

## 一、GCMS 仪器操作使用方法

### 开机：

1. 检查 GC 部分、MS 部分和电脑电源是否接通。打开载气钢瓶阀门将减压阀调到 0.3MPa。打开电脑使电脑停留在桌面状态。
2. 打开 GC 电源键等待约 1 分钟左右再打开 MS 电源键此时会听到“嘀”的一声，这表示 GC 与 MS 部分已顺利连接好。接着双击桌面上的“GCMS Real Time Analysis .ink”图标启动仪器控制软件，同时会发出“嘀、嘀”的两声这表示仪器和电脑已经顺利连接好。

GCMS Real Time Analysis. Ink
3. 单击软件左边竖排快捷键中的“Vacuum Control”图标随即弹出一个窗口，单击窗口左上角的“Auto Startup”按钮，这时仪器正式启动，可以听到分子涡轮泵启动的声音。并且窗口中的绿色安装条会慢慢的向右推进，当安装条走到右边时，仪器全部启动，单击窗口中的“Close”按钮关闭“Vacuum Control”窗口。
4. 单击界面右下角的“Detail”按钮，将进样口温度（SPL1 Temperature）调到 250℃，柱前压（SPL1 Pressure）调整为 70-80KPa，总流量（Total Flow）10ml/min，吹扫流量（Purge Flow）1ml/min，柱温（Column Temperature）调到 50℃，离子源（Ion Source）200℃，接口（interface）温度调到 250℃调节完单击“OK”关掉窗口，这时界面右上角的 GC 和 MS 监控条为黄色，GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯也为黄色并闪烁，等待这两灯变为绿色并停止闪烁且界面上的指示条也变为绿色并出现“ready”时，仪器整个启动过程完毕。

### 调谐：

1. 完成上面的开机过程后，等待约两小时左右待仪器中的空气被抽到指定标准后（低真空 6 Pa 左右，高真空  $4 \times 10^{-4}$  Pa 左右时）。单击左边快捷键中的“Tuning”打开调谐窗口，单击左边快捷键中的“Start Auto Turning”开始自动调节。
2. 调节完成后，保存调谐文件，关闭窗口。

### 关机：

1. 当仪器处在待机状态时单击图标“Vacuum Control”弹出窗口，单击窗口中的“Auto Shutdown”仪器开始自动关机蓝色安装条慢慢向右推进，当快要到头的时候会听到仪器放气的声音当安装条全部走完时。单击“OK”关闭窗口，关闭控制软件。

2. 关闭 GC 电源
3. 关闭 MS 电源
4. 关闭载气

## 分析样品操作方法:

### GCMS 联用分析

1. 点击左边快捷键中的“Data Acquisition”进入到做样状态。单击其中的“Sample Login”弹出一个窗口，在窗口的相应栏目中输入“样品信息”、“存储数据文件的文件夹位置”，并调入已存储的调谐文件，点击“OK”关掉窗口。
2. 点击左边快捷键中的“Method Detail”弹出一个窗口，在窗口中编辑样品所需的方法文件，编辑成功后存储并退出。
3. 单击左边快捷键中的“Standby”按钮将已编辑好的数据文件和方法文件发送给仪器，这时仪器由待机状态变为等待运行状态，在这个过程中仪器的相关参数会由待机参数变为做样时的起始参数，并且 GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯会变成黄色闪烁，软件界面上的 GC 和 MS 状态指示条也会变成黄色。当指示灯和指示条都变成绿色时说明仪器的相关参数已经调整好可以开始进样分析了。
4. 将已配好的样品用进样器取 1ul 左右，注入仪器的进样口并立即按下 GC 面板上的“Start”键，仪器开始正常运行分析样品。此时 GC 面板上的“STATUS”和“TEMP”指示灯为绿色闪烁。
5. 仪器运行完毕后会自动返回待机状态。可再重复上面操作进行下一个样品的分析。

## 二、仪器操作注意事项

2.1、GCMS 质谱仪适合分析小分子弱极性易挥发的样品。被测试化合物的分子量一般不大于 500Da。

2.2、被分析的溶液样品浓度不能太高（一般浓度不高于 10mg/ml），金样品一般控制在 0.2ul 左右。

2.3、质谱的分子量检测范围一般设置在 20~650Da 之间，使用常用的 DB-5 MS 毛细管色谱柱分析时，最高温度不超过 250℃

### 三、仪器操作安全注意事项

3.1、色谱柱温箱上部保持有 250℃ 的高温，平时切勿将物品等放在柱温箱的上面，以防发生火灾。

3.2、如果分析有毒有害样品，要在通风橱内取用样品，取好后再讲微量进样器扎入仪器进样口。

### 四、常见问题解决

#### 4.1、仪器漏气报警

解决方法：拧紧进样衬管密封螺母，更换进样垫，更换进样衬管 O 圈。

#### 4.2、检测灵敏度下降

解决方法：清洗离子源，更换新的灯丝，如果灵敏度下降太严重，可以将预四级杆旋转 45 度角。

#### 4.3、仪器被强极性样品污染

解决方法：用纯净溶剂反复进样清洗，并将柱温恒定在最高温度进行烘烤，如果没有效果，可以用相关衍生化试剂注入仪器与污染物进行反应，从而将污染物洗脱。

### 五、测试注意事项

5.1、送样测试单上的样品信息一定要填写清楚，特别要写清楚所用溶剂名称、样品主要成分和想要达到的检测目的。如果样品中存在有毒有害及放射性成分一定要注明！并说明相关防护措施

5.2、送来分析的样品我们都会按照先后顺序尽快安排分析，一般 1~2 就会出结果。

### 六、学生独立上机操作注意事项

6.1、如果想自己独立上机操作，首先要至少提前一天与管理仪器的老师预约上机时间。

6.2、出于安全考虑，在没有仪器主管老师的陪同的情况下，学生自己不能独立操作仪器。

6.3、学生用完仪器后，要和主管仪器的老师打招呼核实仪器状态良好后，学生才能离开。