Xcalibur 定量过程









P 图标,进入处理方法的界面,



4、出现标准品的谱图后,点击谱图右上角的图订,固定谱图,然后用鼠标在选定的峰左右画一直线放大该峰。



点击质谱图的右上角的图钉固定质谱图,然后用鼠标在 TIC 图中该选定的峰左右画一直线



保留时间将自动填入上面的 Expected (min) 中,在 Name 中输入该组分的名称,在 Detector 中选择 MS (质谱), Analog (气相检测器产生的信号)。

Identification	Detection Cal	.ibration	Levels	System	Suitability Peak Purity
<u>N</u> ame:	DIDP			•	Retention time Expected (min): 6.32 (indow (sec): 30.00
Detector	MS	<u>P</u> eak	ICIS	-	Use as RT reference w width (min): 0.75
Fi <u>l</u> ter:	MS Analog A/D card PDA			•	🗖 Adjust usin
<u>T</u> race:	W I	₩-		7	
ass (m/z):					<u>K</u> eys:

ĺ	Identification	Detection Calibration Levels	System
	<u>N</u> ame:	DIDP	•
	Detector	MS Peak ICIS	•
	Fi <u>l</u> ter:		•
	<u>T</u> race:		~
	ass (m/z):	Mass Range TIC Base Peak	

在 Trace 中选择 Mass Range (用选择离子定量), (GC 的定量没有这一步)

在 Mass 中输入所选择的离子数,

Identification	Detection	Calibration	Levels	System
<u>N</u> ame:	DIDP			•
Detector	MS ⁸	▼ <u>P</u> eak	ICIS	•
Fi <u>l</u> ter:				•
<u>T</u> race:	Mass Range			Ţ
ass (m/z):	149.00			





5、点击 Detection 界面:

Identification. Detection	Calibration Le
ICIS Peak Integration	
Smoothi <u>ng</u> points: 9	1.0
Baseline 40	
Area noise 5	
Peak n <u>o</u> ise 10	-Max
🔲 Constrain peak <u>w</u> ic	9.0
Peak height (%): 5.0	
Tailing factor: 1.0	
OK Cancel	∑ave As Default

选择合适的平滑点数、基线的宽度、面积噪音、峰噪音的值,让积分合理。最后点击 OK 按钮。6、点击 Calibraion 界面:

Identification Detect	ion Calibration	Levels Syste	em Suitability Peak Purity			
Component type	-Target compounds IS <u>I</u> D:		Isotope <u>%</u>			
C ISTD	-Weighting © Egual © 1/ <u>X</u>	Cali <u>b</u> ration c <u>V</u>	nurve: Linear 💌 Inits: ppm			
Amount: 1.000	C 1/X^2 C 1/ <u>Y</u> C 1/Y^2 C 1/s^2	Origin © Ignore © For <u>c</u> e © Inclu <u>d</u> e	Response <u>A</u> rea <u>Ke</u> ight			
OK Cancel Save As Default Flags Help						

在 Component Type 中选择是目标化合物还是内标;

- 在 Weighting 中选择 Equal (权重);
- 在 Origin 中选择是否忽略原点、强制过原点、包含原点;
- 在 Calibration Curve 中选择 Linear (线性回归);
- 在 Units 中输入单位;
- 在 Response 中选择 Area (面积为计算基准)。

最后点击 OK 按钮。

7、点击 Level 界面:

在表中输入标样中该组分的几个浓度。Cal Level 可以用不同的字母和数字表示。

Ide	ntification Detection	Calibration	Levels	Syst	tem Suitabili	ty 🛛 Peak H	Purity
			Units:ppm				
	Cal Level	Amount			QC Level	Amount	% Test
1	¹ n	10.000		×		0.010	0.00
2	2 57	5.000					
3	3	2.500					
*		0.000					
	OK Cancel	<u>S</u> ave As Defa	ault H	el <u>p</u>			

点击 OK 按钮结束一个组分的输入。

8、点击 Identification 界面:

将 Name 用下拉菜单选择 New。(非常重要的一步)

	Iden fication	Detection	Calibration	Levels	System		
	<u>N</u> ame:	DIDP			•		
	Detector	⟨New> DIDP					
	Fi <u>l</u> ter:				•		
	<u>T</u> race:	Mass Range			~		
	ass (m/z):	149.00					
				L L	☆) +€	↔	
回应该	恢复调入时的形	状,如果没有	,点击		0-100		<u>.</u> ₩.

9、重复 4-8 步进行第二、第三…组分的输入,全部输入完毕,在 Options 中选择 Calibration By



出现对话框:

Calibration Options		×
	Calibration by © <u>I</u> nternal standau © <u>E</u> xternal standau	
OK	Cancel <u>S</u> ave As Default <u>H</u> elp	

选择定量方法: Internal Standard-内标定量; External Standard-外标定量, OK 确定。

10、在 File 中选择 Save as 进行保存,记住该处理方法保存的目录和名称。关闭该界面。



11、点击主界面的 Setup ,进入序列表的编辑界面:

调入当初做实验时的序列表,修改其中的 Sample Type,把几个标样的 Type 从 Unknow 改成 Std Bracket,并选择对应的 Level。这个时候的 Inst Meth、Position 对处理没有影响。

*	Sample Type	SampleName	File Name	Path	Inst Meth	Position	Proc Meth	Level
1	Std Bracket	Phthalate	phthalate-01	d:Wcalibur\Data	D:Wcalibur\methods\test	1	D:\Xcalibur\methods\test	3
2	Std Bracket	Phthalate	phthalate-02	d:Wcalibur\Data	D:Wcalibur\methods\test	1	D:\Xcalibur\methods\test	2
3	Std Bracket	Phthalate	phthalate-03	d:Wcalibur\Data	D:Wcalibur\methods\test	1	D:\Xcalibur\methods\test	1
4	Unknown	Phthalate	unknow1	d:Wcalibur\Data	D:Wcalibur\methods\test	1	D:\Xcalibur\methods\test	
*								

在 File 中选择 Save as 或者 Save 进行保存,记住该处理方法保存的目录和名称。

点击 进行重处理,按下图的选择进行选择,点击 OK 开始重处理, Batch Reprocess Setup



处理结束后会听到"叮咚"声音提示。



12、点击 📫 回到主界面,点击 Browser 进入定量浏览界面:

出现一个调文件的界面,找到刚才保存的序列表的文件名,调入该文件。

打开				? ×
查找范围(I):	🔁 methods 📃	← 🖻) 💣 🎹 -	
Witest.sld 🕞				
, 文件名 @): 文件类型 (I):	test.sld Sequence list files (*.sld)	•	打开 (0) 取消	
Header Inform Created: 2007 By: Chenhong Times saved: Last edited: 2 By: Chenhong Summary info 1	ation 译3月15日 23:13:18 jbo, Logon ID: Chenhongbo 1 007年3月15日 23:13:18 jbo, Logon ID Chenhongbo			

选择是否只调入标样和 QC 的结果还是调入所有样品的结果。

۷	iew Sample Types
	Viewing Options
	Show <u>S</u> tandard and QC sample typ Show <u>A</u> ll sample typ
	Don't ask aga: OK Cancel Help

一般是选择 Show All Sample Type。

下图中可以看到标样和未知样中各组份的浓度、面积、偏差等参数。



如果要同时打出报告,则在第九步后作以下工作:



点击 Reports 图标,进入报告界面,点击下图中的 Enable 栏,出现白色小框后,选择它,

S <u>a</u> mple			Sau	mple			
	Enable	Std	QC	Unk	Other	Save As	Report Template Name
*		Yes	Yes	Yes	Yes	None	

出现:

÷	Enable	Std	QC	Unk	Other	Save As	Report Template Name
1	•	Yes	Yes	Yes	Yes	None	
*		Yes	Yes	Yes	Yes	None	

选择要打印报告的内容,一般为:

	- <mark>Gr</mark> able	Std	QC	Unk	Other	Save As	Report Template Name
1	Yes	Yes		Yes		None	
*		Yes	Yes	Yes	Yes	None	

然后在 Save As 中选择报告的输出格式:

	Enable	Std	QC	Unk	Other	Save As	Report Template Name
1	Yes	Yes		- £ ≥s		None 💌	
×		Yes	Yes	- Yes	Yes	None	
						Doc HTML	
++		40 11 711	er de la	T			\mathbf{L}

其中: None--输出到打印机; Text --输出为文本文件; Doc --输出为 Word 文档; HTML --输出为网页文件。

双击 Report Template Name 栏,出现报告模板的选择,选择其中已有的模板或自己编辑的模板。

rowse for San 查伐范围(L):	nple Report Templa	te	•	← €	e* 🗉	
ProcessingM ProcessingM ProcessingM ProcessingM QualPeakReg	ethod2.doc ethod2_Avalon.doc ethod2_Genesis.doc ethod2_ICIS.doc port2.doc esults.doc		벨 QuanRes 텔 QuanSim 텔 Sequenc 텔 Spectrun	sults.doc ple.doc eReport2 nCandidat	.doc :es2.doc	
•						►
文件名(M):	QuanResults.doc				打开	©
文件类型 (<u>T</u>):	Report Templates	(*. doc)		-	取消	
					帮助	(H)
- Header Inform	nation					
Not an Xcalit	our File or header is dan	naged.				

	Enable	Std	QC	Unk	Other	Save As	Report Template Name
1	Yes	Yes		Yes		Doc	D:\Xcalibur\templates\QuanResults
÷		Yes	Yes	Yes	Yes	None	

这样,报告的设置就全部完成,保存后退出。

在第十一步中,按了上了后,	,出现的界面要注意有改动:	
botch Reproce	ess Setup	×
Image: Special system Image: Special system <t< th=""><th>ess Setup g Actions Process 1 k Detection & Integra dibration antitatio k Detection & Integra ectrum Enhancement grary Sear s nt Sample Report nt Summary Repor ns</th><th>-4</th></t<>	ess Setup g Actions Process 1 k Detection & Integra dibration antitatio k Detection & Integra ectrum Enhancement grary Sear s nt Sample Report nt Summary Repor ns	-4
🗖 Create 6	Quan <u>S</u> ummary Spreadsh	
Advanced O	Dptions e Sample <u>I</u> nf	
ОК	Cancel <u>H</u> el;	p

重处理后,该报告文件将被存盘到原文件同一目录下,可以用 Word 打开该报告进行修改和打印。