

SHIMADZU

GCMS-2010 操作方法

一、开机顺序

- 1、打开氦气瓶，将分压表调到 0.7-0.8Mpa 之间（不得低于 0.6Mpa, 不得高于 1.0Mpa）。
- 2、打开气谱电源开关。
- 3、打开质谱仪电源开关。
- 4、打开 CL-50 电源开关。
- 5、打开自动进样器电源开关。
- 6、打开计算机电源开关（按打字机、显示器、主机顺序依次打开）。

二、进入系统及检查系统配置

- 1、双击 `GCMS REAL TIME-----`，联机（正常时，计算机有鸣叫声，气谱仪屏幕出现 Line ok），进入主菜单窗口。
- 2、击左侧 `system configuration`，检查系统配置是否正确（系统配置内容不可随意改动），无误后退出。

三、启动真空泵方法

- 1、单击左侧 `vacuum control` 图标，出现真空系统屏幕，再点击 Advanced>>后，出现完整显示内容。
- 2、在 Vent valve 的灯呈绿色（即关闭）的前提下，先启动 1 号泵，接着启动 2 号泵。
- 3、低压真空度小于 $1+E001Pa$ 时，单击 Auto startup，自动启动真空控制。
- 4、启动完成后，至少抽真空 40 分钟后，方可点燃灯丝看真空度（如果提前点燃易烧毁灯丝）。

四、调谐方法

1. 调谐前先将柱箱温度设定为 50 度，检测器温度设定为 230 或 250 度，设置载气压力在 50KPa。
2. 单击左侧的 `Tuning` 图标，进入调谐子目录中，再单击 `Peak monitor view` 图标，在 Monitor 选项中选择 Water, air 选项，将 Detector 电压设为 0.7KV(最低)，然后在 m/z 中依次输入 18、28、32，在 Factor 中均输入适当的放大倍数。
- 3、燃灯丝，如果 18 峰高于 28 峰，表示系统不漏气，同时观察高真空度保证在 $5E^{-3}$ 以下，关闭灯丝。
- 4、建立调谐文件名，然后点击左侧的 `Start Auto Tuning` 图标，计算机自动进行调谐，直至打印出调谐结果为止。

5、析调谐结果必须同时满足以下几个条件，方可进行分析。

a) Base Peak 必须是 18 或 69，不能是 28 (28 为 N₂)，否则为漏气。

b) 电压应小于 2.7KV。

c) m/z 中 69、219、502 三个峰的 FWHM 最大差小于 0.2。

d) 强度校正系数 502 值小于 3。如大于 3 则应清洗离子源（或漏气、真空不良等）。

只有同时满足上述条件后，方可进行测试样品。每次调谐结果要统一存档保存，以利维修时查看。

五. 方法编辑

1. 单击左侧的 Method Development 图标后进入了方法编辑内部中，共分三个档：Sample、GC、MC

2. Sample 档内容如下：

Aoc—21i

1) Of Rinses with Solvent (pre)

(抽样前溶剂洗针次数)

2) of Rinses with Solvent (post)

(注样后用溶剂洗针次数)

3) of Rinses with (sample)

(样品洗针次数)

4) Plunger Suction Speed High Middle Low

(抽样速度)

5) 、comity Comp Time

(粘度补偿时间)

6)、Plunger Injection High Middle Low

(注射速度)

7)、Syringe Injection High Low

(扎的速度)

8)、Injection Mode Set ==>

0: Normal (sample).
1: Sample+Air+Solvent.
2: Sample+Solvent.

(进样模式的选择)

当按: Advanced.....时，出现如下内容：

①、Pumping Times: 5 times

②、Inj、Port Dwell Time: 0.3 sec

③、Terminal Air Gap Yes No

④、Plunger washing speed High Middle Low

⑤、Washing Volume 6 μ t 8 μ t

⑥、Syringe Suction 0 mm

⑦、Syringe Injection 0 mm

⑧、Use 3 Solvent Vial 1 Vial Vial

3、GC 档：（共六部分）

GC-2010A 、 Inj.、 Split/split Inj、 Heat.、 Inj flow AFC-17

第一部分：

Sample Time (隐)

Injection Temp: °C

(进样器温度)

Interface temp(检测器温度): °C

第二部分: Contro mode ▼

- ① Split: (分流)
- ② Splitless: (不分流)
- ③ Direct (pressure)
- ④ Direct (Flow)

第三部分: ①②③任选一个; ④⑤⑥任选一个:

① Column inlet Kpa

② Column

③ Linear

	Rate	Temp	Hold time
1			
2			
3			
4			

flow
ml/min

Velocity cm/sec

④ Split Ratio

⑤ Total Flow ml/min

⑥ Carrier Flow ml/min

第四部分:

Program ▼

- ① Oven temp
- ② Pressure
- ③ Aux1 tem

Program time 0.00 min(隐)

第五部分:

Column information(隐)	
Name: DB-5ms	Thickness: 0.25 μm
Lenth: 30m	Diameter: 0.25mm
Max Usable: 325°C	Installation: 01-3-9

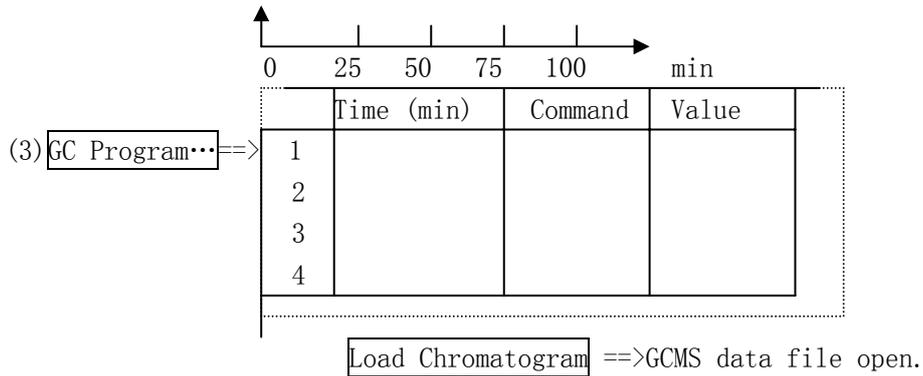
第六部分:

其中: (1) ==>

Set Aux Temp	
Aux2: <input type="text" value="0"/>	Aux4: <input type="text" value="0"/>
Aux3: <input type="text" value="0"/>	Aux5: <input type="text" value="0"/>

(2) ==>

High Pressure injection	
High pressure inj	<input type="radio"/> OFF <input type="radio"/> Auto
injection Pressure:	<input type="text" value="100.0"/> Pa
injection time :	<input type="text" value="0"/> min
Column Flow at initial:	1.70 ml/min
Data file name:	R.time:



(4) ready check

Temperature

Col(oven) Inj Det(interface) Aux1

Aux2 Aux3 Aux4 Aux5

Carrier Gas Flow Wait Equilibrium (平衡): min

4. MS 档:

GCMS-QP2010A With DI

(1) Acquisition Mode (采集模式) ▼ ==> Scan (扫描方式)
Sim (选择离子方式)

(2) Micro Scan Width (微量扫描宽度): μ

(3) Interface Temp (检测器温度): °C

(4) Solvent Cut Time (溶剂切除时间): min

(5) Detector Absolute (绝对)

Relative to the Tuning (相对于 Tuning): KV (一般设 1 左右)

(6) Threshold (阈值): (小于 1000 的峰不出现)

(7) Interval (扫描间隔): Sec

Use MS program GC Program time: min

	Start time (min) (开始扫描时间)	End time (终止扫描时间)	Start m/z (收集 m/z 起点)	End m/z (终止点)	Scan speed (扫描速度)
1					
2	3.00	10.00	40.00	350.00	1000
3					

七. 样品的测定操作:

Data Acquisition 中 Sample login

Acquisition=	Sample Name	Sample
	Sample ID	Vial#
	Data file	Injection
	Multi Inj	Tunning file

设计好后, 按 Standby, 待GC、MS均变绿色字体后, 进样按 start, 开始检测。

八. 后处理操作:

1、返回主菜单 (打开的实时分析文件可缩小到任务栏标题中, 需要时点击之即可直接返回, 不一定要关掉之)

2、双击 GCMS Postrun Analysis 图标, 出现与事实分析相似的图面, 在 file 菜单中击 Data explorer (即文件预览) 出现如下文件表

3、文件表及文件选择

File name	Modified date	Creation date	Size	File type
文件名称	修改日期	创建日期	占用空间量	文件类型

在表下有五种方式改变文件表内容:

data	method	report format	batch	all files
数据文件	方法文件	报告版式	(一)批	全部文件

双击要选择的文件名称, 右侧出现相应的Tic (全离子色谱图)

4、放大 Tic 并扣本底

①、将Tic的屏面适当放大, 下面的Tic是放大过的, 可用左键拖动法将Tic局部放大 (如取消放大, 按右键, 在功能菜单上点击initiaize<初始化>zoom<图形>【初始返回】, 即可返回初始状态)。

② 双击Tic图上的某一峰, 出现一条竖线, 其位置可由上面Scan 进行左右调节, 在下面同时出现该位置的质谱图 (Ret time 为色谱峰的保留时间, Scan# 为扫描顺序编号)。

③扣本底: 把鼠标箭头置于放大的 Tic 屏内, 击右键,

Subtract Spectram 扣 (某一位置的) 本底值,

Subtract Averaged Spedtrnm 扣 (某一段的) 平均本底值。

选好扣本底方式后 (即击左键) 鼠标变成一条可以左右移动的竖线。在一定的本底位置上双击左键即扣除了该点的本底值 (按键的同时可以发现质谱图发生了变化)。

5. 装谱库方法:

① 在Qualitative (即定性) 菜单中选Similarity (相似) Search (搜索) for Current (通用) Spectrun (光谱)【相似光谱搜索】, 如出现下列句子, 应按 确定 即 [0664]No index Search Parenters 按 确定。

