		
8	QA/QC[Data Comparison]	Fail		
9		Fail		

图 10.13 · 批处理动作



### 参考 结果输出例

依据质量控制功能的评价结果，用正文形式，HTML 形式，CSV 形式输出。

用正文形式表示结果时可用电子表格软件等。

#### 正文形式 (例)

Compound Name	Level1 RF	Level2 RF	Level3 RF	Mean RF	RF SD	RF %RSD
Acenaphthylene	117740	119260	129429	114868.6	14373.65	12.51302
Acenaphthene-c10	70440	62996	64291	69676.12	8543.263	14.31605
Fluorene	77720	77470	71072	71937.6	6571.362	7.883752
Phenanthrene-d10	96480	96020	89197	87516.12	13469.25	15.36945
Phenanthrene	102640	102840	99972	96023.86	7213.849	7.512572
Anthracene	94960	103076	102648	97594.67	11548.1	12.72029
Pyrene	103340	99920	96980	91366.77	11695.09	12.79693
Benz[a]phenanthrene	95420	86600	90144	76324.63	19759.1	25.73697
Chrysene-d12	89410	85398	82222	75194.75	14303.71	19.01824
Chrysene	106810	96604	99656	96401.07	15793.12	18.27637
Benzo[b]fluoranthene	75080	85424	96992	75906.86	10921.59	14.40712
Benzo[k]fluoranthene	85780	87448	90976	80699.1	11568.39	14.32035
Benzo[a]pyrene	66890	66732	70619	66471.72	8061.027	12.31223
Perylene-d12	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	85440	111092	111980	109540.8	16966.75	15.62247
Dibenz[a,h]anthracene	31970	36204	40756	37653.52	3642.66	9.674156
Benzo[ghi]perylene	84910	106030	109775	102600.9	9944.952	9.69454

#### HTML 形式 (例)

Criteria	Relative Abundance	Status
31 10 - 30% of the base peak	45.429472	Pass
63 = 2% of mass 69	0.000000	Pass
69 Mass 69 relative abundance	51.711154	Pass
78 = 2% of mass 69	0.000000	Pass
127 10 - 80% of the base peak	43.228639	Pass
197 = 2% of mass 198	0.000000	Pass
198 base peak or > 50% of 442	100.000000	Pass
199 5 - 7% of mass 198	6.534954	Pass
278 10 - 4% of the base peak	21.762110	Fail
441 1 - 1% of the base peak	0.000000	Fail
442 Present and < mass 443	65.345081	Pass
443 base peak or > 50% of mass 198	88.151525	Pass
443 15 - 24% of mass 442	21.741907	Pass

图 10.14 · 结果输出例

## 10.2 批处理和结果输出

### 10.2.1 批处理表设定例

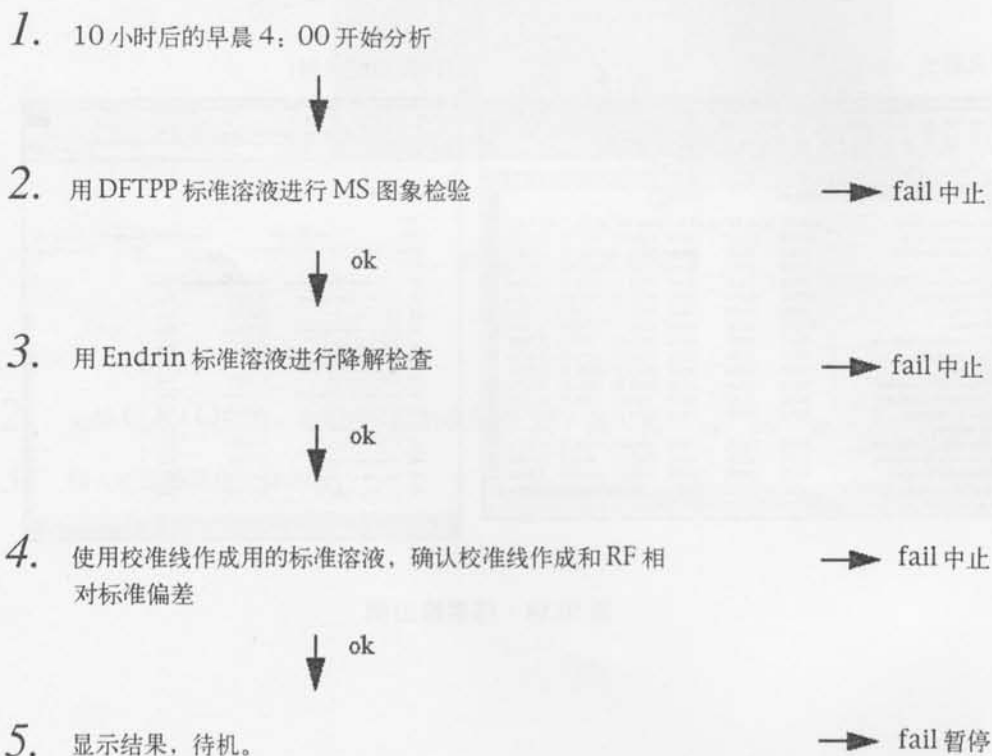
精度控制功能与批处理配合，可使「分析」和「判断」「动作」自动化，发挥更大的功能。

这些操作归纳如下表。

项目	分析	判断 (QAQC)	动作
1			10 小时后 (600 分后) 进度表开始
2	注入 DFTPP, 测定	质谱检验	不合格时「中止」
3	注入 Endrin, 测定	降解检查	不合格时「中止」
4	注入校准线作成用 标准试样, 测定	检验 RF 相对标准 偏差的上限	不合格时「暂停」
5			结果自动显示

根据此表，设定批处理表。

#### 分析（批处理上）的流程





## 批处理表的设定

批处理表设定前，做以下准备

1. 打开批处理表。
2. 点击批处理表上鼠标的右钮，选择[表格式样]
3. 在「显示项目」上追加需要的项目。

这里追加「动作」[执行方式][用户程序]

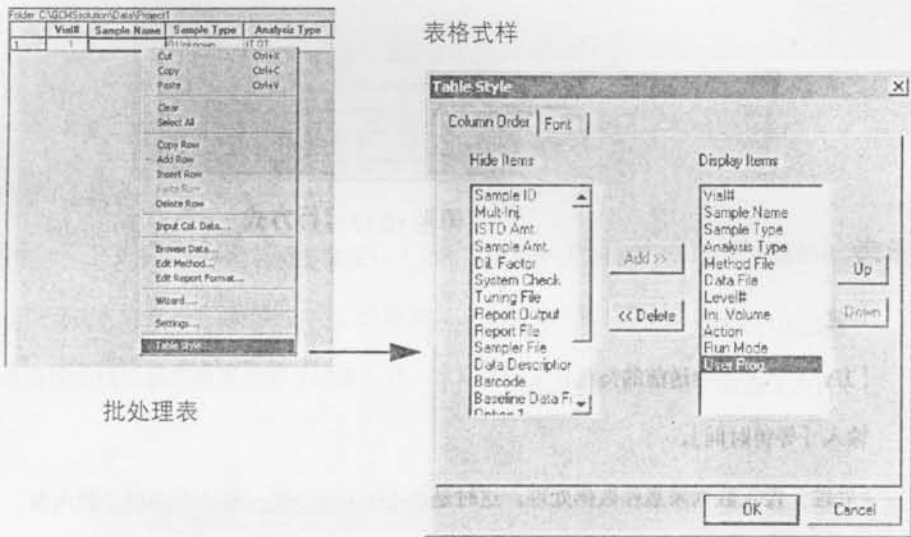


图 10.15 · 设置批处理表参数

4. 点击「批处理辅助栏」中的[设定]。点击「QA/QC」标记，选定[QA/QC 的执行]。指定由正文形式输出的 QA/QC 结果的文件名称。需要时也选定「HTML/CSV 形式输出」。

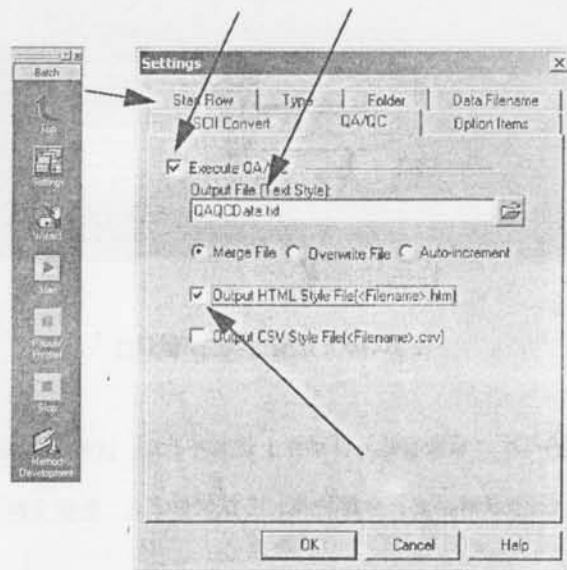



图 10.16 · 设定窗口

## 10.2 批处理和结果输出

5. 在批处理表上登录样品名, 分析的种类、方法文件名、数据文件名。
6. 点击[运行方式]栏, 按钮 , 设定执行方式。

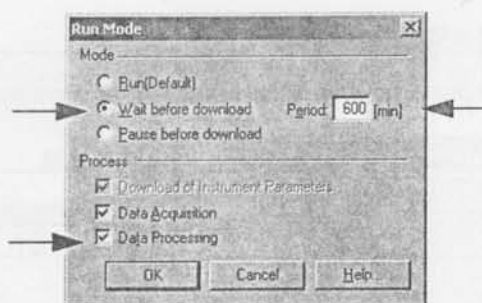


图 10.17 · 运行方式


### 参考

设定运行方式

「方式」选择「传送前的待机」。

输入「等待时间」。

「处理」设定数据采集和数据处理。这时是 10 小时待机, 可设定项目①的内容。

7. 点击「动作」栏, 按钮, 设定动作。 

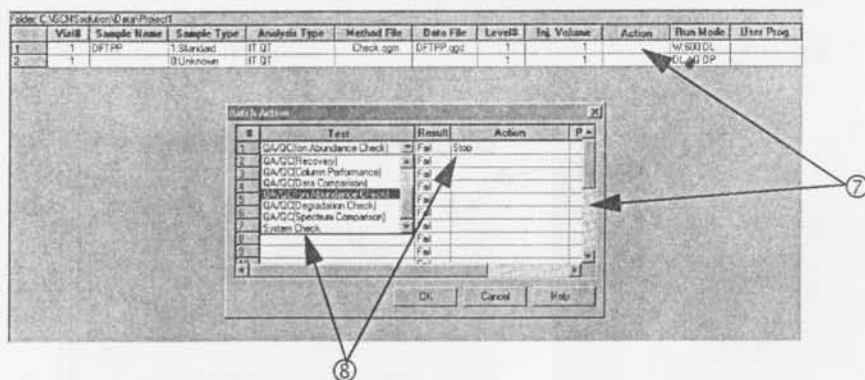


图 10.18 · 批处理动作窗口

8. 「试验」上选择 QA/QC (质谱检验)。「动作」选择中止。这样, 可设定项目②的内容。
9. 在批处理表的下一行登录样品名、分析种类、方法文件名、数据文件名。

## 10.2 批处理和结果输出

10. 点击「动作」栏，按钮设定动作。

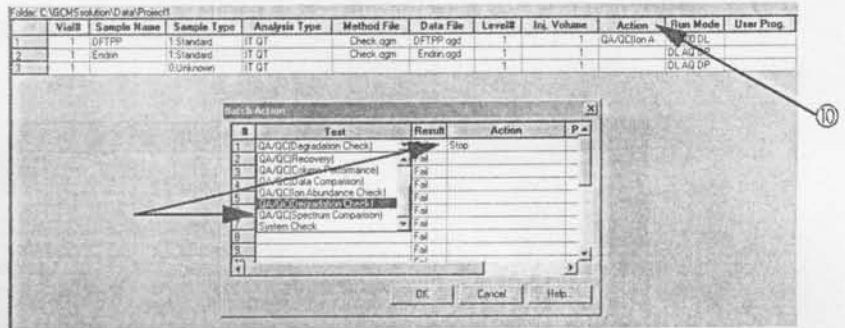


图 10.19 · “批处理动作”窗口

11. 「试验」上选择 QA/CA (降解检查)。「动作」选择中止。这样可设定项目⑬的内容。

12. 在批处理表的下一行登录样品名、分解种类、方法文件名、数据文件名。

13. 点击校准线作成的最末行的「动作」栏，设定动作。

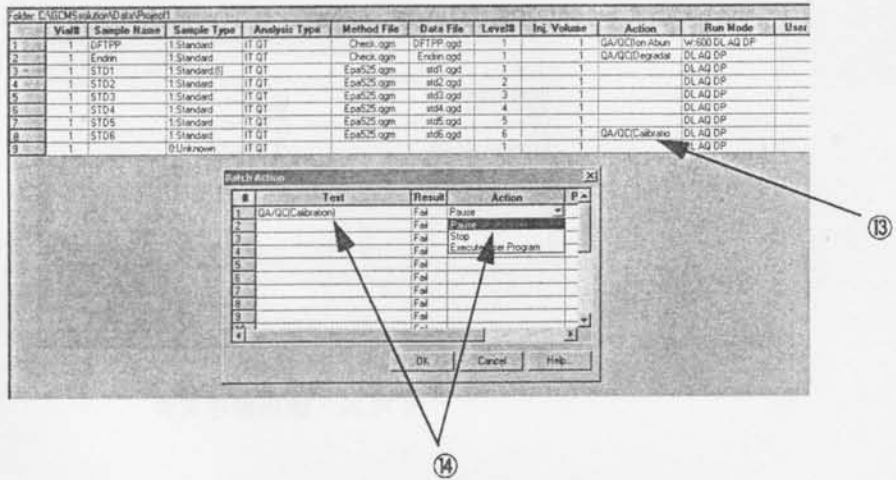



图 10.20 · 批处理动作窗口

## 10.2 批处理和结果输出

14. 「试验」上选择 QA/CA (校准线)。「动作」选择暂停。这样,可设定项目④的内容。
15. 点击校准线作成的最末一行的「用户程序」栏的 , 在「数据处理后」的  内加 V。

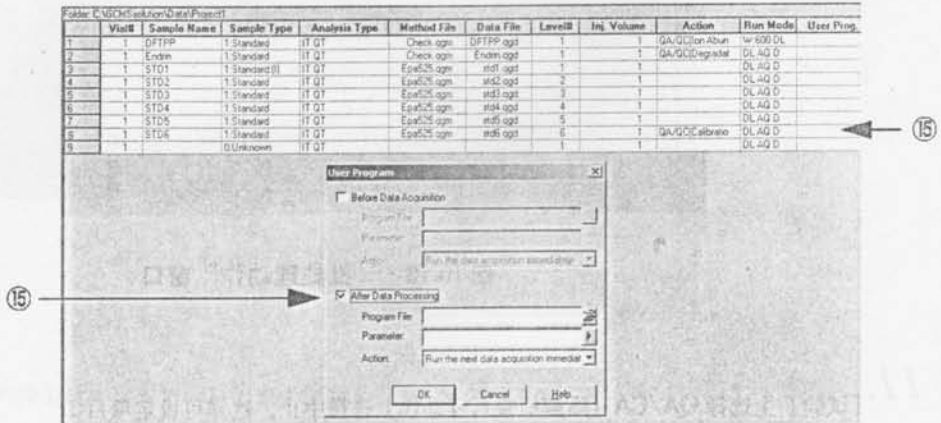


图 10.21 · 用户程序窗口

16. 点击程序文件的  按钮, 指定数据显示上使用的程序。



图 10.22 · 选择程序文件

17. 点击参数的  钮，选择显示的文件种类。

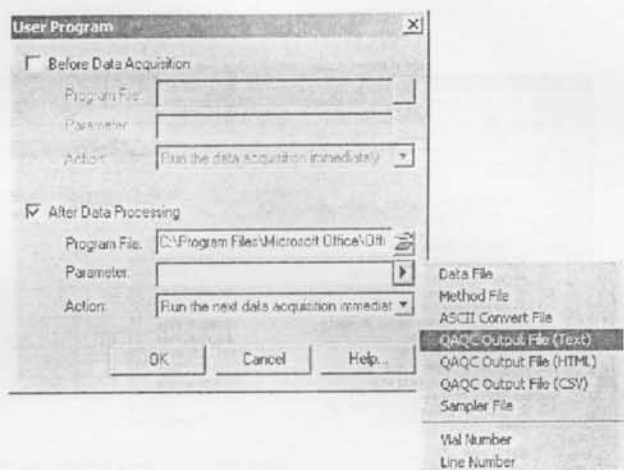


图 10.23 · 用户程序

18. 启动自动显示程序，显示最终结果。这样，可设定项目⑤的内容。

19. 保存批处理表。准备样品放入自动进样器，按批处理「开始」钮。由①至⑤的连续分析和判断动作自动进行。

Folder: C:\GCMSolution\Data\Project1											
	Vial#	Sample Name	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	Action	Run Mode	User Prog
1	1	QFTPP	1-Standard	IT QT	Check.ogn	QFTPP.ogn	1	1	QA/QC/Run ABun	W300 DL	PostRun.html
2	1	Envin	1-Standard	IT QT	Check.ogn	Envin.ogn	1	1	QA/QC/Upgrade	DL AQ D	
3	1	STD1	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std1.ogn	1	1		DL AQ D	
4	1	STD2	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std2.ogn	2	1		DL AQ D	
5	1	STD3	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std3.ogn	3	1		DL AQ D	
6	1	STD4	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std4.ogn	4	1		DL AQ D	
7	1	STD5	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std5.ogn	5	1		DL AQ D	
8	1	STD6	1-Standard	IT QT	Epa825.ogn	std6.ogn	6	1	QA/QC/Calibrate	DL AQ D	PostRun.html
9	1		0:Unknown	IT QT			1	1		DL AQ D	

图 10.24 · 批处理表

# 10.2 批处理和结果输出

## 输出例

A	B	C	D	E	F	G	H	I
6	Spectrum Check							
7	Count	1						
8	Data	Data File Path	Sample Name	Sample ID	Analysis C	Data File	Status	
9	Data1	C:\GCMSolution\Sample\DR5_stability_dftpp_002.qgd		04/17/01	Normal			
10	DFTPP							
11	M/Z	Spectrum Check Criteria	Relative Abundance	Status				
12	51	30 - 60 percent of mass 198	30.308724	Pass				
13	68	Less than 2 percent of mass 69	1.41029	Pass				
14	70	Less than 2 percent of mass 69	0.436634	Pass				
15	127	40 - 60 percent of mass 198	45.67842	Pass				
16	197	Less than 1 percent of mass 198	0.268451	Pass				
17	198	Base peak, 100 percent relative abundance	59.293276	Pass				
18	199	5 - 8 percent of mass 198	6.830626	Pass				
19	275	10 - 30 percent of mass 198	15.332415	Pass				
20	366	Greater than 1 percent of mass 198	1.200508	Pass				
21	441	Present but less than mass 443	73.278876	Pass				
22	442	Greater than 40 percent of mass 198	100	Pass				
23	443	17 - 23 percent of mass 442	19.545642	Pass				
24	Degradation Check							
25	Count	1						
26	Data	Data File Path	Sample Name	Sample ID	Analysis C	Data File	Status	
27	Data1	C:\GCMSolution\Sample\DR5_stability_dftpp_002.qgd		04/17/01	Normal			
28	Analyst#	ID	Compound Name	Area	M/Z	%breakdn	%breakdn	Status
29	1	1	2 Endrin	-	TIC	-	-	10 Pass
30	1	1	3 Endrin Aldehyde	-	TIC	-	-	
31	1	1	4 Endrin keton	-	TIC	-	-	
32								

图 10.25 · 输出示例

## 输出例

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
728	Level6 Col											
729	Data	Data File Path	Sample Name									
730	Data1	C:\GCMSolution\Sample\EpaStd006.qgd										
731	[Result]											
732	ID	Compound Name	Level6 RF	Level6 RF	Mean RF	RF SD	RF %RSD	RF %RSD	RF %RSD	RF %RSD	Status	
733	1	Acenaphthylene	1177.40	88006.3	114868.8	14373.55	12.51352	30	Pass			
734	2	Acenaphthene-d10	70440	48065.7	50678.12	8543.263	14.31605	30	Pass			
735	3	Fluorene	77740	62747.3	71937.6	5671.382	7.863752	30	Pass			
736	4	Phenanthrene-d10	96460	66775.6	87516.12	13469.25	15.38945	30	Pass			
737	5	Phenanthrene	103640	85696.6	96023.68	7213.848	7.512572	30	Pass			
738	6	Anthracene	94980	73629.2	90784.87	11548.1	12.72029	30	Pass			
739	7	Pyrene	103340	72639.2	91396.77	11695.06	12.79593	30	Pass			
740	8	Benzo[a]phenanthrene	95420	45217.7	76624.63	19759.1	25.78687	30	Pass			

图 10.26 · 输出示例

⊕ 島津制作所

日本 京都