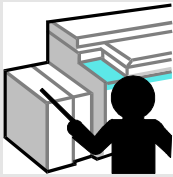


HP 5973 MSD
HP 6890 系列 GC

简明参考手册

了解您的系统

MSD系统指导



通过使用在线指导使您了解所使用的MSD系统的一些基本知识。

在线帮助

通过使用在线帮助，可以帮助您了解有关仪器控制、数据采集、数据分析、使用方式、顺序、调谐等内容，以及如何使用系统命令和变量。同时，为了有助于您诊断出现的问题，在线帮助中也加入了MSD故障排除方面的内容。

HP 5973 MSD 硬件指南

通过本书使您了解如何使用及维修HP 5973 MSD的硬件。

使用和编写宏

使用本书来创建宏，进行自定义化学工作站并使其自动化。

HP 6890 系列 GC 操作

通过本书使您了解如何操作HP 6890系列GC

HP 6890 系列 GC 的维护和维修手册

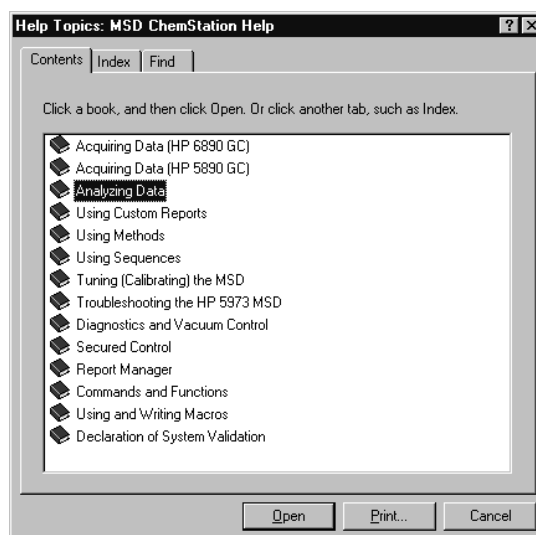
通过本书使您了解如何维护您的GC，其中包含了故障排除来帮助您诊断分析所出现的问题。

使用在线帮助

若要获得在线帮助，您只需从任意一个窗口的帮助菜单，或是在任意一个对话框中单击Help按钮，从中选择Contents项即可。

当跳转到其中一个帮助主题后，它将被显示于另一个帮助窗口，若要跳转回帮助主题列表，请单击这个窗口的Contents按钮。

选项	作用
Contents	显示帮助主题列表（如右图所示）
Index	使用关键字为一个特殊主题检索帮助索引。
Find	键入一个单词或短语，随后即可显示出所有在线帮助中含有这个单词或短语的主题列表。
Open	打开选中的书或帮助主题。当您选中了任意一本书或选中了一本早已打开的书时，这个按钮将变为Close。
Print	打印选中的书或帮助主题。如果您所选中的是一本书，那么包含在这本书中的所有帮助主题均将被打印出来；如果要打印其中的某一项，只需用鼠标右键选中它，并从菜单中选择打印即可。
Cancel	关闭帮助主题窗口。



帮助图标



表示此书中包含许多帮助主题。若要打开这本书，只需用鼠标双击它或者选中它后再单击Open按钮均可。

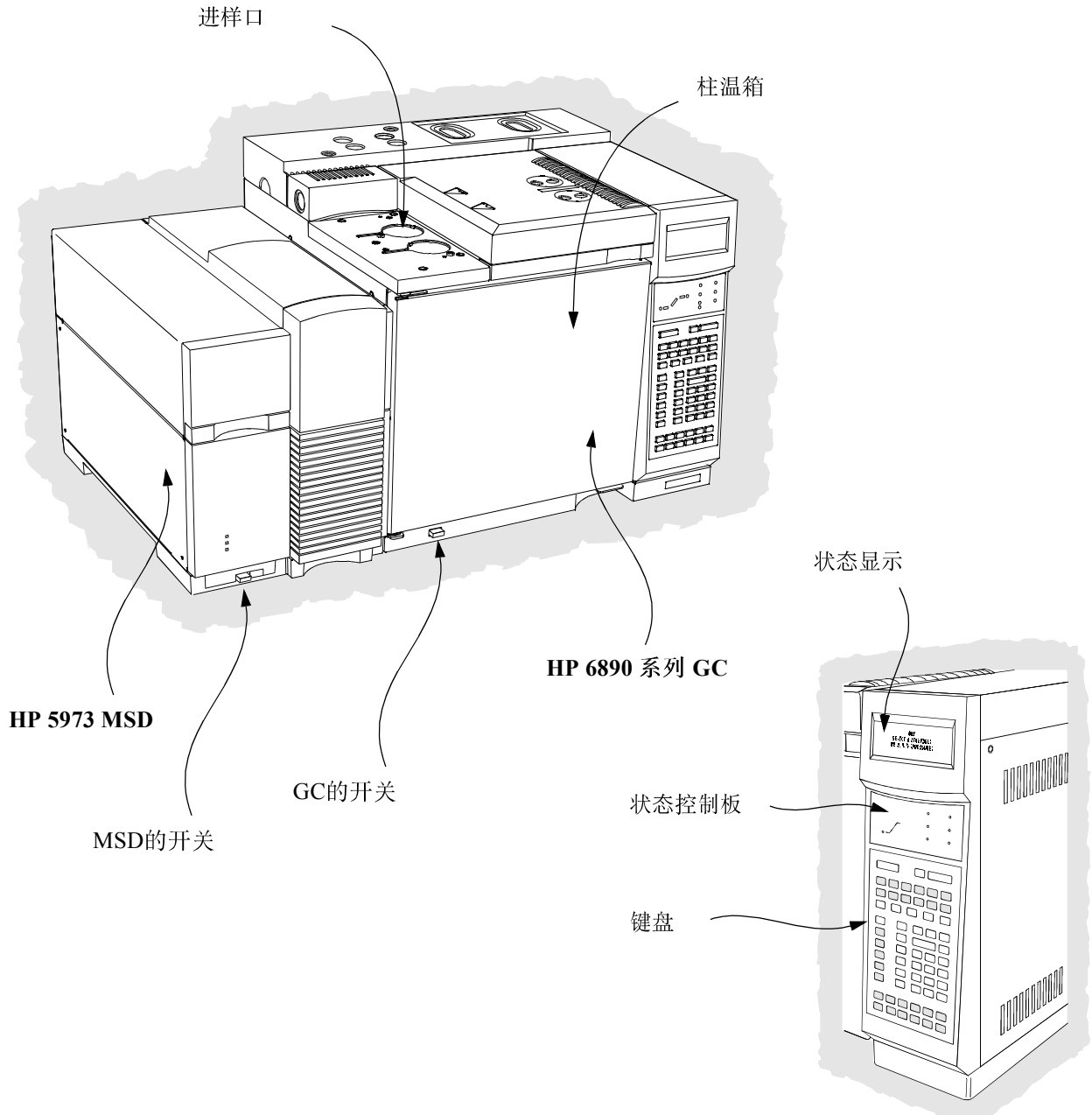


表示此书中包含许多帮助主题并且正被打开使用。如果要关闭这本书，只需用鼠标双击它或者选中它后再单击Close按钮均可。

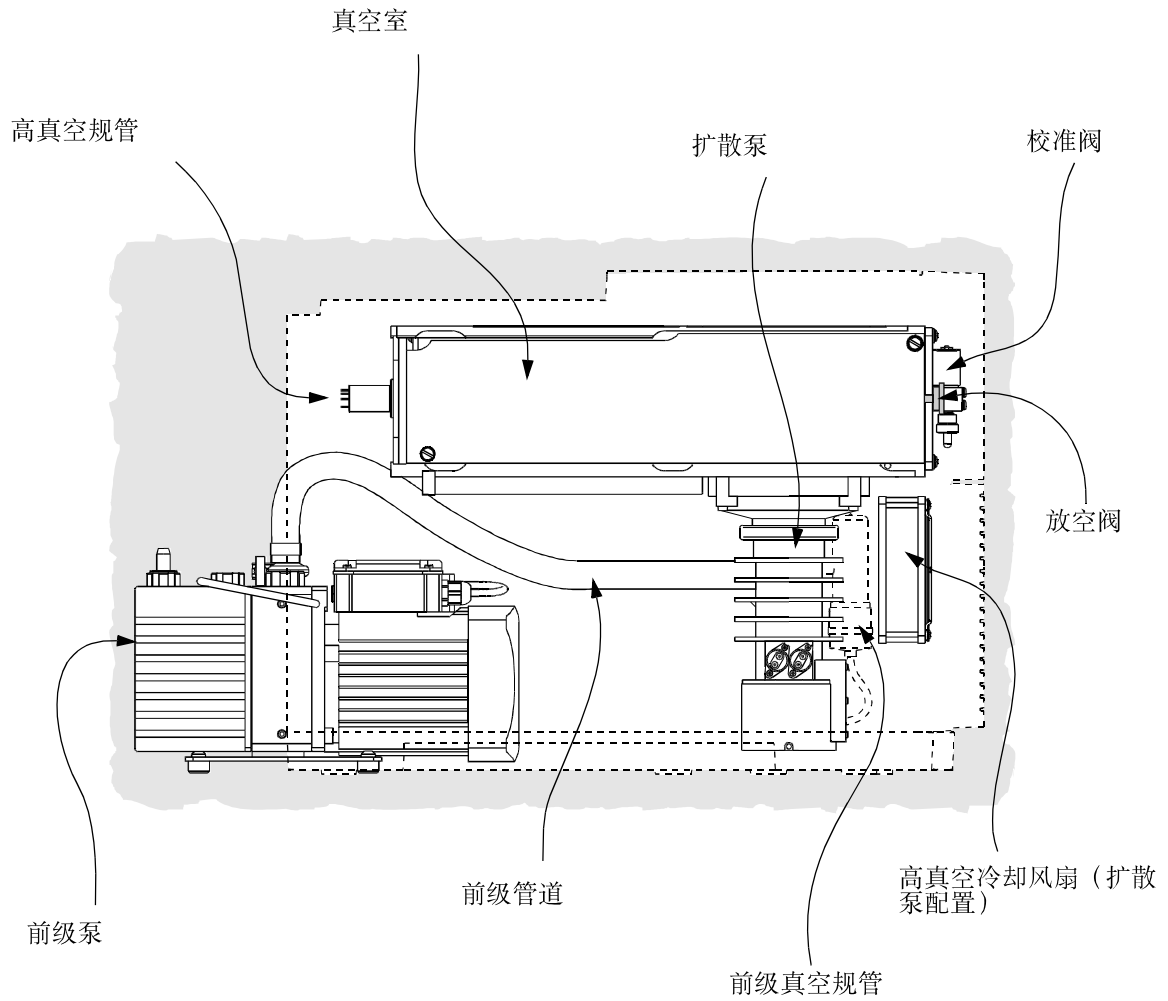


表示一个帮助主题。若要进入这个帮助主题，只需用鼠标双击它或者选中它后再单击Open按钮均可。

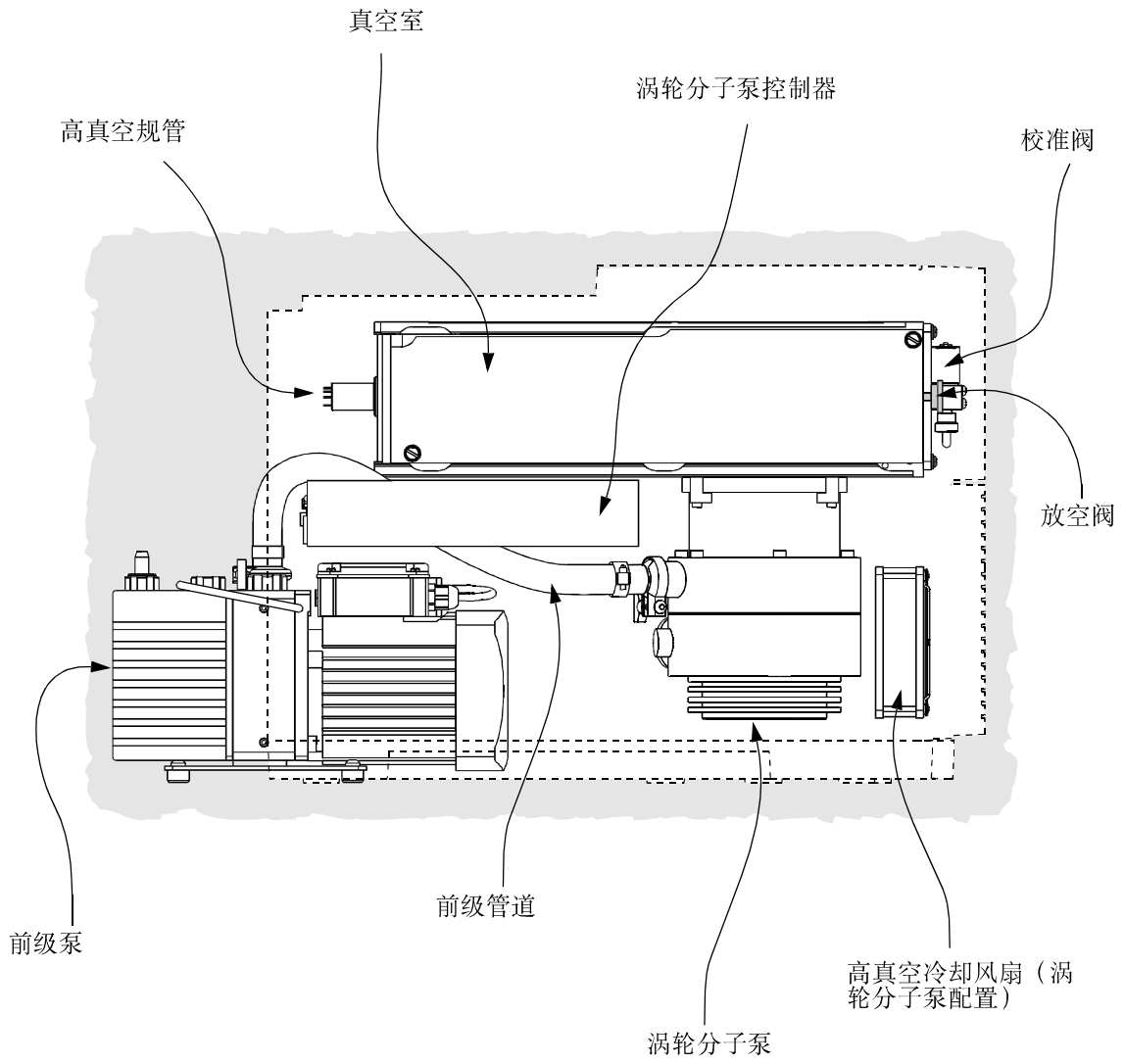
配有HP 6890 系列 GC 的 HP 5973 MSD



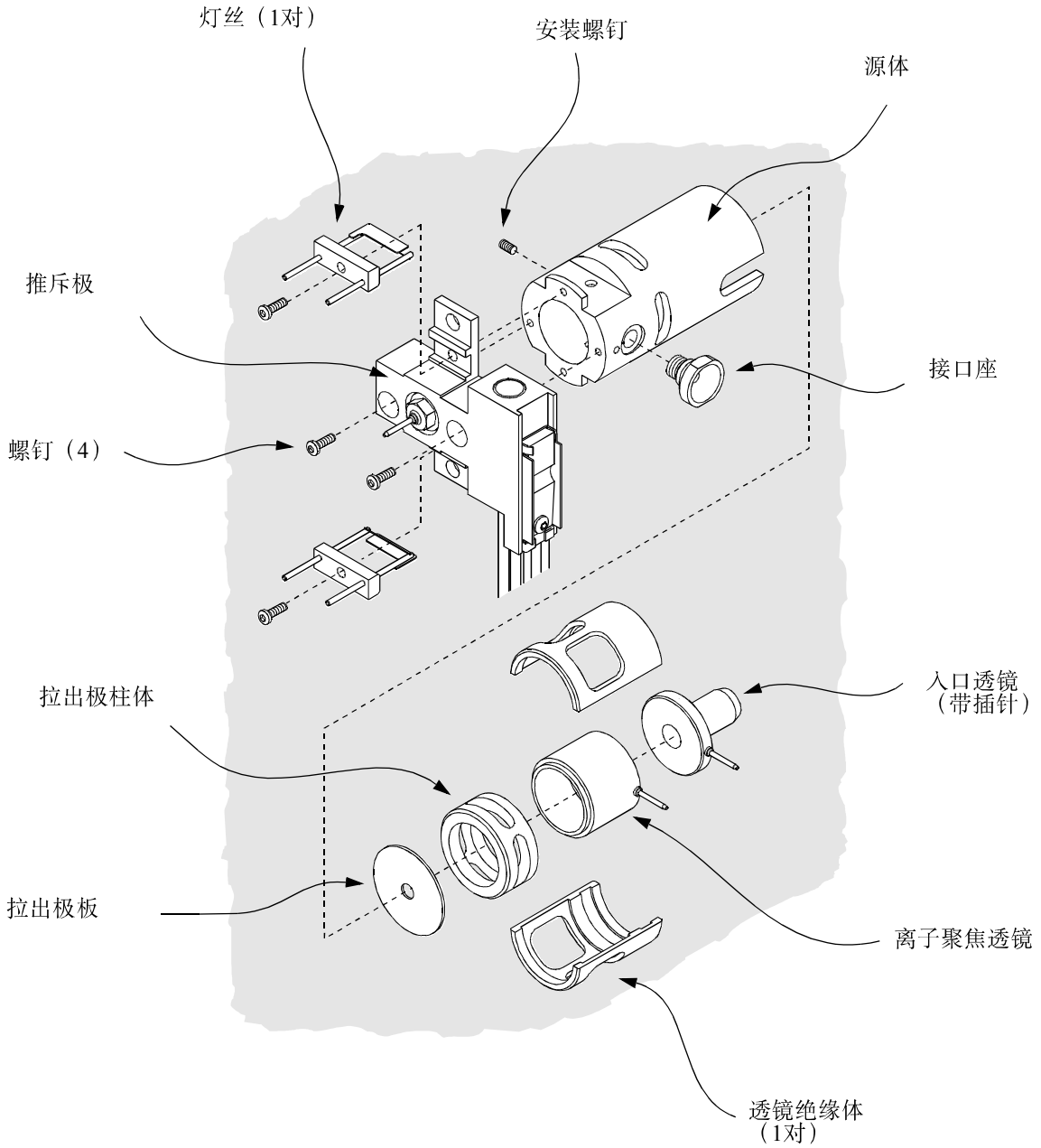
MSD真空系统 -- 扩散泵



MSD真空系统 -- 涡轮分子泵



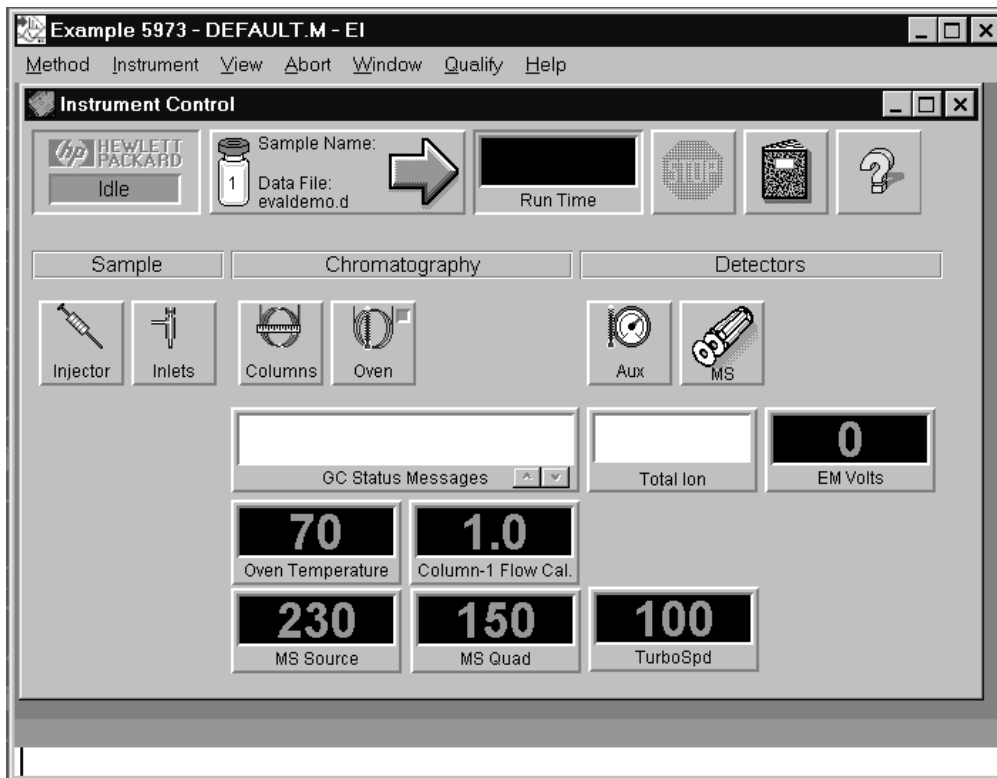
MSD离子源



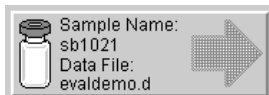
仪器控制视窗

当您开启MSD化学工作站时，将显示仪器控制视窗，通过它您可以设置和监控仪器参数。当您准备启动系统来采集数据时，如果您处于别的视窗，请选择**View/Instrument Control**选项。

要获得更详尽的细节，您可通过所应用软件的菜单、按钮或窗口来查看在线帮助。



采集状态： 使您很容易看到当前仪器的状态或者启动运行仪器（如果能）



开始按钮： 用于开始运行。当没有开始运行时，箭头为绿色，如果要运行它，单击这个绿色箭头，并填入样品信息，然后再单击**Start Run**即可；如果有程序运行，则箭头为灰色。

本按钮同时也显示当前数据文件名、样品信息，以及瓶号（若无ALS，则为1）。



运行时钟：如果正在运行，该时钟显示从运行开始到目前为止的运行时间，在数字式时钟下面显示的是预先设定的运行时间。如果没有运行，时钟将显示上一次运行完成后到目前为止所经过的时间。



停止按钮：在运行的全过程中允许您停止系统。当系统正处于运行状态时，此按钮为红色，否则为灰色。



记录本按钮：显示一个菜单，在此您可以选择查看、打开、清除、保存或打印任一个日志记录。



帮助按钮：显示一个菜单，在此您为仪器控制视窗选择一个在线帮助主题，从中，您可以通过选择Contents项来获得整个系统的在线帮助。



注样口按钮：当您设置您的系统带有ALS时，您可以通过此按钮来设定注样口参数。



进样口按钮：为系统配置的GC进样口设置参数。



柱按钮：设置色谱柱，设置梯度流速和压力的梯度程序。



柱温箱按钮：用于显示一个菜单，在此您可以编辑GC的柱箱参数或监控参数。当GC准备好时，右上角的小方块为绿色，否则为红色。



辅助按钮：用于显示GC/MSD的接口温度（通常为Thermal Aux 2）。



MS按钮：用于显示一个菜单，在此您可以编辑MS采集参数、选择另一个调谐文件，或者编辑MS监控器。



监控器：每个监控器只显示一个仪器参数，若要获得关于仪器监控更详尽的资料，请参看在线帮助。

MS主视窗

The screenshot shows the MS main window with several menu items:

- 方法 (Methods):** 运行... (Run...), 调用... (Call...), 保存... (Save...), 编辑全部方法... (Edit all methods...), 打印 (Print), 1, 2, 3, 4, 设置默认值... (Set default values...), 退出 (Exit).
- 序列 (Sequences):** 运行... (Run...), 调用... (Call...), 保存... (Save...), 编辑样品日志表... (Edit sample log table...), 打印全部格式 (Print all formats), 装载并运行序列... (Load and run sequence...), 打印序列 (Print sequence), 模拟序列 (Simulate sequence), 设置并运行... (Set and run...), 查看序列日志... (View sequence log...), 查看序列特征日志 (View sequence feature log), 详细信息... (Details...).
- 查看 (View):** 主视窗 (Main window), 仪器控制视窗 (Instrument control window), 数据分析视窗(脱机) (Data analysis window (offline)).
- 安全控制 (Safety Control):** 可行安全性... (Feasible safety...), 开始安全控制... (Start safety control...), 选择安全控制方式... (Select safety control mode...), 设置/修改开始方式 <无>... (Set/modify start mode <None>...), 设置/修改后备方式 <无>... (Set/modify backup mode <None>...), 报告主管口令... (Report supervisor password...), 编辑Accounts... (Edit Accounts...).
- 帮助 (Help):** 帮助主题 (Help topics), 使用帮助 (Use help), 关于 (About).

A callout box points to the 'Additional Sequence Options' dialog box, which is shown below:

选择 **View (查看) / Top** (主视窗) 调出此 菜单

Additional Sequence Options

- Append Sequence...
- Re-Sequence Data Files...
- Re-Sequence Vials
- Change Method...

Buttons: OK, Cancel, Help

仪器控制视窗

The screenshot shows the Instrument Control Window menu structure with the following sub-menus:

- 方式**
 - 运行...
 - 调用...
 - 保存...
 - 编辑全部方法...
 - 打印
 - 1
 - 2
 - 3
 - 4
 - 推出
- 仪器**
 - 进样/ 注样类型
 - GC 编辑参数...
 - GC 曲线...
 - GC 监控器...
 - 选择 MS 调谐文件...
 - MS SIM/ 扫描...
 - MS 监控器...
 - 编辑 MS 调谐参数 ...
 - 使用 MS 自动调谐...
- 查看**
 - 主视窗
 - 仪器控制视窗
 - 数据分析 (脱机)
 - 诊断/ 真空控制...
- 中断**
 - 中断
- 窗口**
 - 重叠
 - 平铺
 - 直铺
 - 排列图标
 - 排列曲线和监控器
 - 1
 - 2
 - 3
 - 4
- 特性**
 - 调整调谐
 - 调谐定值
 - 查看调谐...
 - 灵敏度检测
 - 初始化检查列表
 - 熟悉检查列表
- 帮助**
 - 帮助主题
 - 使用帮助
 - 关于

选择 View (查看) / Instrument Control (仪器控制) 调出此菜单

手动调谐菜单

The screenshot shows a software interface for manual tuning, organized into several sub-menus:

- 文件 (File):** 更新默认值, 装载调谐值..., 保存调谐..., 跟踪, 查看跟踪..., 打印, 打印机设置..., 报告生成, 退出
- 调谐 (Tune):** 自动调谐, 标准质谱调谐, DFTPP 调谐, BFB 调谐, 目标调谐, 快速调谐, 设置调谐目标..., 设置调谐极限...
- 执行 (Execute):** 开MS, 关MS, 曲线扫描, 重作曲线, 曲线细节, 谱图扫描, 查找质量...
- 校准 (Calibrate):** 质量轴, Mass #2 宽度, Mass #3 宽度, PW 线性, 调整丰度
- 梯升 (Scan):** 梯升推斥极, 梯升离子聚焦, 梯升Ent.透镜, 梯升Ent. 透镜偏移, 最大灵敏度, 禁止动态透镜梯升, 编辑高效透镜梯升..., 编辑梯升参数..
- 调整参数 (Adjust Parameters):** 编辑MS参数..., 编辑采集参数..., 编辑MS温度..., 选择数据过滤..., 质量...
- 状态s (Status):** MS 状态, MS I/O 测试, MS 接口状态, MS 温度控制状态, 真空/温度状态
- 查看 (View):** 主视窗, 仪器控制, 数据分析(脱机), 诊断/ 真空控制, 手动调谐 - EI
- 中断 (Interrupt):** 中断
- Help:** 帮助主题, 使用帮助, 关于

选择 **View/ Manual Tune**
(手动调谐) 调出此菜单。

诊断/真空控制菜单

The image shows a software interface with several menu categories highlighted in rounded rectangular boxes:

- 文件**
 - 更新默认值
 - 调用调谐值...
 - 保存调谐值...
 - 建跟踪文件
 - 查看跟踪...
 - 打印
 - 打印机设置...
 - 推出
- 状态**
 - MS状态
 - MS I/O 测试
 - MS 接口错误
 - MS 温度控制状态
 - MS 错误代码
 - MS 温度
- 真空**
 - 真空状态...
 - 抽真空...
 - 放空...
 - 排气阀
- 诊断**
 - MS 开
 - MS 关
 - 设置 RFPA...
 - 设置参数...
 - 初始化MS接口
 - 空气、水检测
 - 编辑MS参数...
 - 通点温度
- 记录本**
 - 查看仪器宏记录本...
 - 清除仪器宏记录本
- 查看**
 - 主视窗
 - 仪器控制视窗
 - 数据分析 (脱机)
 - 诊断/真空控制
 - 手动调谐
- 停止/中断**
 - 停止(执行命令时使用)
 - 中断(任何时间使用)
- 帮助**
 - 帮助主题
 - 使用帮助
 - 关于

选择 **View (查看) / Diagnostics (诊断) / Vacuum Control (真空控制)** 调出此菜单。

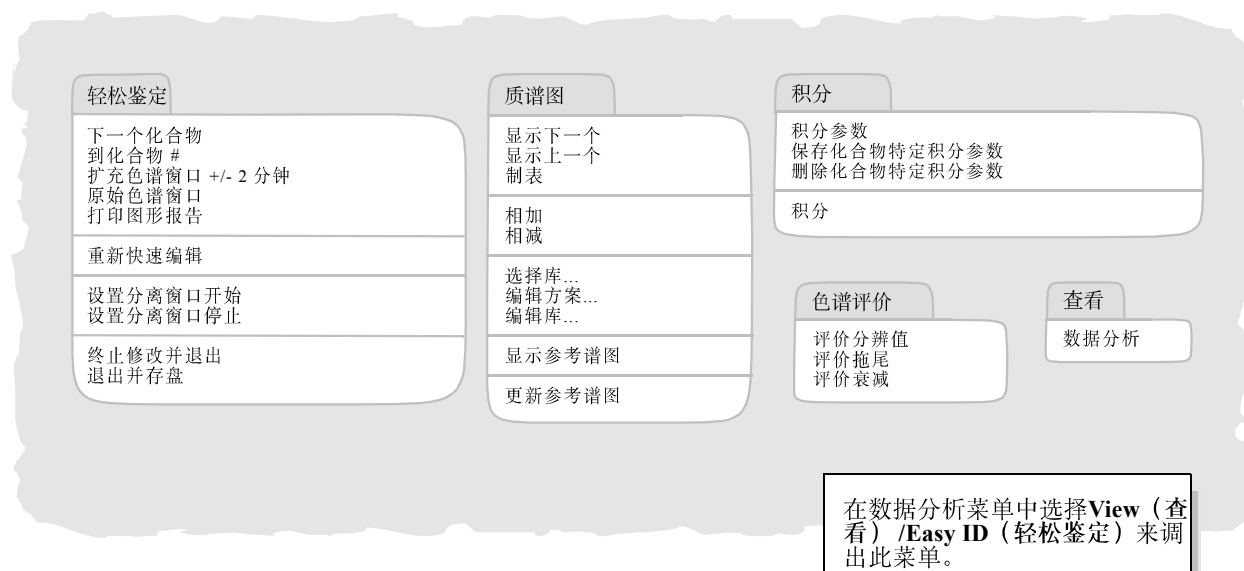
数据分析菜单



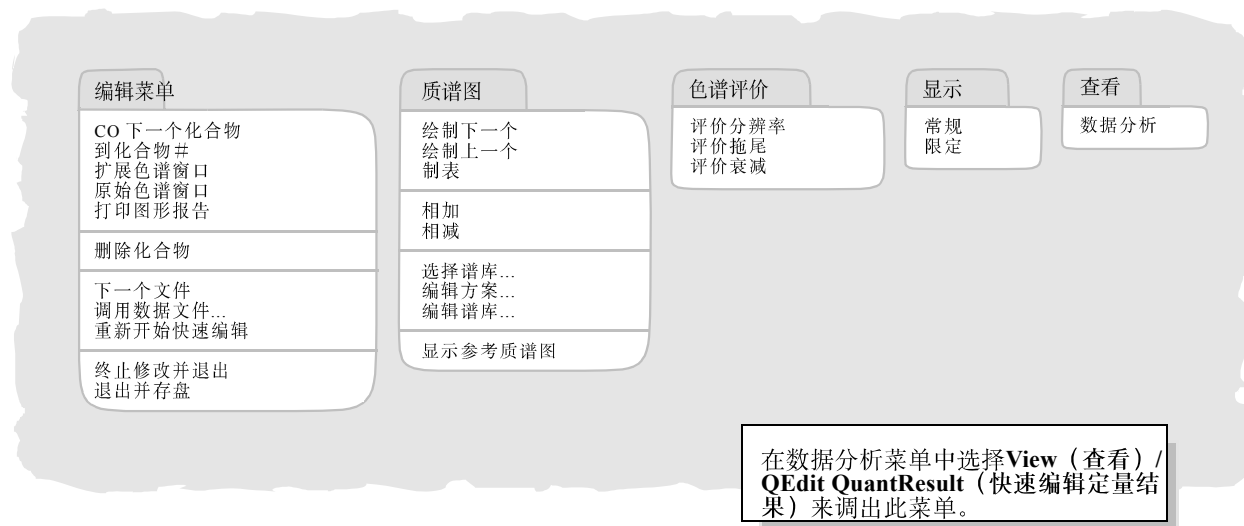
选择 **View (查看) / Data Analysis (数据分析) (脱机)** 调出此菜单。

查看菜单中的数据分析项允许您调出别的数据分析模式。(参见下页)

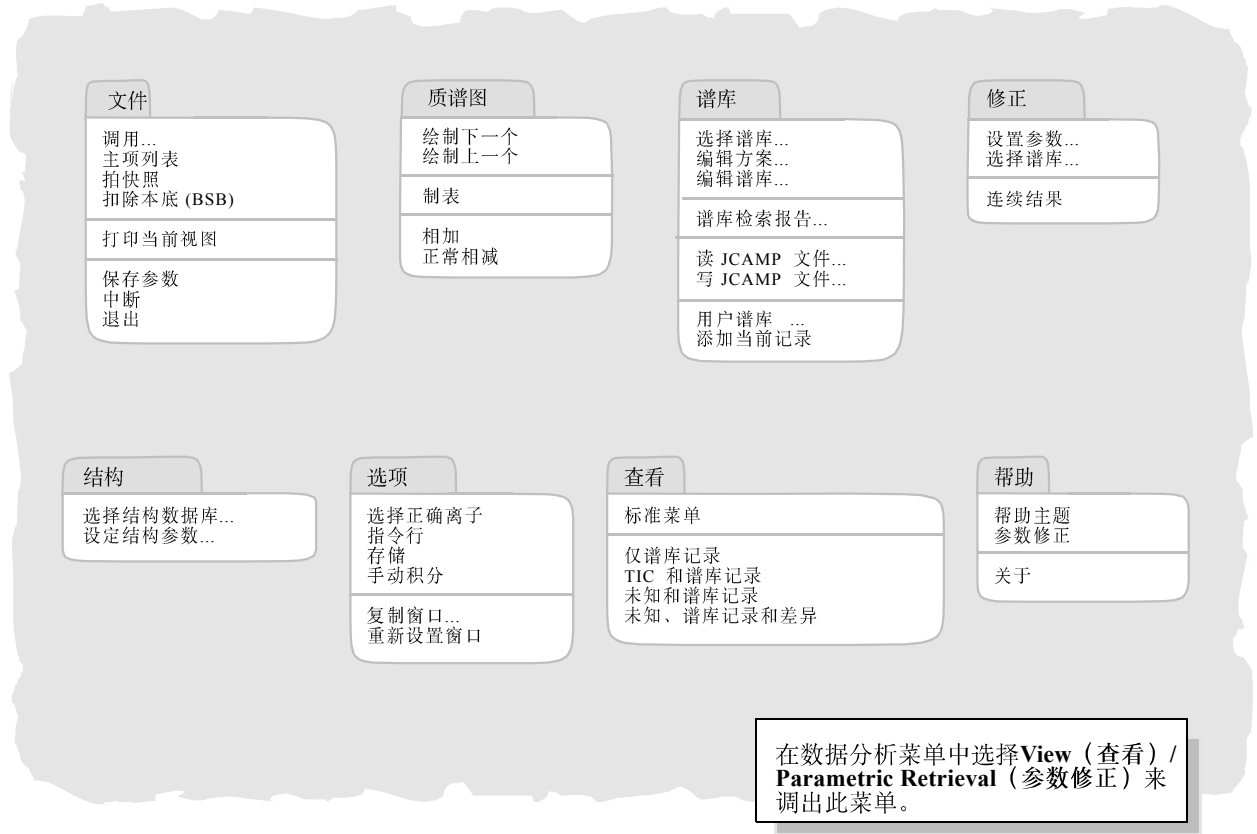
轻松鉴定菜单



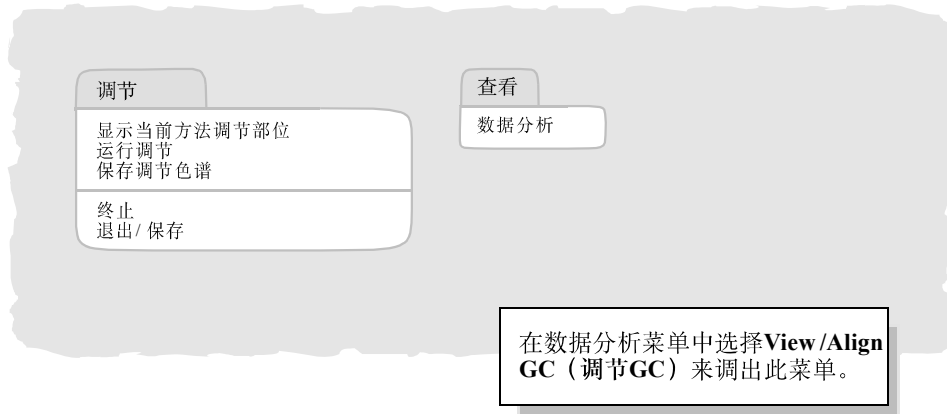
快速编辑菜单



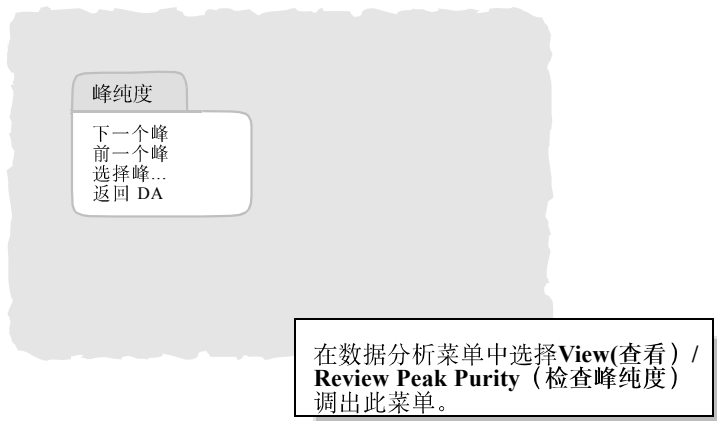
参数修正菜单



调节GC菜单



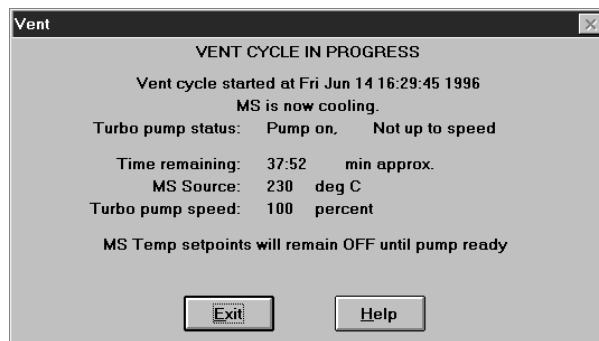
检查峰纯度



MSD放空（关闭）

- 1 如果您的系统装有规管控制器，请关掉规管及规管控制器。
- 2 从View菜单中选择**Diagnostics/Vacuum Control**项。
- 3 从**Vacuum**菜单中选择**Vent**，将显示出下面指令。

放空程序关闭了GC/MSD接口加热器，并且设置GC炉温到30摄氏度。
程序关闭了分析器加热器、扩散泵加热器或涡轮泵。
当可以安全关闭电源时，软件将给您以提示。



警告

如果您使用氢气做载气，那么在关MSD电源之前必须关闭载气流。如果前置泵是关闭的，氢气将积聚在MSD中，这可能引起爆炸。当您在操作使用氢气做载气的MSD之前，请阅读氢载气安全规程（5955-5398）。

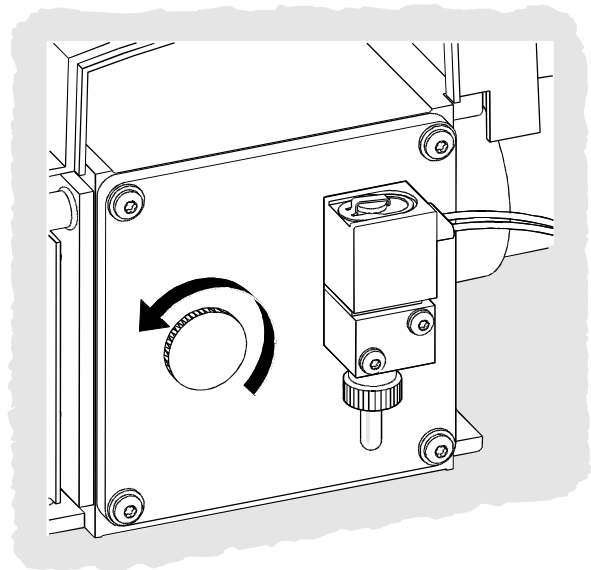
注意

在关载气之前要确保GC炉和GC/MSD接口已冷却。

- 4 在出现提示后，关掉MSD电源开关。
- 5 打开MSD上面的罩。

- 6 逆时针方向转动放空钮，将空气放入真空室。

禁止拿掉放空钮。在开泵前要确保放空钮已关紧。



如果数据系统没有正常工作，MSD也可以安全放空。请参阅MSD硬件手册中的无数据系统的MSD的放空程序。

MSD抽真空（启动）

1 在为MSD抽真空之前，请确保您的系统满足如下全部条件：

- 放空阀关闭（顺时针旋紧放空钮）。
- 所有其它真空垫圈和配件均被放置和紧固好（前面板手紧螺母必须上好，但不要太紧）。
- 连接MSD到一个接地电源。
- GC/MSD接口装入GC柱箱。
- 老化好的毛细管柱被装在GC进样口和GC/MSD接口上。
- 启动GC，但并不启动GC/MSD接口加热区域、进样口部件和色谱柱箱。
- 连接纯度至少为99.999%的载气到带有推荐的吸附阱的GC上。
- 如果使用氢气作载气，载气流必须是关闭的。
- 前置泵排气妥善排到室外。

警告

请确保您的MSD完全满足上述所有各项，错误的操纵可能会对操作者产生伤害并损坏仪器。

2 从View菜单中选择Diagnostics/Vacuum Control。

3 从Vacuum菜单中选择Pump Down项。

4 当出现提示后，打开MSD并单击OK按钮

扩散泵将产生一种气流流动的噪声，这一噪声会在1分钟之内停止。如果此噪声持续，这说明您的系统有较大的漏气，部位可能在接口柱螺母、放空阀或侧板密封垫处。如果必要，可轻轻压紧侧板以确保正常密封。

对于扩散泵，10-15分钟内它将被加热；对于涡轮泵，其速度将达到80%。如果MSD不能正确的启动泵，请参看在线帮助中漏气故障调试和其它真空问题。

5 软件将提示您打开GC/MSD接口加热器和GC柱箱。完成操作后，单击OK按钮。

软件将开启离子源和四极加热器。温度设置点存储在当前自动调谐 (*.u) 文件中。

注意

开载气流之前禁止开任何加热区域。没有载气流加热柱子，将导致柱的损坏。

6 在显示Okay to run信息后，至少再等2小时以便MSD达到热平衡。

注意

在MSD未达到热平衡之前采集的数据不能重现，将不能用于定量。

调谐您的MSD

您应当定期地调谐您的MSD以保持它的最佳性能。调谐是调节MSD参数的程序，使得仪器确实符合性能判据。多长时间应该进行调谐取决于您所分析的样品数量和种类，以及您仪器的综合状态。

记录并保存您的调谐报告，以便以后逐次进行比较。

使用自动调谐

- 1 从仪器控制视窗中**Instrument**菜单中选择**Perform MS Autotune**项。
- 2 依照您的用途所需仪器的性能，选择下列各项之一，然后单击**OK**按钮。
 - 自动调谐**
在全扫描范围内得到最大的灵敏度。
 - 标准谱调谐**
在全扫描范围内得到标准灵敏度。
 - 快速调谐**
调谐质量轴、峰宽和EM电压，以得到最佳灵敏度和分辨，以及精确测定质量数。当调谐的质量的同位素丰度在可接受的范围内，一般使用快速调谐作为日常调谐。
- 3 查看自动调谐报告。

使用手动调谐

手动调谐允许您对话式的设置参数，例如透镜电压和调谐质量，以便满足您特殊分析的需要。用手动调谐可达到比自动调谐更高的灵敏度。

手动调谐允许您修整某些特殊的参数，指定其范围，修整的结果在报告图表上明显地显示参数的最佳值。

您在手动调谐中可获得两种形式的数据：轮廓扫描（给出调谐质量的丰度和峰形）和谱图扫描（在整个质量范围内产生扫描图）。

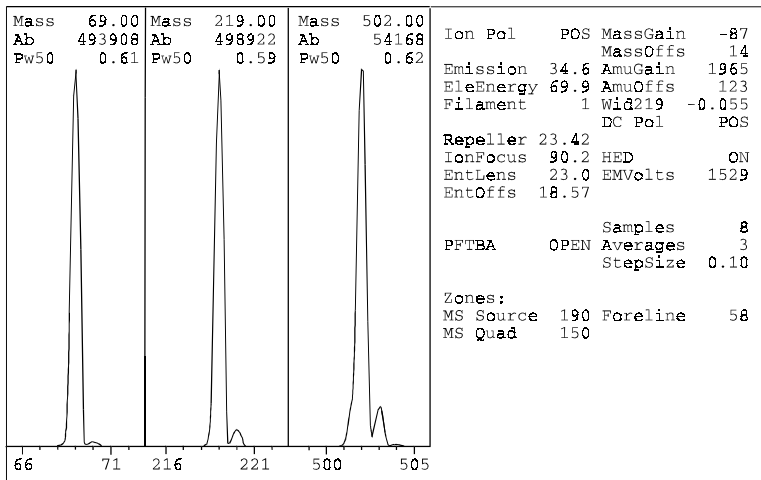
要获得关于手动调谐的更多细节请参看在线帮助。

故障调试提示

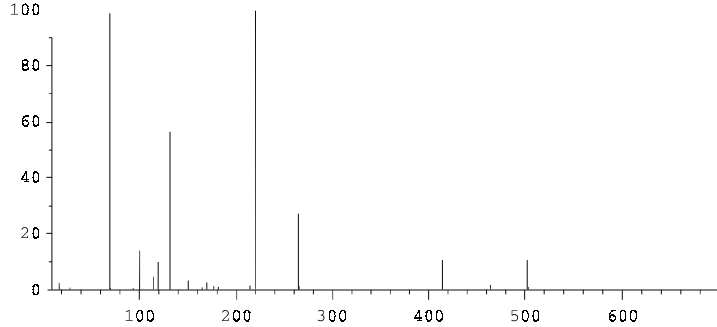
保留所有的自动调谐报告。最简单的方法是：从最后一个“好”的自动调谐后，采用手动设置参数，并给它起以新名字（如goodtune.u）保存，这样，就允许您以当前条件来开始工作。使用这些参数，将产生一个新的调谐报告，看看它与前者有何改变：丰度、离子率、峰宽等。

自动调谐报告

HP5973 Autotune
 Instrument: GC/MS Instrument #1
 Fri Jun 28 14:37:08 1996
 C:\HPCHEM\1\5973\ATUNE.U



Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100
 116 peaks Base: 219.00 Abundance: 442432



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	438080	100.00	70.00	4841	1.11
219.00	442432	100.99	220.00	18856	4.26
502.00	48000	10.96	503.00	5083	10.59

采集数据

设置带MSD的GC

- 1 选择**Instrument/Inlet/Injection Types**。选择合适的进样源并选择Use MS检查框，单击OK按钮。
- 2 单击Aux按钮。核实您正在使用辅助通道2、加热器已设置，并且设置了理想的进样温度，在类型中选择MSD，然后单击OK按钮。
- 3 单击Columns按钮。核实检测器是MSD，及真空为出口的压力psi。

用自动进样器注样

- 1 将盛有样品的自动进样器样品瓶放入自动进样器盘中。
- 2 在主视窗或仪器控制视窗中的**Method**菜单中选择**Run**。
- 3 出现开始运行对话框后，核实样品信息：
 - 核实样品的唯一的数据文件名。
 - 输入样品瓶号，1 - 100之间。
 - （可选）在进样文件中填入操作者姓名、样品名称和**Misc Info**。
 - Acquisition**选项被选中，如果您想用任一特定方法产生报告，那么请选择数据分析选项。
- 4 单击**Run Method**来初始化运行。

注意

当使用自动进样器时，禁止使用GC上的开始按钮来运行。

手动注样

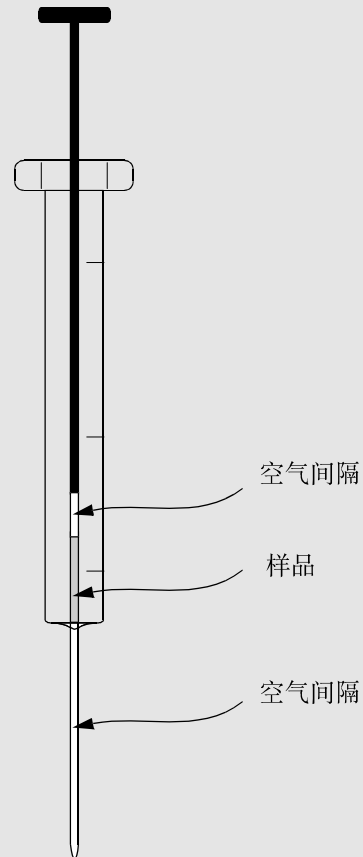
- 1 在进样和注样参数对话框中选择**Manual**做为注样源。
- 2 在GC键盘上按**Run**键，将删去节气器气流，进气流导入到设置点阀，并关闭吹扫阀（只针对无分流注样）。
- 3 从主视窗或仪器控制视窗中的**Method**菜单中选择**Run**。
- 4 出现开始运行对话框后，核实样品信息是否与下列描绘相同：
 - 核实样品唯一的数据文件名。
 - （可选）在进样文件中填入操作者姓名、样品名称和**Misc Info**。
 - 确保**Data Acquisition**选项被选中。
 - （可选）如果以任一个指定方法生成数据分析报告，请选**Data Analysis**选项。
- 5 单击**Run Method**来初始化运行。如果温度稳定，则将出现准备注样的对话框；否则，将显示等待GC准备好（Wait for GC ready）。
- 6 当GC温度稳定后（GC上的**Pre Run**灯稳定），开始进样，同时按GC上的**Start**键。

注意

禁止在GC准备好之前注样，这样会导致不正确的结果。

手动注样技术

- 1 使用与样品相同的溶剂冲洗一个清洁的10微升的注射器。把溶剂吸入注射器，然后把它排到废液储存器，重复这个操作数次。
- 2 缓慢把空气吸入注射器，使注射器的针芯的尖端至1.0微升刻度。
- 3 将针头插入样品溶液中，吸到所需求的容积（不分流为1-2微升，分流为1-5微升）时，移开注射器。
- 4 吸2个多微升的空气到注射器，样品在两个空气间隔之间（如图所示）。
- 5 使用干净的不起毛的薄纸擦拭针头的外侧，去掉任何多余的样品。
- 6 当您把注射器对准进样口上方时，顶住注射器的针芯，以保持原位置，把针头插入进样口直到针管触到进样口，把针芯全部推入注射器。
- 7 按GC键盘上的Start键。
- 8 等待几秒钟，让样品全部进入系统，然后从进样口移走注射器。



分析MS数据

调用数据文件

- 1 在数据分析菜单，从**File**菜单中选择**Load**。
- 2 选择一个数据文件（双击文件名或者键入文件名再单击**OK**），这个数据文件的色谱图被调用并显示在窗口[2]。

执行下列任务必须装载数据文件

积分一个色谱图

- 1 如果您所使用的积分器并非当前选项，打开**Chromatogram**菜单，单击**Select Integrator**选项，选中一个积分器并单击**OK**即可。
- 2 从**Chromatogram**菜单中选择**Integrate**。
- 3 （可选）从**Chromatogram**菜单中选择**List Results**，结果将转化为表格显示在屏幕上，当查看结果完毕后，单击**Done**。

选择一个质谱图

- 用鼠标右键双击色谱图中感兴趣的时间点，质谱图将显示于窗口[1]。

放大

- 1 把鼠标指针指向您所希望放大的色谱或质谱图区域的一角。
- 2 按住鼠标左键不放，并拖动鼠标选择您所需放大的区域。
- 3 松开鼠标键，选中的区域将放大填满整个窗口。

缩小

- 1 把鼠标指针指向已放大的窗口的任何位置。
- 2 双击鼠标左键。

平均质谱图

- 1 把鼠标指针指向您所平均的色谱范围内。
- 2 按住鼠标右键不放，并拖动鼠标选择您所需平均的范围。
- 3 松开鼠标键，被选中的范围将被平均，并且显示于窗口[1]。

两个质谱图相加

- 1 选择一个质谱图（在色谱图中双击鼠标右键）。
- 2 选择另一个质谱图（在色谱图中双击鼠标右键）。
- 3 从**Spectrum**菜单中选择**Add**，这两个质谱图将被相加，并显示于窗口[1]。

两个质谱图相减

- 1 选择一个质谱图（在色谱图中双击鼠标右键）。
- 2 选择另一个质谱图（在色谱图中双击鼠标右键）。
- 3 从**Spectrum**菜单中选择**Subtract**。
用第1个选中的质谱图减去第2个选中的质谱图，结果显示于窗口[1]。

扣除本底光谱

- 1 从数据文件中选中一个质谱图或者平均一定范围的质谱图作本底扣除。
- 2 从**File**菜单中选择**Subtract Background (BSB)**，则系统完成下列项目。
 - 在当前数据文件，被选中质谱图在每次扫描中扣除本底。
 - 被扣除的数据被保存在与数据文件相同的目录下的BSB子目录中。
 - 被扣除的数据文件变成当前数据文件，并显示于窗口[2]。

使用质谱库

积分并检索峰

使用如下过程来积分一个总离子色谱，并且自动为每个检出峰生成一个库检索报告。

- 1 在数据分析中，调用一个数据文件，显示TIC。
- 2 选择 **Spectrum (光谱) / Library Search Report (谱库查询报告)**。
- 3 当库检索报告选项对话框出现后，选择所需选项：
 - 选择**Summary**或者**Detailed**决定报告生成格式。
 - 选择一个或多个指定目标（屏幕、打印机及文件）。
 - 选择一个积分参数文件（在使用化学工作站积分时，为自动积分留下空白域）。
 - 从任一个峰中选择质谱图使用（**Apex, Apex-Start of Peak, Apex-Background at time, 或者 Peak Average**）。
- 4 单击OK按钮开始检索。

色谱被积分，并且每个峰的质谱图均检索到。积分结果显示在屏幕上，库检索报告被送往在上步中选择的目标处。
- 5 选择**Chromatogram/Integration Result**来查看制成表格的积分结果。

检索单个质谱图

- 1 在数据分析中，装载一个数据文件，显示TIC。
- 2 选择一个质谱，这个质谱显示在色谱下面的窗口中。
- 3 通过在质谱窗口中双击鼠标右键来开始库检索。

当检索完成后，检索结果显示在屏幕上。未知物质谱，从列表中选择参考质谱，如果可能，参考化合物的化学结构也将被显示出来。
- 4 查看其它色谱数据：
 - 在列表中选择另一种化合物来显示一个不同的参考质谱。
 - 选择**Difference**查看框来显示未知物和参考物质在字械牟煌 £
- 5 查看其它信息：
 - 单击**Statistics**按钮来显示列表中所有项的质量信息。
 - 单击**Text**按钮来查看存储在库中的当前参考质谱的更多信息。
- 6 单击**Print**按钮来打印所显示的质谱。
- 7 单击**Done**按钮来从屏幕上清除库检索结果。

操作提示

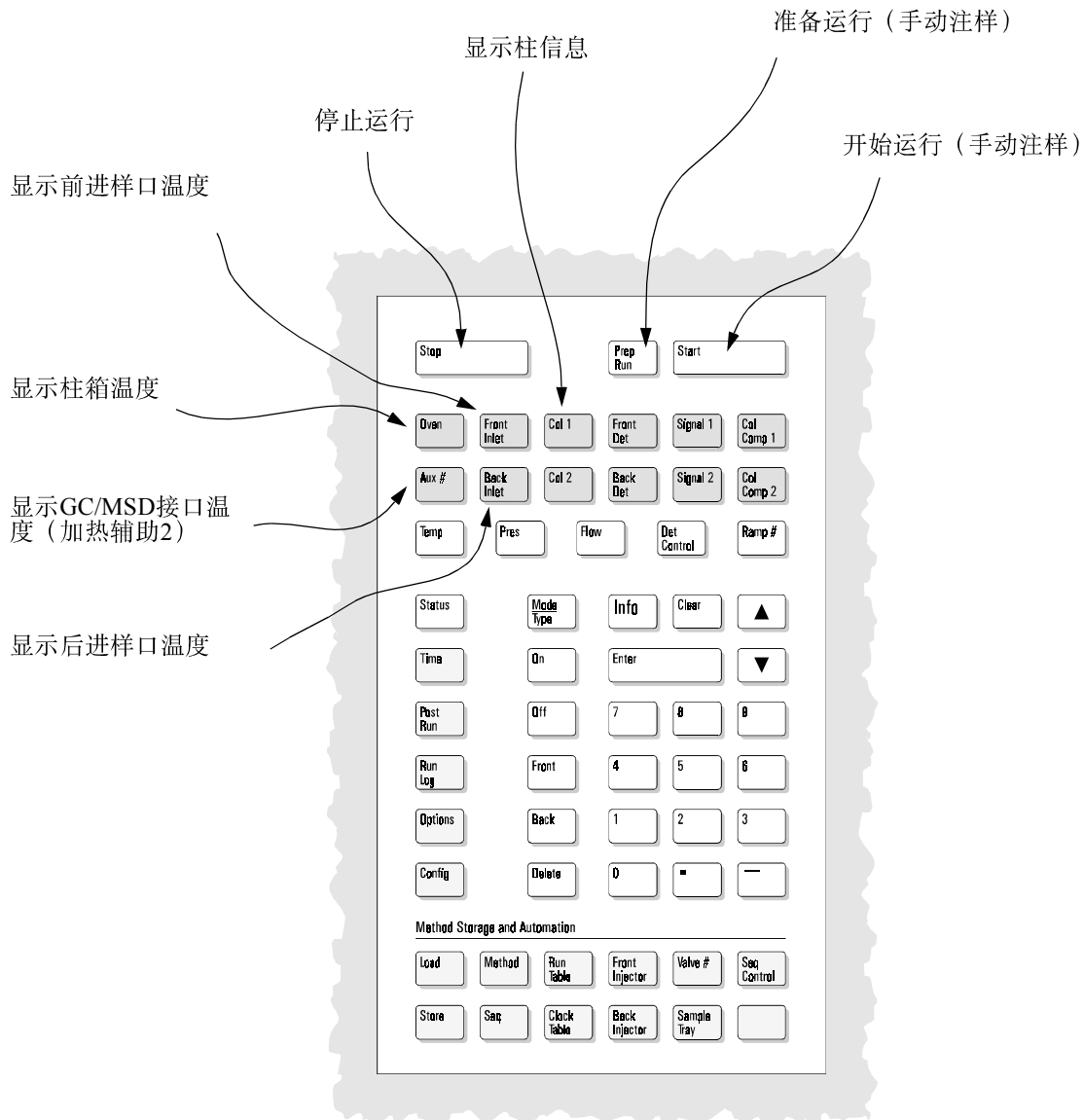
- o 为了避免突发的重写、删除以及磁盘驱动器发生的硬件问题所生产的数据丢失，请您经常及时备份数据和方法。
- o 确保您所使用的调谐文件适合您的样品。
- o 在笔记本上保存调谐报告做为日后参考。
- o 按MSD硬件手册及GC维修和故障调试手册所指示的那样进行系统维护，并为所有维修工作做记录。
- o 当给MSD放空时，利用冷GC来进行维护，如重新放置进样口衬管、隔垫等。
- o 在抽真空后，要等待至少两小时以便MSD达到热平衡，这样才能调谐或采集数据。
- o 最佳灵敏度通常在柱流速为1.2ml/min时或者更小一些。
- o 当注入柱的样品多于1微升时，使用脉冲不分流方式并提高初始炉温 10 – 20°C。
- o 对于不分流进样，脉冲不分流方式把较多量样品送入柱子，脉冲进样压力为初始进样压力的2倍。
- o 选定恒流方式可以在多数情况下提供最有效的分离，同时，在整个温度过程中产生恒定灵敏度。
- o 对于一个新柱，检查柱的螺母在第一次加温循环后是否依然紧固。
- o 使用GC键盘上的设置状态（Config Status）键来设置3个对您来说非常重要的项目（保留时间、炉温等），无论化学工作站是否在主视窗，这些一直都是能看到的。
- o 清洗并再注满自动进样器洗涤瓶，不要将小瓶中加入过满的溶剂。
- o 使用下表作为SIM或扫描采集方式指南。

任务	方式
分析带有未知组分的混合物	扫描
分析在混合物中已知组分的含量（定量）	扫描或SIM
鉴定某混合物中低含量的已知化合物	SIM

- o 当为SIM选择质量时，使用打印出的成表报告中的精确质量，而非质谱显示器上注释的标定质量，这样可提供更精确的数据。
- o 当进行SIM分析时，除非您试图去以1个amu（原子质量单位）间隔确定质量比值，否则请使用低分辨方式，低分辨可提供最大灵敏度及重复性。
- o 选择小范围的扫描，它能产生较好的库检索结果，并且它能导致色谱峰获得更多的质谱，以便更好地定量。

GC键盘

MSD化学工作站软件为HP 6890系列GC提供了仪器控制，它允许您使用软件，而代替GC键盘来运行仪器。但是，可能会有这种情况发生，即您想使用键盘来快速执行下列任务中的一项。



故障排除

MSD已打开，但是LED状态在闪烁

当MSD开机时，这种情况是非常普遍的，这说明数据系统还没有和MSD建立联系。如果在开始抽真空后，LED仍然在闪烁，说明：

- 1 临时的电力故障中断联系。
- 2 在MSD与数据系统中存在错误的连接。

没有峰

- 1 样品浓度不正确。
- 2 没有分析物出现。
- 3 缺少或者没有正确安装注射器（只对ALS情况）。
- 4 样品瓶是空的。
- 5 注样采用分流方式取代了不分流方式。

拖尾峰

- 1 样品路经活性区
- 2 注样量太大
- 3 注样口太凉
- 4 柱流速太低
- 5 GC/MSD接口或离子源太凉

平顶峰

- 1 溶剂延迟时间太短
- 2 显示标度不正确
- 3 注样量太大
- 4 电子倍增器电压太高

峰顶分裂

- 1 注样技术不正确
- 2 注样量太大

基线升高

- 1 柱流失
- 2 其它杂质

保留时间（RT）偏移

- 1 柱被缩短（RT偏短）
- 2 旧柱（RT偏短）
- 3 样品路经活性区（RT偏长）
- 4 减少柱流速（RT偏长）
- 5 注样口泄漏（RT偏长）
- 6 初始炉温变化（炉温上升时RT偏短，下降时RT偏长）

灵敏度低

- 1 调谐不正确
- 2 调谐文件与分析类型不匹配
- 3 温度不正确
- 4 样品浓度不正确
- 5 注样口泄漏
- 6 分流比不正确
- 7 不分流方式中的吹扫时间太短
- 8 在MSD中压力过大
- 9 离子源不干净
- 10 漏气
- 11 检测器没有正常工作
- 12 灯丝操作不正确
- 13 质量过滤器电极不正确

重复性不好

- 1 注射器针头不清洁
- 2 注样口泄漏
- 3 注样口隔垫同注样器尺寸不匹配
- 4 柱连接处松动
- 5 压力、柱流速以及温度变化
- 6 离子源不清洁
- 7 分析器的连接松动
- 8 接地环路

前后峰宽不统一

- 1 调谐不正确
- 2 在校准瓶中没有PFTBA
- 3 校准阀失效
- 4 离子源不洁净
- 5 电子倍增器老化
- 6 MSD达到热平衡时间不足
- 7 实验室中温度变化大

质谱中本底高

- 1 漏气
- 2 前级管道或真空管压强太高
- 3 其它杂质

离子在m/z 18,28,32和44

- 1 检测器刚刚放空（残余空气和水）
- 2 漏气

缺少同位素或同位素比率不正确

- 1 调谐不正确
- 2 离子源洁净
- 3 高本底
- 4 电子倍增器电压太高
- 5 推斥极电压太高
- 6 扫描速度高（扫描方式）
- 7 延迟时间短（SIM方式）
- 8 峰太宽或者太窄

前级管道或者真空管压强太高

- 1 柱流速过大
- 2 漏气
- 3 扩散泵油太少
- 4 扩散泵油被污染
- 5 前级泵油液面太低
- 6 前级泵被污染
- 7 前级管道狭窄（这可能导致真空管压强太高而前级管道压强太低）

参考MSD硬件手册、GC维护以及故障调试手册，或者参考在线帮助以获得更详尽的细节。

维护保养计划

在系统提供的硬件手册中描绘了维护任务。经常进行系统维护可能会改变您的系统，所以请您保留一份维护记录。

每日

检查，如果需要则替换隔垫。
检查注样口套管松紧度。
检查柱螺母的松紧度。

每周

检查前级泵油水平线。
更换注样口套管和密封圈。

每月

清洁分流/不分流进样口放空管阀门。
检查泄漏（进样口、柱连接）。

每三个月

更换高压气瓶（当低于500psig时）。

每六个月

更换前级泵油。
检查，如有必要则重新注满校准瓶。

每年

检查，如有必要更换扩散泵油。
检修或更换GC内部和外部阱及化学过滤器。

如果需要

调谐MSD。
清洁离子源。
更换载气阱。
更换老化部件（灯丝、EM等）。
更换柱。
润滑密封垫圈。

安全警告

警告

禁止在MSD开机或连接电源时进行检修，除非MSD提供的文件明确指出。

警告

即使MSD关机，GC/MSD接口也可能处于危险高温状态。在关机后，GC/MSD接口冷却十分缓慢，在其进行维护之前要确保所有部件均已冷却。

警告

在GC背部工作时要十分小心。在冷却循环中，GC将释放热消耗，这可能会导致燃烧。

警告

为您的前级泵所提供的油阀仅用于停止前级泵注油，如果您正在分析有毒化合物或正使用有毒溶剂，则请卸下油阀，并从前级泵中用管将其从实验室排出。

警告

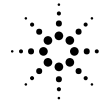
当更换泵油时，请使用防腐蚀化学手套以及防护镜，避免接触液体。

警告

进样口、检测器、阀门箱的绝缘体以及绝缘环由耐熔陶瓷纤维板（RCF）构成，避免吸入RCF微粒。注意给您的工作间通风，穿着长袖衣物，带手套以及防护镜及呼吸面罩，在一个密封塑料包中除去绝缘体。在处理RCF之后，用软性香皂和冷水洗手。

常用备件

产品名称	HP 部件号
金相砂纸, 30 μm	5061-5896
氧化铝粉	8660-0791
清洁、不起毛布	05980-60051
柱螺母 (GC/MSD接口端)	05988-20066
柱螺母 (注样口端)	5181-8830
棉棒	5080-5400
扩散泵油 (2倍所需数量)	6040-0809
电子倍增器角管	05971-80103
环圈	
石墨 - Vespel板	0100-0691
GC接口和分流器	
0.3-mm id,85% Vespel 15%graphite,用于 0.1-mm id柱	5062-3507
0.4-mm id,85% Vespel 15%graphite, 用于 0.2-mm id和0.25-mm id柱	5062-3508
0.5-mm id, 85% Vespel 15% graphite, 用于0.32-mm id 柱	5062-3506
0.8-mm id, 85% Vespel 15% graphite, 用于0.53-mm id 柱	5062-3538
进样口	
0.27-mm id, 90% Vespel 10% graphite, 用于0.1-mm id 柱	5062-3518
0.37-mm id, 90% Vespel 10% graphite, 用于0.2-mm id 柱	5062-3516
0.40-mm id, 90% Vespel 10% graphite, 用于0.25-mm id 柱	5181-3323
0.47-mm id, 90% Vespel 10% graphite, 用于0.32-mm id 柱	5062-3514
0.74-mm id, 90% Vespel 10% graphite, 用于0.53-mm id 柱	5062-3512
灯丝组件	G1099-60053
前级管线排气油捕集阱	3150-0761
前级管线真空规组件	G1099-60545
前级泵油	G1099-60300
GC/MSD 接口 (配置加热器/传感器)	05972-60106
手套, 清洁用	
大	8650-0030
小	8650-0029
注样口管线	5062-3587
注样口管线O型圈	5180-4182
主真空室O型圈	0905-1242
OFN	8500-5441
主真空室O型圈	G1099-60172
PFTBA样品包装	05971-60571
源加热器/传感器组件	G1099-60177
高真空规管	0960-0897



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

本书内容

了解您的系统, 2
使用在线帮助, 3
HP 5973 MSD/HP 6890系列GC, 4
MSD真空系统 - 扩散泵, 5
MSD真空系统 - 涡轮泵, 6
MSD离子源, 7
仪器控制视窗, 8
MS主菜单, 10
MSD放空 (关闭), 18
MSD抽真空 (开始), 19
调谐您的MSD, 20
采集数据, 22
分析MS数据, 24
使用质谱库, 25
操作提示, 26
GC键盘, 27
故障排除, 28
维护保养计划, 30
常用备件, 31

版本说明

第一版, 8/96
HP 5973 MSD / HP 6890 系列 GC 和
HP G1701AA 软件, Rev. A.03.00以及以后
的版本

安捷伦科技公司
版权所有
中国印刷 8/96



G1701-97016

部件号
G1701-97016