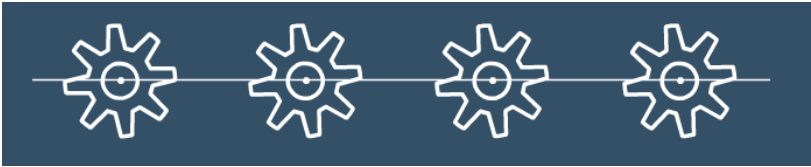


GCMS_RTL 培训手册

(For 7890_5975 and 1701EA chemstation)



安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

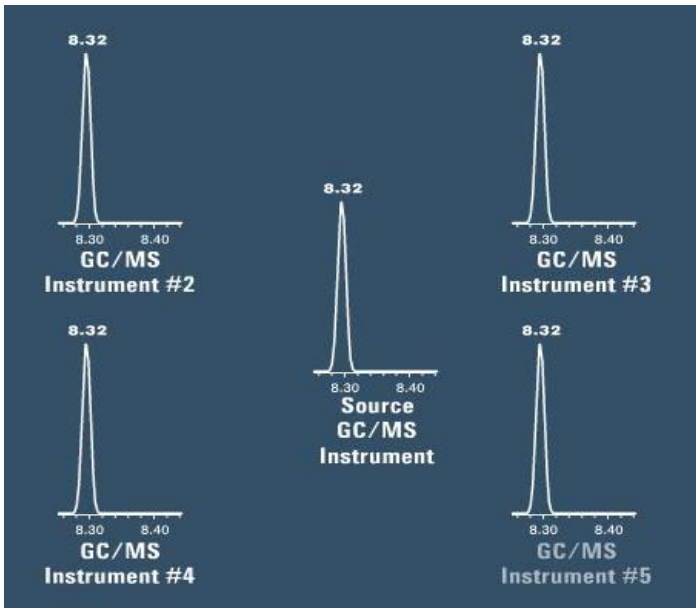
什么是保留时间锁定 (RTL):

保留时间锁定是一种在不同系统之间消除改变仪器带来的保留时间变化的步骤。

既当与另一台GCMS系统使用相同型号的色谱柱时，任何的Agilent GCMS系统均可获得与之相匹配的色谱保留时间的能力，使保留时间重现。用于不同系统间交换方法。

保留时间锁定 (RTL) 的用途:

- RTL节约时间。
- RTL提高结果的可信度。
- RTL简化了不同实验室之间、不同系统之间以及经过一段时间的数据间的比较。
- RTL提供了用于确定未知物的保留时间库的开发与研究的可能
- RTL提高了不同仪器间转移方法的速度。



保留时间锁定的步骤:

1. 5 次“标准”运行
2. 选择锁定峰
3. RTL 计算压力曲线
4. 确定 RTL 并保存方法

为了锁定一个给定的方法,必须事先建立保留时间和压力的校正曲线 (RT vs P) 即使用相同部件号的柱子(相同内径、固定相、类型、相比 (phase ratio)等)。当使用以下条件时需要单独的 / 不同的锁定校正曲线,

1. 具有不同的柱子出口压力的系统 (MSD / 真空, FID / 大气压, AED / 升高的压力)
2. 柱子和标准长度差别大于15% (例如, 由于切齐柱子造成的)
3. 系统的预期锁定压力超出当前校正的范围

专用的标样 (通常是在标准方法的校正标样中使用的一个) 必须选择用来建立锁定校正曲线和锁定将来所有系统。该标样即目标峰必须是容易鉴定的, 对称的, 且是色谱图的最主要部分。应避免使用极性强的易分解的溶质。

一旦溶剂选定, 并且方法的所有色谱参数也已经决定后, 就进行五个校正标准的化合物分析。这些分析可以通过选择 **Instrument / Acquire RTLock Calibration Data** 来自动设置。对自动进样, 你会被提示将小瓶放在1 的位置, 然后提示进行五个样品的分析, 如果有任何先前的校正数据存在, 必须注意到这一事实, 先前的校正数据可以清除或停止处理过程。这五个数据文件可以存入方法目录, 该目录在带有 **RTLOCK1.D - RTLOCK5.D** 文件名的**RTLOCK**名称之下。该次运行是在标准方法的条件下进行的, 其他四个分析是在不同的压力下进行的, 所使用的压力是: (-20%, -10%, 标准的, +10%, +20%)。

在 Agilent 1701EA 工作站上怎样做 RTL?

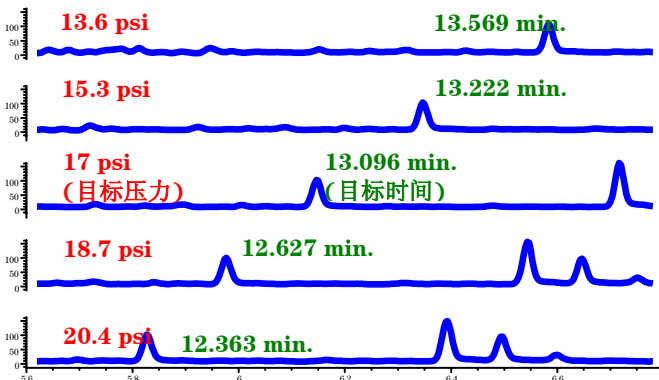
1. 在五种不同的压力下运行五次，一般标准的做法是用：

1. 目标压力 - 20%
2. 目标压力 - 10%
3. 目标压力
4. 目标压力+ 10%
5. 目标压力+ 20%

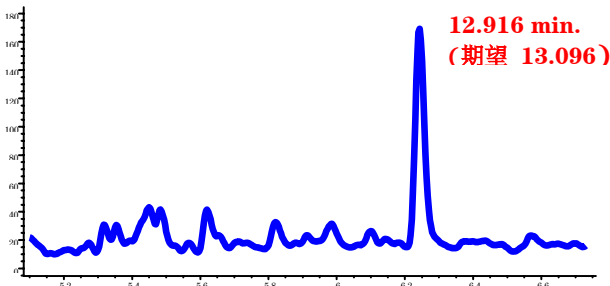
2. 对每一次的运行测定目标化合物的 RT

3. 将结果输入化学工作站软件，以使之建立 RTL校正文件，这个文件将会成为方法的一部分。

锁定目标物 (Chlorpyrifos-methyl) 的五次运行：(方法见本手册最后附录)

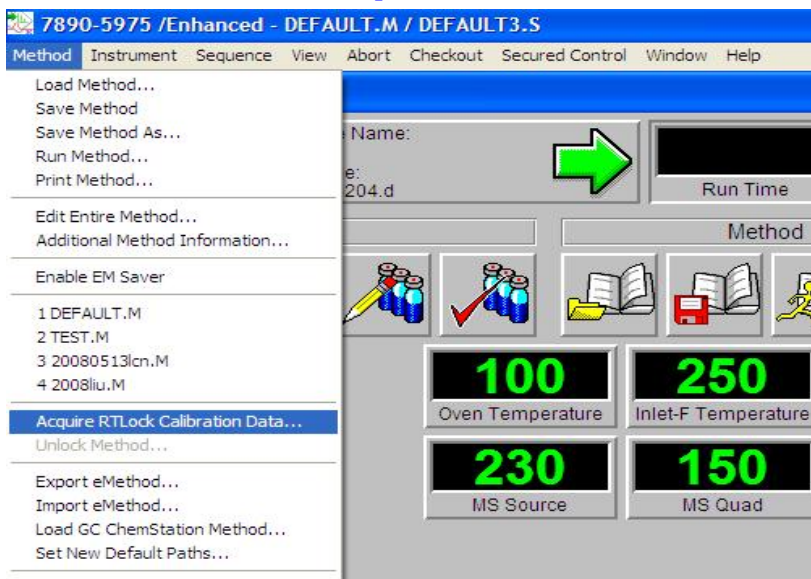


压力为 17psi 下运行结果：

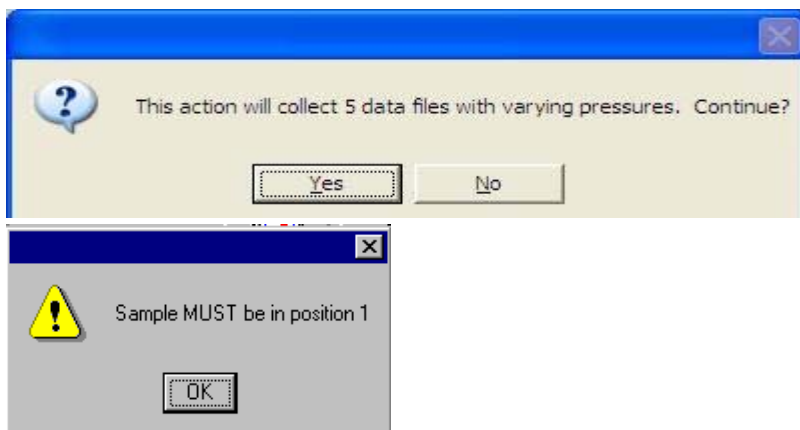


在工作站上完成 RTL 的步骤

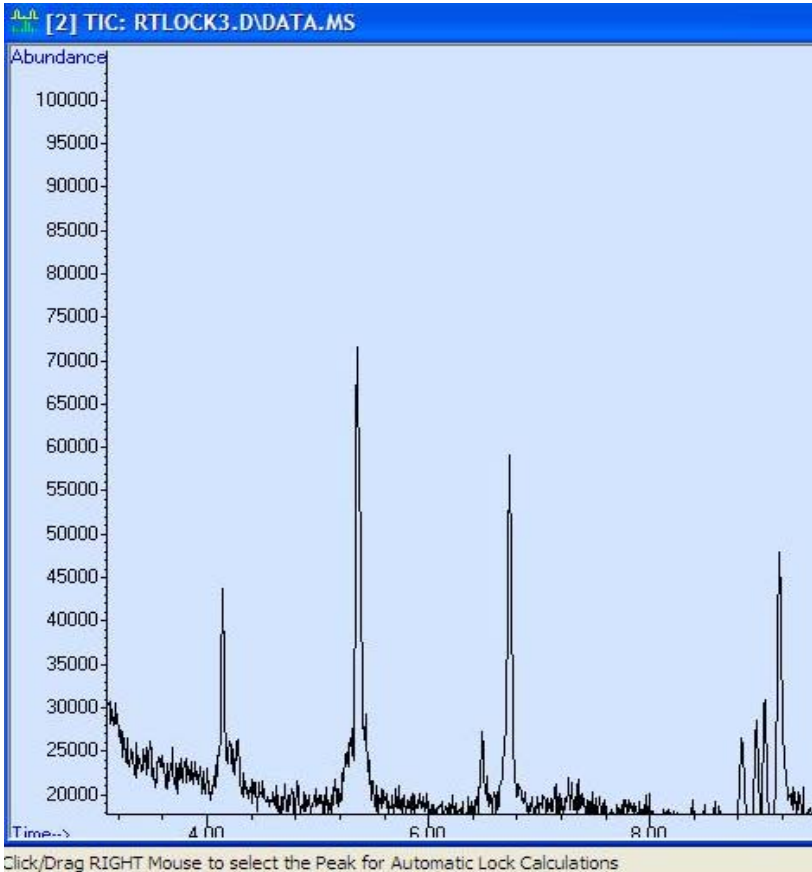
一、在 Method 菜单下选择 Acquire RTLock Calibration Data



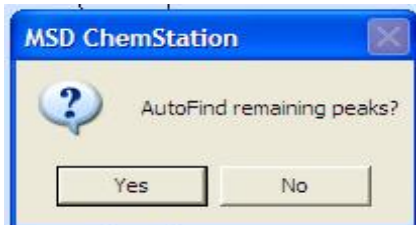
二、选择 “Yes”，开始进行不同压力下 5 次进样，样品放在 1 号位。



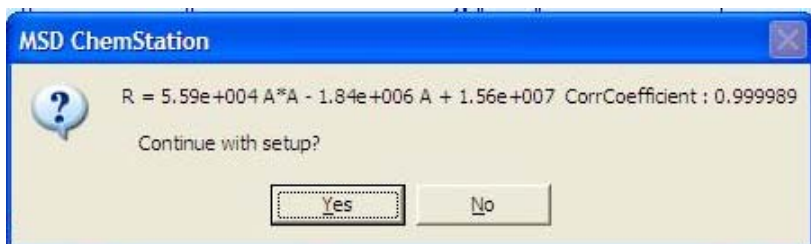
三、五次进样完成后，自动进入数据分析窗口。显示第三次运行的总离子流图，拖鼠标右键选择欲锁定的峰



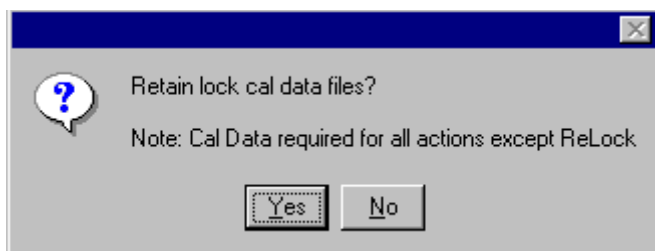
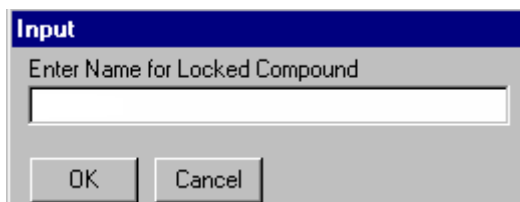
出现 AutoFind remaining peaks?对话框，选择 Yes



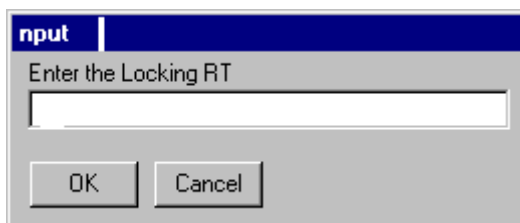
四、显示保留时间/压力曲线的相关系数，如果正常，点击 Yes



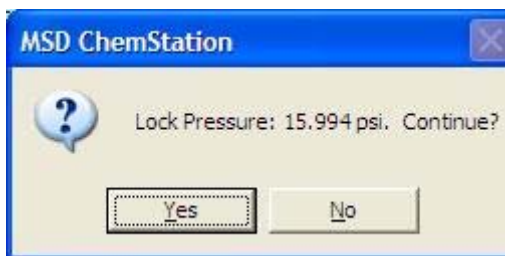
五、输入被锁定的化合物名称 Chlorpyrifos-methyl 点击 OK 并保存数据文件



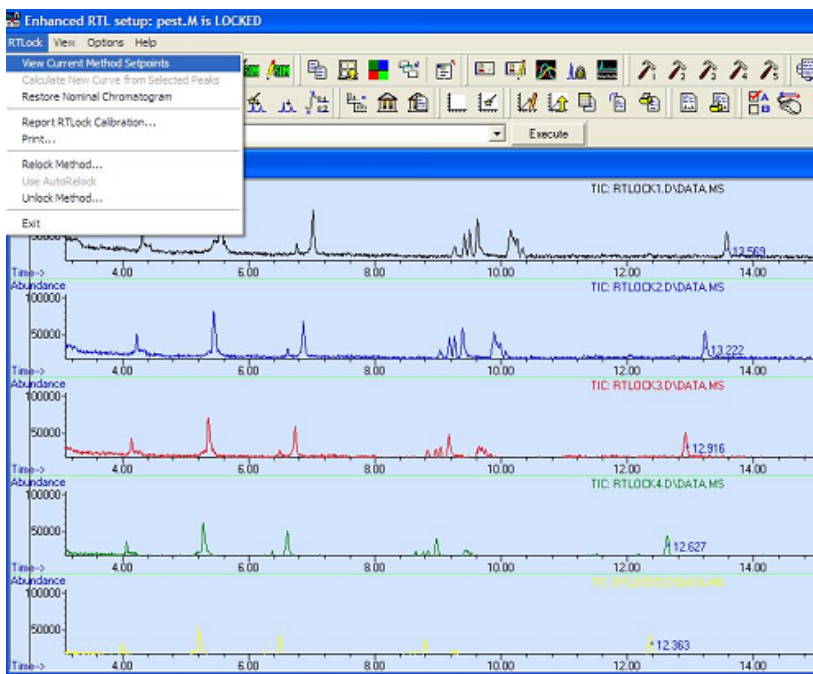
六、输入期待的保留时间 13.096



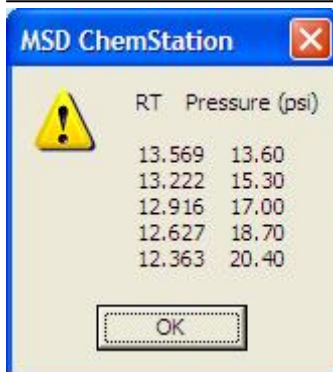
七、显示为实现期待保留时间所需的压力。点击 yes



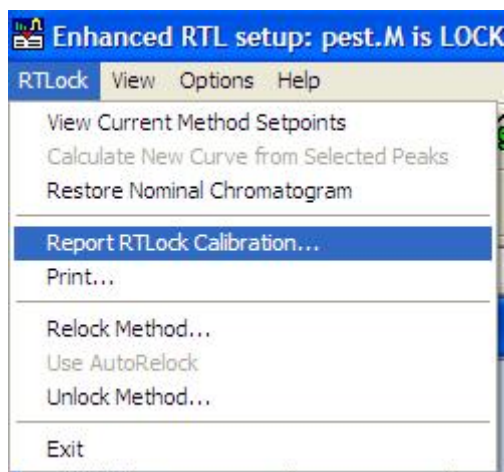
八、选择 RTLock 下的 View Current Method Setpoints



会出现下列窗口，显示五次运行的结果



九、选择 RTLock 下 Report RTLock Calibration 会显示 RTL 报告



MultiVu - [C:\MSDCHEM\1\METHODS\pest.M\rtrep.txt]

File Edit Search Window

Retention Time Locking Data Report

Retention Locked Method: C:\MSDCHEM\1\METHODS\pest.M
 Retention Locked Cal Date: 29 May 2008 8:00 pm
 Instrument: 7890-5975
 Operator:

Method Lock is currently On

Compound: chlorpyrifos-methyl

Retention Time Calibration:

File	psi Pressure	Time min.	Spec Xcor	Deviation Seconds
RTLOCK1.D	13.60	13.569	0.94773	39.174
RTLOCK2.D	15.30	13.222	0.94471	18.360
RTLOCK3.D	17.00	12.916	1.00000	0.000
RTLOCK4.D	18.70	12.627	0.96654	-17.292
RTLOCK5.D	20.40	12.363	0.95937	-33.180

Maximum Deviation: 39.174 seconds
 RTL Curve: $R = 5.59e+004 A^*A - 1.84e+006 A + 1.56e+007$

Terms of Curve Fit:
 Constant = $1.5601e+007$
 Linear = $-1.83986e+006$
 Quadratic = 55949.9
 Coefficient = 0.999989 ** Good Fit **

Locked Retention Time information:

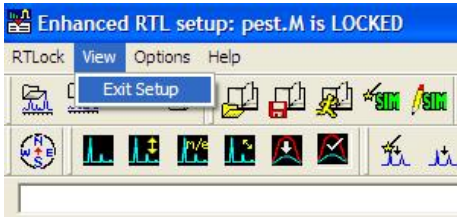
Retention Locked File: C:\MSDCHEM\1\METHODS\pest.M\rtlock\rtlock3.d
 Acq Date: 29 May 2008 8:00 pm
 Instrument: 7890-5975
 Operator:

Measured Retention Time: 12.916 Pressure: 17.00 (psi)
 Locked Retention Time: 13.096 Pressure: 15.99 (psi)
 ** Locked RT and Pressure Within Calibrated Limits **

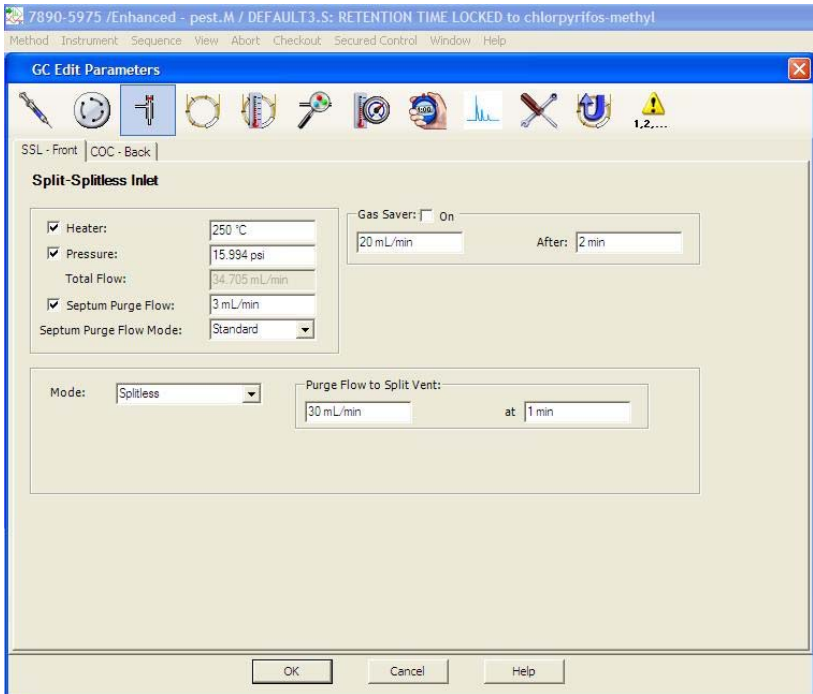
Lock run spectrum XCor: 1.0000

Report created: Thu May 29 21:35:11 2008

十、完成 RTL 后，方法被锁定。选 Exit Setup 退出



方法锁定后，压力变为锁定值 15.994psi



*****注意：**7890 RTL Calibration does not work with the Rear Inlet. Patch to be rolled into G1701EA E.01.01. Replace the old files with the new files: msdchem\msexe

安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任，我们会适时推出新版本的培训教材，恕不另行通知。

附录：测定 926(旧库 567 种)农药库的仪器配置及方法参数

一、仪器配置

Column part number	19091S-433(HP-5MS)
Column type	30m X 0.25 mm
Phase thickness	0.25 um
Carrier gas type	He (constant pressure)
Inlet Type	Split/splitless (or PTV)
Inlet Liner	P/N 5062-3587 (This liner has a small amount of glass wool. You may want to replace it with a small amount of Teflon wool.)
Syringe size	5 uL
RTL locking compound:	Chlorpyrifos-methyl
RTL locking time:	13.096 min
Library	Pesticide RTL Database Library

附录：测定 926 种农药的参考方法

=====

7890 GC METHOD

=====

OVEN

Initial temp: 70 'C (On) Maximum temp: 325 'C
 Initial time: 2.00 min Equilibration time: 1.00 min
 Ramps:
 # Rate Final temp Final time

1	25.00	150	0.00
2	3.00	200	0.00
3	8.00	280	10.00
4	0.0(Off)		

Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min

Run time: 41.87 min

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)

Mode: Splitless

Initial temp: 250 'C (On)

Pressure: 17.00 psi (On)

Purge flow: 30.0 mL/min

Purge time: 0.50 min

Total flow: 34.9 mL/min

Gas saver: Off

Gas type: Helium

COLUMN 1

Capillary Column

Model Number: Agilent 19091S-433

HP-5MS

Max temperature: 325 'C

Nominal length: 30.0 m

Nominal diameter: 250.00 um

Nominal film thickness: 0.25 um

Mode: constant pressure

Pressure: 17.00 psi

Nominal initial flow: 1.8 mL/min

Average velocity: 50 cm/sec

Inlet: Front Inlet

COLUMN 2

(not installed)

Outlet: MSD

Outlet pressure: vacuum

SIGNAL 1

Data rate: 20 Hz

Type: test plot

Save Data: Off

Zero: 0.0 (Off)

Range: 0

Fast Peaks: Off

Attenuation: 0

SIGNAL 2

Data rate: 20 Hz

Type: test plot

Save Data: Off

Zero: 0.0 (Off)

Range: 0

Fast Peaks: Off

Attenuation: 0

THERMAL AUX 2

Use: MSD Transfer Line Heater

Description:

temp: 280 'C (On)

GC Injector

Front Injector:

Sample Washes 1

Sample Pumps 3

Injection Volume 1.00 microliters

Syringe Size 5.0 microliters

PreInj Solvent A Washes 0

PreInj Solvent B Washes 1

PostInj Solvent A Washes 3

PostInj Solvent B Washes 2

Viscosity Delay 1 seconds

Plunger Speed Fast

PreInjection Dwell 0.00 minutes

PostInjection Dwell 0.00 minutes

MS ACQUISITION PARAMETERS

General Information

Tune File : atune.u
Acquisition Mode : Scan
MS Information
Solvent Delay : 3.00 min
EM Absolute : False
EM Offset : 0
Resulting EM Voltage : 1294.1
[Scan Parameters]
Low Mass : 35.0
High Mass : 500.0
Threshold : 50
[MSZones]
MS Quad:150C
MS Source:250C

安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任，我们会适时推出新版本的培训教材，恕不另行通知。