

出國報告（出國類別：受訓）

攜帶式 HAPSITE®氣相層析質譜儀進 階分析專班之儀器操作訓練

服務機關：毒災應變諮詢中心

姓名職稱：黃俊溢 隊員

派赴國家：美國紐約州

報告日期：2008/04/22

出國時間：2008/03/24-28

摘要

攜帶式 HAPSITE® (Hazardous Air Pollutants on SITE) 氣相層析質譜儀 (以下簡稱 HAPSITE) 是國內首例引進，環保署中部環境毒災應變隊為提昇緊急應變能量，針對毒化物災害及化武恐怖攻擊時，能立即偵測出現場揮發性有機化合物類 (Volatile Organic Compounds, 以下簡稱 VOCs) 的危害物質。其優點為行動性強，不受地形限制，短時間內能快速分析與數據顯示；在第一時間能有效掌握危害物質名稱與種類，提供指揮官做為災情研析與行動方案擬定之最重要參考依據，以減少災害對現場人員與周遭民眾的生命傷害及財產損失。

HAPSITE®儀器內建的樣品分析模式，主要有(1) Survey 模式及(2)一般分析模式兩類，而一般分析模式可分為 Loop、Tenax (Carbon) Concentrator 及 HSS 三種分析模式，其中 Loop、Tenax (Carbon) Concentrator、HSS 各為 HAPSITE 內不同的熱脫附前處理器元件模式；HSS 為 HAPSITE®搭配頂空前處理系統模式，可現地偵測受污染水源及土壤。故本單位遴派相關人員黃俊溢先生前往美國紐約，參加由 INFICON 公司所舉辦的進階分析專班之儀器操作訓練。

本訓練專班是由 INFICON 公司在 East Syracuse 辦理本項教育訓練。訓練期間為 97 年 03 月 24 日至 97 年 03 月 28 日。

關鍵字：氣相層析儀、質譜儀、緊急應變、濃縮管

目次

摘要.....	2
壹、訓練單位簡介	4
貳、HAPSITE®分析原理	5
參、HAPSITE®儀器系統說明.....	6
肆、HAPSITE®儀器系統操作心得.....	11
伍、感想與結論建議	17
陸、受訓相關照片	17

壹、訓練單位簡介

INFICON 公司主要是做氣體分析、測量和控制提供國際水準的儀器商。將產品提高真空過程和質量在高度專業市場上的 INFICON，是一位主導創新儀器工作的提供者。INFICON 提供專業儀器和軟體，並發展一個寬廣的應用範圍，以滿足顧客的需要。包括的是傳感器綜合化和分析系統，先進的程式控制軟體、質譜儀、殘餘的氣體分析儀、在原處微粒探測器、薄膜證言螢幕和控制器、部份壓力控制器、氮氣和冷卻液氣體洩漏探測器、真空測量儀、真空閥門、配件和引線等，以及最重要 HAPSITE® 攜帶式 GC/MS 主要應用於緊急應變和化學戰劑偵檢。

INFICON 具有國際水準的製造業，目前除了在美國和歐洲設廠外，亦於中國、法國、德國、日本、韓國、新加坡、瑞士、臺灣、英國等地設辦公室。

貳、HAPSITE®分析原理

HAPSITE 技術是基於四極式原理。HAPSITE 是運用氣體層析與質譜兩種分析技術，來分離、鑑定與量測樣品中氣相的有機化合物。VOCs (Volatile Organic Compounds) 被 sample pump 導入儀器內，從加熱的取樣口 (Probe) 進入氣相層析系統，使用氮氣當作載流氣體，讓樣品經過氣體層析儀 (Gas Chromatography)，穿過絕緣獨立的薄膜界面進入到質譜儀，再被高能量的電子 (70eV) 離子化成離子碎片，而通過四極柱的離子碎片因其質量重不同，先後進入偵測器產生訊號，最後由電腦收集訊號再與資料庫比對得知物質名稱。在薄膜部分，它是由 70% 甲基矽膠與 30% 聚碳酸酯組成的元件，位於氣相層析系統與質譜儀之間的界面，只讓有機物成分滲透到質譜，透過這些離子碎片與資料庫做比對，來鑑定可能的化合物。

氣相層析並無法將所有混合之化合物全部分離，同一時間下之一個層析尖峰可能包含兩個、三個或更多個化合物，氣相層析儀是比對未知的化合物與已知標準品的滯留時間，來鑑定未知的化合物。為了更準確的鑑定混合的化合物，氣體再經由質譜儀 (Mass Spectrometer) 做進一步分析。混合許多的化合物進入質譜儀後，會產生非常複雜且非典型的質譜，然而，由於 GC 已將樣品氣體進行大致分離，因此 MS 可精確地定性且定量出個別的化合物，對於未知化合物，可將其圖譜與 NIST (National Institute of Standards and Technology) 資料庫圖譜比對 (包含在 Smart IQ 軟體)，作為定性之依據。

定量則可經由分析已知濃度的標準品，並以目標化合物的濃度與面積值建立檢量線後求得，總而言之，本分析系統是依靠氣相層析尖峰之氣體種類做進一步的定性與定量分析。

參、HAPSITE®儀器系統說明

HAPESITE 儀器詳細規格如下：

- 質譜掃描範圍.....1-300AMU
- 掃描速度.....最大 1000AMU/sec@10 points per AMU
- 電子撞擊游離能量.....70eV
- 真空系統.....15 L/sec 非揮發吸氣劑幫浦
0.2 L/sec 濺射離子幫浦
- 操作環境溫度範圍.....0°C ~ 45°C
- 儀器尺寸（長×寬×高）.....46 × 43 × 18 (cm)
- 儀器重量.....16 kg（不包含電池重）
- 所需電壓.....30 瓦，24V（直流電）
- 載流氣體.....氮氣
- 管柱溫度範圍.....60°C ~ 180°C
- 樣品最大含水率......8%重量百分比
- 樣品 pH 適用範圍......2 - 11
- 樣品的沸點.....< 250°C
- 樣品的含碳數.....C1 ~ C12
- 氣相層析儀管柱.....100% 內膜為甲基矽膠材質
30 m × 0.32 mm 內徑 × 1.0 μm 膜厚
- 選擇離子監測頻道.....10
- 傳輸方式.....連結線
- 載流氣體使用時間.....操作分析狀況下可使用 8 小時/罐
（依使用的分析方法而定）
- 內標準氣體使用時間.....操作分析狀況下可使用 24 小時/罐
（依使用的分析方法而定）
- 電池使用時間.....約 2~3 小時

一. HAPSITE 系統主要包含下列幾個次系統

- 氣相層析儀
- 質譜儀
- 真空系統
- 電子控制系統
- 系統軟體

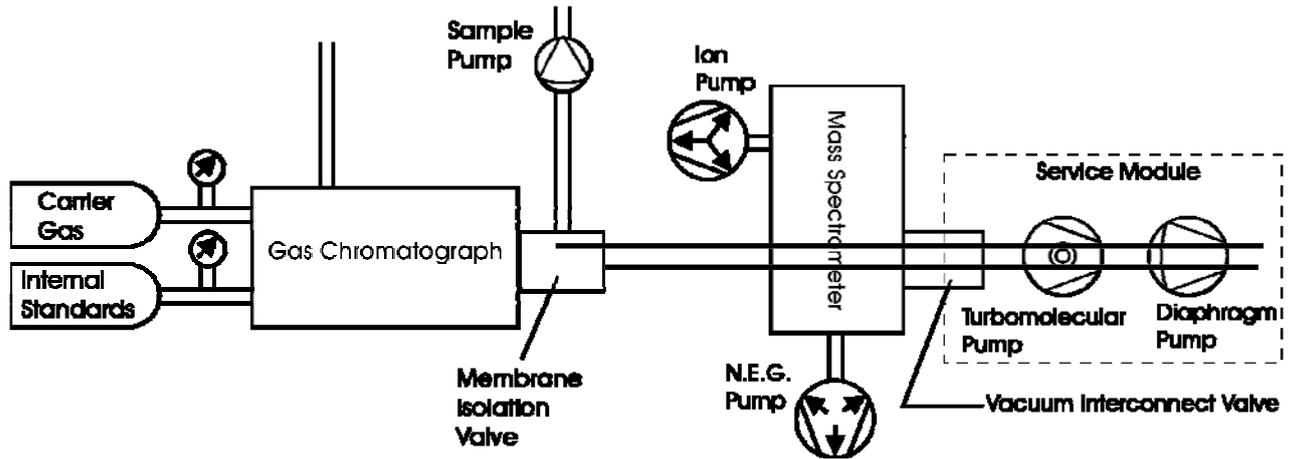


圖 1-1 HAPSITE 系統

(一) 氣相層析儀

HAPSITE 的氣相層析儀使用氮氣當作載流氣體，於分析時，將樣品帶入經過 30m 的管柱到偵測器。氮氣在此為移動相。管柱內膜上有一層薄薄的化學物質，稱為固定相，此化學物質可選擇性附著樣品中之化合物，藉由移動相之化合物與固定相間之相互作用，化合物與固定相相互作用愈小，該化合物越快被沖提出來。HAPSITE 也利用溫度條件已善分離效果，如增高溫可以縮短分析時間，低沸點的化合物在非極性的管柱中較易被沖提出來，許多選擇性的管柱則有其特定用途。

滯留時間 (Retention Time) 意思是指化合物從注射至分析系統後，到被沖提出管柱所停留的時間。假如氣相層析儀的所有分析條件都固定，同一化合物的滯留時間，應該也相同。另外，一個重要的操作條件，HAPSITE 使用內標準品作為質譜儀校準、靈敏度的參考依據。內標準品為兩個揮發性低濃度的有機氣體，在分析樣品時，添加在樣品中一起分析，而內標準品的滯留時間與面積可作為儀器分析之執行成果參照依據。管柱易受溫度影響，所以存放在一個可控制溫度的烘箱中。氣相層析儀有很多項操作參數，包含樣品注射、樣品分析、系統清洗及系統校正等。氣相層析質譜儀的分析過程包含抽取樣品至樣品迴路，然後用載流氣體將樣品從樣品迴路送至保護管柱、再經層析管柱進行分析，此步驟稱為注射。

當載流氣體將樣品帶入保護管柱與層析管柱後，開始執行後段沖提(Back Flush)保護管柱，這是為了為下一次分析做事先準備，而這個動作會持續進行到

下一次取樣。層析管柱出口為一個薄膜隔離閥，這層膜為一種特殊的材質，可幫助傳送有機化合物進入質譜儀，並可有效阻隔無機氣體（例如氮氣）。當薄膜隔離閥開啓時，適當的氣體可以進入質譜儀進行分析，質譜儀維持在真空狀態。此薄膜易受溫度影響，所以必須存放於能控制溫度的區域。注意：在 Survey 分析模式中，空氣樣品經由幫浦直接通過此閥件(薄膜隔離閥)進入質譜儀。

(二) 質譜儀

質譜儀包含三個物件：離子化室、質量篩選器、離子偵測器。這些都是在真空管柱系統中，還包含入口、兩個真空幫浦、一部份的真空連結閥，如圖 1-2 為質譜儀三個主要次系統的示意圖。

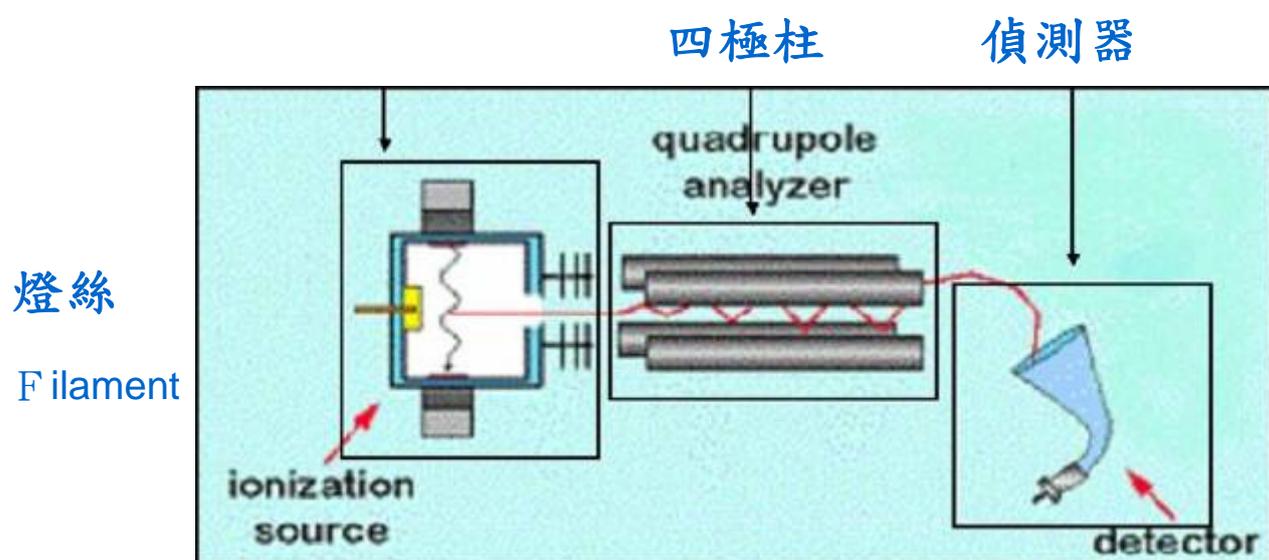


圖 1-2 質譜儀三個主要次系統

樣品經層析管柱出口通過薄膜隔離閥後進入離子化室，離子化室的鎢絲加熱產生游離電子，以電子撞擊氣體分子，使失去一個電子，在離開離子化室時為帶正電荷離子，此過程稱為離子化。其它氣相分子碎裂成更小分子或某些小分子也離子化，真空幫浦系統將剩下的氣體蒸氣抽離離子室。

質量篩選器（或稱質量過濾器）為四支圓柱型的四極柱所組成，以四方型之對角線形成雙曲線之排列，四極柱的中央形成一個靜電場。其中相對的電極棒以電線連接，將直流電壓(DC)與射頻電壓(RF)通入其上。Y 軸方向的一對電極所加入之直流電壓為負電；X 軸方向的一對電極所加入之直流電壓為正電，且射頻電壓與 Y 軸的相位相差 180 度。這些直流電壓為正電，且射頻電壓所形成的電場使得離子在其中產生一定規則之振動軌跡，在某一固定的施加電位下，只有某一個質荷比(m/e)的離子呈穩定振動並通過四極柱而到達偵測器並被偵測到，其他質荷比之離子則因軌道振幅越來越大而撞擊到四極柱上而被中和。從質量篩選器產生的離子將導入偵測器內，這個偵測器的感測元件為電子倍增管，電子倍增管對於

瀑布似地落下到此的個別離子，會產生更多離子的反應。而從離子篩選器對每一個新興的離子產生小碎片電子束反應，這些來自電子倍增管的訊號連接到真空系統外的電子放大器和數據處理系統上。

爲了有效的偵測氣體混合物，可調整 RF 與 DC 的電壓，而使不同質量的離子通過質量篩選器到質譜儀而被偵測到。質譜掃描到範圍爲 1~300AMU，每一點都重複進行偵測之結果。HAPSITE 的分析結果之鑑定方式，是將分析質譜與資料庫的質譜比對，而鑑定出可能的化合物物質，質譜儀可保持特定質量或設定質量，此方式的操作，稱之爲選擇離子監測，其可能有很高靈敏的偵測或一些已經鑑定的化合物。

(三) 真空系統

質譜儀需要真空條件下操作，理由如下：

- 離子需從離子化室經過四極柱到沒有其它分子存在的電子倍增管。（因爲這可能會變更它們的軌道和電荷）
- 氣體樣品分析時，必需沒有其它未知的氣體干擾。
- 離子化室的燈絲加熱產生游離電子，若在常壓下操作，容易氧化。

最初的真空度由輔助模組(Service Module)內的渦輪分子真空幫浦與薄膜真空幫浦維持，當真空度到達要求，可將 HAPSITE 內的幫浦啓動，HAPSITE 與輔助模組相連接的真空界面閥將關閉，且分開兩台儀器。直到更換 HAPSITE 內的 NEG 幫浦，才需要使用到輔助模組。

在 HAPSITE 內有兩個真空幫浦持續在提供儀器所需的真空度，一個爲非揮發吸氣劑幫浦(non-evaporate getter (NEG)pump，以下簡稱 NEG 幫浦)與射離子幫浦。NEG 幫浦係利用活性高的金屬(鋯)與氣體分子作用，形成穩定的固體化合物，藉此降低氣體分子之數目。

NEG 幫浦超過使用壽命，內部的圓盤物將逐漸燒結，變成氣體分子過飽和且抽真空的速度下降，儀器顯示真空度不足的警訊時，幫浦就必需更換。NEG 幫浦可以有效的移除活性氣體，但是不能移除稀有氣體。濺射離子幫浦能移除累積在質譜儀內的氫、氦、氮、氬、氙等氣體，否則這些氣體會干擾分析。

在輔助模組內的渦輪分子真空幫浦，是一個複合型幫浦，渦輪分子幫浦在低壓時高轉速，分子幫浦在高壓下能提供較好的壓縮，但是這幫浦不能將氣室內的氣體抽出，所以還需要另一個隔膜式粗抽的幫浦。

隔膜幫浦是由一系列的 4 個階段組成，隔膜幫浦從化合物幫浦的尾氣抽排和充分將尾氣壓縮並排到大氣中。

(四) 電子控制系統

HAPSITE 電子控制系統包含：

- 質譜儀電子控制系統

質譜儀電子控制系統包含在質量篩選器的直流電壓(DC)與射頻電壓(RF)的電源供應，燈絲、電子倍增管、濺射離子幫浦使用直流電，和電子倍增管將訊號從類比至數位轉換器。

- 氣相層析儀電子控制系統
氣相層析儀電子控制系統包含控制電磁閥、烘箱、注射口的加熱線及所有氣相層析儀的閥與加熱裝置所需的電力。
- 處理器
硬碟支撐主要的處理器，放置於儀器的中心。處理器在系統內接受各方的數據，並且控制全部其它電子附屬組件，平日可同時管理與操作方法。
- 介面
HAPSITE 有機個輸出與輸入裝置，包含前面面板的按鍵與螢幕，軟碟機、連結線、手動控制單位、電源、與連接輔助模組(SM)及頂空採樣系統等。

(五) 系統軟體

HAPSITE 操作，可區分為兩個部分，包含控制及分析數據處理。軟體的控制可由鍵盤與其它介面輸入指令、操作、控制所有的系統。分析軟體可將分析後的質譜圖與資料庫作比對、鑑定後，將比對結果顯示於面板上。從儀器控制面板上可以修改一小部份的方法參數，但若是想做更進一步的細部編輯或建立一個新的方法，就必須透過 HAPSITE 軟體（連接個人電腦）來執行。

HAPSITE 應用軟體為 Smart IQ，可以 Windows® XP 和 Windows® 2000 平台下使用。透過 Smart IQ 軟體要進行方法的編輯及修改，必須在 HAPSITE 可正常操作下進行，包含看分析數據、分析結果與列印結果等。個人電腦可使用連結線連線 HAPSITE，可從 HAPSITE 將資料下載至個人電腦，或將修改的方法更新上傳到 HAPSITE。

肆、HAPSITE®儀器系統操作心得

此次受訓為前往美國紐約洲之 East Syracuse 的 INFICON 公司進行為期 4 天之進階分析課程。受訓第一天所有受訓人員 2 人為一組操作一台 HAPSITE，上午主要介紹儀器的構成及裝置，和設備的組裝流程及步驟，完成組裝後，接著進行空白試驗，並了解其主要空白試驗所出現的 3 Peaks，分別為 Air 與其內標準品氣體為溴五氟苯(BPFB) 50ppm，及擬似標準品 1,3,5-三氟苯 (TRIS) 100ppm 兩個有機化合物，以 1：10 的比率進入氣相層析系統，能提供感應因子 (RRF) 和與待測化合物濃度估算。定性部分，內建 147,000 種化學物質可直接辨識及進行一步搜尋其物性、化性以及對生物造成的毒性等資訊，當樣品的質量離子與 NIST

(National Institute of Standards and Technology) 資料庫的比對，可得 SI 值 (相似度)，當 SI 值 ≥ 700 (SI 總值為 1000) 則為可接受值；定量部分，則可由內建檢量曲線進行全定量或與內標準品比較進行半定量。

接著介紹這台 HAPSITE 所內建的分析模式，HAPISTE 內建樣品分析模式，主要有 (1) Survey 模式及 (2) 一般分析模式兩類，在一般分析模式又可分為 Loop、Tenax (Carbon) Concentrator 及 HSS 三種分析模式。以下為講師介紹內建樣品分析模式的詳細說明：

➤ Survey 模式

Survey 模式為快速定性 (約 2 分鐘) 及連續取樣操作，對於毒化災的緊急事故中，能夠快速得知物質名稱，其建議待測樣品濃度適用在 10ppm 以上。樣品從加熱的取樣口 (Probe) 進入 HAPSITE 的流程為，當 sample pump 直接將樣品導入後，通過薄膜閥直接導入質譜儀分析。

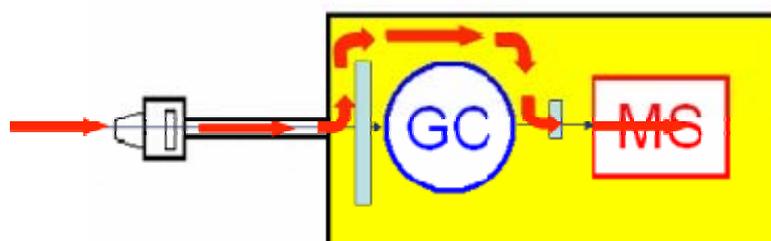


圖 1-3 Survey 模式的流程圖

➤ GC/MS 一般分析模式

一般分析模式可分為 Loop、Tenax (Carbon) Concentrator 及 HSS 三種分析模式。三分析模式中其進樣方式不同，但進入 HAPISTE 後分析過程是相同的。氣體樣品從加熱的取樣口 (Probe)；而水、土樣品經頂寫前處理系統處理後，由 sample pump 導入儀器內經過熱脫附前處理器元件，再由攜帶氣體將樣品帶往保護管柱，當樣品已經通過保護管柱後，帶氣體將樣品導入層析管柱，最後樣品經過層析管柱而分離後進入質譜儀內。一般分析所需的時間分別有 15 分鐘和 25 分鐘兩種形式。

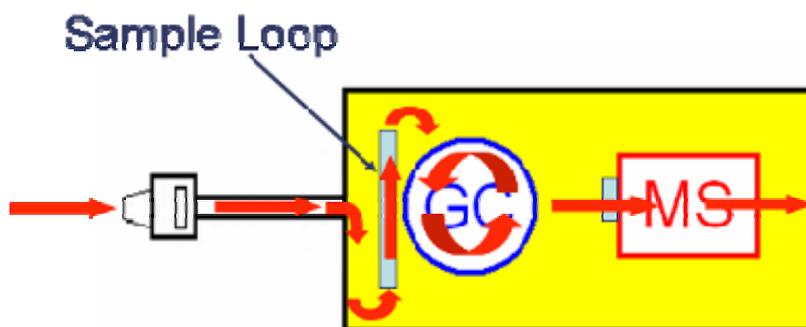


圖 1-4 Loop、Tenax (Carbon) Concentrator 及 HSS 模式的流程圖

接著介紹以上兩種模式中的分析方法，在 HAPSITE 針對不同偵測需求，設計有機種不同的分析模式，其中包含使用 GC/MS 進行分析之 Loop 模式、或只使用質譜儀進行偵測之 Survey 模式等。若再搭配其它配件進行分析，可提昇 HAPSITE 的分析能力，其配件包含濃縮管(Tenax Concentrator)、頂空取樣系統(Headspace System HSS)、吹氣捕捉設備等。

首先為靈敏度的介紹，HAPSITE 的靈敏度將視儀器搭配的前處理裝置，及採樣分析方式不同而有所差異。Survey 模式(以質譜儀直接進行偵測)的偵測範圍至少大於 10 ppm(百萬分之一)。Sample Loop 模式(採樣後，以 GC/MS 進行分析)可偵測的 VOC 濃度範圍大約介於低 ppm 至高 ppb(十億分之一)之間；若將 Loop 換成 Tenax 濃縮管做為樣品分析前處理器，可偵測的範圍大約介於低 ppb 至高 ppt(一兆分之一)之間。使用頂空取樣系統(可分析水土樣中的 VOC)搭配 Sample Loop 模式進行分析，可偵測的範圍約在 5~10 ppb 之間；若將 Loop 換成 Tenax 濃縮管，偵測下限可降至更低。

➤ Survey 模式之分析方法

Survey 分析方法適用於，在偵測現場立即對揮發性有機化合物進行快速檢測及初步鑑定可能的污染物質。樣品的分析流程，為樣品從取樣(Probe)進樣後，不經氣相層析儀，立即送至質譜儀進行偵測，可快速得到分析結果。Survey 模式的樣品採集分析方式稱為 MIMS(膜介面質譜儀，Membrane Interface Mass Spectrometry)。Survey 模式能夠快速的得知分析結果，是因為樣品直接進入質譜儀分析，並沒有經過氣相層析儀的層析管柱進行分離。

Survey 模式可藉由主離子或總離子層析圖之結果，比對 AMDIS 或 NIST 資料庫，作初步的定性鑑定。在 Survey 模式中，當開始分析時，偵測結果是以 TIC 表示，並可於 HAPSITE 儀器面板上即時看到分析時間與積分面積。此模式可選擇用選擇特定離子(SIM)或全掃描(Full Scan)方式進行偵測。在全掃描方式下，偵測極限大約為 10 ppm 或更高；若用 SIM 方式，偵測極限會比全掃描方式更低。不同的化合物偵測極限也會有所差異，在使用 Survey 模式進行採樣分析前，須

先對環境背景值進行一分鐘採樣分析，以確保沒有 VOC 殘留於管路。於採樣分析時，若 TIC 值小於 5,000,000，則建議採樣時間為 1 分鐘。但若 TIC 值大於 5,000,000，建議採樣時間為 15 秒，且在要分析下一個樣品之前，需先讓 TIC 值降回至基線，才能繼續進行分析工作。假使採樣時 TIC 值立即超過 10,000,000，則需立即將取樣器移開污染源，或停止採樣分析，在 TIC 降回背景值之前，不可再進行分析。

➤ GC/MS 模式之分析方法

GC/MS 分析方法用於鑑定揮發性有機化合物是一個可靠的方法。樣品由取樣器或其它採樣設備進樣後，通過氣相層析儀，樣品會依沸點高低將 VOC 混合物而分離，以利最後至質譜儀進行偵測。混合物可透過滯留時間與質譜圖作為鑑定可能的物質之參考依據。

GC/MS 分析方法之鑑定，是透過質譜圖中主要目標離子或分析結果之總離子圖，比對 AMDIS 與 NIST 資料庫作判斷。此模式可選擇用 SIM(選擇特定離子)或 Full Scan(全掃描)方式進行偵測。Loop 模式使用全掃描方式進行偵測，其可偵測的 VOC 濃度範圍大約介於低 ppm 至高 ppb 之間；Tenax 模式使用全掃描方式進行偵測，其可偵測的 VOC 濃度範圍大約介於 ppb 至高 ppt 之間。相較於全掃描方式，不管是用 Loop 或 Tenax 模式進行偵測，選擇特定離子(SIM)的方式進行偵測，靈敏度大小取決於化合物和取樣系統，以上所述為一般指引。

第一天的最後課程再以實例來做試驗，利用白板筆分別做 Survey 與 GC/MS 的試驗，再加以比較兩著圖譜的差異，並藉由二個（NIST、AMDIS）質譜資料庫有三種（Automatic NIST Search、Manual NIST Search、AMDIS Search）的搜尋比對方式，來說明三種比對方式的差異性。

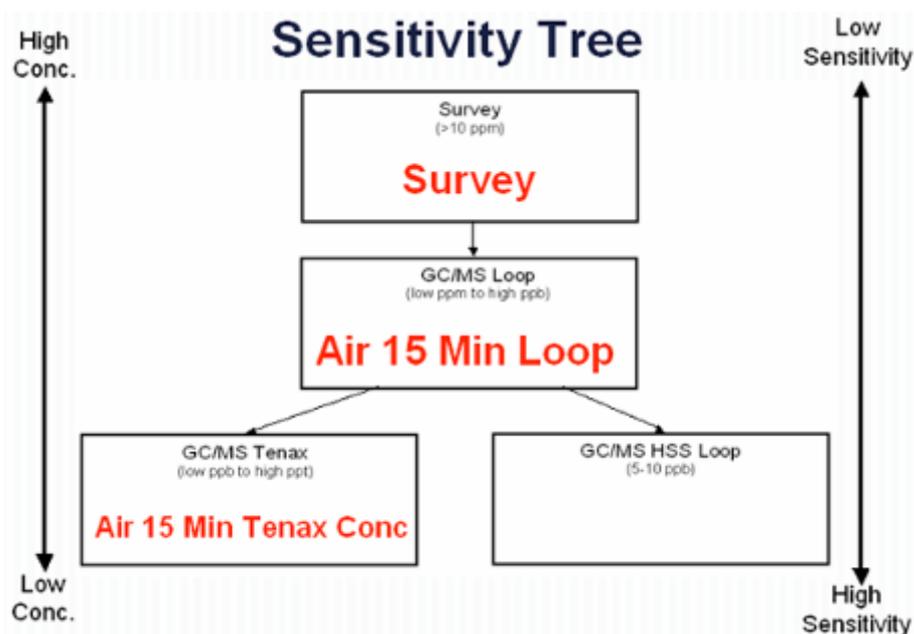


圖 1-5 各分析模式可偵測之濃度範圍

第二天上午的課程中介紹自動調機(AutoTune)及手動調機(Manual Tune)，主要是爲了確保質譜儀(MS)性能要求，在開機時和連續操作 8 小時之後就進行檢查確認，這個確認 MS 性能的過程稱之爲調機(Tune)。自動調機(AutoTune)程式可完成系統設定、調整全部參數的調機(Tune)，或者使用者自行設定參數的手動調機(Manual Tune)。

這個調機決定了質譜儀產出質譜圖的品質。高品質的光譜圖是來自國家標準與技術研究院(NIST)資料庫裏的參考光譜相似度高的索引，或者自動化重疊合成法(deconvolution)，來定量相連結之質譜峰。和鑑定軟體(ADMIS)資料庫去提高的 NET 相似度，調機的檔案包括控制質譜儀參數，並且連結數據獲取的分析方法。其中自動調機(Autotune)程式有兩種版本：快速(Short)和全期(Long)，其中快速調機(Short Autotune)是 HAPSITE 每日維護的調機、系統開啓開啓的調機，或者在連續操作 8 小時之後的調機都會自動執行的 Tune。

PS：INFICON 講師建議以快速調機(Short Autotune)爲主要技巧。

接著介紹分析方法的編輯，因爲目前 HAPSITE 所內建預設的分析方法檔案是用於事故現場的未知危害物定性，HAPSITE 分析方法的檔案預設掃描範圍從 45 到 300AMU，並且在分析後會產生數據檔案，其中儀器能檢測的化合物包括已知(目標)，但也可能包含未知。當未知化合物可使用 NIST 資料庫搜尋進行試驗的定性和近似的定量分析結果。因此在今天的課程主要在介紹，假設不使用內建的方法去做分析，如何建立一個新的 HAPSITE 分析方法，以符合我們自己的需求來做檢測，在分析方法的編輯中，其中包含了描述設定頁(Description page)、起始設定頁(Startup page)、注射器設定頁(Inlet page)、調機設定頁(Tune page)、全掃描設定頁(Full Scan page)、搜尋設定頁(Search page)、數據設定頁(Data page)、總括設定頁(Summary page)。

在每一項次的設定，都有相當重要的參數條件，因此在建立不同的分析方法的同時，必需要有完整的觀念，就以 SIM 分析方法中，即是僅針對樣品中的特一(或目標)化合物進行全定性和定量分析，這分析型式是用於需要最高靈敏(最低量的偵測濃度)，和已知化合物分析，其包括儀器可量測的一個或多個特一化合物。

下午課程介紹有關樣品迴路管(Sample Loop)與濃縮管(Tenax Concentrator)的拆裝、以及建立定量分析物，首先先介紹樣品迴路管(Sample Loop)是用於偵測低 ppm 至高 ppb 濃度範圍的化學物貨；而濃縮管(Tenax Concentrator)用於偵測低 ppb 至高 ppt 濃度範圍的化學物質，在更換濃縮管外蓋有 2 個金屬接點與濃縮連接，若連接位置太過靠近，安裝外蓋時可能會壓破濃縮管；若分的太開，則無法與濃縮管連接，並且在更換的同時，其肘管接頭及螺帽可能會燙手，視狀況在操作前先冷卻肘管接頭及螺帽。

定量分析是建立一目標化合物檢量線方法之資料庫的程序，將分析樣品轉換爲目標化合物響應的濃度結果。建立定量分析物的程序方法包括下列步驟：

1. 準備標準品或多個濃縮的標準品。
2. 化合物配製成一種或多種的濃度範圍，收集具代表性的數據檔案。
3. 鑑定化合物並建立目標化合物的資料庫。
4. 檢量線的資料庫。
5. 收集目標化合物處理未知的樣品。

透過定量分析物的程序再由 HAPSITE 發展的方法來收集標準品的數據，這種方法必須滿足應用層析分析學的性能需求，例如停留時間、化合物分離、靈敏度等等，此時資料庫是在這種定量方法裡的關鍵組件。另外在上課的同時，有詢問講師，是否可以提供目前 INFICON 公司自行製作的檢量線給我們將來的設備儀器使用，講師的回答為：因為每一台設備的儀器，在參數上都有些許的差異，因此檢量線的製作，都必需在每一台儀器設備上製作。

第三、四天的課程中，首先介紹頂空取樣系統 HAPSITE 攜帶式氣相層析質譜儀的附屬儀器，可用來檢測各式各樣的固體和液體物質，包括土壤和水質，將頂空取樣系統與 HAPSITE 結合，頂空取樣系統安裝提供現場執行壤及水質定量和定性的分析結果。HAPSITE 是設計用來分析空氣中的揮發性化合物，所以樣品必需導入氣相中，頂空取樣系統技術包含在已知的溫度下加熱裝在樣本瓶中，土壤或水質樣品，加熱使樣品中揮發性化合物分開及累積在樣品上的頂空中。在足夠的加熱平衡時間後，將部分的頂空樣品(現在包含從樣品中的揮發性化合物)，將導入 HAPSITE 當作氣體樣品。

未知化合物可使用國家標準與技術研究院(NIST)質譜資料庫進行試驗鑑定，而已知化合物則可使用建立的檢量曲線進行定量。這和使用 HAPSITE 的氣相層析質譜儀分析空氣樣品一樣，其頂空取樣系統設備的功能是將待測物分成樣品和頂空後，再傳輸頂空的目標物到 HAPSITE 進行分析，一開始是使用氮氣體，氮氣的來源可由氣體或外接，氮氣會經過活性炭過濾去除一些有機物，其在設備內的壓力和流速是由兩個壓力所控制，關斷閥、可變節流孔閥和固定限流器，所有的閥門操作都是利用軟體來控制。

當樣品開始傳輸到 HAPSITE 時，有個流量直接從漏入樣品液面下的取樣針孔，增加壓力到頂空空間，將頂空空間的氣體推向加熱的傳輸線，再傳送到 HAPSITE，HAPSITE 的樣品幫浦也會運作，確保通過系統流速和壓力能夠正確。分析結束後，吹氣系統的提示對話視窗，將會在軟體上直接出現，此時將取樣針後之前分析的樣品中拉起，並以乾淨的擦紙清理取樣針，再將取樣針放入預放在樣品槽內的空瓶中，最後再按 RUN，乾淨的氮氣將會經過取樣針、加熱的傳輸線和 HAPSITE 內樣品管件，去除之前分析樣品的殘留物和水氣，同時在吹氣迴路時，三通閥會轉換，以確保旁道線路也進行吹氣，這時取樣幫浦將持續進運行，最後再利用實際 Sample 做試驗，以實際操作的經驗，會比理論的經驗來的好。

在下午的課程中，主要是講解一些故障排除的要領及步驟，第一個講的是污染，在 HAPSITE 的污染定義為不想要的物或化合物進入單元，包含從水、高揮

發性有機化合物或液體等任何物質。記住 HAPSITE 以”乾淨的新零件”要偵測出微量的污染是沒有問題的，因此可藉由清理零件及升高加熱區溫度方式，將大部分的污染物從系統排除，假如污染非常嚴重，則可能要更換質譜儀和氣相層析儀的主系統零件，其中受污染的徵兆主要是在質譜當中有很高的水或碳水化合物背景值，在層析圖中的 TIC 有很高的基線，或是壓力高於正常壓力，在離子源 (Ion Source)或 NEG 幫浦的污染將會在這些混合物加熱時被排除，因此大部分的污染都可利用加熱去除。

還有 NEG 幫浦的故障排除，NEG 幫浦的使用壽命大約為 150 小時，假如 NEG 幫浦已經 70 小時或更少時，應考慮進行烘烤(bakeout，以前稱作再活 Reactivation 來延伸 NEG 幫浦的壽命，可進入 Properties 選項的 NEG Status 索引來確認 NEG 幫浦使用時效。

最後在課程結束前，講師帶領我們到 HAPSITE 的生產線參觀，介紹 HAPSITE 的組裝流程、測試流程等，才結束為期四天的受訓行程。

伍、感想與結論建議

1. 本次出國受訓前，環保署仍未增撥 Portable GC/MS，因此沒有機會針對此台儀器的操作介面、操作方式有練習時間，建議爾後是否能於儀器撥交後，才同步進行國外教育訓練，至少有使用過儀器，才知道問題點在那裡，相信在受訓的成效上有所不同。
2. 此次受訓中見識到南部應變隊，針對專業與基礎原理之執著認定，並對講師提出相當多的疑問與見解，且對於原理定義與技術方法皆相當重視，並仔細思考探究每一個細節步驟，其所代表的意義與用途，以學術研究的精神來從事每項作業，這是所有主管與隊員所應學習的。
3. 今年度環保署增撥此台設備時，應儘快讓所有隊員及主管學會儀器操作，因 HAPSITE 在毒化災事故及化學恐怖攻擊時，能夠攜帶前往災害現場，立即進行約 2 分鐘定性分析，在對不明事故物質時，能充分揮發質譜儀的定性能力，這是一般直讀式儀器及 FTIR 儀器所不能提供的功能。
4. 一般直讀式偵測器通常其偵測範圍較窄，且選擇性較低；而 FTIR 儀器雖能偵測物質種類較多，但由於易受水氣的干擾及同時多種物質分析時光譜重疊之影響，造成光譜圖判斷上的困難性。HAPSITE 因內有層析管柱，能先將多種混合物先依其特性或沸點不同進行分離，分離後再進入質譜儀，可得待測化合物之定性、定量和半定量分析數據，在事故現場能立即發揮其功能，使災害的損害降至最低。

陸、受訓相關照片



HAPSITE 部份基本裝置



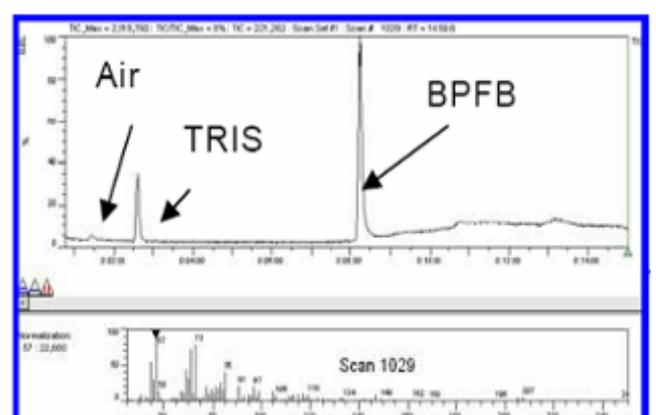
上課前的課程安排講解及 HAPSITE 配件介紹



電池及氣體罐安裝位置



操作介面及面板控制鈕



空白試驗出現的 3 Peaks



利用白板筆做 GC/MS 15 min Loop 方法試驗



利用 Sample 做 GC/MS 15 min Loop 方法



頂空取樣系統(Headspace System HSS)



濃縮管(Tenax Concentrator)



HAPSITE 正確的採樣方式



HAPSITE 錯誤的採樣方式



受訓人員與講師合影



INFICON 公司受訓場址