



Agilent 5975 GC/MSD Chemstation软件

保留时间锁定RTL使用说明



安捷伦科技（中国）有限公司



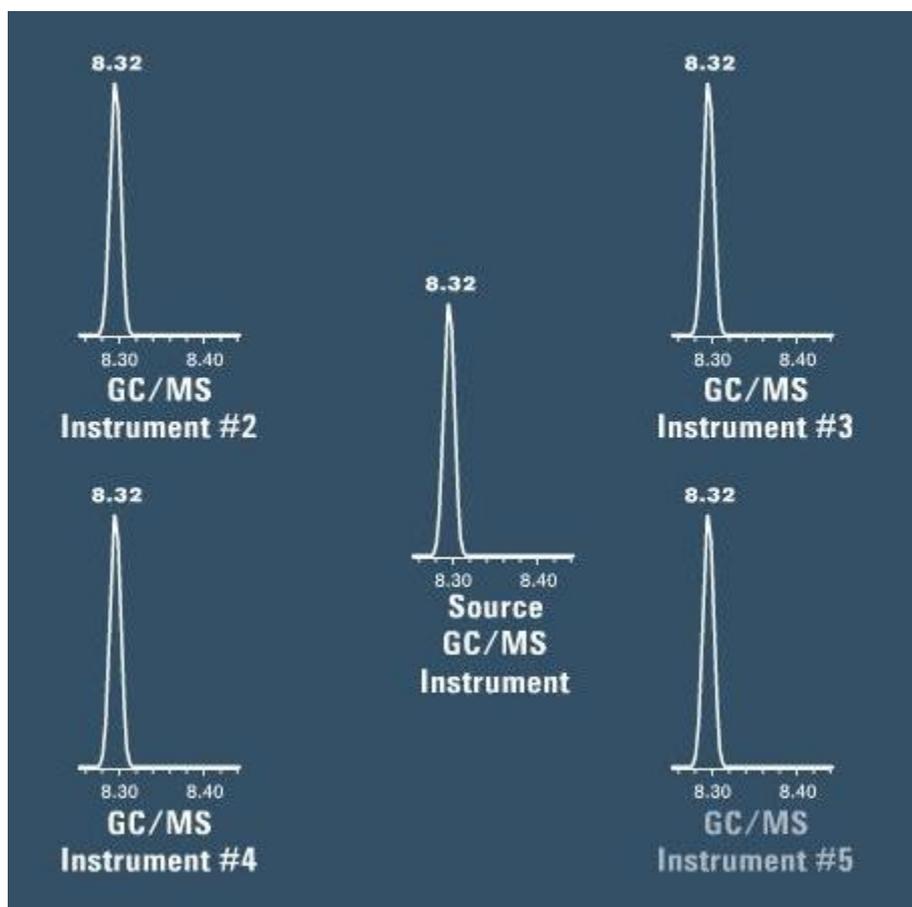
保留时间锁定简介

- 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因仪器改变而带来的保留时间变化的功能，即当不同GC/MS系统使用相同型号色谱柱以及相同的柱升温程序时，任何的Agilent GC/MS系统均可获得相似的色谱保留能力，使化合物保留时间重现。

- 保留时间锁定 (RTL) 的用途:

- RTL节约方法建立的时间
- RTL提高了不同仪器间转移方法的速度
- RTL提高定性定量结果的可信度
- 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





- **保留时间锁定的主要步骤:**

为了锁定一个给定的方法，必须事先建立某一校准化合物的保留时间和进样口压力（或色谱柱流速）的校正曲线 (RT vs Press.)。用于方法锁定的校准化合物只需一个，通常从待测目标物中选择保留时间位于总运行时间中间略后，且响应稳定峰形对称的化合物为校准物，建议使用该化合物的高浓度单标（通常为5 mg/L左右）进行数据采集。

当采集方法的所有GC参数都确定，并选定并准备好校准化合物的标样后，即可使用Agilent GC/MS采集软件自动进行保留时间校正数据的采集和方法的锁定。软件的主要工作过程如下：

1. 软件会首先以当前方法设置的进样口压力（或色谱柱流速）为基准计算出采集5针RT校正数据所用的进样口压力参数，分别为当前设定值-20%，当前设定值-10%，当前设定值（基准值），当前设定值+10%，当前设定值+20%，而其余采集方法的参数均与当前方法设置一致。
2. 随即软件开始采集RT校正数据。仪器将先用设定的方法参数（基准值）采集1针“cleanout.d”数据以确认仪器状态，此数据并不保存；随后仪器开始采集5针RT校正数据，数据文件名分别为“RTLOCK1.D - RTLOCK5.D”，其存储文件夹“RTLOCK”位于当前采集方法的文件夹中。
3. 软件根据所采集的5针RT校正数据计算得出RT校正曲线。
4. 软件根据所设定的锁定RT值计算出相应所需的进样口压力值（或柱流速值），并将其存储于当前采集方法中。且软件会自动生成保留时间锁定报告“rtlrep.txt”，并将报告存储在当前采集方法文件夹中。



使用 Chemstation 工作站进行 RTL

1. 编辑采集方法参数

以法规《GBT 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定》中第4部分：浓缩果汁中40种有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量的测定为演示方法条件。

方法命名为RTL-DEMO.M，主要GC/MS参数设置如下。其中柱流速将因采集RT校正数据的需要发生改变，而其余参数保持不变。质谱采集模式使用全扫描即可。

注意，因演示实验所用色谱柱已经多次维护，实际长度与30 m有所差距，因此在方法设定时将柱流速调整为0.9 mL/min。

色谱柱：DB-5MS 30 m-0.25 mm-0.25um

柱升温程序：120 °C (保持1 min) → 8 °C/min → 280 °C (保持6 min)

柱流速：1 mL/min （实际设定为0.9 mL/min）

进样口温度：250 °C

进样量：1 uL

进样方式：不分流进样

离子源温度：230 °C

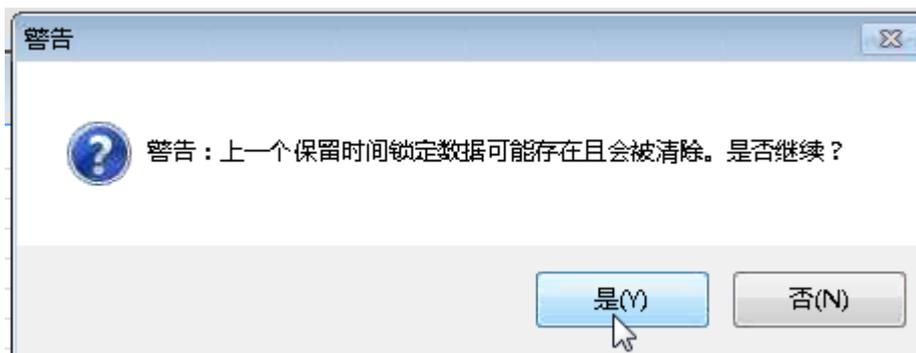
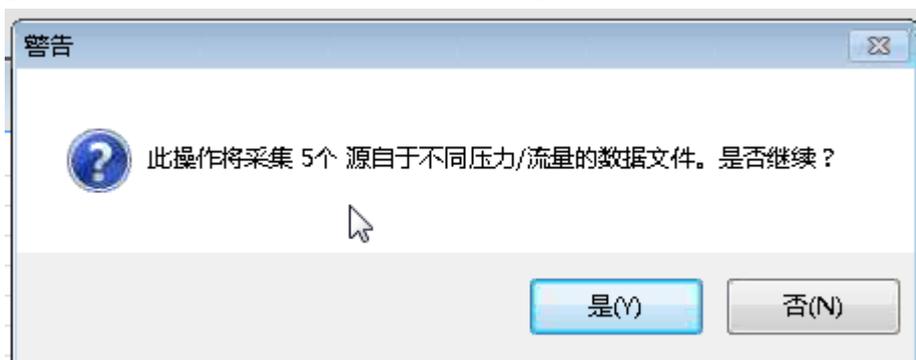
采集模式：全扫描，50-450 m/z

根据法规中目标物的出峰顺序，选取p,p'-DDT为RTL锁定的校准化合物，根据法规给定的参考RT，需将**p,p'-DDT**的出峰时间锁定至**17.55 min**。



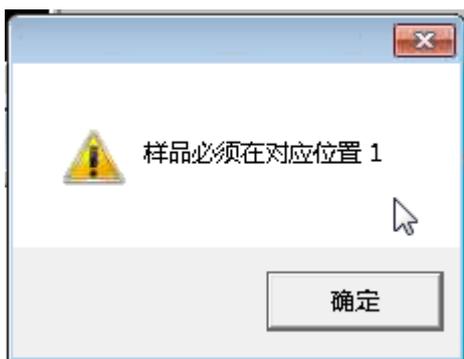
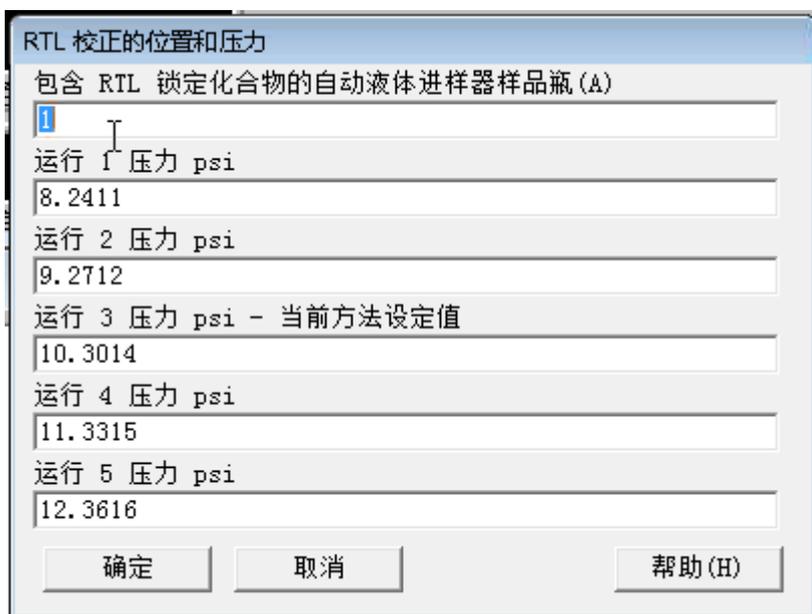
2. 进行RTL校正数据采集

在采集软件界面“方法”下拉菜单下选择“采集RTLok”校正数据。





随后软件自动计算出用于采集RT校正数据所需的5个不同进样口压力值。此时需要在第一行“样品瓶”信息处输入当前标样所在的位置编号。



软件随即开始进行数据采集。先采集1针“CLEANOUT.D”数据，然后进行5针校正数据“RTLOCK1.D-RTLOCK5.D”的采集。

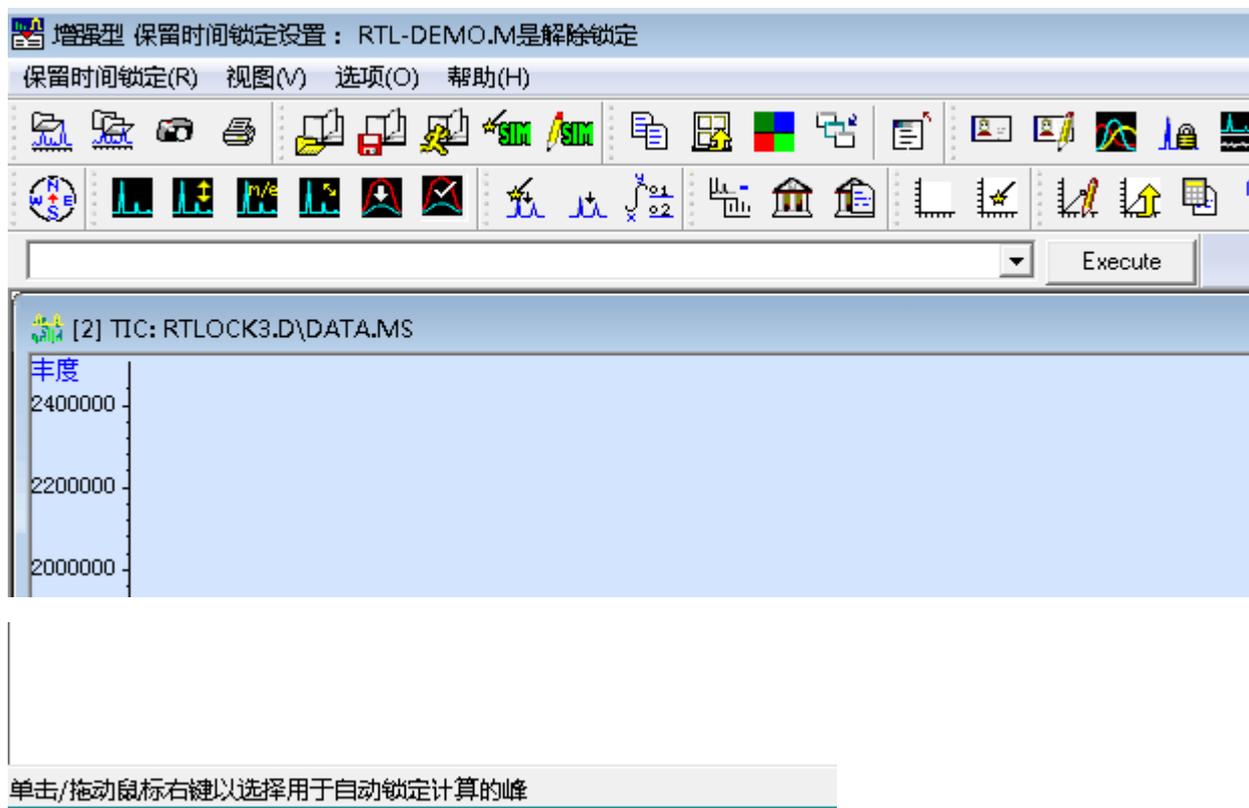




3. 进行保留时间锁定

当RT校正数据采集完成后，软件将自动切换到Chemstation数据分析软件的“保留时间锁定设置”界面。在界面左下方信息栏上会出现操作步骤提示。

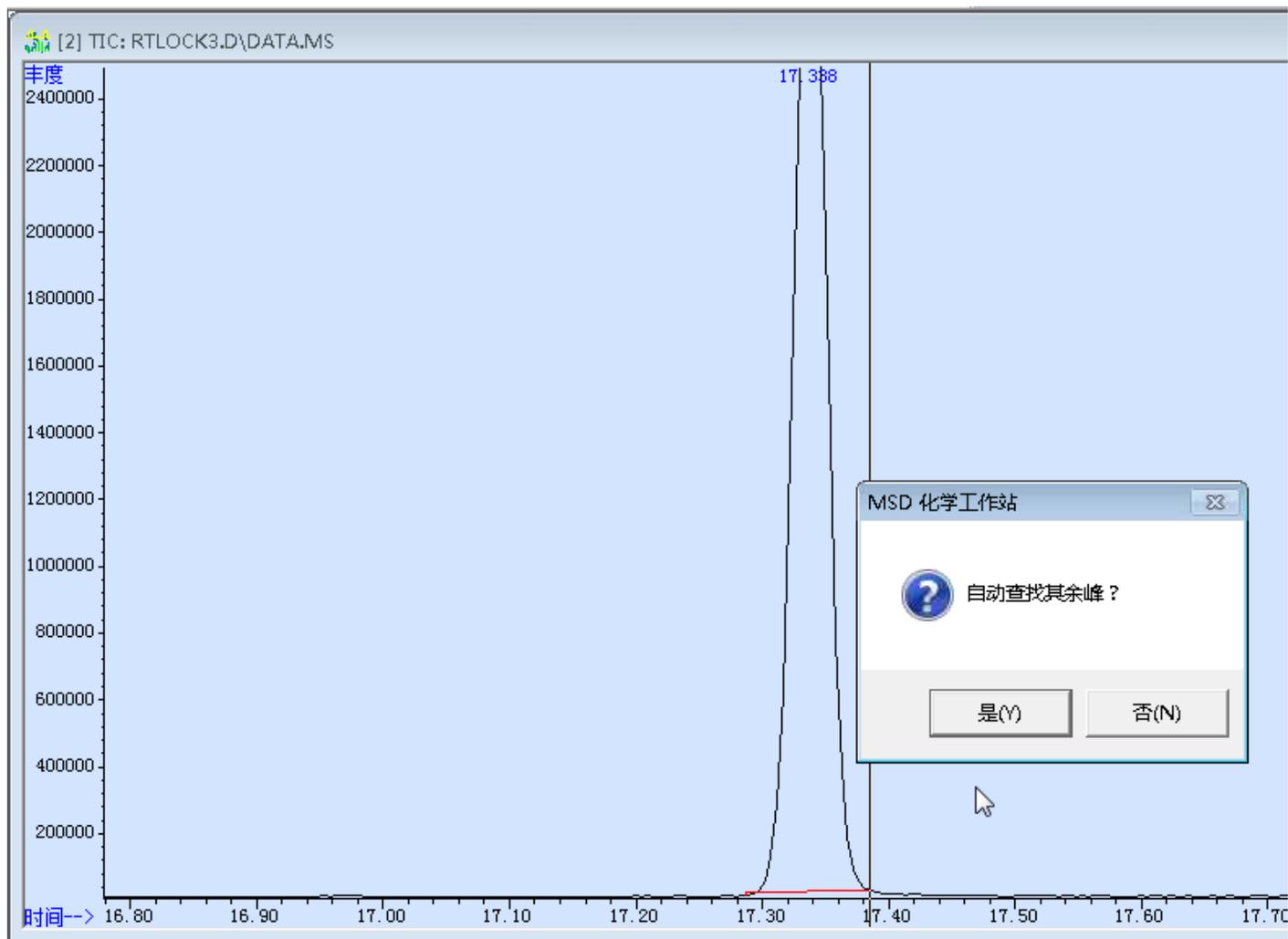
此时软件上自动调取的是RTLOCK3.D的数据。



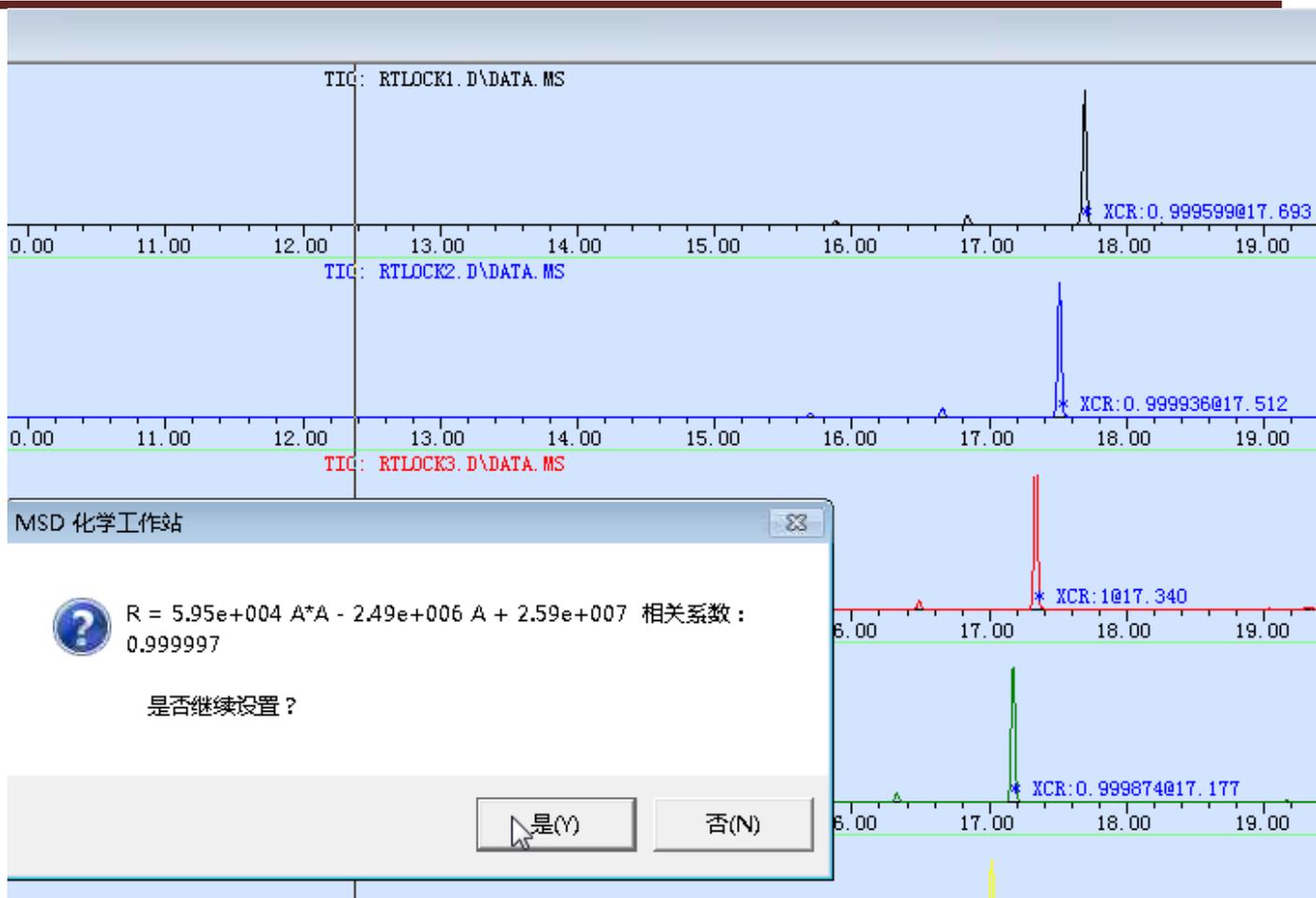


可先使用左键拖拽对目标峰放大，然后用右键拖拽在目标峰底部划线标记，软件即可根据选定峰的质谱图信息自动在其他校正数据中查找目标峰。

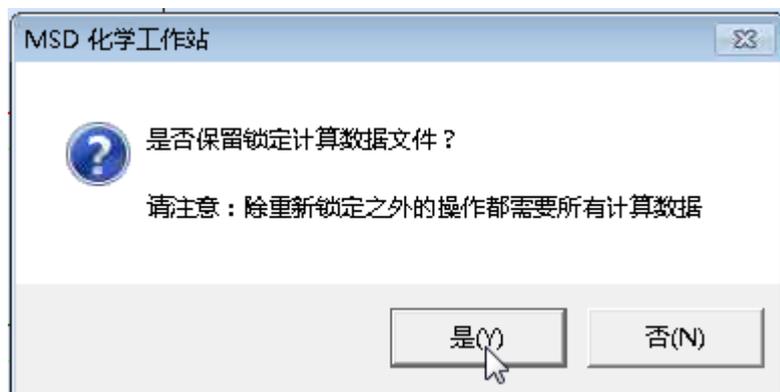
软件询问“自动查找其余峰？”，选择“是”。



之后软件自动对其余4个RT校正数据进行目标峰保留时间确认，并以此计算得出相应的RT校正曲线。此时软件界面上会显示所有5个RT校正数据，选定的目标峰下方有*号标注，并且在右下角显示线性相关性系数和当前峰的保留时间。



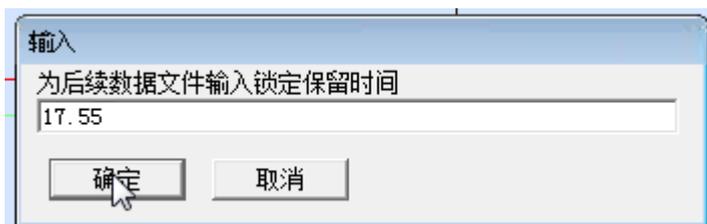
在对话框中输入用于锁定的化合物名称。



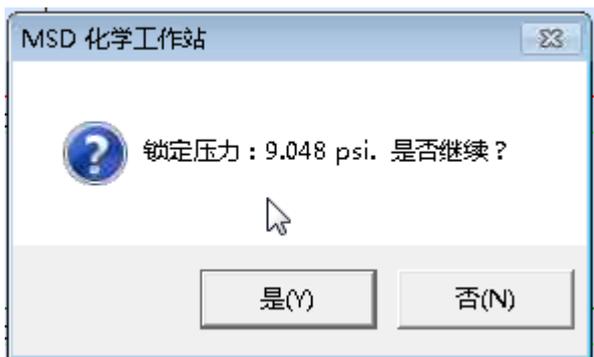
建议选择保留数据。注意，RT校正数据存储于采集方法RTL-DEMO.M文件夹内，所以保留时间锁定后的方法文件通常较大。



根据需要输入所需锁定的保留时间。



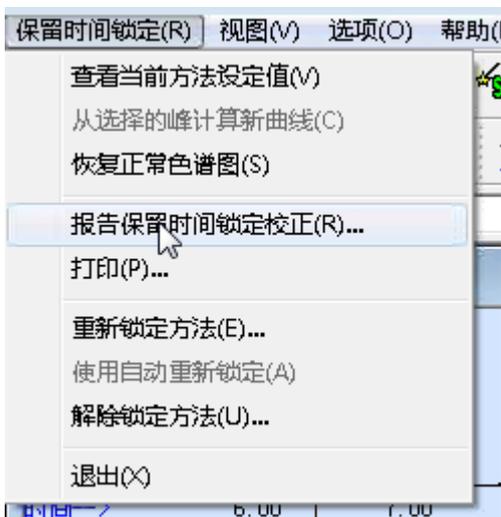
软件随即自动算出所需的进样口压力值。



此时数据分析软件即已完成保留时间锁定设置。



点击“保留时间锁定”下拉菜单选择“报告保留时间锁定校正”可显示报告结果。





报告上方有显示存储路径，默认存储于采集方法RTL-DEMO.M文件夹中。

MultiVu - [C:\MSDCHEM\1\METHODS\RTL-DEMO.M\rtlrep.txt]

文件(F) 编辑(E) 搜索(S) 窗口(W)

保留时间锁定数据报告

保留锁定的方法: C:\MSDCHEM\1\METHODS\RTL-DEMO.M
保留锁定的校正日期: 21 Oct 2014 10:34 am
仪器: 7890-5975
操作员:

当前的方法锁定是 开启

化合物: p, p'-DDT

保留时间校正:

文件	psi 压力	时间 分钟	谱图 Xcor	偏差 秒
RTLOCK1.D	8.24	17.694	0.99960	21.240
RTLOCK2.D	9.27	17.512	0.99994	10.344
RTLOCK3.D	10.30	17.340	1.00000	0.000
RTLOCK4.D	11.33	17.177	0.99987	-9.774
RTLOCK5.D	12.36	17.019	0.99986	-19.260

点击“保留时间锁定”下拉菜单选择“退出”，

MSDCHEM 1 保留时间锁定设置: RTL-DEMO.M是已解

保留时间锁定(R) 视图(V) 选项(O) 帮助(H)

- 查看当前方法设定值(V)
- 从选择的峰计算新曲线(C)
- 恢复正常色谱图(S)
- 报告保留时间锁定校正(R)...
- 打印(P)...
- 重新锁定方法(E)...
- 使用自动重新锁定(A)
- 解除锁定方法(U)...
- 退出(E)

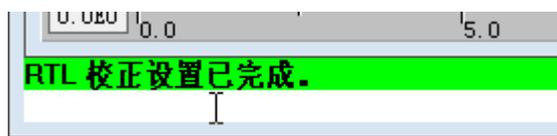
MSD 化学工作站

请确保已保存更改。是否现在退出？

是(Y) 否(N)



随后回到采集软件界面，软件会自动将所需进样口压力值存储于当前方法中。采集软件左下角状态栏会显示相关提示信息，同时上方信息栏将有信息提醒该方法已进行保留时间锁定以及锁定的化合物。此时，该方法即已完成保留时间锁定。



随后可将所得的进样口压力值9.0478 psi或者柱流速值0.812 mL/min设置到所下载的带有SIM参数的GBT 5009.146-2008采集方法中，方法的其余参数保持不变，这样即可在当前仪器上建立起化合物实际RT与法规中参考RT相匹配的多农残SIM采集方法。



使用 Chemstation 工作站进行重新锁定 ReLock

当化合物的保留时间因色谱柱长度变化等原因发生偏移后，可使用软件对当前方法进行保留时间的重新锁定。

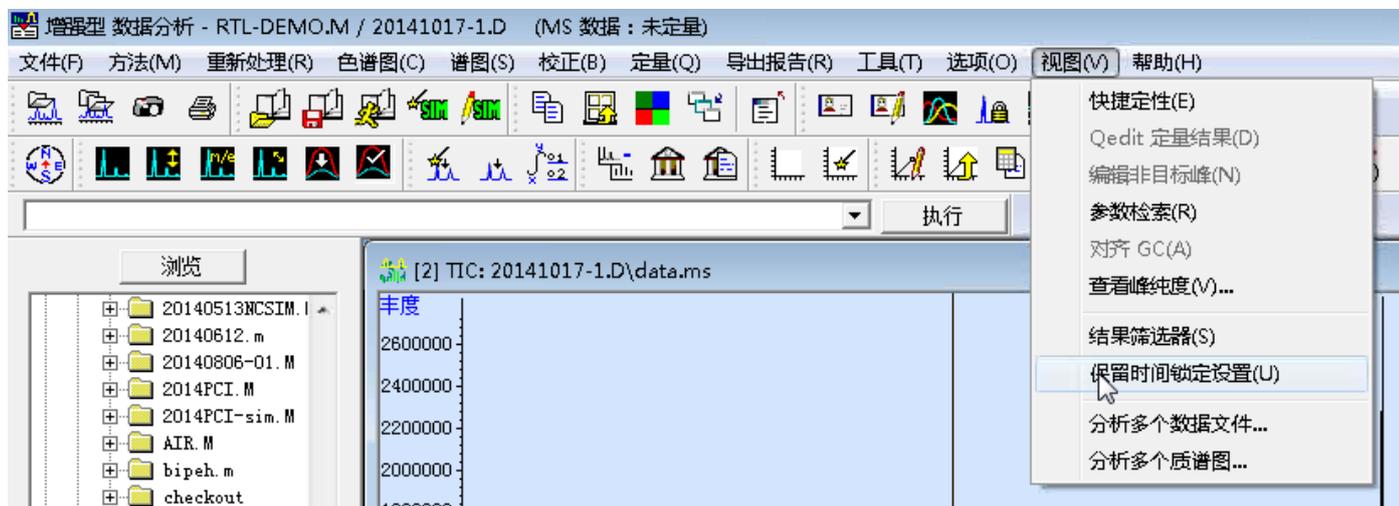
1. 重新采集数据

准备好之前用于锁定方法的p,p'-DDT高浓度单标，在采集软件上调用原先已锁定好的采集方法RTL-DEMO.M。使用当前方法采集1针p,p'-DDT标样的数据，以确认当前方法下化合物保留时间的偏移情况。在样品信息对话框中根据实际情况输入数据路径，数据文件名称，样品瓶编号等信息。数据名称为“RELOCK-DEMO.D”。

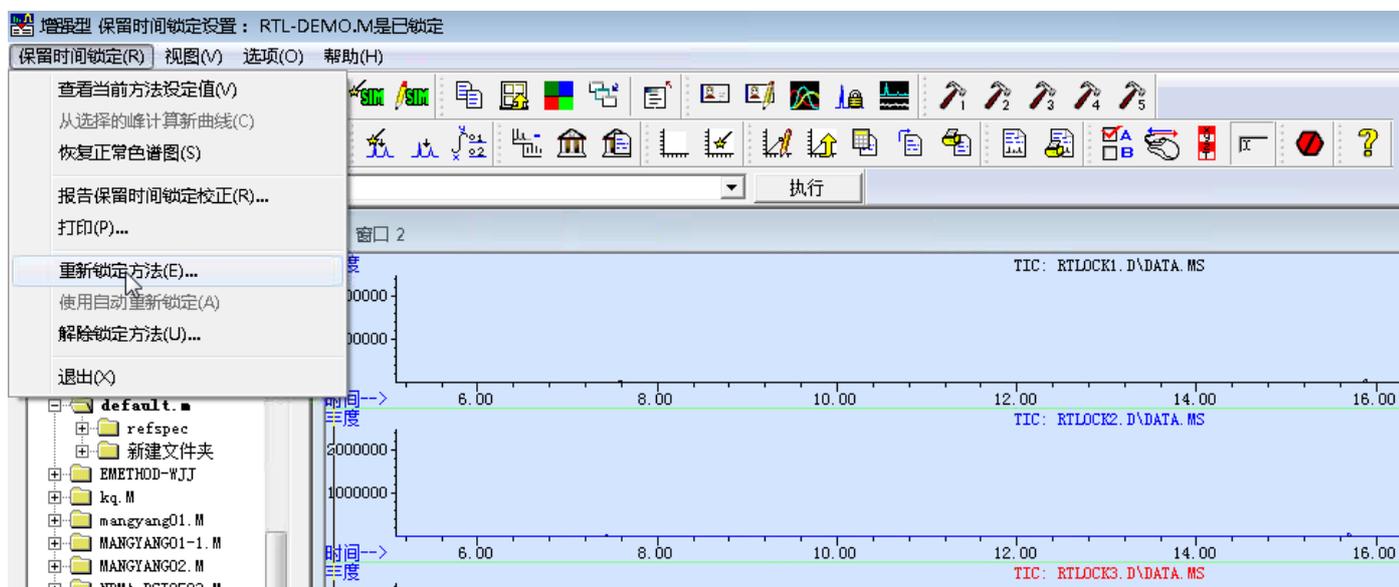


2. 重新锁定方法

当数据采集完成后，打开Chemstation数据分析软件，调用原先锁定好的方法“RTL-DEMO.M”。随后在“视图”下拉菜单中选择“保留时间锁定设置”。

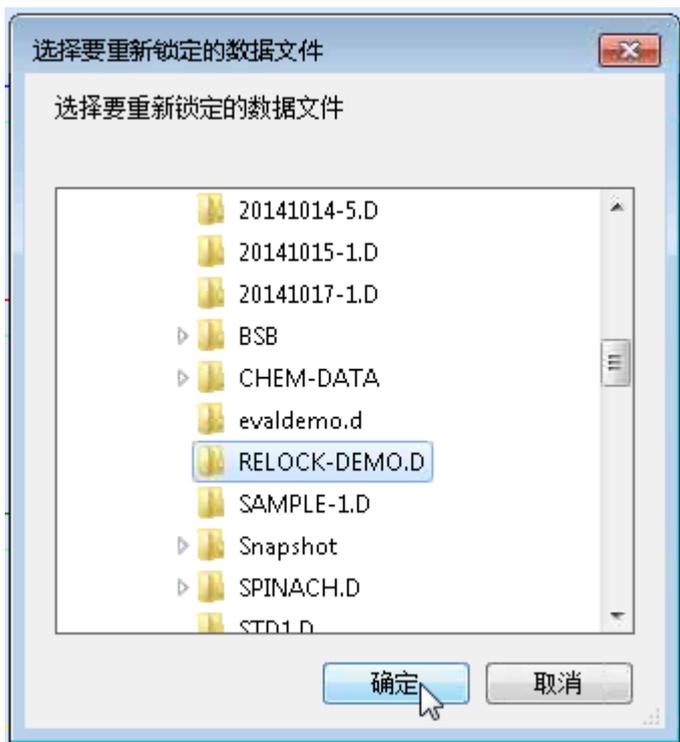


在“保留时间锁定设置”界面，软件会自动调取原先已采集的RT校正数据。在“保留时间锁定”下拉菜单选择“重新锁定方法”。

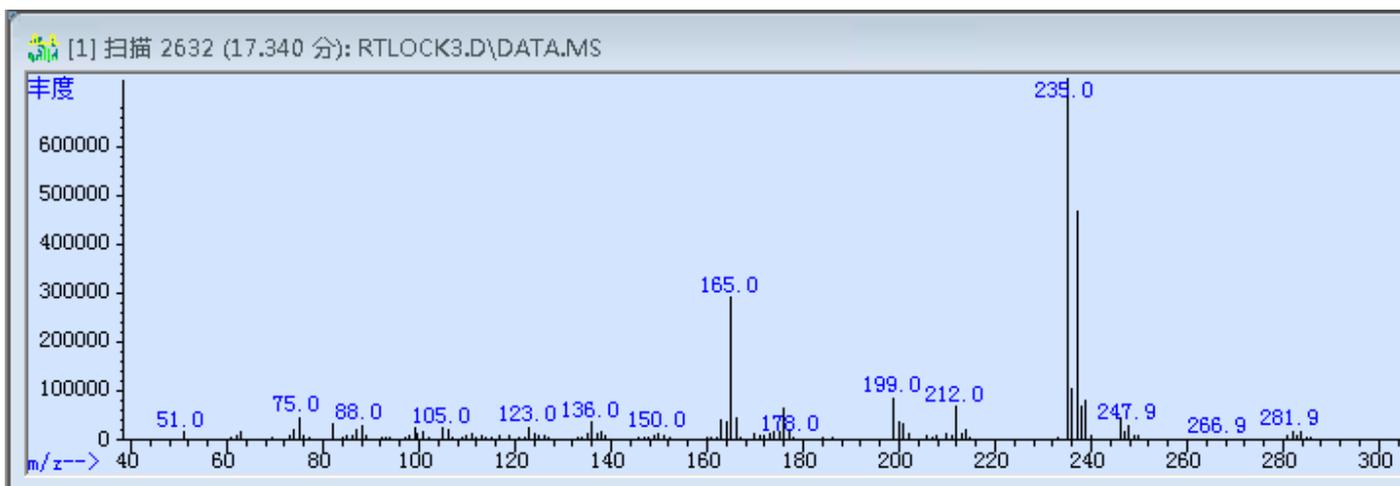




在出现的对话框中选出之前采集的数据文件“RELOCK-DEMO.D”。



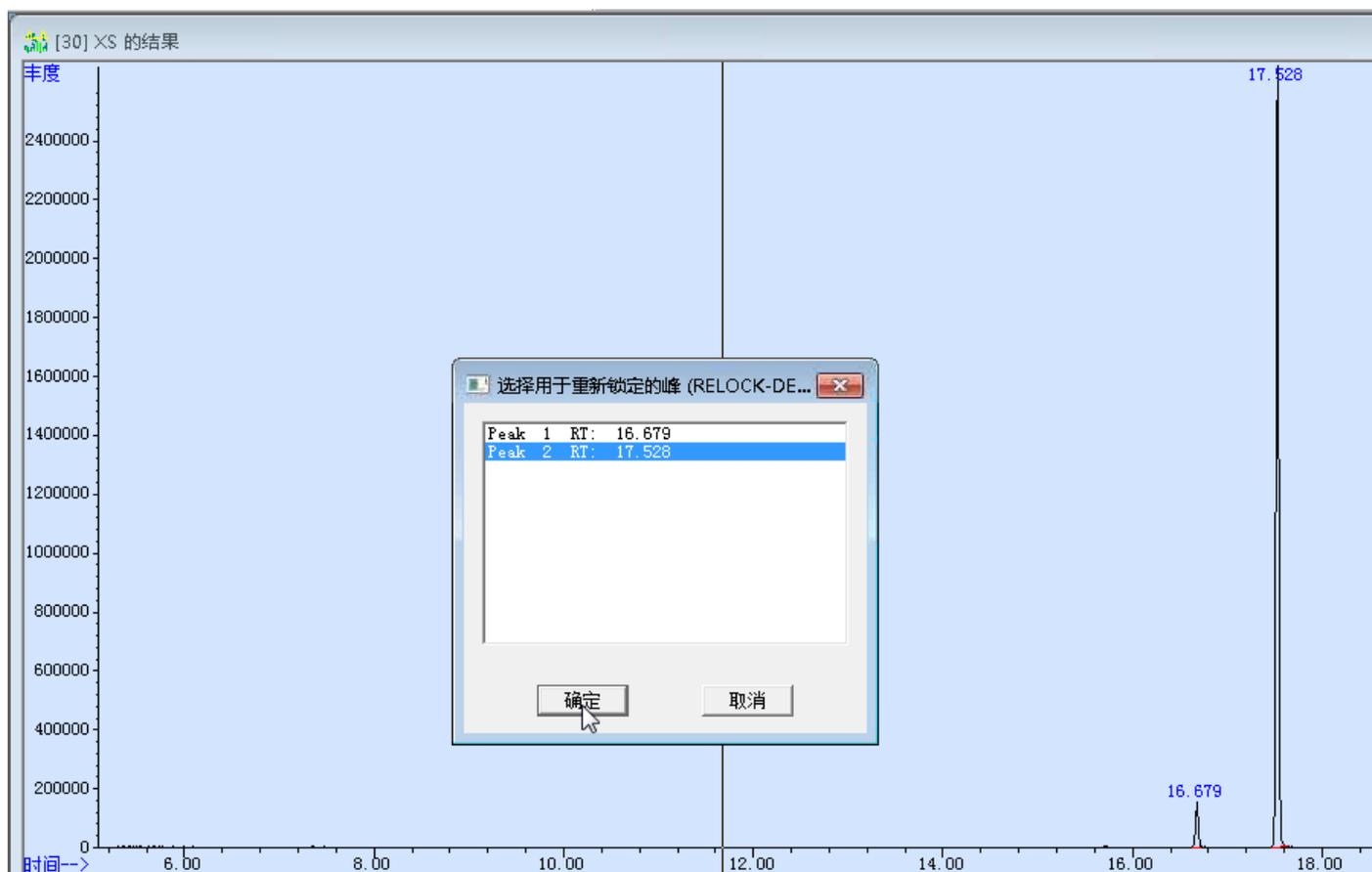
随后软件会根据原先进行保留时间锁定时选定峰的质谱图在当前数据文件“RELOCK-DEMO.D”中查找目标峰的出峰位置，并在对话框中显示查找结果。



XS 是锁定化合物谱图与重新锁定数据文件的交叉相关跟踪。



根据相关标样信息确认“Peak 2 RT: 17.528”才是p,p'-DDT当前的出峰时间。



随后软件将记录p,p'-DDT当前的出峰时间17.5284 min，如有需要可手动对当前数值进行更改。

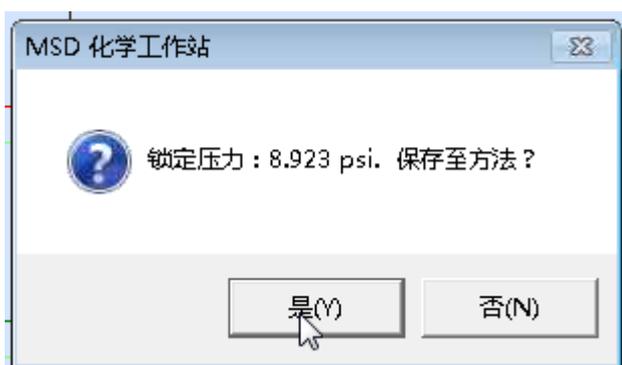
The dialog box has a title bar "输入" (Input). The main text reads "在重新锁定数据文件中确认或调整实际保留时间" (Confirm or adjust actual retention time in relocking data files). Below the text is a text input field containing the value "17.5284". At the bottom of the dialog are two buttons: "确定" (OK) and "取消" (Cancel).

在对话框中依旧输入所需的锁定时间值17.55 min。

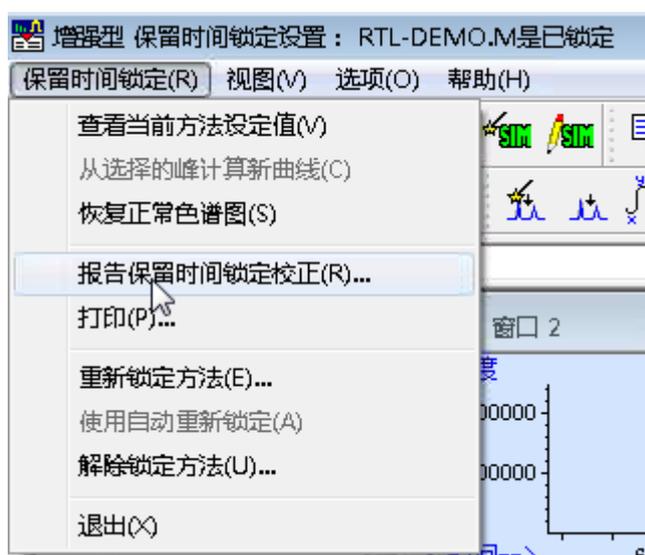
The dialog box has a title bar "输入" (Input). The main text reads "为后续数据文件输入锁定保留时间" (Input locking retention time for subsequent data files). Below the text is a text input field containing the value "17.5500". At the bottom of the dialog are two buttons: "确定" (OK) and "取消" (Cancel).



随即软件根据原有的保留时间校正曲线计算出新的进样口压力值应为8.923 psi。



同样可在“保留时间锁定”下拉菜单中选择“报告保留时间锁定校正”以查看重新锁定后的报告结果。随后选择“退出”。



锁定的保留时间信息：

保留锁定的文件： C:\msdchem\1\data\RELOCK-DEMO.D
采集日期： 21 Oct 2014 12:54 pm
仪器： 7890-5975
操作员：

测得保留时间： 17.528 压力： 9.05 (psi) I
锁定的保留时间： 17.550 压力： 8.92 (psi)

** 校正限制内锁定的保留时间和压力 **

锁定运行谱图 XCor: 0.9999



随后切换到采集软件，进入GC参数色谱柱的编辑界面，确认当前进样口压力值是否更改，可手动输入新的压力值，此时色谱柱流量会相应发生改变。



同样可将所得新的进样口压力值8.923 psi或者柱流速值0.80348 mL/min设置到带有SIM参数的GBT 5009.146-2008采集方法中，其余参数保持不变，这样即可在当前仪器状态下使化合物的实际RT仍与法规中参考RT相匹配。

安捷伦公司对本文档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说明文档，恕不另行通知。