



Agilent 5977 GC/MSD MassHunter采集软件

保留时间锁定RTL使用说明



安捷伦科技（中国）有限公司



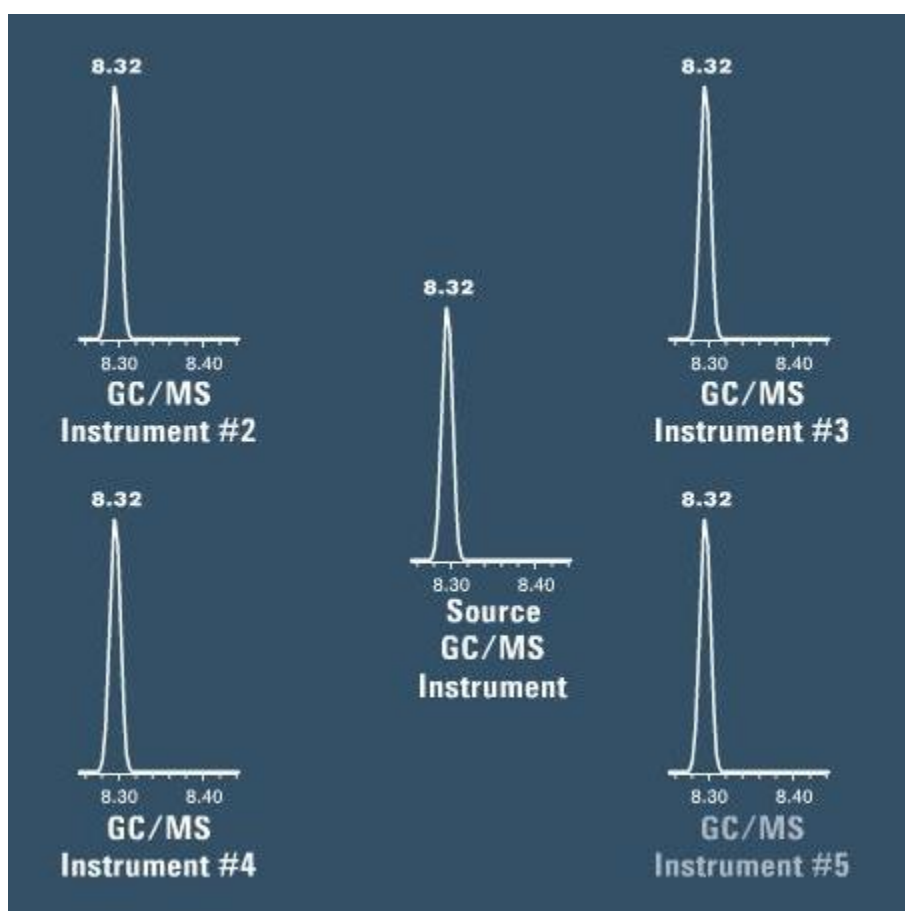
保留时间锁定简介

- 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 MassHunter 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

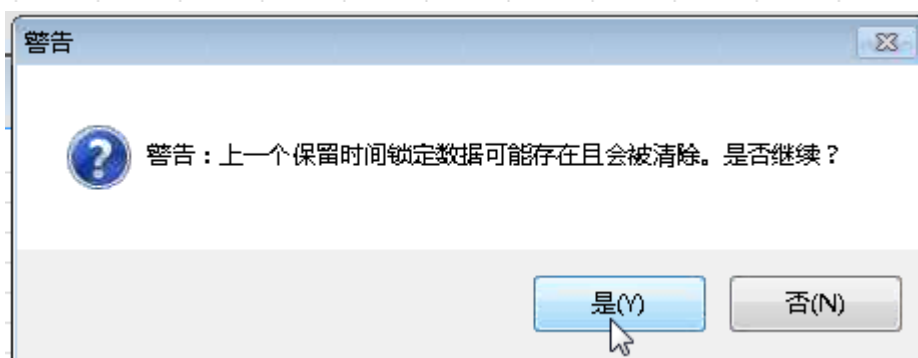
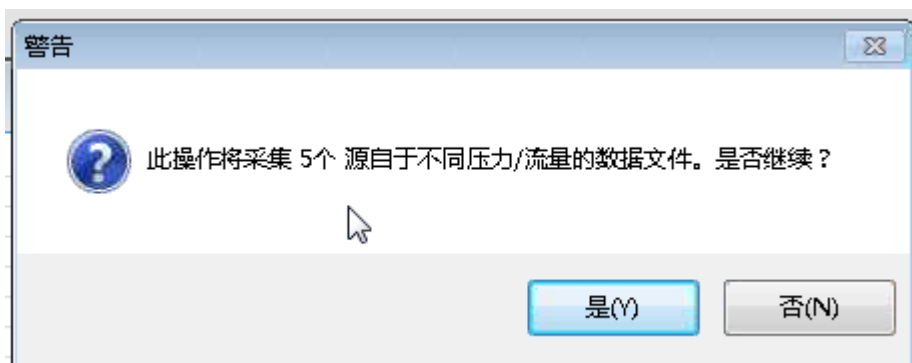
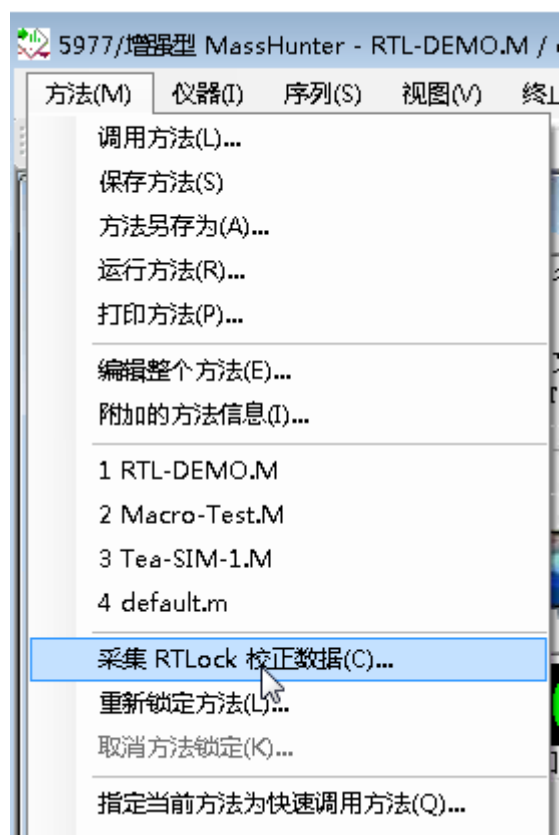
采集模式：全扫描，50-450 m/z

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**。



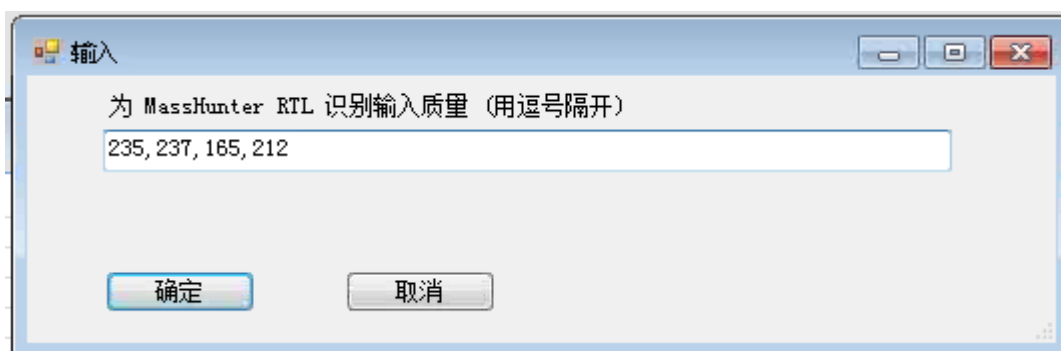
2. 进行RTL校正数据采集

在采集软件界面“方法”下拉菜单下选择“采集RTLock”校正数据。





在对话框中输入p,p'-DDT的特征离子以使软件能够识别p,p'-DDT的出峰位置。



软件随即自动计算出用于采集RT校正数据所需的5个不同柱流量值。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。

5977/增强型 MassHunter - RTL-DEMO.M / etune.u / default.sequence.xml - EI
方法 RTL-DEMO.M 正在运行...

仪器控制

运行状态:
预运行
仪器状态:
未就绪

样品名称:
清洗运行 - 将被丢弃
数据文件:
CLEANOUT.D

0.00
运行时间: 27.00

序列 方法

120 柱箱温度
250 前进样口温度
0.9 色谱柱-1计算流量
280 Aux-2 温度

5977/增强型 MassHunter - RTL-DEMO.M / etune.u / default.sequence.xml - EI
方法 RTL-DEMO.M 正在运行...

仪器控制

运行状态:
运行
仪器状态:
就绪

样品名称:
保留时间锁定校正 1
数据文件:
RTLOCK1.D

18.08
运行时间: 27.00

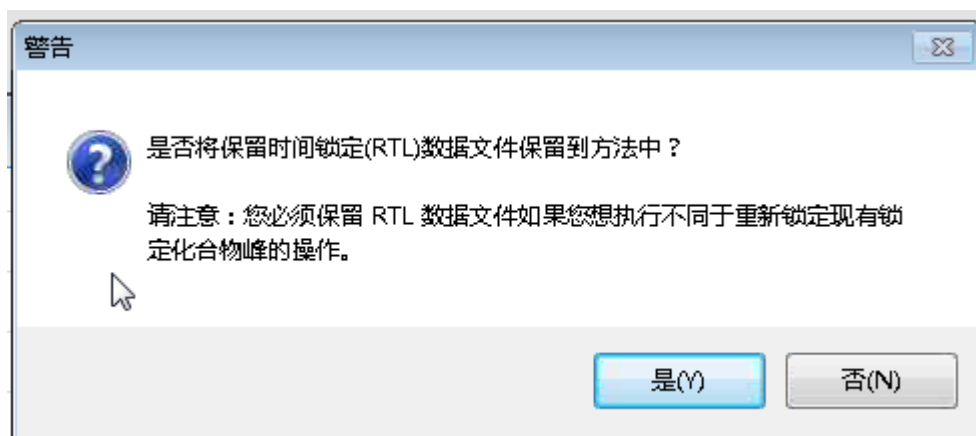
序列 方法

256 柱箱温度
250 前进样口温度
0.7 色谱柱-1计算流量
280 Aux-2 温度



3. 进行保留时间锁定

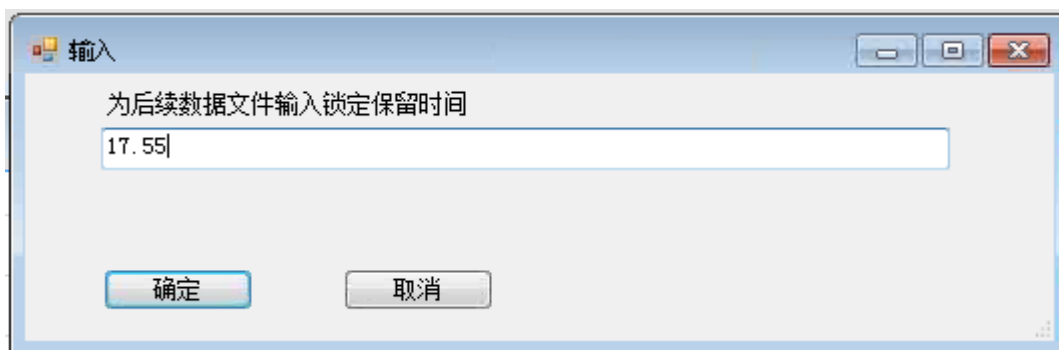
校正数据采集完成后，软件随即计算得出校正曲线方程。



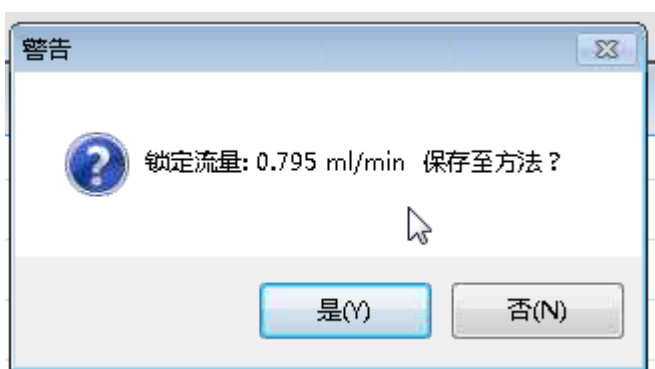
建议选择保留数据。注意，RT校正数据将存储于采集方法RTL-DEMO.M文件夹内，所以保留时间锁定后的方法文件通常较大。



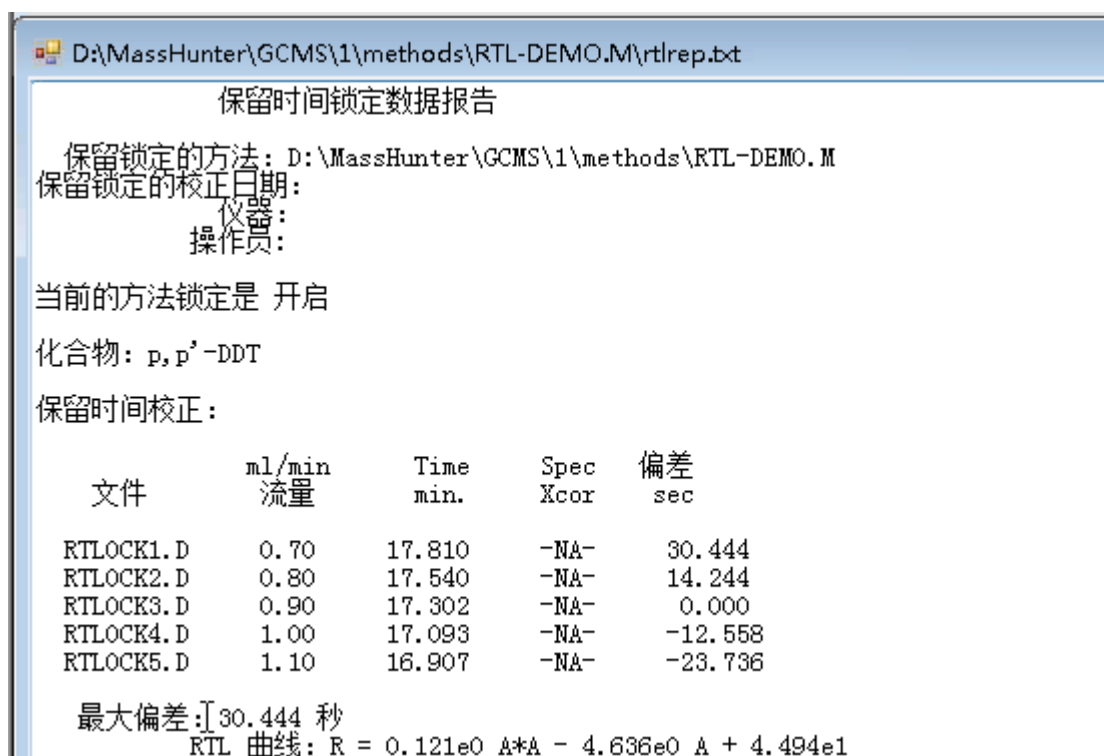
根据需要输入所需锁定的保留时间。



软件随即自动算出所需的柱流速，并可自动保存至当前方法中。

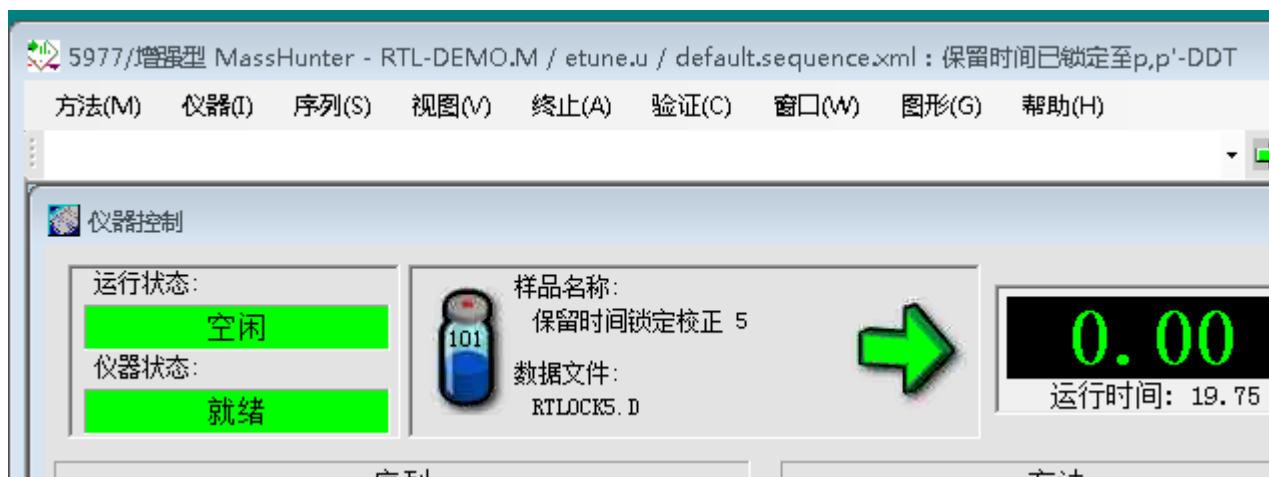
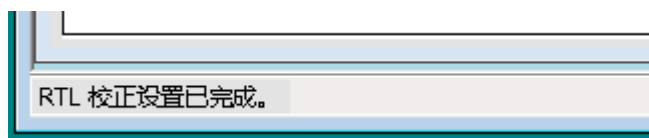


软件随后显示“保留时间锁定数据报告”，报告上方有显示存储路径，默认存储于采集方法RTL-DEMO.M文件夹中。





等待几分钟后，软件即将所需柱流速值存储于当前采集方法中。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。



随后可将所得的柱流速值0.795 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。

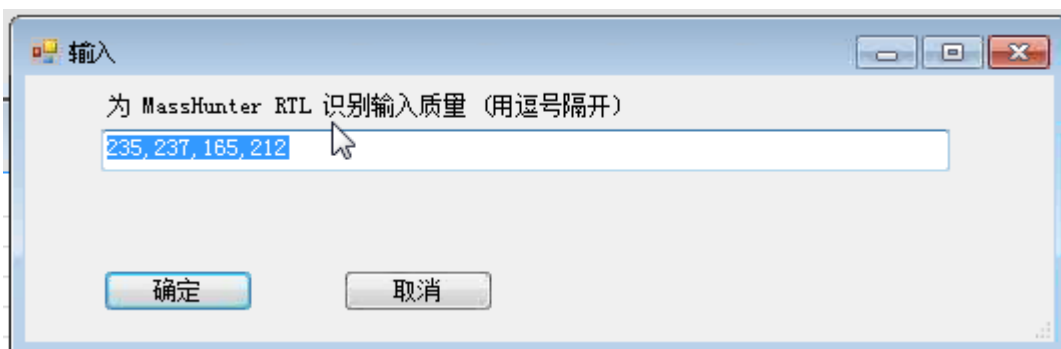
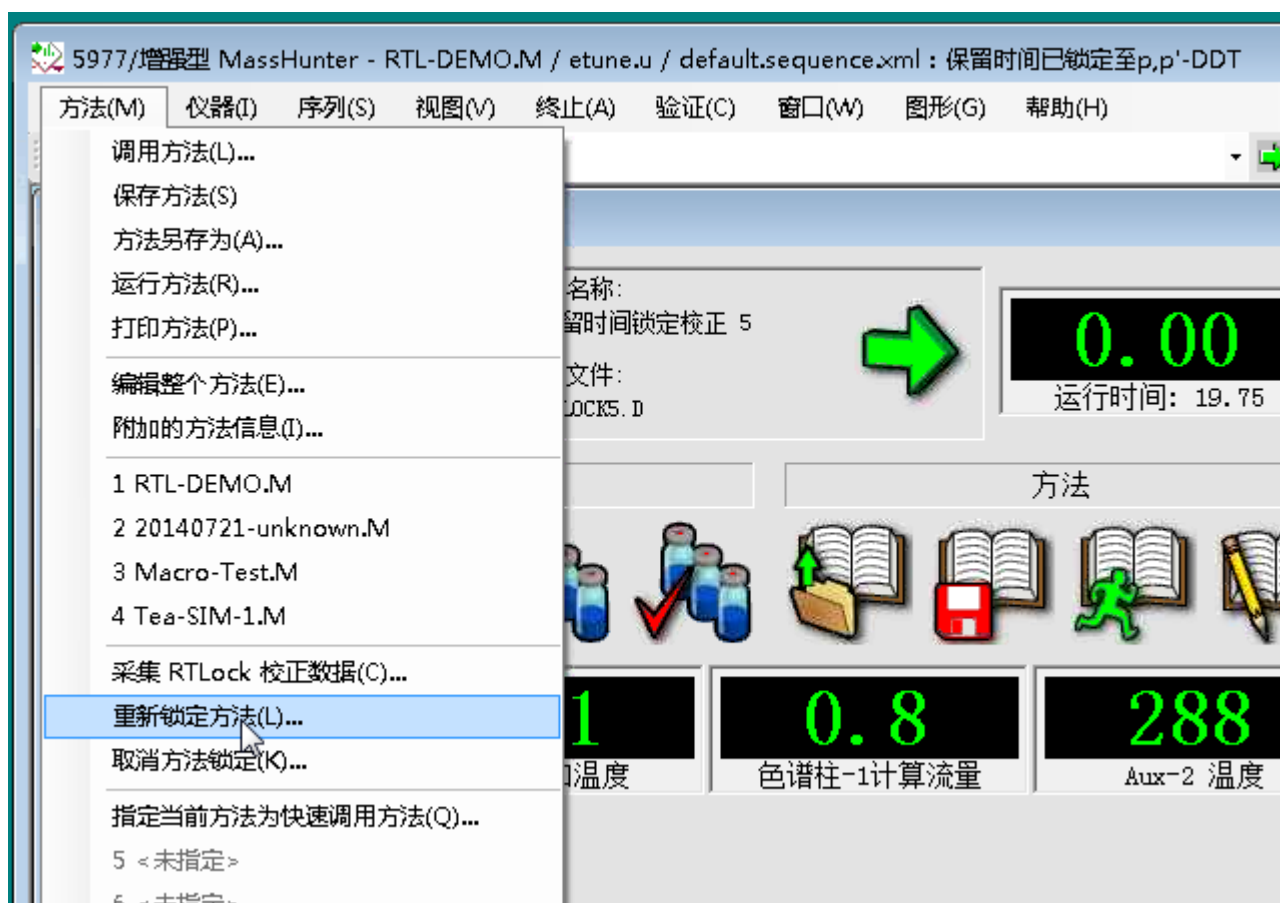


使用 MassHunter 工作站进行重新锁定 ReLock

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，在“方法”下拉菜单下选择“重新锁定方法”。





随后软件将使用当前方法采集1针p,p'-DDT标样的数据，以确认当前方法下p,p'-DDT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。

开始运行

基本 高级

当前方法进样类型: GC 自动进样器

进样口位置: 前 后 双

MS 已连接到: 前进样口

操作员姓名 (O):

数据路径 (P): D:\MassHunter\GCMS\1\data\WuJJ\20141016\

前进样口

数据文件名称 (F): DDT-RT-CHECK-1.D

样品名称 (N):

其他信息 (I):

预期条形码 (B):

样品量 (A): 0

乘积因子 (M): 1

样品瓶编号 (V): 101

样品盘名称 (T): <方法缺省>

进样量 (J): 当前方法 1 强制使用 0 μL

后进样口

数据文件名称 (F): DDT-RT-CHECK-1

样品名称 (N):

其他信息 (I):

预期条形码 (B):

样品量 (A):

乘积因子 (M):

样品瓶编号 (V):

样品盘名称 (T): <方法缺省>

进样量 (J): 当前方法 强制使用 μL

驱动器 D 上有 402,529,402,880 字节可用空间:

要运行的方法部分:

数据采集 (Q)

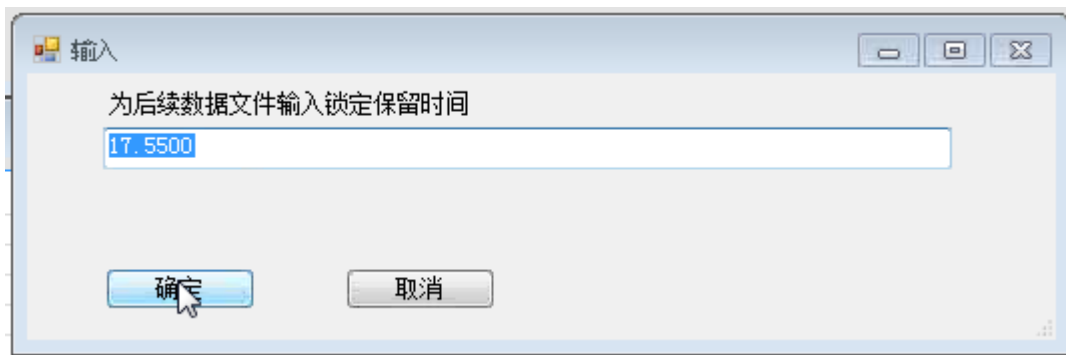
数据分析 (MassHunter DA)



2. 重新锁定方法

当数据采集完成后，软件将自动根据当前p,p'-DDT的出峰时间重新计算所需的柱流量值。

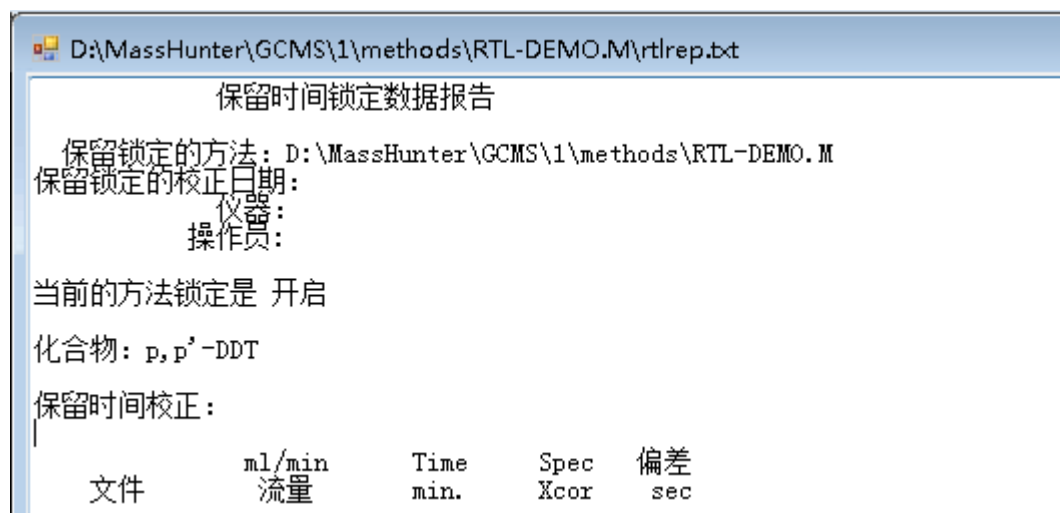
在对话框中依旧输入所需的锁定时间值17.55 min。



随即软件根据原有的保留时间校正曲线计算出新的柱流量值应为0.768 mL/min，并保存至当前方法中。



同时软件将显示新的保留时间锁定报告。





```
D:\MassHunter\GCMS\1\methods\RTL-DEMO.M\rtlrep.txt
保留时间锁定数据报告
保留锁定的方法: D:\MassHunter\GCMS\1\methods\RTL-DEMO.M
保留锁定的校正日期:
      仪器:
      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	ml/min 流量	Time min.	Spec Xcor	偏差 sec
RTLOCK1.D	0.70	17.810	-NA-	30.444
RTLOCK2.D	0.80	17.540	-NA-	14.244
RTLOCK3.D	0.90	17.302	-NA-	0.000
RTLOCK4.D	1.00	17.093	-NA-	-12.558
RTLOCK5.D	1.10	16.907	-NA-	-23.736

```

最大偏差: 30.444 秒
      RTL 曲线: R = 0.121e0 A*A - 4.636e0 A + 4.494e1
曲线拟合条件:
      常量 = 4.494e1
      线性 = -4.636e0
      二次曲线 = 0.121e0
      系数 = 0.999976 ** 拟合良好 **
锁定的保留时间信息:
      保留锁定的文件: D:\MassHunter\GCMS\1\data\DDT-Relock-1.D
      采集日期: Sometime in the past
      仪器: 5977
      操作员:
保留时间测量值: 17.484 流量: 0.795 (ml/min)
      锁定保留时间: 17.550 流量: 0.768 (ml/min)
      ** 锁定的保留时间和流量位于校正范围内 **
```

同样可将所得新的柱流速值0.768 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。