气相色谱-质谱联用仪GCMS-QP2010 SE操作规程

一、开机顺序  
1、打开氦气瓶，将分压表调到0.5-0.9Mpa之间。  
2、打开气相电源开关。  
3、打开质谱仪电源开关。  
4、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┉┉,连机（正常时，计算机有鸣叫声）,进入主菜单窗口，点  
击菜单栏视图—仪器监视器，在工作站最右侧查看仪器状态，确认不是“未连接”。  
2、击左侧system configuration（系统配置）,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（真空控制）图标，出现真空系统屏幕，再点击Advanced>>  
后，出现完整显示内容。  
2、单击Auto startup（自动启动），自动启动真空控制。  
3、启动完成后，至少抽真空40分钟后（一般等高真空达到6.0e-004pa），方可点燃灯  
丝看真空度（如果提前点燃易烧毁灯丝）。  
四、检漏调谐方法  
1. 检漏前先将柱箱温度设定为50度，检测器温度设定为200度,进样口和接口温度100  
度。  
2..单击左侧的Tuning调谐图标，进入调谐子目录中，再单击Peak monitor view峰监视  
窗图标，点击新建窗口，在Monitor监视组选项中选择Water,air水空气选项，将Detector  
检测器电压设为0.6KV(最低)，确认m/z中依次为18、28、32.  
3、燃灯丝，如果18峰高于28峰，表示系统不漏气，，关闭灯丝．然后退出调谐界面  
4、等待真空度达到5.0 e-004pa后，可以进行调谐，进入调谐界面，新建调谐文件，然  
后点击左侧的Start Auto Tuning自动调谐图标，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) 峰形尖锐，无分叉。  
b) 电压应小于1.5KV。  
c) m/z中69、219、502三个峰的FWHM最大差小于0.1。  
d) Base Peak必须是18或69，不能是28(28为N2),否则为漏气。  
e) 502的百分值应大于2.。  
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  
（进样器）、GC、MS（根据具体方法设置）  
方法编辑完毕，点击【采集】 ——下载初始参数按钮，以传输到仪器。  
如果应用已有的方法，点击【文件】 ——【打开方法文件】，找到要使用的方法，点击打开，  
然后点击【采集】 ——下载初始参数按钮，以传输到仪器  
六、再次调谐  
当下载新方法后，仪器状态显示READY或准备就绪时，再次执行自动调谐，并保存  
七．样品的测定操作：  
Data Acquisition数据采集 中 Sample login样品登录  
主要有以下参数：  
样品名、数据文件、样品瓶号、进样体积、调谐文件（调谐文件若不选择，则自动调用最新  
的调谐文件）  
设计好后，按Standby待机,待GC、MS均变绿色字体后，进样按start开始 ,开始检  
测。  
八．后处理操作：（简单定性）  
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，点击定性界面，  
双击要选择的数据文件名称,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的平面适当放大，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，击右键或在工具栏选择，  
Subtract Spectram扣减质谱 扣(某一位置的) 本底值  
Subtract Averaged Spedtrnm平均和扣减质谱 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 Paremters 按 确定 。  
②在Library file中装入三种谱库（即点击 . . ）  
我的电脑/C:/GCMS solution/library/…………  
/………… （两种NIST谱库）  
我的电脑/C:/GCMS solution /library/pesticides/pesticd（农药库）  
装入质谱库后一定要按 确定 。  
6．搜索相似质谱图。  
在Qualitative<定性>菜单中选Similarity Search for Current Spectrun…<相似度搜索>，  
即可出现与标准质谱的对比  
Hit  
#  
Simi Compound name Molut Formula Library name  
命中号 相似度 化合物名称 分子量 化学式 库名  
最上面的Target（目标）为样品的某一峰的质谱，如在View 菜单中选Subtracted （减去），  
则出现在最下面。  
7．在Report中可以打印质谱图。  
九．关机  
1. 日常关机：  
在实时分析中的上面菜单中的开关图标（daily shutdown）控制，此时为低温，低流  
量（按照设定值执行），但真空系统工作正常。  
2．完全关机：  
在实时分析中左侧的开关图标Vacuum control（真空控制）中，按自动关机 Auto  
shutdown ，仪器自动降温，当离子源温度均降到120℃以下，进样口和接口温度见到100  
度以下时，自动停泵，等待显示关机完成，关闭实时分析窗口，关闭气相、质谱电源、关  
闭氦气。