



成大核心設施中心
Core Facility Center, NCKU

儀器設備技術手冊與 訓練教材

氣相層析質譜儀(GCMS)

撰寫人： 賴麗娜

2022年3月3日

一、前言簡介

簡要說明機台的功能規格、廠牌型號、公司或原廠狀況、台灣代理商或維修管道、機台建置過程、…等

科技部於成功大學內核心設施中心之「貴重儀器使用中心」，目前於2018汰舊換新 JEOL JMS-AccTOF GCx-plus 高解析飛行氣相層析質譜儀(TOF-MS)，以及 SHIMADZU QP2020(GCMS)質譜儀，SHIMADZU 提供研究工作者進行有機小分子之質譜鑑定解析工作。台南地區目前從事生物、醫藥、食品和相關化學化研究工作者與日俱增，對於高極性小分子譜的鑑定服務需求，日益迫切，為解決此問題，以協助提升本地區的相關研究工作水準。

貴重中心有 2 套氣相層析質譜儀(GCMS)，主要用於揮發性未知化合物的鑑定

例如：茶葉，香精香料成分分析等

第 1 套 GCMS 購置於 2003 年，原廠日本島津，型號為 GCMS-QP2010

第 2 套 GCMS 購置於 2018 年，原廠日本島津，型號為 GCMS-QP2020

氣相層析質譜儀 Model: GCMS-QP2020

規格：

1、質譜儀部份 1set

*質量範圍：1.5 ~ 1,090amu

*質量分析器：不銹鋼四極棒(具有 pre-rod)

*穩定度： $\pm 0.1u/48h$ (常溫下)

*離子源：a)標準：電子撞擊式離子源(EI)

b)具兩組燈絲(Filament)可自動切換，(材質 Rhenium，銻)

c)具可變離子化電壓 10~200eV，可變離子化電流 5~250uA

d)位於儀器面板前端，易於拆換清洗

e)溫度設定 140°C~300°C

*解析度：0.5 to 2.0u (R^32M)

*掃描速度：a)最大掃描速度 20,000 amu/sec

b)高速掃描控制 ASSP (Advance Scanning Speed Protocol)

*真空系統：a)主幫浦具有雙入口壓差真空系統之 Turbo molecular pump 壹組，抽真空能力為 190 L/s x 170 L/s 及 185L/sec，總合抽氣效率 360 L/sec

輔助幫浦 抽真空能力為 30 L/min 之 Rotary pump 壹組

b)可經由軟體可作全自動設定(自動啟動，自動關掉)

c)含 Ion gauge

*最高分析流速：15 ml/min(He)

*檢測器：a)二次電子倍增管，具有專利設計 Overdrive lens 和 Conversion dynode，降低雜訊，提高靈敏度

b)動態範圍(Dynamic Range)：最大可至 8×10^6

*靈敏度：EI：Scan, Octafluoro-Naphthalene 1pg, $m/z=272$ S/N 1500

2、氣相層析儀部份 1 set

*烘箱溫度：a)室溫+4°C ~ 450°C

b)溫度變化係數： $\pm 0.01^\circ C/^\circ C$

c)升溫程式：20 段

*分流/非分流式注射口，溫度可達 450°C

*氣體流量控制系統：a)電子式可調整控制及設定載流氣體壓力，分離管流速，
線性速率及分流比例

b)壓力控制範圍：0~ 970 kPa (140 Psi)

c)流量控制範圍：0~ 1,200ml/min

d)分流比例範圍：0~ 9,999.9

e)可設定 7 段流速程式

*可作快速分析與定流速分析

3、GC 和 MS 介面：

a)長度約 15cm，降低高沸點物質冷凝

b)設定溫度：50 to 350°C

c)最大內徑 0.53mm 毛細管可使用

4、自動注射器 1set

*樣品注射方式：專用注射針

*注射量：0.1 ~ 8.0 微升 (10 微升注射針)

0.5 ~ 40 微升 (50 微升注射針)

2.5 ~ 200 微升 (250 微升注射針)

* 樣品量：標準 6 個，可擴充至 12 個，可選購最多可達 150 個

* 樣品瓶：1.5 毫升、4.0 毫升玻璃瓶，鐵弗龍面注入口栓，
旋轉式蓋子

*清洗溶劑容器：4.0 毫升玻璃瓶，鐵弗龍面注入口栓，旋轉式蓋子

*重覆注射次數：可達 1 ~ 99 次/樣品

* 注射速度：快速及慢速二種速度可供選擇

* 注射針拉桿速度：快速、中速、慢速三種速度可供選擇

* 樣品注射方法：三種，a. 傳統注射方法

b. 一段溶劑溢流注射方法

c. 二段溶劑溢流注射方法 (可允許第二段
為內標準樣品)

* 樣品等待時間：可變，最長為 99.9 秒，以 0.1 秒為單位

* 注射針用樣品清洗次數：1~99 次(樣品注射前)

* 注射針用溶劑清洗次數：1~99 次(樣品注射前/後)

*溶劑揮發式注射法：可以

a. 注射量精確度：優於±0.5%

b. 污染殘留：小於 10^{-4}

c. 優先/插隊分析：可

d. 外部控制：可藉由光纖連結

5、系統控制及圖譜數據處理系統

軟體部份：

* 質譜軟體：

*可控制層析儀溫度分析條件，質譜儀分析處理條件，圖譜數據處理、列印

*處理方式：MC，SIM (64ch x 128group)

FASST 同時執行 Scan/SIM 功能

AART 多點調校滯留時間功能

COAST 可根據全掃描得到的數據，自動選擇目標化合物的特徵離子並對其進行分組，最後保存到分析方法當中，無須手動輸入。

Easy sTop 注射口簡易維護功能

Ecology Mode 節能模式

*具 Auto 或 manual Turning 功能

*圖譜資料檢索

*資料庫：a)並可建立個人資料庫

b)檢索方式：相似度(Similarity)或索引(Index)

c)同時檢索最大數目：5 組資料庫

d)可顯示分子式

e)定量可同時標定波峰(成份)最大數目：1000

f)參考離子數：5 個

g)可做定量分析檢量線點數：64 點

公司或原廠狀況

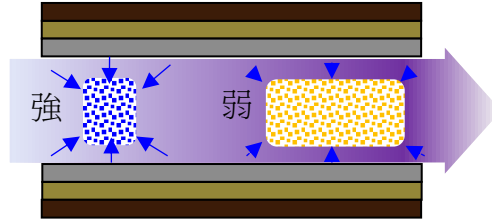
2 套系統皆購置於日本島津在台的經銷商，三津科技股份有限公司。

並由三津公司做售後維修服務。

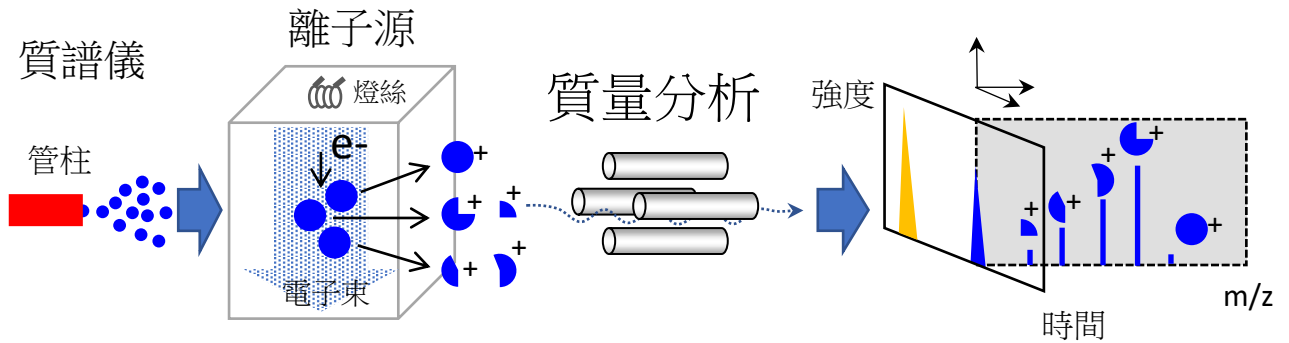
二、 背景知識與原理

與本機台相關的背景知識與原理

氣相層析質譜儀結合了氣相層析儀與質譜偵測器。
藉由氣相層析(分離管柱)將分析物分離

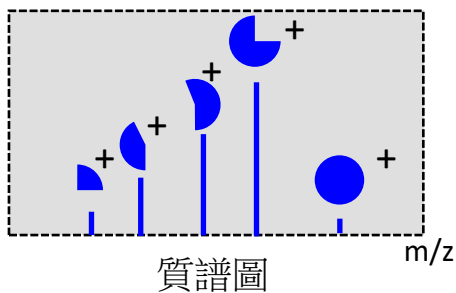


分離後的分析物進入質譜儀離子源(電子撞擊法) 進行分析物離子化
再經由質量分析器解析質荷比(m/z)得到分析物的質譜圖



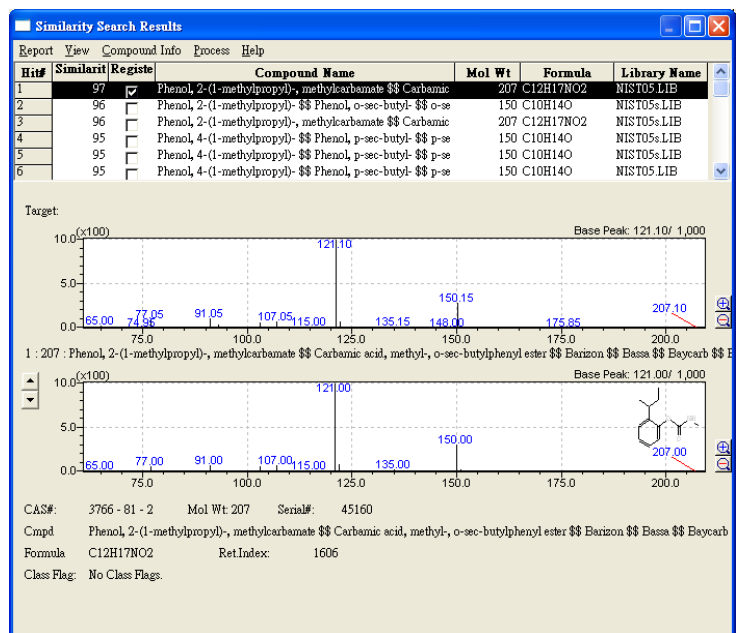
分析物質譜圖經資料庫檢索比對做分析物鑑定

強度



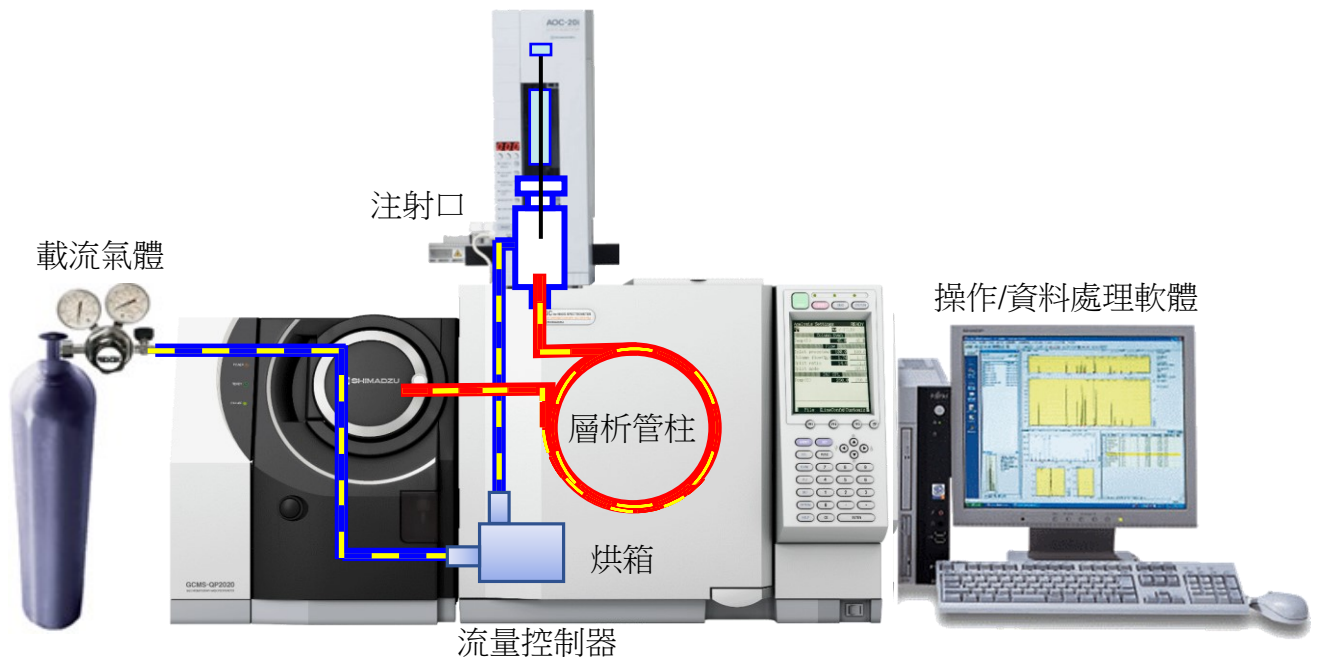
質譜圖

資料庫搜索比對



三、機台介紹

外觀與硬體架構、系統組成、軟體程式、運作原理、功能與規格、…等



氣相層析質譜儀分析時。揮發性樣品或氣態樣品藉由樣品注射針穿透橡膠墊片 (septum) 注入到進樣口加熱區，樣品會在此區快速氣化，並經由載體氣體(carrier gas)推動而進入氣相層析管柱，不同分析物在管柱中因作用力不同而被分離，最終到達偵測器端被偵測分析。整個分析過程中，管柱需置放於加熱烘箱以維持樣品分析物在整個分離過程皆為氣態。分離後的分析物進入質譜儀離子源將分析物離子化，再經由質量分析器解析分析物的質荷比(m/z)以得到分析物的層析圖及質譜圖等相關數據。

四、機台操作

正確的操作模式或操作方式、重要的動作執行細節、資料擷取與分析應用、…等

1. 將樣品置於自動注射器樣品槽
2. 確認氣體供應及壓力
3. 電腦點擊桌面 [GCMS Real Time Analysis]圖示

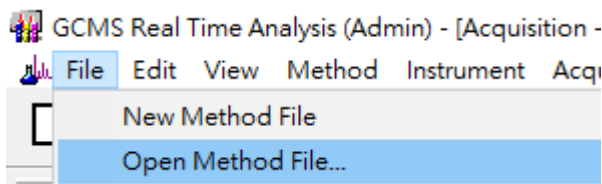


4. 進入軟體後，點擊 [Data Acquisition]圖示



5. 開啟分析方法 File>Open Method File(ex.

分析方法檔)

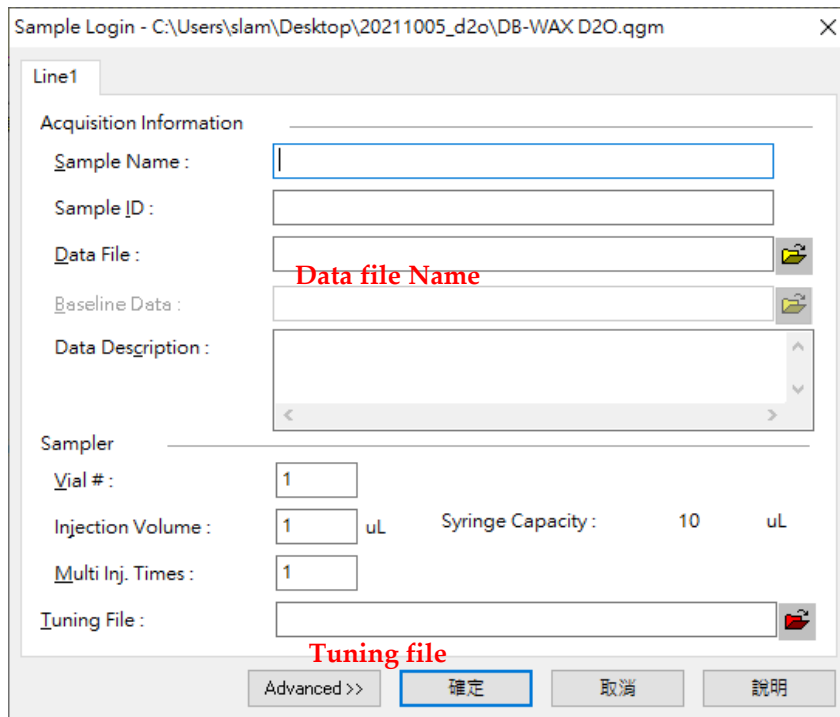


樣品為精油，開啟精油

6. 單次分析，點選 [Sample Login]



7. 輸入 Data file name, 樣品瓶號碼, 注射量, Tuning file 等




Sample Login - C:\Users\slam\Desktop\20211005_d2o\DB-WAX D2O.qgm


Line1

Acquisition Information

Sample Name:

Sample ID:

Data File:  **Data file Name**

Baseline Data: 


Data Description:

Sampler

Vial #:

Injection Volume: uL Syringe Capacity: 10 uL

Multi Inj. Times:

Tuning File:  **Tuning file**

Advanced >>

8. 點選 Download, 將設定參數傳送給儀器，
有自動注射器，會自動進樣分析得到分析數據



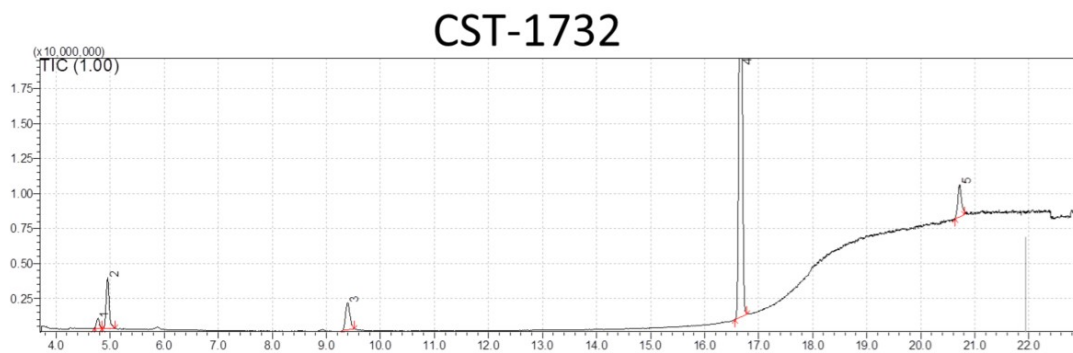
9. 資料分析處理請參考附件 GCMS Solution 簡易操作手冊.doc

五、 其他事項

實際範例、經驗分享、安全議題、機台保護措施、注意事項、…等

經驗分享

半導體去光阻劑分析

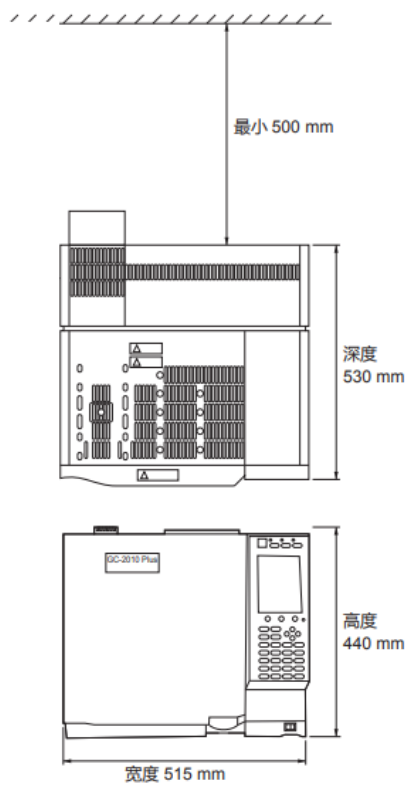


| | | | |
|---|--|--------|-----------|
| 5 | 三乙醇胺 (Triethanolamine) | 20-30% | 102-71-6 |
| 3 | 丙二醇 (1,2-Propanediol) | 10-20% | 57-55-6 |
| 2 | DL-2-氨基丙醇 (DL-Alaninol) | 10-20% | 6168-72-5 |
| 1 | N,N'-二乙羥基胺 (N,N-Diethylhydroxylamine) | 2-8% | 3710-84-7 |
| 4 | 二乙二醇丁醚 (Diethylene Glycol Monobutyl Ether) | 40-60% | 112-34-5 |



安全議題

安装空间



后部空间

当柱箱降温时，热气从仪器的后部排出，安装仪器时请注意以下事项：

不要在设备单元后部放置任何易燃物。

在后盖和墙壁之间需要保留 50 厘米或更大空间。*

设备后方要保留足够空间以便维护和检查。

*使用可选的排气管 (S221-47748-41) 时，设备后盖与墙壁之间的最小空间可以是 25 厘米。

安装注意事项



警告

如需进行仪器安装、调整或重新安装（仪器移至其他位置后），为确保操作安全，请联系您所在区域内的岛津分公司。
如果自行安装、调整或重新安装仪器，可能导致人员伤亡或仪器故障，或影响仪器稳定运行。

注意

MS 重量约 45 公斤，GC 重量约 30 公斤。
由两名人员搬运本设备。
放置设备时谨防夹手。

电源

电源要求

对于 100 V - 115 V 型号

单相交流电，频率 50 - 60 Hz

| | |
|------------------|-------------------|
| GC： | 1800 VA |
| MS： | 1000 VA |
| 计算机（包括 CRT 显示器）： | 参见计算机使用手册。 |
| 打印机： | 参见打印机使用手册。 |
| 安装类别： | 过电压类别 II（国际电工委员会） |
| 防护等级： | 1 级（国际电工委员会） |

对于 220 V - 240 V 型号

单相交流电，频率 50 - 60 Hz

| | |
|------------------|-------------------|
| GC： | 2600 VA |
| MS： | 1000 VA |
| 计算机（包括 CRT 显示器）： | 参见计算机使用手册。 |
| 打印机： | 参见打印机使用手册。 |
| 安装类别： | 过电压类别 II（国际电工委员会） |
| 防护等级： | 1 级（国际电工委员会） |



警告

本仪器一定要使用带有断路器的专用电源。不要与其他仪器共用一个电源。
不要使用随仪器自带电源线之外的电源线，否则将会引发火灾或导致触电。

* 请注意，额外的选件将会增加所需的电流流量。

断电时采取的措施

断电少于 10 分钟时，只要在“真空控制”对话框中选择了“真空重启方式”，通常不需要采取特别措施。仪器在电源恢复时将自动重启。



对于长时间的断电，执行下列程序。

长时间停电的关机程序

1. 关闭气相色谱和质谱仪。
2. 关闭所有附件。
3. 关闭所有载气和气体管道阀门。
4. 松开将柱柱紧固在接口上的螺母以释放真空系统中的真空。
5. 切断电源。
 - 如果电源线连接在配电板上，关闭配电板。
 - 如果电源线连在插座上，将电源线从插座上拔下。

如果使用氢气作为载气时遭遇停电，执行以下程序。

使用氢载气时断电

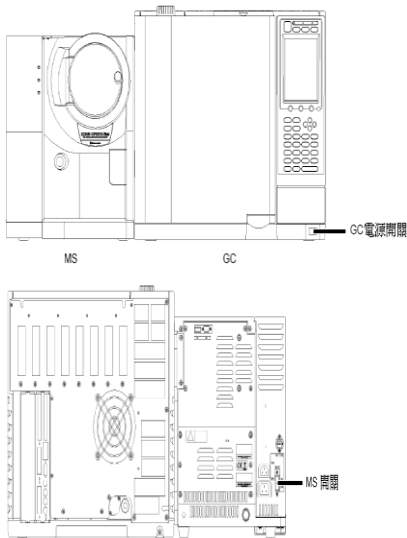
1. 立即停止氢气的供气。
2. 关闭 GC 和 MS 的电源。
3. 打开仪器安装房间的门窗，彻底通风。
4. 确保房间内没有可以引燃氢气的火源。
5. 等候所有 GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010 SE 的部件降到环境温度（约 1 小时）。
6. 打开 GC 的前门并松开接口的螺母，以便将 MS 内部气压升到大气压。
7. 确认 MS 前门上的旋钮完全松开。
8. 等待氢气完全排空（约 30 分钟）。
9. 在确认“安全注意事项”和“运行注意事项和仪器的运行”中的各个要点后，使用标准启动程序来启动 GC 和 MS。

機台保護措施

【GCMS 開機與關機步驟】

一、開機步驟：

1. 首先打開載送氣體鋼瓶(氮氣)，再打開[GC 和 MS-QP2020]儀器電源。



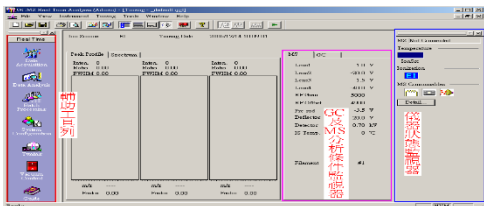
2. 並且打開電腦之電源開關，在桌面上可看見[GCMS Real Time Analysis]捷徑圖示如下，雙擊該圖示以啟動[GCMS Solution]軟體來控制儀器本體。



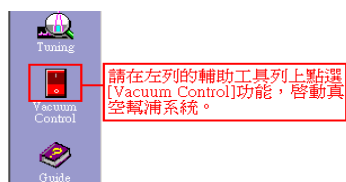
3. 接著畫面上跳出一個使用者登入視窗，系統預設帳號為[Admin]，無密碼，並且按[OK]登入軟體。(如下圖所示)



4. 登入後軟體操作介面如下：

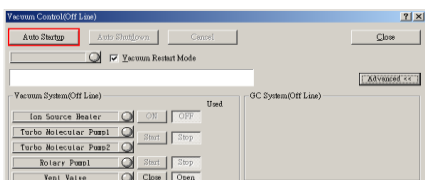


5.點選[Vacuum Control]圖示，進入啟動真空幫浦系統畫面。

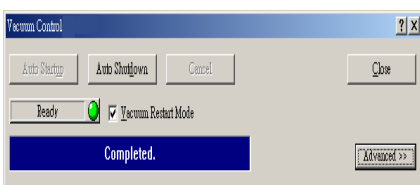


二、啟動真空幫浦：

1.點擊[Auto Startup]啟動真空幫浦系統。



2.待真空系統啟動完成，再按[Close]鍵離開。

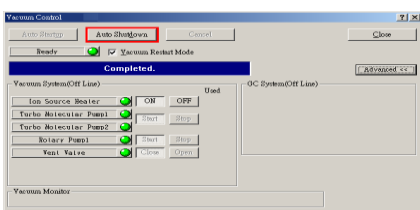


關機步驟-[關閉真空裝置系統]

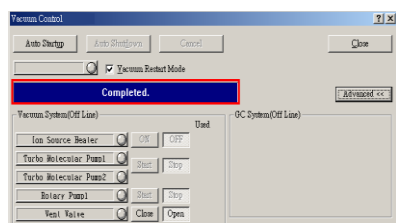
1.開啟[GCMS Real Time Analysis]模式，並且在[Real Time]輔助工具列上按[Vacuum Control]圖示，打開控制畫面。



2.接著在以下畫面中按[Auto Shutdown]鍵，關閉抽真空系統。



3.待畫面中處理進度顯示為[Completed]，再按[Close]鍵離開控制畫面。



4.關閉[GCMS Solution]連線控制軟體，關閉電腦、[MS]裝置及[GC]裝置之電源。

5.最後關閉載氣氣體鋼瓶開關。

注意事項

- 凡送至本中心之待測樣品(sample),若只要測質譜,希望能事先加以純化(purification)。
- 送測樣品:請在申請單上儘量告知所有的資料,例如:溶點(melting point),沸點(boiling point),分子量(MV)範圍。
- GC-MS 之測定,請於送測樣品前,先找出最好的 GC 條件。
- 所需待測樣品之量極少,固態及液態者只需 1 mg 即夠使用,但若可能請多送一些樣品,以便有懷疑時,多做檢定。

六、 附件資料

原廠 manuals 與技術手冊、有用之教材資訊、相關鏈結、…等