



Agilent Technologies

6890/597X GCMSD 日常维护, 故障诊断

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

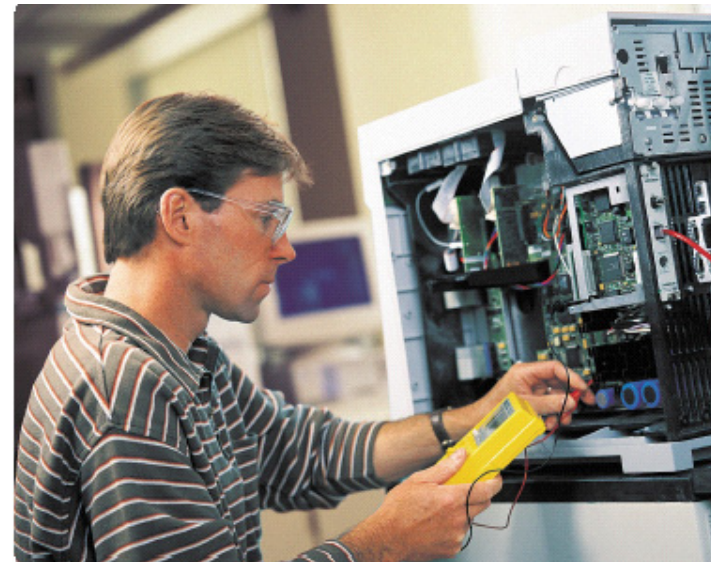


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

6890/597X GCMSD 日常维护 & 故障诊断

Agilent 6890/597X GCMSD

工作原理
日常维护
故障诊断
技术支持 & 服务流程



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

6890/597X GCMSD 日常维护 & 故障诊断

一. Agilent 6890气相色谱仪

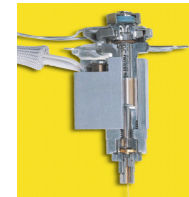
- 进样口类型
- 分流 / 无分流进样口
- 自动进样器
- 色谱柱的保存



Agilent 6890 气相色谱仪

- 进样口类型

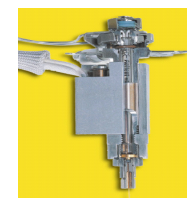
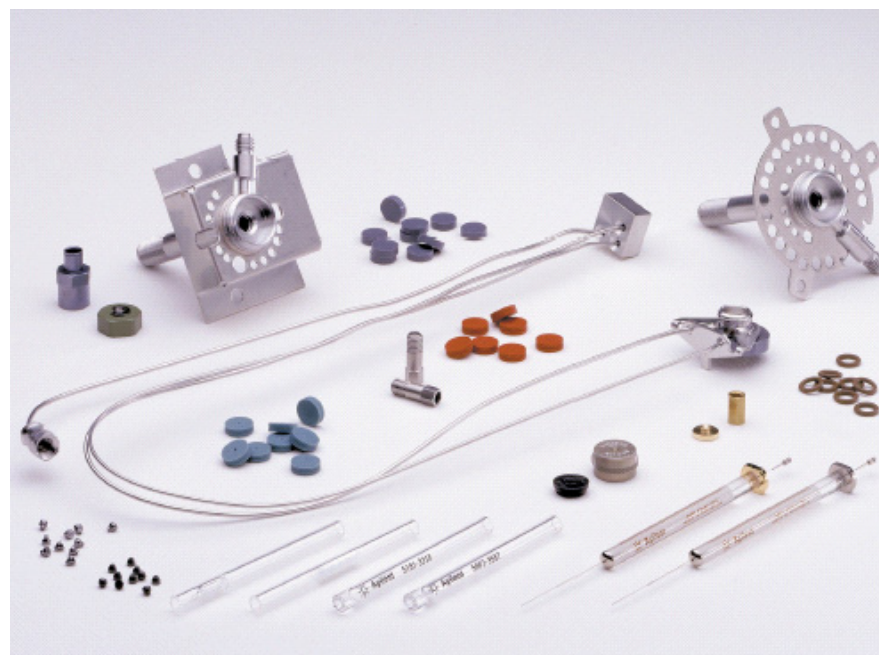
1. 分流/不分流进样口 (SSI)
2. 隔垫吹扫填充柱进样口 (PPI)
3. 程序升温冷柱头进样口 (Cool On-Column)
4. 程序升温汽化进样口 (PTV)
5. 气体样品进样接口 (Volatiles Interface)



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

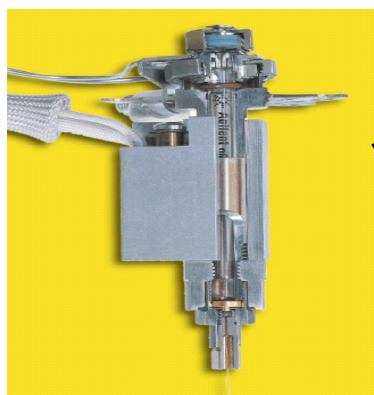
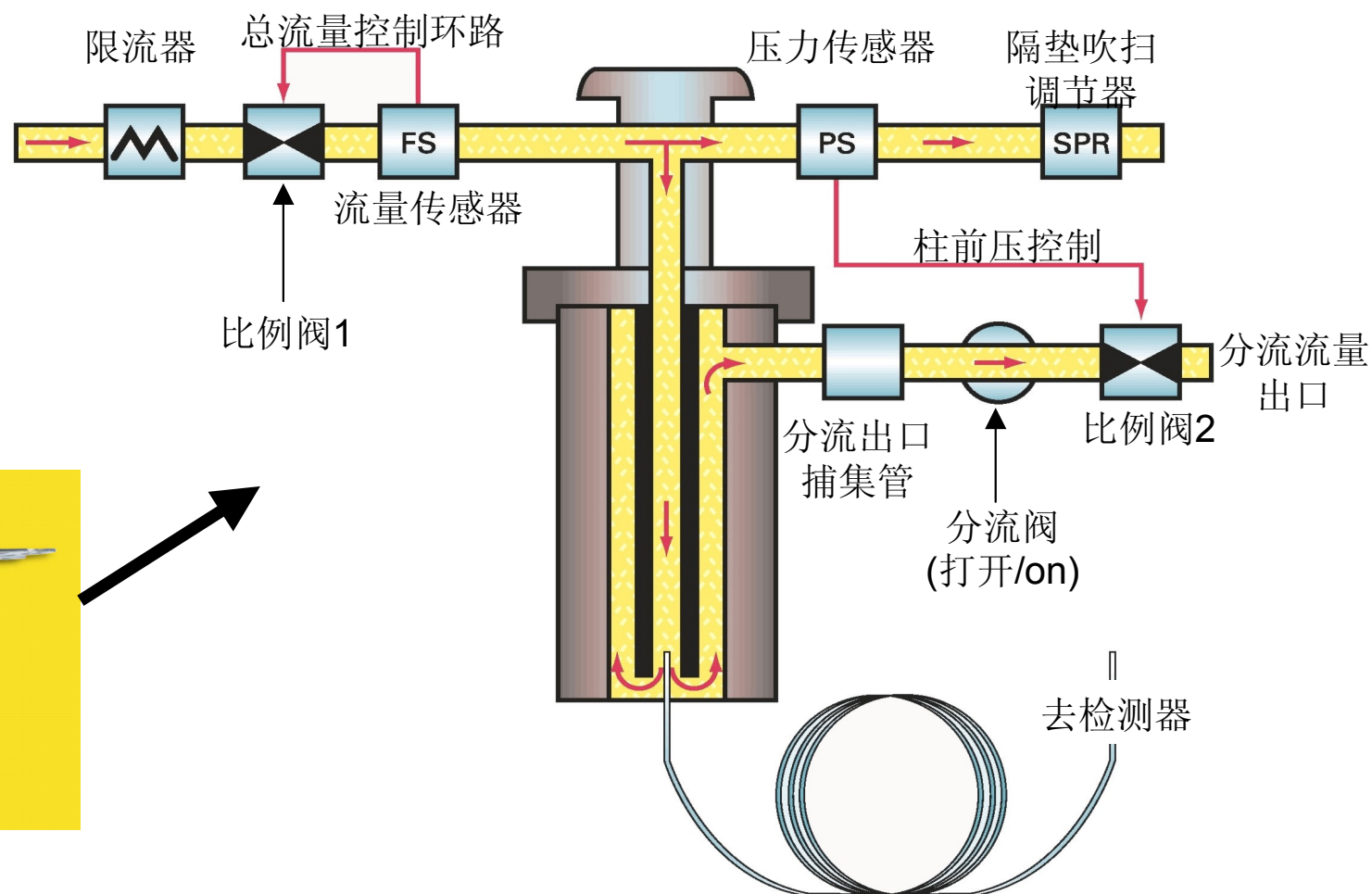
分流 / 无分流进样口

- Agilent GC 进样口的基本结构
- 进样方式与进样过程
- 进样口的日常维护
- 进样口的常见故障



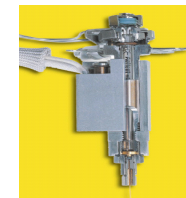
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口结构



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程



进样方式



目的

分流(Split)

主要组分分析

脉冲分流(Pulse Split)

允许更大进样量

不分流(Splitless)

痕量组分分析

脉冲不分流 (Pulse Splitless)

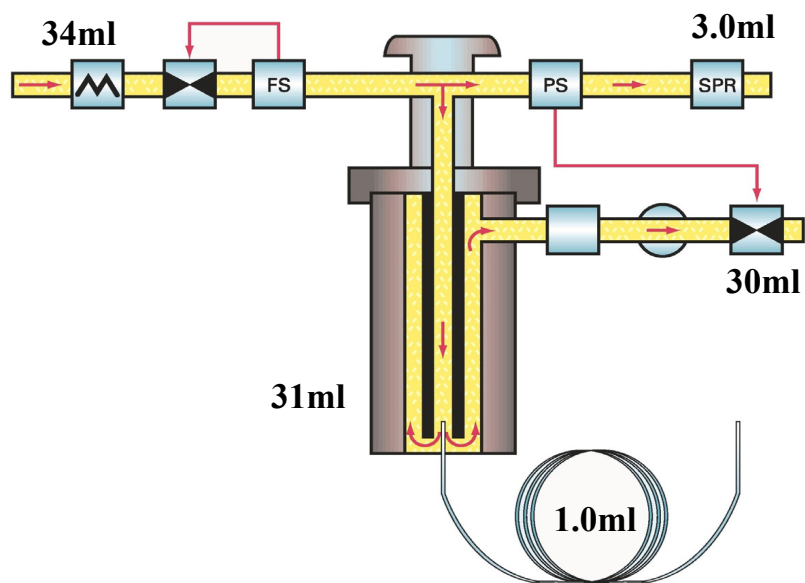
允许更大进样量



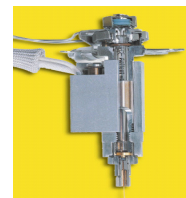
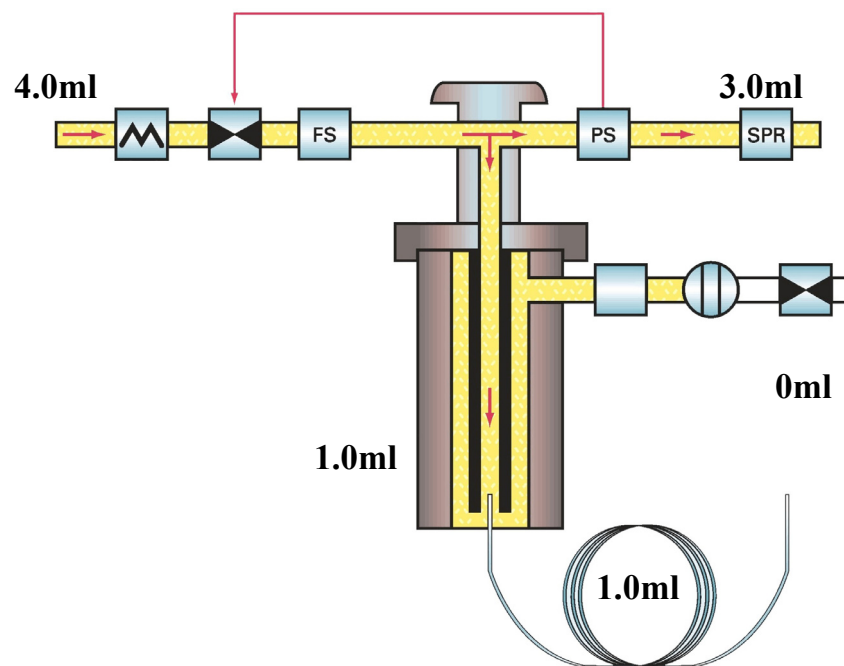
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程

分流(Split)模式

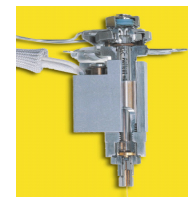
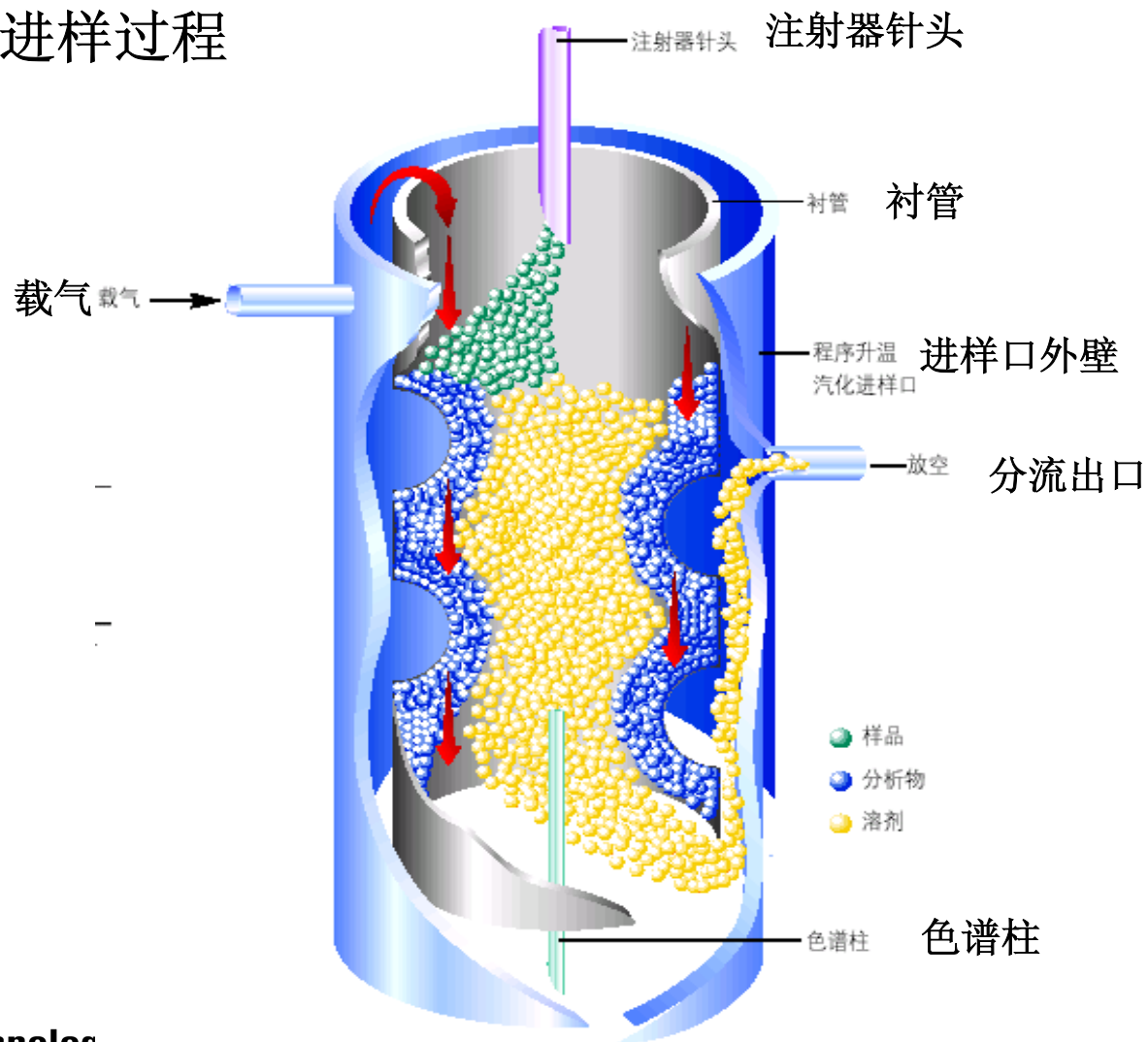


不分流(Splitless)模式



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

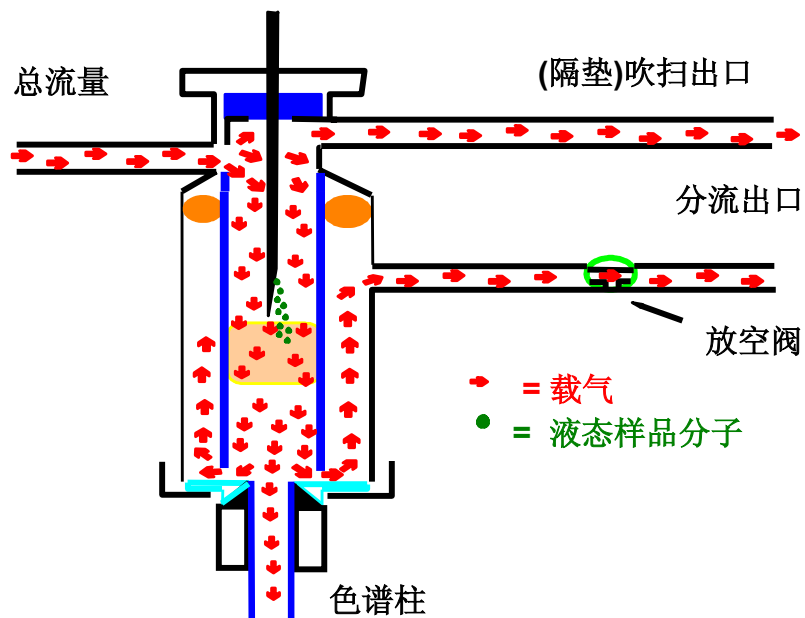
– 进样方式与进样过程



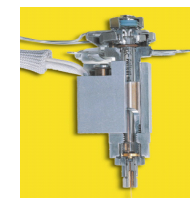
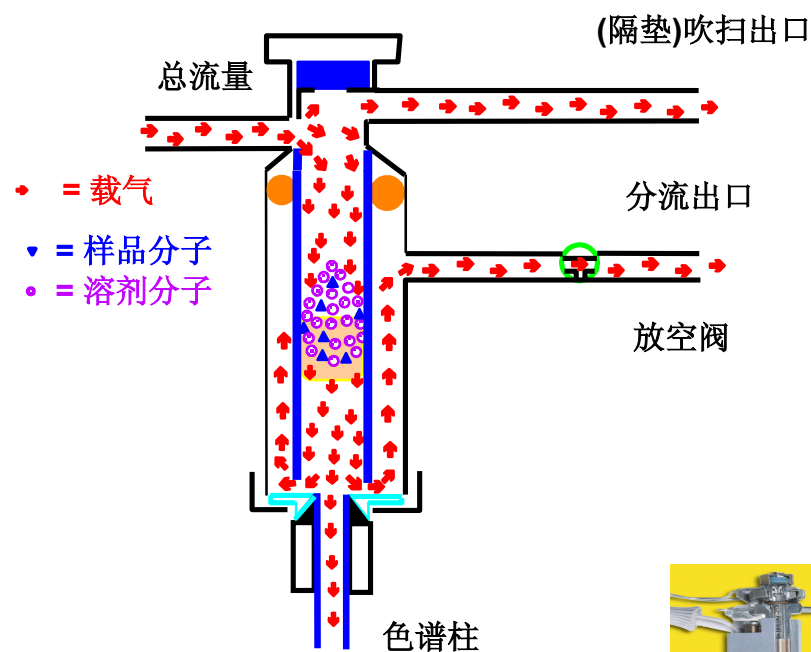
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样方式与进样过程

1. 进样



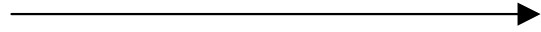
2. 样品气化



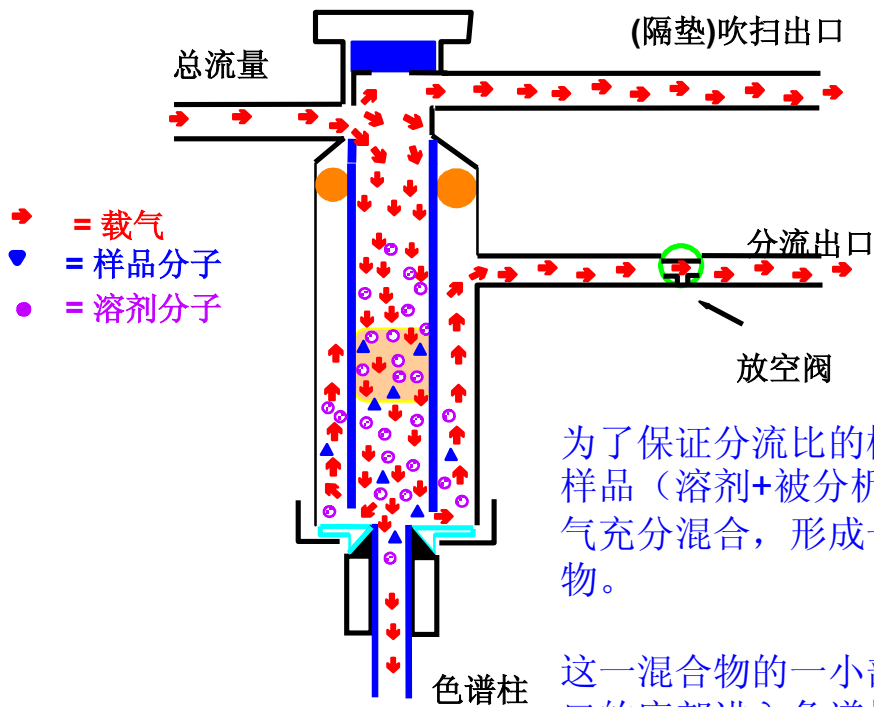
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样方式与进样过程

3. 样品与载气的混合

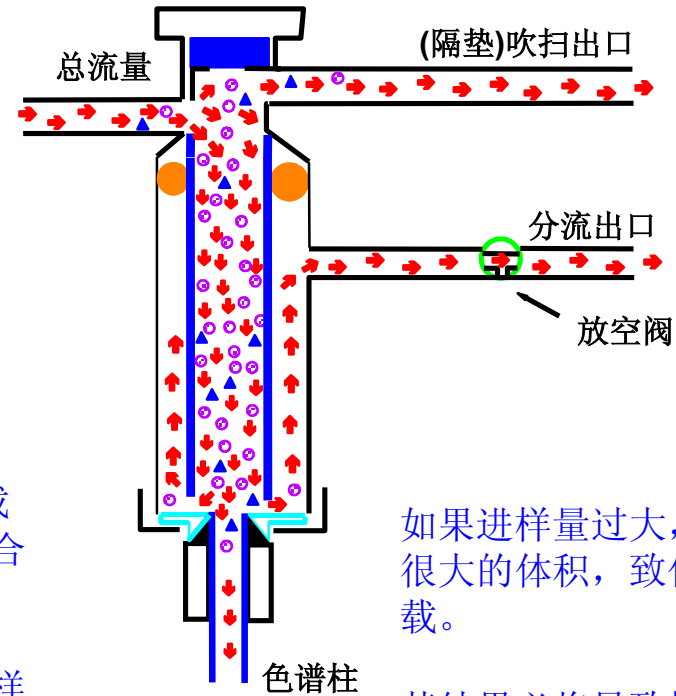


4. 衬管过载



为了保证分流比的概念真实有效，样品（溶剂+被分析物）必须与载气充分混合，形成一个均匀的混合物。

这一混合物的一小部分将会从进样口的底部进入色谱柱，而大部分的混合物则会从分流出口流出。



如果进样量过大，溶剂会膨胀为很大的体积，致使进样口衬管过载。

其结果必将导致样品从吹扫出口流出而造成样品损失，同时也会造成载气输入管路的污染。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

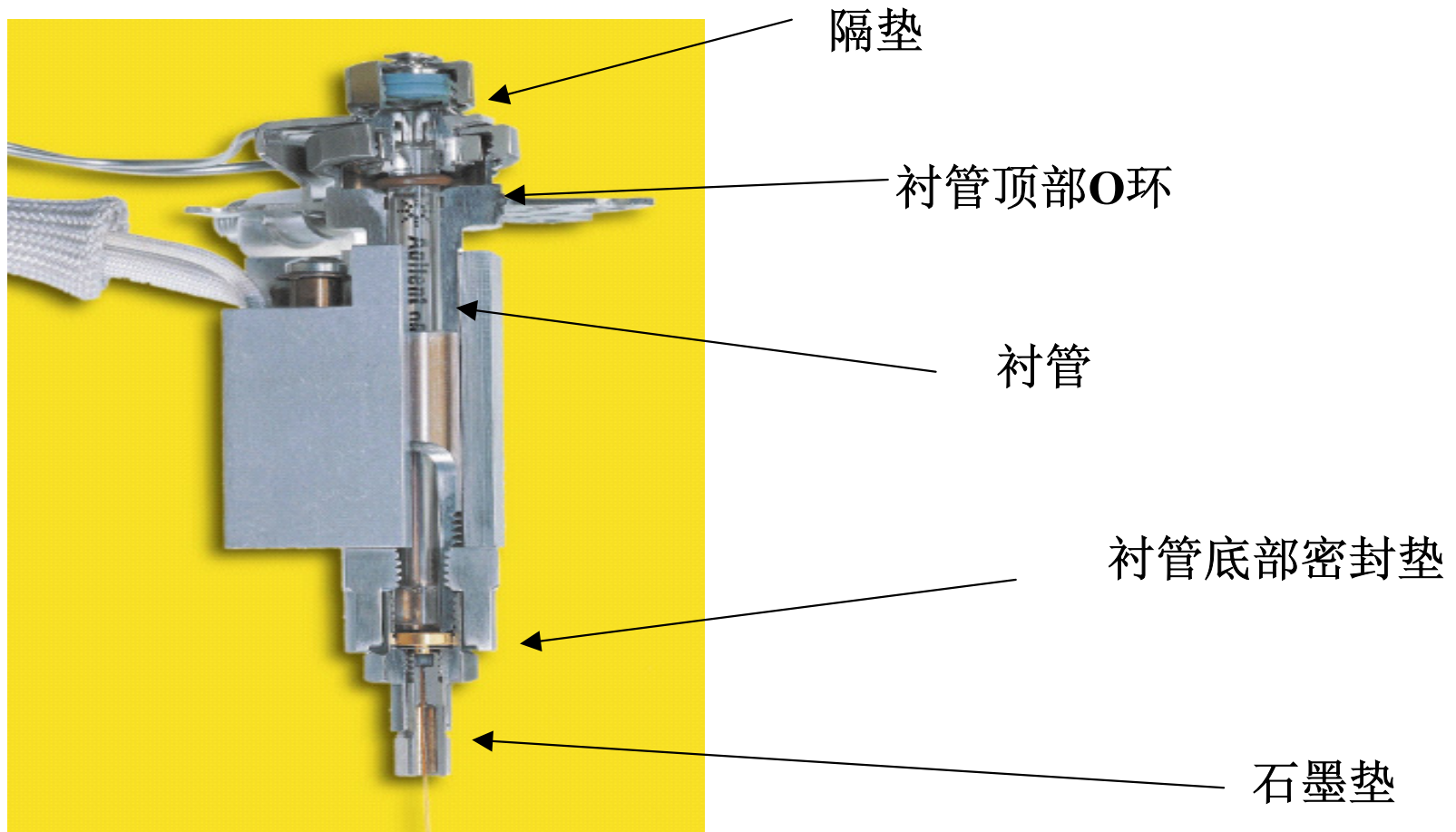
– 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解

- 根据GC，GCMSD的故障统计，90%的问题发生在进样口



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护 – 分析难题迎刃而解

隔垫

隔垫的作用

隔垫将样品流路与外部隔开，进样针插入时，能保持系统内压，防止泄漏，避免外部空气渗入，污染系统。隔垫一般由耐高温，惰性好，气密性好的硅橡胶制成。

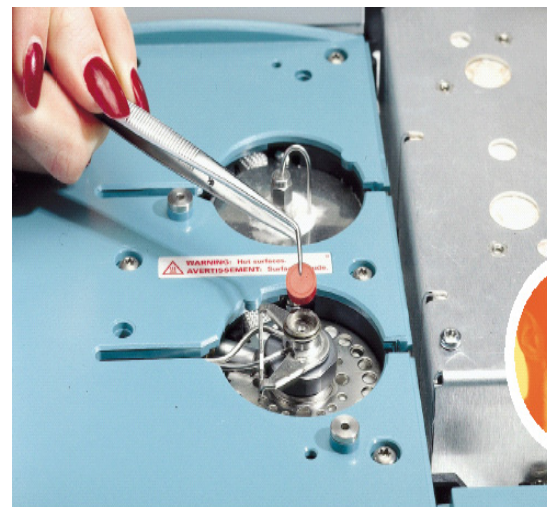
为什么要更换隔垫

隔垫要定期更换，为防止：

- 漏汽， 分解， 样品损失， 出鬼峰， 柱效下降

如何避免出现问题

- 进样口温度不要超过隔垫的最高使用温度
- 定期更换（200次）
- 安装后用“手紧“
- 使用针尖锋利的注射器



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解

隔垫

隔垫的种类 (11mm)

普通的隔垫：低流失，耐高温 (350C)，长寿命 (>200次)，易穿刺，不易成核



优级隔垫：中央有凹孔，针头不易弯曲，长寿命 (>400次)



特殊隔垫：寿命更长 (>2000次)

鸭嘴形隔垫设计

进样口压力：3-100 psi

进样口温度：100-300° C



Merlin Microseal



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

隔垫

进样隔垫特性总结

隔垫种类	流失性	使用寿命	温度限
BTO 垫 (流失性与温度优化垫)	✓✓✓ (适于高温)	✓	可达 400°C
长寿命垫	✓	✓✓✓	可达 350°C
高级绿色隔垫	✓✓	✓✓	可达 350°C
✓✓✓ = 最好	✓✓ = 较好	✓ = 好	



部件号 5183-4757



部件号 5183-4761



部件号 5183-4759



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管

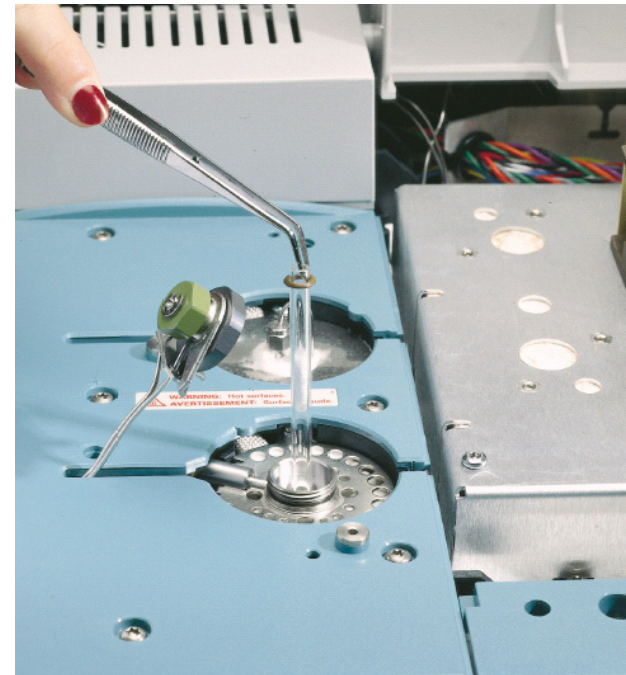
衬管的作用

衬管是进样口的中心，样品在此气化

为什么要更换衬管

衬管不定期更换，或使用不当会出现：

- 峰形变坏，
- 样品分解或歧视，
- 重现性差，
- 出鬼峰。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解

衬管

如何选择合适的衬管

对某种应用选择合适的衬管是一件困难和复杂的工作。需要考虑衬管的五个特性：

1. 衬管的容积。
2. 衬管的处理和去活问题。
3. 衬管的形状特点
4. 玻璃棉的装填位。
5. 是否需要玻璃棉？



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

	去活性低压降, 870uL	分流	5183-4647
	去活性, 900uL	不分流	
	去活性, 2mm ID, 250uL	直管型	5181-8818
	广泛适用, 870uL	分流/不分流	5183-4711
	去活性, 900uL	不分流	5062-3587
	去活性, 800uL	不分流	5181-3315
	1.5mm ID, 140uL	直管型	18740-80200
	2mm ID, 250uL	直管型	18740-80220
	4mm ID, 玻璃毛, 990uL	分流	19251-60540
	带杯无填充, 800uL	分流, 手动	18740-80190
	带杯有填充, 800uL	分流, 手动	18740-60840



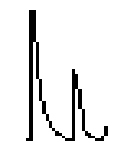
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管

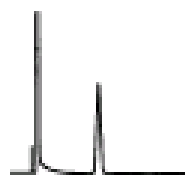


正常



不正常

严重污染的衬管



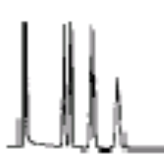
正常



不正常



不正常



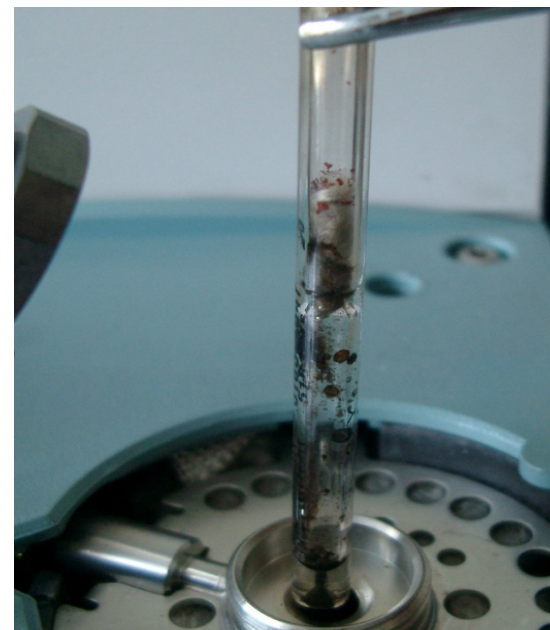
正常



不正常



不正常



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护 – 分析难题迎刃而解

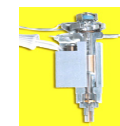
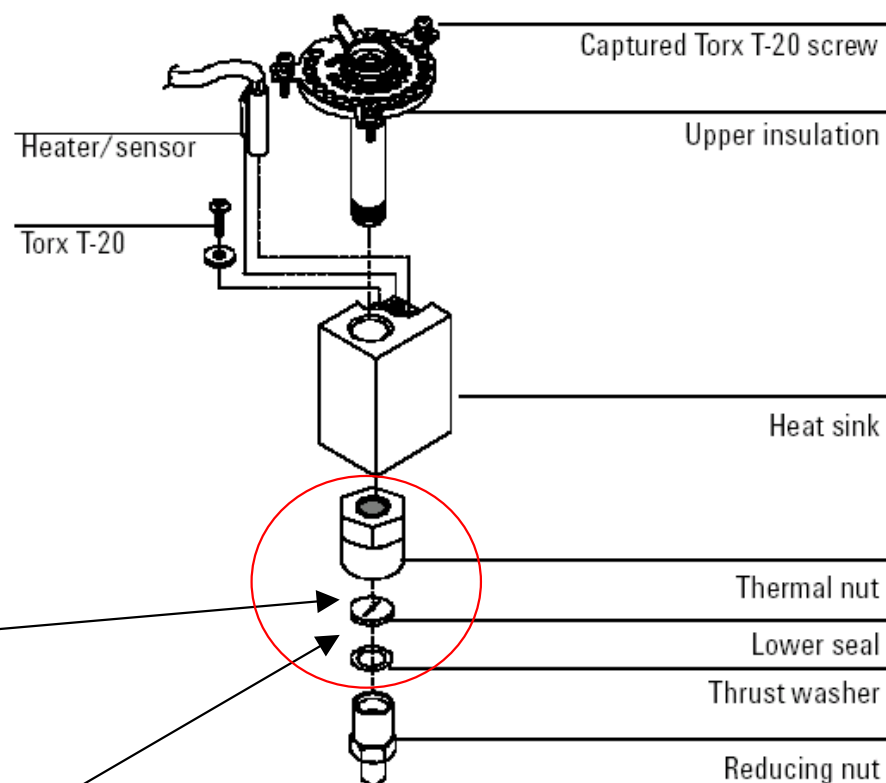
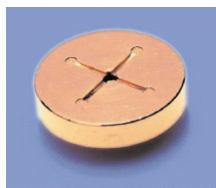
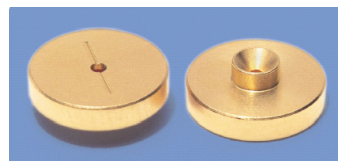
衬管密封垫 – 经常被遗忘的角落

衬管顶部密封垫有两种

1. 普通的硅橡胶O环
2. 耐高温的石墨O环

衬管底部密封垫有三种

1. 不锈钢垫
2. 镀金垫
3. 十字孔镀金垫



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

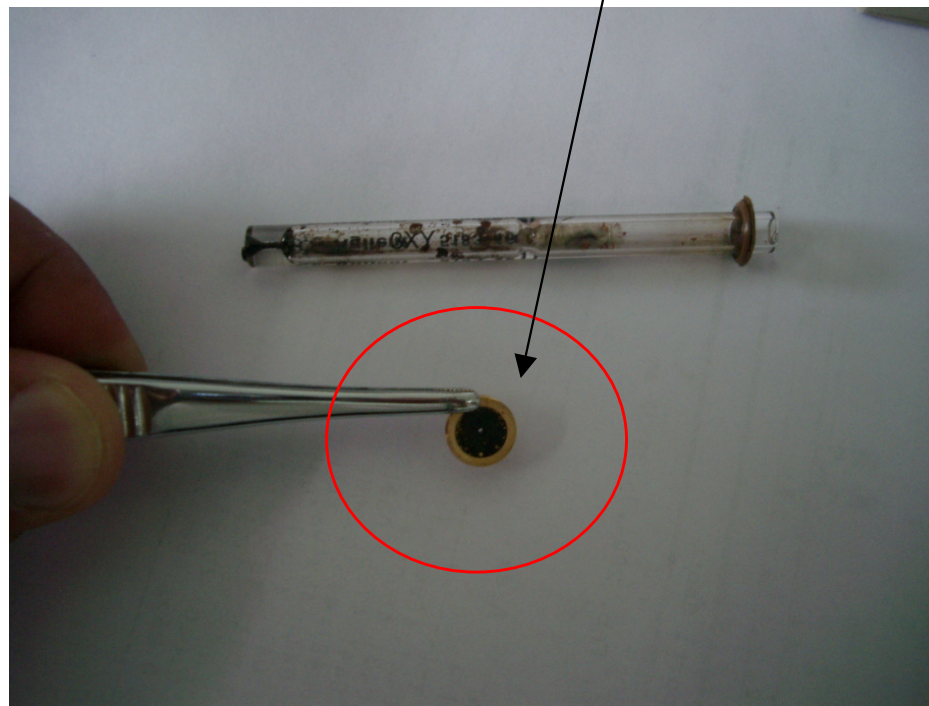
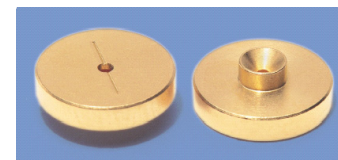
– 进样口的日常维护 – 分析难题迎刃而解

衬管底部密封垫 – 经常被遗忘的角落

定期检查，清洗衬管底部密封垫

污染的密封垫导致

- 峰形变坏，
- 样品分解或歧视，
- 重现性差，
- 出鬼峰。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

— 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解

石墨垫

石墨垫的作用

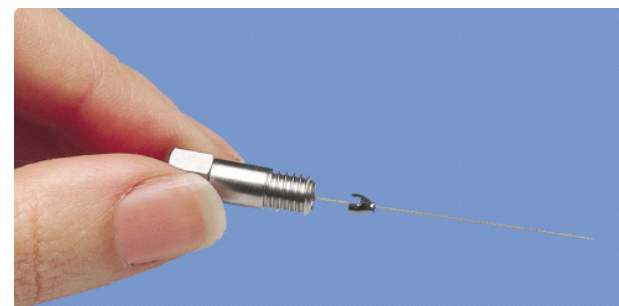
色谱柱与色谱系统的连接处靠密封垫密封。理想的密封垫提供无泄漏的密封效果，适合各种外径的色谱柱，不用过分拧紧，与色谱柱或接头不粘连，且耐温度变化。

为什么要更换石墨垫

石墨垫损坏会造成：水，空气渗入系统，破坏色谱柱，样品损失，出鬼峰，污染质谱仪

如何避免出现问题

- 先用手拧紧柱帽，再用扳手拧紧。
- 保持清洁，避免手印，油的污染。
- 用放大镜检查是否有破损，裂纹。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

石墨垫

石墨垫的种类

100%纯石墨：软，易成型，密封性能优良，稳定，不含硫，无过度石墨蒸发，耐高温。不能用于MS系统

(85%/15%) Vespel / 石墨：石墨与Vespel混合材料的密封垫。氧扩散率低，质地较硬，不易变形。必须与不同外径的色谱柱配套使用，GCMS系统专用。

高温下会流失造成收缩，经常要拧紧，防止泄漏。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

柱密封垫类型

	优点	局限
石墨垫	使用方便 密封性能稳定 耐高温	质软，易变形或破裂 <ul style="list-style-type: none">• 可能造成系统污染• 不能用于 GC/MS 传输线
Vespel 或 Vespel- 石墨垫	机械强度高 使用寿命长	高温下会流失 <ul style="list-style-type: none">• 必须经常拧紧密封垫• 易泄漏 对某些检测器(氮磷检测器和电子捕获检测器)，可能会产生聚合物流失问题



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

– 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

安捷伦密封垫选择条件

密封圈 / 密封垫 类型	上限温度	用途	局限性
石墨 (100%)	450°C	通常用于毛细管柱。 适用于 FID 和 NPD 检测器。推荐用于 高温和冷柱头进样。 拆卸方便	质谱分析(MS)或 对氧敏感的检测器 不适用
Vespel/ 石墨 (85% / 15%)	350°C	通常用于毛细管柱。 推荐用于 MS 或氧 灵敏的检测器。气 密性好，可靠	不能重复使用
Vespel (100%)	280°C	恒温操作，可重复 使用，拆卸方便	温度往复升降后易泄漏

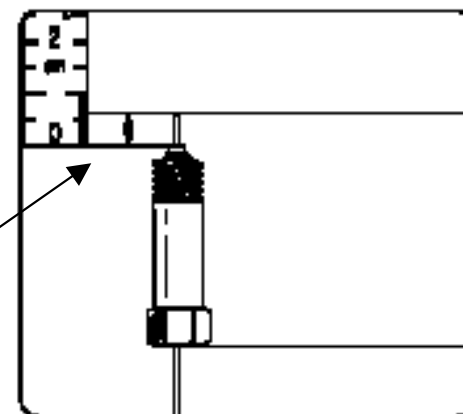


Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

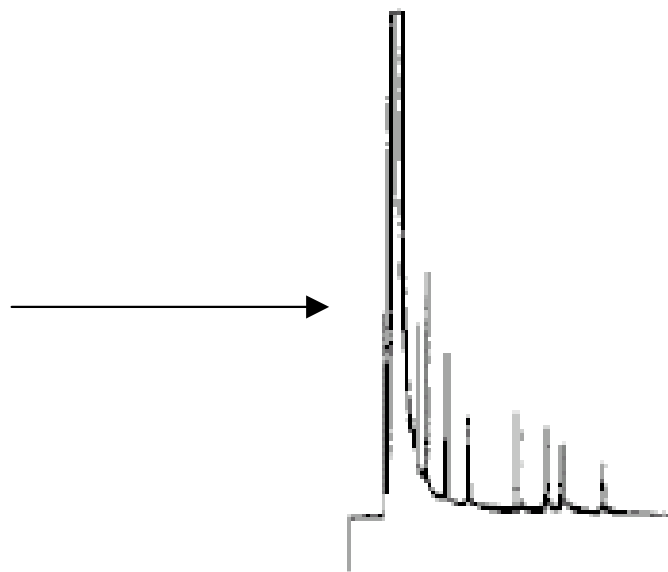
– 进样口的日常维护 — 分析难题迎刃而解

石墨垫

正确安装石墨垫，确认距离是在 4 – 6 mm



色谱柱在进样口中的位置不正确
载气流路中有密封垫颗粒

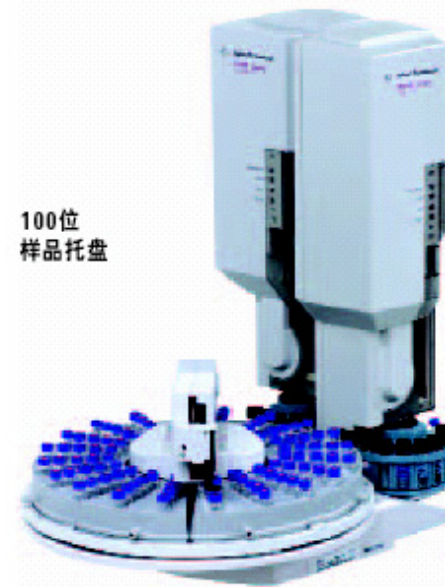


Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 自动进样器的结构
- 日常维护
- 常见故障

自动液体进样器



不使用托盘的8位样品转盘



使用托盘的11位传送转盘



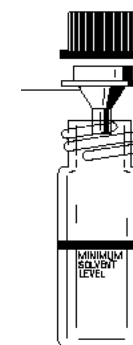
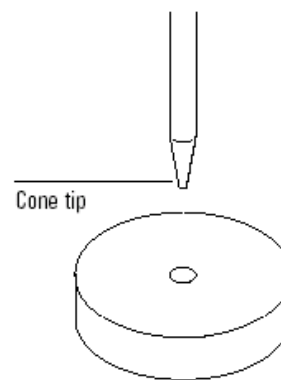
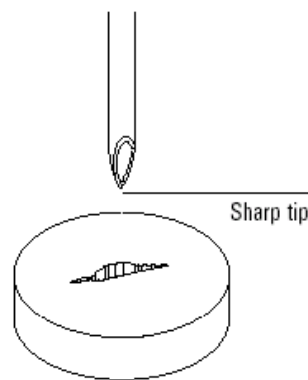
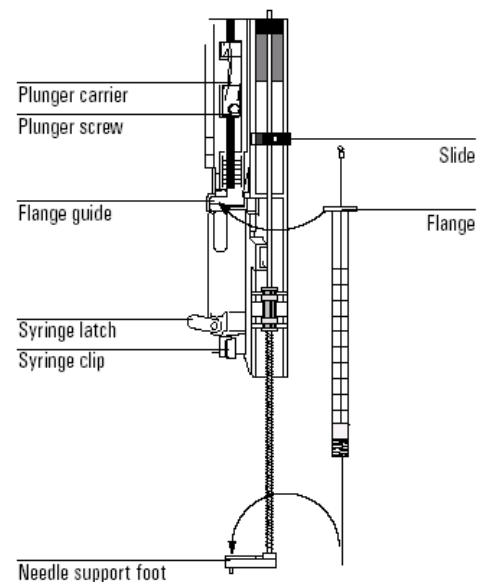
Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 自动进样器的结构

正确选择

注射器
样品瓶
进样隔垫



Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

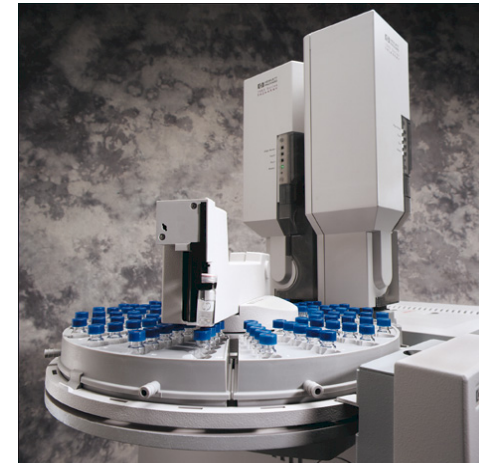
- 日常维护

经常检查进样口隔垫

清洗检查进样针

清洗样品盘，机械臂上的灰尘

清除样品盘周围的异物

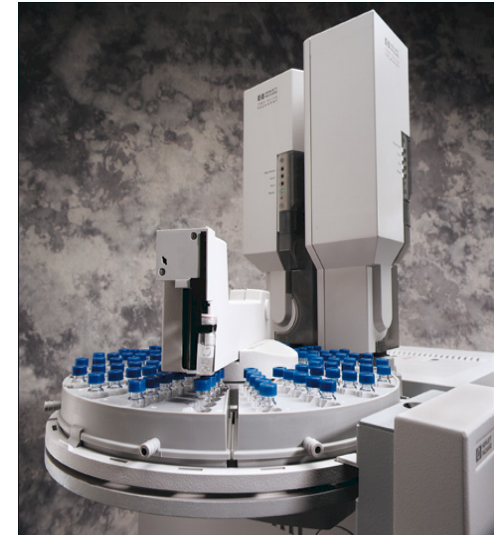
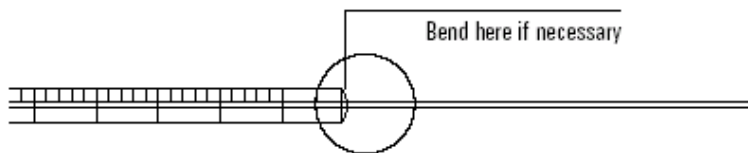


Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 常见故障

1. 重现性不好: 样品粘度, 抽样速度, 排汽泡
2. 样品残留: 增加洗针的次数(溶剂洗针, 样品洗针)
3. 污染和鬼峰: 彻底清洗进样针, 更换进样垫和衬管
4. 注射器故障: 换针



Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

— 日常维护 — GC系统推荐的维护时间表

维护周期	描述	备注	
载气	<ul style="list-style-type: none"> 压力: 每天 净化器: 根据需要 	清洗铜管: 5180-4196 干燥器: 3150-0532 脱氧管: 3150-0414	<ul style="list-style-type: none"> 使用 99.999% (或更纯) 的载气 使用金属净化器
进样口	<ul style="list-style-type: none"> 根据进样体积 	隔垫: 5181-3383 衬管: 19251-60540 橡胶O形环: 5180-4182 分流板: 18740-20885 密封圈: 5061-5869	<ul style="list-style-type: none"> 使用低流失隔垫. 使用适当的衬管.清洗或更换分流板
色谱柱	<ul style="list-style-type: none"> 根据需要 	HP5MS: 19091S-433 柱接头螺帽 (进样口): 5181-8830 柱接头螺帽 (MSD): 05988-20066	使用低流失交联柱, 柱子接MS前老化
垫圈	<ul style="list-style-type: none"> 进样口: 根据需要 GC/MS接口: 更换柱子时 	进样口: 0.20mm: 5080-8853 0.25mm: 0.32mm: GC/MS接口:: 0.20mm: 5062-3508 0.25mm: 5062-3508 0.32mm: 5062-3506	<ul style="list-style-type: none"> 不要在GC/MS接口使用100%石墨垫圈! 不要过度拧紧!



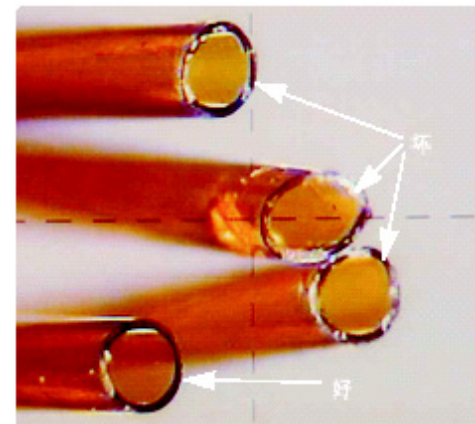
Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

– 色谱柱的维护与保存

色谱柱在不使用时要安全保存起来。

安全保存中有两大要点：

1. 保存柱子切勿划伤。划伤后的柱子可能由于高温加热而足以使之从划痕处断裂。
2. 堵上柱子两端以保护柱子中的固定液不被氧气和其它污染物所污染。

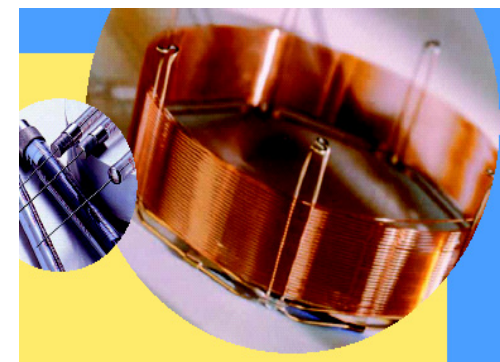
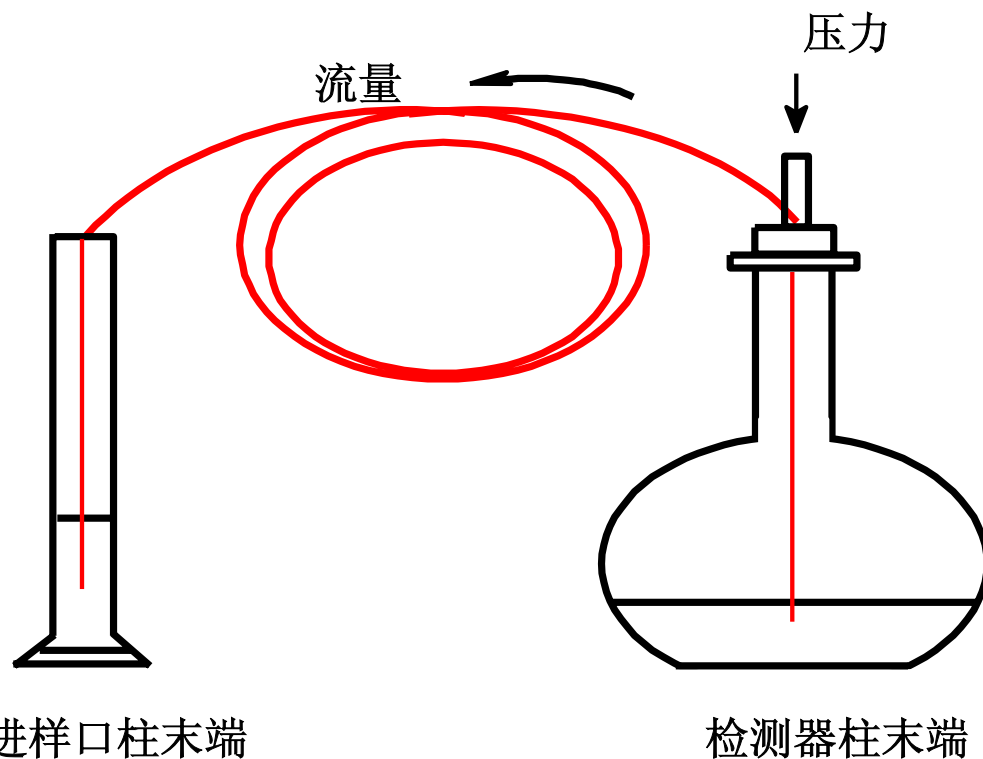


当使用熔凝硅柱时，记住这是一种玻璃材质，一定要注意保护眼睛。



Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

– 色谱柱的维护与保存

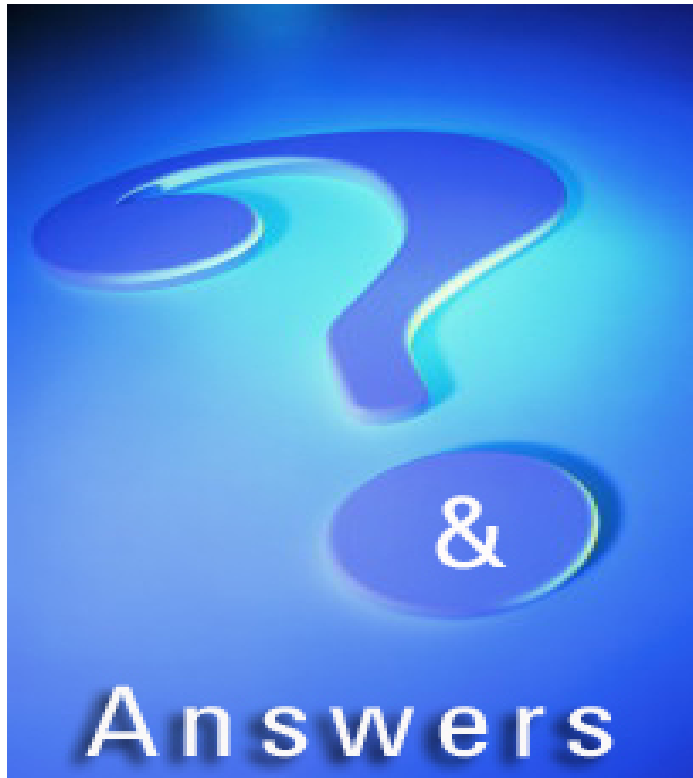


固定相（交联的硅氧相）允许我们使用溶剂淋洗柱来溶掉或移走柱上的沉积物，这样可以避免峰拖尾。

毛细管柱淋洗贮罐：订货号 9301-0982



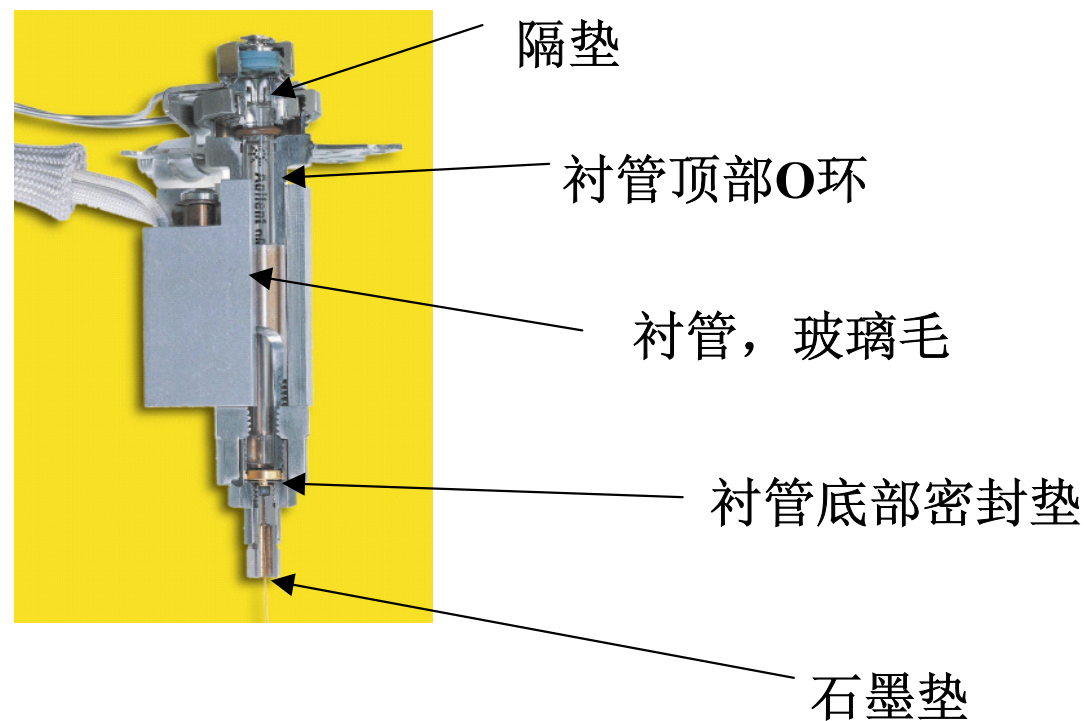
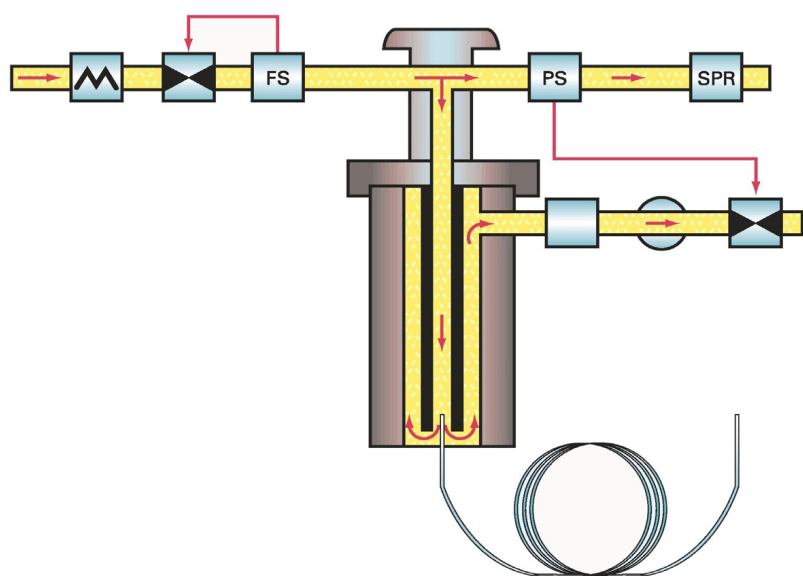
Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断



1. 一台新仪器6890GC, 用户发现作Agilent的测试样品重现性很好, 但是换自己的样品重现性不好. 检漏OK, 更换衬管, 隔垫无效.
2. 一台用了6年的6890GC+自动进样器. 一直工作正常. 用户自己作了一次清洗, 更换了衬管. 重现性变坏.
3. 一台用了3年的6890GC, Agilent 工程师上门作常规维护, 更换了进样隔垫, 大体积衬管, 但是重现性不好. 去了四次才解决.
4. 一台6890GC, 作其他样品都正常, 但是作农残样品信号很低. 隔垫, 衬管都是新的, 衬管经过去活处理, 玻璃毛的位置正确.



Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

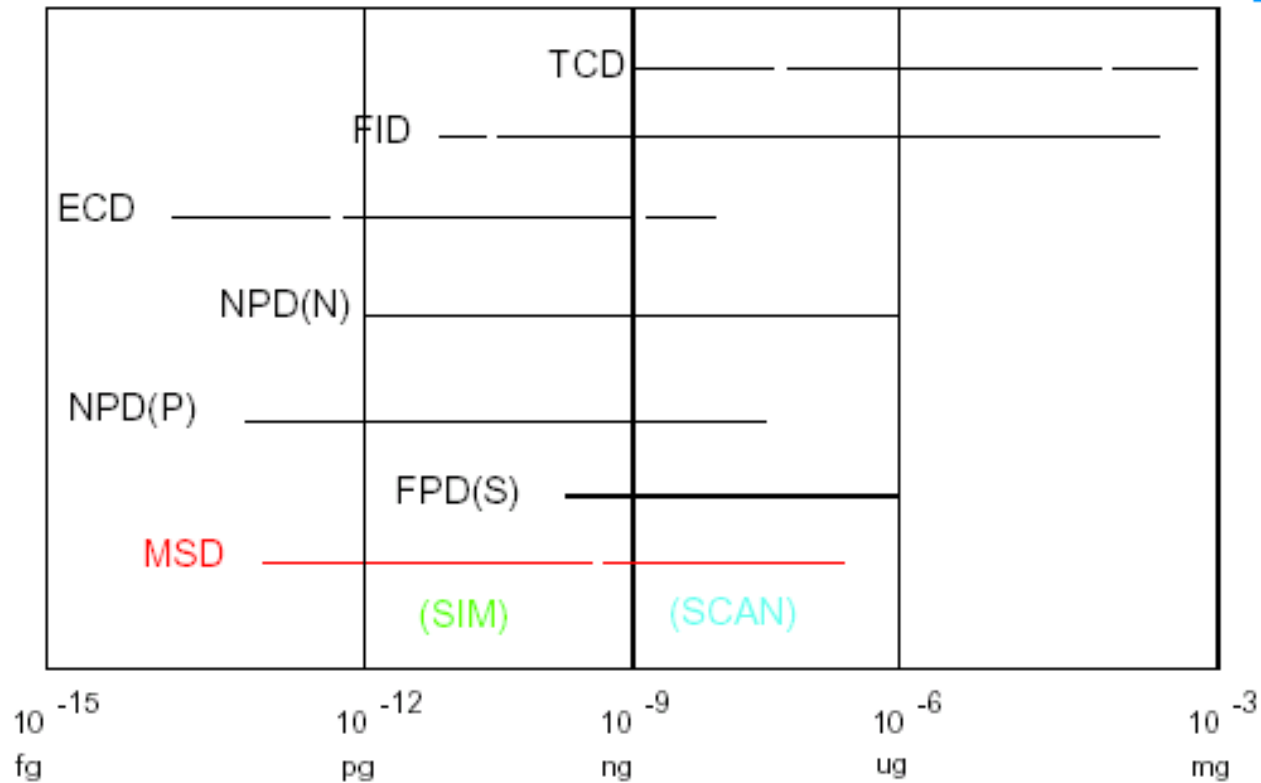
二. Agilent 597X 台式质谱仪谱仪

- 台式质谱仪 / GC检测器
- 仪器结构
- 故障诊断
- 日常维护
- 污染源



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 台式质谱仪 / GC检测器



1 ng in 1 uL Liquid (sg = 1) is 1 ppm Concentration

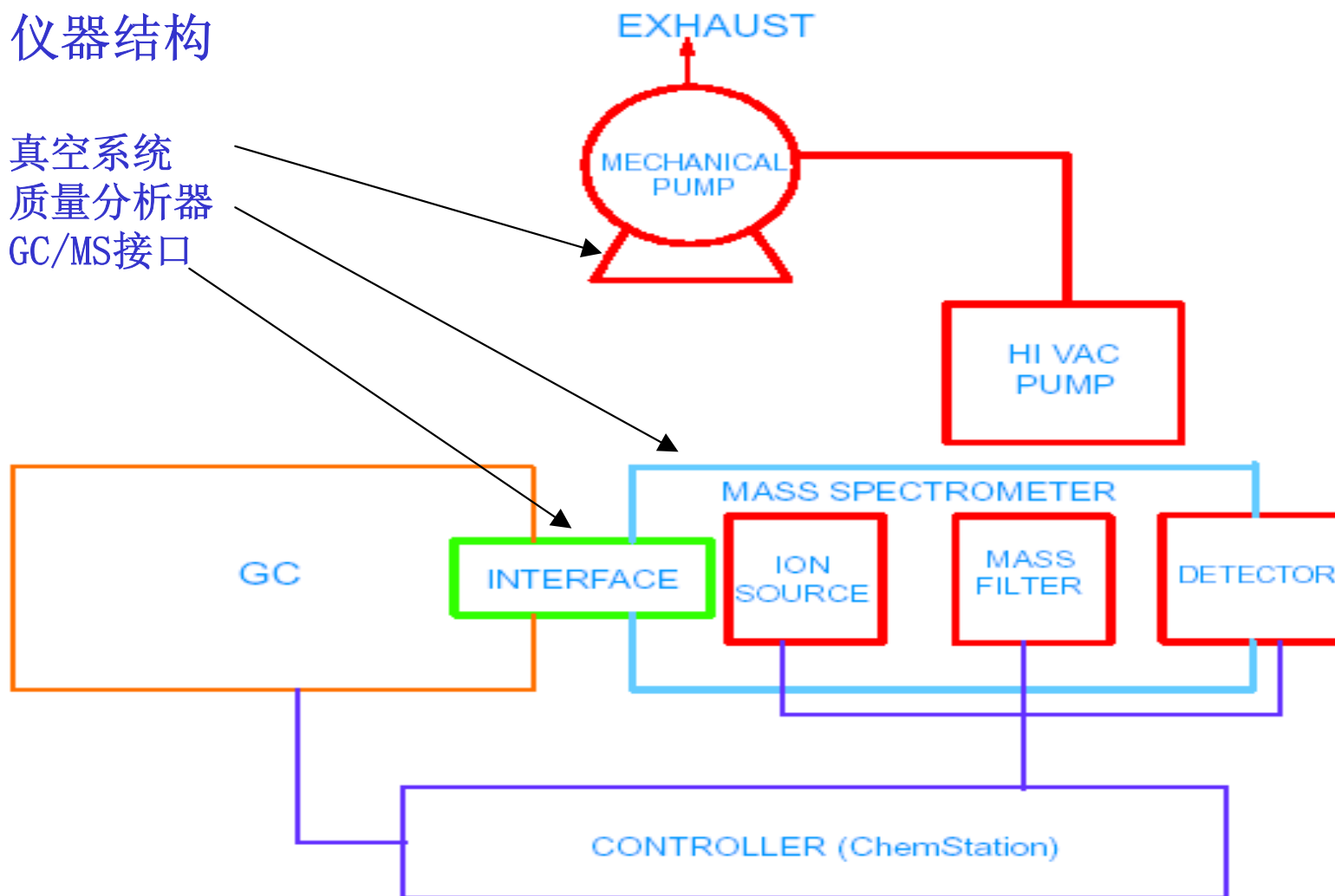
**Mass Selective Detector:
Universal and Specific**



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构

1. 真空系统
2. 质量分析器
3. GC/MS接口



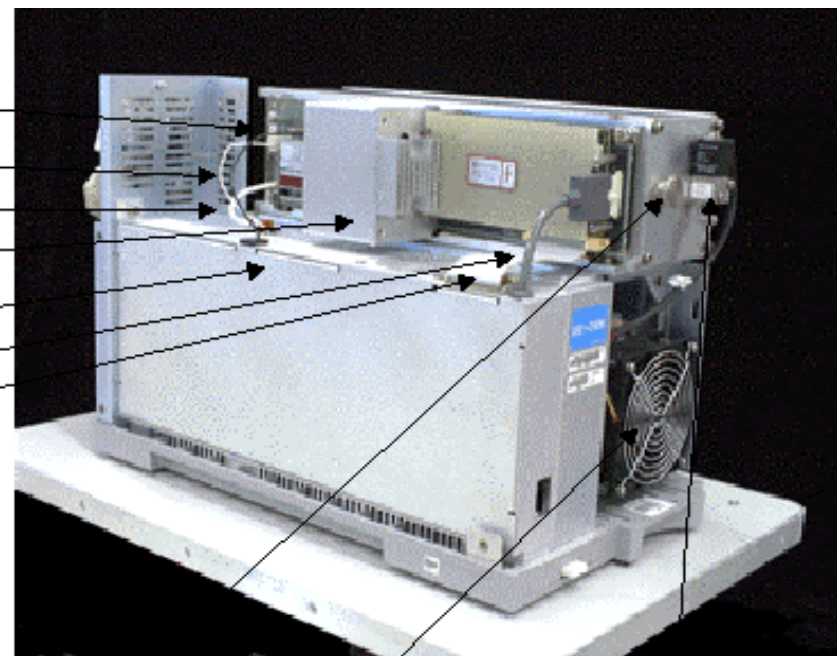
Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构

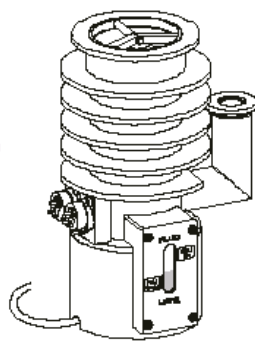


机械泵

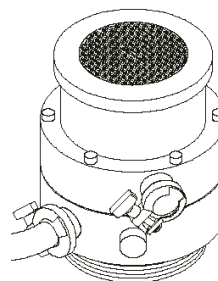
Signal Cable
Diffused Ion Focus Cable
HED Signal Cable
Side Board
Electronics Module
Heater Cables
Signal Cables



Vent Plug High Vacuum Fan Calibration Valve



扩散泵

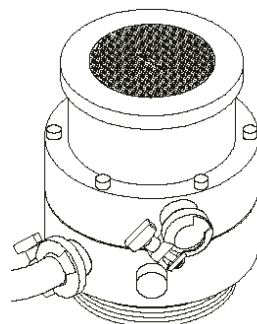
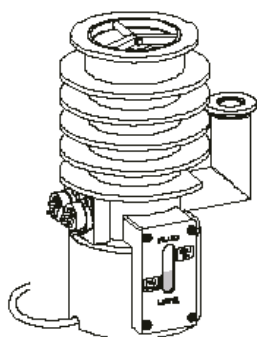


分子涡轮泵



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构 1. 真空系统



检查泵油 / 星期

更换泵油 / 年

检查泵油 / 年

检查冷却风扇

90,000 rpm, 70L/s, Rotor diameter 60mm

27,000 rpm, 255L/s, Rotor diameter, 200mm

285m/s 637.36 miles/hr

免维护, 20,000小时使用寿命 (2.28年)



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

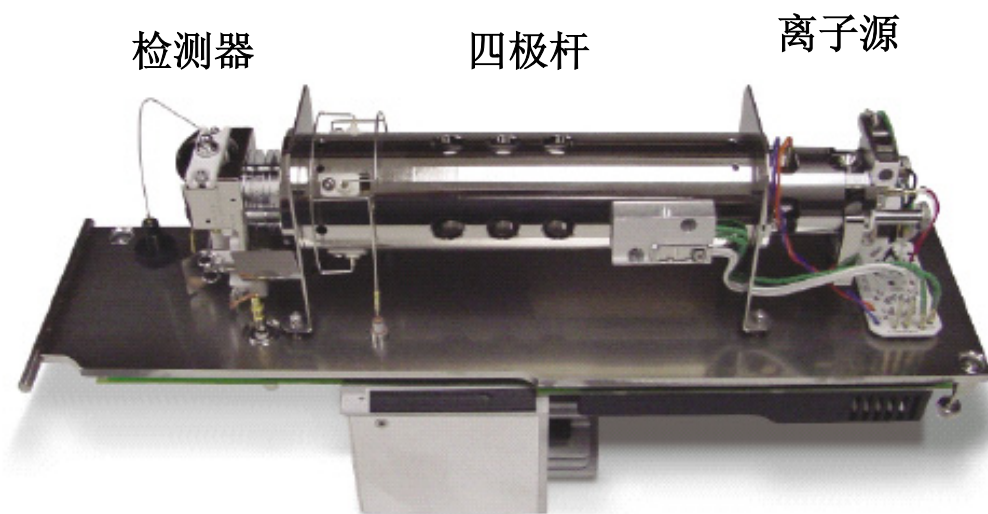
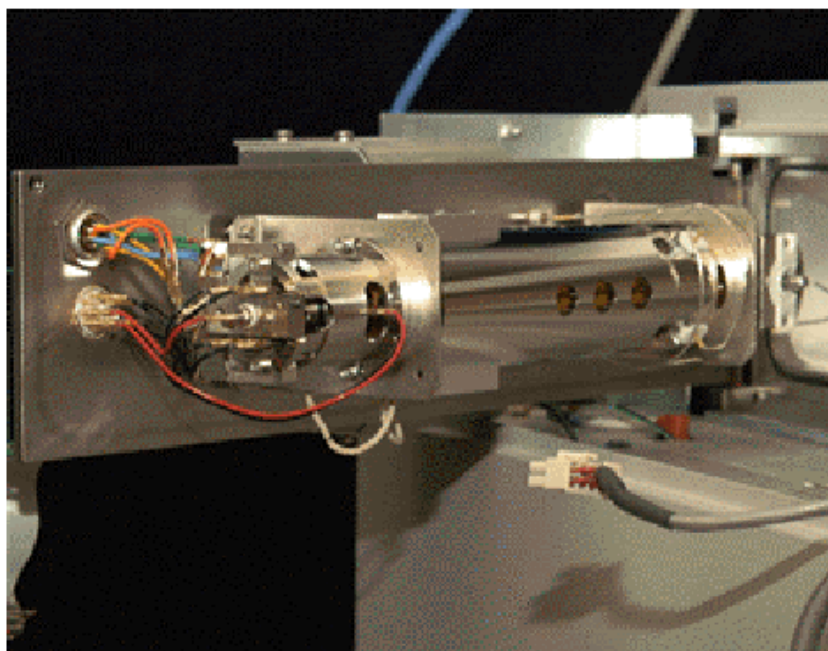
— 仪器结构 1. 真空系统

损坏的分子涡轮泵 →



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 仪器结构 2. 质量分析器—离子源，四极杆，检测器



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

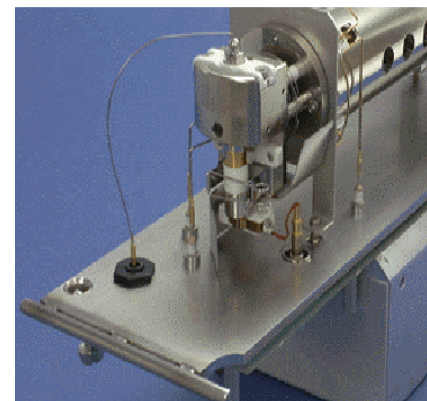
— 仪器结构 2. 质量分析器



离子源



四极杆

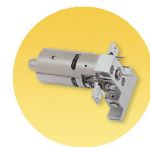


检测器



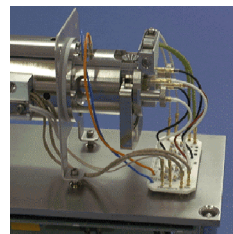
Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构 2. 质量分析器—离子源

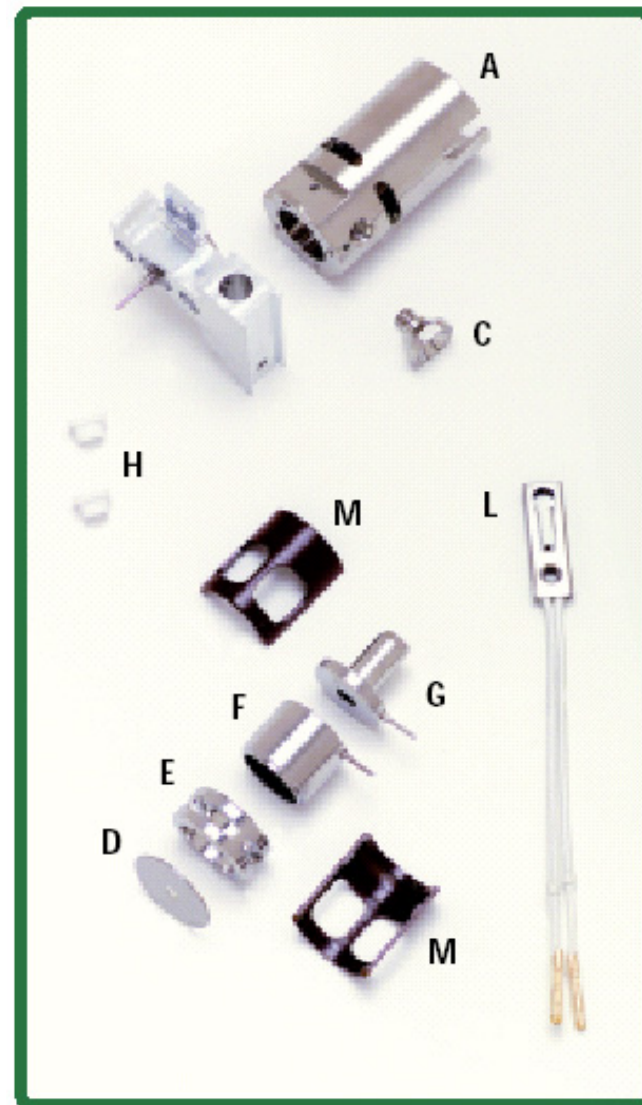
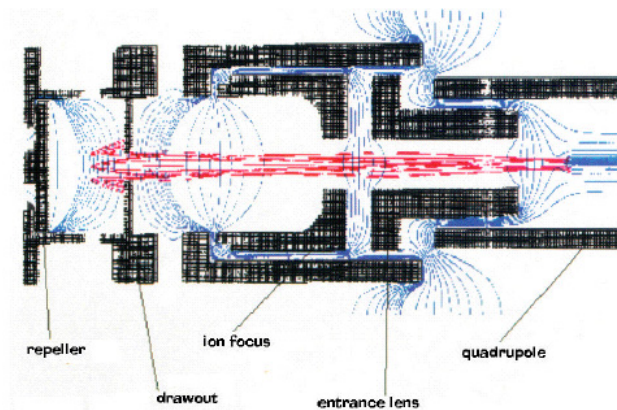


常见故障

- 高质量的离子丰度低 (219, 502):
- 离子源污染——清洗:
- 离子源上的电压不对——检查电路板
- 灯丝没电流:
- 灯丝断裂——更换灯丝
- 灯丝短路——重新安装灯丝
- 调谐没有峰:



0.0 – 315.2 μ A
10.0 – 241.5 eV



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构 2. 质量分析器—四极杆

从调谐结果判断四极杆的好坏

峰形好，不分叉

同位素丰度比正常，分辨率好

Peak Width = 0.6 amu

Mass Assignment = M/Z +/- .05 amu

常见故障

- 调谐结果不好
- 调谐不稳定
- RF Fault: "Difficulty with Mass Filter Electronics"

可能的原因

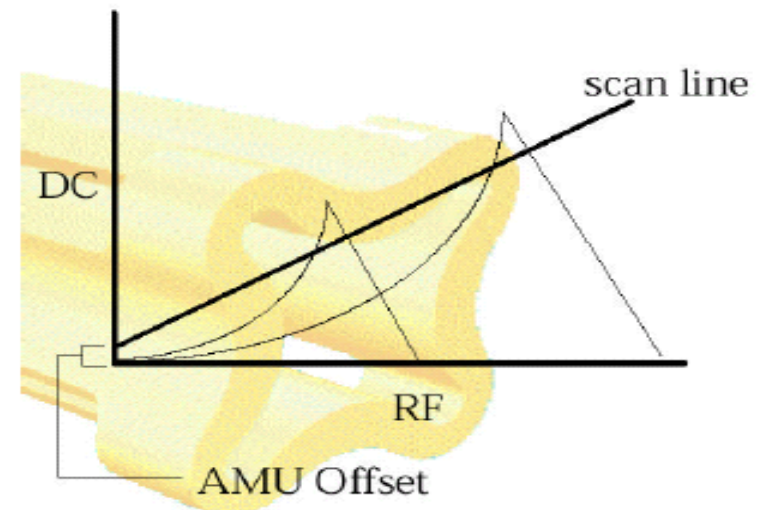
真空问题

四极杆接触不好，四极杆有破损

电路板故障



Stability Diagram



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 仪器结构 2. 质量分析器—检测器

常见故障

- EMV电压升高(>2700V)
- 502丰度低EMV

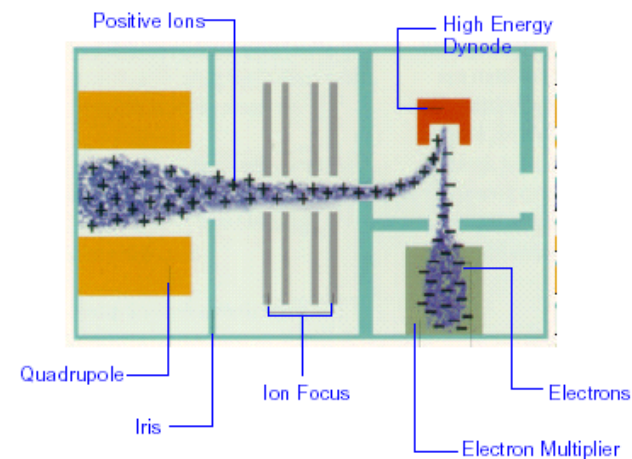
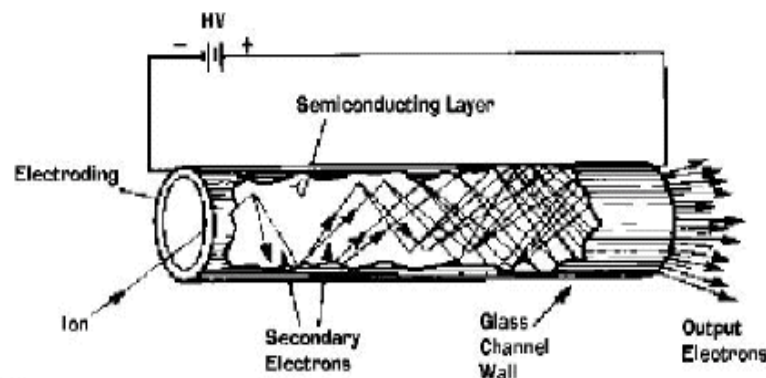
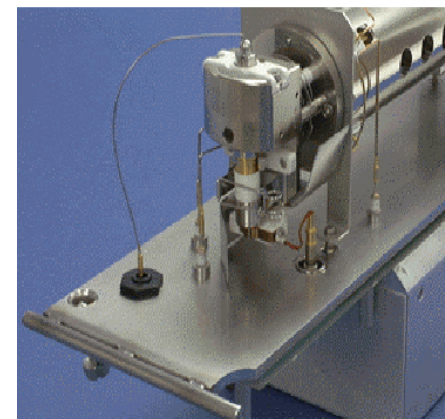
可能的原因

真空问题

离子源污染

EM老化

HED故障



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

– 仪器结构 3. GCMSD 接口

Column Flow < 2ml/min, 接口温度 280度

MSD 流量(ml/min)

每个 MSD 都有自己的最大流量要求。请参照 MSD 流量表以确定流量极限值。

	最小值	扩散泵最大值	涡轮分子泵最大值	调谐最大值
5973	0.1	2.0	4.0	2.0
5972	0.1	2.0	NA	2.0
5971	0.1	1.5	NA	1.0
GSD	0.1	1.0	NA	1.0



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

– 仪器结构 3. GCMSD 接口

Column Flow < 2ml/min, 接口温度 280度

Column	ID (mm)	Typical Flow	Interface
Narrow Bore	0.10 0.20 0.25	0.1 - 1.0 mL/min	Capillary Direct
Wide Bore	0.32	1 - 3 mL/min	Splitters Jet Separator
Megabore	0.53	3 - 15 mL/min	Splitters Jet Separator



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

– 故障诊断

调谐—最快捷的诊断方法

•Auto Tune

•Manual Tune

PFTBA—调谐标样

•稳定

•半挥发性

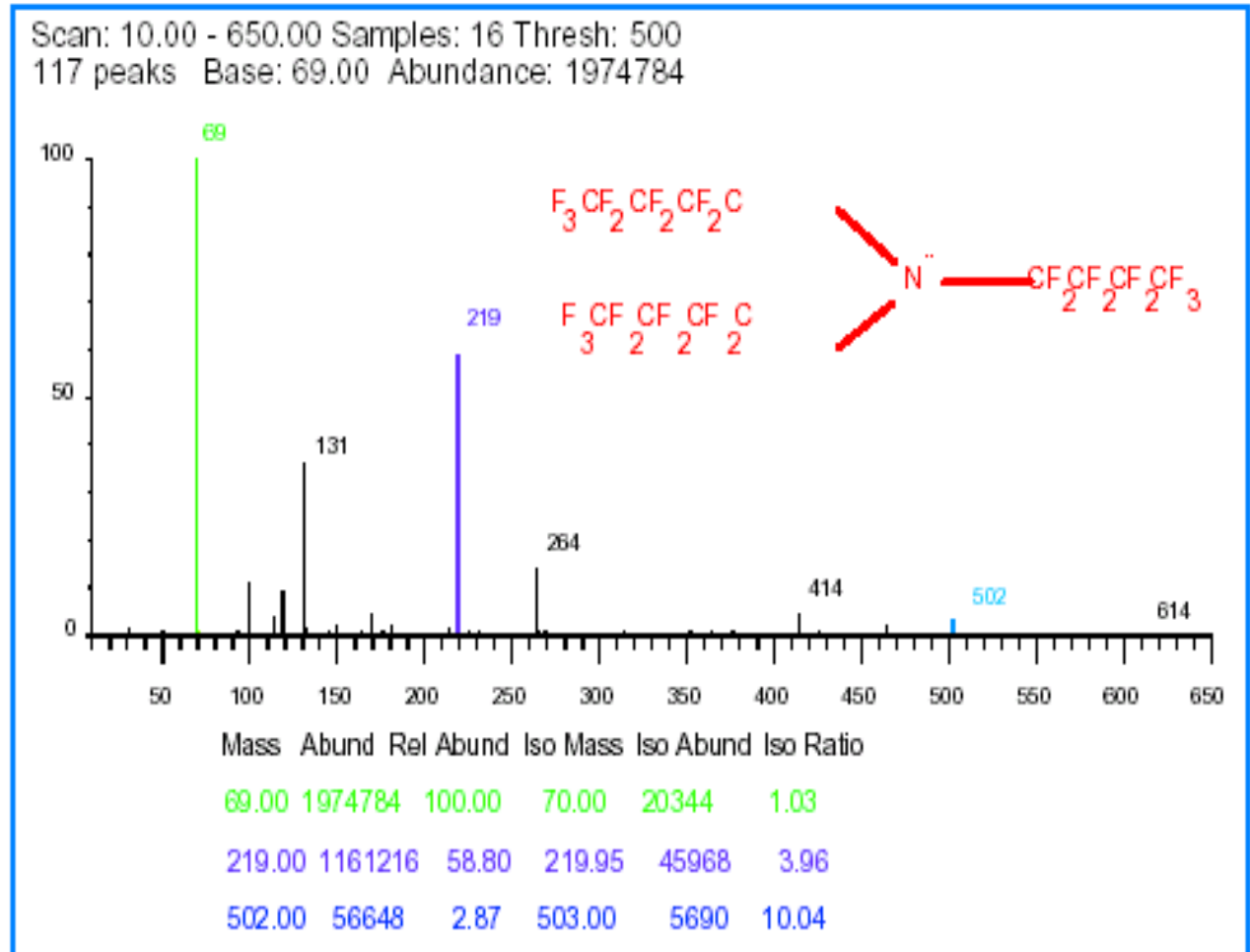
•碎片覆盖全部质量范围

•C-13, N-15 同位素

31, 51, 69, 100, 119, 131, 169

181, 214, 219, 264, 376, 414

426, 464, 502, 576, 614



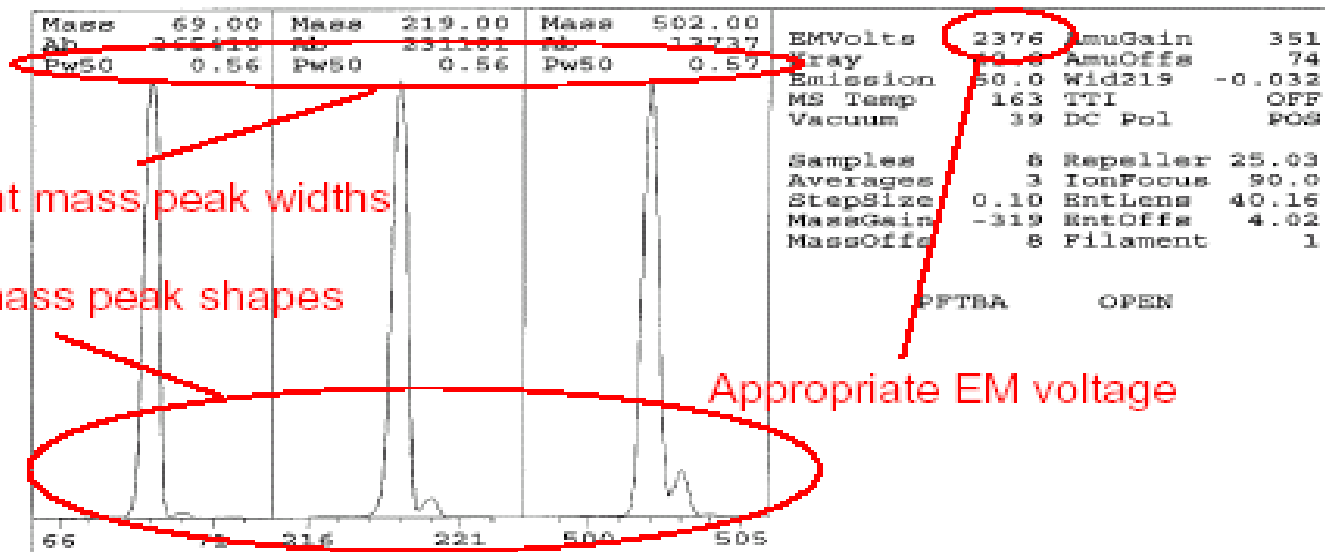
Perfluorotributylamine (PFTBA)



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 故障诊断

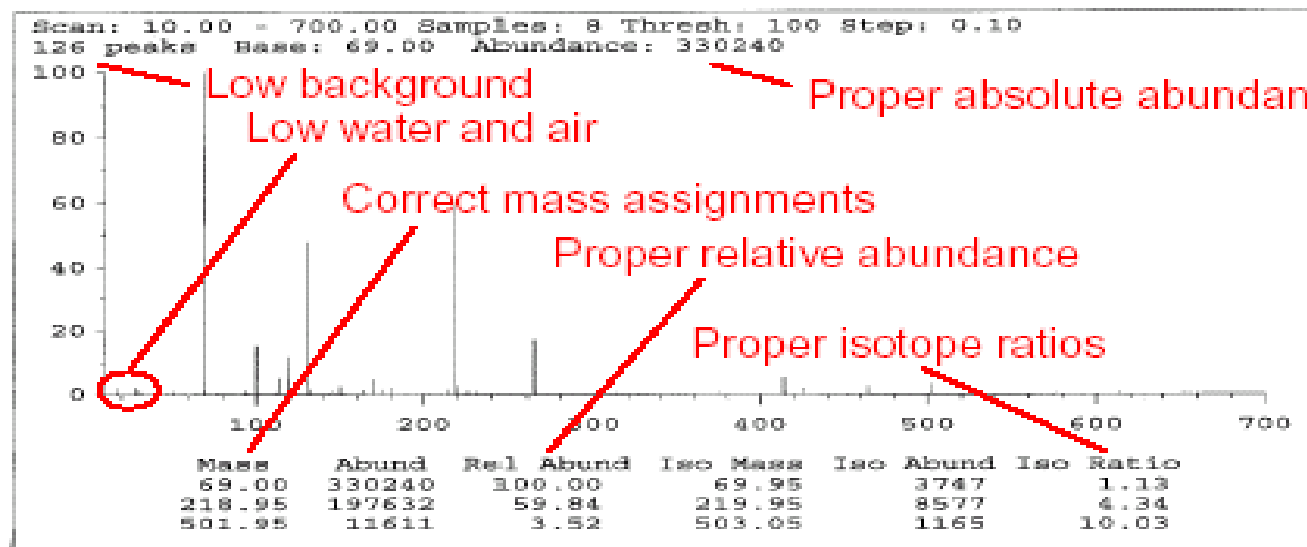
HP5972 Standard Spectra AutoTune
 Instrument: 5971 - Instrument2
 Wed Aug 02 14:07:27 1995
 C:\HPCHEM\2\5972\ATUNE.U



Consistent mass peak widths

Symmetrical smooth mass peak shapes

Appropriate EM voltage



Low background

Low water and air

Proper absolute abundance

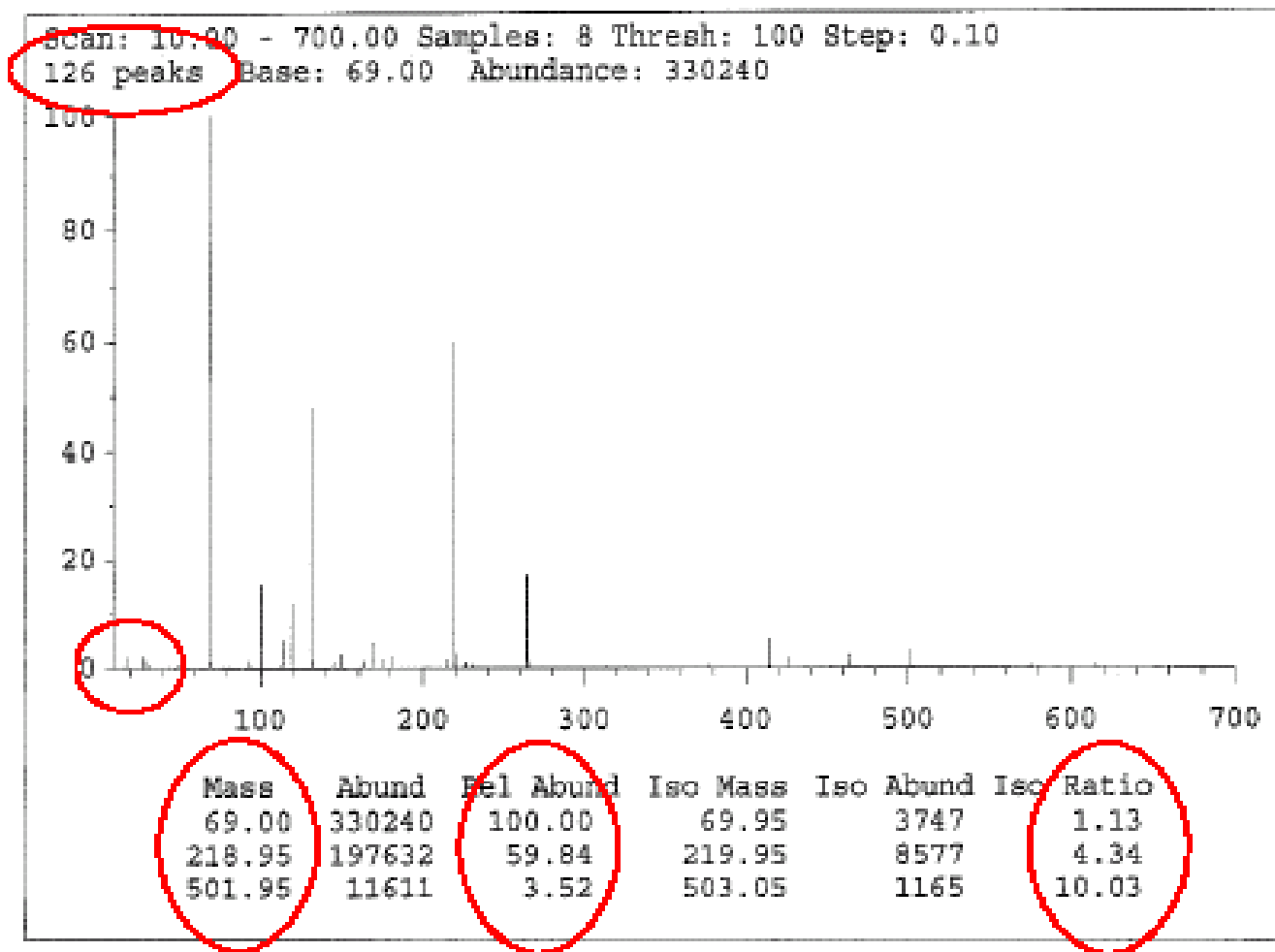
Correct mass assignments

Proper relative abundance

Proper isotope ratios

Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 故障诊断



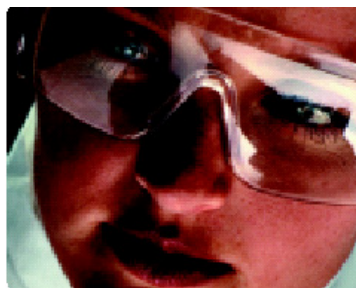
从 spectrum scan, 检查:

- 水和空气
- 本底
- 正确的质量分配
- 适当的丰度比
- 适当的同位素比



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

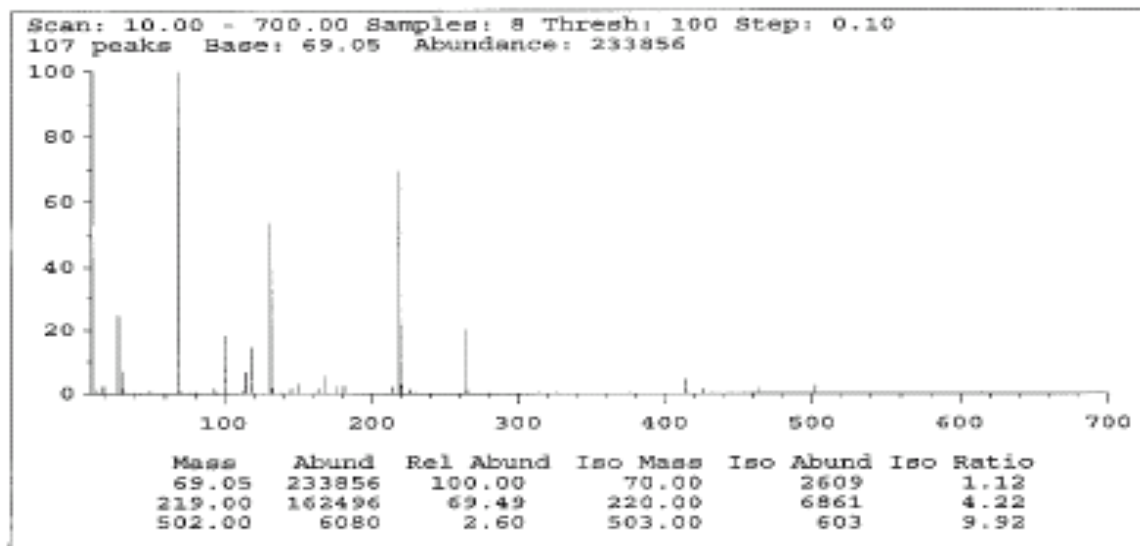
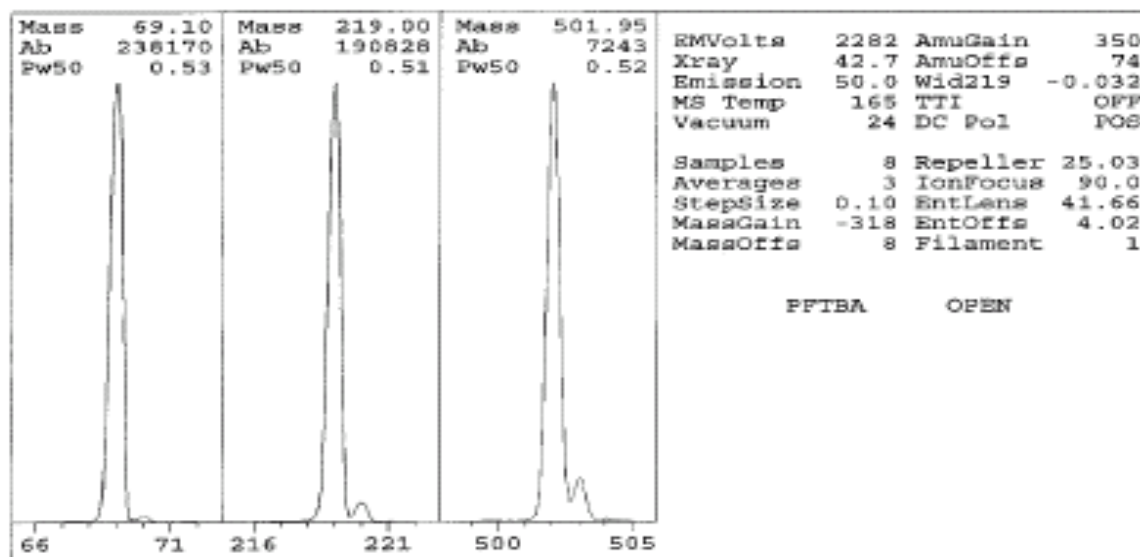
- 故障诊断



你从这张报告中
发现问题了吗？

1. ?
2. ?

HP5972 Standard Spectra AutoTune
Instrument: 5971 - Instrument2
Wed Aug 02 14:36:09 1995
C:\HPCHEM\2\5972\ATUNE.U



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 故障诊断—离子源

如何判断是离子源污染了？

1. 重现性变差
2. 无法通过标准调谐
3. 调谐结果不好：

502丰度低

同位素丰度比不正常 ($M + 1$'s)

本底噪音高

EM 电压过高

4. 距离上一次清洗离子源有多长时间了？运行了多少样品？



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 故障诊断-判断电路故障

状态检查

The screenshot displays the 'GC/MS Instrument #1 Diagnostics - ATUNE.U' software interface. The main menu includes File, Status, Vacuum, Diagnostics, Logs, View, Stop/Abort, and Help. Several diagnostic windows are open, with red arrows pointing to specific elements:

- MS Status**: A menu item in the top-left pane.
- MS I/O Test**: A menu item in the top-left pane.
- MS Temp Ctrl Status**: A menu item in the top-left pane.
- MS Error Codes**: A menu item in the top-left pane.
- MS Temp**: A menu item in the top-left pane.
- GC/MS Instrument #1 Diagnostics - ATUNE.U**: A window titled 'MASS SPECTROMETER STATUS' showing 'Mass Spectrometer status is okay.'
- GC/MS Instrument #1 Diagnostics - ATUNE.U**: A window titled 'MS Temp Controller Status' showing 'MS Temperature Controller Board Status is okay !'.
- MS Zones**: A window with a table showing temperature data for MS Source and MS Quad.
- GC/MS Instrument #1 Diagnostics - ATUNE.U**: A window titled '--- I/O TEST ---' showing a list of 16 IO tests, all of which passed.

Zone	Actual	Setpoint	Limit
MS Source	230	230	250
MS Quad	150	150	200

IO TEST: Bit 0 passes.
IO TEST: Bit 1 passes.
IO TEST: Bit 2 passes.
IO TEST: Bit 3 passes.
IO TEST: Bit 4 passes.
IO TEST: Bit 5 passes.
IO TEST: Bit 6 passes.
IO TEST: Bit 7 passes.
IO TEST: Bit 8 passes.
IO TEST: Bit 9 passes.
IO TEST: Bit 10 passes.
IO TEST: Bit 11 passes.
IO TEST: Bit 12 passes.
IO TEST: Bit 13 passes.
IO TEST: Bit 14 passes.
IO TEST: Bit 15 passes.



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

– GCMSD污染源



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

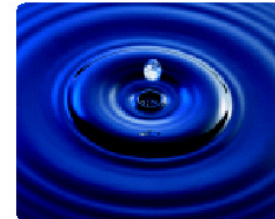
– GCMSD污染源 – GC or MSD

来源于 GC 的污染包括：

- 色谱柱或隔垫流失
- 进样口不清洁
- 进样口衬管
- 注射器污染
- 劣质载气
- 载气管线不清洁
- 手印和指纹
- 空气泄漏
- 用于清洁的溶剂和材料

来源于 MSD 的污染包括：

- 空气泄漏
- 用于清洗的溶剂和材料
- 扩散泵油
- 前级泵油
- 各部分中的指纹



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

– GCMSD污染源 – 柱流失

柱型	裂分离子碎片
SE-54, HP-1, HP-5, OV-101	73、147、207、221、253、281、327、355
OV-17, HP-17,	73、147、197、221、253、281、327、355
OV-225, HP-225	73、135、156、197、253、269、313、327、403
FFAB, HP-INNOWax, HP-FFAP	57、69、97、123、173、191、207、219、240、264、289、305
聚乙二醇	131、133、147、161、163、191、195 205、207、281、355



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

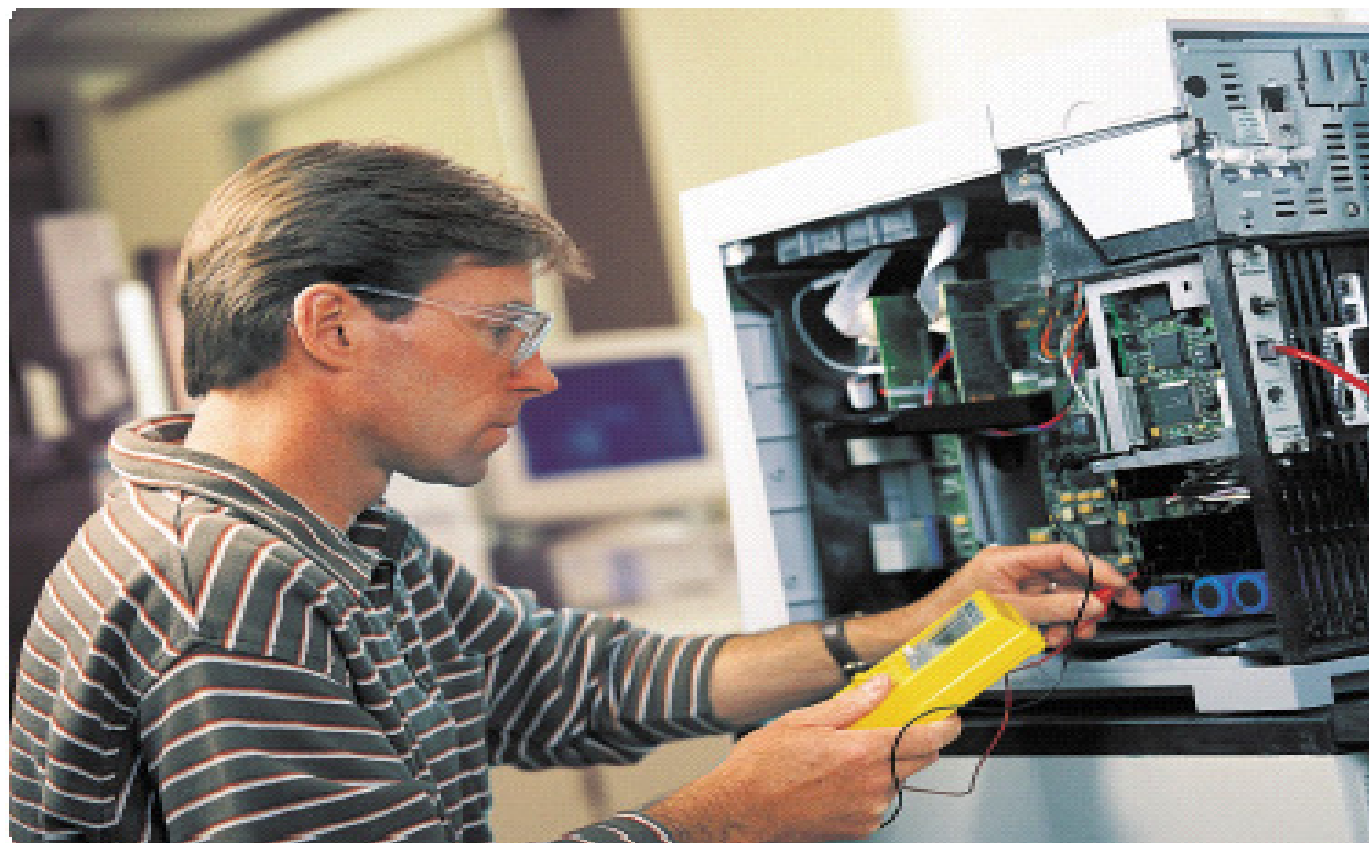
- GCMSD污染源 - 常见的污染物

离子(m/z)	化合物	可能的来源
13, 14, 15, 16	甲烷	CI气体
18, 28, 32, 44, 40 或 14, 16,	H ₂ O, N ₂ , O ₂ , CO ₂ , Ar, 或 N, O	残留空气, 水, 空气泄漏
31, 51, 69, 100, 119, 131, 169 181, 214, 219, 264, 376, 414 426, 464, 502, 576, 614	PFTPA相关离子	PFTPA 调谐标样
31	甲醇	清洁溶剂
43, 58	丙酮	清洁溶剂
77, 78	苯	清洁溶剂
91, 92	甲苯或二甲苯	清洁溶剂
105, 106	二甲苯	清洁溶剂
151, 153	二氯乙烷	清洁溶剂
69	前级泵油或PFTBA	前级泵油蒸汽污染或校准瓶泄漏
73, 147, 207, 221, 281, 295, 355, 429	二甲基聚硅氧烷	隔垫流失或柱流失
77, 94, 115, 141, 168, 170, 262, 354, 446	扩散泵油	扩散泵油
149	邻苯二甲酸酯类增塑剂	塑料瓶, 盖或溶剂中的增塑剂; 高温使密封垫圈损坏, 使用塑料手套
间隔 14amu的峰	碳氢化合物	指纹或前级泵油



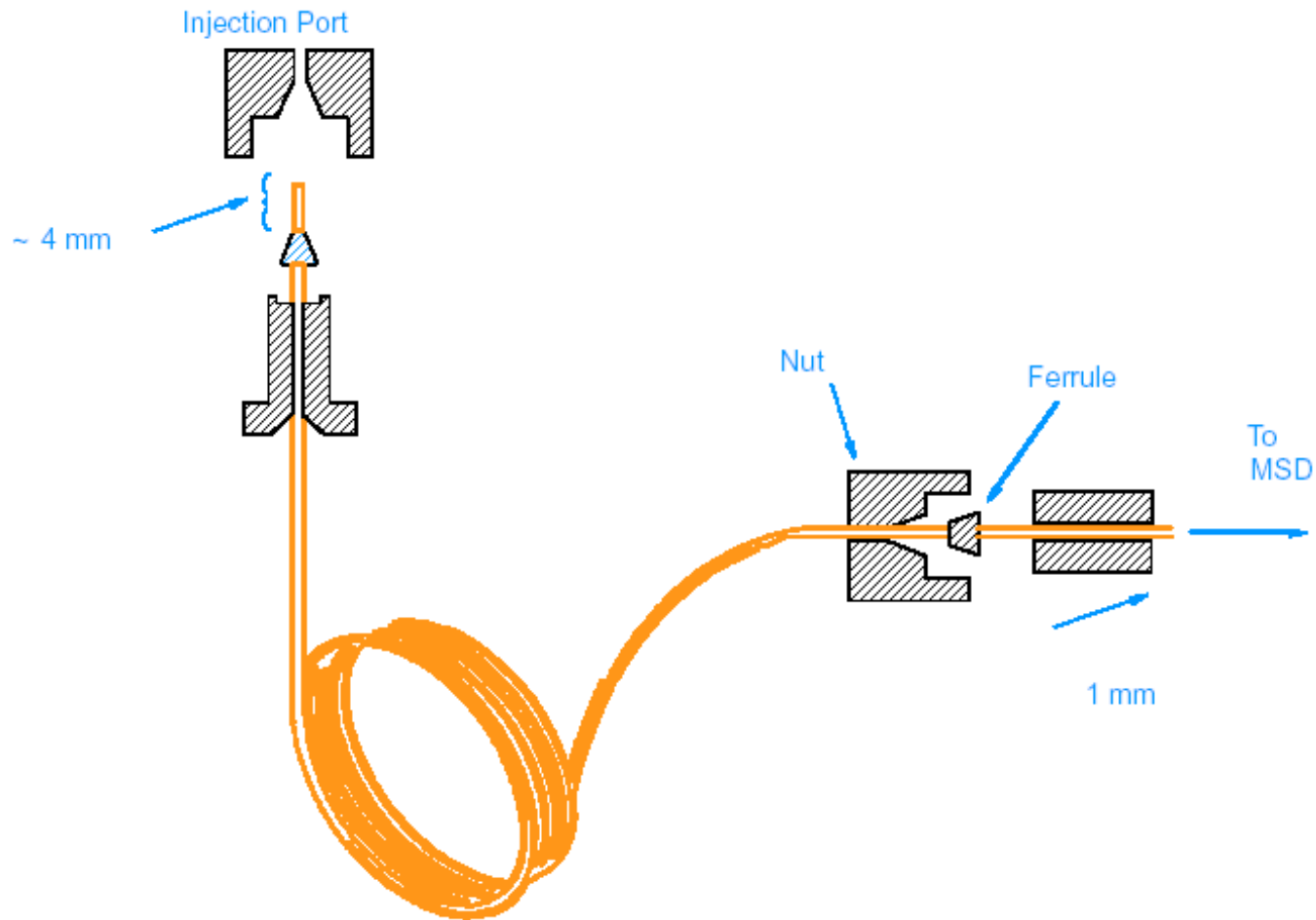
Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

— 日常维护



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 日常维护 - MSD



Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断

- 日常维护 - MSD系统推荐的维护时间表

检查项目	检查周期	部件号	备注
标准谱图调谐	每周		建立系统档案 检查性能
PFTBA	每月	05971-60571	必要时加. 不要 过满. 注意做校正阀排气
机械泵油	每周: 检查液面 和外观 半年: 检查油和 前级管道 阱	Liter: 6040-0834 Gallon: 6040-0789 前级管道阱小球: 9301- 1104	定期更换
扩散泵油	每年	6040-0809	需要时更换
离子源	根据需要		需要时清洗. 保持在真空 下
电子倍增器	根据需要	05971-80103	使用尽可能低电压
HED (HP5973 only)	根据需要	G1099-80001	需要时更换
放气口密封 O-形环 (仅HP5973)	根据需要	0905-1217	需要时更换
灯丝	根据需要	HP5973: G1099-60053 HP5972: 05972-60053 HP5971: 05971-60053	应用溶剂延迟延长其寿命



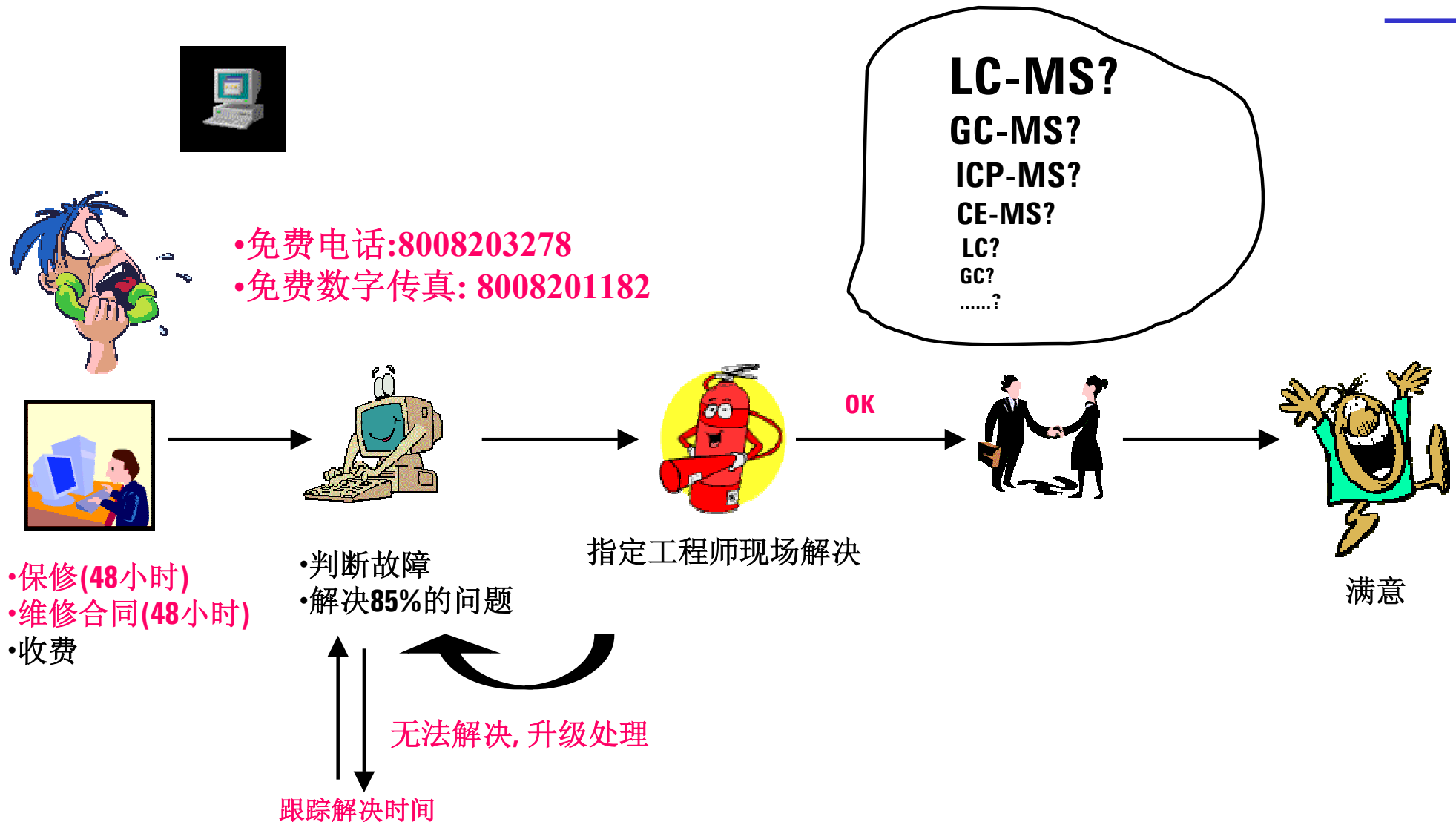
Agilent 597X MSD 日常维护 & 故障诊断



1. 如何快速判断污染物是来自于GC还是MSD?
2. 一个真实的故事：一台GC/MSD, 包括毛细柱进样口, FID. 用户打电话保修“样品在质谱仪上不出峰”. MSD调谐正常, 样品在FID上的色谱图非常好. 问题在哪?
3. 另一个真实的故事：一台GC/MSD, 包括两个毛细柱进样口, 一个FID. 用户打电话保修“样品在质谱仪上不出峰”. MSD调谐正常. 问题在哪? (脑筋急转弯)



Agilent 技术支持服务流程



谢谢



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部