

文件编号: WU-ISCMS-QM 2024C575

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

# 分子科学公共实验平台

## 质量管理文件

---

气相色谱-高分辨质谱联用仪  
Thermol Fisher Orbitrap Exploris GC  
标准操作规程

2025 年 03 月 01 日发布

年 月 日实施

---

分子科学公共实验平台 发布

修订页

## 目 录

1. 目的 .....	1
2. 范围 .....	1
3. 职责 .....	1
4. 色质谱实验室安全管理规范 .....	2
4.1. 进入或离开实验室规定 .....	2
4.2. 实验操作规定 .....	2
4.3. 气瓶使用规定 .....	3
5. 色质谱实验室仪器设备管理规范 .....	4
5.1. 气相色谱-高分辨质谱联用仪预约与使用 .....	4
5.2. 预约制度 .....	4
5.3. 培训考核制度 .....	5
6. 实验内容 .....	6
6.1. 样品要求 .....	6
6.2. 仪器状态确认及调谐 .....	7
6.3. 采样方法编辑 .....	12
6.4. 采样序列编辑及运行 .....	39
6.5. 数据处理 .....	43
6.5.1. 定性分析 .....	43
6.5.2. 化合物谱库筛查 .....	47
6.6. 实验结束处理 .....	55
7. 相关/支撑性文件 .....	55
8. 记录 .....	55
附件一 质谱调谐与校正 .....	56
附件二 离子源更换 .....	62
附件三 进样针模块更换 .....	65
附件四 气体钢瓶更换注意事项 .....	71

## 1. 目的

建立气相色谱-高分辨质谱联用仪(Orbitrap Exploris GC)使用操作规程，使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用气相色谱-高分辨质谱联用仪的用户。

## 3. 职责

3.1. 用户：严格按本程序操作，发现异常情况应及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员：确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

3.3. 文章致谢格式：

根据学校指导意见，使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备，请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢：

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢：

① 致谢：感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者：如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献（包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析），我们

感谢您将相关老师列为共同作者，作者单位地址如下：西湖大学，分子科学公共实验平台，功能分子与精准合成浙江省重点实验室，杭州，310030，浙江。

## 4. 色质谱实验室安全管理规范

### 4.1. 进入或离开实验室规定

- 4.1.1. 进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核，严格遵守本实验室的各项安全警示标识。
- 4.1.2. 进入色质谱实验室，请仔细阅读本实验室的安全管理规定。
- 4.1.3. 进入实验室需穿戴实验服，严禁穿拖鞋、高跟鞋进入实验室，长发请束起。
- 4.1.4. 进入实验室应了解消防器具与紧急逃生通道位置，实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通。
- 4.1.5. 严禁将自己授权的门卡转借他人，一旦发现将进行禁用处理。
- 4.1.6. 禁止将实验无关人员带入实验室。
- 4.1.7. 严禁在实验室饮食、吸烟或随意走动。
- 4.1.8. 夜间实验，应提前告知仪器管理人员，测试须两人在场。
- 4.1.9. 为保持实验室内环境温度及湿度稳定，进入实验室后保持实验室门窗关闭。实验结束后，实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。
- 4.1.10. 严禁戴手套接触门把手或电梯。禁止随意丢弃实验废弃物。
- 4.1.11. 实验室应保持整洁，严禁摆放与实验无关的个人物品。
- 4.1.12. 空压机及 UPS 所处房间应使用空调，要保持室内空气干燥，在潮湿的季节应该除湿。至少每周一次检查除湿机有无积水。

### 4.2. 实验操作规定

- 4.2.1. 实验室内均为大型科研设备，有专人负责管理，未经培训人员，不得擅自上机使用。
- 4.2.2. 送样或自主上机的用户，均需使用大仪系统进行系统。
- 4.2.3. 请严格按照送样要求进行制样。由于样品问题造成色谱柱损坏或仪器配件更换，无论独立上机或是委托测试，费用将由用户所在课题组承担；

- 4.2.4. 请严格按仪器操作规程进行操作。实验过程中有任何不确定必须联系技术员，自主上机因操作错误造成设备或色谱柱等损坏的，该用户课题组也需承担相关费用。
- 4.2.5. 实验过程中如发现仪器设备发生异常状况、仪器报错、报警等，务必立即联系仪器负责人严禁擅自处理、调整仪器主要部件，凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.2.6. 色谱类仪器，必须根据样品分离方法和要求，选择合适的色谱柱或设置柱升温程序等，因用户本人选择色谱柱或柱升温程序设置错误，导致仪器故障或色谱柱耗材损坏的，所有费用由课题组全权负责。
- 4.2.7. 仪器均为高压设备，使用仪器需严格遵守用电安全规定，严禁擅自更改电路或切断仪器电源等相关危险操作。
- 4.2.8. 实验室内的药品、试剂必须存放药品柜，并做好使用登记。
- 4.2.9. 使用化学试剂或药品前，必须了解其物理化学性质、毒性及防护方法，使用时必须配戴护目镜、手套等，做好个人防护。
- 4.2.10. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。实验数据须通过学校数据中心进行下载，禁止将个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备与各色质谱仪器工作站连接拷贝数据。
- 4.2.11. 垃圾、废液必须严格按标识进行分类，禁止将锐器、玻璃丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.2.12. 自主上机用户须在预约时间内须使用本人的账号登陆基理系统进行仪器使用；使用结束应做好仪器使用登记，如实记录仪器使用状态。

### 4.3. 气瓶使用规定

- 4.3.1. 首次使用实验室气瓶，须经实验室技术员培训指导。
- 4.3.2. 请按实验室气瓶标识选择正确的气源。
- 4.3.3. 打开气瓶，先确认管路已连接稳妥，严禁未接气路或气路未连接稳妥，开气瓶减压阀。
- 4.3.4. 更换气瓶，首先确保减压阀关闭，且管路中气压排空归零，先用扳手拧松后，再用手旋下管路。换气瓶，确认气瓶螺纹吻合后，先手紧气体管路，再用扳手拧 1/8 圈左右。

- 4.3.5. 开气瓶或更换气瓶，禁止站在减压阀出气口正前方。
- 4.3.6. 测试过程中，请根据需要及时更换气瓶。使用者应根据气瓶使用情况，变更气瓶使用牌状态“满瓶”、“使用中”或“空瓶”等。
- 4.3.7. 气瓶应保持正立并固定。

## 5. 色质谱实验室仪器设备管理规范

### 5.1. 气相色谱-高分辨质谱联用仪预约与使用

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪网）进行预约，并按照要求登记预约信息。

#### 1. 委托测试

- ① 送样前与仪器负责人沟通样品信息、测试目的以及相关方法。
- ② 请在大仪网进行送样预约并将制备好的样品交给仪器负责人。
- ③ 测试结果请自行在 Storage 数据中心进行下载。
- ④ 样品如需回收请在送样时告知，并在测试后尽快取回，一周未取回平台将作化学废弃物处理。

#### 2. 自主上机

- ① 本仪器培训至少需要两小时，申请培训前先与仪器负责人联系。
- ② 请在大仪网预约培训机时，并提前阅读 SOP，培训时请携带纸质版仪器培训申请表。
- ③ 技术员进行现场培训。
- ④ 培训后两周内，用户可在技术员指导下用实际样品进行上机测试，并按自主上机计费；根据自身掌握情况，用户需在两周内完成上机考核，考核通过的用户即获得自主上机权限，原则上一星期复考；未考核或考核不通过的用户，需重新接受培训。获取自主上机权限，但超过三个月未进行使用的用户，上机应联系管理员协助测试或者重新考核。

### 5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，实验室仪器需进行网上预约制度。气相色谱-高分辨质谱联用仪自主上机用户需根据预约制度登陆大仪共享网站最少提前 30 分钟预约机时，包括周末；如用户需要使用特殊离子源、其他进样方式或者特殊色谱柱，前一天联系管理员更换硬件。寒暑假及法定节假日请关注实验室实时通知。特殊实验，应提前告知技术员，并在其指导下完成测试。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 30 分钟取消预约并通知技术员。恶意预约机时或有多次无故不遵守预约时间的用户，实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段	预约时间	测试内容
周一至周日	09:00 至 22:00	不限制 GC-HRMS 分析

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束后如实记录仪器状态；
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处理；
- (4) 因人为原因造成仪器故障的（如硬件损坏），用户课题组须承担维修费用；
- (5) 本实验室所有原始数据不允许在仪器工作站上删改，禁止用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。用户应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑，保存并做数据处理；实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (6) 用户应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕请及时带走样品，技术员不负责保管。

使用者若违犯以上条例，将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请，由技术员安排时间进行培训，培训内

容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程（自主测试）及相应数据处理。

培训结束后，两周内培训者需管理人员监督下进行 5 次左右操作，培训者根据自己的掌握程度，联系技术员进行上机考核。初级考核合格后，可在管理人员监督下上机操作，一周后复考；

实验室技术员认为培训者达到独立操作水平后，给予培训者授权在所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修费用之外，给予重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求：

- (1) 了解气相色谱-高分辨质谱联用仪的基本原理及其应用的多学科背景知识；
- (2) 熟练掌握 Xcalibur 软件系统，严格按照标准操作规程操作，防止因人为操作不当造成仪器故障，认真做好仪器的使用及故障记录。

## 6. 实验内容

### 6.1. 样品要求

#### (1) 液体进样

样品中绝大多数组分为小分子、易挥发、热稳定性好的有机物，沸点不高于 320 °C；常用的溶剂为正己烷、乙酸乙酯、丙酮、二氯甲烷、甲醇、乙腈，避免使用 DMSO、DMF 等特殊溶剂；样品中不含大分子和高聚物等物质；样品中不含无机酸、碱、盐等物质；使用常规不耐水的气相色谱柱，要求样品中不含水；样品浓度：100 ppb；样品量：不低于 0.5 mL；样品瓶：2 mL 标准色谱瓶，闭口样品瓶盖；制备溶液之后，过 0.22 μm 的滤膜或者超离心（11000 rpm，10 min 取上清液）；因溶剂成分差异性，建议用户自备空白对照品。

#### (2) 顶空进样/固相微萃取进样

使用 20 mL 顶空进样小瓶承载样品（顶空瓶需本仪器可适用，型号或规格不适用的顶空瓶，禁止使用，以免导致仪器故障）。液体体积不高于 10 mL；固体质量 1-5 g，不超过顶空进样小瓶 10 mL 刻度线；对于固体样品中的有机组分而言，需采用适当的有机溶剂溶解和提取；对于复杂体系的样本，需进一步提取、净化或浓缩。

**备注：** 20 mL 顶空瓶（赛默飞货号：6ASV20-1），顶空瓶盖（赛默飞货号：

6PMSC18-ST2），固相微萃取瓶盖（赛默飞货号：18-MSC-ST101），顶空瓶和瓶盖平台有偿提供，用户可自行采购。

### (3) 气体进样

一般需用气袋或密封瓶等保存气体，尽快测试，质量数小于 30 的气体无法测试。

**注意：**1) 送样人员必须对测试样品的合法性负责，未注明合法性和物理化学性质的样品不予测试。如测试过程中发现样品含毒品类非法样品，送样人将负法律责任。

2) 因送样溶液不符合要求而导致管道堵塞或对仪器造成损坏的，根据情节严重情况进行通报批评、禁用或赔偿等处罚。

3) 由于用户的样品问题导致仪器异常或配件更换，所有责任将由用户及所在课题组或单位承担。

## 6.2. 仪器状态确认及调谐

### \*\*\*基理系统登陆

接入大仪网的仪器操作电脑均需要登陆基理锁屏界面。

(1) 如图 (a)，如界面显示“一卡通用户”，请在 Account 输入预约者的一卡通账户，Password 栏输入相应账户密码，点击 Submit；

**注意：**如账号或密码输入错误，请按键盘 Delete 键进行删除，再重新输入；禁止点击 Cancel，否则仪器会自行关机。

(2) 如图 (b)，如界面显示“LIMS User”，Account 显示 Administrator，请与相关老师联系。



图 6-1

\*\*\* 仪器使用过程中，如出现故障及错误提示信息时：

- (1) 应立刻通知技术员；
- (2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏，并保存在桌面“Error Report”文件夹中，截屏文件命名请按照“导师名-用户名-样品名-故障时间(具体到分钟)”；在《仪器设备使用记录本》的备注栏做简单说明。

### 6.2.1. 仪器硬件组成

如图6-2，气相色谱-高分辨质谱联用仪主要包括三合一自动进样器、气相色谱仪和静电场轨道离子阱质谱；三合一自动进样器可以用于液体进样、顶空进样和固相微萃取进样，自动进样器组成参见6-3。此外，仪器还包括不间断电源、气瓶和操作电脑等。

三合一自动进样器各部分功能如下：

- 前进样口：用于液体进样和顶空进样；
- 后进样口：用于固相微萃取进样；
- 液体进样盘：放置液体进样小瓶；
- 顶空进样盘：放置顶空进样瓶；
- 洗针液托盘：放置液体进样洗针液；
- 孵化室：用于顶空进样以及固相微萃取进样时，样品加热孵化；
- 萃取室：用于固相微萃取进样时，样品萃取；
- 老化站：用于固相微萃取进样时，固相微萃取进样针老化。

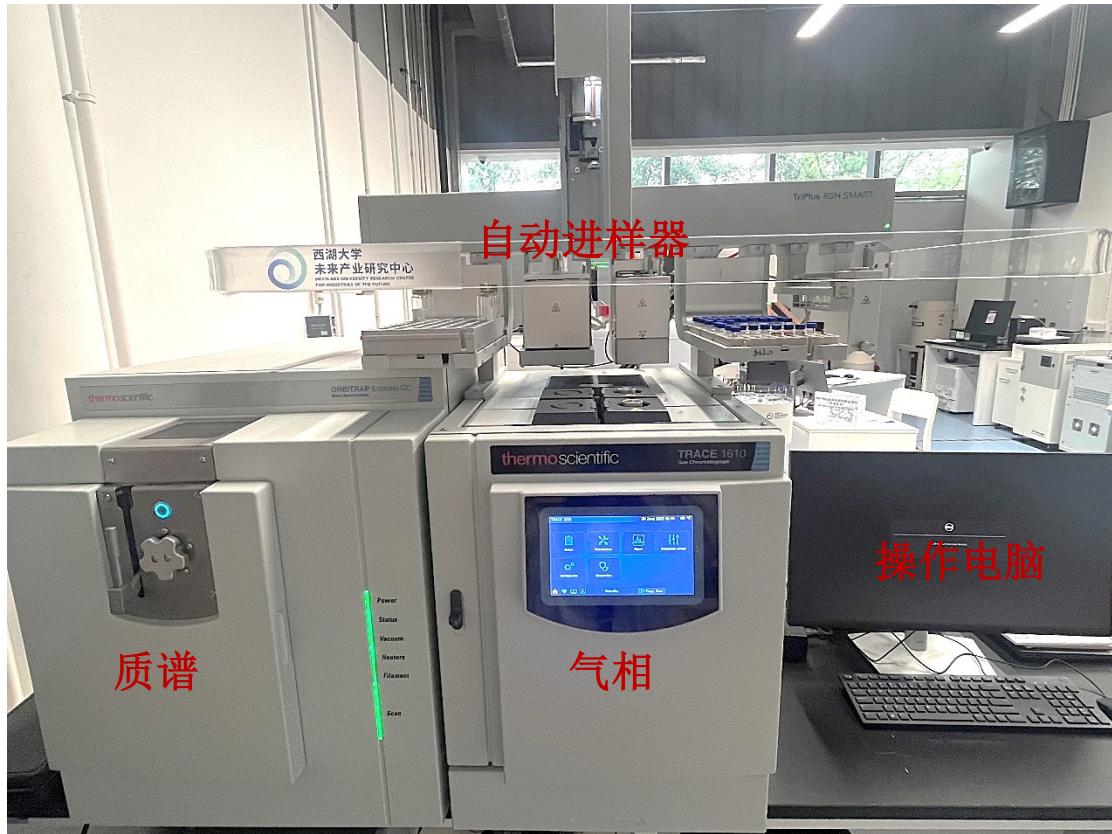


图6-2 仪器硬件组成



图6-3 三合一自动进样器组成

### 6.2.2. 软件认识

GC-HRMS有三个常用软件。Orbitrap Exploris Tune用于质谱仪调谐和校准，Xcalibur用于控制仪器、方法编辑和数据采集，QualBrowser为数据查看软件。



Orbitrap Exploris Tune软件界面：



图6-4 Orbitrap Exploris Tune软件界面显示

### 6.2.3. 仪器状态确认及调谐和校准

#### 6.2.3.1. 钢瓶气体压力确认

本仪器运行需要多路/多种气体，各气体供气气瓶及气体使用说明参见图6-5和表6-1。实验前，应先与仪器管理员确认仪器使用状态，并检查钢瓶剩余气体压力（双表头，靠近钢瓶口的压力表示数为钢瓶剩余气体压力）及仪器使用气体压力（双表头，靠近铜管的压力表示数为仪器使用气体压力/输出压力）是否满足实验需求。如剩余气体不足2 MPa，长时实验请及时更换钢瓶气体。为保证实验安全和操作规范，首次更换气瓶，需联系仪器管理员进行气瓶更换的操作培训。

**注：甲烷气体仅使用CI源才会接入，只能由仪器管理员操作处理。**

表6-1 GC-HRMS运行气体说明

气体种类	输出压力/ 仪器使用压力 (MPa)	气体作用	备注
高纯氦气 (P>99.999%)	0.6 MPa	气相色谱载气	
高纯氮气 (P>99.999%)	0.6 MPa	C-Trap缓冲气； HCD碰撞气； 仪器放空保护气	质谱用
高纯氮气 (P>99.999%)	0.3~0.5 MPa	固相微萃取进样针 纤维老化气； 顶空进样针吹扫气	RSH用
高纯甲烷 (P>99.999%)	0.1~0.2 MPa	CI源反应气	不使用CI源， 无需接入



图6-5 钢瓶气体压力确认

### 6.2.3.2. 质谱真空度确认

开启电源之前，必须先检查仪器各部分真空度。

打开Orbitrap Exploris Tune软件，点击质谱右侧Status，点击“<”图标展开显示栏，点击Vacuum System，检查仪器真空度：

Fore Vacuum Pressure小于1 mbar，

HCD Cell Pressure在 $1.1 \times 10^{-2}$  mbar左右，

UHV Pressure在 $3.3 \times 10^{-10}$  mbar。

HCD和UHV的真空度数量级通常是固定的，如有发现质谱真空度异常，禁止

测试，须请立即联系管理员，严禁在真空度异常条件下开机运行，否则可能导致电路板故障或硬件烧毁，相关责任将由课题组承担。



图6-6 质谱真空度检查界面

#### 6.2.4. 质谱调谐和校正

质谱调谐和校正操作相对复杂，为保障数据质量精度，此操作必须由仪器管理员完成（参见附件一）。

质谱调谐与校正，与离子源硬件相关，本仪器配备了EI源和CI源，该自主上机的用户应根据自己的测试需要至少提前一天联系管理员更换离子源，并在测试前使用相应的离子源进行校正。

### 6.3. 采样方法编辑

#### 6.3.1. 三合一进样方式说明及比较

编辑序列之前，请先确认本地电脑Storage路径下已存在个人姓名文件，且姓名文件包含Data、Method、Results、Curve、Sequence等子文件。运行方法文件编辑结束，应保存到对应的Method文件路径下。

进样方式可分为液体进样、顶空进样和固相微萃取进样，三种进样方式原理和应用见下表6-2。**三种进样方式需更换不同进样针，一定请提前联系管理员更换硬件，否则由此产生的故障维修费用或配件更换，一律由用户所在课题组承担。**

表6-2 进样方式说明及比较

进样方式	原理	应用
液体进样 (Liquid Sampler)	用进样针吸取微升体积的样品溶液，推入进样口气化。	气质最常用进样方式，常规样品，要求参见6.1。
顶空进样 (Headspace Injection)	固体/液体类的样品加热后，释放出挥发性有机物，气密针吸取顶空瓶内的气体，推入进样口气化。	常用于液体/固体样品中挥发性有机物检测。样品参见6.1。
固相微萃取进样 Solid-Phase Microextraction Extraction (SPME)	涂有固定相的固相微萃取进样针置于样品瓶中，挥发出的有机物被固定相吸附，再将固相微萃取进样针转移至GC进样口中，高温下固定相吸附的有机物脱附下来完成进样。	适用于液体/固体样品中挥发性和半挥发性有机物检测。

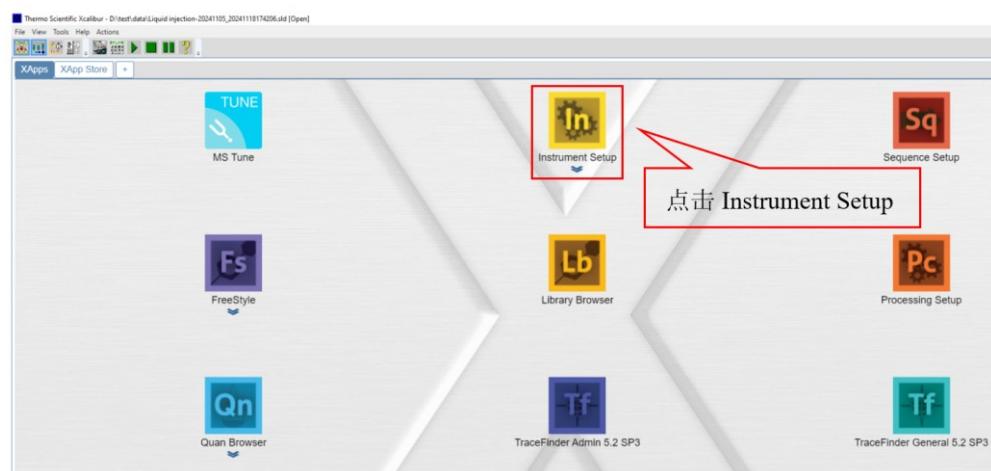
### 6.3.2. 液体进样气相方法编辑

请确认三合一进样器当前硬件是液体进样器。

按照图 6-7 (a) ~ (d) 所示步骤新建液体进样方法：

- 打开 Xcalibur 软件，点击 Instrument Setup，新建仪器方法；
- 方法总时间：该时间会随柱温箱升温程序更改而发生变化，此处不设置，直接点击 Next；
- 进样方式：选择 TriPlusRSH，点击 Next；
- 液体进样参数设置如下：勾选 GC Liquids，点击 Create New Method，参照图 6-7，依次设置：
  - Fill strokes count (排气泡次数)：一般设置为 5~6 次；
  - Fill strokes volume (排气泡体积)：一般 5 uL，点击 next；
  - Pre-injection washes (进样前洗针位置、次数、体积)：清洗次数 3~5 次，体积 1~5uL，溶剂位置根据实际情况选择；
  - Rinse (样品润洗次数、体积)：2~3 次；
  - Post-injection washes (进样后洗针位置、次数、体积)：清洗次数 3~5 次，体积 1~5uL，溶剂位置根据实际情况选择；
  - 其他参数，无需编辑然后点击 Next；

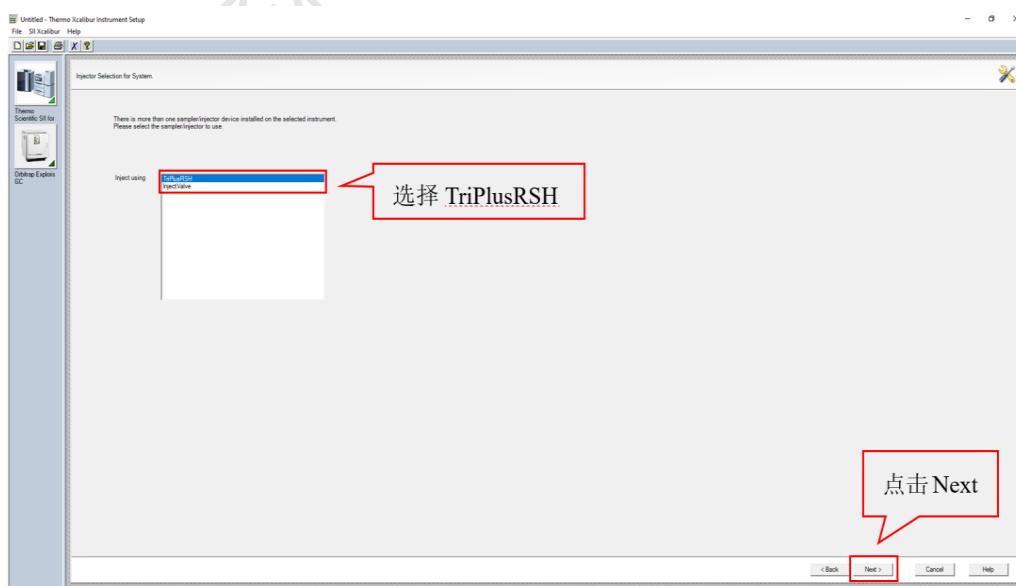
a)



b)



c)



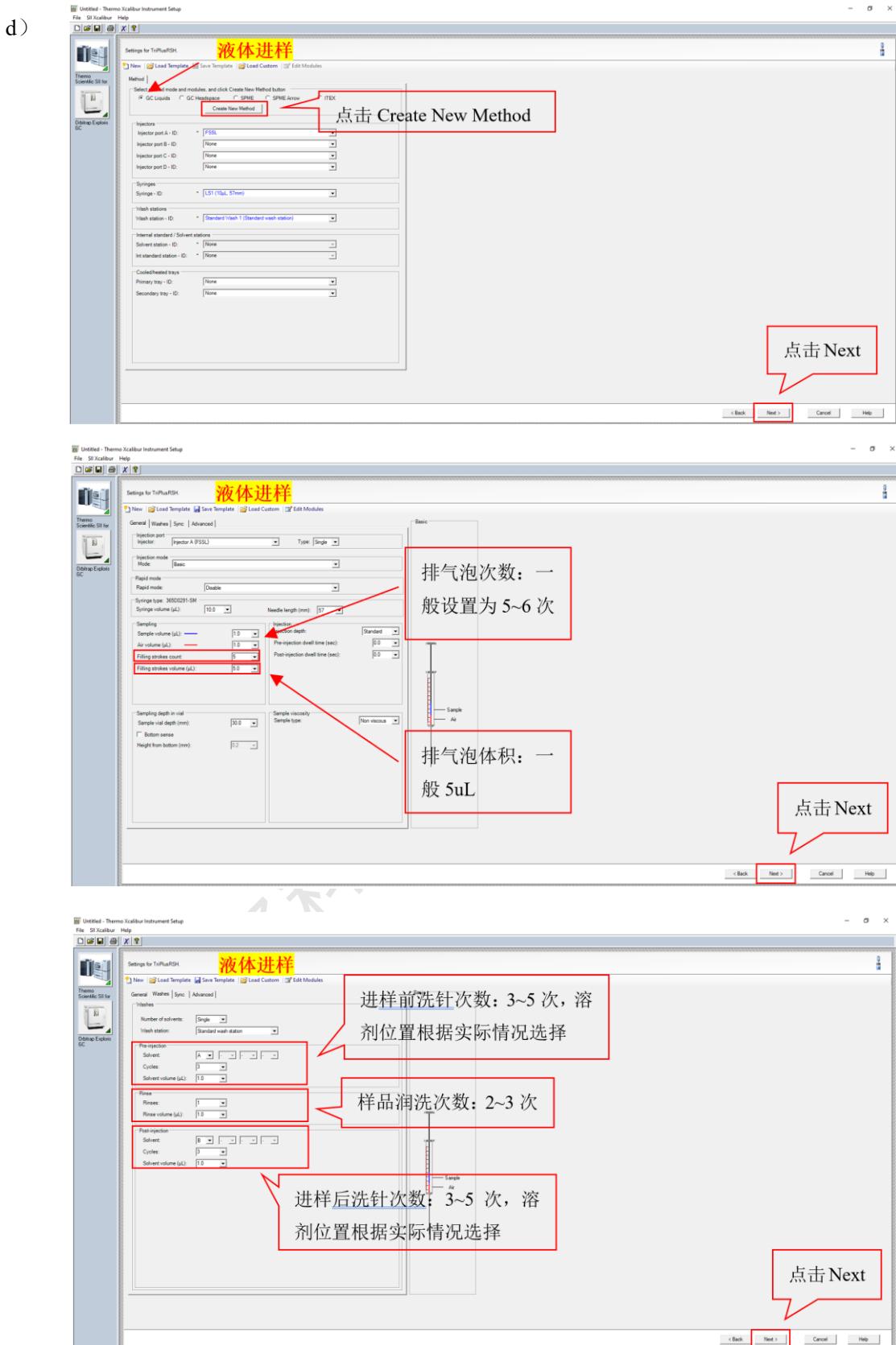


图6-7 液体进样方法

以下为液体进样气相色谱方法设置：

按照图 6-8 (a) ~ (j) 所示步骤新建气相方法：

- a) 液体进样进样口和色谱柱选择：勾选 FrontInlet（前进样口），columns 勾选 FrontInlet（carrier settings）；然后点击 Next；
- b) 进样模式：选择 Constant flow（恒流模式）并设置流速，流速一般 1~1.5 mL/min；然后点击 Next；
- c) 进样口参数设置：进样模式可选择分流模式和不分流模式，由于质谱灵敏度高，液体进样非特殊情况下，一律采用分流进样模式，以免污染质谱。参数设置方法如下：

分流进样：Split mode选择Split，设置分流比，分流比范围一般10~100，分流流速仪器将自动计算，其他参数设置与不分流进样相同，然后点击next；

**如确实要使用不分流进样，请参考以下设置：** Split mode选择Splitless，设置：

- 进样口温度（temperature）：不超过色谱柱最高使用温度。
- 隔垫吹扫（Purge flow control）流速：一般设置为3~5 mL/min；
- 勾选质谱检测器真空补偿Vaccum compensation选项，然后点击Next；
- 勾选开启载气节省模式（Enable gas saver mode），载气节省流速（Gas Saver Flow）一般为20 mL/min，载气节省时间（Gas Saver Time）一般为2~3 min；然后点击next；
- d) 柱温箱参数设置：根据样品性质，设置程序升温方法，注意StopRun时间应与程序升温总时间一致，柱温箱最高温度不可超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- e) 色谱柱信息：此处色谱柱参数信息应与前面色谱柱设置一致，否则方法无法运行，然后点击Next；
- f) 点击Next；
- g) 点击Next；
- h) 设置传输线温度。Heater1和Heater2勾选Enable，并设置传输线温度，传输线温度不超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- i) 点击Finish；
- j) 气相方法核查无误后，点击Check Method，查看Method Check Results。

气相方法编辑结束，转跳6.3.5设置质谱方法。

a)

液体进样和顶空进样选择前进样口, 前色谱柱;  
固相微萃取进样选择后进样口, 后色谱柱。

点击 Next

b)

选择恒流模式

柱流速设置, 流速一般 1~1.5mL/min

点击 Next

c)

进样口温度

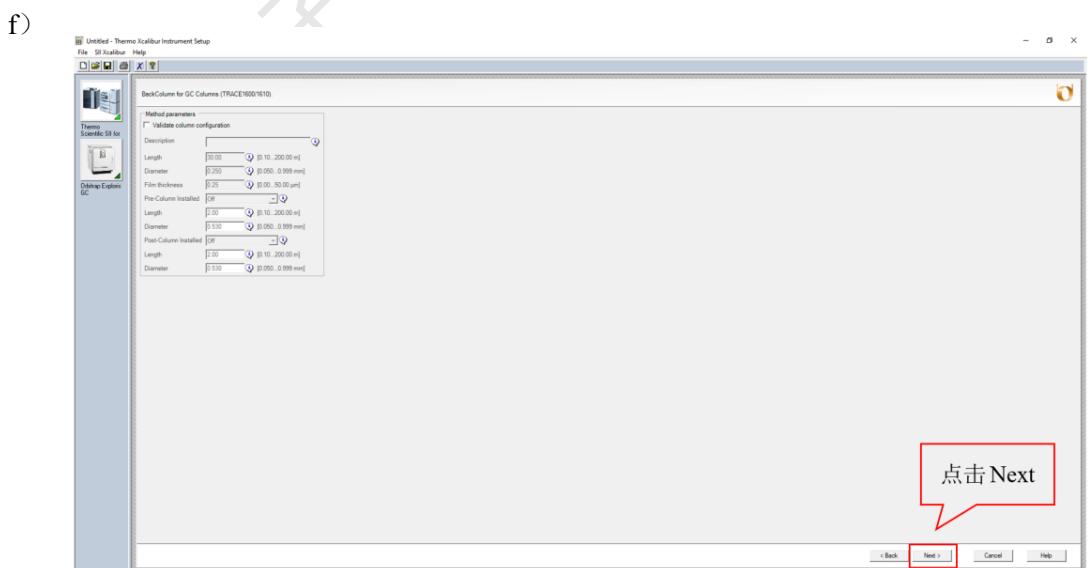
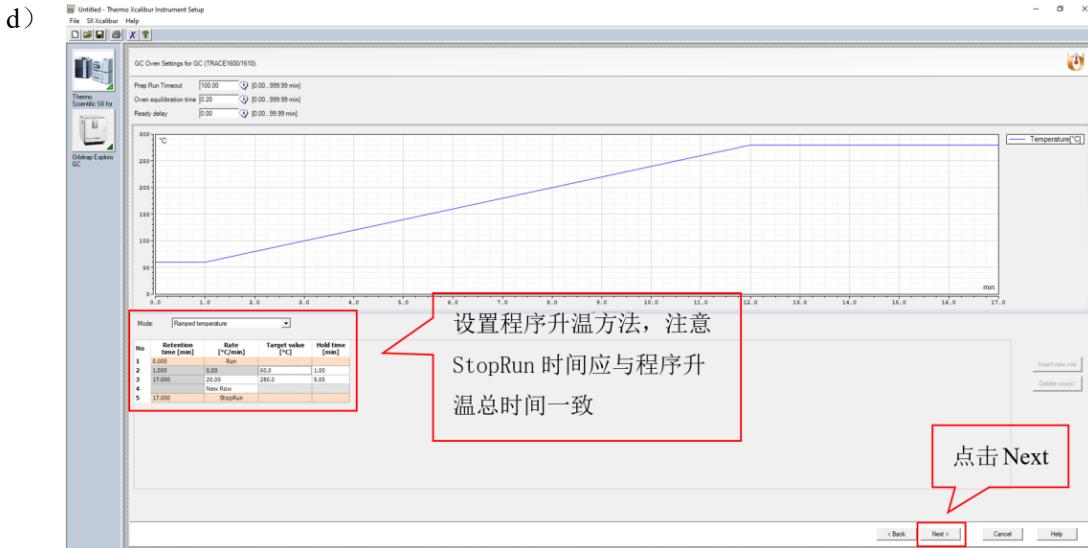
分流进样/不分流进样

设置分流比, 分流流速  
仪器自动计算

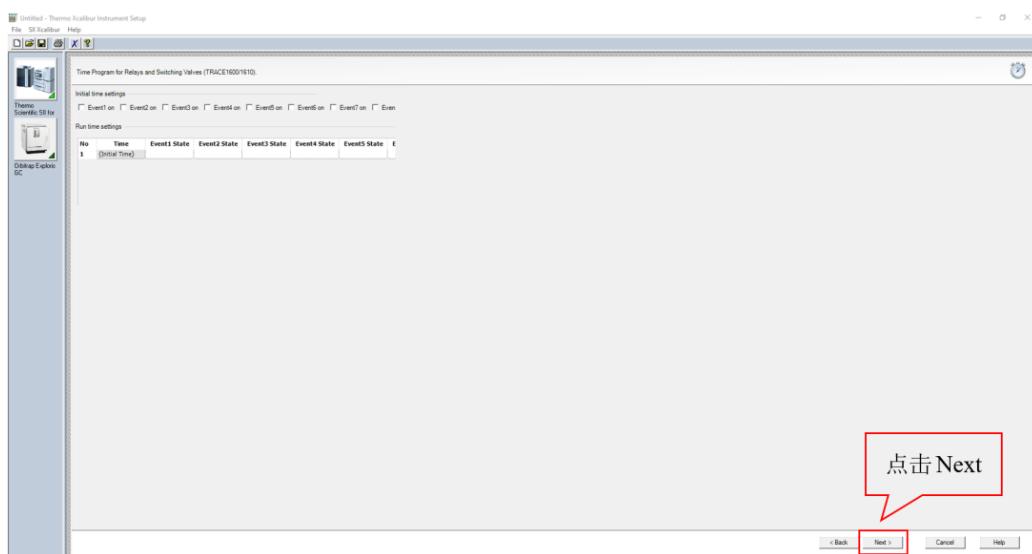
质谱检测器, 注意  
勾选真空补偿

隔垫吹扫流速:  
一般设置为 3~5ml/min

点击 Next

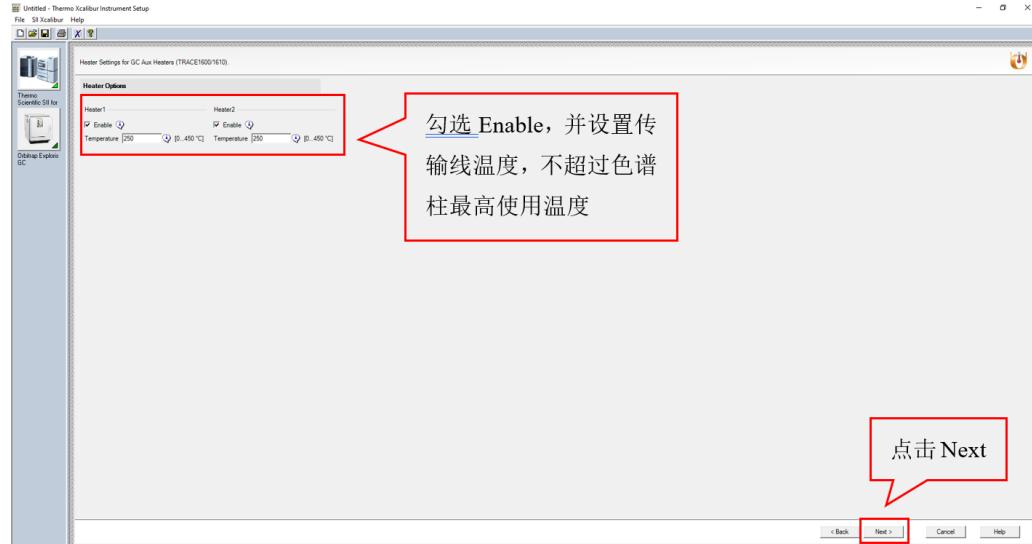


g)



点击 Next

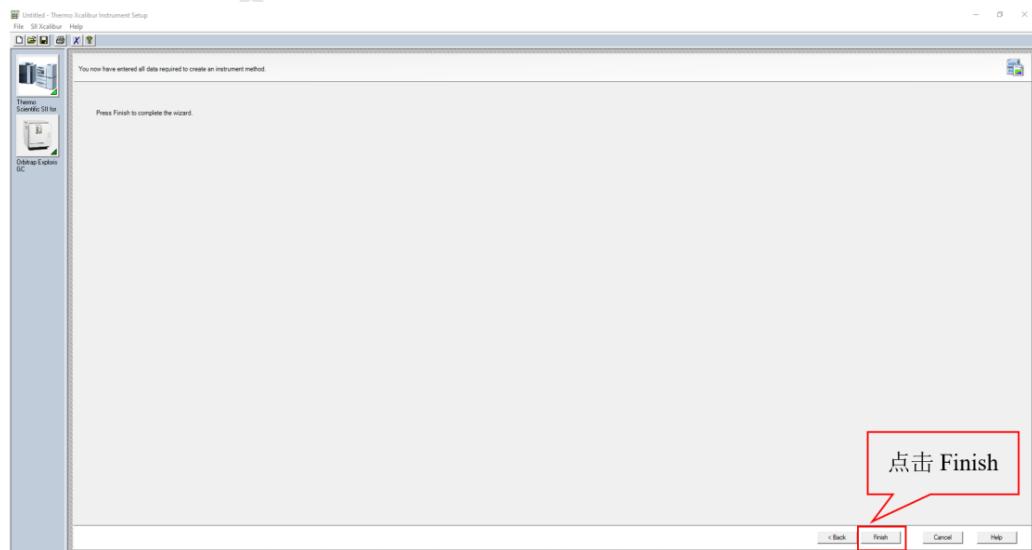
h)



勾选 Enable，并设置传输线温度，不超过色谱柱最高使用温度

点击 Next

i)



点击 Finish

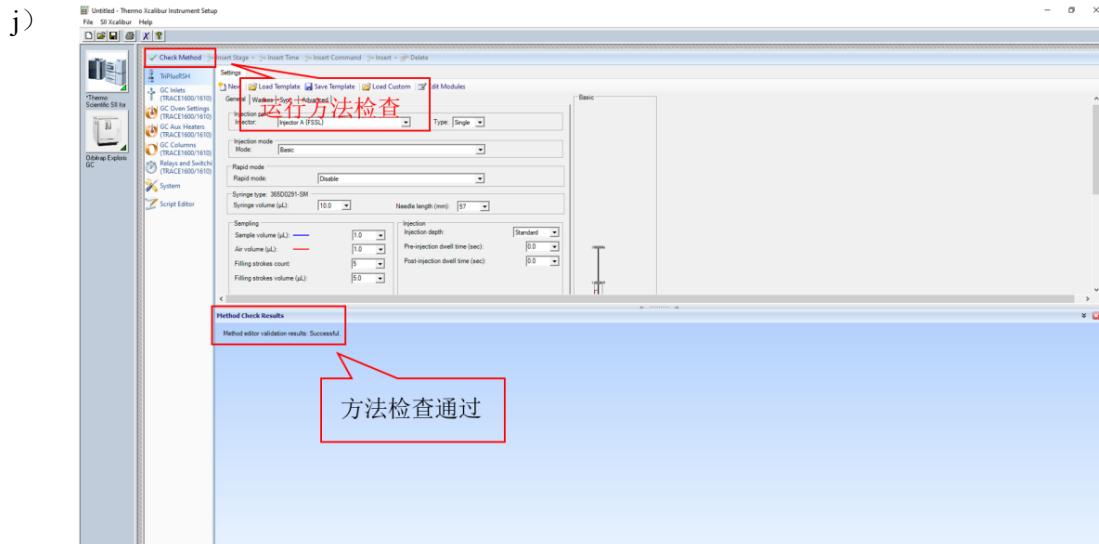
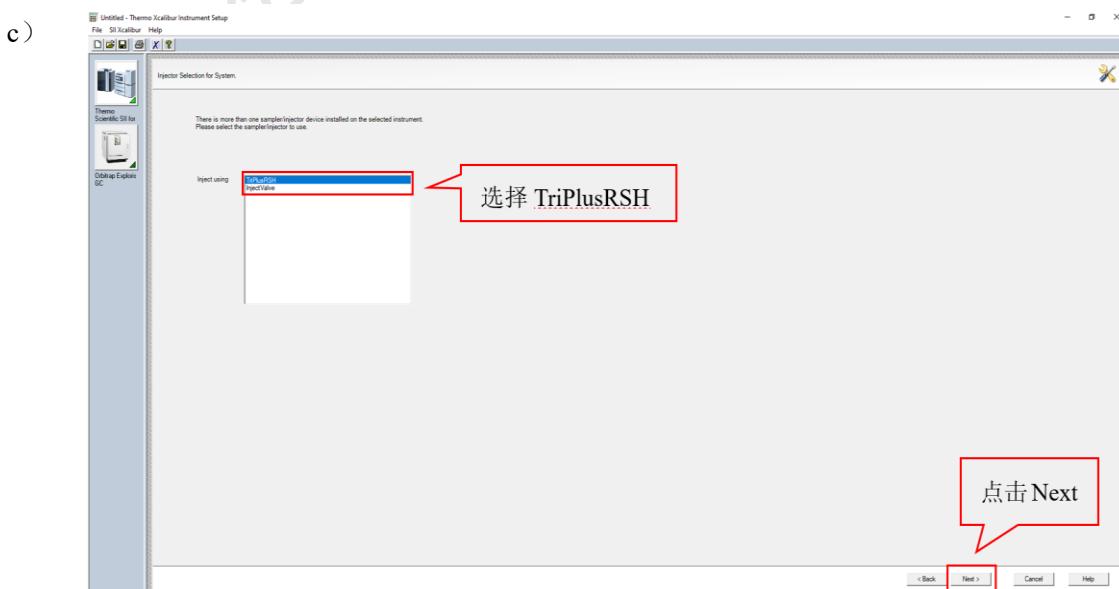
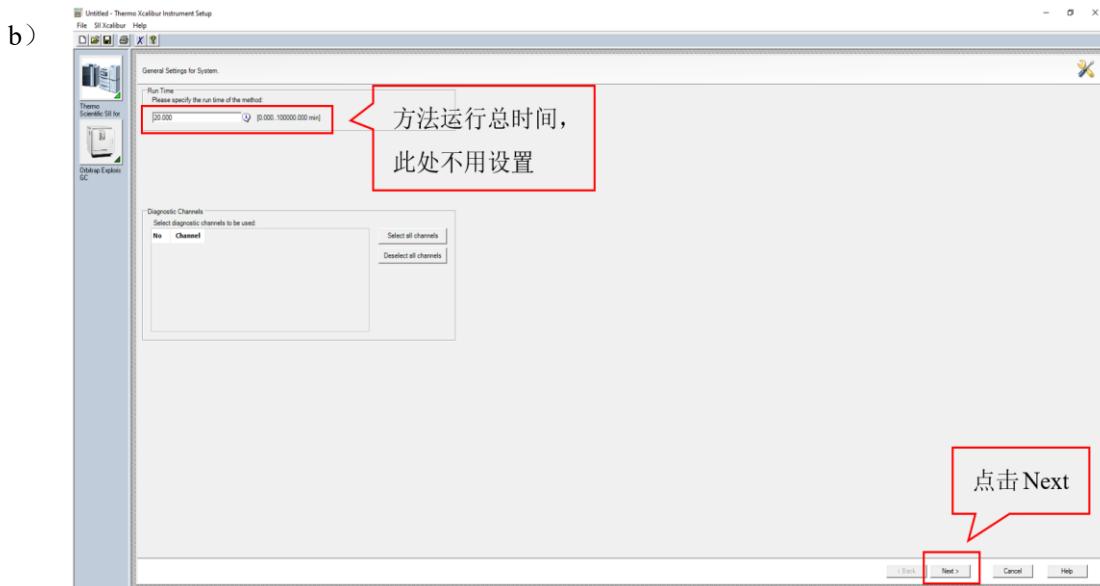
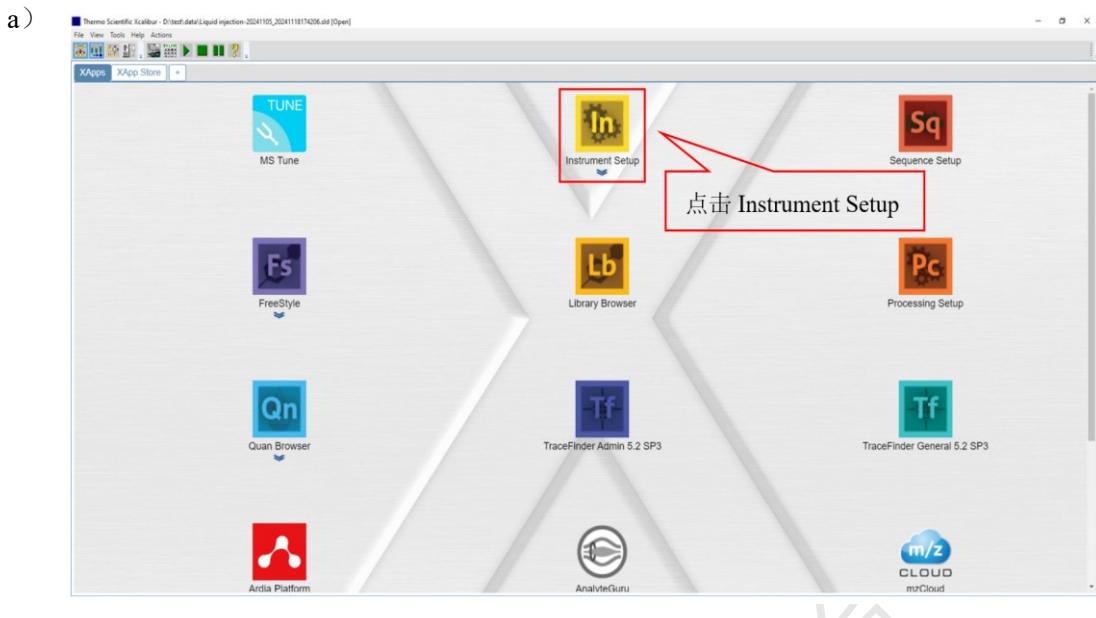


图6-8 气相方法

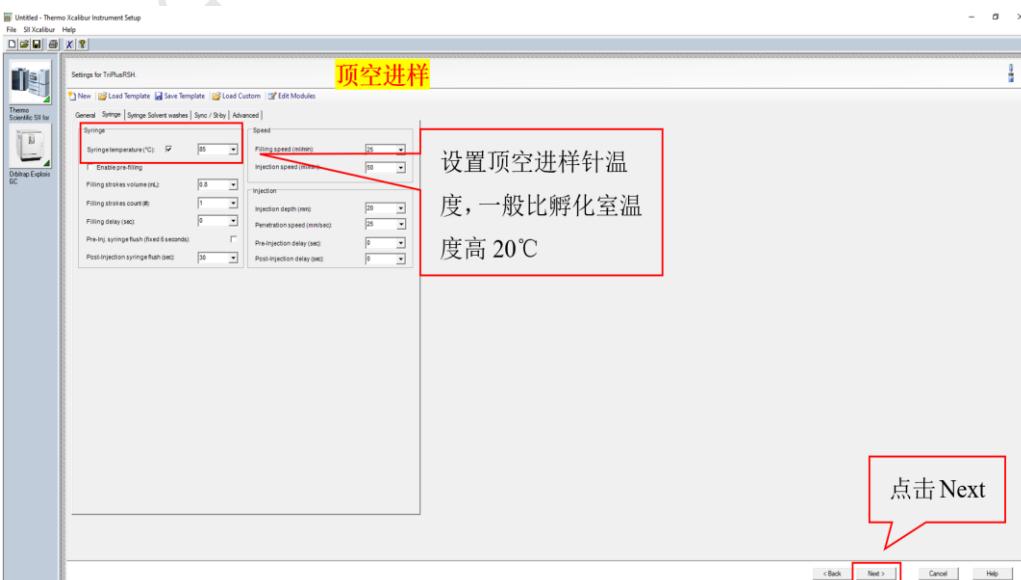
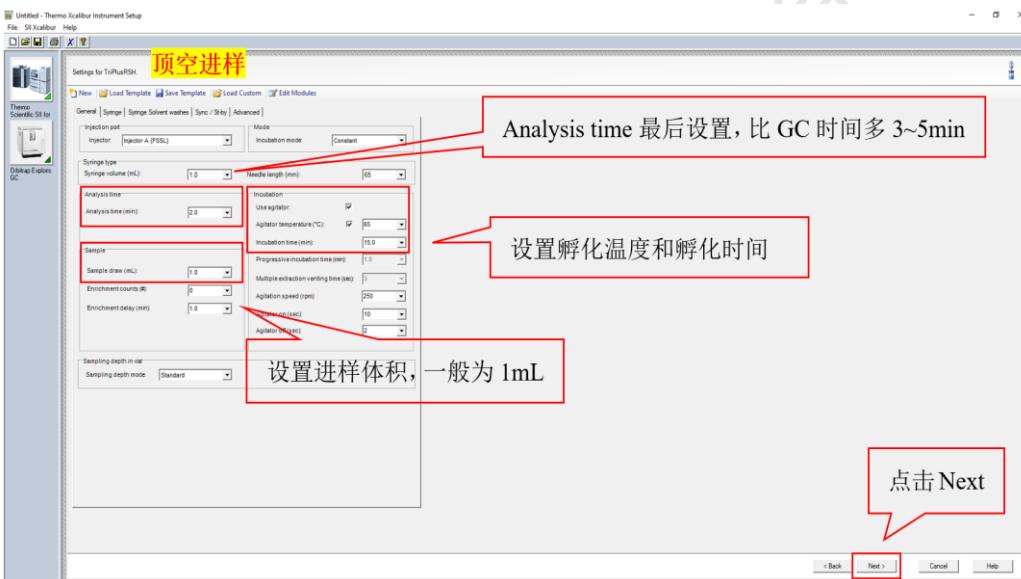
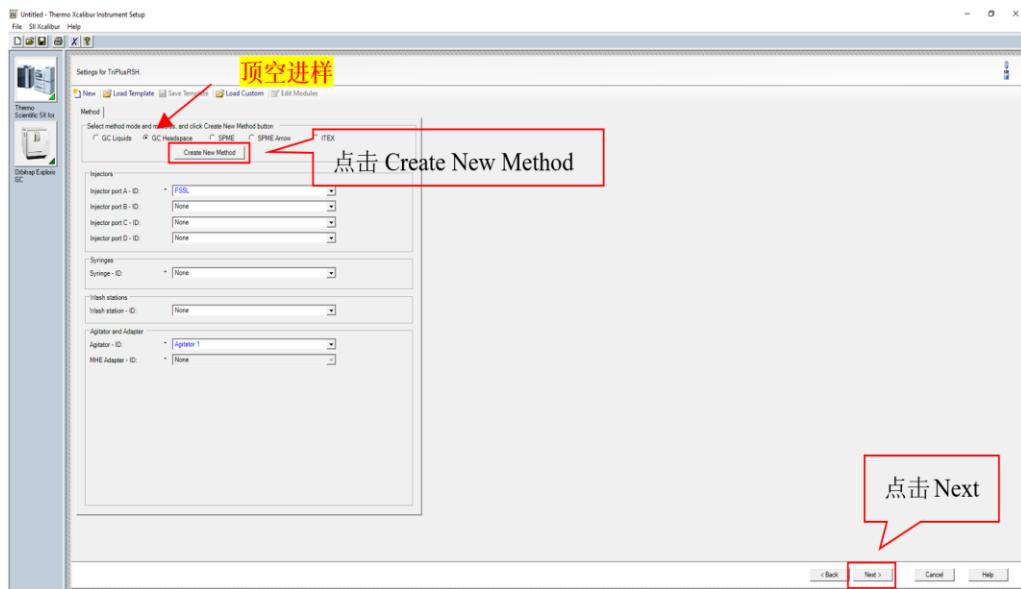
### 6.3.3. 顶空进样方式气相方法编辑

按照图 6-9 (a) ~ (d) 所示步骤新建顶空进样方法:

- 打开 Xcalibur 软件，点击 Instrument Setup，新建仪器方法；
- 方法总时间：该时间会随柱温箱程升温程序改变而发生变化，此处不设置，直接点击 Next；
- 进样方式：选择 TriPlusRSH，点击 Next；
- 顶空进样参数设置如下：勾选 GC Headspace，点击 Create New Method，设置以下参数：
  - Analysis time（分析时间）：最后设置，一般比 GC 时间多 3~5 min；
  - Sample draw（进样体积）：一般为 1 mL；
  - Agitator temperature（孵化温度）：一般 60~80 °C；
  - Incubation time（孵化时间）：一般 5~20 min，根据实际测试方法设置；然后点击 next；
  - Syringe temperature（顶空进样针温度）：一般比孵化温度高 20 °C；然后点击 next；
  - Agitator standby temperature（孵化室待机温度）：一般与方法温度一致；
  - Syringe standby temperature（进样针待机温度）：一般与方法温度一致；
 其他参数可按系统默认，最后点击 Next；



d)



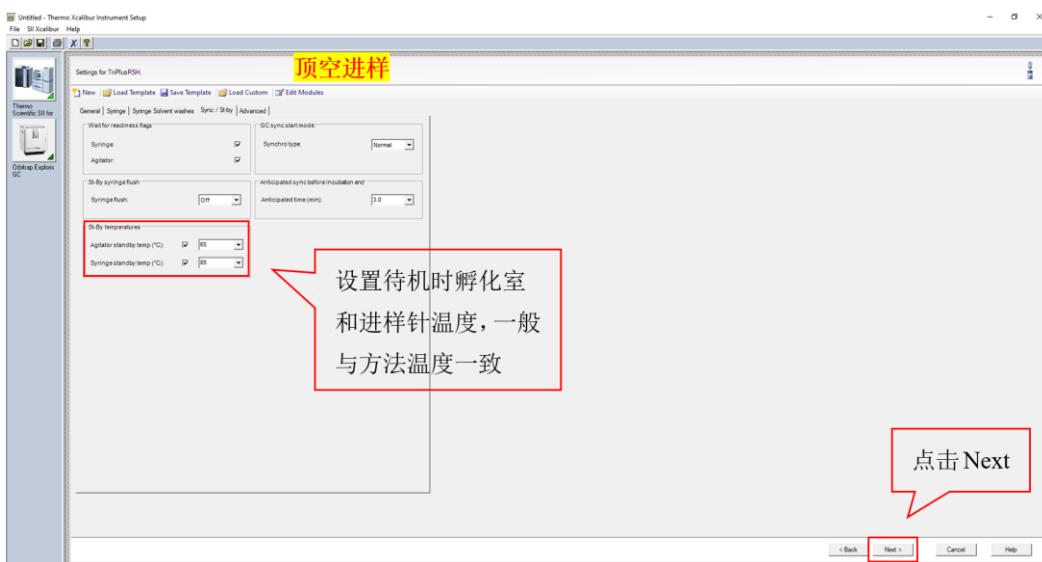


图6-9 顶空进样方法

以下为顶空进样气相色谱方法设置：

按照图 6-10 (a) ~ (j) 所示步骤新建气相方法：

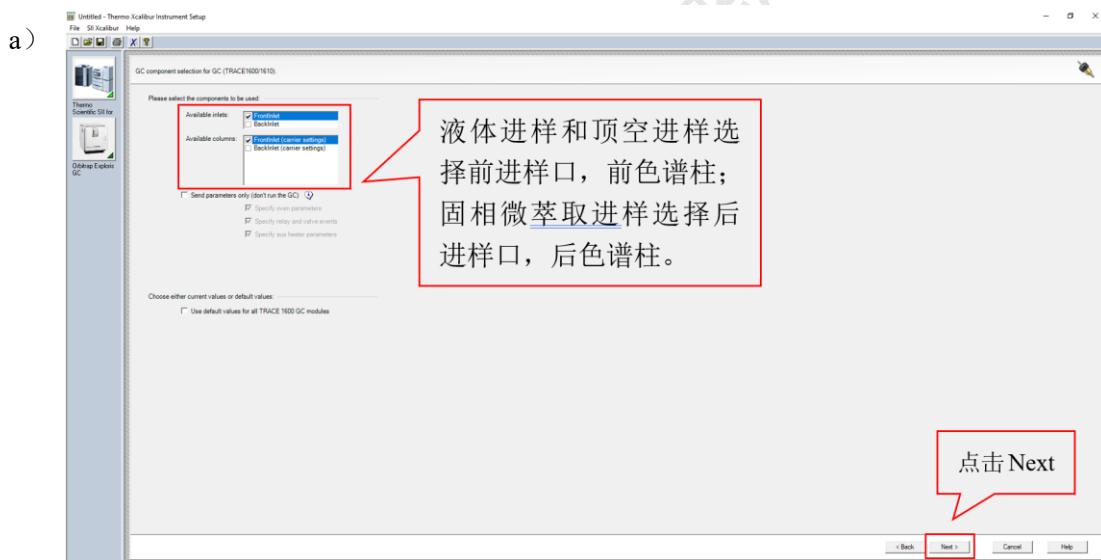
- 顶空进样进样口和色谱柱选择：**勾选 FrontInlet (前进样口)，columns 勾选 FrontInlet (carrier settings)；然后点击 Next；
- 进样模式：**选择 Constant flow (恒流模式) 并设置流速，流速一般 1~1.5 mL/min；然后点击 Next；
- 进样口参数设置：**进样模式可选择分流模式和不分流模式，由于质谱灵敏度高，顶空进样非特殊情况下，一律采用分流进样模式，以免污染质谱。参数设置方法如下：

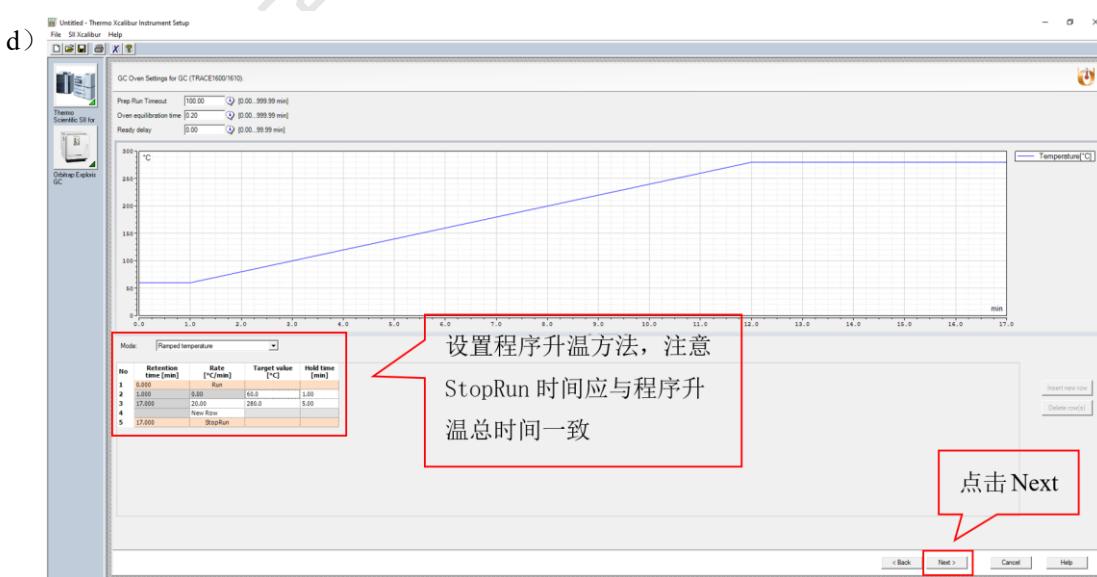
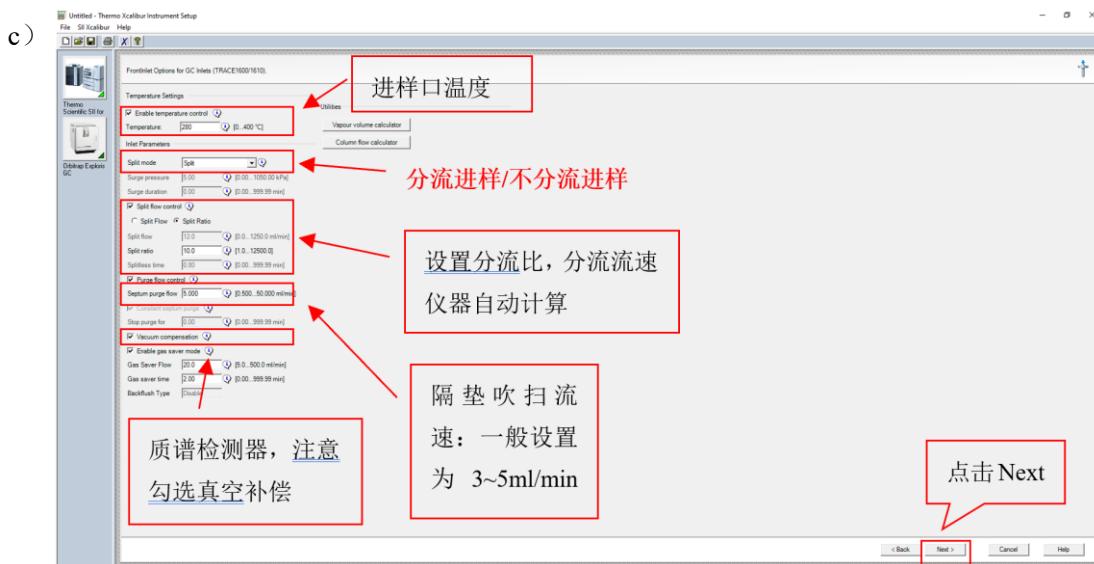
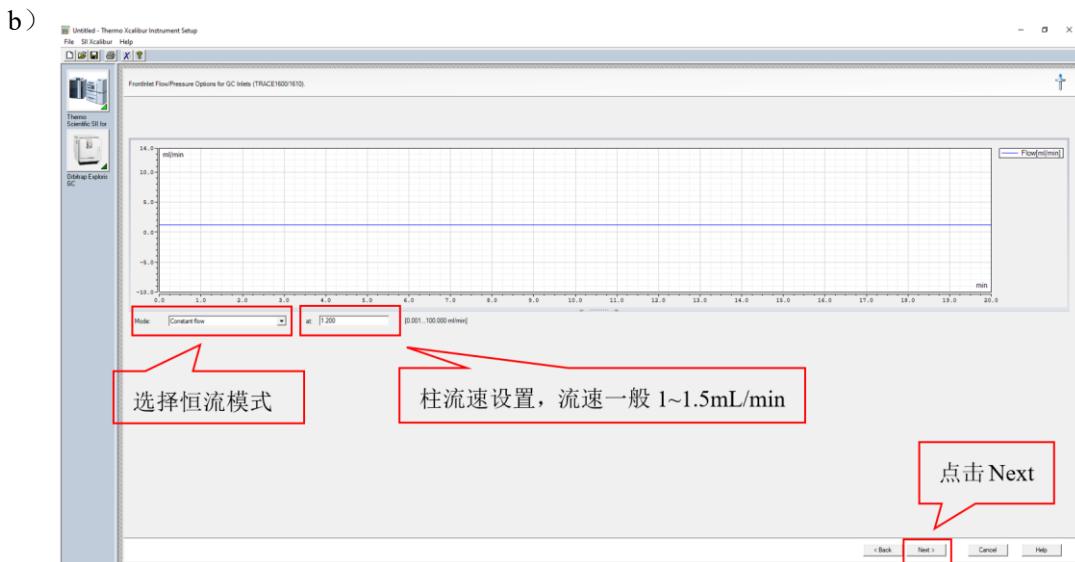
**分流进样：**Split mode选择Split，设置分流比，分流比范围一般10~100，分流流速仪器将自动计算，其他参数设置与不分流进样相同，然后点击next；

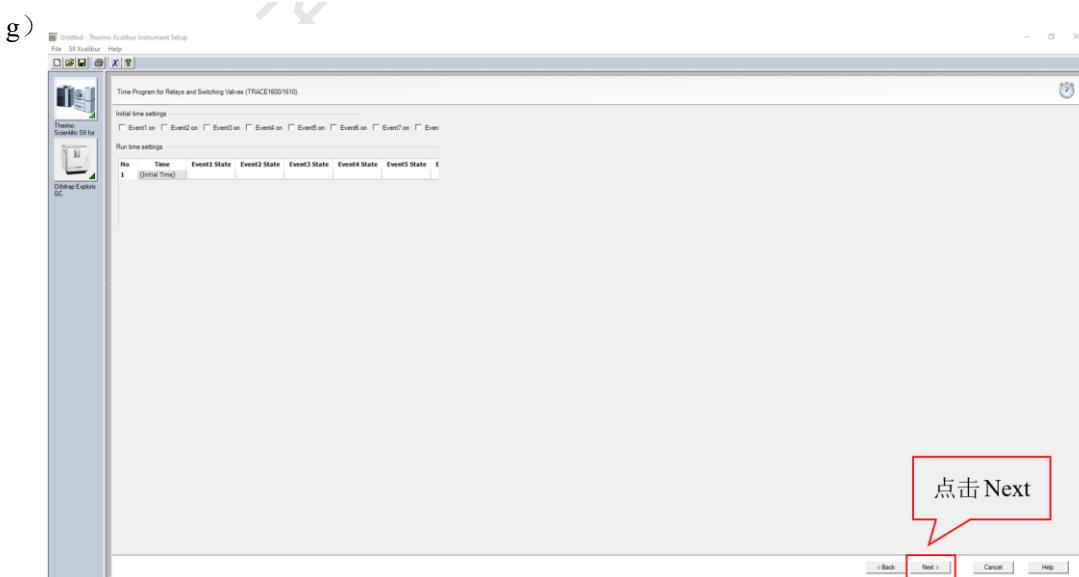
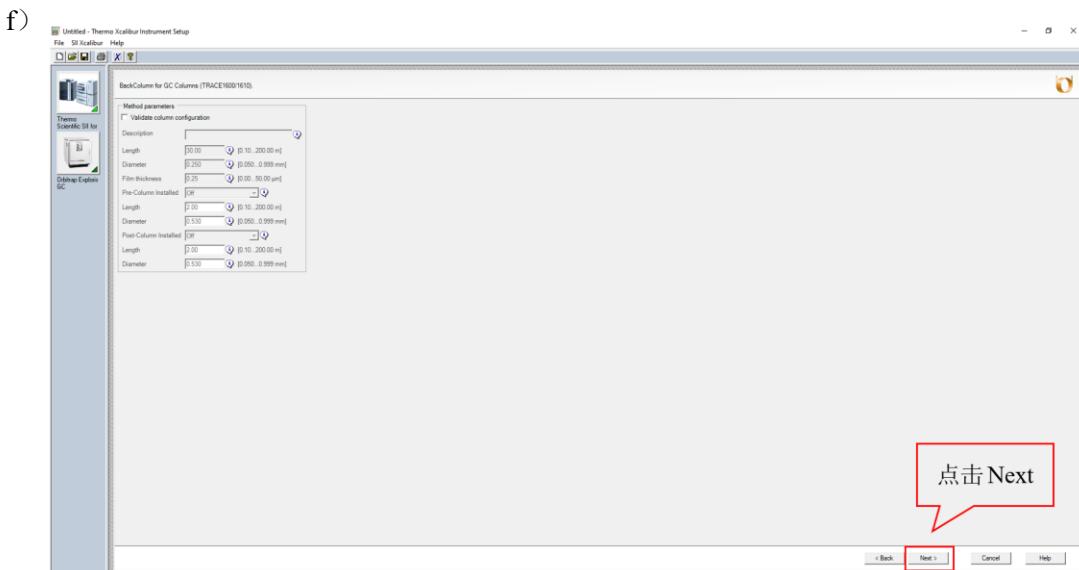
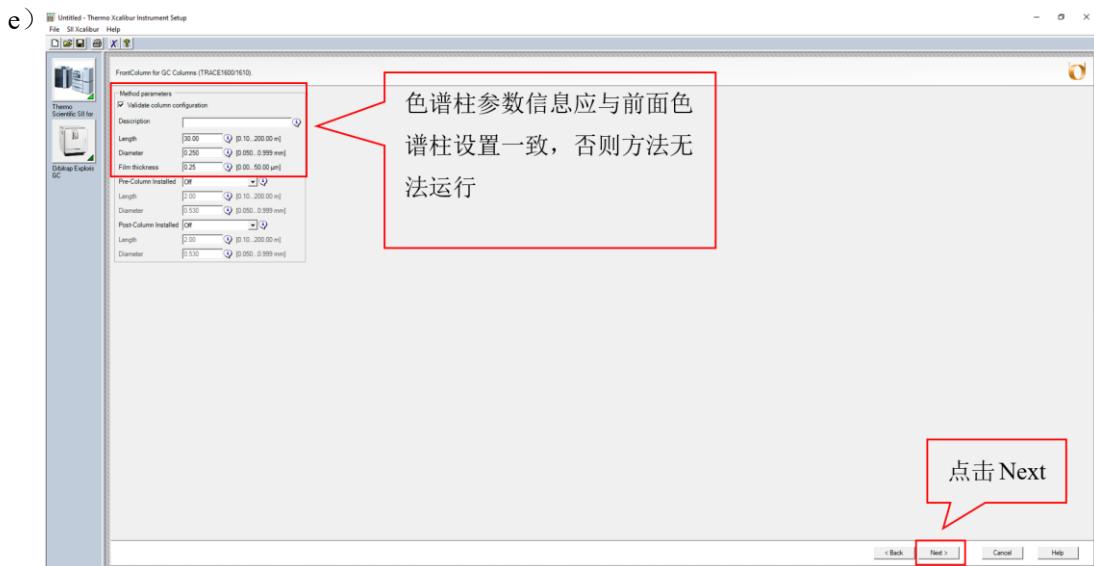
**如确实要使用不分流进样，请参考以下设置：**Split mode选择Splitless，设置：

- 进样口温度 (temperature)：不超过色谱柱最高使用温度。
- 隔垫吹扫 (Purge flow control) 流速：一般设置为3~5 mL/min；
- 勾选质谱检测器真空补偿Vaccum compensation选项，然后点击Next；
- 勾选开启载气节省模式 (Enable gas saver mode)，载气节省流速 (Gas Saver Flow) 一般为20 mL/min，载气节省时间 (Gas Saver Time) 一般为2~3 min；然后点击next；

- d) 柱温箱参数设置：根据样品性质，设置程序升温方法，注意StopRun时间应与程序升温总时间一致，柱温箱最高温度不可超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- e) 色谱柱信息：此处色谱柱参数信息应与前面色谱柱设置一致，否则方法无法运行，然后点击Next；
- f) 点击Next；
- g) 点击Next；
- h) 设置传输线温度。Heater1和Heater2勾选Enable，并设置传输线温度，传输线温度不超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- i) 点击Finish；
- j) 气相方法核查无误后，点击Check Method，查看Method Check Results。  
气相方法编辑结束，转跳6.3.5设置质谱方法。







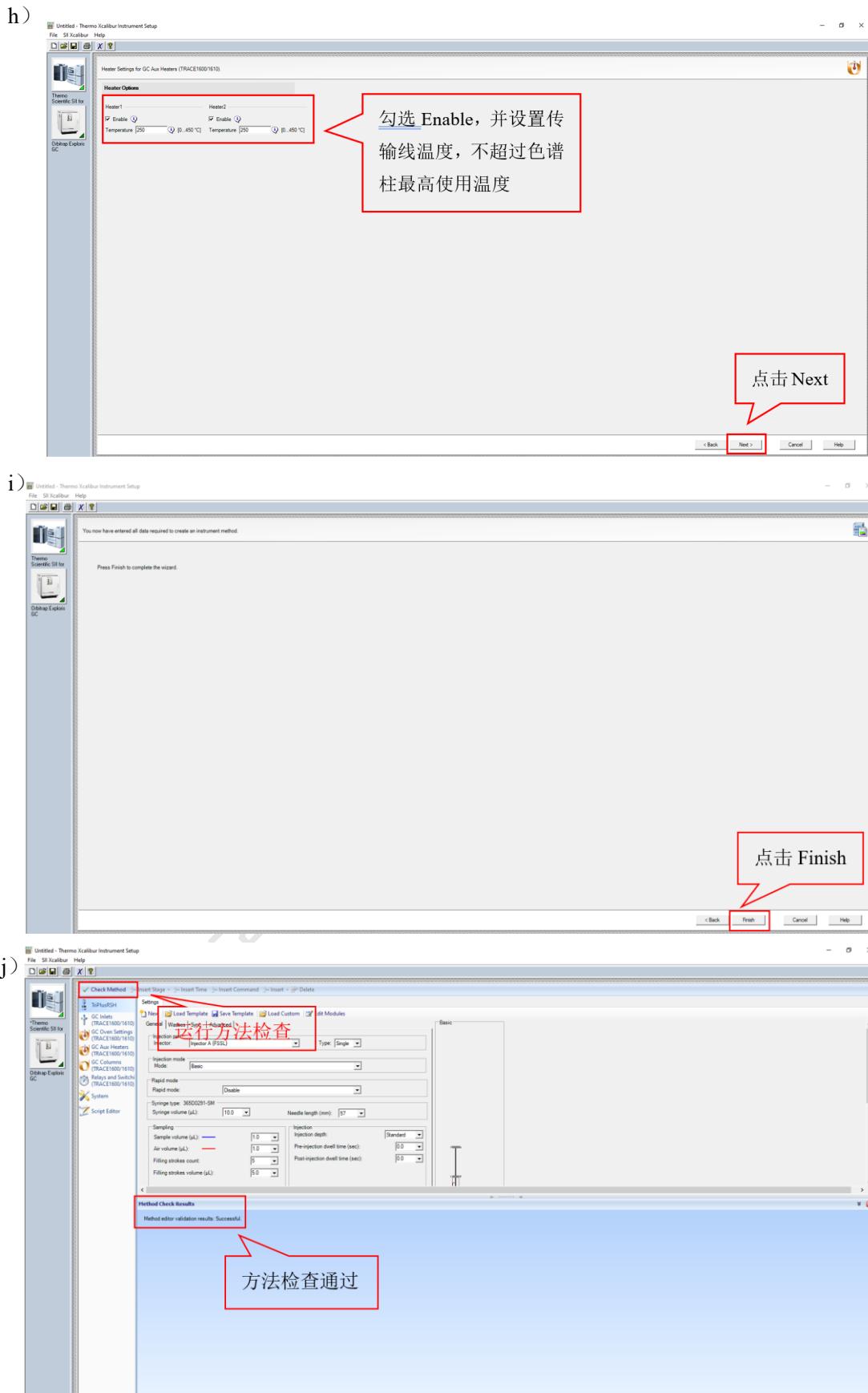


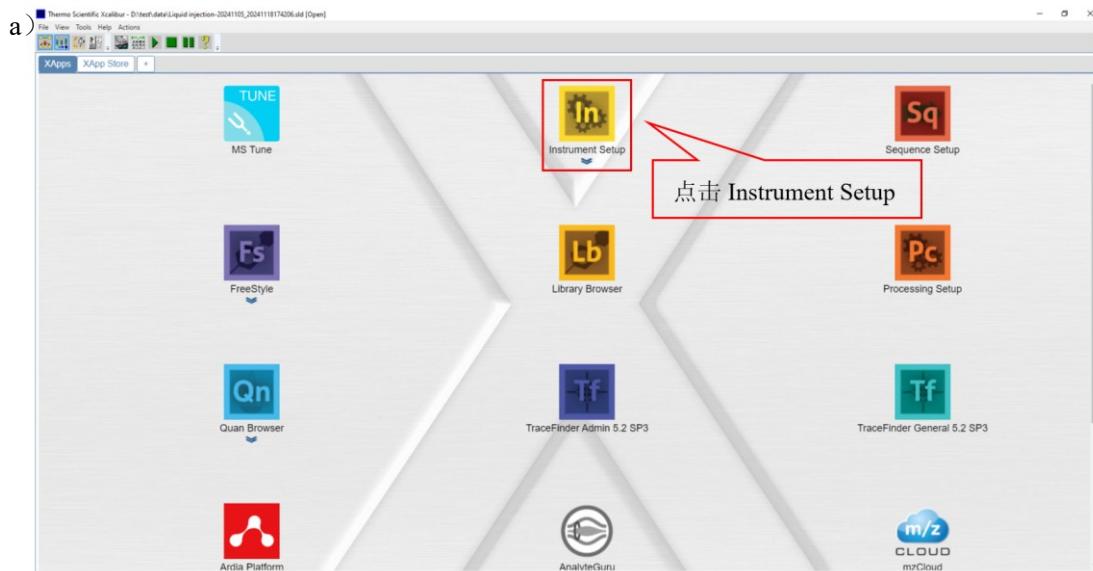
图6-10 气相方法编辑

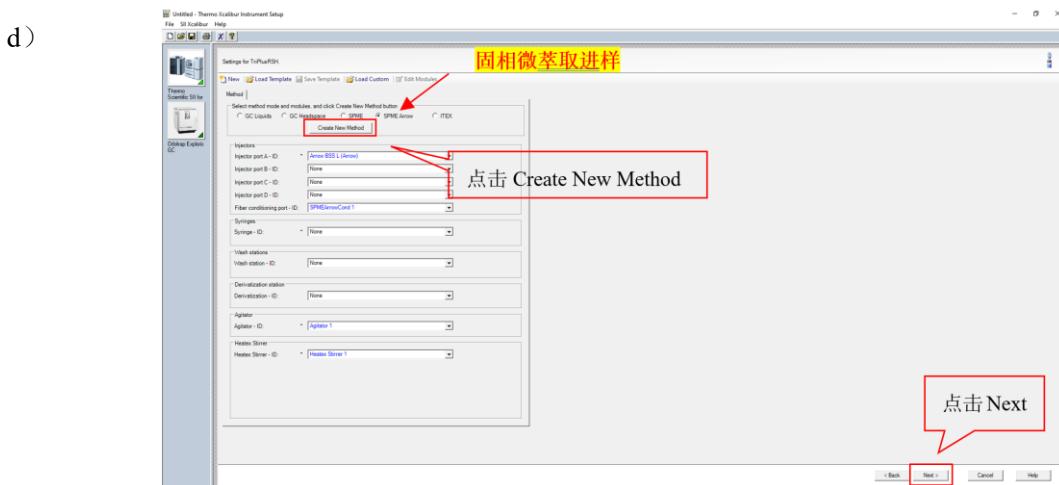
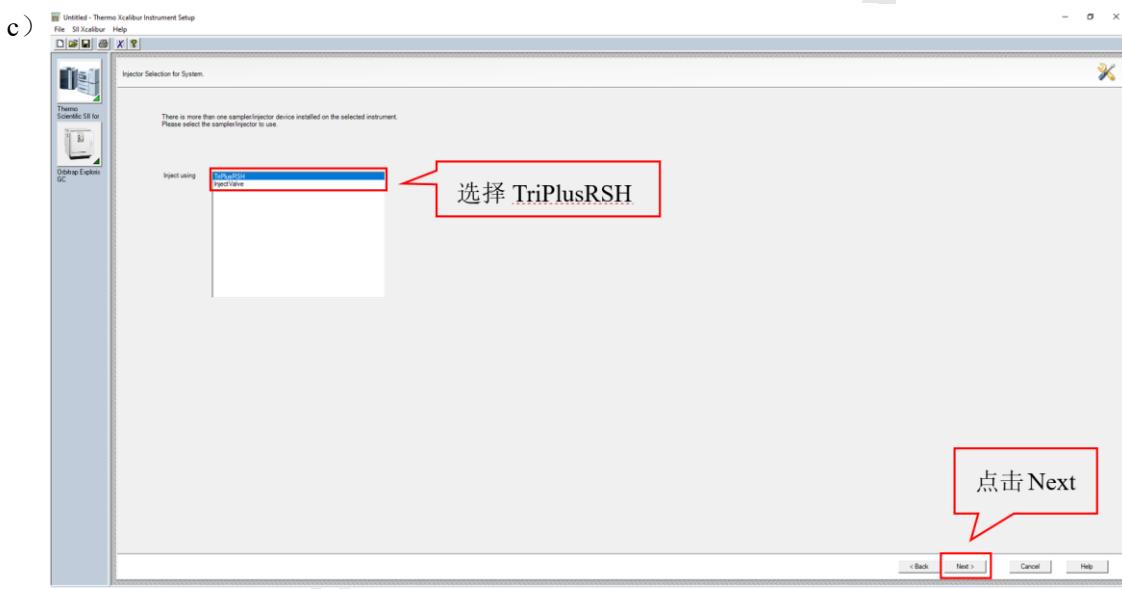
### 6.3.4. 固相微萃取进样气相色谱方法编辑

按照图 6-11 (a) ~ (d) 所示步骤新建固相微萃取方法：

- a) 打开 Xcalibur 软件，点击 Instrument Setup，新建仪器方法；
- b) 方法总时间：该时间会随柱温箱升温程序变化而发生变化，此处不设置，直接点击 Next；
- c) 进样方式：选择 TriPlusRSH，点击 Next；
- d) 固相微萃取参数设置如下：勾选 SPME Arrow，点击 Create New Method，依次设置以下参数：
  - Incubation & Extraction temperature（孵化和萃取温度）：不超过固相微萃取针最高使用温度，水样不超过 75°C；
  - Incubation time（孵化时间）：一般 5~30 min，根据实际测试方法设置；
  - Extract time（萃取时间）：一般 5~30 min，根据实际测试方法设置；
  - Analysis time（分析时间）：一般比 GC 时间多 3~5 min；
  - Desorption time（解析时间）：一般 1~3 min；然后点击 next；
  - Conditioning port ID（老化站，选择 Fiber conditioning {SPMEA ArrowCond1}）：Conditioning port predesorb time（老化站前解析时间）：一般为 5 min；
  - Conditioning port Postdesorb time（老化站后解析时间）：一般为 5 min；
  - Conditioning temperature（解析温度）：一般比进样口温度高 10~20 °C，且不得超过固相微萃取针纤维最高使用温度。

其他参数按系统默认，然后点击 Next；





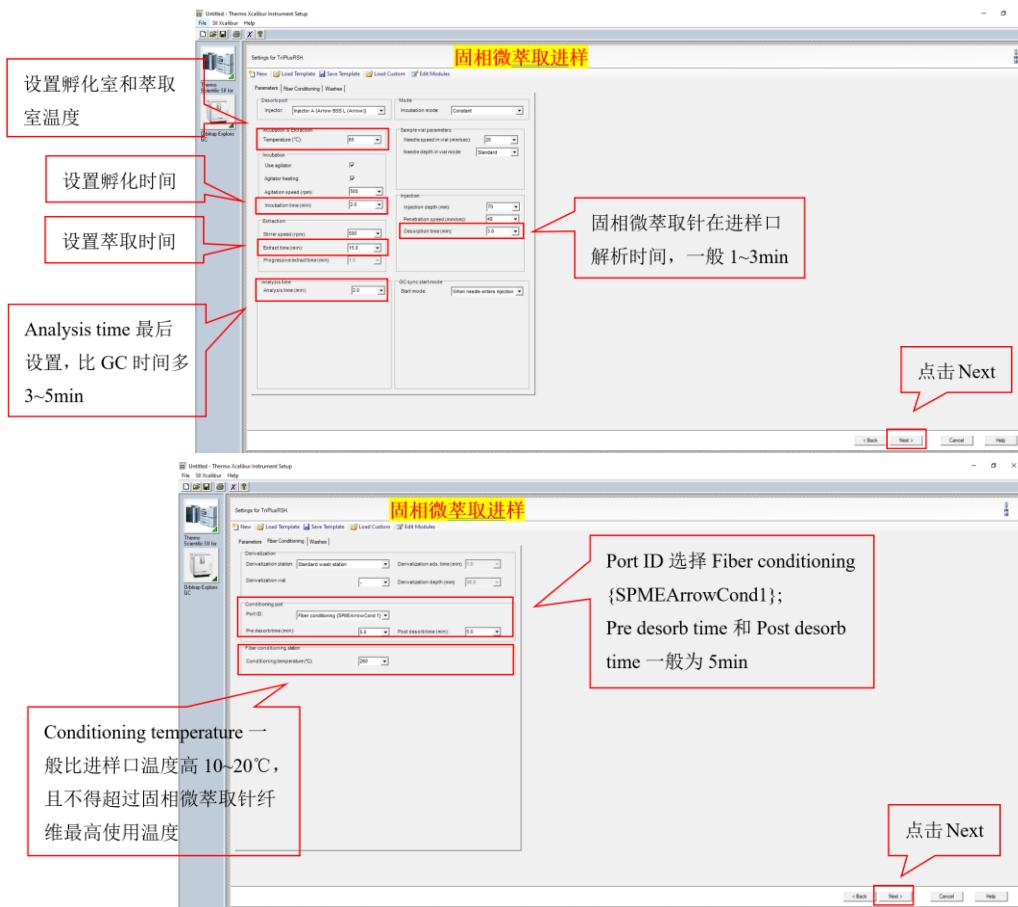


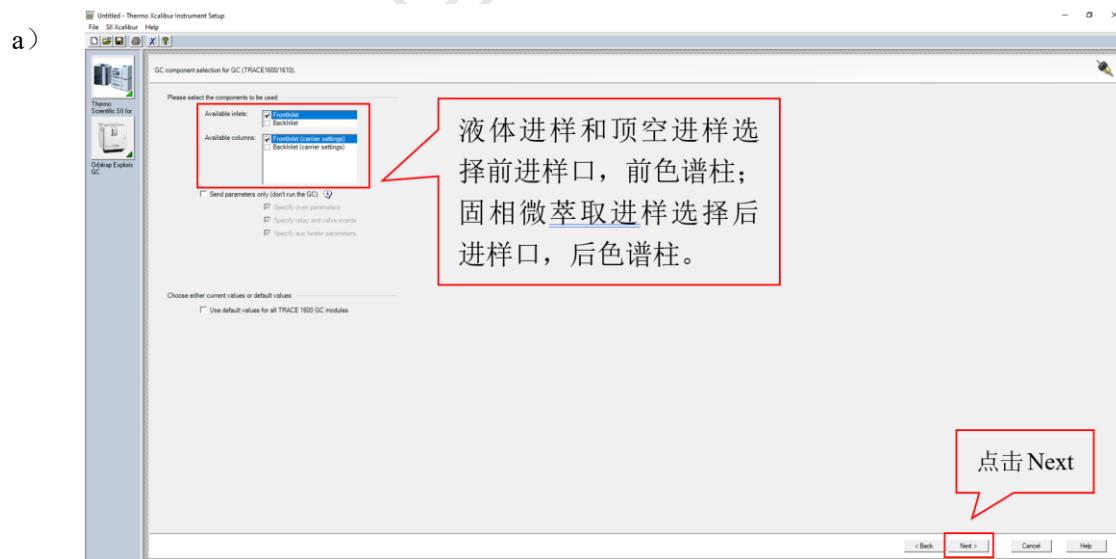
图6-11 固相微萃取进样方法

固相微萃取进样气相色谱方法设置：

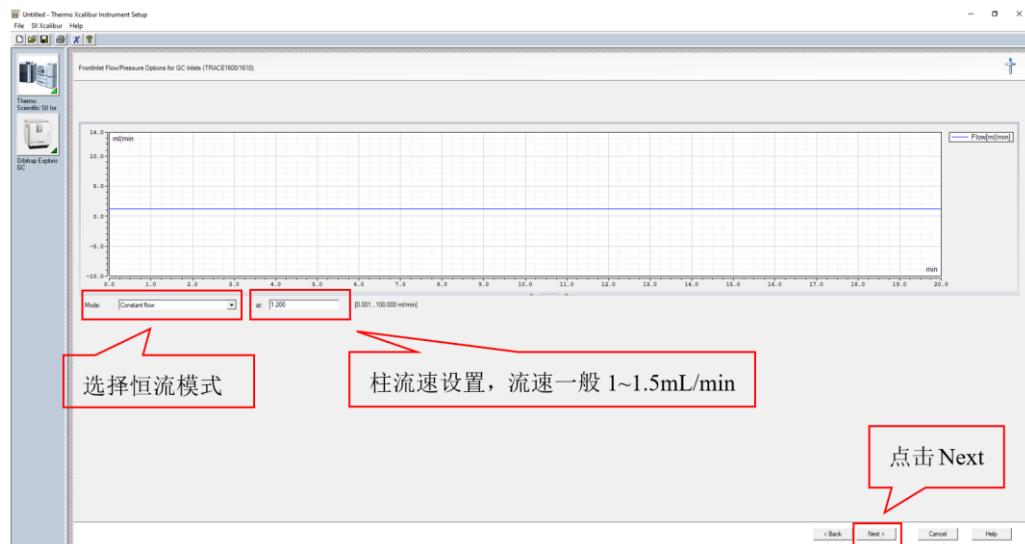
按照图 6-12 (a) ~ (j) 所示步骤新建气相方法：

- 固相微萃取进样进样口和色谱柱选择:** 勾选 BackInlet(后进样口), columns 勾选 BackInlet (carrier settings)；然后点击 Next;
- 进样模式:** 选择 Constant flow (恒流模式) 并设置流速，流速一般 1~1.5mL/min；然后点击 Next;
- 进样口参数设置:** 进样模式可选择分流模式和不分流模式，由于质谱灵敏度高，固相微萃取进样非特殊情况下，一律采用分流进样模式，以免污染质谱。参数设置方法如下：  
**分流进样:** Split mode 选择 Split，设置分流比，分流比范围一般 10~100，分流流速仪器将自动计算，其他参数设置与不分流进样相同，然后点击 next;  
**如确实要使用不分流进样，请参考以下设置:** Split mode 选择 Splitless，设置：  
➤ **进样口温度 (temperature) :** 不超过色谱柱最高使用温度。

- 隔垫吹扫（Purge flow control）流速：一般设置为3~5 mL/min；
- 勾选质谱检测器真空补偿Vaccum compensation选项，然后点击Next；
- 勾选开启载气节省模式（Enable gas saver mode），载气节省流速（Gas Saver Flow）一般为20 mL/min，载气节省时间（Gas Saver Time）一般为2~3 min；然后点击next；
- d) 柱温箱参数设置：根据样品性质，设置程序升温方法，注意StopRun时间应与程序升温总时间一致，柱温箱最高温度不可超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- e) 色谱柱信息：此处色谱柱参数信息应与前面色谱柱设置一致，否则方法无法运行，然后点击Next；
- f) 点击Next；
- g) 点击Next；
- h) 设置传输线温度。Heater1和Heater2勾选Enable，并设置传输线温度，传输线温度不超过色谱柱最高使用温度，然后点击Next；
- i) 点击Finish；
- j) 气相方法核查无误后，点击Check Method，查看Method Check Results。气相方法编辑结束，转跳6.3.5设置质谱方法。



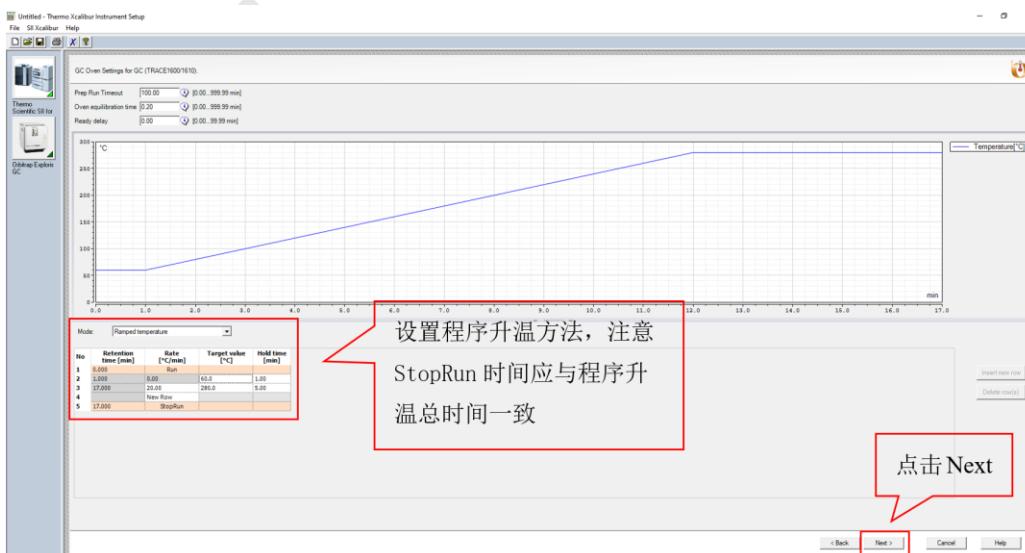
b)

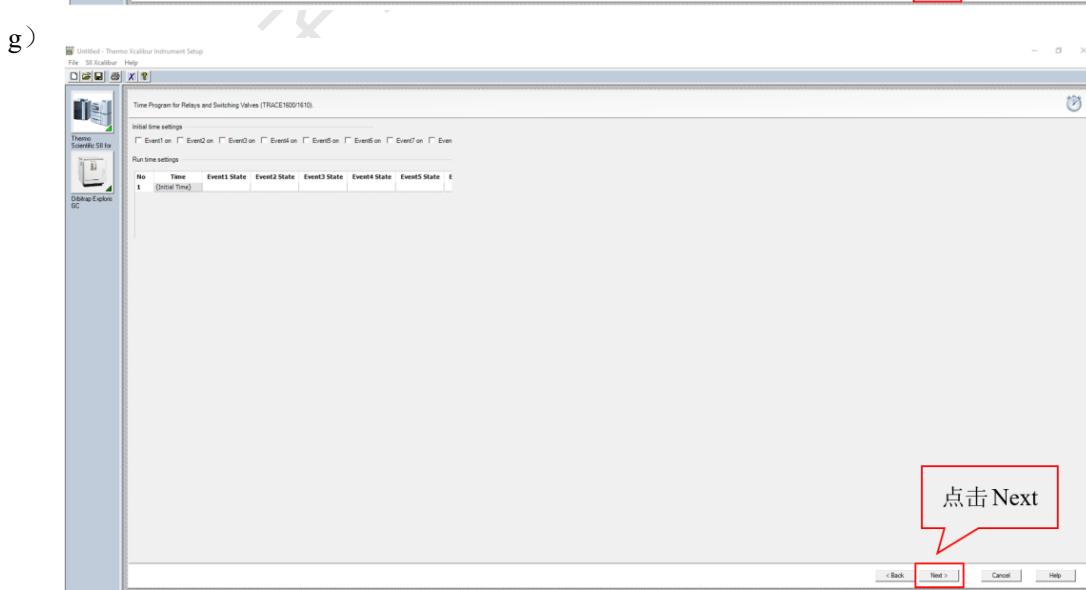
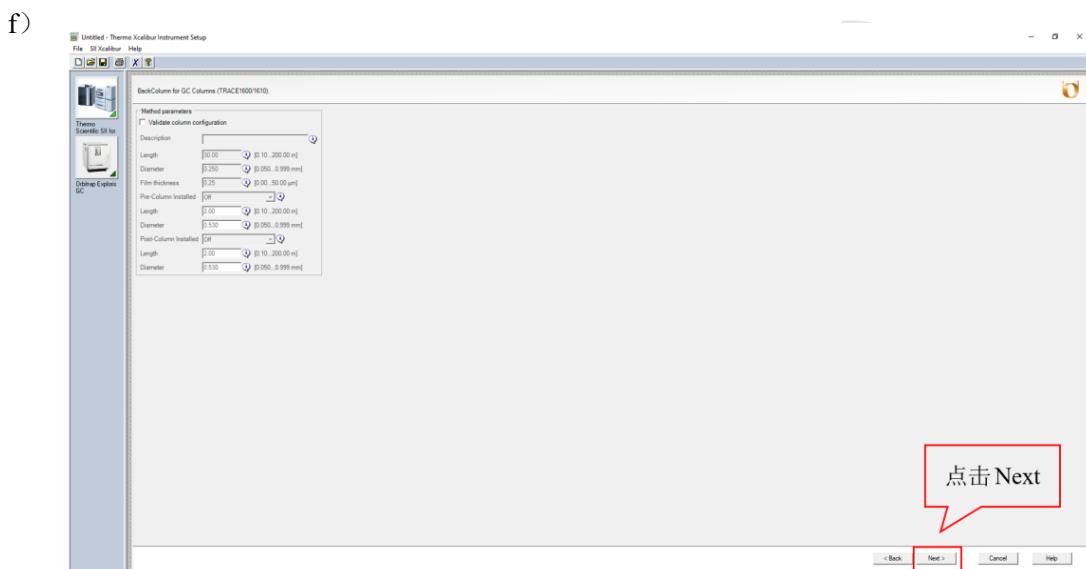
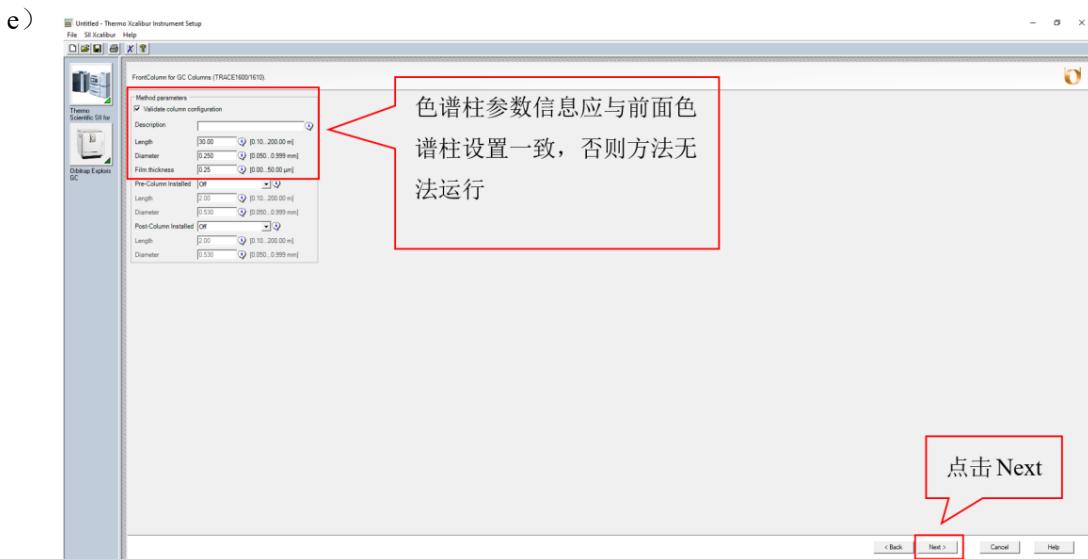


c)

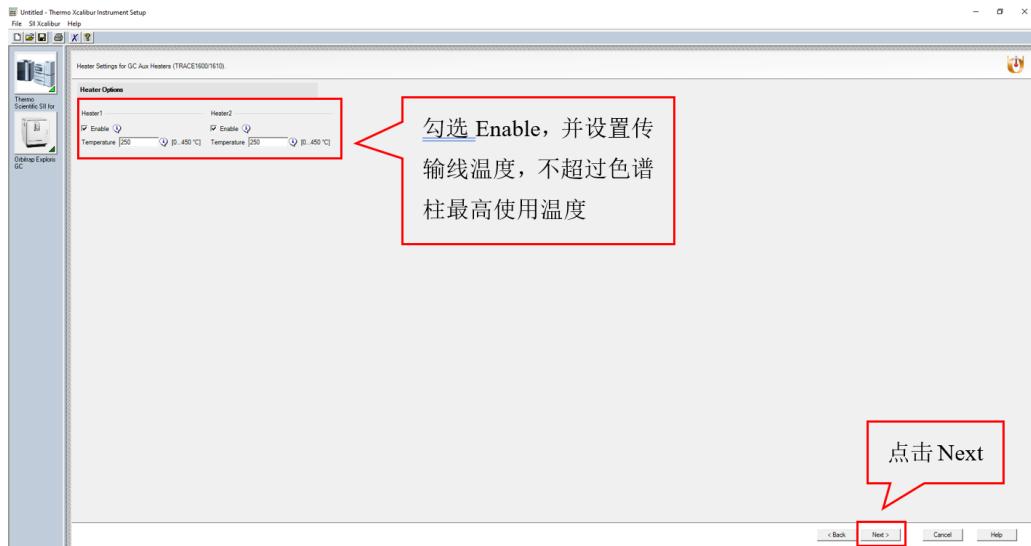


d)

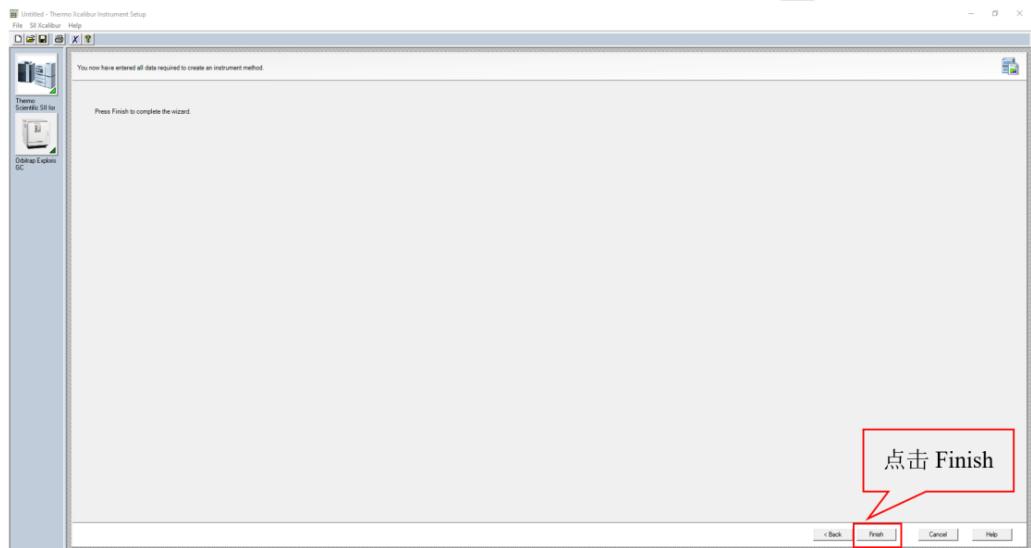




h)



i)



j)

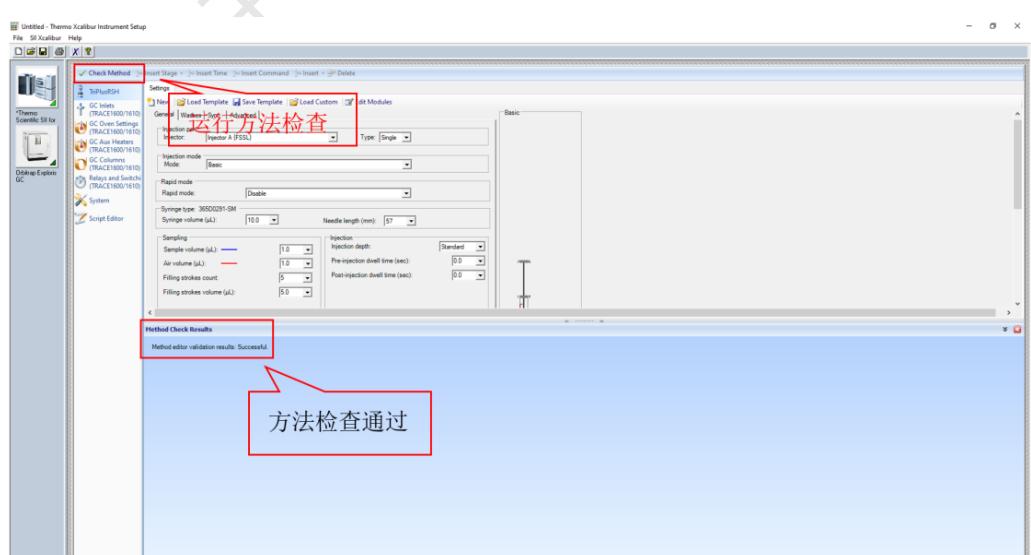


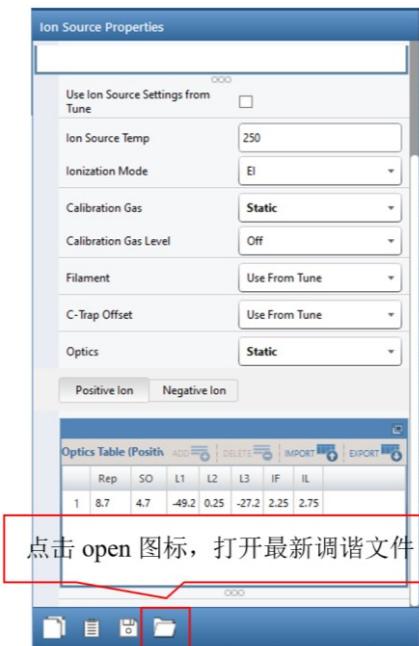
图6-12 气相方法

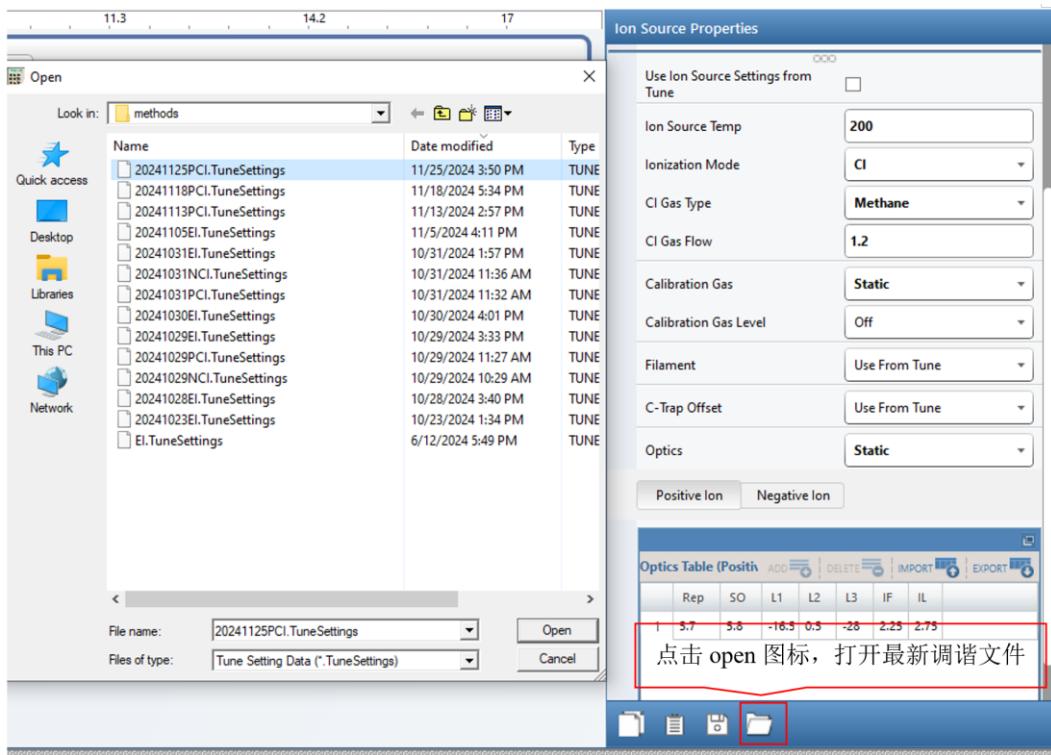
### 6.3.5. 编辑质谱方法

按照图 6-13 (a) ~ (c) 所示步骤新建质谱方法：

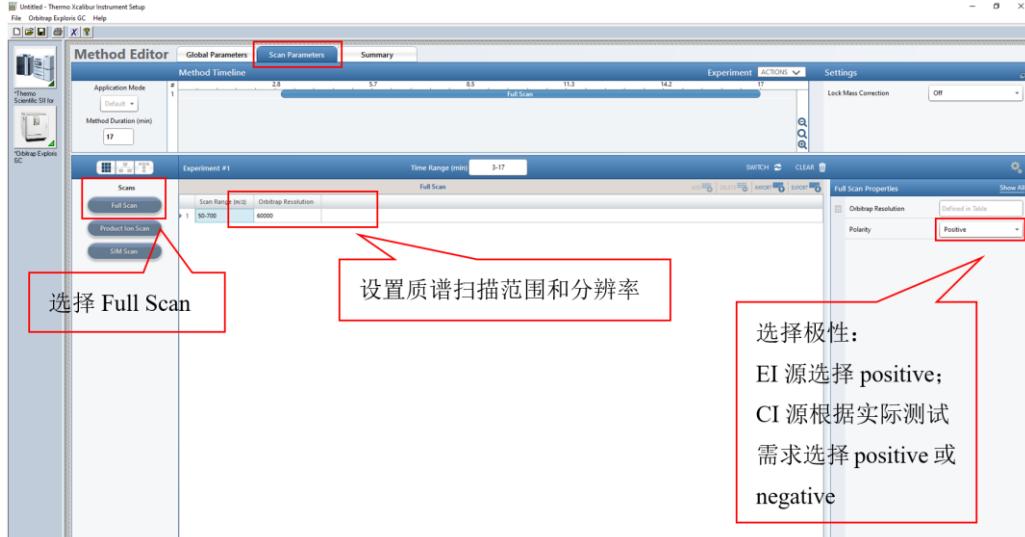
切换至Orbitrap Exploris GC界面，进行质谱检测器参数设置。

- a) 在 Global Parameters 界面，设置：
  - ◆ Method Duration：在Global Parameters界面，设置质谱方法时间，与气相保持一致；
  - ◆ Filament Power Table：例如0 min灯丝Off, 3 min灯丝On；**必须设置溶剂延迟，否则灯丝会烧坏；**
  - ◆ Calibration Gas选择Static；
  - ◆ Calibration Gas Level选择Off，设置Ionization Mode离子化模式，根据实际测试需求选择EI或者CI源：EI源根据实际需求设置Ion Source Temperature，一般与气相程序升温最高温度相同，或者高于气相程序升温最高温度10~20℃；CI源参数Ion Source Temperature设置200 ℃，Ionization Mode选择CI，CI Gas Type选择Methane，CI Gas Flow设置1.2 mL/min；
  - ◆ Optics：选择Static；
  - ◆ 点击Open图标，打开最新调谐文件；
- b) 在 Scan Parameters 界面，扫描类型选择 Full Scan，设置：
  - Scan Ranges：质谱扫描范围，CI 源一般 50-700，EI 源一般 50-750；
  - Polarity：设置极性，EI 源选择 Positive，CI 源根据实际测试需求选择 Positive 或 Negative；
- c) 方法核查：在Summary界面对各模块方法进行核查和修改，检查无误后，点击保存图标，对新建的仪器方法进行命名和保存，保存到Storage---用户名文件---Method文件夹下，命名方法建议：用户名-日期-离子源-体系，比如ZS-20250916-EI-PFAS。





b)



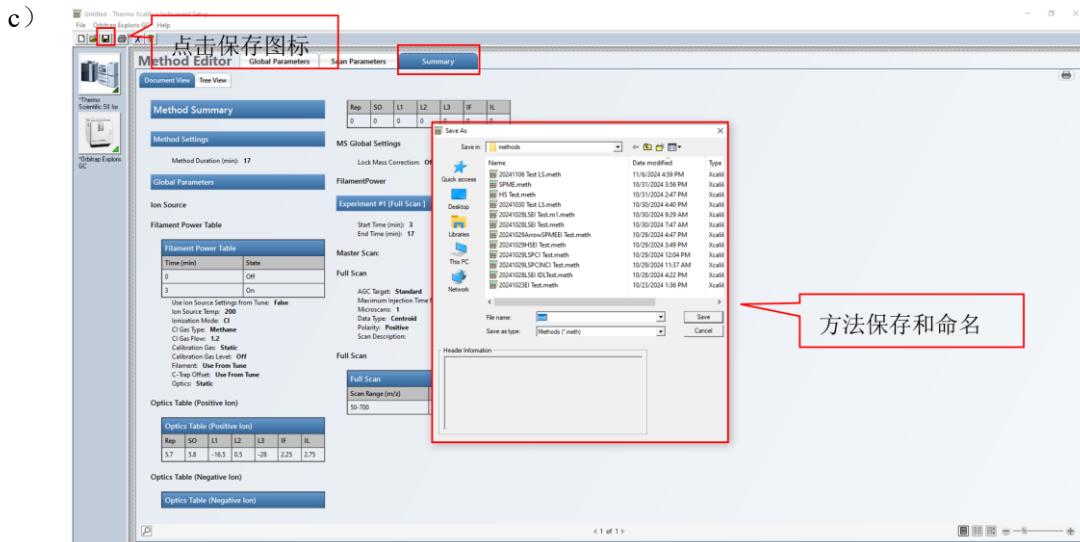


图6-13 编辑质谱方法

### 6.3.6. 三合一进样盘放样操作及位置说明

请将准备好的样品，根据实际需求参见图6-14到图6-16，将样品放置到适当的位置。

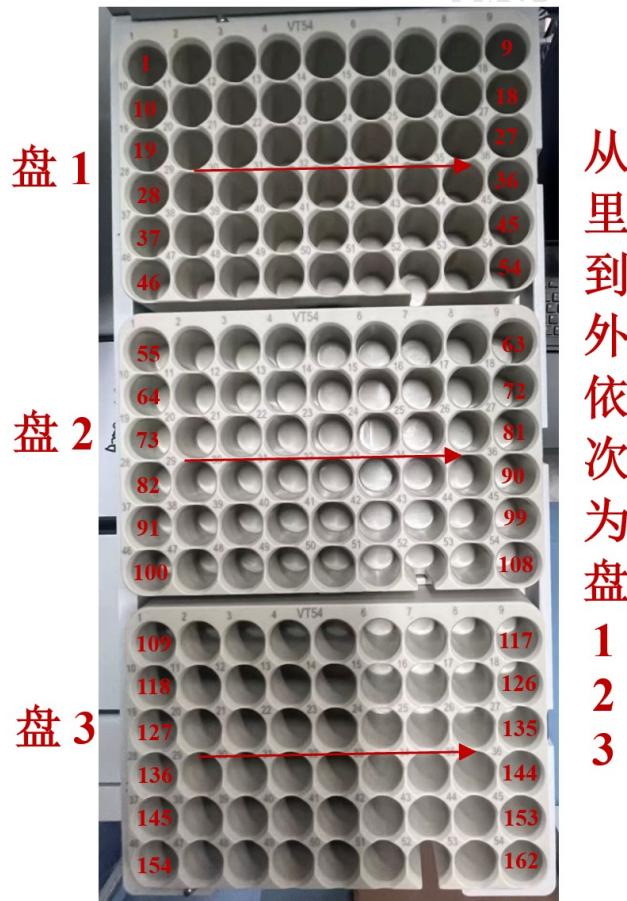


图6-14 液体进样盘放样要求及位置说明

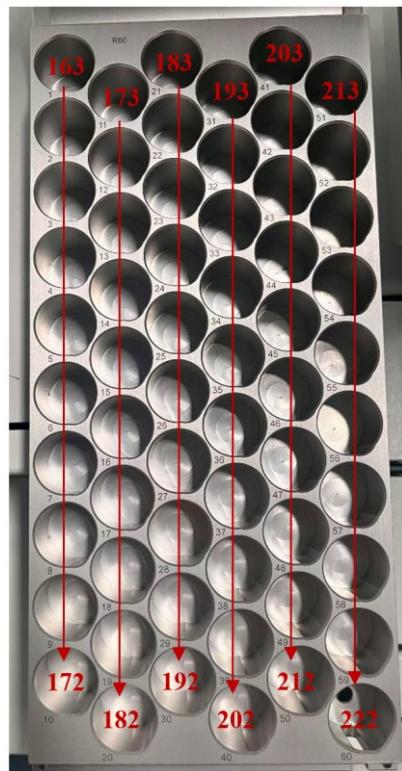


图6-15 顶空进样盘放样要求及位置说明

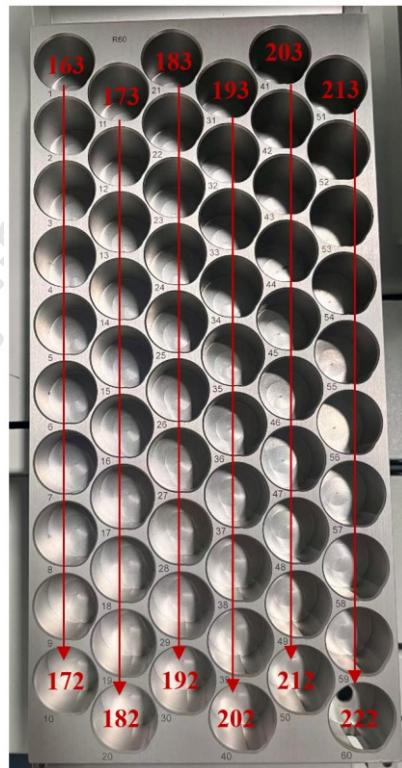


图6-16 固相微萃取盘放样要求及位置说明

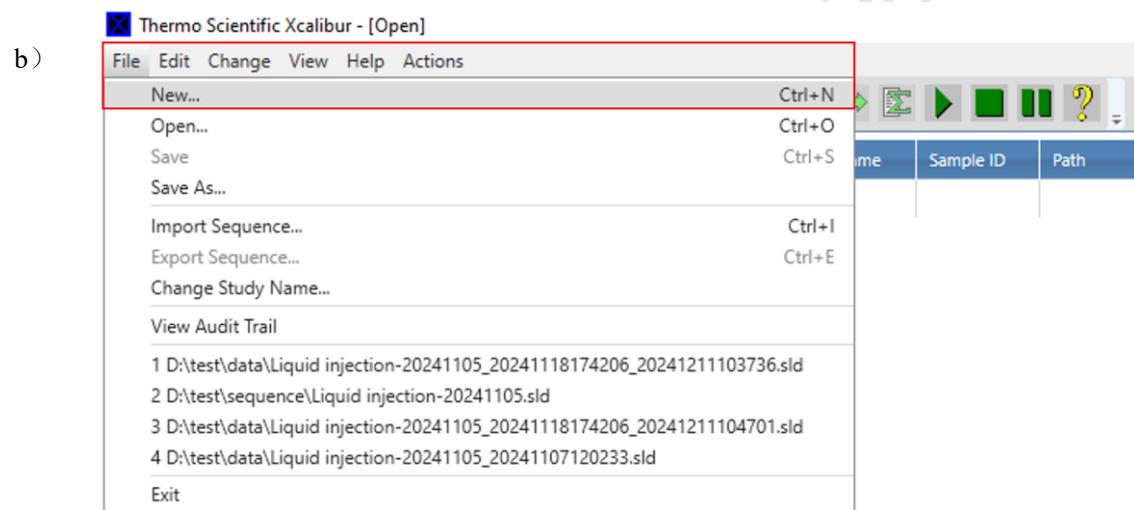
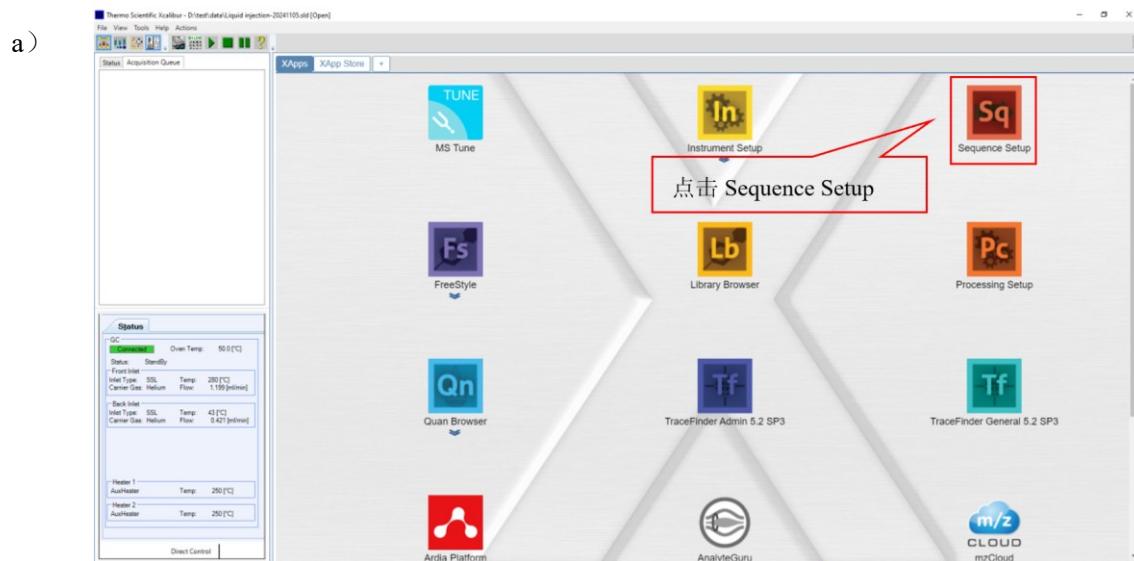
#### 6.4. 采样序列编辑及运行

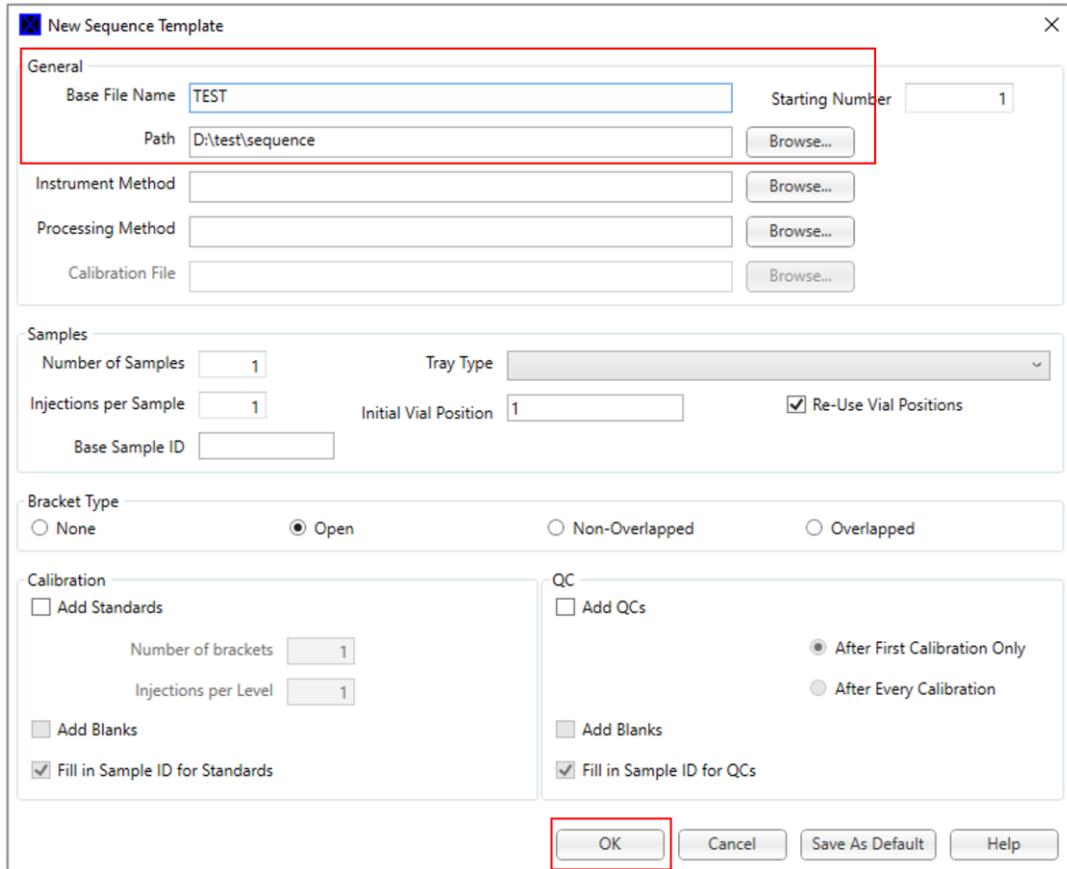
编辑序列之前，请先确认本地电脑Storage路径下已存在个人姓名文件，且

姓名文件包含Data、Method、Results、Curve、Sequence等子文件。以下操作产生的序列、数据、标曲等文件，需保存在上述文件对应子文件路径下。

按照图6.17 (a) ~ (i) 所示步骤新建采样序列并运行序列：

- a) 打开Xcalibur软件，点击Sequence Setup；
- b) 点击File-New，新建采样序列。编辑序列名称及序列保存路径Path，保存路径：保存到Storage---用户姓名文件---Sequence文件夹下。Sequence命名通常应包含日期-体系，用户在个人实验记录本上应有详细信息的记录。
- c) 编辑序列表，编辑File Name、Path、Instrument Method、Position、Injection Volumn，具体设置要求如下：
  - File Name：为样品运行产生的结果文件，不可以重复命名且不可以有特殊字符。File Name 一般建议用样品信息命名，以便于快速进行结果查看，比如：Blank CH3OH, mix-std-1ppb 等。Sequence 进样表自上而下运行样品种类应该是：空白（1-2 针）---STD（浓度由低到高）---空白一针---实际样品---空白；
  - Path：结果保存路径。结果保存到 Storage---用户姓名文件---Data---日期文件夹下。由于 Sequence 一般是多针进样，产生多个数据文件，请用户提前在 Data 文件夹内，新建文件，并以当天日期命名；
  - Instrument Method：Inst Meth 为调用运行方法文件，路径参见 6.3.5（保存到 Storage---用户姓名文件---Method 文件夹下）；
  - Position：设置样品瓶位置，请参见图 6.3.6 三合一进样器放样及位置说明部分；**其中顶空进样/固相微萃取进样时，进样瓶位置从 163 号开始。**
  - Injection Volume：设置进样体积。液体进样的进样体积设置为 1.00 uL，顶空进样和固相微萃取进样无需在此设置。
- d) 序列表编辑完成，需检查序列和进样位置等信息，核对无误后，点击File-Save再次保存进样序列。
- e) 点击序列运行图标。
- f) 点击提交，如果仍有样品需要测试，请在After Sequence Set System项目下，勾选On；如果全部样品均已进行提交，请勾选Standby，序列运行完成后，仪器会自动待机。点击OK，序列开始运行。





c)

	Sample Type	File Name	Sample ID	Path	Inst Meth	Proc Meth	Position	Inj Vol
1	Unkno...	blank\_20241118174210	1	D:\test\data	D:\test\methc		1	1.00
2	Unkno...	ZX-I-58-01	1	D:\test\data	D:\test\methc		5	1.00
3	Unkno...	DSN-VI-116-01	1	D:\test\data	D:\test\methc		14	1.00

d)

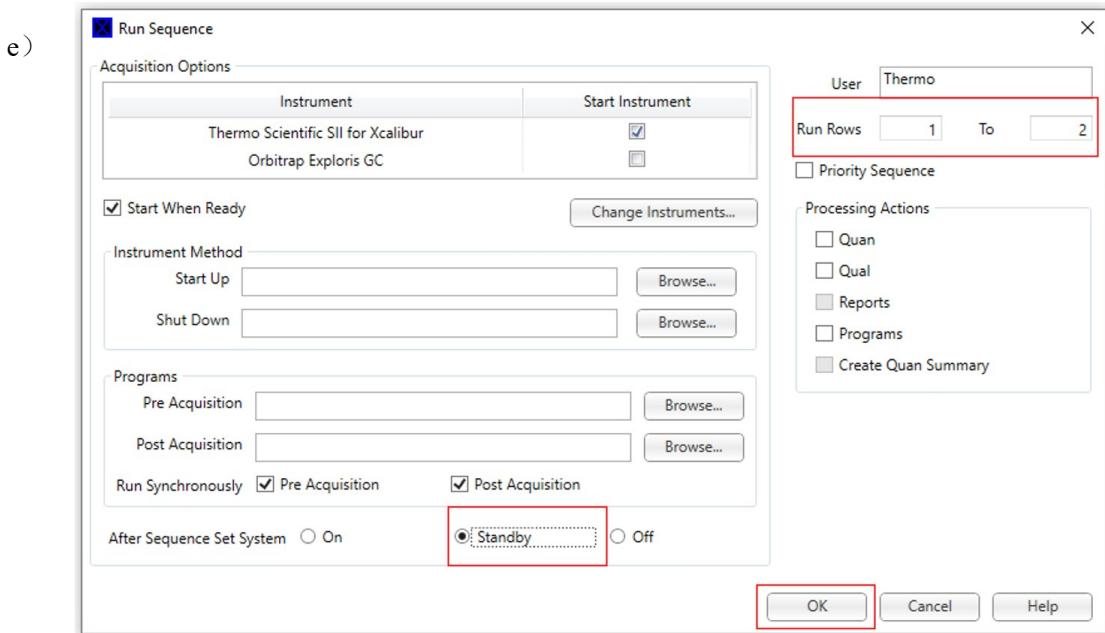


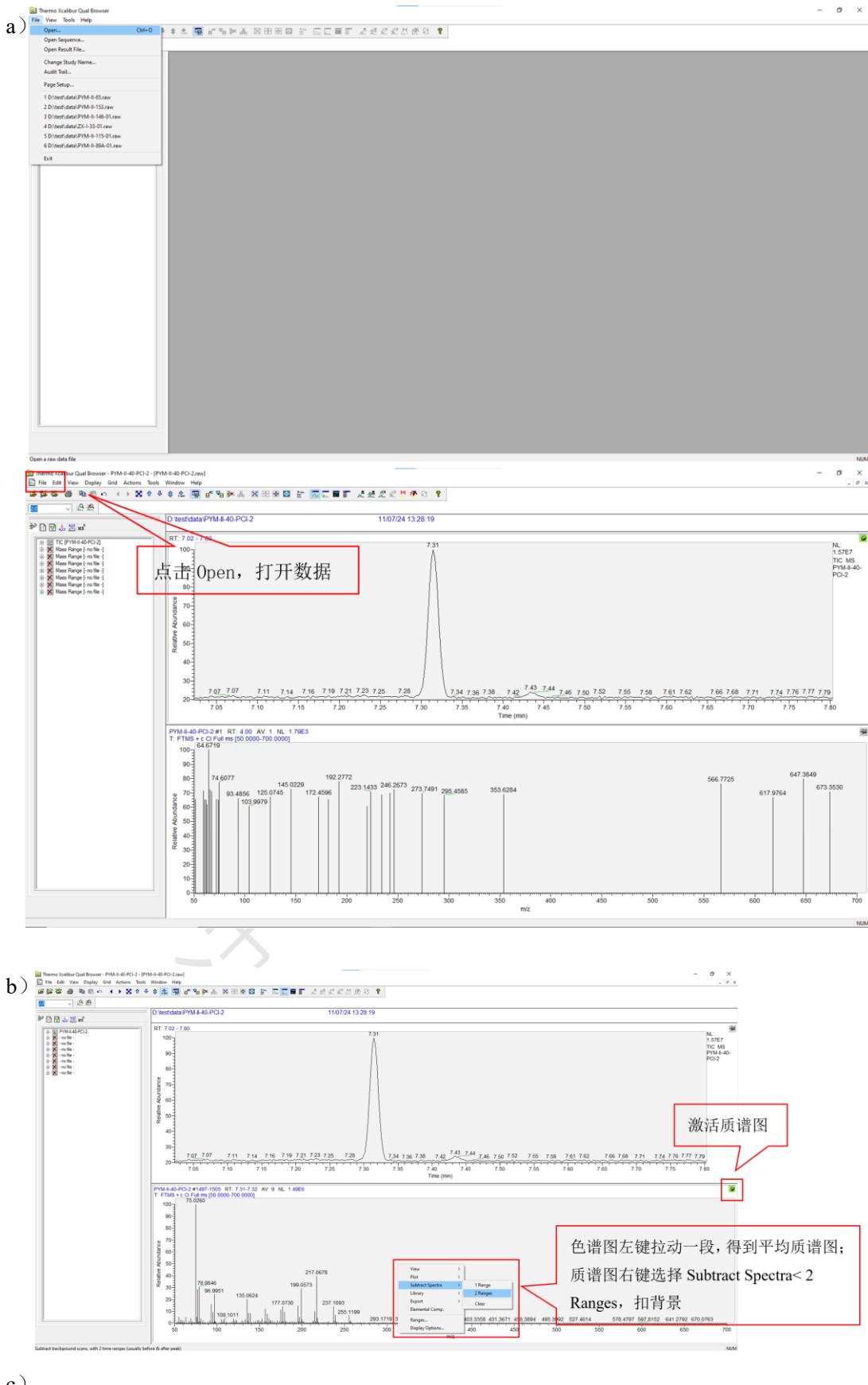
图6-17 新建采样序列并运行

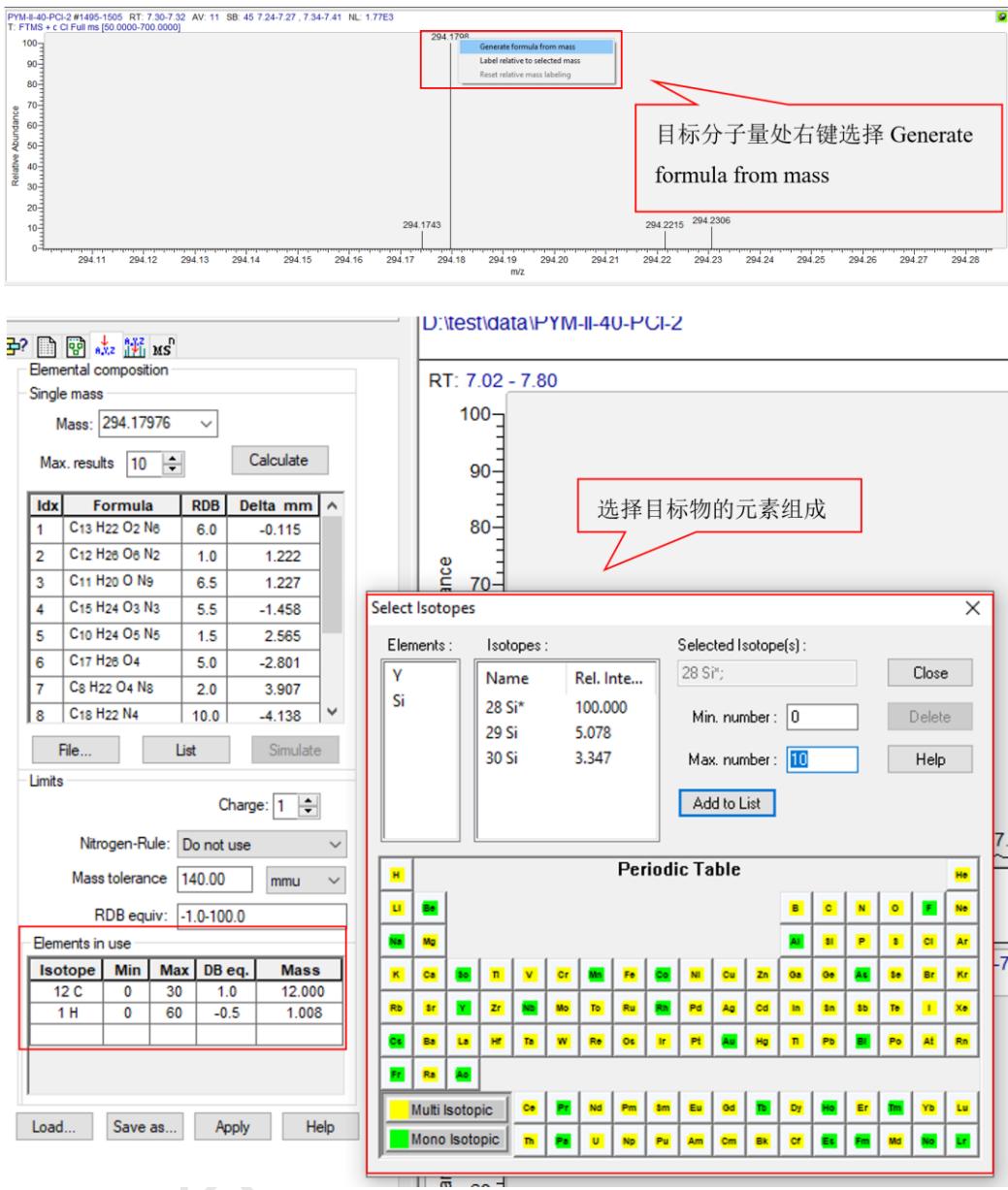
## 6.5. 数据处理

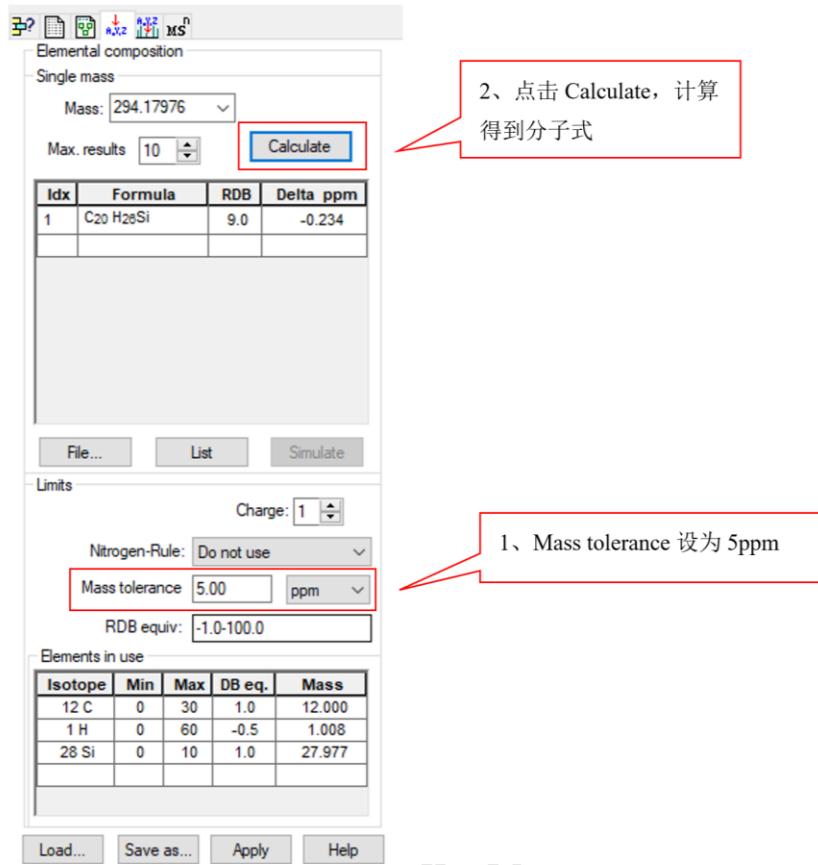
### 6.5.1. 定性分析

如图 6-18 (a) ~ (e) 所示步骤进行数据查看和定性分析：

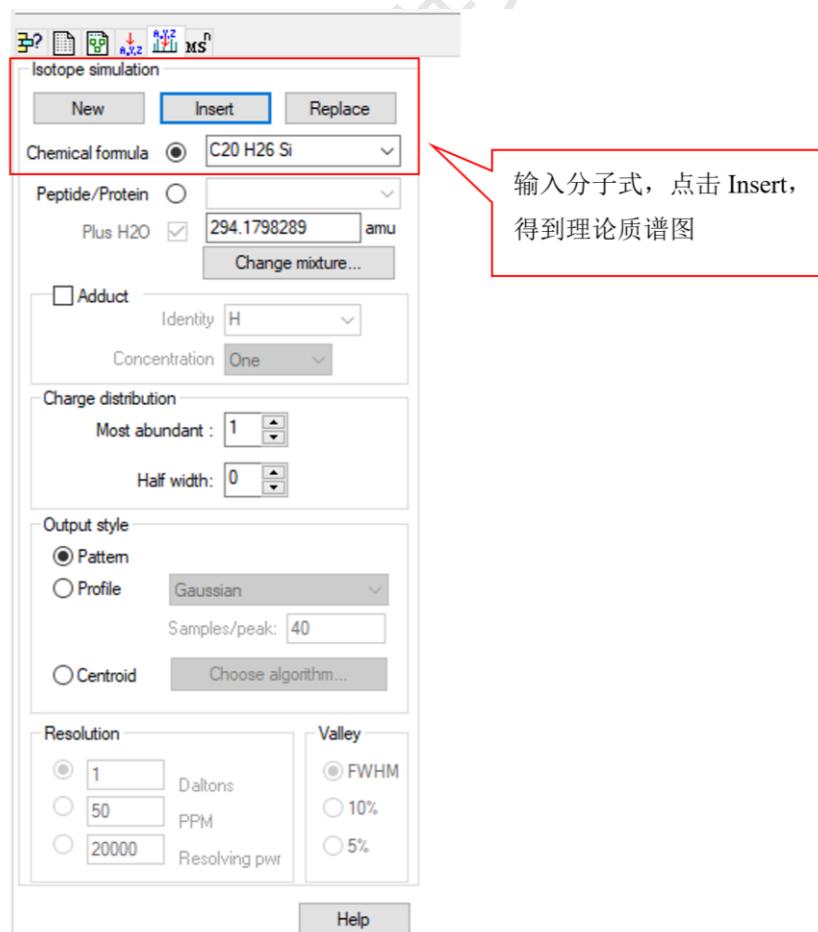
- 双击桌面 QualBrowser 图标 ，打开数据分析软件后，右上角 File-Open 按钮，选择到对应的 Data 文件中打开数据；
- 点击质谱图右上角图标，激活质谱图，色谱图左键拉动一段，得到平均质谱图，质谱图右键选择 Subtract Spectral<2 Ranges，然后在色谱峰两侧背景处左键选择一段背景，得到扣除背景后的质谱图；
- 在目标分子量处右键选择 Generate formula from mass 生成分子式，选择目标物的元素组成，Mass tolerance 设为 5 ppm，点击 Calculate，计算得到分子式；
- 输入分子式，点击 Insert，得到理论质谱图；
- 点击打印图标，导出 PDF 谱图。







2、点击 Calculate, 计算  
得到分子式



输入分子式, 点击 Insert,  
得到理论质谱图

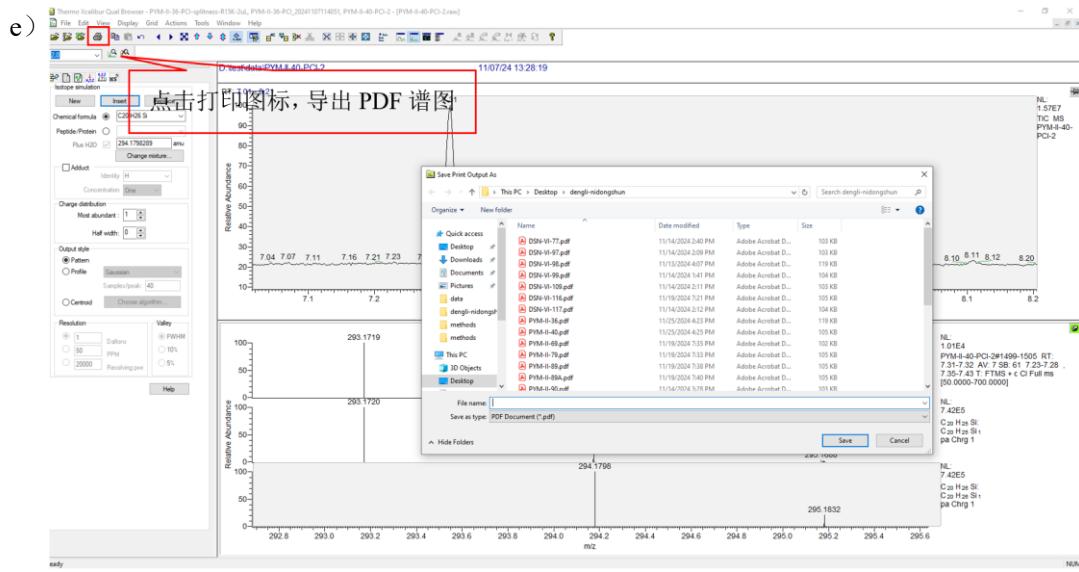
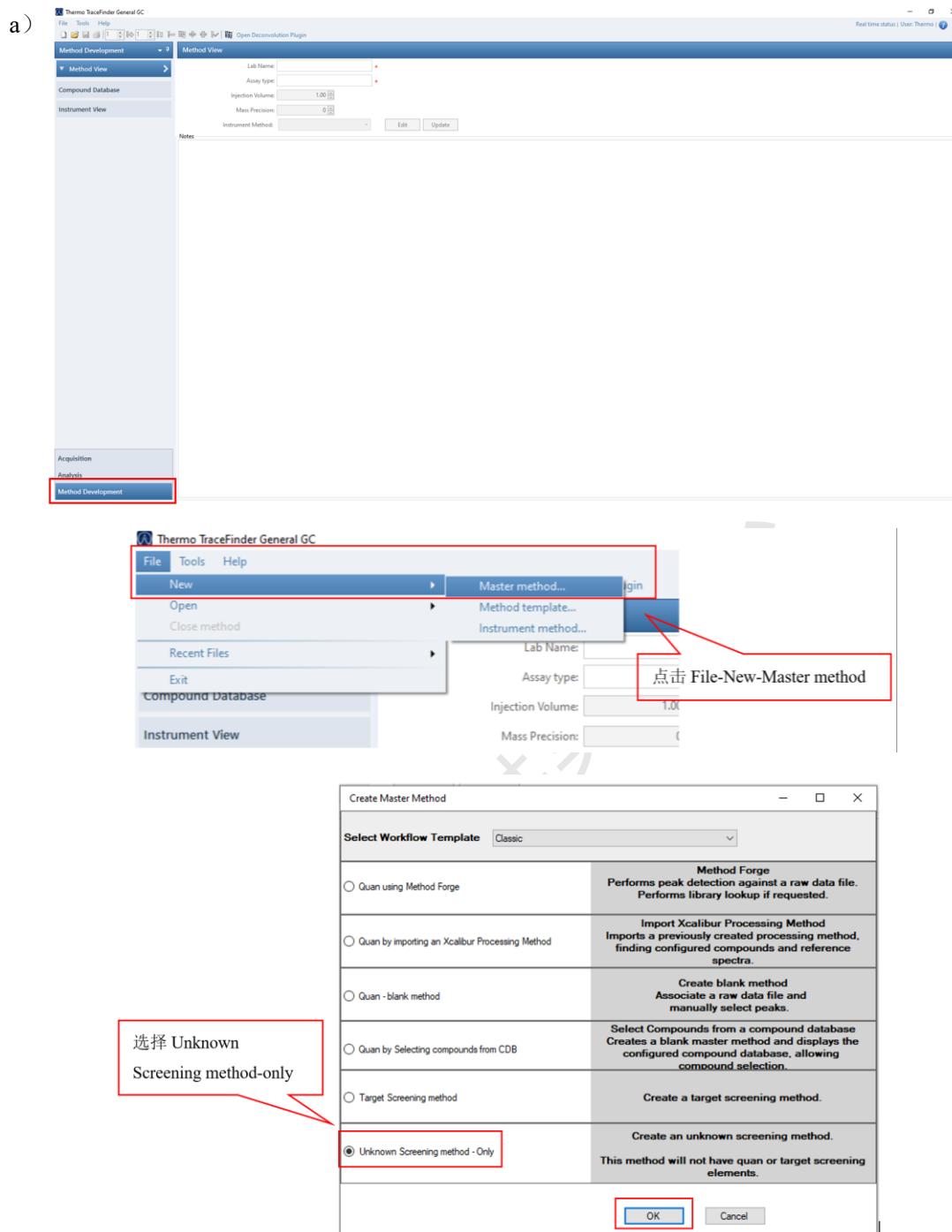


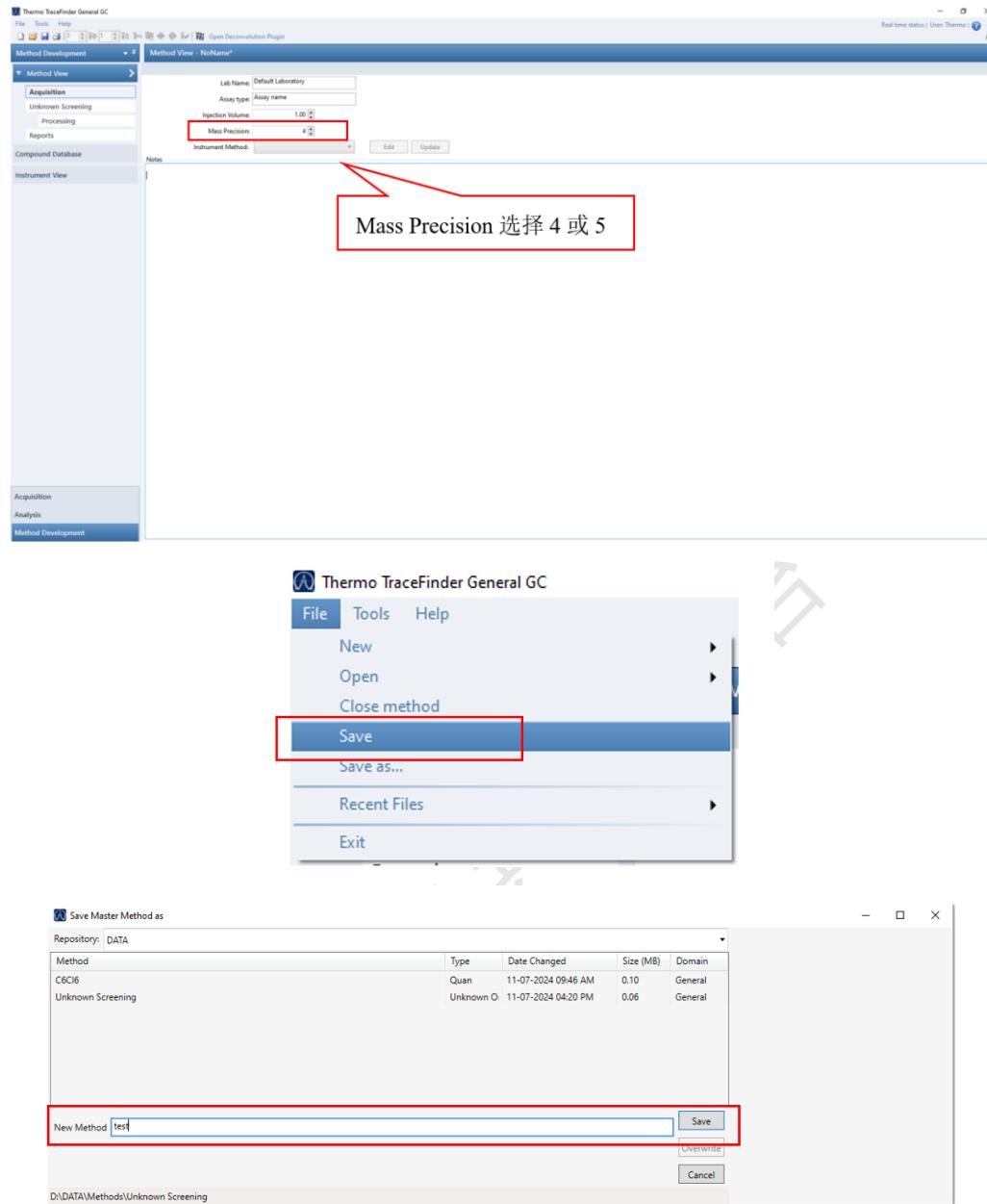
图 6-18 定性分析流程

### 6.5.2. 化合物谱库筛查

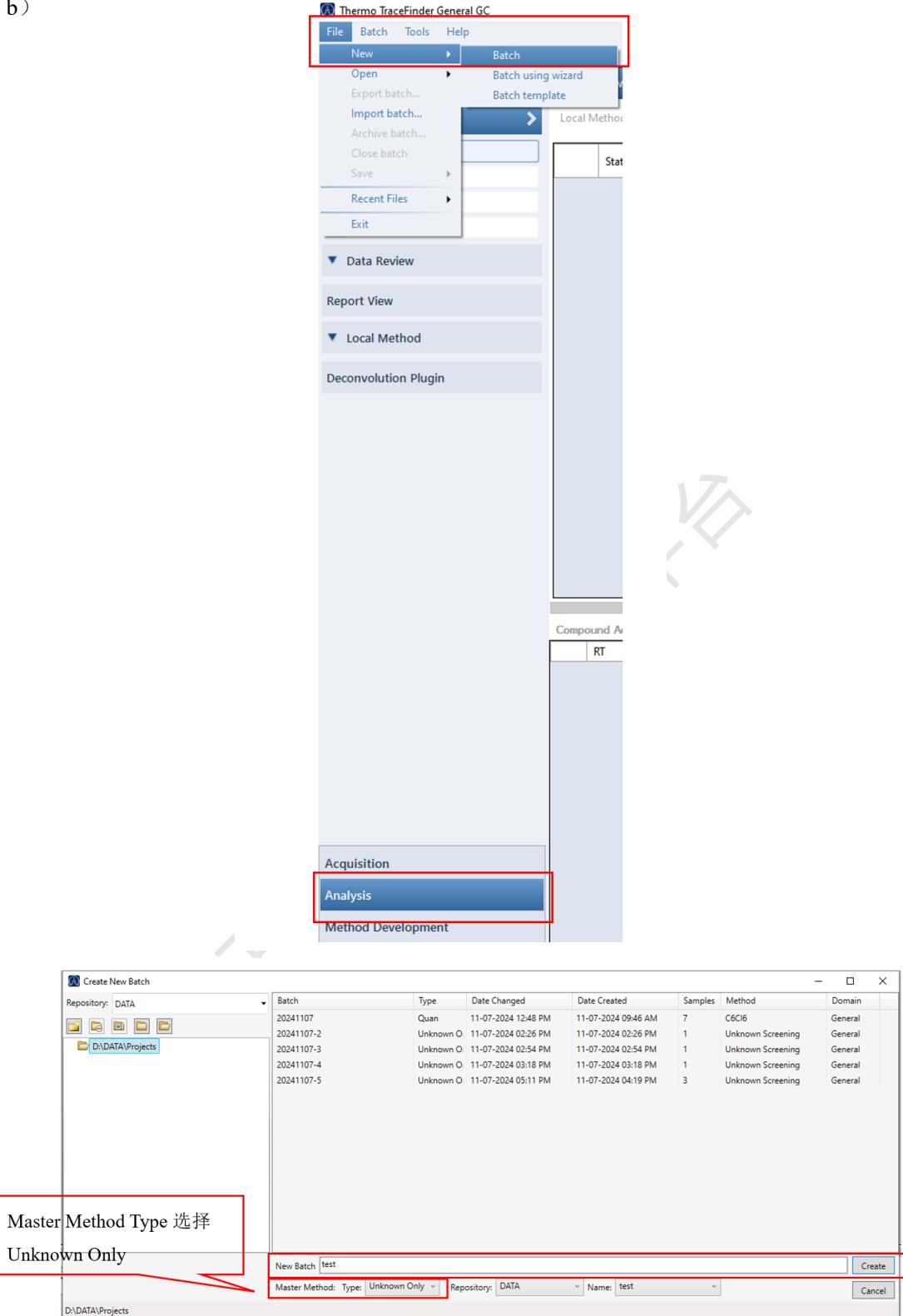
按照图 6-19 (a) ~ (g) 所示进行化合物谱库筛查:

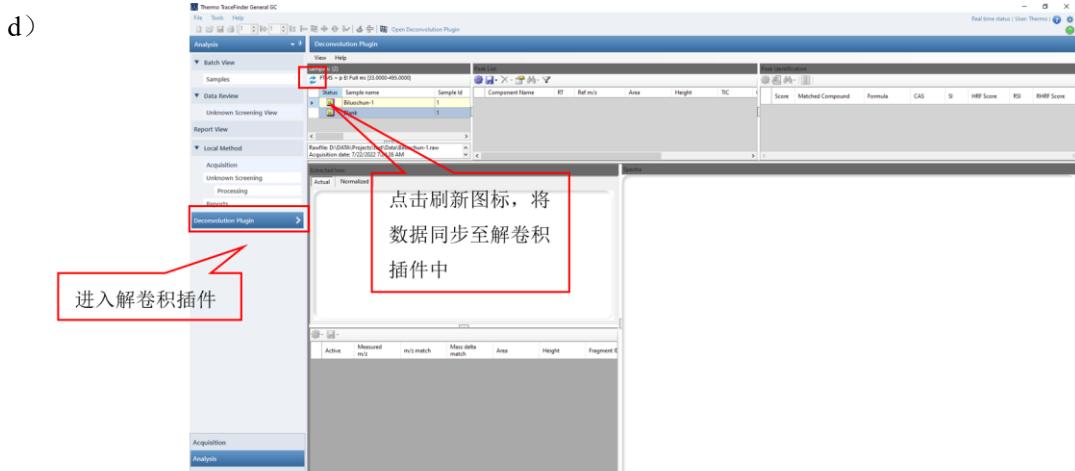
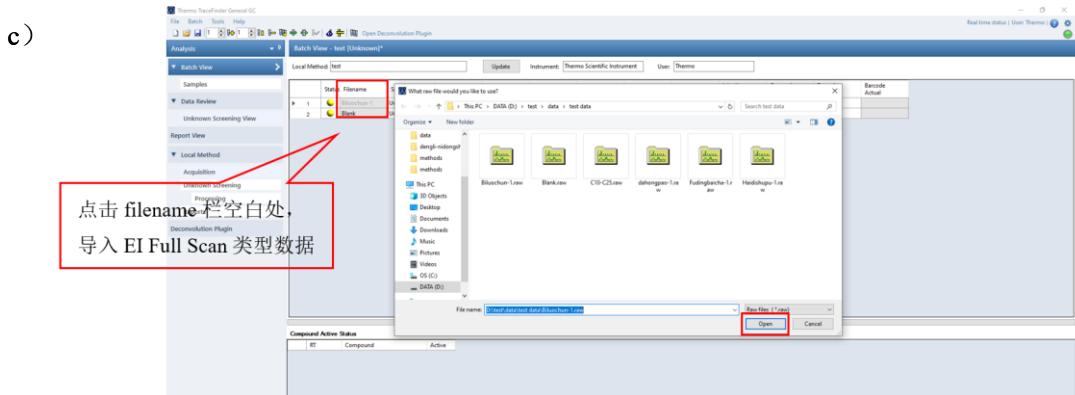
- 进入 TraceFinder 软件, 新建 Master Method。进入 Method Development 界面, 点击 File-New-Master method, 选择 Unknown Screening method-only, 点击 OK, Mass Precision 选择 4 或 5, 点击 File-Save, 保存 Master Method;
- 新建 Batch。进入 Analysis 界面, 点击 File-New-Batch, Master Method Type 选择 Unknown Only, 点击 Create;
- 点击 Filename 栏空白处, 导入 EI Full Scan 类型数据;
- 点击 Deconvolution Plugin, 进入解卷积插件, 点击刷新图标, 将数据同步至解卷积插件中;
- 点击 Settings 图标, 设置 TIC 强度阈值 (低于该阈值则不进行解卷积处理), 设置保留时间偏差窗口 (峰对齐, 一般 5 sec), 勾选筛查使用的谱库, 若使用保留指数, 则输入不同 C 数正构烷烃的保留时间;
- 点击设置图标, 点击 Process。
- 空白勾选 Exclusion, 点击 View-RT Alignment View, Alignment Type 选择 Exclusion, 点击 Process, 得到扣除背景后的筛查结果。

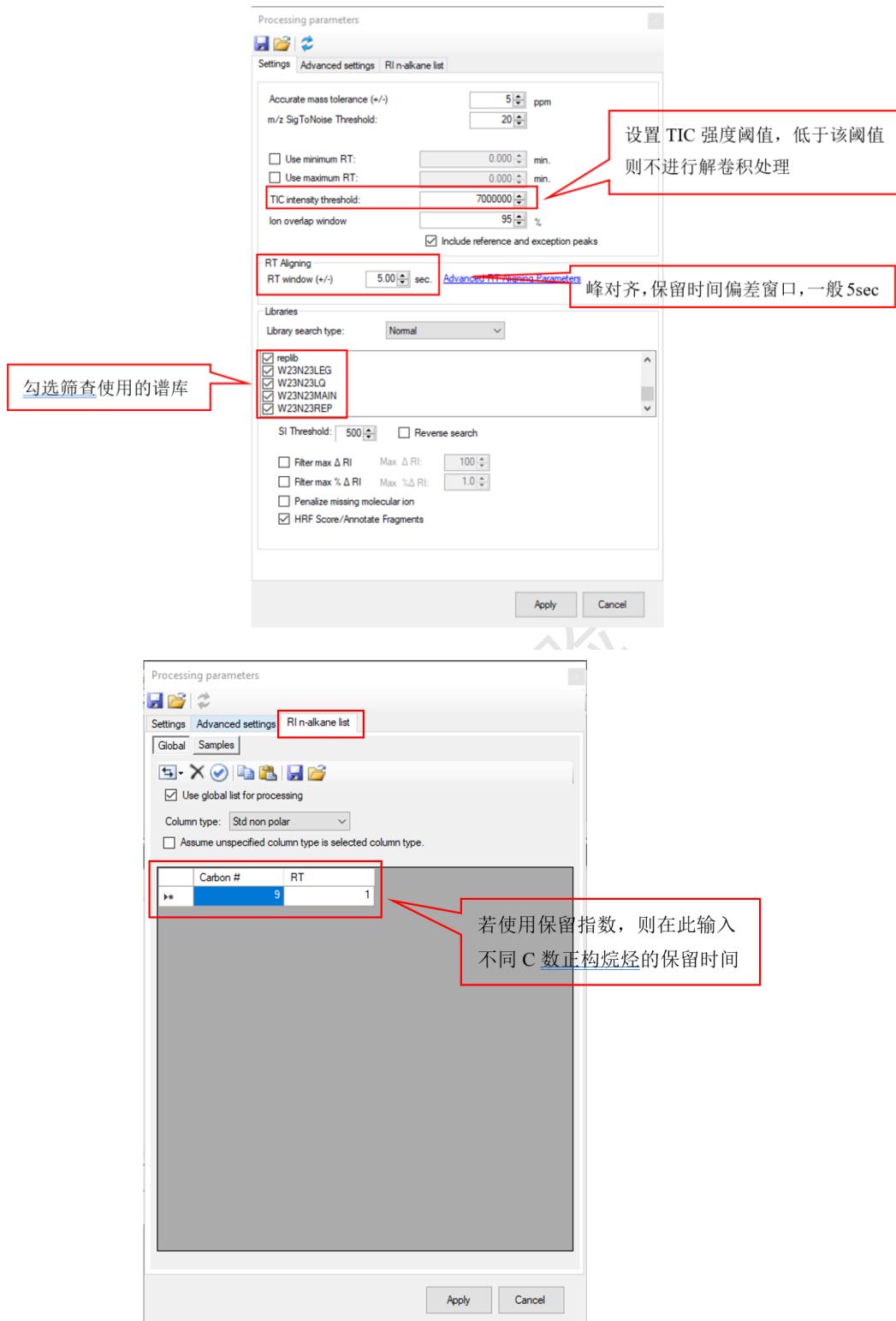




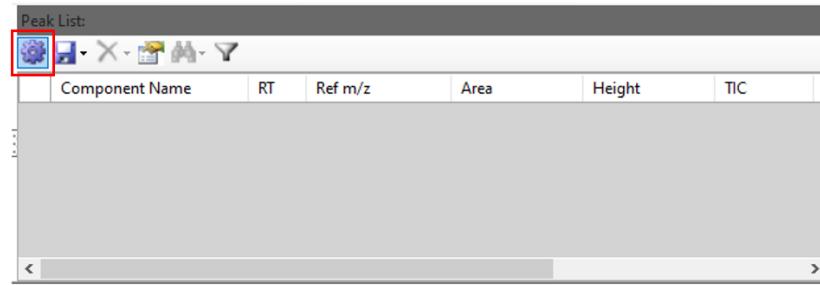
b)



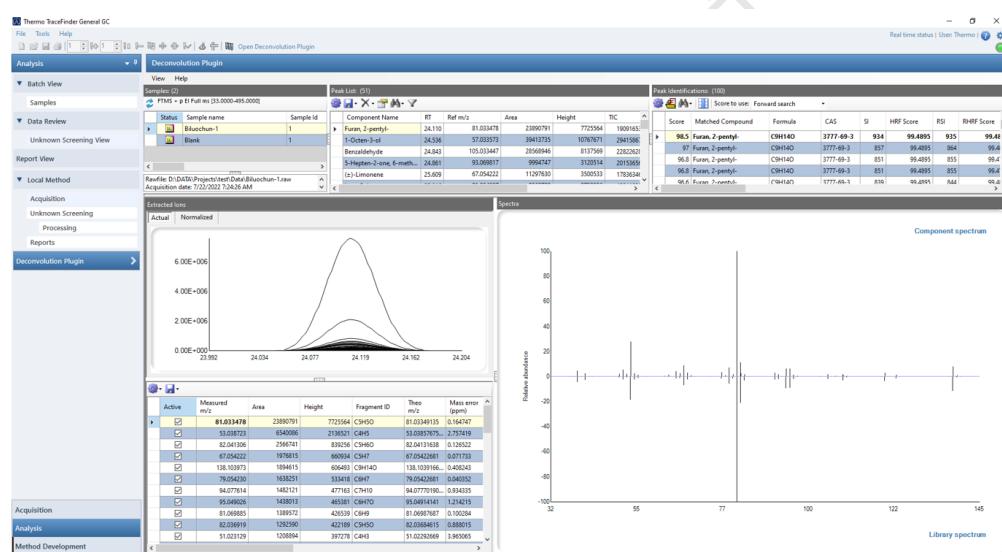
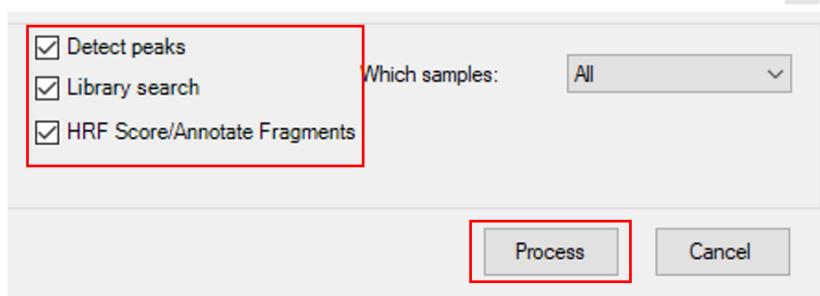


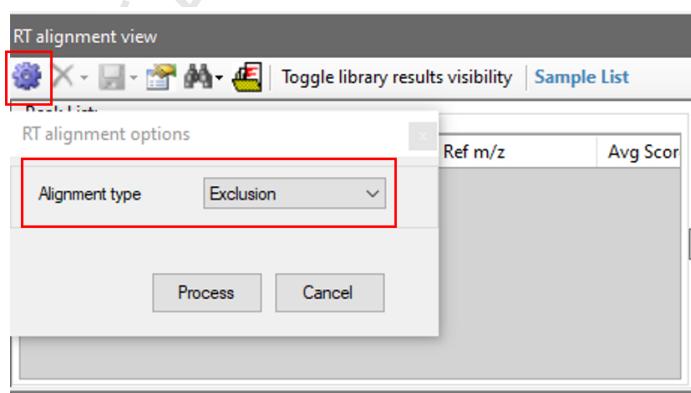
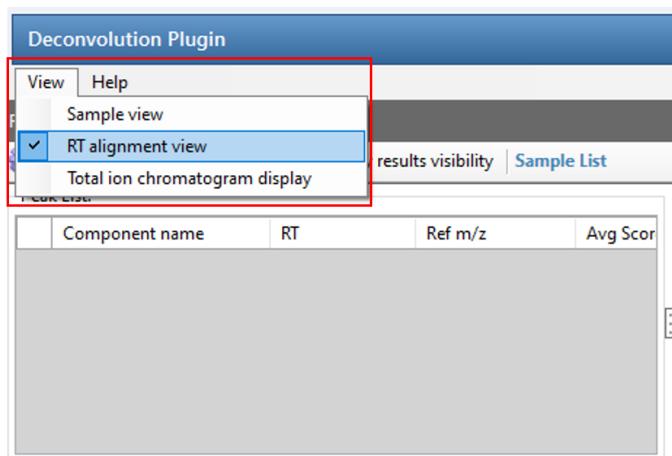
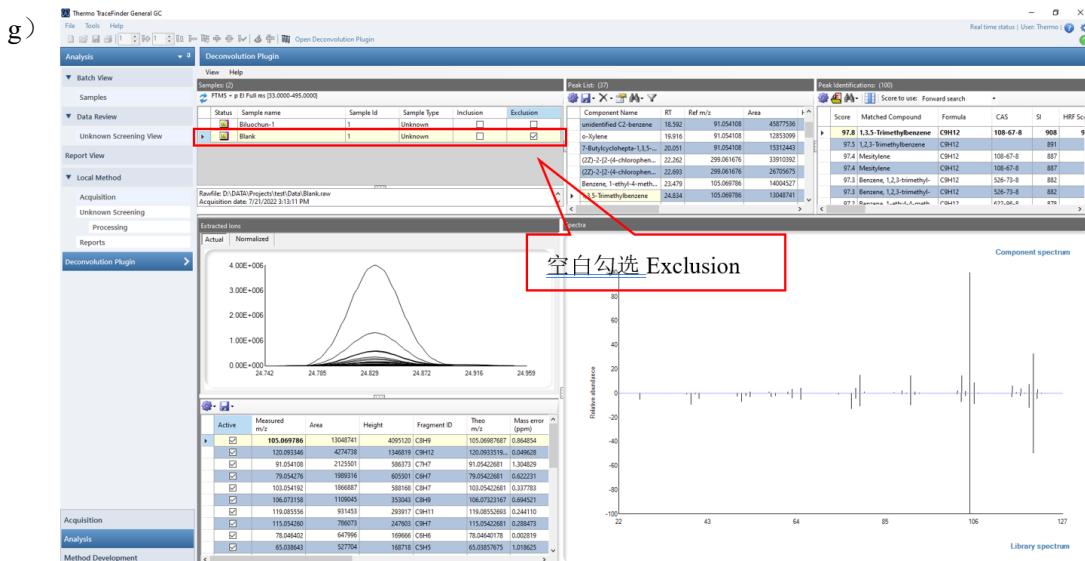


f)



Peak detection options





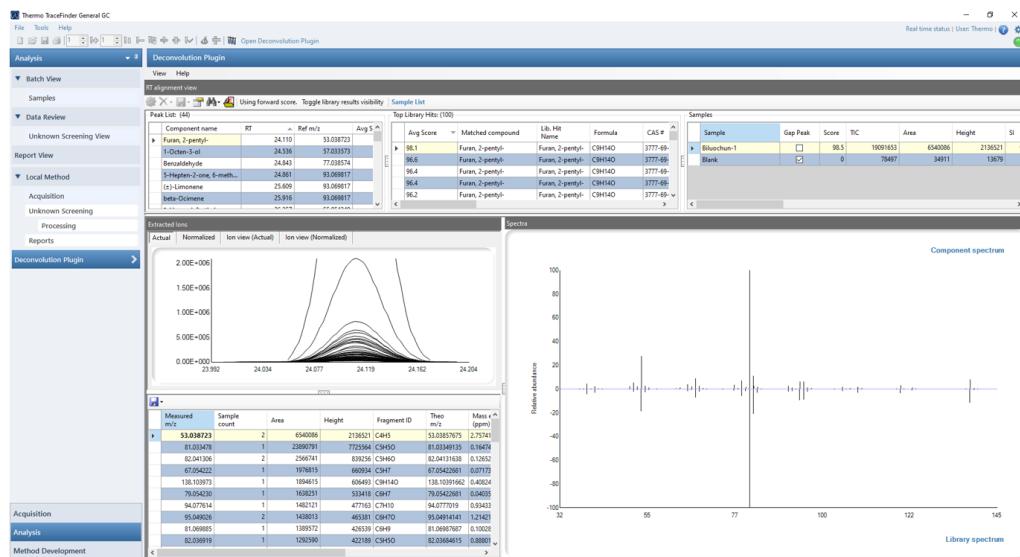


图 6-19 化合物谱库筛查

## 6.6. 实验结束处理

- 请确认仪器处于待机状态，相关数据已存在Storage文件下；
- 退出大仪网系统登录，退出时请输入运行样品数量，并如实进行实验登记；
- 请整理实验桌，并将自己的测试样品带出实验室。

**请注意：一旦开始实验，默认为使用前仪器状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。**

## 7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 8. 记录

高分辨气相色谱质谱联用仪使用登记表。

## 附件一 质谱调谐与校正

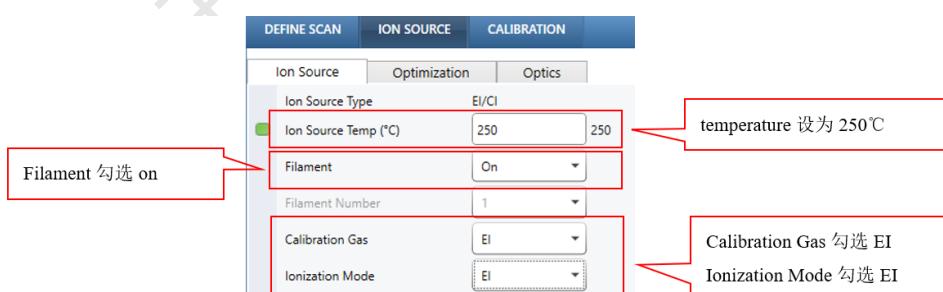
### 1. EI源调谐和校准

确认已更换EI源，按如下步骤，执行EI源调谐和校准。在Orbitrap Exploris Tune 软件界面：

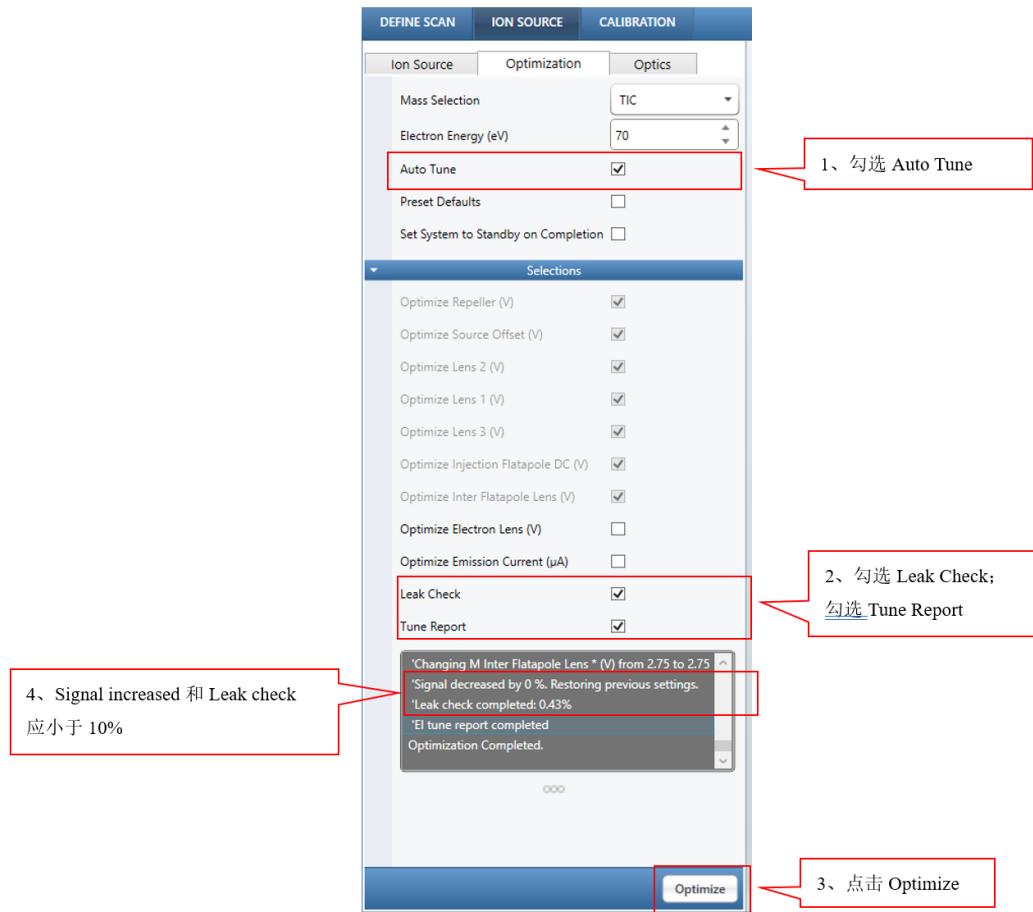
- 如图1（a），Ion Source 界面，Ion Source Temp 设为 250 °C，Filament 选择 On，Calibration Gas 选择 EI，Ionization Mode 选择 EI。
- 如图1（b），Optimization界面，勾选Auto Tune、Leak Check、Tune Report，点击Optimize，Signal increased 和 Leak check 值均应小于 10%。若 Signal increased 超过 10%，则重新进行调谐；若Leak check 超过 10%，则稍紧一下质谱端螺母，重新进行Leak check。
- 如图1（c），Optics界面，点击Save图标，保存调谐文件，调谐文件路径：C盘-Xcalibur-methods文件夹下，文件命名规则：日期\_离子源种类，比如 20250220\_EI，即为2025年2月20日，EI源校正文件。
- 如图1（d），Calibration界面，Mode选择Calibrate，Polarity选择Positive，点击Start，显示Passed，校准通过。
- 如图6.5（e），Filament选择Off，Calibration Gas选择Off，关闭灯丝和校正气。

至此，EI源调谐和校准步骤完成。

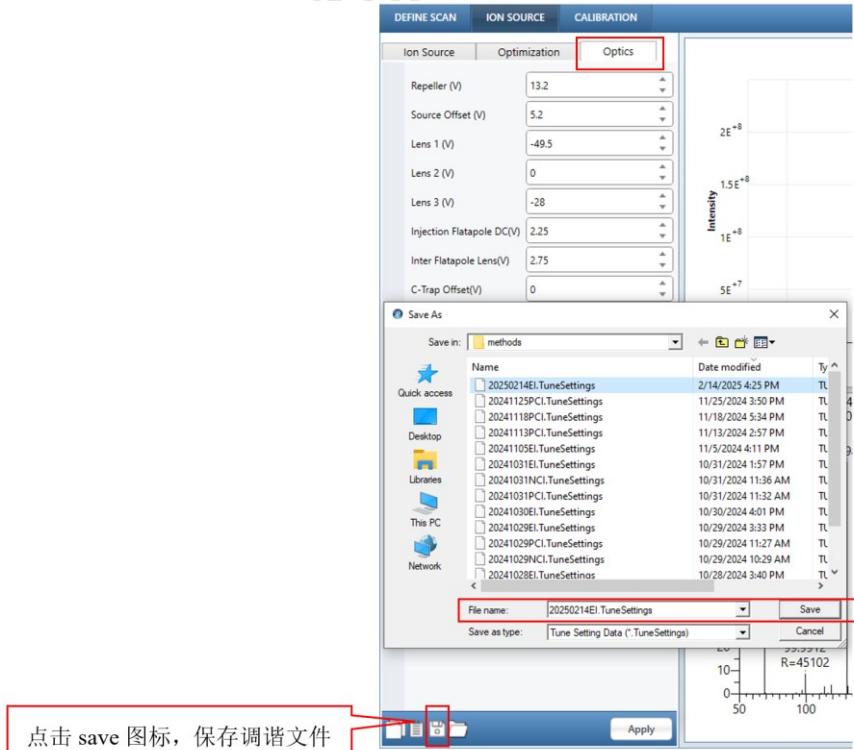
a)



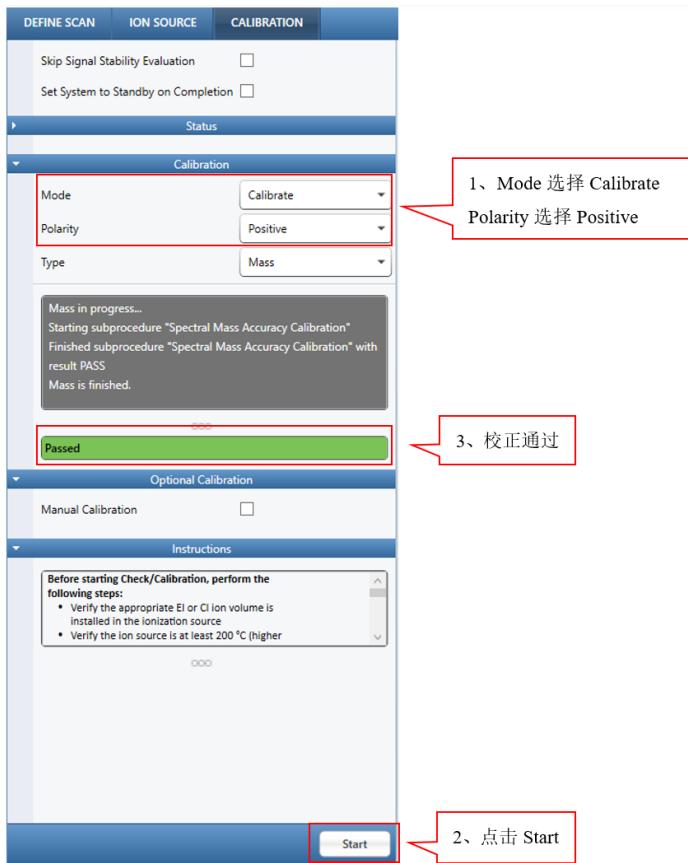
b)



c)



d)



e)

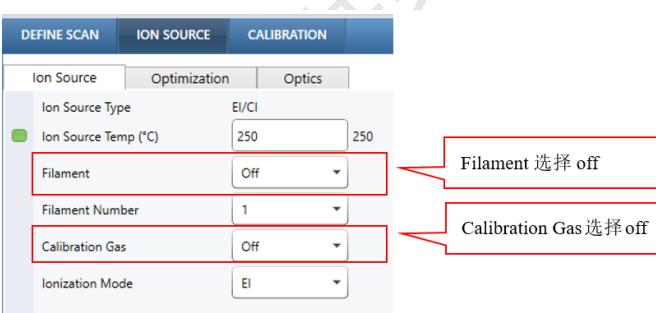


图1 EI源调谐和校准

## 2. CI源调谐和校准

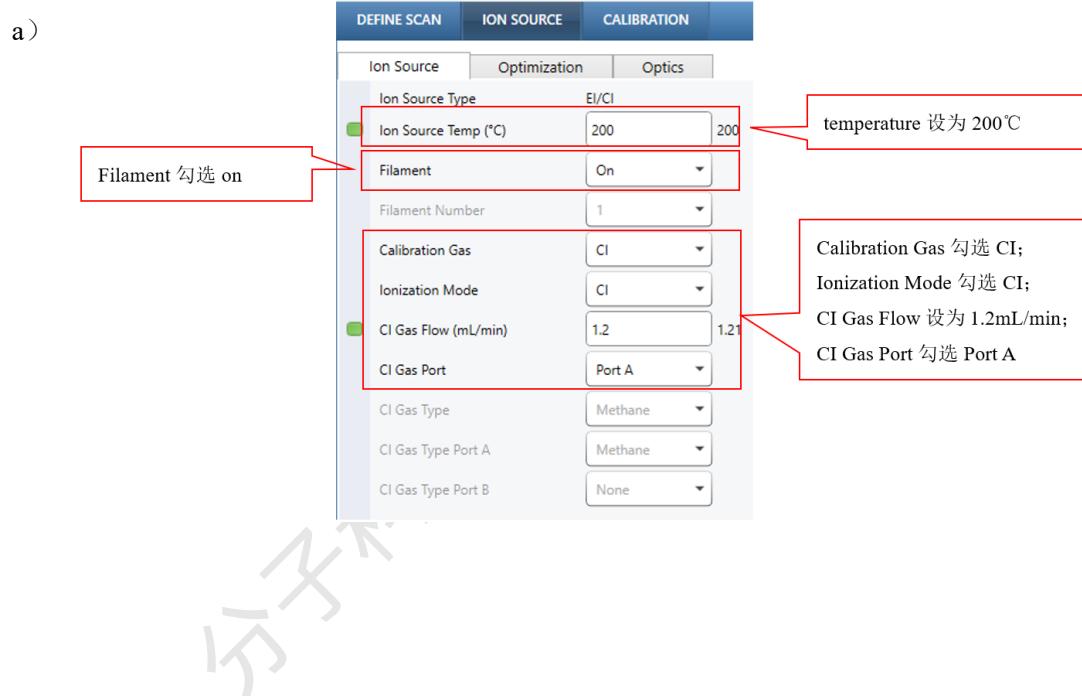
确认已更换CI源，按如下步骤，执行CI源调谐和校准。由EI源换成CI源后，CI Gas Flow可以先设置成4mL/min吹1~2h平衡，平衡后再进行调谐：

- 如图2 (a)，Ion Source 界面，Ion Source Temp 设为 200 °C，Filament 选择 On，Calibration Gas 选择 CI，Ionization Mode 选择 CI，CI Gas Flow 设为 1.2mL/min，CI Gas Port 选择 Port A。
- 如图2 (b)，Optimization界面，勾选Auto Tune、Leak Check、Tune Report，点击Optimize，Signal increased和Leak check值均应小于10%。若Signal increased 超过10%，则重新进行调谐；若Leak check超过10%，则稍紧一

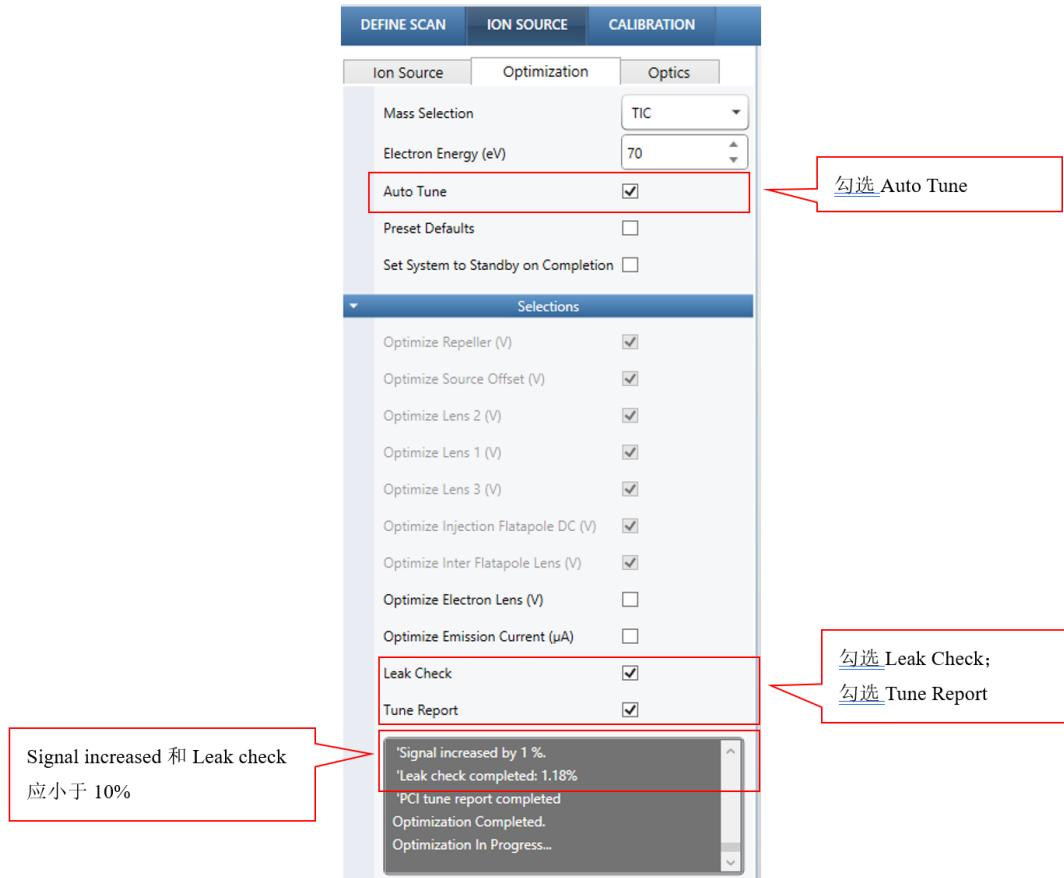
下质谱端螺母，重新进行Leak check。

- c) 如图2 (c)，Optics界面，点击save图标，保存调谐文件，调谐文件路径：C盘-Xcalibur-methods文件夹下，**文件命名以时间+离子源类型，例如20241125\_PCI。**
- d) 如图2 (d)，Calibration界面，Mode选择Calibrate，Polarity根据实际测试需求选择Positive或Negative，点击Start，显示Passed，校准通过。
- e) 如图6.6 (e)，Filament选择Off，Calibration Gas选择Off，关闭灯丝和校正气。

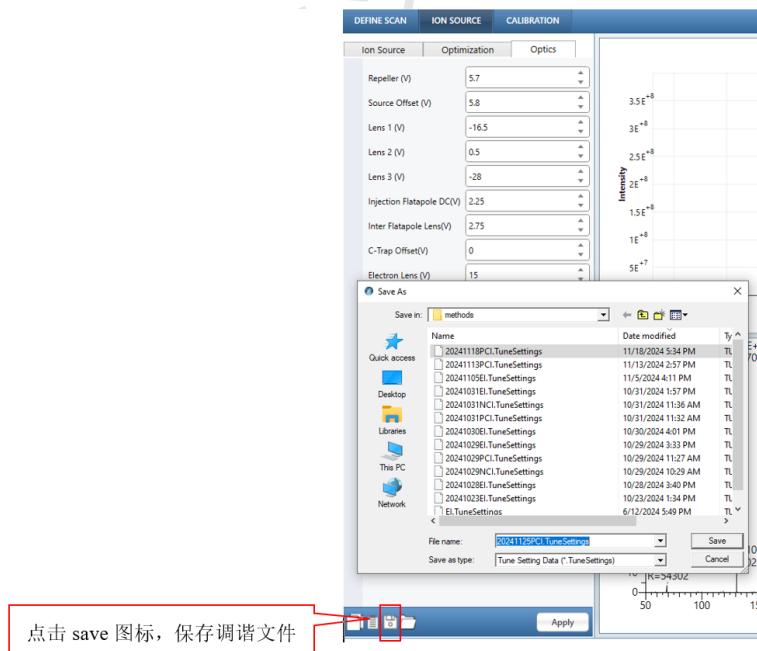
至此，CI源调谐和校准步骤完成。



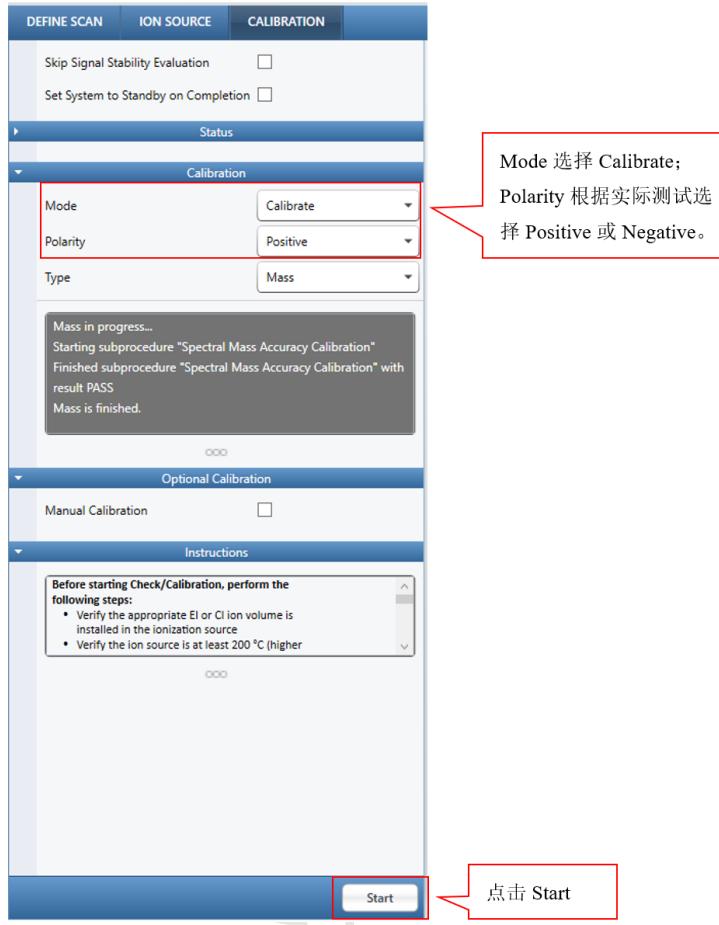
b)



c)



d)



e)

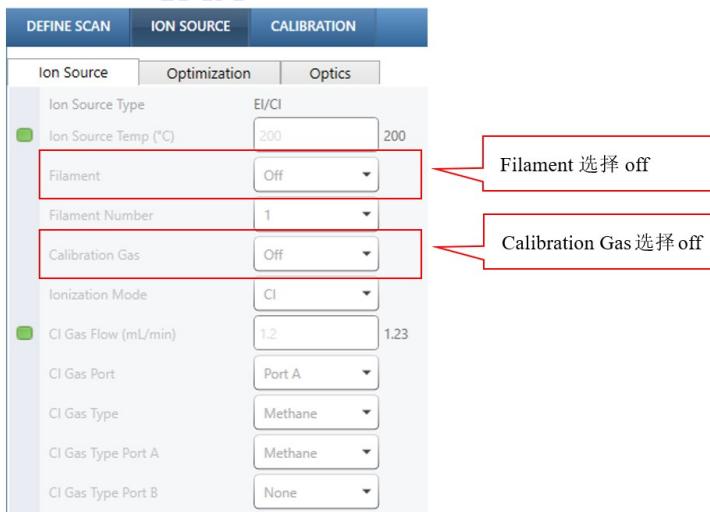


图2 CI源调谐和校准

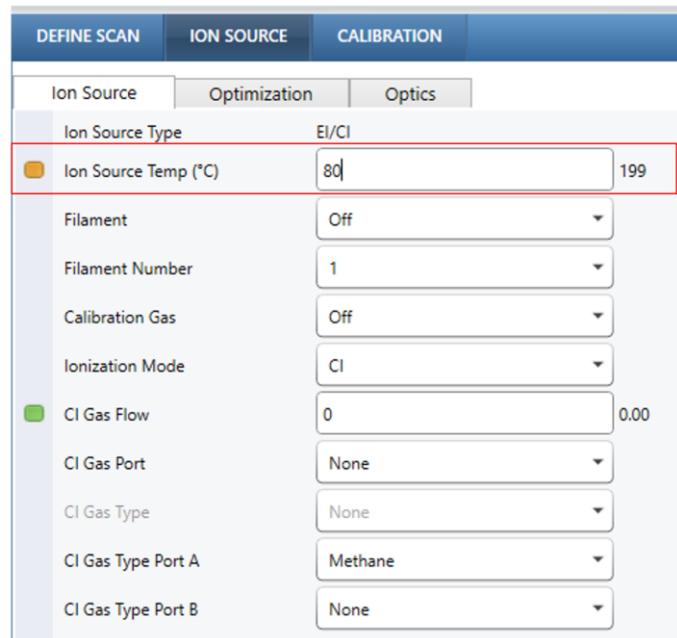
## 附件二 离子源更换

按照附图 3 (a) ~ (c) 所示进行离子源更换：

- a) 降温：传输线温度和离子源温度降至 80 °C 以下。
- b) 更换离子盒：CI 离子盒侧面无开孔，EI/CI 离子盒侧面开孔较小，EI 离子盒侧面开孔最大。EI 模式下使用 EI 离子盒，CI 模式下使用 CI 离子盒，一般情况下不用 EI/CI 离子盒。
- c) 升温：传输线温度和离子源温度升至 260 °C。

备注：具体离子源更换见视频“离子源更换”。

a)



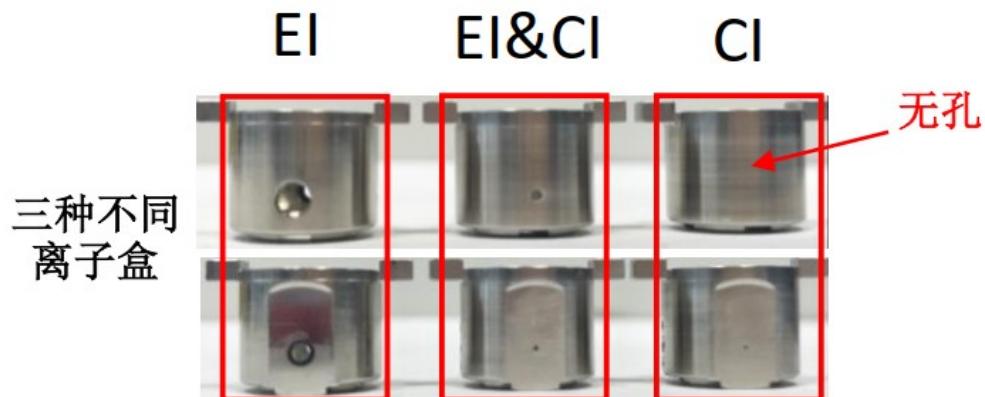
**Aux Heaters**

Name	Actual	Setpoint
Heater1:	On 248 [°C]	80 [°C] <input type="button" value="±"/>
Heater2:	On 252 [°C]	80 [°C] <input type="button" value="±"/>

**Events and Valves**

Name	State	Name	State
Event1:	Off <input type="button" value="Toggle"/>	Event5:	Off <input type="button" value="Toggle"/>
Event2:	Off <input type="button" value="Toggle"/>	Event6:	Off <input type="button" value="Toggle"/>
Event3:	Off <input type="button" value="Toggle"/>	Event7:	Off <input type="button" value="Toggle"/>
Event4:	Off <input type="button" value="Toggle"/>	Event8:	Off <input type="button" value="Toggle"/>

b)



**DEFINe SCAN**    **ION SOURCE**    **CALIBRATION**

**Ion Source**    Optimization    Optics

**Ion Source Type**    EI/CI

<input checked="" type="radio"/> Ion Source Temp (°C)	250	250
Filament	Off	
Filament Number	1	
Calibration Gas	Off	
Ionization Mode	EI	

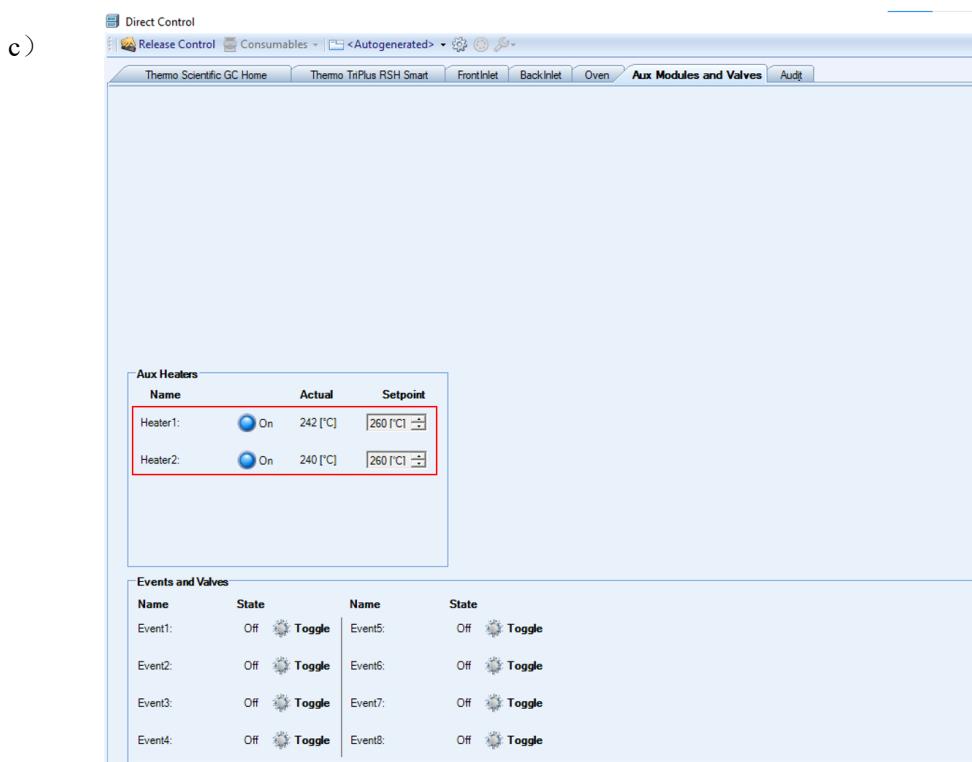


图 3 离子源更换

### 附件三 进样针模块更换

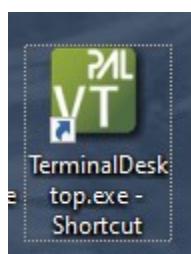
液体进样、顶空进样、固相微萃取进样针模块如下图所示。按照附图 4 (a) ~ (g) 所示进行进样针模块更换：

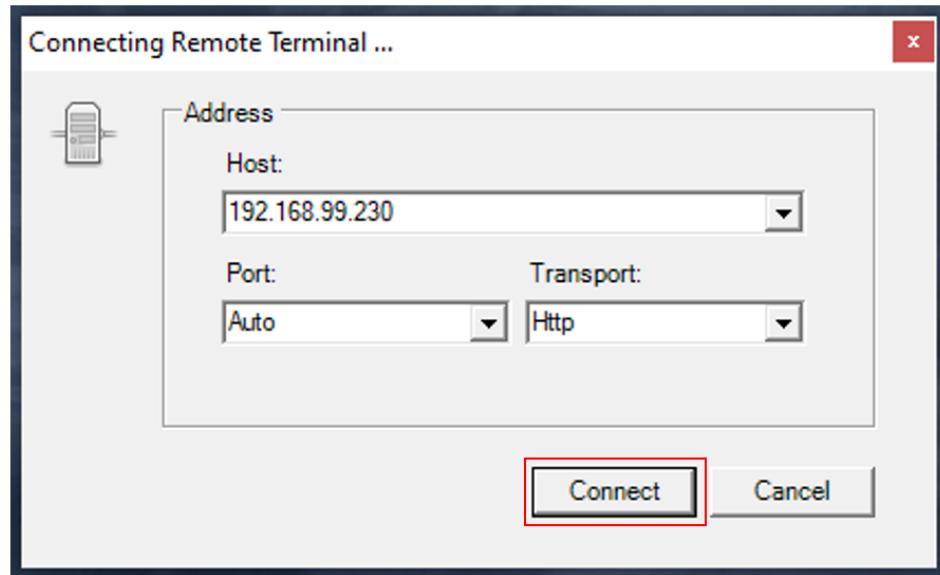
- a) 进入 TerminalDesktop，点击 Connect；
- b) 点击进样针模块 “LS1/365D0291-SM”；
- c) 点击 “Options”，选择 “Change Syringe”；
- d) 点击 “Move”，进样针模块移动至更换位置。
- e) 手动取下旧进样针模块：食指抵住进样针上方弹簧模块，大拇指向上推动弹簧，松开进样针推杆固定模块；然后左手固定住进样针模块，右手向左拉动进样针上方黑色滑块，将进样针模块整体取下。
- f) 手动装回新进样针模块：对准进样针模块孔位；左手固定住进样针模块，右手向左拉动进样针上方黑色滑块，松开黑色滑块，将进样针模块固定住；向下推动样针上方弹簧模块，固定住进样针推杆。
- g) 点击 “Next”，进样针模块复位。



备注：具体进样针更换见视频“进样针更换”。

a)

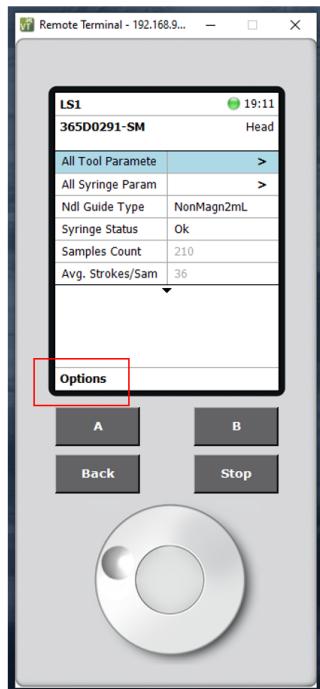




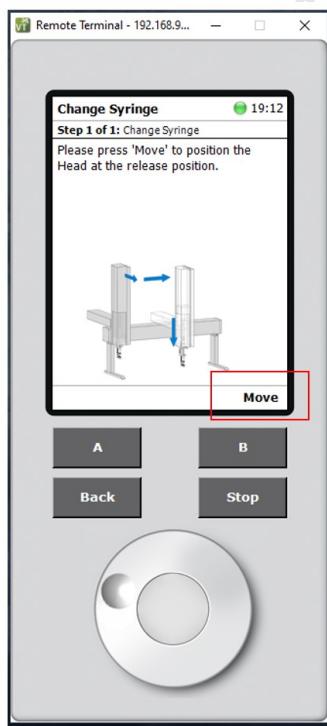
b)



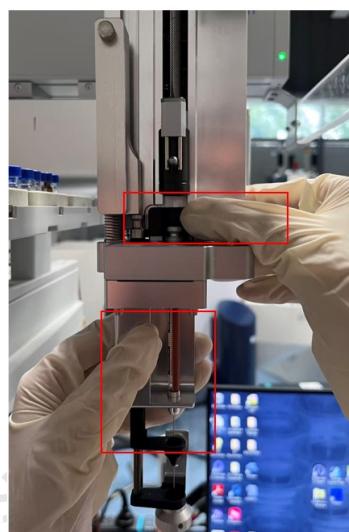
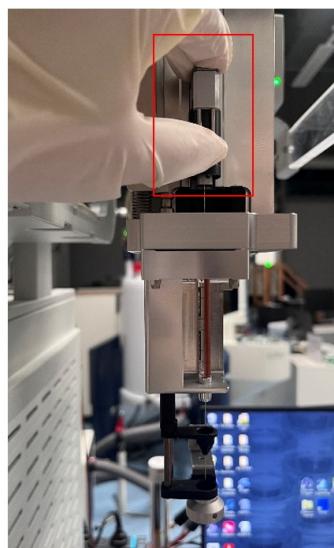
c)



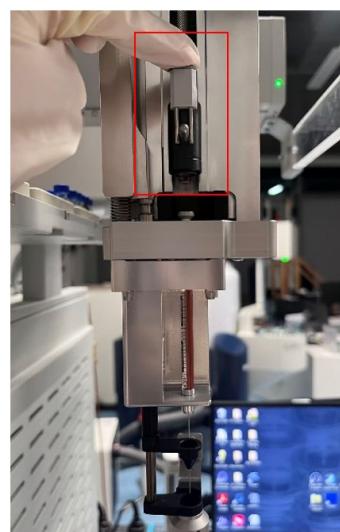
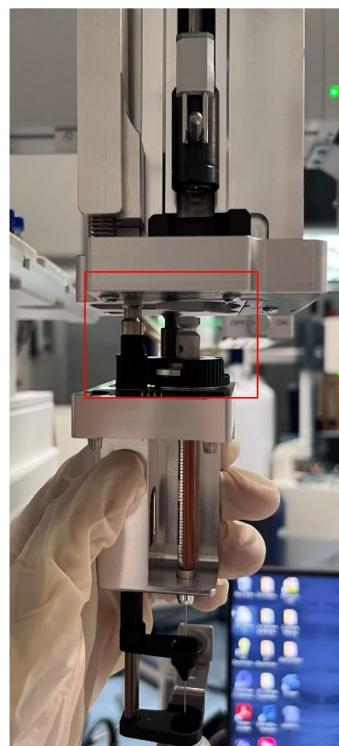
d)



e)



f)



g)

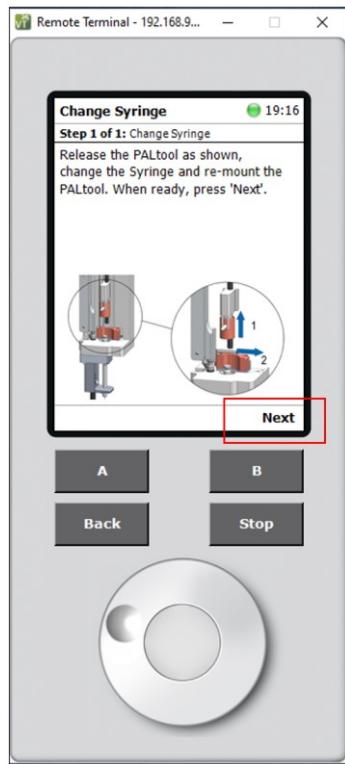


图 4 进样针更换

#### 附件四 气体钢瓶更换注意事项

- 1 更换载气氦气：关闭柱流量后更换气瓶。
- 2 更换质谱用氮气：将质谱设置为 Off 状态，更换质谱用氮气。
- 3 更换自动进样器用氮气：仪器空闲状态下，即可更换自动进样器用氮气。

分子科学公共实验平台

气相色谱-高分辨质谱联用仪使用登记表									
日期 (yy,mm,dd)	使用人	导师	样品类型	检测方 式(√)		样 品 数	数据路径(课题组-用户-日期)	仪器状 态  正常√	备注 (仪器报错; 培训/上 机等)
				送 样	自 主				
2019.12.18	张三	王五	P1		√	2	Wangwu_Zhangsan_1218	√ 上机考核	

\*\*请注意：使用前先检查谱仪状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前谱仪状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。