

Agilent 5975
质量选择检测器

硬件手册

Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2005

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

手册部件号

G3170-90003

版本

第一版， 2005 年 6 月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

声明

Micro-Ion® 是 Helix Technology Corporation 的注册商标。

Swagelok 是 Swagelok Company 的注册商标。

安全声明

小心

小心标记表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致产品损坏或重要数据丢失。只有完全理解并满足指定的条件时，才可以忽略**小心**声明的要求继续进行操作。

警告

警告标记表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致人身伤亡。只有完全理解并满足指定的条件时，才可以忽略警告声明的要求继续进行操作。

本手册内容

本硬件手册介绍了 Agilent 5975 系列质量选择检测器 (MSD) 系统的操作、故障排除和维护。

1 前言

第 1 章介绍了 5975 系列 MSD 的一般信息，包括硬件说明、一般安全警告和氢气安全操作信息。

2 安装 GC 色谱柱

第 2 章介绍了如何准备与 MSD 一起使用的毛细管色谱柱，如何将毛细管色谱柱安装在 GC 柱箱中，以及如何使用 GC/MSD 接口连接毛细管色谱柱与 MSD。

3 在电子冲击模式 (EI) 下操作

第 3 章介绍了诸如设置温度、监测压力、调谐、排放和抽气等基本任务。本章所介绍的大多数信息对 CI 操作也适用。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

第 4 章介绍了必须在 CI 模式下操作的其他任务。

5 一般故障排除

第 5 章提供了一份用于识别造成仪器不良性能或引发仪器故障原因的快速参考。

6 CI 故障排除

第 6 章提供了一份用于识别 CI MSD 特有问题的快速参考。注意，CI 仪器还有可能出现第 5 章中所述的问题。

7 一般维护

第 7 章介绍了同时适用于 EI 和 CI 仪器的维护过程。

8 CI 维护

第 8 章介绍了 CI MSD 特有的维护过程。

9 真空系统

第 9 章介绍了真空系统的组件，包括机械前级泵和两个高真空涡轮分子泵。

10 分析仪

第 11 章介绍了分析仪 （离子源、质量过滤器和检测器）的操作。

11 电子设备

第 12 章介绍了用于控制 MSD 的电子设备。

A 化学电离原理

附录 A 概述了化学电离原理。

B 部件

附录 B 以图表方式列出了部件标识和部件号。

其他用户信息

下列文档包含了其他信息：

- *《5975 系列质量选择检测器硬件安装手册》*，包含于此 CD-ROM 中。
- *《5975 系列质量选择检测器现场准备指南》*，包含于此 CD-ROM 中。
- 6890 系列 GC 手册
- GC 附件 （自动采样器等）手册
- G1701DA/G1732AA MSD ChemStation 软件手册和联机帮助
- *《5975 系列质量选择检测器说明》*，可访问 Agilent Technologies 网站 （请参见下文）。
- *5973N/5975 MSD/ChemStation 入门* 手册

有关更新的信息，请访问 Agilent Technologies 网站：
http://www.agilent.com/chem

目录

1 前言

5975 系列 MSD 版本 14

所使用的缩写 15

5975 系列 MSD 17

CI MSD 硬件说明 19

重要安全警告 21

氢气安全 23

安全与规范认证 28

仪器的清洗 / 回收利用 31

液体溢出 31

移动或存放 MSD 31

2 安装 GC 色谱柱

色谱柱 34

准备安装毛细管色谱柱 36

在分流 / 无分流进样口中安装毛细管色谱柱 38

调节毛细管色谱柱 40

将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中。 41

3 在电子冲击模式 (EI) 下操作

从数据系统中操作 MSD 45

从本地控制面板中操作 MSD 45

EI GC/MSD 接口 46

打开 MSD 之前 48

抽气 49

控制温度 49
控制色谱柱流速 49
放空 MSD 50
查看 MSD 分析仪温度和真空状态 51
设置 MSD 温度和真空状态监视器 53
设置 MSD 分析仪温度 54
从 ChemStation 中设置 GC/MSD 接口温度 56
监测高真空压力 58
测量色谱柱流的线性速度 60
计算色谱柱流速 61
调谐 MSD 62
验证系统性能 63
高质量测试 64
拆下 MSD 外壳 67
要放空 MSD 69
打开分析仪箱 71
关闭分析仪箱 74
对 MSD 进行抽气 78
连接 Micro-Ion 真空计 80
移动或存放 MSD 82
从 GC 中设置接口温度 84

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

一般原则 86
CI GC/MSD 接口 87

操作 CI MSD 89
从 EI 源切换到 CI 源 90
对 CI MSD 进行抽气 91
为 CI 操作设置软件 92
操作反应气流量控制模块 94
设置甲烷反应气流量 97
使用其他反应气 99
从 CI 源切换至 EI 源 103
CI 自动调谐 104
执行 PCI 自动调谐 （仅适用于甲烷） 106
执行 NCI 自动调谐 （仅适用于甲烷反应气） 108
验证 PCI 性能 110
验证 NCI 性能 111
监测高真空压力 112

5 一般故障排除

故障排除提示和技巧 116
一般征兆 117
色谱征兆 119
质谱征兆 124
压力征兆 128
温度故障 131
错误消息 133
漏气 138
污染 139

6 CI 故障排除

常见的 CI 特定问题 142
故障排除提示和技巧 143
漏气 144
与压力相关的征兆 148
与信号相关的征兆 152
与调谐相关的征兆 161

7 一般维护

开始之前 168
维护真空系统 173
检查和添加前级泵油 174
放空前级泵油 176
重新向前级泵中加油 177
将 MSD 与 GC 分离 178
重新连接 MSD 和 GC 180
再次注满 EI 校准样品瓶 181
吹扫校准阀 183
取下 EI 校准和排放阀装置 184
重新安装 EI 校准和排放阀装置 185
更换高真空泵使用的风扇 186
取下 Micro-Ion 真空计 188
重新安装 Micro-Ion 真空计 189
润滑侧板 O 形环 190
润滑排放阀 O 形环 192
维护分析仪 194

维护 GC/MSD 接口 220
维护电子设备 224

8 CI 维护

概述 232
设置 MSD 进行 CI 操作 233

9 真空系统

真空系统组件 244
真空系统常见问题 245
前级泵 246
涡轮分子泵系统 248
分析仪箱 249
侧板 250
真空密封垫 252
涡轮分子泵和风扇 254
校准阀和排放阀 255
Micro-Ion 真空计 258

10 分析仪

概述 260
EI 离子源 262
CI 离子源 264
灯丝 266
其他源元件 268
四极杆质量过滤器 270
检测器 274

分析仪加热器和散热器 276

11 电子设备

本地控制面板和电源开关 282
侧电路板 283
电子设备模块 284
LAN/MS 控制卡 287
电源 288
后面板和接头 289
连接外部设备 292

A 化学电离原理

化学电离概述 296
阳极 CI 原理 298
阴极 CI 原理 305

B 部件

定购部件 312
电子设备 313
真空系统 318
分析仪 323
EI GC/MSD 接口 331
消耗品和维护供应品 332
CI 部件 337

索引

1 前言

5975 系列 MSD 版本 14
所使用的缩写 15
5975 系列 MSD 17
CI MSD 硬件说明 19
重要安全警告 21
MSD 的多个内部部件均带有危险电压 21
静电释放可能会损坏 MSD 的电子设备 21
许多部件都带有危险的高温 22
前级泵下的油盘可能引起火灾 22
氢气安全 23
操作 GC/MSD 的特殊危险 24
MSD 中积聚了氢气 24
注意事项 26
安全与规范认证 28
信息 28
符号 29
电磁兼容性 30
噪音发射声明 30
仪器的清洗 / 回收利用 31
液体溢出 31
移动或存放 MSD 31

本手册介绍了 Agilent Technologies 5975 系列质量选择检测器 (MSD) 的操作、故障排除和维护。

5975 系列 MSD 版本

5975 系列 MSD 装配有其中的一个涡轮分子（涡轮）泵。序列号标签提供了产品编号（见表 1），标明您所拥有的 MSD 类型。

表 1 可选的涡轮分子泵

型号名称	产品编号	说明	电离模式
5975 inert MSD	G3171A	标准涡轮分子 MSD	电子冲击 (EI)
	G3172A	性能涡轮分子 MSD	电子冲击 (EI)
5975 inert XL MSD	G3174A	CI 高质量性能 涡轮分子泵	电子冲击 (EI) 阴极化学电离 (NCI) 阳极化学电离 (PCI)

所使用的缩写

在讨论本产品时使用了表 2 中列出的缩写。为了方便您阅读，已将这些缩写收集在此表中。

表 2 缩写

缩写	定义
AC	交流电
ALS	自动液体采样器
BFB	溴氟苯 （校准剂）
CI	化学电离
DC	直流电
DFTPP	十氟三苯磷 （校准剂）
DIP	直接插入探测
EI	电子冲击电离
EM	电子倍增器 （检测器）
EMV	电子倍增器电压
EPC	电子气动控制
eV	电子伏特
GC	气相色谱仪
HED	高能倍增器电极 （请参考检测器及其电源）
id	内径
LAN	局域网
LCP	本地控制面板 （位于 MSD 上）
m/z	质荷比
MFC	质流控制器
MSD	质量选择检测器
NCI	阴极 CI

表 2 缩写 （续）

缩写	定义
OFN	八氟萘 （校准剂）
PC	印刷线路 （板）
PCI	阳极化学电离
PFDTD	全氟二甲基三氧十二烷 （校准剂）
PFHT	反式五氟壬基三嗪 （校准剂）
PFTBA	全氟三丁胺 （校准剂）
Quad	四极杆质量过滤器
RF	射频
RFPA	射频功率放大器
Torr	压力单位，1 毫米汞柱
Turbo	涡轮分子 （泵）

5975 系列 MSD

5975 系列 MSD 是与 Agilent 6890 系列气相色谱仪 （见表 3）一起使用的单机毛细管 GC 检测器 MSD 的特性包括：

- 用于本地监测和操作 MSD 的本地控制面板 (LCP)
- 配有两种不同的高压真空泵之一
- 旋片式前级泵
- 单独 MSD 加热的电子电离离子源
- 单独 MSD 加热的双曲四极杆质量过滤器
- 高能倍增器电极 (HED) 电子倍增器检测器
- 单独 GC 加热的 GC/MSD 接口
- 可以使用化学电离 (EI/PCI/NCI) 模式

物理特征

5975 系列 MSD 为长方箱体，大约 42 厘米长，26 厘米宽，65 厘米高。其中，标准涡轮分子泵主机的重量为 26 千克，性能涡轮分子泵主机的重量为 29 千克。附加前级 （粗真空）泵的重量为 11 公斤。

此仪器的基本组件包括：框架 / 盖装配件，本地控制面板、真空系统、GC 接口、电子设备和分析仪。

本地控制面板

利用控制面板可以对 MSD 进行本地监测和操作。您可以调谐 MSD，运行方法或序列，还可监测仪器状态。

真空计

5975 系列 MSD 配备有 Micro-Ion 真空计。MSD ChemStation 可用来读取多管真空系统中的压力 （高真空）。本手册中介绍了真空计控制器的安装和操作。

化学电离 (CI) 操作***必须***使用使用此真空计。

表 3 5975 系列 MSD 的型号和特性

特性	G3171A	G3172A	G3174A
高真空泵	标准涡轮分子泵	性能涡轮分子泵	性能涡轮分子泵
最佳 He 色谱柱流速，毫升 / 分钟	1	1 - 2	1 - 2
建议使用的最大气体流速，毫升 / 分钟*	2.0	4.0	4
最大气体流速，毫升 / 分钟†	2.4	6.5	6.5
最大色谱柱内径	0.32 毫米（30 米）	0.53 毫米（30 米）	0.53 毫米（30 米）
CI 功能	无	无	有
DIP‡ 功能 （第三方）	有	有	有

* 流入 MSD 的总气体流速：为色谱柱流速与反应气流速之和 （如果适用）。
† 谱图性能和灵敏度有可能降低。
‡ 直接插入探测。

CI MSD 硬件说明

图 1 概述了典型的化学电离 (CI) 系统。

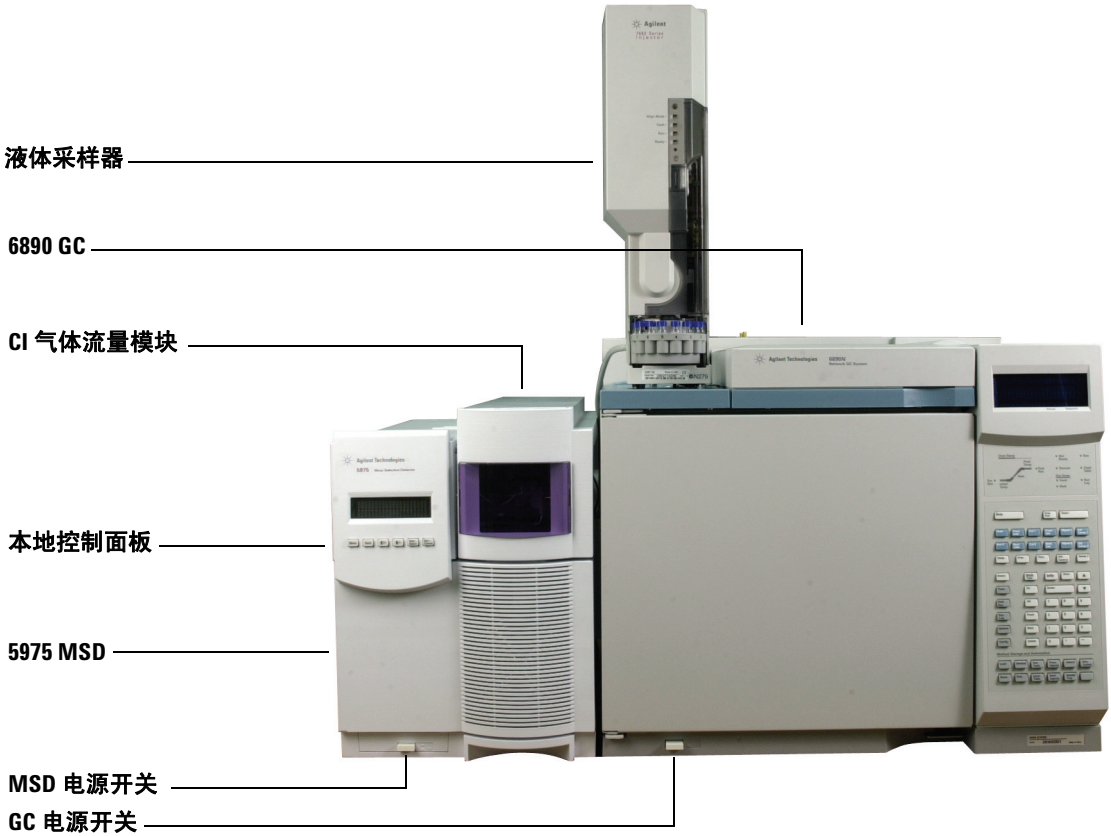


图 1 5975 GC/MSD 系统

CI 硬件能够使 5975 系列 MSD 产生高质量、标准的 CI 谱图（谱图中包括了分子加合离子）。可以使用各种不同的反应气。

在本手册中，术语 “CI MSD”指的是 G3174A MSD 以及升级的 G3171A 和 G3172A MSD。除非另行说明，否则该术语也适用于这些仪器的流体模块。

5975 系列 CI 系统在 5975 系列 MSD 的基础上增加了下列特性：

- EI/CI GC/MSD 接口
- CI 离子源和接口端密封垫
- 反应气流量控制模块
- 用于 PCI 和 NCI 操作的双极 HED 电源

带有一个甲烷 / 异丁烷气体净化器，并且是***必需***配件。净化器可滤掉氧气、水、碳氢化合物和含硫化合物。

高真空计控制器 (G3397A) 是 CI MSD 的***必需***配件，建议也将该配件用于 EI。

MSD CI 系统已得以优化，可在维持四极杆和监测器中高真空环境的同时获得更高的源压力。特殊的密封、反应气的流经路线以及离子源的微小开口使得源反应气能够在电离容器中停留足够长的时间，以发生相应的反应。

CI 接口连有传输反应气的特殊管道。接口端装有加了弹簧的绝缘密封。

尽管吹扫反应气管线和烘干水分并去除其他杂质需要等待 1 至 2 个小时，但是在 CI 和 EI 源之间来回切换所需的时间却不到 1 个小时。对于有待冷却的离子源而言，从 PCI 切换至 NCI 大约需要 2 个小时。

重要安全警告

在使用 5975 系列 MSD 时，应时刻注意以下几个重要的安全注意事项。

MSD 的多个内部部件均带有危险电压

如果 MSD 与电源相连，即使电源开关已经关闭，下列部件上仍会存在潜在的危险电压：

- MSD 电源线与交流电源之间的接线、交流电源本身以及交流电源与电源开关之间的接线。

打开电源开关时，潜在的危险电压还可能存在于：

- 仪器内的所有电子线路板。
- 与这些线路板相连的内部线缆。
- 与任何加热器 （柱箱、检测器、进样口或阀箱）相连的接线。

警告 **所有这些部件都带有屏蔽外壳。当这些外壳处于原位时，很难意外接触到这些危险电压。除非明确指出，否则切勿在检测器、进样口或柱箱工作时取下外壳。**

警告 **如果电源线的绝缘外皮出现磨损或老化，必须更换电源线。请联系您的 Agilent 维修代表。**

静电释放可能会损坏 MSD 的电子设备

静电释放可能会损坏 MSD 中的印刷线路 (PC) 板。除非绝对必要，否则请勿触摸任何线路板。如果必须拿取这些线路板，请配戴接地腕带，并采取其他防静电措施。无论何时取下 MSD 右侧的外壳时，都应配戴接地腕带。

许多部件都带有危险的高温

GC/MSD 许多部件的工作温度都很高，足以严重烫伤操作人员。这些部件包括但不限于：

- 进样口
- 柱箱及其内部元件
- 检测器
- 连接色谱柱与进样口或检测器的色谱柱螺帽
- 阀箱

务必待 GC/MSD 的这些部位冷却到室温后，才可以接触这些部件。如果之前将加热区的温度设定为室温，则这些部件可以更快地冷却。达到设定温度后关闭加热区。如果必须对高温部件进行维护，请使用扳手并配戴手套。在开始对仪器的部件进行维护前，尽可能待其冷却。

警告 **在仪器背后操作时要小心。因为在冷却循环期间， GC 会排放可能烫伤操作人员的高温废气。**

警告 **进样口、检测器和阀箱周围的隔热层以及隔热罩均由耐火陶瓷纤维组成。为避免吸入纤维微粒，建议采取以下安全措施：保持工作区域通风；穿着长袖服装，配戴手套、护目镜和一次性防尘雾口罩；将隔热材料放入密封的塑料袋中；处理隔热材料后使用中性肥皂和冷水洗手。**

前级泵下的油盘可能引起火灾

油盘中的油布、纸巾和类似的吸收物质可能起火，因而破坏 MSD 的其他部件。

警告 **放在前级（粗真空）泵下方、上方或旁边的可燃物质（或易燃 / 不易燃的灯芯材料）会构成火灾危险。保持油盘清洁，不要将纸巾之类的吸收物质留在其中。**

氢气安全

警告 **使用氢气作为 GC 载气存在潜在的危险。**

警告 **使用氢气 (H_2) 作为载气或燃料气时，应了解氢气可能流入 GC 柱箱，并具有爆炸的危险。因此，应确保在所有连接均设置好之后再打开供气阀门，还应确保向仪器输送氢气时，进样口和检测器的色谱柱接头始终与一个色谱柱相连，或始终配有封盖。**

氢气是易燃气体。如果泄漏的氢气被限制在一个封闭的空间内，可能会有燃烧或爆炸的危险。任何情况下用到氢气时，都应在操作仪器前检查所有连接、管线和阀门是否有漏气现象。维护仪器前务必始终关闭氢气的供气阀门。

氢气是一种常用的 GC 载气。氢气有潜在的爆炸危险，并具有其他的危险特性。

- 氢气在很大的浓度范围内都是易燃的。在大气压力下，氢气的体积浓度在 4% 到 74.2% 之间时是易燃的。
- 氢气的燃烧速度是所有气体中最高的。
- 氢气的点火能非常低。
- 氢气在脱离高压作用迅速膨胀时可以自燃。
- 亮光下不可见的非明火会引燃氢气。

操作 GC/MSD 的特殊危险

使用氢气存在多种危险。有些危险是一般性的，而另外一些则是操作 GC 或 GC/MSD 时所特有的。这些危险包括但不限于：

- 泄露的氢气燃烧。
- 高压汽缸中的氢气迅速膨胀时燃烧。
- GC 柱箱中积聚了氢气并由此燃烧 （请参阅 GC 文档和 GC 柱箱盖的顶部边缘上的标签）。
- MSD 中积聚了氢气并由此燃烧。

MSD 中积聚了氢气

警告 **MSD 不能检测进样口和 / 或检测器气流管道是否漏气。鉴于此原因，色谱柱接头务必与色谱柱相连，或安装有盖子或塞子，这一点是至关重要的。**

所有用户都应知道造成氢气积聚的各种途径（见表 4），并应知道在确信或怀疑有氢气积聚时采取何种预防措施。请注意，这些途径适用于*所有*质谱仪 （包括 MSD）。

表 4 氢气积聚途径

途径	结果
关闭质谱仪	可以是有意关闭质谱仪。也可能因内部或外部故障造成意外关闭质谱仪。质谱仪关闭时并不会切断载气流。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。

表 4 氢气积聚途径 （续）

途径	结果
质谱仪自动隔离阀关闭	有些质谱仪配有自动的扩散泵隔离阀。在这些仪器中，操作人员的故意操作或各种故障都会导致隔离阀关闭。隔离阀关闭时并不会切断载气流。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。
质谱仪的手动隔离阀关闭	有些质谱仪配有手动的扩散泵隔离阀。在这些仪器中，操作人员可以关闭隔离阀。关闭隔离阀并不会切断载气流。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。
GC 关闭	可以有意关闭 GC。也可能因内部或外部故障造成意外关闭质谱仪。不同的 GC 作用方式也不同。如果关闭配有电子压力控制 (EPC) 的 6890 GC，则 EPC 会停止载气流。如果载气流**不**受 EPC 控制，则载气流会增加到其最大值。有些质谱仪无法抽走所有载气流，从而导致质谱仪中积聚氢气。如果同时关闭质谱仪，则积聚速度会非常快。
电源故障	如果电源出现故障，则 GC 和质谱仪会同时关闭。但载气流不一定会切断。如上所述，在有些 GC 中，电源故障可能导致载气流达到最大值。因此，质谱仪中会积聚氢气。

警告 **一旦质谱仪中积聚了氢气，排除时必须格外小心。错误启动充满氢气的质谱仪可能会引起爆炸。**

警告 **电源出现故障后，质谱仪可以自行启动并开始执行抽气操作。但这并不保证会排除系统中的所有氢气，也不保证不再有爆炸的危险了。**

注意事项

操作使用氢气载气的 GC/MSD 系统时应注意以下事项。

设备注意事项

确保用手指拧紧前部侧板上的指旋螺钉。请勿过度拧紧指旋螺钉，否则会引起漏气。

警告 **如果未按上述说明确保所用质量 MSD 的安全，则发生爆炸造成人身伤害的可能性会激增。**

常规实验室注意事项

- 避免载气管线漏气。使用泄露检查设备定期检查是否有氢气泄露现象。
- 尽量清除实验室中的所有点火源 （明火、可产生火花的设备及静电等）。
- 切勿让高压汽缸中的氢气直接排入大气中 （会有自燃的危险）。
- 请使用氢气发生器，而不要使用瓶装氢气。

操作注意事项

- 每次关闭 GC 或 MSD 时都要关闭氢气源。

- 每次为 MSD 通风时都要关闭氢气源（没有载气流时，请勿加热毛细管色谱柱）。
- 每次关闭 MSD 中的隔离阀时都要关闭氢气源 （没有载气流时，请勿加热毛细管色谱柱）。
- 电源出现故障时，请关闭氢气源。
- 如果在 GC/MSD 系统无人值守的情况下，电源出现故障，则即使系统自己重新启动了，仍要执行以下操作：

  1 立即关闭氢气源。

  2 关闭 GC。

  3 关闭 MSD 并让其冷却 1 个小时。

  4 清除室内**所有**潜在点火源。

  5 打开与空气相通的 MSD 的真空多管。

  6 至少等待 10 分钟以散去所有氢气。

  7 正常启动 GC 和 MSD。

使用氢气时，请参照您当地的环境健康与安全 (EHS) 标准对系统进行检查，判断是否有漏气现象，以避免出现燃烧或爆炸的危险。更换储气罐或对供气管线进行维护后务必检查是否存在漏气现象。务必确保排气管道与通风橱相连。

安全与规范认证

5975 系列质量选择检测器符合下列安全标准：

- 加拿大标准协会 (CSA)：CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/ 国家认可检测实验室 (NRTL)：UL 61010-1
- 国际电工委员会 (IEC)：61010-1
- 欧洲标准 (EN)：61010-1

5975 系列质量选择检测器符合以下电磁兼容 (EMC) 和射频干扰 (RFI) 规范：

- CISPR 11/EN 55011：1 组， A 类
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

此 ISM 设备符合加拿大 ICES-001 标准。 Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.

CE

5975 系列质量选择检测器是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 5975 系列质量选择检测器符合以下 IEC （国际电工委员会）分类：设备类 I、实验室设备、安装类 II、污染程度 2。

该设备经过符合国际公认的安全标准的设计与检测，并设计为供室内使用。使用本仪器时，如果不遵守制造商提供的操作规范，可能会削弱仪器的防护功能。一旦 5975 质量选择检测器的安全保护装置受损，请切断设备的所有电源，并保护设备避免意外操作。

请联系合格的服务人员进行维修。更换部件或未经授权对仪器进行改装可能会带来安全风险。

符号

无论是操作仪器，还是维护或修理仪器，都必须遵守使用手册或仪器上的警告信息。不遵守这些注意事项将会违反设计的安全标准和仪器的正确使用方法。Agilent Technologies 对客户由于不遵守这些规范所造成的损失不承担任何责任。

有关更多信息，请参阅随附的说明。



表示高温表面。



表示危险电压。



表示接地终端。



表示存在爆炸的危险。



表示存在放射性危险。



表示存在静电释放危险。



电磁兼容性

本设备符合 CISPR 11 的要求。该设备的操作应符合以下两个条件：

- 该设备不会产生有害干扰。
- 该设备必须接受任何接收到的干扰，包括可能引起非预期操作的干扰。

如果该设备确实干扰了收音机或电视机的正常接收 （可通过打开或关闭该设备进行判定），则建议用户采取以下的一种或多种措施来排除干扰：

1 调整无线电或天线的位置。

2 移动该设备，使其远离收音机或电视机。

3 将该设备插入其他电源插座中，以使该设备与收音机或电视机处于不同的电路中。

4 确保所有外围设备均已通过认证。

5 确保使用型号正确的缆线连接设备和外围装置。

6 如果遇到问题，请向设备经销商、 Agilent Technologies 或有经验的技术人员咨询以寻求帮助。

7 如果未经 Agilent Technologies 明确许可而擅自变动或改装该设备，用户可能会失去操作该设备的权利。

噪音发射声明

声压

根据 EN 27779:1991 规范，声压为 Lp <70 dB。

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB am nach EN 27779:1991.

仪器的清洗 / 回收利用

清洗仪器时，请断开电源并使用不含棉绒的湿布进行擦拭。有关仪器的回收利用信息，请联系您所在地区的 Agilent 销售代表处。

液体溢出

在打开分析仪外壳时，不要将液体溅到 5975 MSD 上。

移动或存放 MSD

保持 MSD 正常运行的最佳方法是使它在具有载气流的情况下保持开机和较高温度。如果打算移动或存放 MSD，需要采取一些预防措施。MSD 必须始终保持竖直向上，移动时尤其要引起注意。 MSD 不应较长时间处于与空气相通的状态。

1 前言

2
安装 GC 色谱柱

色谱柱 34
调节色谱柱 34
调节密封垫圈 35
技巧与提示 35
准备安装毛细管色谱柱 36
在分流 / 无分流进样口中安装毛细管色谱柱 38
调节毛细管色谱柱 40
将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中 41

在操作 GC/MSD 系统之前，您必须选择、安装并调节好 GC 色谱柱。本章介绍了如何安装和调节色谱柱。为了选择正确的色谱柱和流速，您必须清楚您的 MSD 使用哪种真空系统。左侧面板前下角的序列号标签中标明了型号。

色谱柱

MSD 可使用的 GC 色谱柱有很多种，但是有些限制。

在调谐或数据采集时，流入 MSD 的色谱柱流速不应超过建议使用的最大流速。因此，对色谱柱的长度和流速均有限制。超过建议使用的流速会导致质谱图性能和灵敏度降低。

请记住，色谱柱流速会随柱箱温度的变化而发生较大浮动。有关如何测量色谱柱实际流速的说明，请参阅第 60 页的 “测量色谱柱流的线性速度”。利用流速计算软件和表 5 来确定给定的色谱柱能否在实际头压下提供可接收的流速。

表 5 气体流速

特性	G3171A	G3172A	G3174A
高真空泵	标准涡轮分子泵	性能涡轮分子泵	性能涡轮分子泵
最佳气体流速，毫升 / 分钟*	1	1 - 2	1 - 2
建议使用的最大气体流速，毫升 / 分钟	2	4	4
最大气体流速，毫升 / 分钟†	2.4	6.5	6.5
最大色谱柱内径	0.32 毫米（30 米）	0.53 毫米（30 米）	0.53 毫米（30 米）

* 流入 MSD 的总气体流速 = 色谱柱流速 + 反应气流速 （如果适用）
† 谱图性能和灵敏度有可能降低。

调节色谱柱



在将色谱柱与 GC/MSD 接口连接之前必须先调节色谱柱。

载气通常会带走一小部分毛细管色谱柱固定相。这称为色谱柱流失。色谱柱流失会将微量的固定相沉淀在 MSD 离子源中。这样会降低 MSD 的灵敏度，因此有必要清洗离子源。

在新的或交联状况欠佳的色谱柱中，色谱柱流失现象极为普遍。如果加热色谱柱时载气中含有微量的氧，则色谱柱流失会更加严重。为了最大程度地减少色谱柱流失，在将毛细管色谱柱安装到 GC/MSD 接口*之前*，应先行调节好。

调节密封垫圈

在安装密封垫圈之前，将其加热到预计的最高操作温度数次，这样可以减少从密封垫圈处发生的化学流失。

技巧与提示

- 5975 MSD 的色谱柱安装过程与以前 MSD 的安装过程不同。使用其他仪器的安装过程*不会*奏效，并且有可能损坏色谱柱或 MSD。
- 您可使用普通推钉将旧的密封垫圈从色谱柱螺母上取下来。
- 始终使用纯度大于或等于 99.999% 的载气。
- 因为热膨胀的缘故，在数次受热与冷却后，新的密封垫圈会松懈。经过两到三轮的加热循后检查密封性。
- 处理色谱柱时，尤其是接触即将插入 GC/MSD 接口的一端时，请务必带上干净的手套。

警告 **如果您使用氢气作为载气，应在将色谱柱装入 MSD 中并将 MSD 抽空后，才能打开载气气流。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。请参阅第 23 页的 “氢气安全”。**

警告 **处理毛细管色谱柱时，请务必配戴护目镜。操作时要多加小心，避免色谱柱的末端刺破您的皮肤。**

准备安装毛细管色谱柱

所需材料

- 毛细管色谱柱
- 色谱柱切割机 (5181-8836)
- 密封垫圈
  - 内径为 0.27 毫米，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱 (5062-3518)
  - 内径为 0.37 毫米，用于内径为 0.20 毫米的色谱柱 (5062-3516)
  - 内径为 0.40 毫米，用于内径为 0.25 毫米的色谱柱 (5181-3323)
  - 内径为 0.47 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3514)
  - 内径为 0.74 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3512)
- 干净的手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 进样口色谱柱螺帽 (5181-8830)
- 放大镜
- 隔垫 （可以是旧的、使用过的进样口隔垫）

过程

1 将隔垫、色谱柱螺帽和可调节的密封垫圈滑入色谱柱的自由端 （见图 2）。垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺帽的一端。

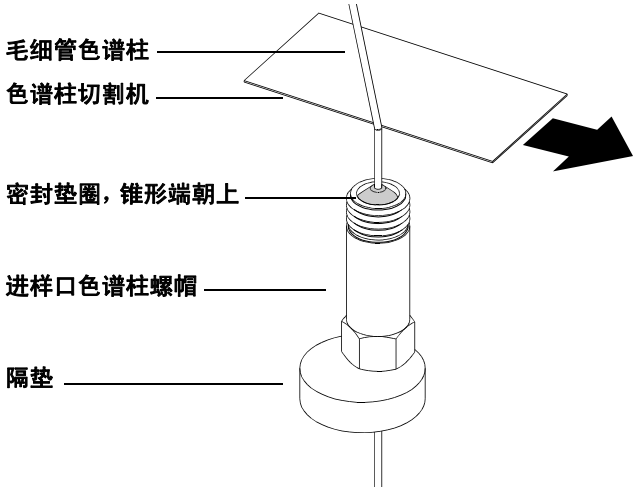


图 2 准备安装毛细管色谱柱

2 使用色谱柱切割机在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。

3 将色谱柱的端部切割下来。用大拇指将色谱柱靠紧色谱柱切割机。用色谱柱切割机的刀刃将色谱柱切断。

4 检查锯齿状刀刃或毛口的端部。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 2 和 3。

5 使用不含棉绒并沾有甲醇的湿布擦拭色谱柱的自由端外侧。

在分流 / 无分流进样口中安装毛细管色谱柱

所需材料

- 干净的手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 米尺
- 1/4 英寸 × 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

要在其他类型的进样口中安装色谱柱，请参考 《气相色谱仪使用手册》。

过程

1 准备安装色谱柱 （见第 36 页）。

2 调整色谱柱，使其比密封垫圈端部高出 4 至 6 毫米 （见图 3）。

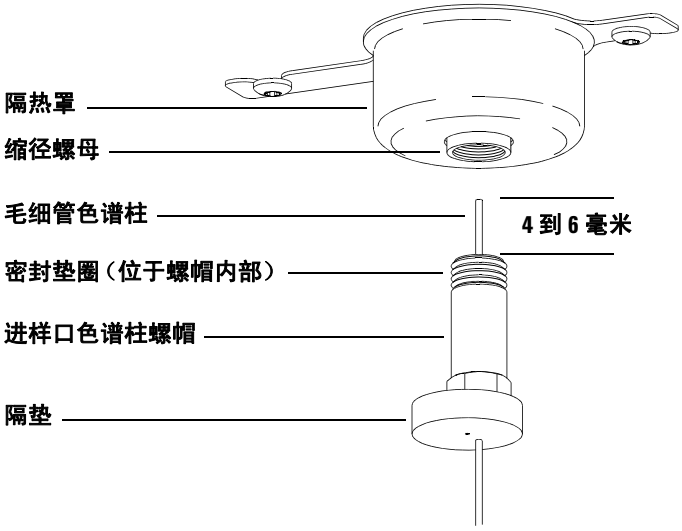


图 3 在分流 / 无分流进样口中安装毛细管色谱柱

3 将隔垫滑入以将螺帽和密封垫圈放置在正确的位置。
4 将色谱柱插入进样口。
5 将螺帽沿色谱柱向上滑入进样口底部并用手指拧紧螺帽。
6 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺帽的底部对齐。
7 将色谱柱螺帽再拧紧 1/4 到 1/2 圈。轻轻地拉一下色谱柱，它应该不会滑脱。
8 打开载气气流。
9 将色谱柱的自由端浸入异丙醇中，检验是否有载气气流。查看气泡。

调节毛细管色谱柱

所需材料

- 载气，（纯度为 99.999% 或更高）
- 1/4 英寸 × 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

警告 **不要使用氢气来调节毛细管色谱柱。 GC 柱箱中的积聚氢气会引起爆炸。如果您打算使用氢气作为载气，请首先使用超纯的（纯度为 99.999% 或更高）惰性气体 （如氦气、氮气或氩气）来调节色谱柱。**

过程



1 将色谱柱安装在 GC 进样口中 （见第 38 页）。

2 不加热 GC 柱箱的情况下，在色谱柱中通载气 5 分钟。

3 将柱箱温度以每分钟 5°C 的速度提升，使其比最高分析温度高出 10°C。

4 一旦柱箱温度超过 80°C，立即将 5 µL 甲醇注入 GC 中。然后每隔 5 分钟注入一次，重复两次。这样做有助于在将色谱柱安装到 GC/MSD 接口之前去掉色谱柱上的污物。

小心 不要超过色谱柱的最高额定温度。

5 保持此温度。允许通载气数个小时。

6 将 GC 柱箱温度降至一个较低的待机温度。

另请参阅

有关安装毛细管色谱柱的详细信息，请参阅应用备注 *“针对高性能 MS 分析在 GC 中优化无分流注射”*，刊号 5988-9944EN。

将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中

所需材料

- 色谱柱切割机 (5181-8836)
- 密封垫圈
  - 内径为 0.3 毫米，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱 (5062-3507)
  - 内径为 0.4 毫米，用于内径为 0.20 毫米和 0.25 毫米的色谱柱 (5062-3508)
  - 内径为 0.5 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3506)
  - 内径为 0.8 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3538)
- 手电筒
- 手持透镜 （放大镜）
- 干净的手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 接口色谱柱螺帽 (05988-20066)
- 护目镜
- 1/4 英寸 × 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

小心 请注意，5975 MSD 的色谱柱安装过程与以前 MSD 的安装过程不同。使用其他仪器的安装过程会导致灵敏度降低，并且有可能损坏 MSD。

过程

1 调节色谱柱 （见第 40 页）。

2 为 MSD 通风 （见第 69 页）并打开分析仪箱 （见第 71 页）。确保您可以看到 GC/MSD 接口的末端。



3 如果安装了 CI 接口，请从接口的 MSD 端取下加了弹簧的端密垫。

4 将接口螺帽和可调节的密封垫圈滑入 GC 色谱柱的自由端。密封垫圈的锥形端必须朝向螺帽。

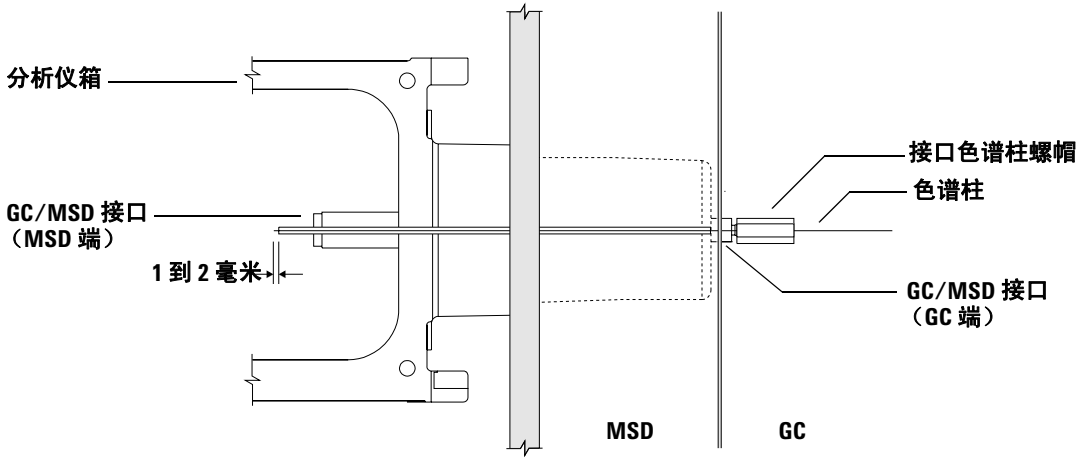


图 4 将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中

5 将色谱柱滑入 GC/MSD 接口 （见图 4），直到您可从分析仪箱将其拉出。

6 从色谱柱端部切下 1 厘米 （见第 36 页）。不要让任何色谱柱碎片掉入分析仪箱中。这些碎片有可能损坏涡轮分子泵。

7 使用不含棉绒并沾有甲醇的湿布清洗色谱柱的自由端外侧。

8 调整色谱柱，使其比接口端部高出 1 至 2 毫米。

如有必要，请使用手电筒和手持透镜查看分析仪箱内部色谱柱的端部。***不要*** 用手指触摸色谱柱的端部。

9 用手拧紧螺帽。拧紧螺帽时要确保色谱柱的位置没有发生变化。如果先前已将加了弹簧的端密封拆下，请重新将其安装上。

10 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。



11 将螺帽拧紧 1/4 到 1/2 圈。经过一到两轮的加热循环后检查密封性。

3 在电子冲击模式 (EI) 下操作

从数据系统中操作 MSD 45
从本地控制面板中操作 MSD 45
EI GC/MSD 接口 46
打开 MSD 之前 48
抽气 49
控制温度 49
控制色谱柱流速 49
放空 MSD 50
查看 MSD 分析仪温度和真空状态 51
查看 MSD 分析仪温度和真空状态 51
设置 MSD 温度和真空状态监视器 53
设置 MSD 分析仪温度 54
从 ChemStation 中设置 GC/MSD 接口温度 56
监测高真空压力 58
测量色谱柱流的线性速度 60
计算色谱柱流速 61
调谐 MSD 62
验证系统性能 63
高质量测试 64
拆下 MSD 外壳 67
要放空 MSD 69
打开分析仪箱 71
关闭分析仪箱 74
对 MSD 进行抽气 78
连接 Micro-Ion 真空计 80
移动或存放 MSD 82
从 GC 中设置接口温度 84

3 在电子冲击模式 (EI) 下操作

如何执行 MSD 的一些基本操作过程。

小心 软件和固件会定期修改。如果这些过程中的步骤与您的 MSD ChemStation 软件不一致，请参见软件提供的手册和联机帮助，了解详细信息。

从数据系统中操作 MSD

软件执行的任务有开机、监测压力、设置温度、调谐和准备放空。这些任务在本章中会有介绍。数据采集和数据分析在 MSD ChemStation 软件提供的手册和联机帮助中也有介绍。

从本地控制面板中操作 MSD

可以使用 5975 系列 MSD 本地控制面板执行许多 ChemStation 能够执行的相同任务。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册 (G1701-90056)。

EI GC/MSD 接口

GC/MSD 接口 （图 5）是插入到 MSD 中用于毛细管色谱柱的加热管道。它由螺栓固定于分析仪箱的右侧，并带有 O 形环密封垫。 GC/MSD 接口还具有保护壳，此壳应保留在原来的位置。

GC/MSD 接口的一端穿过气相色谱仪侧并延伸进入 GC 柱箱。这一端上带有螺纹，可使用螺帽和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端插入到离子源。毛细管色谱柱的最后 1 到 2 毫米延伸超出导管的末端并进入电离箱。

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。加热器由 6890 系列 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量并进行控制。可通过 MSD ChemStation 或气相色谱仪的键盘设置接口温度。接口中的传感器 （热电偶）可监测温度。

GC/MSD 接口应运行于 250 ° 至 350 °C 范围内。基于此限制，接口温度应稍微高于 GC 柱箱的最高温度，但是***绝对不能*** 高于最高色谱柱温度。

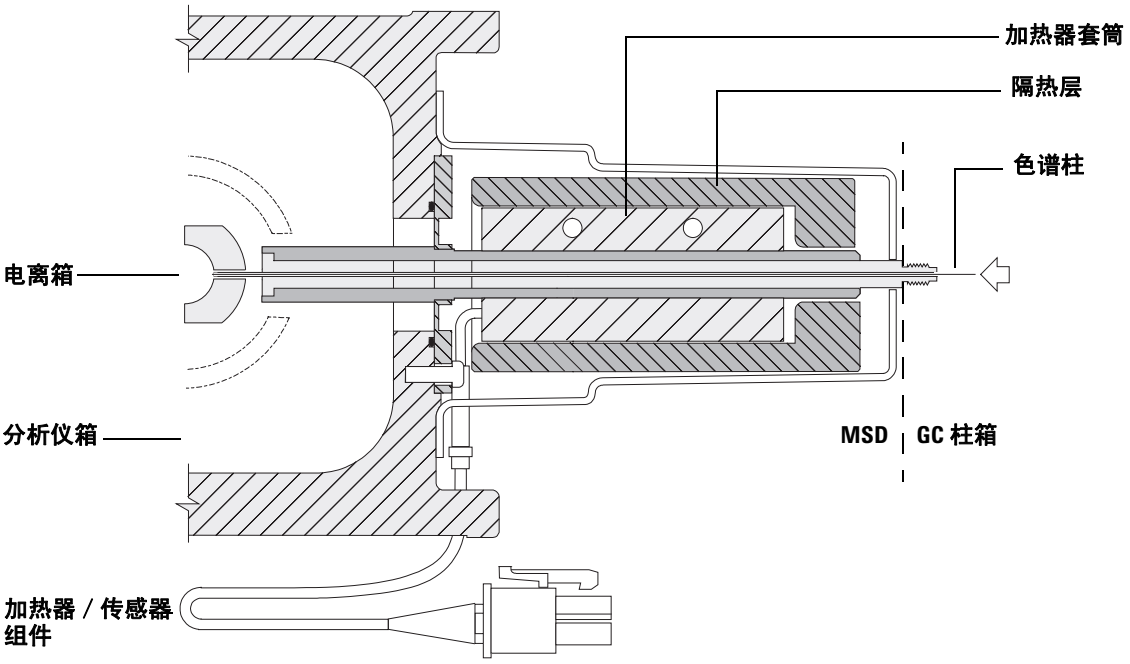
EI GC/MSD 接口只能用于 EI 离子源。而 CI GC/MSD 接口既可用于 EI 也可用于 CI 离子源。

另请参阅

第 41 页的 “将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中”。

小心 无论是接口还是 GC 柱箱中的温度，都绝对不得超过最高色谱柱温度。

警告 **GC/MSD 接口运行于高温下。如果当 GC/MSD 很热时触摸它，会被灼伤。**



色谱柱末端会突出 1 到 2 毫米，伸入电离箱中。

图 5 EI GC/MSD 接口

打开 MSD 之前



打开或尝试操作 MSD *之前*，请确认以下事项。

- 放空阀必须关闭 （旋钮已顺时针完全拧至一侧）。
- 所有其他真空密封件和接头均已到位并正确紧固。（不应拧紧前面侧板上的螺钉，除非使用了危险的载气或反应气。
- MSD 已连接到接地电源。
- GC/MSD 接口延伸入 GC 柱箱。
- GC 进样口和 GC/MSD 接口中安装了可调节的毛细管色谱柱。
- GC 已打开，但 GC/MSD 接口的加热区、 GC 进样口和柱箱处于关闭状态。
- 已使用推荐的集油器将纯度最低为 99.999% 的载气用管道连接至 GC。
- 如果使用氢作为载气，则载气流必须关闭，并且前面侧板上的指旋螺钉不能拧太紧。
- 前级泵废气必须正确排出。

警告 **前级泵的废气中包含所分析的溶剂和化学物质。还包含微量泵油。提供的集油器仅阻挡泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。如果正在使用有毒溶剂或正在分析有毒的化学物质，请卸下集油器。请安装软管 （内径为 11 毫米）以便将前级泵的废气排到室外或排入通风 （废气）橱内。**

警告 **如果使用氢气作为载气，则在 MSD 开机前请勿打开载气流。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的 “氢气安全”。**

抽气

数据系统或本地控制面板可帮助您对 MSD 进行抽气操作。此过程大部分都是自动的。关闭放空阀并打开主电源开关（按侧板时）后，MSD 会自动进行抽气。数据系统软件监测并显示抽气过程中的系统状态。当压力足够低时，程序会打开离子源和质量过滤器加热器，并提示打开 GC/MSD 接口加热器。如果 MSD 不能正确抽气就会关闭。

数据系统显示涡轮分子泵 MSD 的电机转速。MSD 具有可选的 G3397A Micro Ion 真空计控制器。该真空计测量分析仪箱内的压力，而分析仪箱可通过数据系统进行监测。

控制温度

MSD 温度是通过数据系统进行控制的。 MSD 具有用于离子源和四极杆质量过滤器的独立的加热器和温度传感器。您可以从数据系统或本地控制面板调整设定值和查看这些温度。

GC/MSD 接口加热器由 6890 系列 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量并进行控制。可通过数据系统或 GC 键盘设置和监测 GC/MSD 接口温度。

控制色谱柱流速

载气流速由 GC 中的头压控制。对于给定的头压，色谱柱流速将随着 GC 柱箱温度的上升而下降。通过将电子气动控制 (EPC) 和色谱柱模式设置为**恒定流量**，可维持相同的色谱柱流速，而不必考虑温度变化。

MSD 可用于测量实际的色谱柱流速。可以注入*少*量的空气或其他未保留的化学物质，并测量它到达 MSD 所需的时间。通过这种时间测量，可计算出色谱柱流速。请参阅第 60 页。

放空 MSD

数据系统中的程序会引导您完成放空过程。该程序将在正确的时间关闭 GC 和 MSD 加热器以及涡轮分子泵。它还能够让您监测 MSD 中的温度并指示何时放空 MSD。

如果放空不正确， MSD 会受到损坏。如果在涡轮分子泵以正常转速的 50% 以上运转时进行放空，则会损坏涡轮泵。

警告

确保在放空 MSD 之前 GC/MSD 接口和分析仪区域已冷却 （低于 100 °C）。温度为 100 °C 时足以灼伤皮肤。处理分析仪部件时请始终戴上布手套。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须停止载气流。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的 “氢气安全”。

小心

绝对不能通过将空气通入前级软管的任何一端来放空 MSD。请使用放空阀或卸下色谱柱螺帽和色谱柱。

请勿在涡轮分子泵以正常转速的 50% 以上运转时进行放空。

请勿超过推荐的最高总气体流速。请参阅第 18 页上的 “5975 系列 MSD 的型号和特性”。

查看 MSD 分析仪温度和真空状态

还可使用本地控制面板执行此任务。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册 (G1701-90056)。

过程

1 在 “仪器控制”视图中，从 “仪器”菜单中选择**编辑调谐参数** （图 6）。

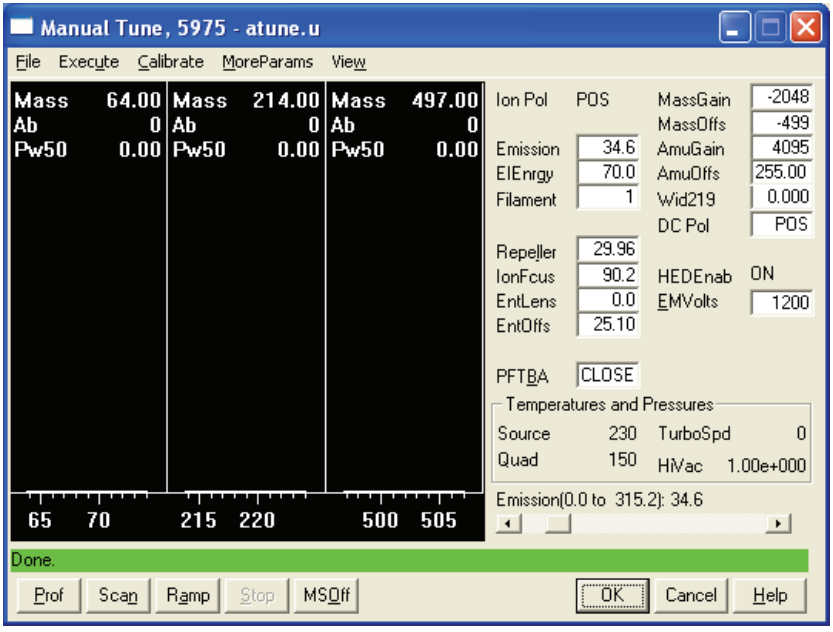


图 6 调谐参数

2 从**调用 MS 调谐文件**对话框中选择方法要使用的调谐文件。

3 分析仪温度和真空状态显示在**区域**字段中。

除非刚刚开始抽气过程，否则涡轮分子泵应至少以正常转速的 80% 运行。只要涡轮分子泵的运行转速低于正常转速的 80%，MSD 加热器就保持关闭。通常，涡轮分子泵的转速为 100%。

MSD 加热器在抽气周期结束时打开，在放空周期开始时关闭。在放空或抽气过程中，即使两个 MSD 区域都关闭，报告的设定值也不会改变。

设置 MSD 温度和真空状态监视器

监视器显示单个仪器参数的当前值。监视器可添加到标准的仪器控制窗口中。可将监视器设置为在实际参数变化超出其用户定义的设置值时改变颜色。

过程

1 从 “仪器”菜单中选择 **MS 监视器**。

2 在**编辑 MS 监视器**框的**类型**下，选择**区域**。

3 在**参数**下，选择 **MS 源**，然后单击**添加**。

4 在**参数**下，选择 **MS 四极杆**，然后单击**添加**。

5 选项所需的其他监视器，然后**添加**它们。

6 单击**确定**。新的监视器将上下相邻堆放在 “仪器控制”窗口的右下角。要看到所有监视器，必须移动它们。

7 单击每个监视器并将其拖到所需的位置。请参见图 7，该图提供了一种排列监视器的方式。

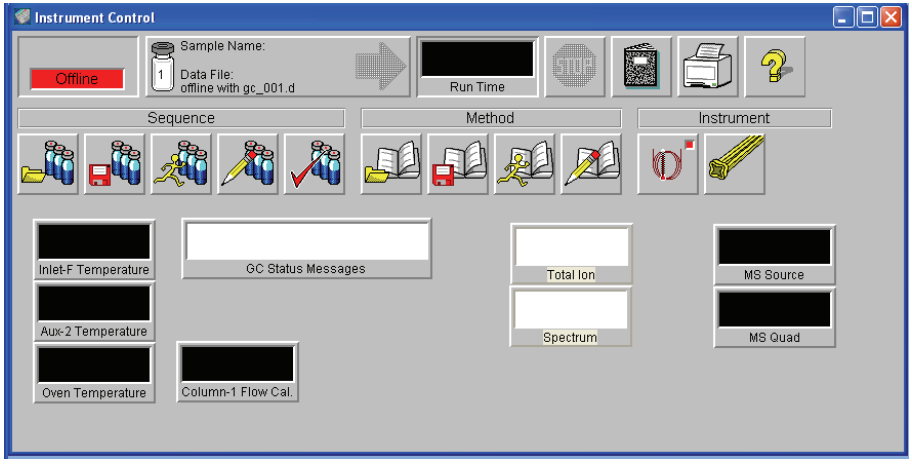


图 7 排列监视器

8 要使新设置成为方法的一部分，请从 “方法”菜单中选择**保存**。

设置 MSD 分析仪温度

MSD 离子源和质量过滤器 （四极杆）温度的设定值存储在当前的调谐 (*.u) 文件中。调用方法后，会自动下载与该方法相关的调谐文件中的设定值。

过程

1 在 “仪器控制”视图中，从 “仪器”菜单中选择**编辑调谐参数**。

2 从**更多参数**菜单中选择**温度** （图 8）。

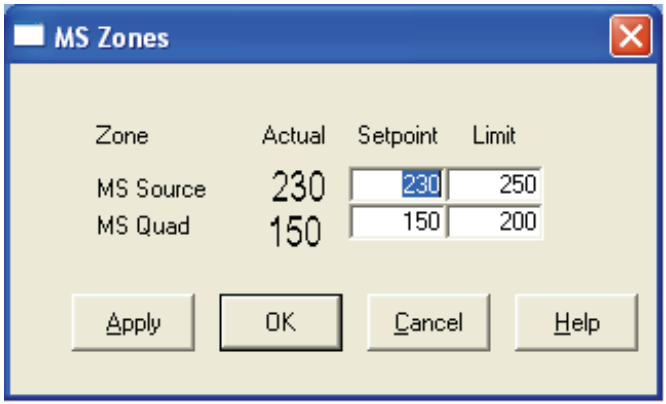


图 8 设置温度

3 在设定值字段中键入所需的源和四极杆 （质量过滤器）温度。有关推荐的设定值，请参阅第 55 页上的表 6。

GC/MSD 接口、离子源和四极杆加热区是相互影响的。如果一个区域的设定值与相邻区域的的设定值差异太大，则分析仪加热器可能无法准确地控制温度。

警告 **四极杆不能超过 200 °C，离子源不能超过 300 °C。**

4 要关闭该屏幕，请单击

- **应用**，将新的温度设定值发送到 MSD。
- **确定**，以更改当前调用的调谐文件，但是不将任何设定值下载到 MSD（要下载设定值，请使用**应用**）。
- **取消**，以退出面板，但不更改当前调用的调谐文件，也不将任何设定值下载到 MSD。

5 当**保存 MS 调谐文件**对话框出现时，单击**确定**将更改保存到同一文件，或键入新的文件名然后单击**确定**。

表 6 推荐的温度设置

	EI 操作	PCI 操作	NCI 操作
MS 源	230	250	150
MS 四极杆	150	150	150

从 ChemStation 中设置 GC/MSD 接口温度

还可使用本地控制面板执行此任务。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册 (G1701-90056)。

过程

1 从 “查看”菜单中选择**仪器控制**。

2 单击**热辅路**，显示**仪器 | 编辑 | 热辅路：(6890)** 窗口 （图 9）

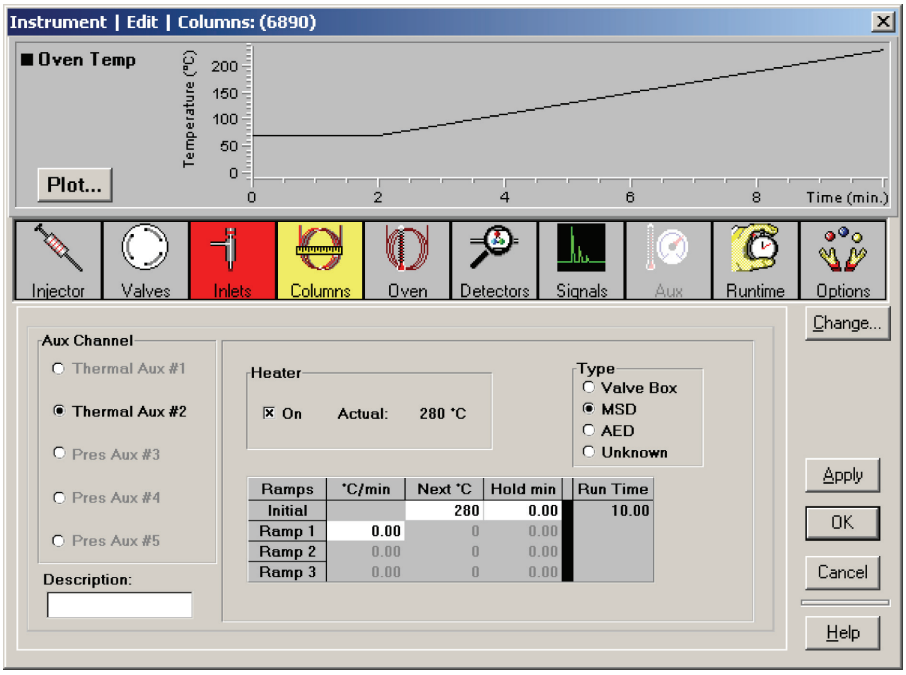


图 9 设置接口温度

3 确认已选定**类型**下的 **MSD** 和**热辅路**下的**第 2 热辅路**。

4 打开加热器，然后在**下一 °C** 列中键入设定值。*切勿* 设置温度上升。

5 典型的设定值为 280 °C。

范围是 0 °C 到 350 °C。如果设定值低于环境温度，则会使接口加热器关闭。

小心 绝对不能超过色谱柱的最高温度。

6 单击**应用**以下载设定值，或单击**确定**下载设定值并关闭窗口。

7 要使新设置成为方法的一部分，请从“方法”菜单中选择**保存**。

小心 确保已打开载气，并且在加热 GC/MSD 接口或 GC 柱箱前已吹扫了色谱柱中的空气。

监测高真空压力

压力监测需要使用可选的 G3397A Micro-Ion 真空计。

所需材料

- Micro-Ion 真空计 (G3397A)

警告 **使用氢气作为载气时，如果氢气有可能在分析仪箱中积聚，请勿打开 Micro-Ion 真空计。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的“氢气安全”。**

过程



1 启动 MSD 并对其执行抽气操作 （第 78 页）。

2 在 “调谐和真空控制”视图的 “真空”菜单中选择**打开 / 关闭真空计**。

3 在 “仪器控制”视图中，可以设置 MS 监视器的读数。也可以在 LCP 上或从 “手动调谐”屏幕中读取真空度。

在 EI 模式下对运行压力影响最大的是载气 （色谱柱）流。表 7 列出了各种氦载气流的典型压力。这些压力是近似值，根据仪器的不同，这些压力可能相差 30%。

表 7 Micro-Ion 真空计读数

色谱柱流速， mL/min	真空计读数， Torr *性能*涡轮分子泵	真空计读数， Torr *标准*涡轮分子泵
0.5	3.18E–06	1.3E–05
0.7	4.42E–06	1.83E–05
1	6.26E–06	2.61E–05
1.2	7.33E–06	3.11E–05
2	1.24E–05	5.25E–05
3	1.86E–05	8.01E–05
4	2.48E–05	
6	3.75E–05	

如果压力持续高于列出的值，请参阅 MSD ChemStation 软件中的联机帮助，了解有关对漏气和其他真空问题进行故障排除的信息。

测量色谱柱流的线性速度

对于诸如 MSD 使用的毛细管色谱柱，通常是测量线性速度而非体积流率。

过程

1 设置用于无分流手动注入和选定离子监测 *m/z* 28 的数据采集。

2 按 GC 键盘上的**预运行**。

3 将 1 µL 空气注入 GC 进样口，然后按**开始运行**。

4 等到出现 *m/z* 28 的峰洗提。注意保留时间。

5 计算平均线性速度。

$$\textit{平均线性速度 (cm/s)} = \frac{100\ L}{t}$$

其中：

L = 以米为单位的色谱柱长度

t = 以秒为单位的保留时间

确保将所有色谱柱缺失考虑在内。如果 25 米色谱柱中缺少了 1 米，会产生 4% 的误差。

6 使用此速度验证 MSD ChemStation 流速的计算 （第 61 页）。

如果数值不同，请单击**更改**，校正色谱柱尺寸。

7 计算体积流率。

$$\textit{体积流率 (mL/min)} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

其中：

D = 以毫米为单位的色谱柱内径

L = 以米为单位的色谱柱长度

t = 以分钟为单位的保留时间

计算色谱柱流速

如果色谱柱尺寸是已知的，则可通过色谱柱头压计算体积流速。

过程

1 在 “仪器控制”视图中，单击**色谱柱**图标 （图 10）。

2 检查是否输入了正确的色谱柱尺寸。

3 在压力字段中键入所需的值。

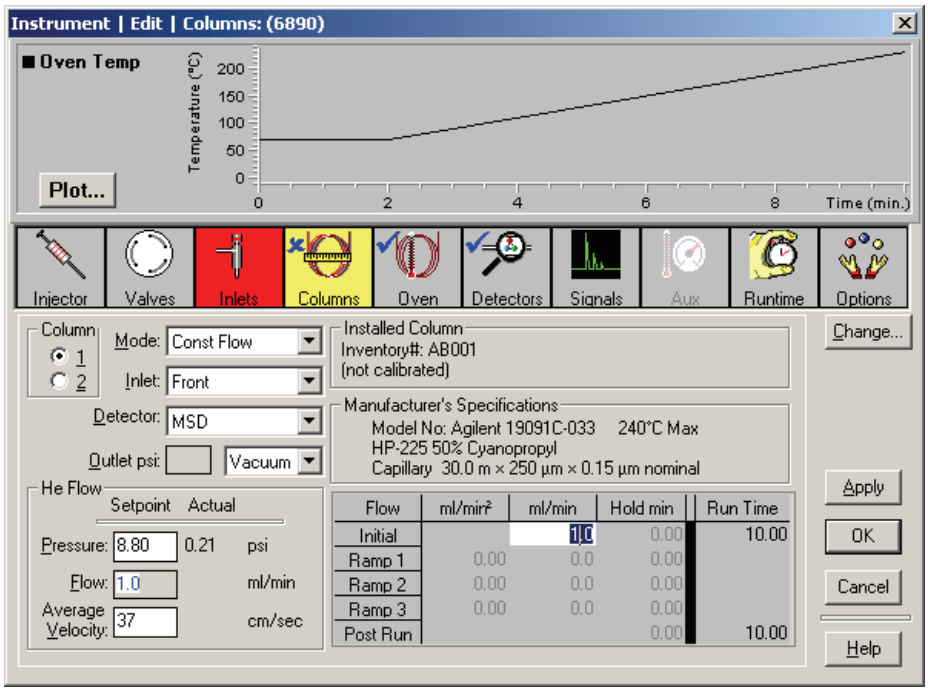


图 10 计算色谱柱流速

4 如果显示的平均速度与第 60 页获得的不同，请单击**更改**以校正色谱柱尺寸。

调谐 MSD

还可使用本地控制面板运行当前在 PC 内存中调用的自动调谐。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册 (G1701-90056)。

过程

1 在 “仪器控制” 视图中，从 “仪器” 菜单中选择**执行 MS 自动调谐**。

2 选择要使用的调谐类型。

调谐会立即启动。对于大多数应用程序，**自动调谐** (ATUNE.U) 都可提供最佳的结果。由于**标准调谐** (STUNE.U) 会降低灵敏度，因此不推荐使用。**快速调谐**用于调整峰宽、质量分配和丰度，而不会更改离子比率。如果已将系统配置为化学电离 (CI)，则可以从此框中访问 CI 调谐面板。请始终使用相同的 GC 柱箱温度和色谱柱流速调谐 MSD，并且对数据采集使用相同的分析仪温度。

3 等待调谐完成和生成报告。

保存调谐报告。要查看调谐结果的历史记录，请选择 “检测” 菜单下的**查看调谐 ...**。

4 要手动调谐 MSD 或执行特殊的自动调谐，请从 “查看” 菜单中选择**手动调谐**。

在 “调谐和真空控制” 视图中，可手动调整大多数调谐参数，以满足特殊需要。

从 “调谐菜单” 中，除了 “仪器控制” 中可用的调谐外，还可为特定的谱图结果选择特殊的自动调谐：**DFTPP 调谐**、 **BFB 调谐**或**目标调谐**。

有关调谐的其他信息，请参阅 MSD ChemStation 软件附带的手册或联机帮助。

验证系统性能

所需材料

- 1 pg/µL (0.001 ppm) OFN 样品 (5188-5348)

验证调谐性能

1 确认已对系统抽气至少 60 分钟。

2 将 GC 柱箱的温度设置为 150 °C，并将色谱柱的流速设置为 1.0 mL/min。

3 在“仪器控制”视图中，从“检测”菜单中选择**检测调谐**。软件将执行自动调谐并打印报告。

4 在完成自动调谐后，请保存方法，然后从“检测”菜单中选择**评估调谐**。

软件将评估最后一次自动调谐并打印“系统验证 – 调谐”报告。

验证灵敏度性能

1 设置注射 1 µL OFN，可以利用 ALS，也可以手动操作。

2 在“仪器控制”视图中，从“检测”菜单中选择**检测灵敏度**。

3 单击“仪器 | 编辑”窗口中相应的图标可以编辑注射类型的方法。

4 单击**确定**运行该方法。

在方法运行完成后，会打印出评估报告。

确认 rms 信噪比是否符合已发布的规范。

另请参阅

- Agilent 5975 Inert GC/MS 系统数据表 (5989-3012EN)

高质量测试

设置条件

1 获取 PFHT 的样品 (xxxx-xxxx)
2 执行 ATUNE.U
3 在 x\5975\PFHT.M （其中 x 为正在使用的仪器号）下解析 PFHT.M 方法。
4 更新并保存方法。

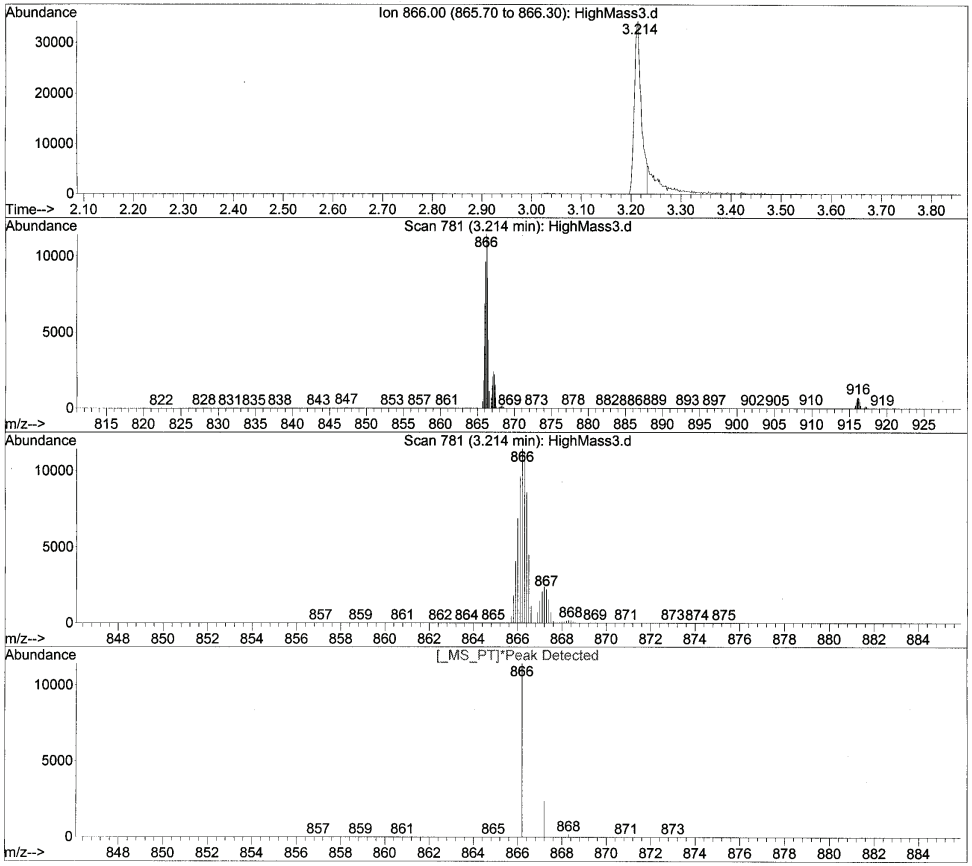
高质量检测

1 将样品加入样品瓶并将其放在位置 2。
2 从**检测**菜单中选择**高质量检测**。
3 按照屏幕上的说明操作。
4 5 分钟之内结束 “运行”并打印结果。

结果

```
                    *PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d              Vial: 2
Acq On    : 28 Apr 2005  15:07                      Operator:
Sample    : *HIGH MASS TEST                         Inst    : Instrument #1
Misc      : _[]                                     Multiplr: 1.00
Barcode   : *EXPECTED=*  <NONE>  ACTUAL=*  <NONE>  Sample Amount:0.00
MS Integration Params: NA
```



*	MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
	866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
	867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
	916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

图 11 PFHT 高质量报告

结果将显示为了获得高质量而建议使用的 AMU 补偿调整量。如果结果在目标量的 5 个单位之内，则没有必要进行调整。

调整

1 验证已调用 ATUNE.U。

2 从 “仪器控制” 视图的 “仪器” 菜单中选择**编辑调谐参数**。

3 单击**更多参数**并选择**动态递增参数 ...**

   a 从下拉框中选择 AMU 补偿。

   b 如果右侧的值为灰色，则选择**为此透镜启用动态递增**复选框。

   c 输入建议的补偿量并单击**确定**。

4 单击 “编辑参数” 框中的**确定**。出现 “保存 MS 调谐文件” 对话框。

   您可以覆盖现有的 ATUNE.U 来将高质量调整包含在内，也可以将此文件另存为一个新的文件名，例如， ATUNEHIGH.U。

注意 任何时候执行 ATUNE.U 都将覆盖输入的 AMU 补偿。这就是重新命名调谐文件的原因。

5 调用 PFHT.M 和已保存的调谐文件，然后保存该方法。

6 重新运行测试混合气 （重复高质量检测）。如果修正值在 5 个单位之内，则没有必要进行进一步的调整。

拆下 MSD 外壳

所需材料

- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)

如果需要拆下 MSD 的某个外壳，请执行以下过程 （图 12）：

取下分析仪顶壳。



拧下 5 个螺丝并抬起机壳。

拆下左侧外壳



1 打开分析仪外壳。
2 从本地控制面板背面断开带状窄缆线。
3 拧下固定左侧外壳的三个螺钉。
4 将外壳向左轻拉，使其脱离右侧的两个突起，然后向前拉直。

取下分析仪窗口外壳。



1 按下窗口顶部的圆形区域。
2 将窗口向前抬起，使其脱离 MSD。

警告 **切勿取下任何其他外壳。其他外壳下存在危险电压。**

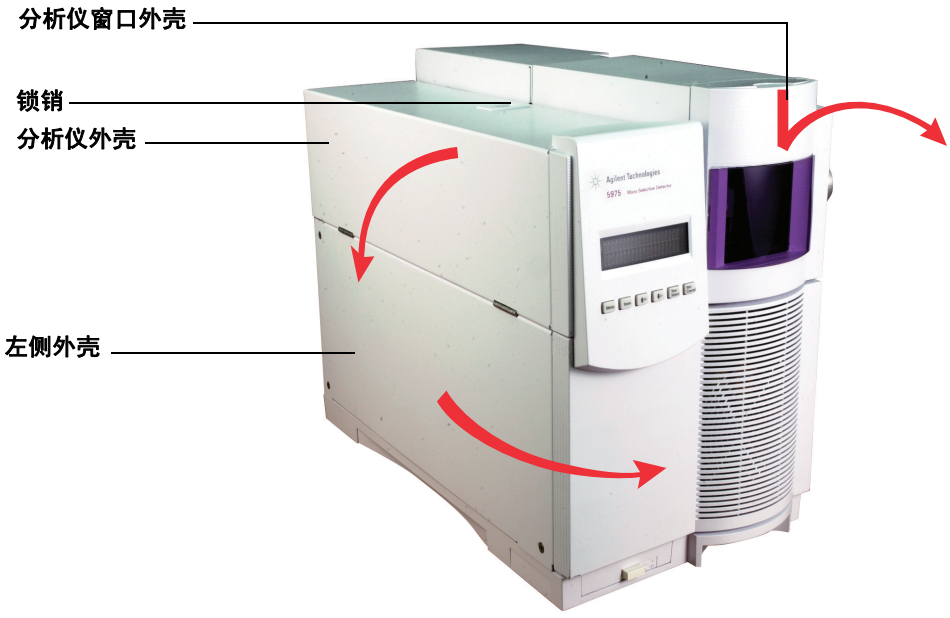


图 12 拆下外壳

小心 请勿用力过度，否则用于将外壳固定在框架上的塑料突起会折断。

要放空 MSD

过程

1 从软件的 “真空” 菜单中选择**放空**。按照提供的说明进行操作。

2 将 GC/MSD 接口加热器和 GC 柱箱温度设置为环境温度 （室温）。

警告 **如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须停止载气流。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的 “氢气安全”。**

小心 确保在关闭载气流时 GC 柱箱和 GC/MSD 接口已冷却。

3 出现提示时，关闭 MSD 电源开关。

4 拔下 MSD 电源线。

警告 **放空 MSD 时，切勿将 ChemStation 置于 “仪器控制” 视图中。否则会打开接口加热器。**

5 拆下分析仪窗口外壳 （第 67 页）

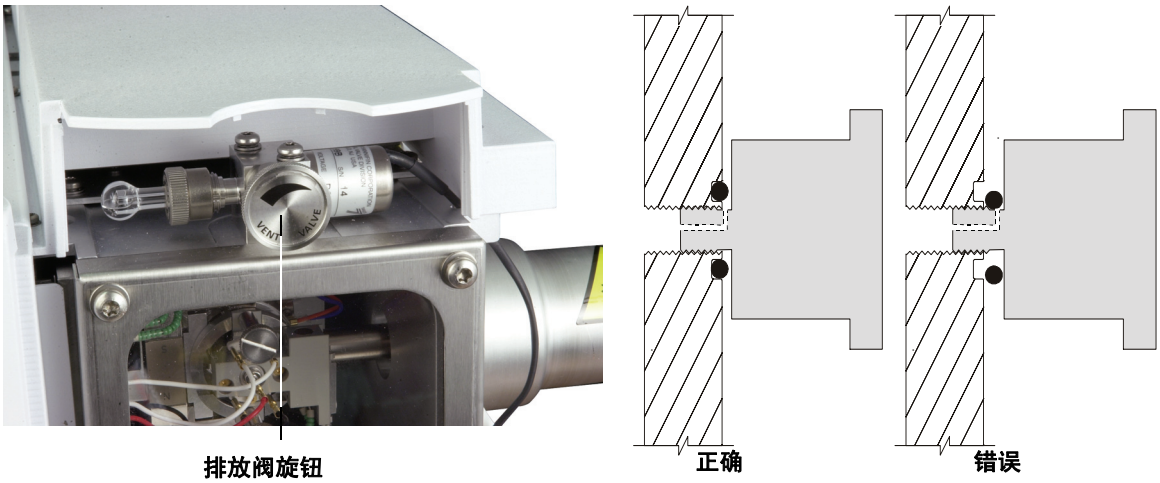


图 13 放空 MSD。

6 逆时针旋转放空阀旋钮 （图 13）*仅* 3/4 圈，或直到听到空气流入分析仪箱时发出的嘶嘶声。

切勿 过度旋转旋钮，否则 O 形环会从凹槽中掉出。确保在抽气前重新拧紧旋钮。

警告 **在接触分析仪前请将其冷却至接近室温。**

小心 在处理任何将置入分析仪箱中的部件时，请始终戴上干净的手套。

警告 **放空 MSD 时，切勿将 ChemStation 置于 “仪器控制” 视图中。否则会打开接口加热器。**

打开分析仪箱

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 抗静电腕带
  - 小号 (9300-0969)
  - 中号 (9300-1257)
  - 大号 (9300-0970)

小心

释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。打开分析仪箱之前，请佩戴接地的抗静电腕带并采取其他抗静电预防措施 （请参阅第 171 页）。

过程



1 放空 MSD （第 69 页）。

2 从侧板上断开侧板控制缆线和电源线。

3 如果侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们 （图 14）。

正常使用期间，后侧板指旋螺钉应当松开。只有在运输过程中才会拧紧该螺钉。而前侧板指旋螺钉只有在 CI 操作或将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气时才应拧紧。

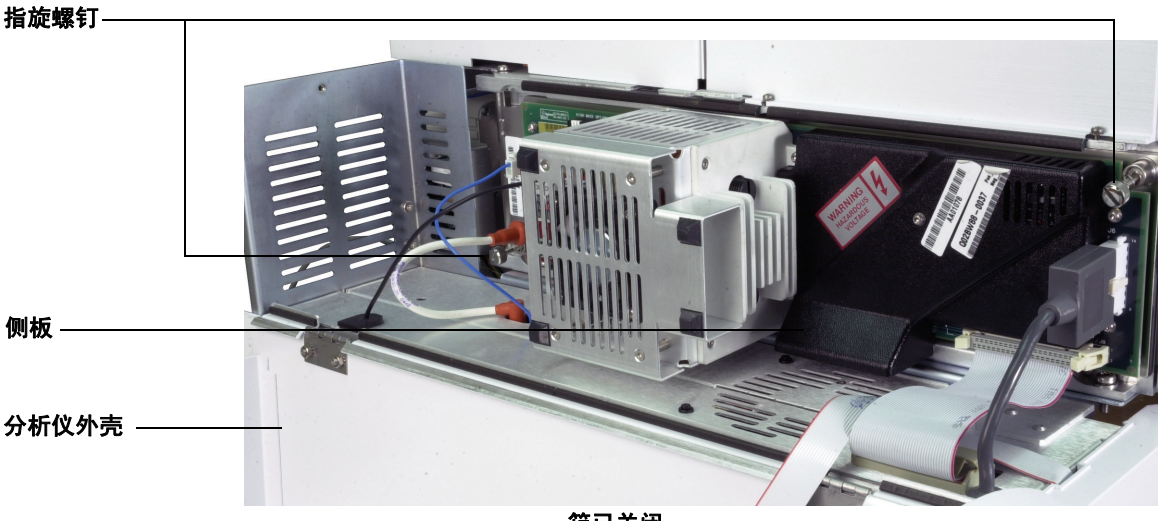
小心

在下一步中，如果感觉到有阻力，请**停止操作**。请勿尝试强行打开侧板。确认 MSD 已放空。确认前后侧板螺钉都已完全松开。

4 *轻轻地* 将侧板旋转下来。

警告 **分析仪、GC/MSD 接口和分析仪箱中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

小心 在分析仪箱中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。



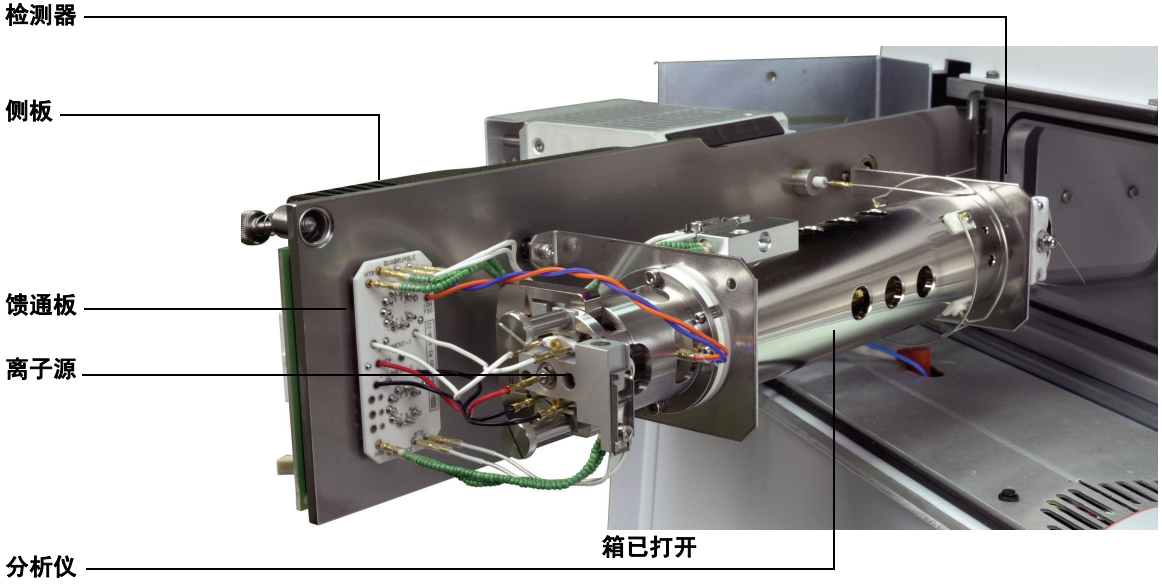


图 14 分析仪箱

关闭分析仪箱

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)

过程

1 确保所有的分析仪内部电气接头都已正确绑定。对于 EI 和 CI 源，接线是相同的。

在表 8 中列出了各种接线，并且在图 15 和图 16 中说明了连接方式。表中的术语 “板”是指位于离子源旁边的穿通板。

表 8 分析仪接线

接线说明	绑定至	连接至
绿色珠串状 (2)	四极杆加热器	板，左上 (HTR)
白色编织外层 (2)	四极杆传感器	板，顶部 (RTD)
白色 (2)	板，中间 (FILAMENT-1)	灯丝 1 （顶部）
红色 (1)	板，左中 (REP)	推斥极
黑色 (2)	板，中间 (FILAMENT-2)	灯丝 2 （底部）
橙色 (1)	板，右上 (ION FOC)	离子聚焦透镜
蓝色 (1)	板，右上 (ENT LENS)	入口透镜
绿色珠串状 (2)	离子源加热器	板，左下 (HTR)
白色 (2)	离子源传感器	板，底部 (RTD)

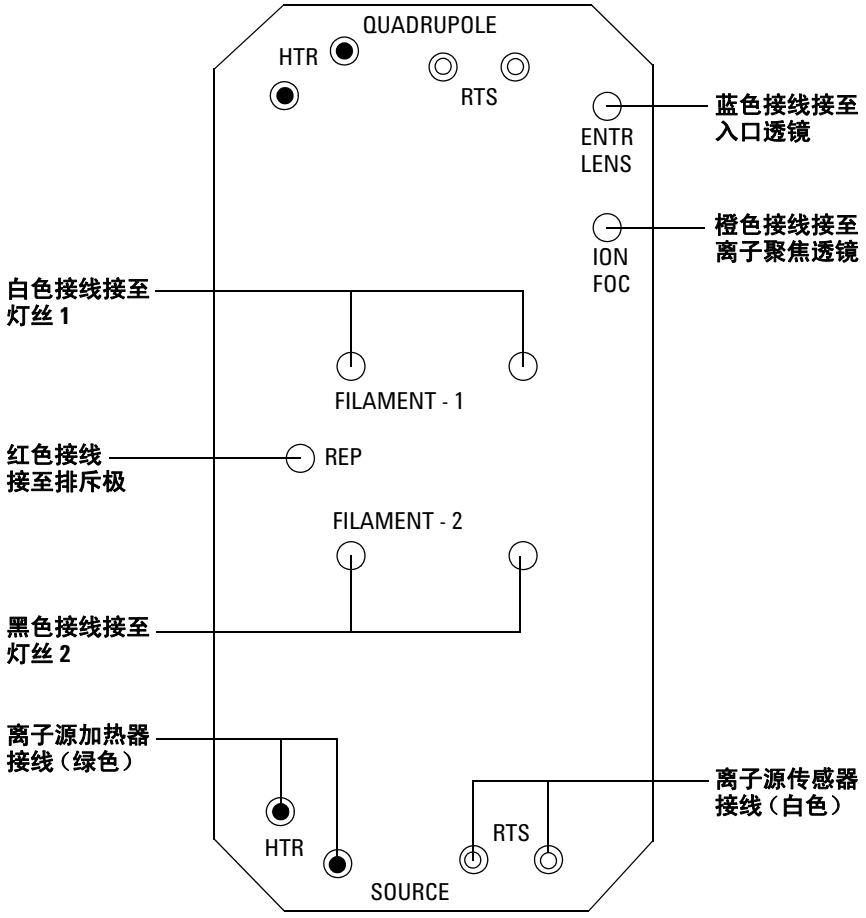

QUADRUPOLE
HTR
RTS
ENTR
LENS
蓝色接线接至
入口透镜
ION
FOC
橙色接线接至
离子聚焦透镜
白色接线接至
灯丝 1
FILAMENT - 1
红色接线
接至排斥极
REP
FILAMENT - 2
黑色接线接至
灯丝 2
离子源加热器
接线（绿色）
离子源传感器
接线（白色）
HTR
RTS
SOURCE

图 15 馈通板接线

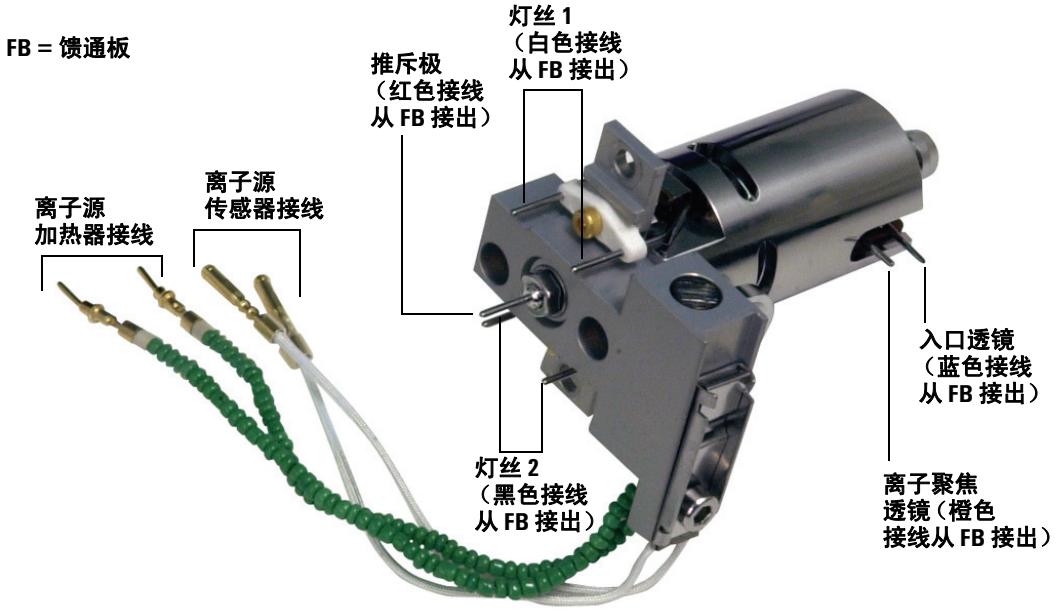


图 16 离子源接线

2 检查侧板 O 形环。

确保 O 形环上涂有***非常***薄的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果 O 形环非常干燥，则可能无法良好密封。如果 O 形环看起来很发亮，则表明润滑脂涂抹过多。有关润滑侧板 O 形环的说明，请参阅第 190 页。

3 合上侧板。

4 将侧板控制缆线和电源线重新连接到侧板。

5 确保已关闭放空阀。

6 对 MSD 进行抽气 （第 78 页）。

7 如果在 CI 模式下操作或将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气，请*轻轻地* 手动拧紧前侧板指旋螺钉。

警告 **进行 CI 操作或将氢气或其他危险气体用作 GC 载气时，必须拧紧前侧板指旋螺钉。万一发生爆炸，这样可防止侧板打开。**

小心 请勿过度拧紧指旋螺钉，否则会引起漏气或防碍抽气成功。切勿使用螺丝刀拧紧指旋螺钉。

8 MSD 抽气完成后，合上分析仪外壳。

对 MSD 进行抽气

还可使用本地控制面板执行此任务。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册。

警告 **在启动 MSD 并对其进行抽气之前，请确保 MSD 满足本章（第 46 页）前言中列出的所有条件。否则会导致人身伤害。**

警告 **如果使用氢气作为载气，则在 MSD 开机前请勿打开载气流。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的“氢气安全”。**

过程

1 关闭放空阀。

2 按下侧板以确保正确密封。

3 按下 RF 外壳。



4 插上 MSD 电源线。

5 从视图菜单中选择**调谐和真空控制**。

从“真空”菜单中选择**抽气**。

6 出现提示时，打开 MSD。

7 轻按侧板，确保密封良好。按侧板上的金属盒。

前级泵会产生汩汩声。此声音会在一分钟内停止。如果该声音继续，则表明系统中存在***严重的***漏气现象，可能位于侧板密封垫、接口色谱柱螺帽或放空阀处。

8 与 PC 建立通信后，单击**确定**。

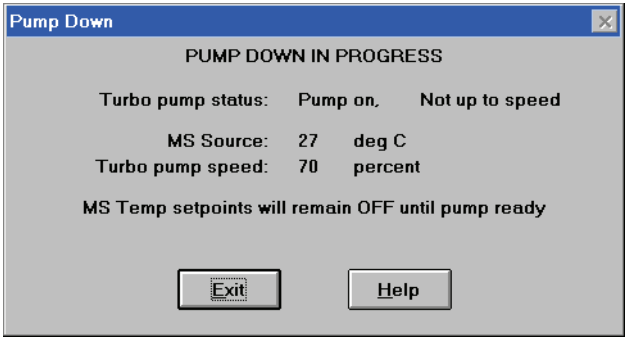


图 17 抽气

小心

在 10 到 15 分钟内，涡轮分子泵的转速应上升至正常转速的 80%（图 17）。泵转速最终应达到正常转速的 95%。如果未满足这些条件，MSD 电子部件会关闭前级泵。为了从此状况中恢复，必须关闭 MSD 然后再打开。如果 MSD 抽气不正确，请参见手册或联机帮助，了解有关对漏气或其他真空问题进行故障排除的信息。

9 出现提示时，打开 GC/MSD 接口加热器和 GC 柱箱。完成后单击**确定**。

软件会打开离子源和质量过滤器（四极杆）加热器。温度设定值存储在当前的自动调谐 (*.u) 文件中。

小心

切勿在载气流启动前打开任何 GC 加热区。在未通载气的情况下加热色谱柱会对其造成损坏。

10 在消息**可以运行**出现后，等待 2 小时，以便 MSD 达到热平衡。在 MSD 达到热平衡前采集的数据可能无法再生。

11 重新安装 MSD 顶壳。顶壳是在放空期间拆下的。

连接 Micro-Ion 真空计

对于 EI 操作， Micro-Ion 真空计是可选的。如果在 CI 模式下操作 MSD，该真空计就是*必需*的。

所需材料

- Micro-Ion 真空计 (G3397A)
- 电源线
- Micro-Ion 真空计缆线 (G3170-60805)
- CI 流模块缆线，将智能卡连接到 CI 流 (G3170-60802)

过程

1 使用提供的 KF-16 夹具将 Micro Ion 真空计安装在分析仪箱的后部。

2 按照图 18 所示连接真空计缆线。



3 对 MSD 进行抽气 （第 78 页）。



CI 和升级的 MSD



只有 EI 的 MSD

图 18 Micro-Ion 真空计缆线

移动或存放 MSD

所需材料

- 无孔垫圈 (5181-3308)
- 接口色谱柱螺帽 (05988-20066)
- 1/4 英寸 × 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程

1 放空 MSD （第 69 页）。
2 拆下色谱柱，安装无孔垫圈和接口螺帽。
3 拧紧放空阀。
4 将 MSD 从 GC 移开 （第 178 页）。
5 从 GC 上拔下 GC/MSD 接口加热器缆线。
6 安装接口螺帽与无孔垫圈。
7 打开分析仪外壳 （第 67 页）。
8 手动拧紧侧板指旋螺钉 （图 19）。

小心

切勿将侧板指旋螺钉拧得太紧。过度拧紧会剥落分析仪箱中的螺纹。还会使侧板扭曲而导致漏气。

9 插上 MSD 电源线。
10 打开 MSD，产生粗真空。确认涡轮分子泵的转速高于正常转速的 50%。
11 关闭 MSD。
12 关闭分析仪外壳。
13 断开 LAN、遥控和电源缆线。

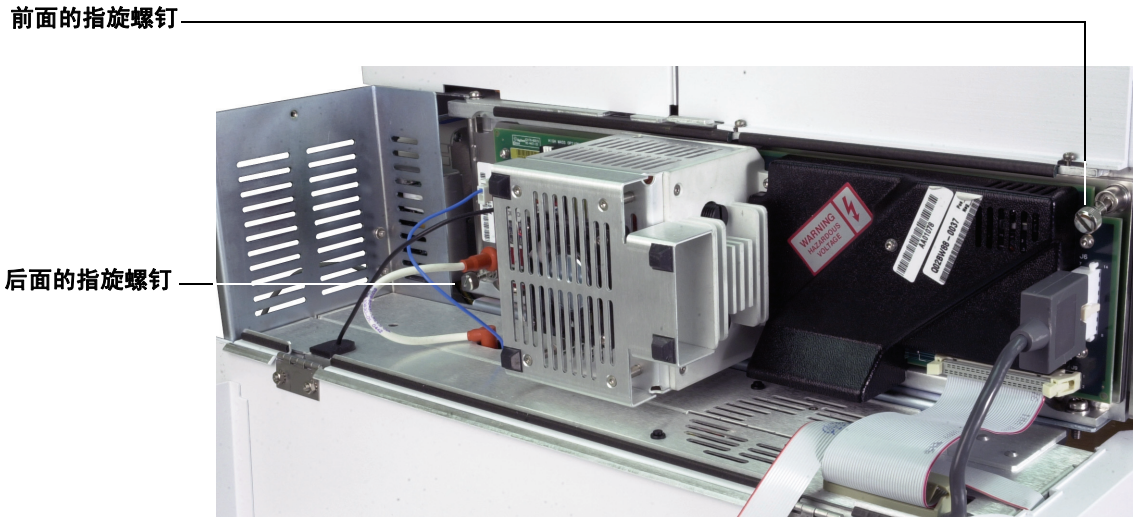


图 19 侧板指旋螺钉

现在即可存放或移动 MSD。前级泵不能断开，它必须与 MSD 一起移动。确保 MSD 保持竖直向上，不能向侧面倾斜或上下颠倒。

小心 MSD 必须始终保持竖直向上。如果需要将 MSD 运输到其他地方，请联系您的 Agilent Technologies 服务代表，获取有关包装和运输的建议。

从 GC 中设置接口温度

如果需要，可直接在 GC 上设置接口温度。

过程

1 按 GC 键盘上的**热辅路**。

2 按 **2**。

默认情况下， GC/MSD 接口由 6890 系列 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量。确认显示屏上显示 **THERMAL AUX 2 (MSD)**。

3 使用数字键键入新的温度设定值。

典型的设定值为 280 °C。范围是 0 °C 到 350 °C。如果设定值低于环境温度，则会使接口加热器关闭。

小心 绝对不要超过色谱柱的最高温度。

小心 确保已打开载气，并且在加热 GC/MSD 接口或 GC 柱箱前已吹扫了色谱柱中的空气。

4 按**确认**下载新的设定值。

如果希望新设定值成为当前方法的一部分，请单击“方法”菜单下的**保存**。否则，第一次调用方法时，该方法中的所有设定值将会覆盖通过 GC 键盘设置的设定值。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

一般原则 86
CI GC/MSD 接口 87
操作 CI MSD 89
从 EI 源切换到 CI 源 90
对 CI MSD 进行抽气 91
为 CI 操作设置软件 92
操作反应气流量控制模块 94
设置甲烷反应气流量 97
使用其他反应气 99
从 CI 源切换至 EI 源 103
CI 自动调谐 104
执行 PCI 自动调谐 （仅适用于甲烷） 106
执行 NCI 自动调谐 （仅适用于甲烷反应气） 108
验证 PCI 性能 110
验证 NCI 性能 111
监测高真空压力 112

本章提供了在化学电离 (CI) 模式下操作 5975 系列 CI MSD 的信息和说明。上一章中的大多数信息与此模式下的操作也是相关的。

本章中大部分内容都与甲烷化学电离有关，但是有一部分介绍的是其他反应气的使用。

软件中包含了用于设置反应气流和执行 CI 自动调谐的说明。自动调谐提供用于使用甲烷反应气的阳极 CI (PCI) 和使用任何反应气的阴极 CI (NCI)。

一般原则

- 始终使用最高纯度的甲烷（如果合适，也可使用其他反应气）。甲烷的纯度必须至少为 99.99%。
- 始终确认 MSD 在切换到 CI 模式之前在 EI 模式下运行良好。请参阅第 63 页上的“验证系统性能”。
- 确保已安装 CI 离子源和 GC/MSD 接口端密封垫。
- 确保反应气的管道连接无漏气现象。这是在 PCI 模式下甲烷预调谐后通过检查 *m/z* 32 确定的。

CI GC/MSD 接口

CI GC/MSD 接口（图 20）是插入到 MSD 中用于毛细管色谱柱的加热管道。它通过螺栓固定于分析仪箱的右侧，带有 O 形环密封垫，并具有保护壳（应将该壳保留在原位）。

接口的一端穿过 GC 一侧并伸入到柱箱中。该端上有螺纹，可用螺帽和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端插入到离子源。毛细管色谱柱的最后 1 到 2 毫米延伸超出导管的末端并进入电离箱。

反应气通过管道连接到接口。接口组件的尖端延伸入电离箱中。弹簧式密封垫可防止反应气从尖端周围漏出。反应气会进入接口主体并与离子源中的载气和样品混合。

接口由筒形电子加热器加热，筒形电子加热器由 6890 系列 GC 的第 2 热辅路加热区提供能量和进行控制。可通过 MSD ChemStation 或气相色谱仪的键盘设置接口温度。接口中的传感器（热电偶）可监测温度。

此接口还用于 CI MSD 中的 EI 操作。

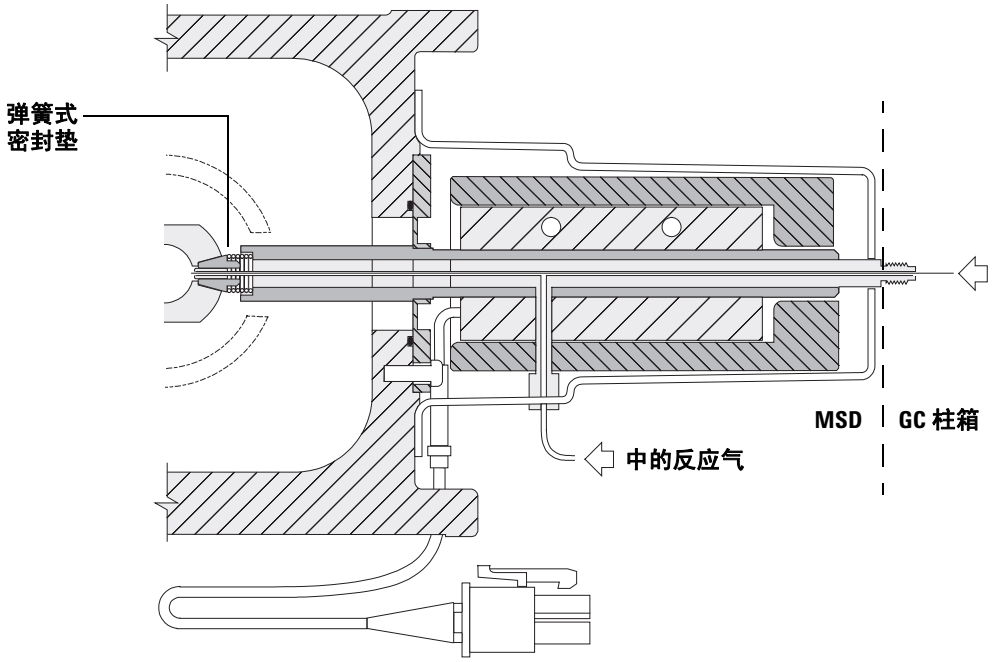
接口应运行于 250 ° 至 350 °C 范围内。基于此限制，接口温度应稍微高于 GC 柱箱的最高温度，但是***绝对不能*** 高于最高色谱柱温度。

另请参阅

第 41 页的 “将毛细管色谱柱安装在 GC/MSD 接口中”。

小心 无论是接口还是 GC 柱箱中的温度，都绝对不得超过最高色谱柱温度。

警告 **GC/MSD 接口运行于高温下。如果当 GC/MSD 很热时触摸它，会被灼伤。**



色谱柱末端会突出 1 到 2 毫米，伸入电离箱中。

图 20 CI GC/MSD 接口

操作 CI MSD

在 CI 模式下操作 MSD 比在 EI 模式下操作稍微复杂一些。调谐后，需要针对特定的分析物对气流、源温度（表 9）和电子能量进行优化。

表 9 CI 操作的温度

	离子源	四极杆	GC/MSD 接口
PCI	250 °C	150 °C	320 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

以 PCI 模式启动系统

通过首先以 PCI 模式启动系统，可执行以下操作：

- 首先对 MSD 进行甲烷设置，即使将要使用其他反应气。
- 通过查看甲烷流量调节面板中的 *m/z* 28 至 27 比率，检查接口端密封垫。
- 通过监测 *m/z* 19（质子化水）和 32 来判断是否存在明显的漏气现象。
- 确认 MS 正在产生“真正的”离子，并且无背景噪音。

对于处于 NCI 模式中的系统，几乎无法执行任何诊断。在 NCI 中没有要监测的反应气离子。因此很难诊断漏气现象，也很难判断接口和离子源之前是否密封良好。

从 EI 源切换到 CI 源

小心 在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。

即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 打开分析仪。

3 拆下 EI 离子源。请参阅第 196 页。

小心 释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的抗静电腕带。请参阅第 171 页上的“静电释放”。打开分析仪箱***之前***应采取抗静电预防措施。

4 安装 CI 离子源。请参阅第 234 页。

5 安装接口端密封垫。请参阅第 235 页。

6 关闭分析仪箱

7 对 MSD 抽气。请参阅第 91 页。

对 CI MSD 进行抽气

还可使用本地控制面板执行此任务。有关详细信息，请参见 *《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》* 手册。

过程

1 按照 EI MSD 的说明进行操作。请参阅第 78 页上的 “对 MSD 进行抽气”。

软件提示打开接口加热器和 GC 柱箱后，请执行以下步骤。

2 如果有真空计，请检查真空计，确认压力正在下降。

3 按**关闭阀**关闭气体供应阀和隔离阀。

4 确认已调用 **PCICH4.U** 并接受温度设定值。

在切换到 NCI 之前要始终验证 PCI 模式下的系统性能。

5 将 GC/MSD 接口温度设置为 320 ℃。

6 将**气体 A** 设置为 20%。

7 使系统至少烘干和吹扫 2 小时。如果要运行 NCI，且要获得最佳灵敏度，请通宵烘干 MSD。

为 CI 操作设置软件

过程

1 切换到 “调谐和真空控制”视图。

2 从 “文件”菜单中选择**调用调谐值**。

3 选择调谐文件 **PCICH4.U**。

4 如果从未运行此调谐文件的 CI 自动调谐，则软件会通过一系列对话框进行提示。*接受默认值，除非有充足的理由进行更改。*

调谐值对 MSD 性能有极大影响。初次设置 CI 时请始终使用默认值，然后针对特定的应用进行调节。有关 “调谐控制限制”框的默认值，请参见表 10。

注意 只有自动调谐会使用这些限制。***不能***将它们与 “编辑 MS 参数”或调谐报告中出现的参数集相混淆。

表 10 只有 CI 自动调谐才使用默认的调谐控制限制

反应气	甲烷		异丁烷		氨气	
离子极性	阳极	阴极	阳极	阴极	阳极	阴极
丰度目标	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
峰宽目标	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
最大排斥极	4	4	N/A	4	N/A	4
最大放射电流， μA	240	50	N/A	50	N/A	50
最大电子能量， eV	240	240	N/A	240	N/A	240

表 10 的注释：

- **N/A** 不适用。使用除甲烷以外的任何反应气都不会在 PCI 中形成 PFDTD 离子，因此在这些配置中 CI 自动调谐不适用。
- **离子极性** 始终首先在 PCI 中设置甲烷，然后再切换到所需的离子极性和反应气。
- **丰度目标** 调节为较高或较低以获得所需的信号丰度。较高的信号丰度还会带来较高的噪音丰度。通过设置方法中的 EMV 可调节数据采集的丰度目标。
- **峰宽目标** 较高的峰宽值可产生较高的灵敏度，而较低的峰宽值可产生较好解析度。
- **最大放射电流** NCI 的最大优化放射电流对于不同的化合物有很大的不同，必须根据经验进行选择。例如，杀虫剂的优化放射电流大约为 200 A。

操作反应气流量控制模块

反应气流量是在软件中进行控制的（图 21）。

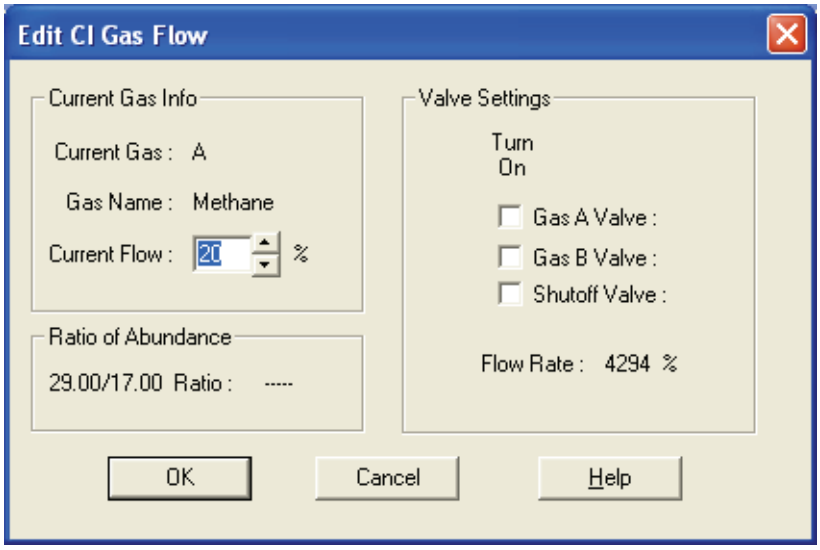


图 21 CI 流量控制

“阀设置”具有以下作用：

气体 A（或 B）阀 如果存在气流，系统会关闭气流。系统将对气体管道排放 6 分钟，然后打开选定的气体（A 或 B）。这是为了减少管道中气体的相互混合。

关闭阀 选定“关闭阀”后，系统会关闭当前气流，同时使隔离阀（图 22）处于打开状态。这是为了清除管道中的任何残留气体。一般的排放时间为 6 分钟，然后系统会关闭隔离阀。

流量控制硬件可记住每种气体的流量设置。无论选择哪种气体，控制板都会自动设置该气体上次使用的相同流量。

流量控制模块

CI 反应气流量控制模块 （图 22 和表 11）控制反应气进入 CI GC/MSD 接口的流量。流量控制模块包括质量流量控制器 (MFC)、气体选择阀、 CI 校正阀、隔离阀、控制电子设备和管道。

后面板提供了用于甲烷 (**CH4**) 和一种**其他**反应气的 Swagelok 进样口接头。该软件将它们分别称为**气体 A** 和**气体 B**。如果未使用其他反应气，请盖上**其他**接头，防止空气意外进入分析仪。提供压力为 25 至 30 psi（170 至 205 kPa）的反应气。

隔离阀可防止放空 MSD 时接触的空气或 CI 操作期间的 PFTBA 对流量控制模块造成污染。

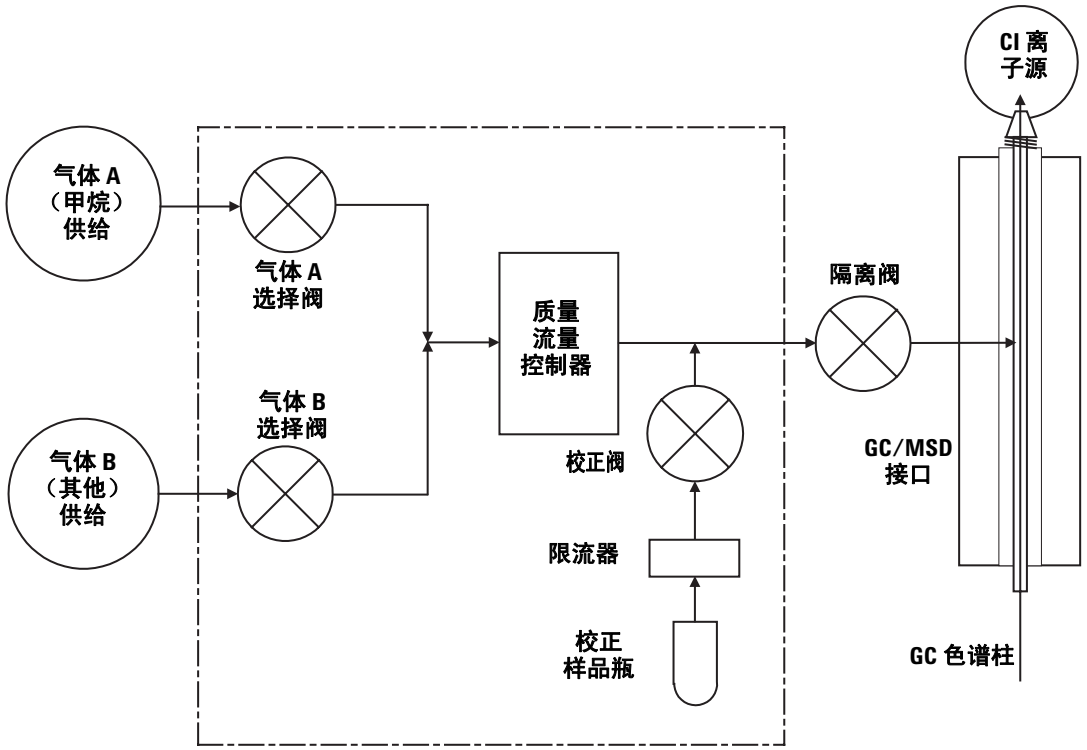


图 22 反应气流量控制模块示意图

表 11 流量控制模块状态表

结果	气体 A 流量	气体 B 流量	用气体 A 吹扫	用气体 B 吹扫	抽空流量控制模块	待机、已放空或 EI 模式
气体 A	开	关	开	关	关	关
气体 B	关	开	关	开	关	关
MFC	开 → 设置值	开 → 设置值	开 → 100%	开 → 100%	开 → 100%	关 (→ 0%)
隔离阀	打开	打开	打开	打开	打开	关闭

设置甲烷反应气流量

反应气流量必须在调谐 CI 系统之前进行调节，以获得最大的稳定性。在阳极化学电离 (PCI) 模式下使用甲烷进行*初始*设置。对于 NCI 没有适用的流量调节过程，因为该模式下不会形成阴极反应气离子。

调节甲烷反应气流量需要三步：设置流量控制，预调谐反应气离子，以及调节流量进而获得稳定的反应气离子比率 （对于甲烷，比率为 *m/z* 28/27）。

在流量调节过程中数据系统会进行提示。

小心 系统从 EI 模式切换到 CI 模式后，或由于任何其他原因放空后，MSD 在调谐前必须至少烘干 2 小时。

过程

1 选择**气体 A**。按照 “调谐向导”中的说明和提示进行操作。

2 对于 PCI/NCI MSD，将流量设置为 20%。

3 检查真空计控制器，确认压力正确。请参阅第 112 页。

4 从 “设置”菜单中选择**甲烷预调谐**。

甲烷预调谐对仪器进行调谐，从而对甲烷反应气离子比率 *m/z* 28/27 进行最佳监测。

5 检查显示的反应气离子轮廓图扫描 （图 23）。

- 确保没有明显的 *m/z* 32 峰。此峰表明存在漏气现象。如果存在这样的峰，请在继续操作前找到并解决漏气问题。漏气时在 CI 模式下操作会迅速污染离子源。
- 确保峰 *m/z* 19 （质子化水）小于峰 *m/z* 17 的 50%。

6 执行 “甲烷流量调节”。

小心

如果在 MSD 漏气或有大量水存在的情况下继续执行 CI 自动调谐，则会导致***严重的***离子源污染。如果发生这种情况，需要***放空 MSD*** 并***清洁离子源***。

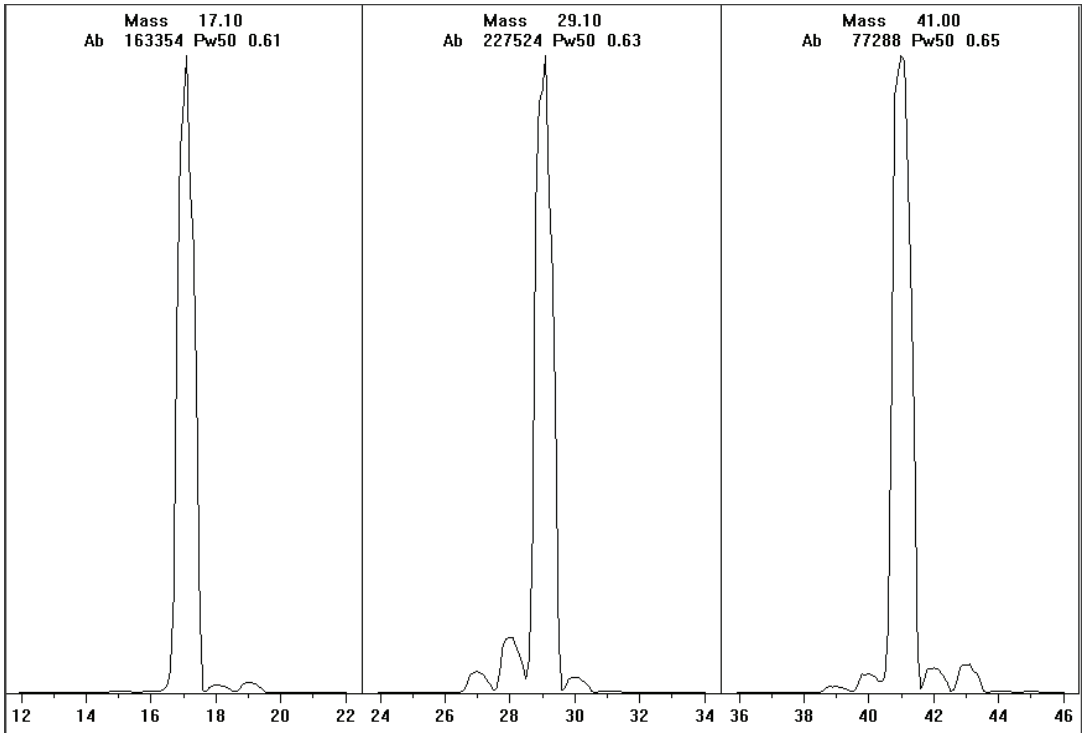


图 23 反应气离子扫描

烘干一天后执行甲烷预调谐

注意低丰度 *m/z* 19，并且不存在任何明显的峰 *m/z* 32。MSD 最初可能显示有较多的水，但是丰度 *m/z* 19 仍然应小于 *m/z* 17 的 50%。

使用其他反应气

本部分介绍使用异丁烷或氨气作为反应气。在尝试使用其他反应气之前，您应该熟悉配备有 CI 的 5975 系列 MSD 的甲烷反应气操作。

小心

切勿将一氧化二氮用作反应气。这会从根本上缩短灯丝的使用寿命。

将反应气从甲烷改为异丁烷或氨气时会改变电离过程的化学性质并产生不同的离子。发生的主要化学电离反应在*附录 A，“化学电离原理”*中作了简要说明。如果没有化学电离的经验，建议您在继续前阅读上述内容。

小心

并非在所有模式下都能对所有反应气执行所有设置操作。有关详细信息，请参见表 12。

表 12 反应气

反应气 / 模式	反应气离子质量	PFDTD 校准离子	流量调节离子：比率 EI/PCI/NCI MSD 性能涡轮分子泵推荐的流量：20% 的 PCI 40% 的 NCI
甲烷 /PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
甲烷 /NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
异丁烷 /PCI	39, 43, 57	N/A	57/43: 5.0 – 30.0
异丁烷 /NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
氨气 /PCI	18, 35, 52	N/A	35/18: 0.1 – 1.0
氨气 /NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* 除甲烷以外的任何反应气都不会形成 PFDTD 离子。请使用甲烷进行调谐并对其他气体使用相同的参数。

† 未形成任何**阴极**反应气离子。要在阴极模式下进行预调谐，请使用背景离子：17 (OH-)、35 (Cl-) 和 235 (ReO3-)。这些离子不能用于反应气流量调节。对于 NCI，将流量设置为 40%，根据需要进行调节以获得应用程序可接受的结果。

异丁烷 CI

希望化学电离谱图中存在较少碎片时，通常使用异丁烷 (C_4H_{10}) 进行化学电离。这是因为异丁烷的质子亲和力高于甲烷，因此在电离反应中转移的能量较少。

加成反应与质子转移是与异丁烷关系最为密切的电离途径。样品本身会影响哪种途径占主导地位。

氨气 CI

希望化学电离谱图中存在较少碎片时，通常使用氨气 (NH_3) 进行化学电离。这是因为氨气的质子亲和力高于甲烷，因此在电离反应中转移的能量较少。

由于许多需要的化合物的质子亲和力不足，因此氨气化学电离谱图通常通过 NH_4^+ 的加成产生，在有些情况下由后续反应中损耗的水产生。氨反应气谱图的主要离子为 *m/z* 18、35 和 52，分别对应于 NH_4^+、$NH_4(NH_3)^+$ 和 $NH_4(NH_3)_2^+$。

要为异丁烷或氨气化学电离调节 MSD，请执行以下过程：

过程

1 在“调谐和真空控制”视图中，使用甲烷和 PFDTD 进行标准的阳极 CI 自动调谐。

2 在“设置”菜单下，单击 **CI 调谐向导**，然后在软件提示时选择**异丁烷**或**氨气**。这会将菜单更改为使用选定的气体并选择相应的默认调谐参数。

3 选择**气体 B**。按照“调谐向导”中的说明和提示进行操作，并将气体流量设置为 20%。

使用现有的调谐文件时，如果不希望覆盖现有值，请确保将该文件以新名称保存。接受默认的温度和其他设置。

4 单击“设置”菜单中的**异丁烷**（或**氨气**）**流量调节**。

PCI 中没有异丁烷或氨气的 CI 自动调谐。

如果希望使用异丁烷或氨气运行 NCI，请调用 **NCICH4.U** 或特定气体的现有 NCI 调谐文件。

注意 确保阅读下面的应用注释：*《在 5973 MSD 上实现氨反应气的化学电离》(5968-7844)*。

小心 氨气的使用会影响 MSD 的维护要求。有关详细信息，请参阅请参阅第 231 页上的 “CI 维护”。

小心

氨气的供给压力必须低于 **5 psig**。较高的压力会导致氨气由气体凝结为液体。

始终保持氨气罐低于流量控制模块并且竖直向上。将氨气供给管线在罐子或瓶子上纵向缠绕数圈这有助于将液态氨导出流量控制模块。

氨气会损坏真空泵流体和密封垫。氨气 CI 需要进行更频繁的真空系统维护。

另请参阅

第 238 页的 “尽量减少氨气对前级泵的损害”。

小心

如果一天运行氨气 5 小时以上，则一天中必须至少压载前级泵 1 小时，以尽量减少对泵密封垫的损坏。使用氨气后必须使用甲烷吹扫 MSD。

5% 氨气和 95% 氦气或 5% 氨气和 95% 甲烷的混合气也经常用作 CI 反应气。这种情况下氨气就足以获得良好的化学电离效果并可以尽量降低其负面影响。

二氧化碳 CI

二氧化碳经常用作 CI 的反应气。二氧化碳还具有可用性和安全性的优点。

从 CI 源切换至 EI 源

过程

1 在“调谐和真空控制”视图中，对 MSD 进行放空。请参阅第 69 页。软件会提示您执行相应的操作。

2 打开分析仪。

3 拆下 CI 接口端密封垫。请参阅第 235 页。

4 拆下 CI 离子源。请参阅第 234 页。

5 安装 EI 离子源。请参阅第 207 页。

6 将 CI 离子源和接口端密封垫放入离子源存放盒中。

7 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

8 调用 EI 调谐文件。

小心 接触分析仪或将放入分析仪箱内部的任何其他部件时务必戴上干净的手套。

小心 释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。打开分析仪箱*之前*请佩戴接地的防静电腕带并采取其他防静电措施。请参阅第 171 页。

CI 自动调谐

调节反应气流量后，应调谐 MSD 的透镜和电子设备 （表 13）。全氟二甲基三氧十二烷 (PFDTD) 用作校准剂。 PFDTD 不是注入整个真空箱，而是通过气体流量控制模块经 GC/MSD 接口直接引入电离箱。

小心

离子源从 EI 切换到 CI 后，或由于任何原因放空后， MSD 在调谐前必须进行吹扫并至少烘干 2 小时。运行需要最佳灵敏度的样品时，建议烘干更长时间。

PCI 自动调谐仅适用于甲烷，因为在阳极模式中其他气体不会产生 PFDTD 离子。在 NCI 中， PFDTD 离子对于任何反应气都是很明显的。无论分析采用何种模式或反应气，都要始终首先使用甲烷进行调谐。

不存在调谐性能标准。如果 CI 自动调谐完成了，便意味着它通过了性能检测。

但是，如果 EMVolts（电子倍增器电压）高于 2600 V，则表明存在问题。如果方法需要将 EMVolts 设置为 +400，则数据采集中可能不具备足够高的灵敏度。

小心

在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。请参阅第 63 页。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

表 13 反应气设置

反应气	甲烷		异丁烷		氨气		EI
离子极性	阳极	阴极	阳极	阴极	阳极	阴极	N/A
放射	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
电子能量	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
灯丝	1	1	1	1	1	1	1 或 2
推斥极	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
离子聚焦	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
入口透镜补偿	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
EMVolts	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200
隔离阀	打开	打开	打开	打开	打开	打开	关闭
气体选择	A	A	B	B	B	B	无
建议流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
离子源温度	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
四极杆温度	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
接口温度	320 °C	280 °C	320 °C	280 °C	320 °C	280 °C	280 °C
自动调谐	有	有	无	有	无	有	有

N/A 不适用

执行 PCI 自动调谐 （仅适用于甲烷）

小心 在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。请参阅第 63 页。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

过程

1 首先确认 MSD 在 EI 模式下运行正确。请参阅第 63 页。

2 调用 **PCICH4.U** 调谐文件 （或当前使用的反应气的现有调谐文件）。

使用现有的调谐文件时，如果不希望覆盖现有值，请确保将该文件以新名称保存。

3 接受默认设置。

4 执行甲烷设置。请参阅第 97 页。

5 在 “调谐”菜单中，单击 **CI 自动调谐**。

小心 避免完全必要以外的过多调谐，这样可以降低 PFDTD 的背景噪音并有助于防止离子源污染。

不存在调谐性能标准。如果自动调谐完成了，便意味着它通过了性能检测（图 24）。但是当调谐将电子倍增器电压 (EMVolts) 设置为 2600 V 或更高时，如果方法将 EMVolts 设置为 “+400”或更高，则无法成功采集数据。

自动调谐报告包含系统中空气和水的相关信息。

19/29 比率表明水量充足。

32/29 比率表明氧气充足。

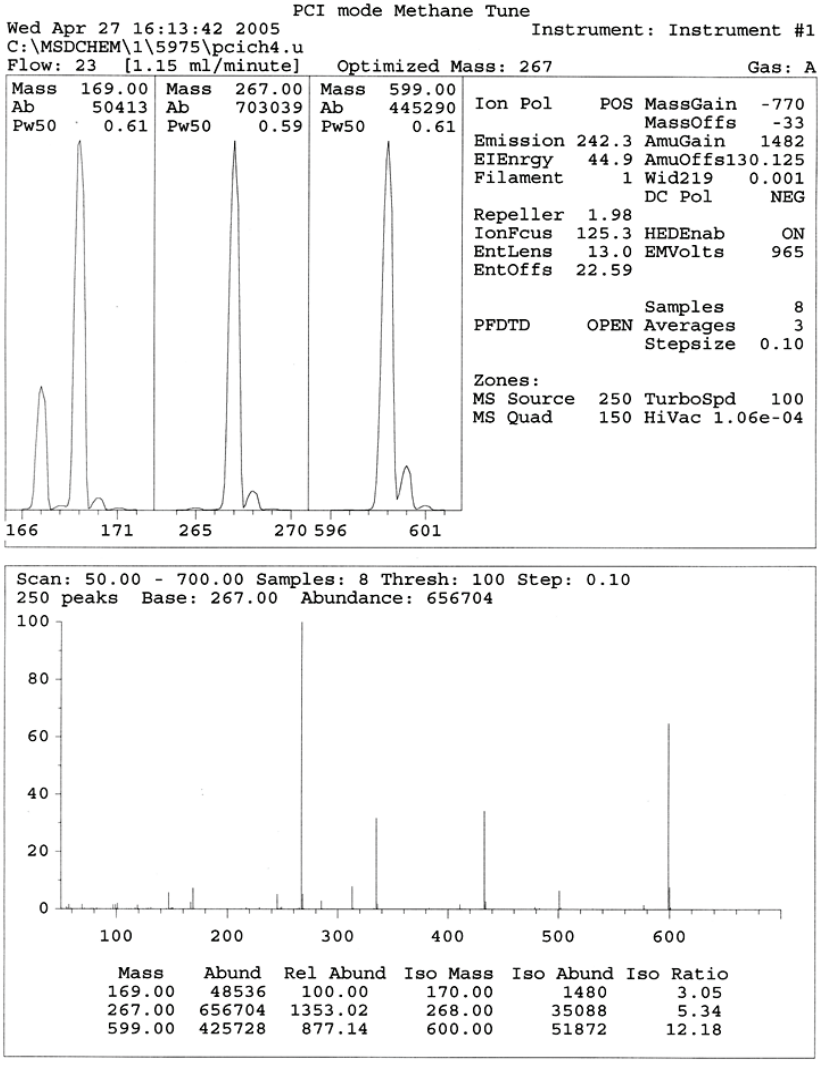

PCI mode Methane Tune
Wed Apr 27 16:13:42 2005
Instrument: Instrument #1
C:\MSDCHEM\1\5975\pcich4.u
Flow: 23 [1.15 ml/minute]
Optimized Mass: 267
Gas: A
Mass 169.00
Ab 50413
Pw50 0.61
Mass 267.00
Ab 703039
Pw50 0.59
Mass 599.00
Ab 445290
Pw50 0.61
Ion Pol POS
Emission 242.3
EIEnrgy 44.9
Filament 1
Repeller 1.98
IonFcus 125.3
EntLens 13.0
EntOffs 22.59
PFDTD OPEN
Zones:
MS Source 250
MS Quad 150
MassGain -770
MassOffs -33
AmuGain 1482
AmuOffs130.125
Wid219 0.001
DC Pol NEG
HEDEnab ON
EMVolts 965
Samples 8
Averages 3
Stepsize 0.10
TurboSpd 100
HiVac 1.06e-04
166
171
265
270
596
601
Scan: 50.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
250 peaks Base: 267.00 Abundance: 656704
100
80
60
40
20
0
100
200
300
400
500
600
Mass Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio
169.00 48536 100.00 170.00 1480 3.05
267.00 656704 1353.02 268.00 35088 5.34
599.00 425728 877.14 600.00 51872 12.18
CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00
28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08
41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

图 24 PCI 自动调谐

执行 NCI 自动调谐 （仅适用于甲烷反应气）

小心 在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。请参阅第 63 页始终首先使用甲烷在 PCI 中设置 CI MSD，即使将要使用其他的反应气或要运行 NCI。

过程

1 在 “调谐和真空控制”视图中，调用 **NCICH4.U** （或当前使用的反应气的现有调谐文件）。

2 在 “设置”菜单中，选择 **CI 调谐向导**，并按照系统提示进行操作。

接受默认的温度和其他设置。

使用现有的调谐文件时，如果不希望覆盖现有值，请确保将该文件以新名称保存。

3 在 “调谐”菜单中，单击 **CI 自动调谐**。

小心 避免完全必要以外的调谐，这样可以降低 PFDTD 的背景噪音并有助于防止离子源污染。

不存在调谐性能标准。如果自动调谐完成了，便意味着它通过了性能检测（图 25）。但是当调谐将电子倍增器电压 (EMVolts) 设置为 2600 V 或更高时，如果方法将 EMVolts 设置为 “+400”或更高，则无法成功采集数据。

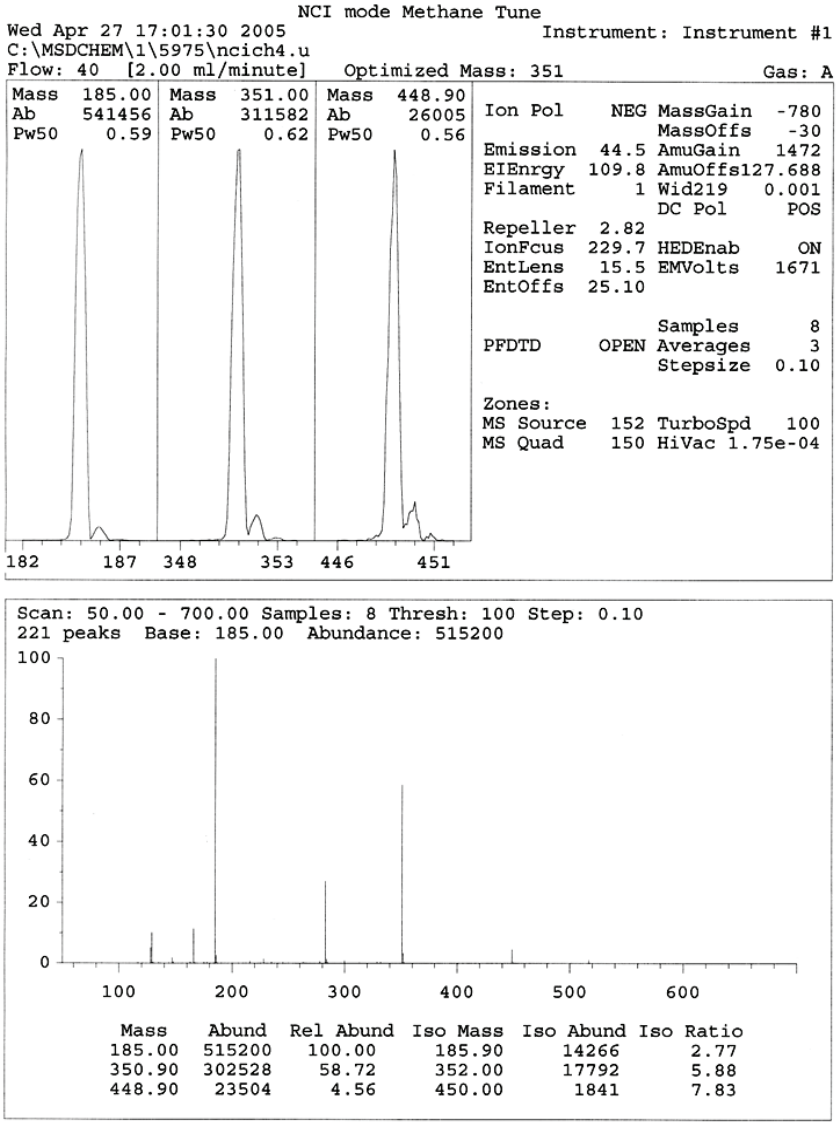

NCI mode Methane Tune
Wed Apr 27 17:01:30 2005
Instrument: Instrument #1
C:\MSDCHEM\1\5975\ncich4.u
Flow: 40 [2.00 ml/minute]
Optimized Mass: 351
Gas: A
Mass 185.00
Ab 541456
Pw50 0.59
Mass 351.00
Ab 311582
Pw50 0.62
Mass 448.90
Ab 26005
Pw50 0.56
Ion Pol NEG
Emission 44.5
EIEnrgy 109.8
Filament 1
Repeller 2.82
IonFcus 229.7
EntLens 15.5
EntOffs 25.10
PFDTD OPEN
Zones:
MS Source 152
MS Quad 150
MassGain -780
MassOffs -30
AmuGain 1472
AmuOffs127.688
Wid219 0.001
DC Pol POS
HEDEnab ON
EMVolts 1671
Samples 8
Averages 3
Stepsize 0.10
TurboSpd 100
HiVac 1.75e-04
182
187
348
353
446
451
Scan: 50.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
221 peaks Base: 185.00 Abundance: 515200
100
80
60
40
20
0
100
200
300
400
500
600
Mass Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio
185.00 515200 100.00 185.90 14266 2.77
350.90 302528 58.72 352.00 17792 5.88
448.90 23504 4.56 450.00 1841 7.83

图 25 NCI 自动调谐

验证 PCI 性能

所需材料

- 二苯甲酮， 100 pg/µL (8500-5440)

小心

在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。请参阅第 63 页。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

过程

1 确认 MSD 在 E1 模式下正常运行。
2 确认调用了 **PCICH4.U** 调谐文件。
3 选择**气体 A** 并将流量设置为 20%。
4 在 “调谐和真空控制”视图中，执行 CI 设置。请参阅第 104 页。
5 运行 CI 自动调谐。请参阅第 104 页。
6 使用 1 µL 100 pg/µL 的二苯甲酮运行 PCI 灵敏度方法 **BENZ_PCI.M**。
7 确认系统与已发布的灵敏度规范相符。

另请参阅

- Agilent 5975 Inert GC/MS 系统数据表 (5989-3012EN)

验证 NCI 性能

此过程*仅*用于 EI/PCI/NCI MSD。

所需材料

- 八氟萘 (OFN)， 1 pg/µL (5188-5348)

小心

在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 MSD 性能。请参阅第 63 页即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

过程

1 确认 MSD 在 EI 模式下运行正确。

2 调用 **NCICH4.U** 调谐文件，并接受温度设定值。

3 选择**气体 A** 并将流量设置为 40%。

4 在 “调谐和真空控制”视图中，运行 “CI 自动调谐”。请参阅第 108 页。

注意，没有用于“通过”CI 自动调谐的标准。如果自动调谐完成了，便意味着它通过了。

5 使用 1 µL 1 pg/µL 的 OFN 运行 NCI 灵敏度方法 OFN_NCI.M。

6 确认系统与已发布的灵敏度规范相符。

另请参阅

Agilent 5975 Inert GC/MS 系统数据表 (5989-3012EN)

监测高真空压力

警告 **使用氢气作为载气时，如果氢气有可能在多管系统中积聚，请勿打开 Micro-Ion 真空计。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读第 23 页的“氢气安全”。**

过程

1 启动 MSD 并对其进行抽气操作。请参阅第 91 页。

2 在 “调谐和真空控制”视图中，从 “真空”菜单中选择**打开 / 关闭真空计**。

3 在 “仪器控制”视图中，可以设置 MS 监视器的读数。也可以在 LCP 上或从 “手动调谐”屏幕中读取真空度。

如果 MSD 中的压力高于大约 8×10^{-3} Torr，真空计控制器就不会打开。真空计控制器是针对氮气校准的，但是本手册中列出的所有压力都是针对氦气校准的。

对运行压力影响最大的是载气（色谱柱）流。表 14 列出了各种氦载气流的典型压力。这些压力是近似值，并且根据不同的仪器会有所不同。

典型压力读数

使用 G3397A Micro-Ion 真空计。注意，质量流量控制器是针对甲烷校准的，而真空计是针对氮气校准的，因此这些测量并不准确，但可用作典型观察读数的指南（表 14）。在以下几组情况下才进行上述操作。注意，这些是典型的 PCI 参数：

源温度	250 °C
四极杆温度	150 °C
接口温度	320 °C
氦载气流量	1 mL/min

表 14 流量和压力读数

	压力 (Torr)	
	甲烷	**氨气**
MFC (%)	EI/PCI/NCI MSD（性能涡轮分子泵）	EI/PCI/NCI MSD（性能涡轮分子泵）
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

请熟悉运行状况下***您的***系统上的测量结果，并观察***变化***，这些变化可能表明存在真空或气流问题。不同 MSD 之间和不同真空计控制器之间的测量偏差可高达 30%。

5
一般故障排除

故障排除提示和技巧 116
一般征兆 117
色谱征兆 119
质谱征兆 124
压力征兆 128
温度故障 131
错误消息 133
漏气 138
污染 139

如何识别 MSD 中的故障征兆和原因。

这是对 5975 系列 MSD 用户最常遇到的问题征兆和可能原因的快速参考。有关 CI 特定问题的帮助信息，请参阅 第 141 页的“CI 故障排除”。为每个征兆都列出了一个或多个可能的原因。通常，第一个列出的原因是最可能的原因***或***最容易检查和修正的原因。

注意

本章不包括对列出的可能原因的修正操作。如果执行不当，某些必要的修正操作可能会比较危险。除非您确认了解正确的步骤及包含的危险，否则请勿尝试执行修正操作。有关详细信息，请参阅联机帮助中的*故障排除*一节和本手册的其他章节。

如果本章和联机帮助中提供的内容不足以帮助您诊断问题，请与您的 Agilent Technologies 客户服务代表联系。

故障排除提示和技巧

准则 1：“查看已更改的内容。”

人员操作引起了许多意外问题。每次系统受到干扰时，都可能会引起一个新问题。

- 如果维修后 MSD 便抽气，可能是漏气或装配错误。
- 如果刚刚更改了载气或氦气净化器，可能会泄漏或污染，或者包含错误的气体。
- 如果刚更换过 GC 色谱柱，则可能漏气或污染，或者渗出色谱柱。

准则 2：“如果复杂方法无效，请重新试试简单方法。”

复杂任务不仅难于执行，而且难于排除故障。如果在检测样本时遇到困难，请检验自动调谐是否成功。

准则 3：“分开排除。”

该技术称为 “对半拆分” 故障排除。如果您能够将问题分离到仅限于系统的某个部分，则定位该问题会更容易。

- 要确定是 GC 还是 MSD 漏气，可以排空 MSD，卸下色谱柱，然后安装接口无孔密封垫圈。如果不再泄漏，则是 GC 漏气。

一般征兆

本节介绍了第一次打开 GC/MSD 系统时可能会观察到的征兆。所有这些征兆都会阻止系统运行。

GC 未打开

打开 GC 开关时，仪器没有反应。 GC 风扇未打开，键盘指示灯不亮。

- 断开 GC 电源线连接
- 电源插座无电压或电压不正确
- GC 中的保险丝有故障
- GC 电源工作不正常

MSD 未打开

打开 MSD 开关时，仪器没有反应。前级泵未启动。高真空泵的冷却风扇未打开。本地控制面板未显示。

- MSD 电源线连接已断开
- 电源插座无电压或电压不正确
- 主保险丝出现故障
- MSD 电子设备工作不正常

前级泵未运行

MSD 通电 （风扇开始运行并且本地控制面板亮起），但是前级泵未运行。

- 大量漏气（通常是分析仪门打开）引起了抽气故障。请参阅第 245 页上的“抽气故障关闭”。您必须关闭并重新打开 MSD 的电源以从该状态中恢复。
- 前级泵电源线已断开
- 前级泵故障
- 检查前级泵上的电源开关

MSD 打开但随后前级泵关闭

如果系统无法正常抽气， MSD 将关闭前级泵和高真空泵。这通常由大量漏气造成：侧板未正确密封或排气阀仍然处于打开状态。该功能有助于防止前级泵从系统吸入空气，因为这会损坏分析仪和泵。

请参阅第 245 页上的 “抽气故障关闭” 。您必须关闭并重新打开 MSD 的电源以从该状态中恢复。

本地控制面板显示 “未找到服务器”

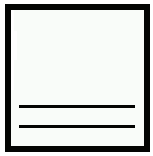
- 断开 MSD 与集线器或集线器与 PC 之间的 LAN 缆线
- PC 关机
- 按住 “否 / 取消”键 5 秒会忽略错误并允许用户查看 “本地控制面板”。

色谱征兆

在数据采集时生成的色谱图中您可能会发现一些征兆。通常，这些征兆不会阻止您运行 GC/MSD 系统。但是，这些征兆表示您获取的数据可能不是能够获取的最佳数据。这些征兆可能由仪器故障引起，但更可能是由色谱技术不当引起。

以下两种征兆：*如果灵敏度降低* 且 *重复性不佳*，也适用于质谱数据。

无峰



如果分析显示无色谱峰，仅有平缓的基线或比较轻微的噪声，请打开一个自动调谐程序。如果 MSD 通过调谐，则问题可能与 GC 有关。如果 MSD 未通过调谐，则问题可能与 MSD 有关。

通过调谐

- 样品浓度有误
- 不存在被分析物
- ALS 中的注射器丢失或未正确安装
- 意外在分流模式而非无分流模式注射
- 空的或几乎空的样品瓶
- GC 进样口变脏
- GC 进样口漏气 *
- GC 进样口色谱柱螺帽松开 *

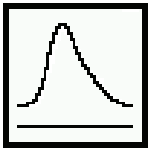
* 这些情况可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

未通过调谐

- 校准样品瓶为空
- 前级泵或分析仪箱压力过大

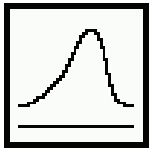
- 离子源污染严重
- 校准阀工作不正常
- 信号线连接不畅
- 灯丝损坏或未正确连接
- 离子源接线连接不畅
- 检测器接线连接不畅
- 电子倍增器喇叭有故障

峰后拖



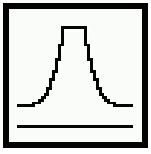
- 样品路径中活动的位置
- 注射过多
- GC 进样口温度有误
- 色谱柱流量不足
- GC/MSD 接口温度过低
- 离子源温度过低

峰前置



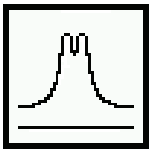
- 色谱柱膜厚度与被分析物浓度不匹配 （色谱柱过载）
- 柱箱初始温度过低
- 样品路径中活动的位置
- 注射过多
- GC 进样口压力过高
- 色谱柱流量不足

平峰顶



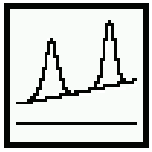
- 溶剂延迟不足
- 显示屏上的比例有误
- 注射过多
- 电子倍增器电压过高

分峰顶



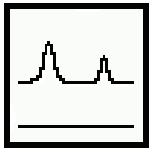
- 注射技术不佳
- 注射过多

基线升高



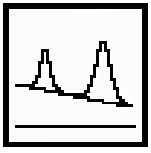
- 色谱柱渗漏
- 其他污染

基线较高



- 色谱柱渗漏
- 其他污染
- 电子倍增器电压过高

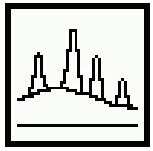
基线降低



基线降低表明污染正在减轻。等待基线达到可接受的水平。常见原因包括：

- 上次排放后残留的水汽和水
- 色谱柱渗漏
- 隔垫渗漏
- 无分流注射时间过长（进样口未正确渗干，导致色谱柱上残留有溶剂并减缓了溶剂分解）

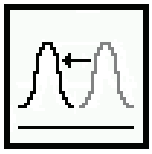
基线上下浮动



- 载气供给压力不足 *
- 流量或压力调节阀故障 *
- GC 进样口间歇性漏气 *

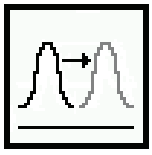
* 这些情况可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

所有峰偏移的保留时间更短



- 色谱柱被缩短
- 柱箱初始温度增高
- 色谱柱变旧

所有峰偏移的保留时间更长



- 色谱柱流量已降低
- 柱箱初始温度降低
- 样品路径中活动的位置
- GC 进样口漏气 *

* 这可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

灵敏度不佳

- 调谐有误
- 调节与分析类型不匹配的文件
- 推斥极电压过低
- 温度有误（柱箱、GC/MSD 接口、离子源或质量过滤器）
- 样品浓度有误
- GC 进样口漏气 *
- GC 进样口变脏
- 分流比率有误
- 无分流模式下的吹扫时间太短
- MSD 中压力过大
- 离子源变脏
- 漏气
- 灯丝运行情况不良
- 检测器（HED 电子倍增器）工作不正常
- 质量过滤器极性有误

* 这可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

重复性不佳

- 注射器针头变脏
- GC 进样口变脏
- GC 进样口漏气 *
- 注射过多
- 色谱柱连接松开
- 压力、色谱柱流量和温度的变化
- 离子源变脏
- 分析仪中的连接松开
- 接地回形圈

* 这可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

质谱征兆

本节介绍您可能在质谱中看到的征兆。有些征兆会出现在样品质谱中。其他征兆仅能在调谐报告中看到。有些征兆可以由操作员修正。但是，其他征兆需要 Agilent Technologies 客户服务代表服务。

色谱征兆下列出了两种征兆：*如果灵敏度不佳*并且*如果重复性不佳*，也应用到质谱。

无峰

- 离子源缆线未连接
- 检测器的连接情况不佳
- HED 电源输出缆线出现故障
- 其他电子设备故障

同位素缺失或同位素有误

- 峰太宽或太窄
- 扫描速度太高 （扫描模式）
- 静置时间太短 （SIM 模式）
- 电子倍增器电压过高
- 推斥极电压过高
- 背景较高
- 离子源变脏

背景较高

- 分析仪箱内压力过高
- 漏气
- 污染

在 *m/z* 18、 28、 32 和 44 或位于 *m/z* 14 和 16 处的丰度较高

- 系统刚经过放空 （留有空气和水份）
- 漏气。在 *m/z* 14 和 16 处的大量漏气是特大漏气的征兆。

质量分配有误

质量峰顶部的微小形状变化可能引起质量分配的 0.1 *m/z* 移动。大于 0.2 *m/z* 的移动表示可能的故障。

- MSD 没有足够的时间达到热平衡
- 实验室温度变化较大
- MSD 最近或在其运行温度上未被调谐
- 调谐文件有误 （参数不当）

前体峰

调谐报告列出了调谐质量前体的大小。小的前体不常见。如果前体对于您的应用程序来说大的无法接受，则可能是由于以下原因之一：

- 推斥极电压过高
- 峰太宽
- 四级杆质量过滤器的直流电极有误
- 四级杆质量过滤器变脏

峰宽不一致

- MSD 没有足够的时间达到热平衡
- 实验室温度变化较大
- 调谐有误
- 校准样品瓶为空或几乎为清空
- 校准阀工作不正常
- 离子源变脏
- 电子倍增器接近使用寿命
- 接地回形圈问题

m/z 502 的相对丰度小于 3%

自动调谐应给定一个大于 3% 的 *m/z* 502 相对丰度。但是，*m/z* 502 的相对丰度可能由于色谱柱流量、离子源温度和其他变化因素而大为不同。只要相对丰度超过 3%，相对丰度的稳定性就要比绝对值重要的多了。如果观察到一组固定运行参数的 *m/z* 502 的相对丰度变化显著，则可能存在问题。MSD ChemStation 软件中的图表对于识别变化非常有用。从“仪器控制”视图的“检测”菜单中选择**查看调谐**。

m/z 502 较低的***相对***丰度不应与较高质量处的较低***绝对***丰度混淆。即使 *m/z* 502 的相对丰度接近 3%，较高质量处的敏感度也很灵敏。如果您的 MSD 在较高质量处生成较低的绝对丰度，请参阅征兆 *高质量灵敏度不佳*。

并非自动调谐而是调谐程序具有不同的相对丰度目标。DFTPP 和 BFB 目标调谐程序对 5975 系列 MSD 进行调谐以达到 *m/z* 502/69 的 0.8% 比率。

- 调谐程序 / 调谐文件具有不同的相对丰度目标 （3% 仅应用到自动调谐）
- 可供 MSD 加热和抽气的时间不足
- 分析仪箱压力过高
- 离子源温度过高
- 色谱柱 （载气）流量过高
- 灯丝运行情况不良
- 离子源变脏
- 漏气
- 四级杆质量过滤器的直流电极有误

谱图与通过其他 MSD 获得的谱图看起来不同

离子比率与以前型号 MSD 中的离子比率不同。这是由于 HED 检测器的缘故，是正常的。要获得与以前 MSD 类似的谱图，请使用 “手动调谐”视图中的**标准谱图调谐**。注意，该调谐需要比**自动调谐**花费更多的时间方可完成。

高质量灵敏度不佳

这是指此种情况，其中质量范围最高点的***绝对***丰度不佳。绝对丰度不应与 *m/z* 502 比 *m/z* 69 的***相对***丰度（百分比）混淆。高质量处的灵敏度即使在 *m/z* 502 的相对丰度较低的情况下也很灵敏。

- 调谐程序有误
- 调谐文件有误
- 推斥极电压过低
- 可供 MSD 加热和抽气的时间不足
- 分析仪箱压力过高
- 色谱柱（载气）流量过高
- 灯丝运行情况不良
- 离子源变脏
- 漏气
- 四级杆质量过滤器的直流电极有误

压力征兆

本节介绍不常见的压力读数及其可能的原因。本节中的征兆基于典型的压力。在典型色谱柱流量（0.1 至 2.0 mL/min）前级压力大约为 20 至 100 mTorr。分析仪箱压力大约 1×10^{-6} 至 1.4×10^{-4} Torr。这些压力可因仪器的不同而异，因此熟悉这些在给定载气流量下对仪器很典型的压力就显得十分重要。

涡轮泵是根据它们的转速来控制的且不具备前级压力规。分析仪箱压力仅当系统装备了可选规控制器后方可测量。

前级压力过高

如果观察给定色谱柱流量的压力已超时增加，请检查以下各项：

- 色谱柱（载气）流量过高
- 漏气（通常是因为侧板未推入或放空阀打开）
- 前级泵油位较低或油被污染
- 前级软管受到挤压
- 前级泵工作不正常

分析仪箱压力过高（EI 操作）

如果观察到的压力高于 1.0×10^{-4} Torr，或观察到的给定色谱柱流量的压力已持续增加，请检查以下各项：

- 色谱柱（载气）流量过高
- 漏气
- 前级泵工作不正常（请参阅*前级压力过高*）
- 涡轮泵工作不正常

前级压力过低

如果观察到的压力低于 20 mTorr，请检查以下几项：

- 色谱柱 （载气）流量过低
- 色谱柱被堵塞或被拧得过紧的螺帽压碎
- 载气供给为空或不足 *
- 弯曲或压紧载气管 *
- 前级规工作不正常

* 这些情况可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

分析仪箱压力过低

如果观察到的压力低于 1×10^{-6} Torr，请检查以下几项：

- 色谱柱 （载气）流量过低
- 色谱柱被堵塞或被拧得过紧的螺帽压碎
- 载气供给为空或不足 *
- 弯曲或压紧载气管 *

* 这些情况可能会导致 GC 出现故障，由此妨碍 GC 运行。

规控制器显示 9.9+9 然后屏幕空白

这表示分析仪箱内的压力高于 8×10^{-3} Torr。

- 溶剂从色谱柱注射中泄漏出来
- MSD 没有足够时间抽气
- 前级压力过大
- 真空规出现故障
- 线路电压过低
- 涡轮泵工作不正常

规控制器上的电源指示灯不亮

- 拔下规控制器电源线
- 线路电压不正常或不足 （电源电压为 24 V）
- 规控制器保险丝故障

温度故障

MSD 具有三个加热区：

- 离子源 （MSD ChemStation 软件中的**源**）
- 质量过滤器 （MSD ChemStation 软件中的**四级杆**）
- GC/MSD 接口 （MSD ChemStation 软件中的 **Thermal Aux #2**）

每个加热区都有一个加热器和温度传感器。离子源和质量过滤器均由 MSD 供电和控制。 GC/MSD 接口由 GC 供电和控制。

离子源未加热

- 高真空泵关闭或未达到正常操作条件 *
- 温度设置值有误
- 离子源没有足够的时间达到温度设置值
- 离子源加热器筒未连接 *
- 离子源温度传感器未连接 *
- 离子源加热器故障 （烧坏或接地短路） *
- 离子源温度传感器故障 *
- 离子源电源线未连接到侧板 *
- MSD 电子设备工作不正常

* 这将引起错误消息。

质量过滤器 （四级杆）加热器未加热

- 高真空泵关闭或未达到正常操作条件 *
- 温度设置值有误
- 质量过滤器没有足够的时间达到温度设置值
- 质量过滤器加热器筒未连接 *
- 质量过滤器温度传感器未连接 *
- 质量过滤器加热器故障 （烧坏或接地短路） *
- 质量过滤器温度传感器故障 *
- 离子源电源线未连接到侧板 *

- MSD 电子设备工作不正常

* 这将引起错误消息。

GC/MSD 接口未加热

- 设定值有误
- 在错误的加热区输入设置值
- GC/MSD 接口没有足够的时间达到温度设置值
- GC 关闭
- GC 出现故障需要重新设置 *
- GC/MSD 接口加热器 / 传感器线缆未连接 *
- GC/MSD 加热器故障 （烧坏） *
- GC/MSD 传感器故障 *
- GC 电子设备工作不正常 *

* 这将引起 GC 错误消息。 GC 错误消息在 GC 附带的文档中有介绍。

错误消息

有时 MSD 中的问题会导致 MSD ChemStation 软件中显示一条错误消息。有些错误消息仅在调谐时才显示出来。其他消息可能在调谐时或获取数据时显示出来。

有些错误消息是 “闭锁的”。这些消息在数据系统中保持活动状态，即使引发该消息的条件已有所更改也是如此。如果清除了该原因，可通过数据系统检查仪器状态来删除这些消息。

质量过滤器电子设备中的问题

- 分析仪箱内压力过高
- RFPA 未调整正确
- 质量过滤器 （四级杆）触点短路或工作不正常
- 质量过滤器工作不正常
- MSD 电子设备工作不正常

电子倍增器电源的问题

- 打开分析仪时大量泄漏 （如溶剂泄漏）洗提
- 分析仪箱内压力过高
- MSD 电子设备工作不正常

风扇的问题

如果冷却风扇出现故障，则真空控制电子设备会自动关闭高真空泵、离子源和质量过滤器加热器。然而，也可能出现消息：*系统处于放空状态*。重要的是注意到即使高真空泵关闭，分析仪箱实际上可能并未放空。有关应采取的预防措施，请参阅本节的*系统处于放空状态*。

- 其中一个风扇未连接。
- 其中一个风扇出现故障
- MSD 电子设备工作不正常

HED 电源的问题

仅当电源输出无法达到其目标 (HED) 时才会出现该错误：

- 打开分析仪时大量泄漏 （如溶剂泄漏）洗提
- 分析仪箱内压力过高
- 检测器目前工作不正常
- MSD 电子设备工作不正常

高真空泵的问题

如果 MSD 具有涡轮泵，这表示该泵在 7 分钟内无法达到最高速度的 50% 或发生故障。

您必须关闭 MSD，然后重新打开以删除该错误消息。请确保在关闭 MSD 前已降低了涡轮泵的速度。如果未修正以下问题，该消息还会重新出现。

- 大量真空漏气会妨碍涡轮泵达到最高速度的 50%。
- 前级泵工作不正常
- 涡轮泵工作不正常
- 涡轮泵控制器工作不正常
- MSD 电子设备工作不正常

高前级压力

- 载气流量过高 （通常为 >5 mL/min）
- 注射的溶剂量过多
- 大量真空漏气
- 前级泵油快速下降
- 前级软管破损或扭曲
- 前级泵工作不正常

内部 MS 通信故障

- MSD 电子设备工作不正常

透镜部件故障

- 分析仪电子设备短路
- MSD 电子设备工作不正常

日志放大器 ADC 误差

- MSD 电子设备工作不正常

未发现峰

- 发射电流设定为 0
- 电子倍增器电压过低
- Amu 增益或偏移过高
- 质量轴校准不佳
- Amu 增益或偏移过高
- 校准样品瓶为空或几乎为清空
- 分析仪箱内压力过高
- 漏气
- 电子倍增器电压过低
- 未连接信号线缆
- 与检测器相连的电子设备连接不正确
- HED 电源输出线故障
- 与离子源相连的电子设备连接不正确
- 灯丝与源体接触短路

温度控制无效

- 其中一个加热器保险丝出现故障
- MSD 电子设备工作不正常

温度控制故障

这表示离子源或质量过滤器 （四级杆）加热器的温度控制中某个部分出现故障。通过选择“调谐和真空控制”视图中的**状态 /MS 温控状态**可进一步将该原因分离出来。以下各项中的一种将显示为原因：

- 源温度传感器打开
- 源温度传感器短路
- 质量过滤器 （四级杆）温度传感器打开
- 质量过滤器 （四级杆）温度传感器短路
- 加热器无电压 （加热器保险丝可能出现故障）
- 加热器电压过低
- 温度区已超时 （加热器故障、加热器连线不畅或遗失温度传感器）
- 温度控制电子设备的问题
- 源加热器打开
- 源加热器短路
- 质量过滤器加热器打开
- 质量过滤器加热器短路

高真空泵尚未就绪

- 涡轮泵已打开，但没有足够时间 （5 分钟）达到其正常运行速度的 80%
- 涡轮泵工作不正常
- MSD 电子设备工作不正常

系统处于待机状态

该消息通过远程启动缆线上的关机信号而触发。通常由 GC 故障、 ALS 故障或缆线连接不畅引起。修正故障原因后，选中 **MS ON** 或选中 MSD 状态会删除该消息。

系统处于放空状态

消息表示系统正在放空，但是如果故障刚刚发生则系统可能仍处于真空状态，且涡轮泵可能处于高速运行中。看到该消息后在实际对 MSD 进行放空之前请等待至少 30 分钟。

小心

显示该消息后对 MSD 进行放空的间隔时间过短可能会损坏涡轮泵。

- 请在使用时对系统进行放空 （没有问题）
- 风扇故障关闭了高真空泵 （对 MSD 进行重复开关以消除该故障）
- 高真空泵的保险丝出现故障
- MSD 电子设备工作不正常

不存在发射电流

- 灯丝连接不正确。换其他灯丝重试
- 灯丝有故障。换其他灯丝重试
- MSD 电子设备工作不正常

没有足够的信号开始调谐

- 损坏的调谐文件
- 质量轴校准不佳
- Amu 增益或偏移过高
- 校准样品瓶为空或几乎为清空
- 分析仪箱内压力过高
- 漏气
- 电子倍增器电压过低
- 未连接信号线缆
- 与检测器相连的电子设备连接不正确
- 与离子源相连的电子设备连接不正确
- 灯丝与源体接触短路

漏气

漏气对于需要真空条件进行操作的任何仪器来说都是一个问题。漏气通常由破损或未正确扣接的真空密封而引起。漏气征兆包括：

- 高于正常的分析仪箱压力或前级压力
- 高于正常背景
- 空气的峰特征 （*m/z* 18、 28、 32 和 44 或 *m/z* 14 和 16）
- 灵敏度不佳
- *m/z* 502 的相对丰度较低 （这因使用的调谐程序而异）

GC 或 MSD 都可能出现漏气的情况。最有可能漏气的地方是最近打开的密封。

在 GC 中，大多数漏气发生在：

- GC 进样口隔垫
- GC 进样口色谱柱螺帽
- 破损或开裂的毛细管色谱柱

MSD 中可能漏气的位置更多：

- GC/MSD 接口色谱柱螺帽
- 侧板 O 形环 （始终围绕）
- 放空阀 O 形环
- 校准阀
- GC/MSD 接口 O 形环 （在此处接口连接到分析仪箱）
- 前后端板 O 形环
- 涡轮泵 O 形环

污染

在质谱中通常由过高的背景标识污染。可来自 GC 或 MSD。有时该污染源可通过标识污染来确定。有些污染可能来自 GC。其他污染可能来自 MSD。

GC 中产生的污染通常来自以下原因：

- 色谱柱或隔垫渗漏
- GC 进样口变脏
- GC 进样口衬垫
- 污染的注射器
- 载气质量不佳
- 载气管变脏
- 指纹 （处理干净部件的方式不对）

MSD 中产生的污染通常来自以下源头：

- 漏气
- 清洁的溶剂和材料
- 前级泵油
- 指纹 （处理干净部件的方式不对）

表 15 列出了一些更常见的污染、这些污染的离子特征以及可能的污染源。

表 15 常见污染

离子 (*m/z*)	化合物	可能的原因
18、 28、 32、 44 或 14、 16	H_20、N_2、O_2、CO_2 或 N、O	残留空气和水份、漏气、从 Vespel 密封垫圈除气
31, 51, 69, 100, 119, 131,169, 181, 214, 219, 264, 376, 414, 426, 464, 502, 576, 614	PFTBA 和相关离子	PFTBA （调谐化合物）

表 15 常见污染 （续）

离子 (*m/z*)	化合物	可能的原因
31	甲醇	清洁溶剂
43, 58	丙酮	清洁溶剂
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	三氯乙烯	清洁溶剂
69	前级泵油或 PFTBA	前级泵油蒸汽或校准阀泄漏
73, 147, 207, 221, 281, 295, 355, 429	二甲聚硅氧烷	隔垫渗漏或甲基硅酮色谱柱渗漏
77, 94, 115, 141, 168, 170, 262, 354, 446	扩散泵液及相关离子	扩散泵液
149	增塑剂 （邻苯二甲酸盐）	真空密封 （O 形环）被高温、乙烯树脂手套损坏
峰彼此间隔 14 *m/z*	碳氢化合物	指纹，前级泵油

6
CI 故障排除

常见的 CI 特定问题 142
故障排除提示和技巧 143
漏气 144
与压力相关的征兆 148
与信号相关的征兆 152
与调谐相关的征兆 161

本章概述了装有化学电离 (CI) 源的 5975 系列 MSD 的故障排除。上一章的多数故障排除信息也适用于 CI MSD。

常见的 CI 特定问题

CI 的必要部件增加了复杂性，因此也增加了许多潜在的问题。目前 CI 的最多和最严重的问题都与反应气引入系统中的泄漏和污染有关。 NCI 对存在空气非常敏感， PCI 中小的不会引起问题的漏气都可能破坏 NCI 的敏感度。

由于具有 EI，如果 MSD 调谐良好且不存在漏气现象，则首先维护 GC 进样口便可解决样品敏感性问题。

- 反应气有误
- 反应气未接通或接通至错误的反应气进样口端口
- 调谐文件中输入的离子有误
- 选择的调谐文件有误
- 放空后烘干的时间不足 （背景过高）
- 色谱柱位置有误 （超出接口端 >2 mm。）
- 接口端密封未安装
- EI 源已安装在 CI 模式中
- EI 灯丝或其他 EI 源部件都在 CI 离子源中
- 反应气流路径漏气
- CI 灯丝已拉紧和下垂：
  - 高 EMV
  - 线性 （无变形点）电能 （EIEnrgy）递增

故障排除提示和技巧

准则 1：“查看已更改的内容。”

人员操作引起了许多意外问题。每次系统受到干扰时，都可能会引起一个新问题。

- 如果维修后 MSD 便抽气，可能是漏气或装配错误。
- 如果刚刚更改了反应气瓶或气体净化器，可能会泄漏或污染，或者包含错误的气体。
- 如果刚更换过 GC 色谱柱，则可能漏气或污染，或者渗出色谱柱。
- 如果刚刚转换了离子浓度或反应气，假设将调谐文件加载到内存中。该文件是适合操作模式的文件吗？

准则 2：“如果复杂方法无效，请重新试试简单方法。”

复杂任务不仅难于执行，而且难于排除故障。例如， CI 需要比 EI 更多的部件才能正常工作。

- 如果 NCI 出现问题，请验证 PCI 是否仍在工作。
- 如果其他反应气出现问题，请验证甲烷是否仍在工作。
- 如果 CI 出现问题，请验证 EI 是否仍在工作。

准则 3：“分开排除。”

该技术称为 “对半拆分”故障排除。如果您能够将问题分离到仅限于系统的某个部分，则定位该问题会更容易。

- 要分离漏气，请选择**关闭阀**。如果 *m/z* 32 的丰度降低，则该问题将不会出现在流量控制模块中。

漏气

如何得知漏气？



*大量*漏气可通过真空征兆检测到：前级泵发出很大的运转噪声、涡轮泵无法达到最高速的 95%，或者如果少量漏气、高真空规控制器具有高压读数。

请注意，为甲烷进行校准质量流量控制器，为氮气校准高真空规控制器，因此这些测量在绝对条件下并不准确，但可用作典型观察读数的指南（表 16）。在以下几组情况下才进行上述操作：

源温度	250 °C
四极杆温度	150 °C
接口温度	320 °C
氦气色谱柱流量	1 mL/min

表 16 流量和压力

	压力 (Torr)	
MFC (%)	**甲烷**	**氦气**
	性能涡轮泵	性能涡轮泵
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

熟悉在运行条件下在*您的*系统上进行测量。观察可能表示真空或气流问题的*更改*。

设置甲烷气流时***始终***注意小的漏气现象。运行***甲烷***预调谐，使用较好的 PCI 调谐文件启动（图 26）。为获得可接受的 PCI 性能，*m/z* 19（质子化水）的丰度应低于 *m/z* 17 的丰度的 50%。对 NCI 来说，*m/z* 19（质子化水）的丰度应低于 *m/z* 17 的丰度的 25%。如果 MSD 刚刚抽气完毕，将注意到 *m/z* 19 的丰度正在降低。

在 *m/z* 32 处应不存在任何可见的峰 （O_2）。这通常表示漏气。

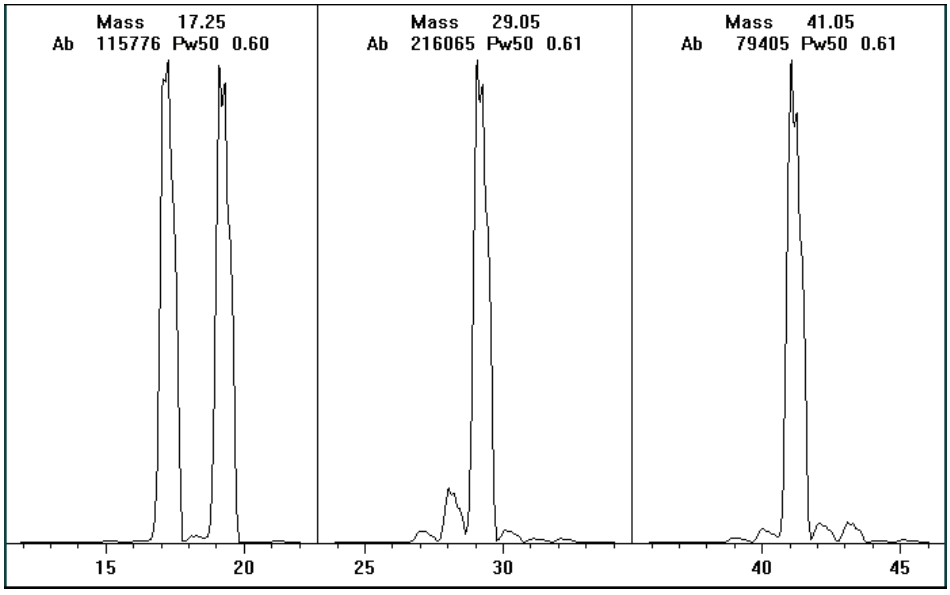


图 26 查看漏气

NCI 特别注意事项

由于 NCI 非常敏感，在 EI 或 PCI 中无法检测的漏气都可能导致 NCI 出现敏感性问题。要在 NCI 中检查此类漏气现象，请注入 OFN。基本峰应位于 *m/z* 272。如果 *m/z* 238 的丰度大大高于 *m/z* 272 的丰度，则表示有漏气现象。

如何发现漏气？

1 请参阅 图 27 和 表 17。

2 查找上一次操作的密封。
   - 如果刚刚对 MSD 抽气完毕，请按下侧板以检查密封是否正确。分析仪和 GC/MSD 接口密封之间未对齐可能会妨碍侧板密封。
   - 如果刚刚更换了反应气瓶或气体净化器，请检查刚刚打开的接头并重新拧紧。
3 检查 GC 进样口和进样口色谱柱螺帽处的密封紧固程度。剧烈热循环后毛细管色谱柱的密封垫圈经常会松动。不要将接口螺帽拧得过紧。
4 如果流量控制模块*内*的任意接头（VCR 接头）松动并重新拧紧，则必须更换垫圈。这些垫圈最好只用一次。

小心

请勿松开任何 VCR 接头上的螺帽，除非要更换垫圈。否则，将产生漏气现象。

5 请记住，CI 模式下大多数可见的少量漏气都出现在载气或反应气流路径中。分析仪箱漏气在 CI 中不一定能看到，因为电离箱内存在高压。
6 将系统对半拆分。
   - 通过关闭气体选择阀开头部分的阀门（先关**气体 A**，再关**气体 B**），然后关闭隔离阀（**关闭阀**。）请参阅 图 27 和 表 17。
   - 可以对 MSD 进行冷却和放空，卸下 GC 色谱柱并取下接口盖。

注意，如果习惯使用氩或其他外来气体查找漏气，则对于反应气流系统来说效果不佳。如果漏气部位在进样口与流量控制模块之间，则峰到达离子源的时间需要 15 分钟。

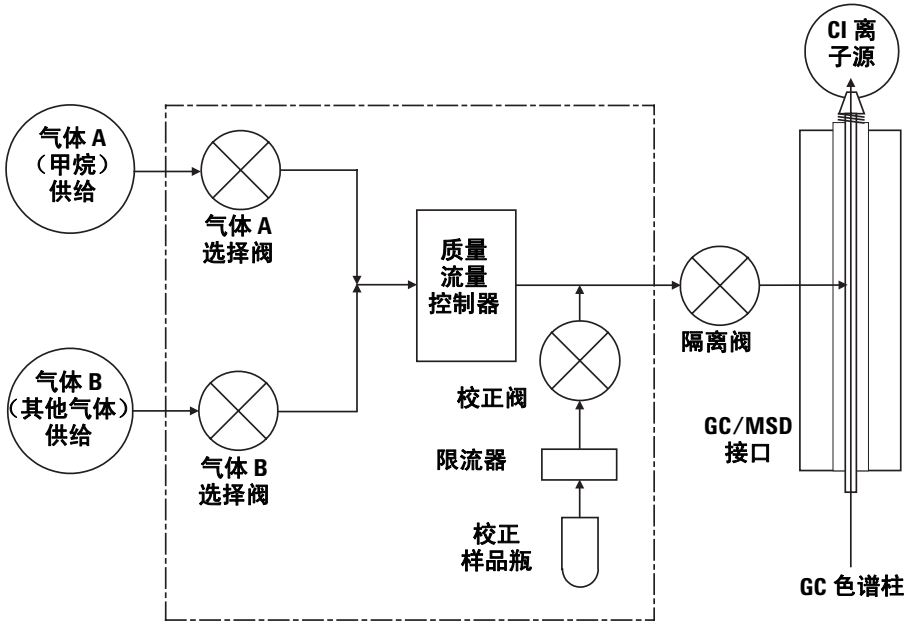


图 27 CI 流量控制模块示意图

表 17 流量控制模块阀状态表

结果	气体 A 流量	气体 B 流量	用气体 A 吹扫	用气体 B 吹扫	抽空流量控制模块	待机、放空或 EI 模式
气体 A	开	关闭	开	关闭	关闭	关闭
气体 B	关闭	开	关闭	开	关闭	关闭
MFC	开 → 设置值	开 → 设置值	开 → 100%	开 → 100%	开 → 100%	关 (→0%)
隔离阀	打开	打开	打开	打开	打开	关闭

与压力相关的征兆

以下征兆均与高真空压力有关。每个征兆都将在以下内容中详细介绍。

为甲烷校准质量流量控制器，为氨气校准高真空规控制器，因此这些测量在绝对条件（表 18）下并不准确，但可用作典型观察读数的指南。在以下几组情况下才进行上述操作：

源温度	250 °C
四极杆温度	150 °C
接口温度	320 °C
氦载气流量	1 mL/min.

表 18 压力测量

	压力 (Torr)	
MFC (%)	**甲烷**	**氨气**
	性能涡轮泵	性能涡轮泵
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

没有反应气流时真空不理想

背景中水份过多

扫描从 10 到 40 *m/z*。*m/z* 19 (>*m/z* 17) 处的较大峰表示背景中的水份。如果存在水份，请烘干仪器并在管线中充入反应气以清除任何积水。

漏气

运行甲烷预调谐。请参阅第 104 页。*m/z* 32 处可见的峰表示系统中有空气。检查并修正任何漏气。请参见本章开始部分的*漏气*一节。

前级泵工作不正常

更换泵油。如果不起作用，可能需要更换泵。请联系当地的 Agilent Technologies 客户服务工程师。

涡轮泵工作不正常

检查泵的转速。至少应为 95%。请联系当地的 Agilent Technologies 客户服务代表。

小心

使用氨气作为反应气可能缩短前级泵油的使用寿命并可能波及前级泵自身。请参阅第 238 页的 “尽量减少氨气对前级泵的损害”。

高压反应气流

反应气流量过高

在流量控制器上，在适合的时候降低反应气流的流量。检查反应气离子比是否正确。

漏气

运行甲烷预调谐。请参阅第 104 页。*m/z* 32 处的可见峰表示系统中有空气。检查并修正任何漏气。请参见本章开始部分的*漏气*一节。

接口端密封未安装

检查源存储箱。如果密封不在箱内，请对 MSD 放空并检查密封安装是否正确。

反应气流量改变时压力不变

反应气调节阀关闭。

请进行检查，并且在必要时打开反应气调节阀。

反应气调节阀设置到错误的压力。

将反应气调节阀设置为 10 psi (70 kPa) 用于甲烷，或设置为 3 至 10 psi （20 至 70 kPa）用于异丁烷或氨气。

反应气瓶上的阀门已关闭。

请进行检查，并且在必要时打开反应气瓶上的调节阀。

反应气罐为空。

请进行检查，并且在必要时更换反应气罐。

反应气管线扭曲、弯曲、压紧或断开。

检查反应气管线并修复所有损坏之处。进行检查，特别要确保反应气管线连接道流量控制模块的后部。请确保甲烷管线连接到气体 A 进样口。

GC/MSD 接口阻塞或损坏

检查流量并根据提示修复或更换组件。

与信号相关的征兆

本节介绍了与信号相关的征兆。也许征兆为信号过多，信号过少，信号嘈杂或信号有误。信号相关的征兆通常在调谐时能够观察到，但在数据采集时也能观察到。

自动调谐时由于信号不足产生的错误消息可能会有所不同。

本节详细介绍了以下征兆：

- 无峰。请参阅第 153 页。
- 反应气信号不存在或较低。请参阅第 155 页。
- PFDTD 信号不存在或较低。请参阅第 157 页。
- 信号过多。请参阅第 158 页。
- 低信噪比。请参阅第 158 页。
- *m/z* 19 处的较大峰。请参见第 159 页。
- *m/z* 32 处的峰。请参见第 160 页。

无峰

当排除 “无峰”故障时，务必指定所使用的模式及不会看到哪些期望的峰。始终由甲烷 PCI 开始并验证是否存在反应气离子。

PCI 中没有泄漏反应气

如果 MSD 工作良好且好像没有变化

- 加载的调谐文件有误，或调谐文件损坏
- 离子极性有误 （NCI 中没有可见的反应气离子）
- 没有反应气流，查找背景离子并检查压力
- 为调谐文件选择的反应气有误 （查找错误的离子）
- 大量漏气
- 离子源变脏
- 真空不理想 （泵问题）。请参阅第 148 页。

如果 MSD 最近从 EI 切换到 CI

- 接口端密封未安装
- 无反应气流
- 分析仪未密封 （大量漏气）
- 加载的调谐文件有误或调谐文件损坏
- 未装配或正确连接离子源
- 为调谐文件选择的反应气有误 （查找错误的离子）

PCI 中无 PFDTD 峰

- 反应气有误。*不*存在由异丁烷或氨气生成的 PCI PFDTD 峰。切换至甲烷。
- 分析仪未密封 （大量漏气）
- 样品瓶未校准
- 校准阀受损
- 载气路径或反应气路径漏气

NCI 中没有泄漏反应气

- 反应气在 NCI 中未电离，请查找用于替代的背景离子。
- 验证调谐参数
- 如果未见到背景离子，请返回甲烷 PCI

NCI 中没有 PFDTD 较准剂峰

- 查看背景离子：17 (OH^-)、 35 (Cl^-) 和 235 ($ReO3^-$)。
- 验证调谐参数
- 返回甲烷 PCI

NCI 中无样品峰

- 查看背景离子：17 (OH^-)、 35 (Cl^-) 和 235 ($ReO3^-$)。
- 返回甲烷 PCI
- 反应气质量不佳 （纯度低于 99.99%）

NCI OFN 谱图中 *m/z* 238 处的较大峰

- 查看背景离子：17 (OH^-)、 35 (Cl^-) 和 235 ($ReO3^-$)。
- 找到并修复微小漏气

反应气信号不存在或较低

如果刚刚安装了 CI 离子源系统中就出现漏气或大量水份，同时已运行了一个或多个自动调谐，则离子源目前可能已被污染。

修复漏气。清洁离子源。调谐前请烘干两小时。请参阅第 233 页上的“设置 MSD 进行 CI 操作”。

流动的反应气有误。

为您的调谐文件打开正确的反应气。

离子极性设置为 “负”。在 NCI 中未形成反应气离子。

切换至 “正”电离模式。

反应气流量设置过低。

提高反应气流量。

反应气供气管堵塞、扭曲、压紧或断开。

请进行检查，并且在必要时修复或更换反应气供气管。

灯丝连接的灯丝线有误。

请确保灯丝 1 线连接到 CI 离子源灯丝，灯丝 2 线连接到虚拟灯丝。

灯丝上出现积碳或灯丝已脱离校正位置。

检查灯丝。如有必要，请更换灯丝。

系统中的空气或水份过多。

运行甲烷预调谐。 *m/z* 32 和 19 处的峰通常分别表示空气和水份。烘干并吹扫仪器，直到 *m/z* 32 处的峰消失且 *m/z* 19 处的峰降至非常低的水平。如果 *m/z* 32 处的峰并未降低，则可能是漏气的原因。有关详细信息，请参阅第 144 页的“漏气”。

未连接信号线缆。

请进行检查，并且如有必要，请重新连接信号线缆。

灯丝或灯丝支架与离子源体或推斥极短路。

检查灯丝。如有必要，请重新对齐灯丝支架臂。

电子进样口孔被堵塞。

检查电子进样口孔。如有必要，请用干净牙签、氧化铝粉浆和甲烷进行清洁。如果电子进样口孔变脏，则可能要清洁整个离子源。有关详细信息，请参阅第 167 页的 “一般维护”。

未连接离子源接线，或未正确连接。

请检查推斥极。确保推斥极接头与推斥极连接牢固。检查连接离子聚焦和入口透镜的电线。如果连接相反，则将其改正。

有一条检测器接头 （分析仪箱中）未连接。

请进行检查，并且在必要时重新连接电子倍增器接头。

饱和的甲烷 / 异丁烷气体净化器

更换气体净化器。

甲烷质量不佳 （纯度低于 99.99%）

用高纯度甲烷更换该甲烷。如有必要，请清洁并吹扫反应气管线，并清洁离子源。

PFDTD 信号不存在或过低，但反应气离子正常

使用的是反应气但 PCI 中却是甲烷。

切换至甲烷。

加载的调谐文件有误或已损坏

检查您的调谐文件。

校准剂样品瓶中无 PFDTD

检查以下控制器后部的校准样品瓶。如有必要，请用 PFDTD 填充样品瓶。请勿将样品瓶填满，将液面保持在离样品瓶顶部至少 0.5 cm 的位置。

进入流量控制器的甲烷压力过高。

请确保甲烷罐的调节阀设置在 10 psig (70 kPa)。

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅第 231 页的 “CI 维护”。

校准阀在样品瓶重新填充后并未吹扫。

按第 183 页的 “吹扫校准阀”中所述吹扫校准阀。然后清洁离子源。

校准样品瓶填充得溢出瓶外。过多 PFDTD 可能会抑制化学电离反应。

检查校准样品瓶中 PFDTD 的液面。应*低于*样品瓶中内管的一端。

甲烷质量不佳 （纯度低于 99.99%）

用高纯度甲烷更换该甲烷。如有必要，请清洁并吹扫反应气管线，并清洁离子源。

噪音过大或信噪比较低

GC 进样口需要维修。

请参考 GC 手册。

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅第 236 页的 “清洁 CI 离子源”。

真空不理想

检查高真空规控制器上的压力。

漏气

运行甲烷预调谐（在 PCI 中）。*m/z* 32 处较大峰表示系统中有空气。检查并修正任何漏气。请参见本章开始部分的*漏气*一节。

饱和的甲烷 / 异丁烷气体净化器

更换气体净化器。

甲烷质量不佳 （纯度低于 99.99%）

用高纯度甲烷更换该甲烷。如有必要，请清洁并吹扫反应气管线，并清洁离子源。

反应气流量过高 （在 EI/PCI MSD 中）

请验证反应气设置是否正确。

m/z 19 处的较大峰

如果 *m/z* 19 处峰的丰度大于 *m/z* 17 处峰的一半丰度，则系统中可能水份过多。

系统放空后未充分烘干。

请按本手册*维护*一章所述内容烘干系统。

反应气供气管和流量模式中残留了潮气

至少吹扫反应气供气管线 60 分钟。

污染的反应气供气罐

更换反应气供气罐并吹扫管线和流量控制模块。

饱和的甲烷 / 异丁烷气体净化器

更换气体净化器。

m/z 32 处的峰

在甲烷预调谐中 *m/z* 32 处的可见漏气通常表示系统中的空气。

上次排放后残留的空气－检查水份，该水份由 *m/z* 19 处的较大峰表示。

在真空条件下烘干系统以清除水份。

新的或变脏的反应气供气管

吹扫反应气供气管和流量控制模块 *至少 60 分钟*。请参阅第 233 页上的“设置 MSD 进行 CI 操作”。

漏气

检查漏气并修复所有漏气的地方。请参阅第 144 页上的“漏气”。所有漏气之处修复后，请清洁离子源。

污染的反应气供气罐。假设最近更换了气罐并消除了漏气现象。

更换反应气供气罐。

毛细管色谱柱破损或断开。

请检查毛细管色谱柱。请确保其未破损且安装正确。

饱和的甲烷 / 异丁烷气体净化器

更换气体净化器。

与调谐相关的征兆

本节介绍了与调谐相关的征兆。大多数征兆都涉及调谐和调谐结果的问题。以下征兆在本节有所介绍。

- CI 离子比难于调整或不稳定
- 高电子倍增器电压
- 无法完成自动调谐
- 峰宽不稳定

反应气离子比难于调整或不稳定

接口端密封放置不正确，已损坏或丢失。

请检查接口端密封。如有必要，请卸下并重新安装以确保密封与 CI 离子源密封良好。如果损坏请更换。如果丢失请安装。

MSD 或反应气供气管线中留有空气和水份

运行甲烷预调谐。*m/z* 32 处的峰表示存在空气，而 *m/z* 19 >*m/z* 17 处的峰表示水份过多。如果出现任何一种情况，请吹扫反应气供气管线并烘干 MSD。请参阅第 240 页。*m/z* 32 处持续显示的较大峰表示可能存在漏气现象。修复该问题后，可能需要清洁离子源。

漏气

运行甲烷预调谐（在 PCI 中）。*m/z* 32 处较大峰表示系统中有空气。检查并修正任何漏气。请参阅第 144 页上的 “漏气”。

反应气供气罐的压力有误。

检查反应气供气罐上的调节阀。应调节为 20 psi (140 kPa)。

反应气输送路径中漏气。这与将甲烷流量设置的高于正常值速率仍然很低的情况非常相似。

请检查反应气路径。拧紧接头

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅第 236 页的 “清洁 CI 离子源”。

电子倍增器高电压

电子倍增器电压的范围可从几百伏到 3000 V。如果 CI 自动调谐程序统一将电子倍增器电压设置在 2600 V 或高于该电压的位置，但仍然可以发现峰并完成调谐，则可能表示出现问题。

灯丝有损耗。CI 灯丝可能已损耗但未实际断开。检查电子能量递增，曲线应具有包含变形点的明确最大值。如果曲线在正向斜率上为线性且无变形点，并且 EMV 较高，则灯丝连接到与离子源体中的孔不在一条直线上的点，且大多数电子并未进入源中。

放置灯丝。

分析仪不在正确的运行温度下。

请检查离子源和四级杆温度。默认源温度对于 PCI 为 250 °C，对于 NCI 为 150 °C。对两种 CI 模式来说四级杆温度为 150 °C。

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅第 236 页的 “清洁 CI 离子源”。

电子倍增器 （探测器）出现故障。请切换至 EI 模式并确认。

更换电子倍增器。

无法完成自动调谐

调谐文件有误或已损坏

检查调谐参数。

m/z 28/27 离子比（用于甲烷）不正确。正确的比例应介于 1.5 和 5.0 之间。

如果离子比不正确，请调整该比例。请参阅第 111 页。

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅第 236 页的 “清洁 CI 离子源”。

系统中的空气或水份过多

请参阅第 144 页上的 “漏气”。解决这些问题后，清洁离子源。

峰宽不稳定

调谐文件有误或已损坏

检查调谐参数。

CI 离子源变脏。

清洁离子源。有关详细信息，请参阅本手册的*维修*一章的内容。

漏气

运行甲烷预调谐（在 PCI 中）。*m/z* 32 处可见的峰表示系统中的空气。检查并修正任何漏气。请参见本章开始部分的*漏气*一节。解决所有漏气问题后，请清洁离子源。

6 CI 故障排除

7
一般维护

开始之前 168
维护真空系统 173
检查和添加前级泵油 174
放空前级泵油 176
重新向前级泵中加油 177
将 MSD 与 GC 分离 178
将 MSD 与 GC 分离 178
重新连接 MSD 和 GC 180
再次注满 EI 校准样品瓶 181
吹扫校准阀 183
取下 EI 校准和排放阀装置 184
重新安装 EI 校准和排放阀装置 185
更换高真空泵使用的风扇 186
取下 Micro-Ion 真空计 188
重新安装 Micro-Ion 真空计 189
润滑侧板 O 形环 190
润滑排放阀 O 形环 192
维护分析仪 194
维护 GC/MSD 接口 220
维护电子设备 224

开始之前

您可以自行完成 MSD 所需的大部分维护工作。为了您的安全，请在执行任何维护任务之前仔细阅读此处介绍的全部信息。

计划维护

表 19 列出了常见的维护任务。定期执行这些计划任务可以减少操作问题、延长系统寿命并降低总体运行成本。

请对系统性能 （调谐报告）和执行的维护操作进行记录。这使您可以更容易地找出当前操作与正常操作的差异，从而采取纠正措施。

表 19 维护计划

任务	每周	每 6 个月	根据需要
调谐 MSD			X
检查前级泵油位	X		
检查校准样品瓶		X	
更换前级泵油*		X	
清洁离子源			X
检查 GC 上的载气集油器			X
更换老化的部件			X
对侧板或排放阀的 O 形环进行润滑†			X

* 对于使用氨气反应气的 CI MSD，每 3 个月更换一次。

† 与侧板 O 形环和排放阀 O 形环不同，真空密封不需要润滑。对其他密封进行润滑可能会影响其正常工作。

工具、备用部件和耗材

GC 运输工具包、MSD 运输工具包以及 MSD 工具包中提供了一些必要的工具、备用部件和耗材。您必须自行准备其他物品。每个维护步骤都包含一个该步骤所需材料的列表。第 332 页的 “消耗品和维护供应品”对此进行了总结。

高电压预防措施

只要将 MSD 接入电源，即使电源开关关闭，以下各位置处仍可能存在有潜在的危险电压 （120 VAC 或 200/240 VAC）：

- 进入仪器内部的电源线与电源开关之间的接线和保险丝

打开电源开关时，潜在的危险电压将存在于：

- 电路板
- 环形线圈变压器
- 这些电路板之间的线缆
- 这些电路板与 MSD 后面板上的接头之间的线缆
- 后面板上的一些接头 （例如前级电源插孔）

正常情况下，这些部件都带有安全屏蔽外壳。只要这些安全外壳处于原位，便很难意外接触到这些危险电压。

警告 **不要在打开 MSD 电源或未拔下其电源插头的情况下执行维护操作，除非本章中的某个维护步骤明确要求您这样做。**

本章中的某些维护步骤要求在打开 MSD 电源开关的情况下维护仪器的内部。在任何维护步骤中均不要取下任何电子安全外壳。为减少触电的风险，请细心遵守各个步骤。

危险温度

MSD 中的许多部件工作时达到或接近的温度都很高，足以严重烫伤操作人员。这些部件包括但不限于：

- GC/MSD 接口
- 分析仪部件
- 真空泵

警告 **MSD 工作时绝对不要触摸这些部件。关闭 MSD 后，留出足够的时间待这些部件冷却，然后才可对其进行维护。**

警告 **GC/MSD 接口加热器由 GC 上的第 2 热辅路加热区提供电源。即使关闭了 MSD，接口加热器仍可以工作，因而可带有危险的高温。GC/MSD 接口的隔热性能很好。即使关闭后，它的冷却过程也很缓慢。**

警告 **如果操作人员在操作时接触前级泵，则可能会被烫伤。因此，它装有一个安全罩，以防止用户直接接触前级泵。**

GC 进样口和 GC 柱箱的工作温度也很高。维护这些部件时也应小心。有关更多信息，请参考 GC 附带的文档。

化学残留物

离子源只能电离很少一部分样品。任何样品通过离子源时，其中的大部分都没有被电离。这部分随即被真空系统抽走。因此，前级泵排出的废气中将含有少量载气和样品。它还将含有前级泵油的微小油滴。

前级泵上配有一个集油器。该集油器*只能*阻挡泵的微小油滴。它*不能*阻挡任何其他化学物质。如果正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请不要使用集油器。而是应安装一条软管将废气从前级泵排出室外，或排入通风橱中再排出室外。确保遵守当地的空气质量法规。

警告 **集油器只能阻挡前级泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。如果正在使用有毒溶剂或正在分析有毒的化学物质，请卸下集油器。如果有 CI MSD，请不要使用集油器。安装一条软管，将前级泵废气排出室外或排入通风橱。**

前级泵中的液体也会含有少量的分析样品。所有使用过的泵液都应视作为有害物质并作相应的处理。请按照当地法规正确处理使用过的液体。

警告 **更换泵液时，请佩戴合适的防化学腐蚀的手套以及护目镜。避免接触到这些液体。**

静电释放

MSD 中所有印刷电路板包含的组件均有可能被静电释放 (ESD) 损坏。除非绝对必要，否则请不要拿取或触摸这些电路板。此外，接线、触点和缆线可以将 ESD 传导至与它们相连的电路板。对于质量过滤器 （四极）接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至侧板上的灵敏组件。ESD 损害可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低 MSD 的性能和稳定性。

当维护印刷电路板或附近组件以及维护其接线、触点或缆线与印刷电路板相连的组件时，请始终佩戴防静电接地腕带，并采取其他防静电措施。腕带应与已知的可靠接地端相连。如果办不到，则应将腕带与所维护设备的传导 （金属）部件相连，而*不应*连接至电子组件、暴露的接线或痕迹以及接头上的针脚。

如果必须维护从 MSD 中取下的组件或装配件，请采取额外的预防措施，如使用接地的防静电垫。这包括分析仪。

小心

为使防静电腕带发挥作用，佩戴时需将其贴近腕部（无需过紧）。松弛的腕带将无法提供防静电保护。

防静电措施并不是百分之百有效。尽可能减少拿取电路板的次数并只应接触板的边缘。请不要触摸组件、暴露的痕迹、接头中的针脚以及缆线。

维护真空系统

定期维护

如上文的表 19 所列，您必须定期执行真空系统的一些维护任务。这包括：

- 检查前级泵液 （每周）
- 检查校准样品瓶 （每 6 个月）
- 压载前级泵 （对于使用氨气反应气的 MSD 应每日执行）
- 更换前级泵油 （每 6 个月；对于使用氨气反应气的 CI MSD 应每 3 个月更换一次）
- 拧紧前级泵油箱上的螺丝 （安装后第一次换油时）

如果不按计划执行这些任务将导致仪器性能的降低。而且还可能损坏仪器。

其他步骤

更换 Micro-Ion 真空计等任务只有在必要时才会执行。请参阅第 115 页上的 “一般故障排除”。请参阅 MSD ChemStation 软件的联机帮助，以了解出现何种征兆时需要进行此种类型的维护。

更多可用信息

如果需要有关真空系统组件的位置或功能的更多信息，请参阅第 243 页上的 “真空系统”。

本章中的大部分步骤都出现在 5975 系列 MSD 手册 CD-ROM 的视频剪辑中。

检查和添加前级泵油

所需材料

- 前级泵油 (6040-0621)
- 漏斗

过程

警告 **如果操作人员在操作时接触前级泵，则可能会被烫伤。因此，它装有一个安全罩，以防止用户直接接触前级泵。**

1 检查油位窗口 （图 28）。

请注意窗口左侧泵上的两条线。油位应在这两条线之间。前级泵油几乎是清澈的。如果油位在下面那条线附近或低于该线，请参照步骤 2 到 6 的说明添加前级泵油。

警告 **前级泵工作时绝对不要加油。**

如果根据计划不久需要更换 MSD 的前级泵油，则不要再向泵中加油而应更换前级泵油。如果油发黑或变混浊，请更换。请参阅第 176 页上的“放空前级泵油”。了解有关更换前级泵油的说明。

2 放空 MSD。请参阅第 69 页。



3 取下前级泵的填充盖。

4 添加泵液直到窗口中的油位到达上面那条线附近，但不要超过该线。

5 重新装上填充盖。

6 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

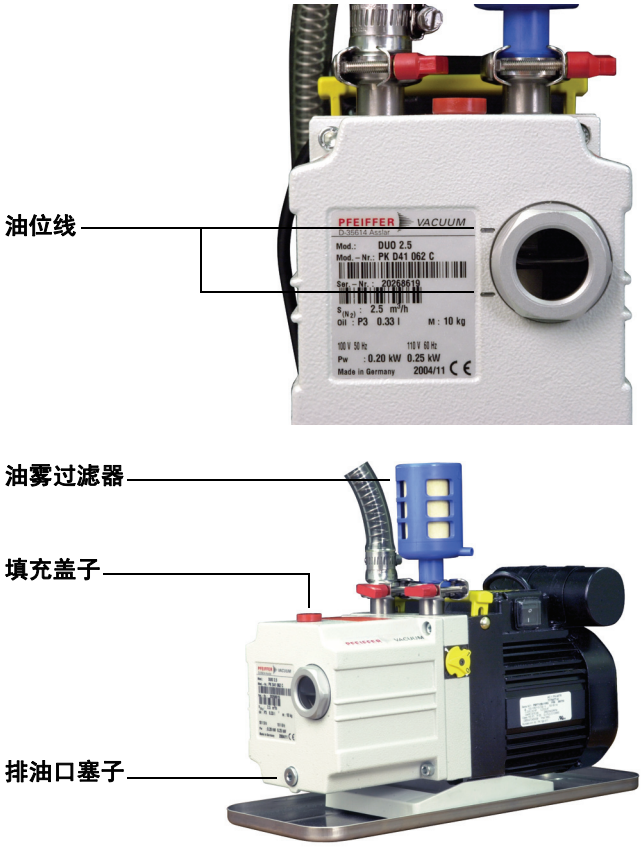

油位线
油雾过滤器
填充盖子
排油口塞子
PFEIFFER VACUUM
DUO 2.5
PK D41 062 C
2.5 m³/h
0.33 l
10 kg
0.20 kW
0.25 kW
Made in Germany
2004/11

图 28 前级泵

放空前级泵油

所需材料

- 书或其他坚固的物体，大约 5 cm 厚
- 收集旧泵油的容器， 500 mL
- 手套，防油与溶剂腐蚀
- 大平头螺丝刀 (8730-0002)

过程

警告 **如果操作人员在操作时接触前级泵，则可能会被烫伤。因此，它装有一个安全罩，以防止用户直接接触前级泵。**

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 如有必要，请将前级泵移到安全的、方便操作的位置。

前级泵可以放在地板上，也可以放在靠近 MSD 或位于 MSD 后面的实验台上。

警告 **前级泵可能很热。**



3 将书或其他物体放在泵电机下，使其稍稍向上倾斜。取下填充盖。请参阅图 28

4 在排油口塞下放置一个容器。

5 取下排油口塞子。等待泵油放空。如果泵油尚未冷却，排油将更快一些。

警告 **旧的泵油可能含有有毒的化学物质。请将其作为有害废物处理。**

6 排空泵油后，请更换排油口塞子。

7 重新向前级泵中加油，直到油位上升至现场窗口中两个填充标记之间时为止。

8 更换填充盖。

重新向前级泵中加油

所需材料

- 前级泵油 (6040-0621) - 大约需要 0.28 L
- 漏斗
- 手套，防油与溶剂腐蚀
- 大平头螺丝刀 (8730-0002)
- 排油口塞 O 形环 （如果需要） (0905-1515)

过程

警告 **如果操作人员在操作时接触前级泵，则可能会被烫伤。因此，它装有一个安全罩，以防止用户直接接触前级泵。**



1 放空前级泵油 （图 28）。请参阅第 176 页。
2 重新安装排油口塞子。如果旧的 O 形环已老化或损坏，请更换。
3 从泵电机下取走支撑物。
4 添加前级泵油直到窗口中的油位到达上面那条线附近，但不要超过该线。前级泵大约需要 0.28 L 油。
5 等待几分钟待油沉降。如果油位下降，再添油使油位回到上面那条线附近。
6 重新装上填充盖。
7 如有必要，将前级泵从分析仪箱下方向后滑。

   前级泵可以放在地板上，放在实验台上（靠近 MSD 或在其后方），或放在 MSD 背面的分析仪箱下。
8 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

将 MSD 与 GC 分离

所需材料

- 1/4 英寸 Þ 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2 关闭 GC。
3 将毛细管色谱柱从 GC/MSD 接口中取出。

警告 **请确认在取出色谱柱前 GC/MSD 接口和 GC 柱箱已经冷却。**

4 前级泵可以放在地板上，也可以放在靠近 MSD 或位于 MSD 后面的实验台上。
5 将 MSD 移离 GC，直到您可以接触到 GC/MSD 接口缆线 （图 29）。
6 将带有无孔垫圈的色谱柱螺帽装在接口的端部。这可以防止污染 MSD。
7 断开 GC/MSD 接口缆线的连接。GC 工作时断开缆线的连接可能会使仪器出现故障。

8 继续移动 MSD 直到您能够接触到需要维护的部件。 .



图 29 分离 / 连接 MSD 和 GC

重新连接 MSD 和 GC

所需材料

- 1/4 英寸 × 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程



1 放置 MSD 使 GC/MSD 接口的末端靠近 GC （图 29）。
2 重新连接 GC/MSD 接口缆线。
3 将 MSD 滑动到靠近 GC 的正常位置。

   将 GC/MSD 接口推入 GC 时注意不要将其碰坏。确认 GC/MSD 接口的末端伸入 GC 柱箱中。
4 前级泵可以放在地板上，也可以放在靠近 MSD 或位于 MSD 后面的实验台上。
5 重新安装毛细管色谱柱。请参阅第 41 页。
6 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。
7 打开 GC。为 GC/MSD 接口和 GC 柱箱输入合适的温度设置值。

再次注满 EI 校准样品瓶

所需材料

- PFTBA (05971-60571)

过程

1 停止任何调谐或数据采集。

2 关闭分析仪。有以下几种关闭方法：
   - 在“调谐和真空控制”视图中，从“执行”菜单中选择 **MS 关闭**。
   - 在“编辑参数”对话框的“仪器控制”视图中，从“执行”菜单中选择 **MS 关闭**。

3 如果您的 MSD 配有真空计，请将其关闭。

4 取下分析仪窗口盖。请参阅第 67 页。

5 松开校准样品瓶套环 （图 30）。不要取下套环。

6 将校准样品瓶拉出。由于残留部分真空，您可能会感到一些阻力。

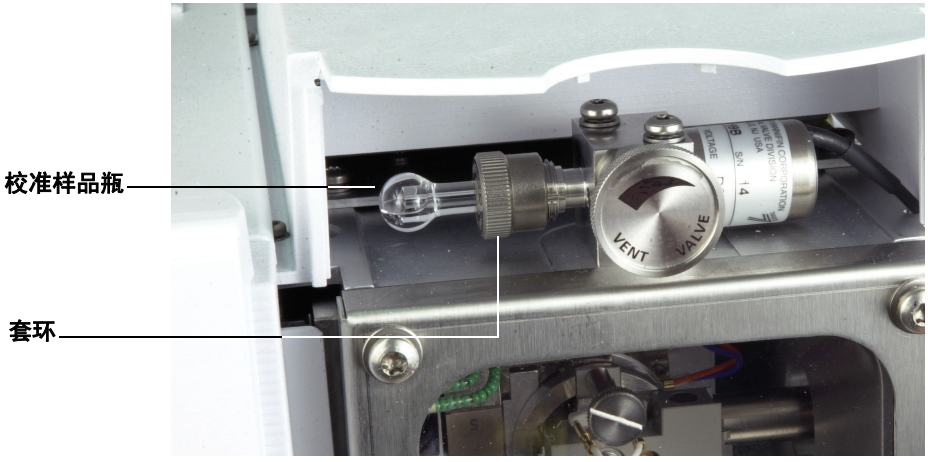


图 30 取下 EI 校准样品瓶

7 将 PFTBA 注入样品瓶中或使用移液管将其移入样品瓶中。样品瓶竖直时，瓶中液体应恰好低于内部导管的末端，大约为 70 µL 样品。

8 将校准样品瓶尽可能远地推入阀门中。

9 将样品瓶向回拉 1 毫米。这可防止在拧紧套环时损坏样品瓶。

10 顺时针旋转套环将其拧紧。

套环紧贴样品瓶即可，无需拧得过紧。***不要*** 使用工具来拧紧套环。它不需要那么大的力。

11 重新安装分析仪窗口盖。

12 从 “调谐和真空控制” 视图的 “真空” 菜单中选择**吹扫校准阀**。

小心

不吹扫校准阀将导致损坏灯丝和检测器。

吹扫校准阀

小心

取下校准样品瓶后，***必须***吹扫校准阀。不吹扫校准阀将导致损坏灯丝和电子倍增器。

EI 校准阀

向校准样品瓶中添加新的 PFTBA 后，必须将空气吹扫出样品瓶和校准阀。

1 如果打开了真空真空计控制器，则请将其关闭。

2 在 “调谐和真空控制”视图的 “真空”菜单下选择**吹扫校准阀**。

这将打开 CI 校准阀几分钟，同时所有的分析仪电压将关闭。

CI 校准阀

向校准样品瓶中添加新的 PFDTD 后，必须将空气吹扫出样品瓶和校准阀。

1 如果打开了真空真空计控制器，则请将其关闭。

2 选择**气体 A**。

3 确定加载了 **PCICH4.U**。

4 在 “故障诊断和真空控制”视图中，选择 “真空”菜单下的**吹扫校准阀**。

这将打开 CI 校准阀几分钟，同时所有的分析仪电压将关闭。

取下 EI 校准和排放阀装置

所需材料

- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)

过程



1 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2 找出与风扇旁的接头相连的校准阀缆线并将其拔下。
3 松开校准样品瓶的套环并取下样品瓶（图 30）。只需使套环松动即可，无需将其取下。

小心

取下装有样品瓶的阀门可导致校准液体进入阀门的限流器。限流器中的液体可妨碍调谐时 PFTBA 扩散到分析仪箱中。如果出现此情况请更换阀门。

4 拧下将阀门装置固定在分析仪箱顶部的两颗螺丝。不要丢失螺丝下的 O 形环。

重新安装 EI 校准和排放阀装置

所需材料

- 校准阀 (G3170-60204)
- 校准阀的 O 形环 (0905-1217)
- PFTBA (05971-60571) 或其他调谐化合物
- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)

过程



1 取下旧的阀门装置。请参阅第 184 页和图 30。
2 确保阀门的 O 形环仍在原位。如果 O 形环老化或损坏，请更换。
3 安装校准和排放阀装置并拧紧固定它的螺丝。
4 重新将校准阀缆线与风扇旁的接头相连。
5 从新的校准阀上取下样品瓶。请参阅第 181 页。供货时阀门上已装有一个样品瓶。
6 注满并重新安装校准样品瓶。请参阅第 181 页。
7 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。
8 从 “调谐和真空控制” 视图的 “真空” 菜单中选择**吹扫校准阀**。

小心

不吹扫校准阀将损坏灯丝和检测器。

更换高真空泵使用的风扇

所需材料

- 风扇 (G1099-60564)
- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2 取下 MSD 的左侧板。请参阅第 67 页。
3 从 MSD 机架上的接头中拔下风扇接线 （图 31）。
4 拧下四个风扇螺丝，取下安全护栅。取下风扇。保存好螺丝。

警告 **不要触摸高真空泵。其所带高温仍可能会烫伤您。**

5 将风扇接线从旧风扇上取下。风扇接线与风扇背面的一个小接头相连。
6 将风扇接线连入新的风扇。
7 安装新的风扇，注意使风扇侧面的流向箭头指向泵的方向。接线应在左上方，靠近接头。
8 装上安全护栅和四个螺丝。拧紧螺丝。

警告 **确认遮盖风扇叶片的安全护栅已安装到位。**

9 将风扇接线连入 MSD 机架上的风扇接头。
10 重新装上 MSD 的侧板。
11 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

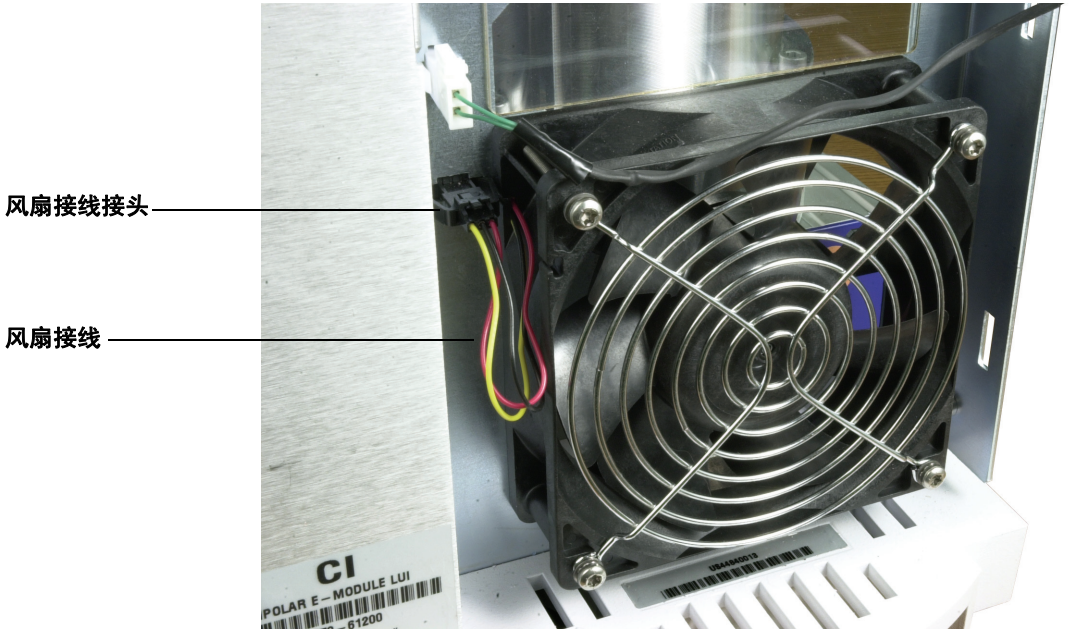


图 31 更换泵的风扇

取下 Micro-Ion 真空计



过程

1. 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2. 拔下 Micro-Ion 真空计后面的缆线。
3. 旋下规夹具上的红色塑料蝶形螺母。
4. 从夹具上取下长螺丝。
5. 用手支撑规体，从装配法兰上取下夹具。
6. 取下规。
7. 如果不打算随即更换规，请安装随规提供的架板，并使用夹具、螺丝和蝶形螺母固定。

重新安装 Micro-Ion 真空计

所需材料

- KF16 O 形环 0905-1463

过程



1 将 KF16 O 形环放入分析仪箱法兰上的凹槽内。如果 O 形环老化或损坏，请更换。

2 拿住规法兰并靠在带有 O 形环的箱法兰上。将夹具推过两个法兰。

3 插入长螺丝，安装蝶形螺母并拧紧。

4 将缆线接入规的背面。

润滑侧板 O 形环

所需材料

- 干净的拭布 (05980-60051)
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- Apiezon L 高真空润滑脂 (6040-0289)

侧板 O 形环需要涂抹较薄的一层润滑脂以确保良好的真空密封性。如果侧板 O 形环看起来很干燥或没有正确密封，请参照以下的步骤对其进行润滑。一种有效的测试方法是使用甲醇擦拭侧板，然后关闭分析仪箱。如果 O 形环上有足够的润滑脂，它将在侧板上留下一点痕迹。

小心 **与侧板 O 形环和排放阀 O 形环不同，真空密封不需要润滑。对其他密封进行润滑可能会影响其正常工作。**

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。

3 使用干净无棉绒的拭布或手套在 O 形环暴露在外侧的一面上涂抹一层*薄薄*的高真空润滑脂 （图 32）。



小心 **除推荐的真空润滑脂之外请不要使用其他材料。过量的润滑脂可能会吸收空气和尘土。除了 O 形环露在外的一面外，O 形环其他面上的润滑脂可能会吸收空气，从而在操作时出现空气尖峰。**

4 使用干净无棉绒的拭布或手套擦掉过量的润滑脂。如果 O 形环看起来发亮，则表明润滑脂涂抹过多。

5 关闭分析仪箱。请参阅第 74 页。

6 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

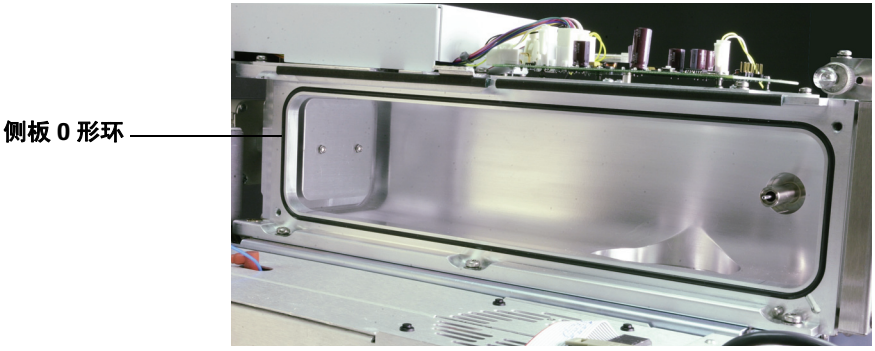


图 32 侧板 O 形环

润滑排放阀 O 形环

所需材料

- 干净的拭布 (05980-60051)
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- Apiezon L 高真空润滑脂 (6040-0289)
- O 形环，排放阀 (0905-1217)。如果旧的 O 形环老化或损坏，请更换。

排放阀 O 形环需要涂抹较薄的一层润滑脂以确保良好的真空密封性并平稳运行。如果排放阀 O 形环没有平稳运转或没有正确密封，请参照以下的步骤对其进行润滑。

小心 与侧板 O 形环和排放阀 O 形环不同，真空密封不需要润滑。对其他密封进行润滑可能会影响其正常工作。

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 完全取下排放阀旋钮 （图 33）。

3 检查 O 形环。如果 O 形环损坏，请更换。

4 使用干净无棉绒的拭布或手套在 O 形环露在外的一面上涂抹*较薄* 的一层高真空润滑脂。

小心 过量的润滑脂可能会吸收空气和尘土。除了 O 形环露在外的一面外，O 形环其他面上的润滑脂可能会吸收空气，从而在操作时出现空气尖峰。

5 使用干净无棉绒的拭布或手套擦掉过量的润滑脂。如果 O 形环看起来发亮，则润滑脂涂抹过多。

.

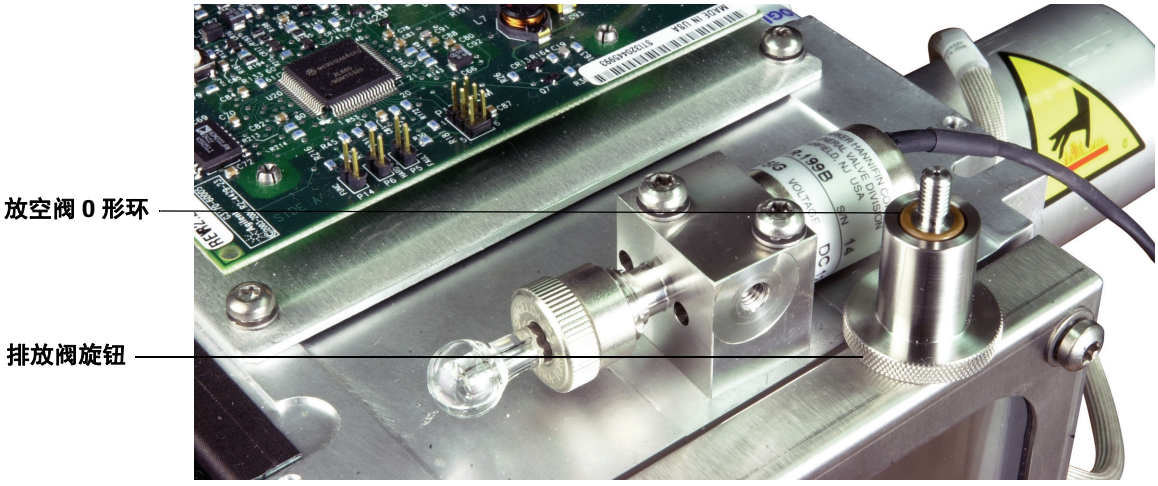


图 33 排放阀 O 形环

6 重新安装排放阀旋钮。

小心

重新安装排放阀旋钮时应格外小心。安装时有可能将旋钮的螺纹对错因而损坏阀体中的螺纹。确认 O 形环位置正确。

7 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

维护分析仪

计划

分析仪组件不需要定期维护。但是，当 MSD 的工作状态表明需要执行某些维护任务时，您必须对其进行维护。这些任务包括：

- 清洁离子源
- 更换灯丝
- 更换电子倍增器的喇叭

第 115 页的 “一般故障排除”提供了关于需要维护分析仪时出现的征兆的信息。MSD ChemStation 软件联机帮助中的故障排除材料提供了更全面的信息。

注意事项

洁净

维护分析仪时请保持组件的洁净。维护分析仪时需要打开分析仪箱并从分析仪中取出部件。执行分析仪的维护步骤时，注意不要污染分析仪或分析仪箱的内部。维护分析仪时应始终带上干净的手套。清洁后，必须将部件完全烘干，之后才可重新安装。清洁后，应将分析仪部件放在干净无棉绒的布面上。

小心 如果操作不当，维护分析仪后可能将污染物带入 MSD。

警告 **分析仪工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

一些部件可能被静电释放损坏

与分析仪组件相连的接线、触点和缆线可能会释放静电 (ESD)，从而损坏与其相连的电路板。对于质量过滤器（四极）接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至侧板上的灵敏组件。ESD 损害可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低仪器的性能和稳定性。有关详细信息，请参阅第 171 页。

小心

释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的抗静电腕带 （参见第 171 页）并且在打开分析仪箱*之前*应采取其他防静电预防措施。

一些分析仪部件不需维护

质量过滤器 （四极）不需要定期维护。一般而言，永远不要操作质量过滤器。如果质量过滤器污染得非常严重，可以对其进行清洁，但只应由经过培训的 Agilent Technologies 服务代表来完成。绝对不要触摸 HED 陶瓷绝热体。

小心

不正确的操作和清洁将损坏质量过滤器，并将给仪器性能带来严重的负面影响。不要触摸 HED 陶瓷绝热体。

更多可用信息

如果您需要关于分析仪组件的位置或功能的更多信息，请参阅第 10 章，第 259 页的 “分析仪”。

本章中的大部分步骤都在视频剪辑中有示范。

取下 EI 离子源

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 尖嘴钳子 (8710-1094)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。

接触分析仪组件前务必使用防静电腕带并采取其他防静电措施。

3 从离子源上拔下七根接线。不要过分弯折这些接线 （图 34 和表 20）。

表 20 离子源接线

接线颜色	连接至	接头数量
蓝色	入口透镜	1
橙色	离子聚焦	1
白色	灯丝 1 （顶部灯丝）	2
红色	推斥极	1
黑色	灯丝 2 （底部灯丝）	2

小心 拔出时应握住接头，而不应拉扯接线。

4 找出从离子源加热器和温度传感器到穿通板的接线。将其拔下。

5 取下固定离子源的指旋螺钉。

6 将离子源从源散热器中拉出。

警告 **分析仪工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

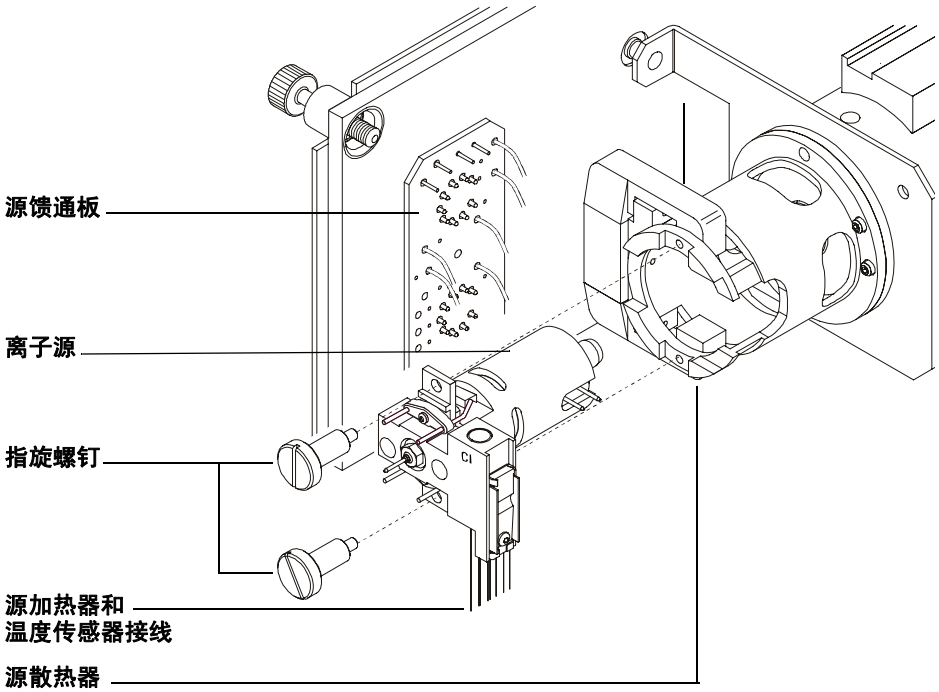


图 34 取出离子源

拆卸 EI 离子源

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 六角螺母螺丝刀， 5.5 毫米 (8710-1220)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

过程

1 取下离子源。请参阅第 196 页。

2 取下灯丝 （图 35）。



3 将推斥极组件从离子源体分离。推斥极组件包括源加热器组件、推斥极和相关部件。

4 取下推斥极。

5 旋下接口插座。一个 10 毫米呆扳手可适合接口插座上的平面。

6 取下透镜的定位螺丝。

7 将透镜从离子源体中推出。

注意 视频显示了标准离子源装配步骤。

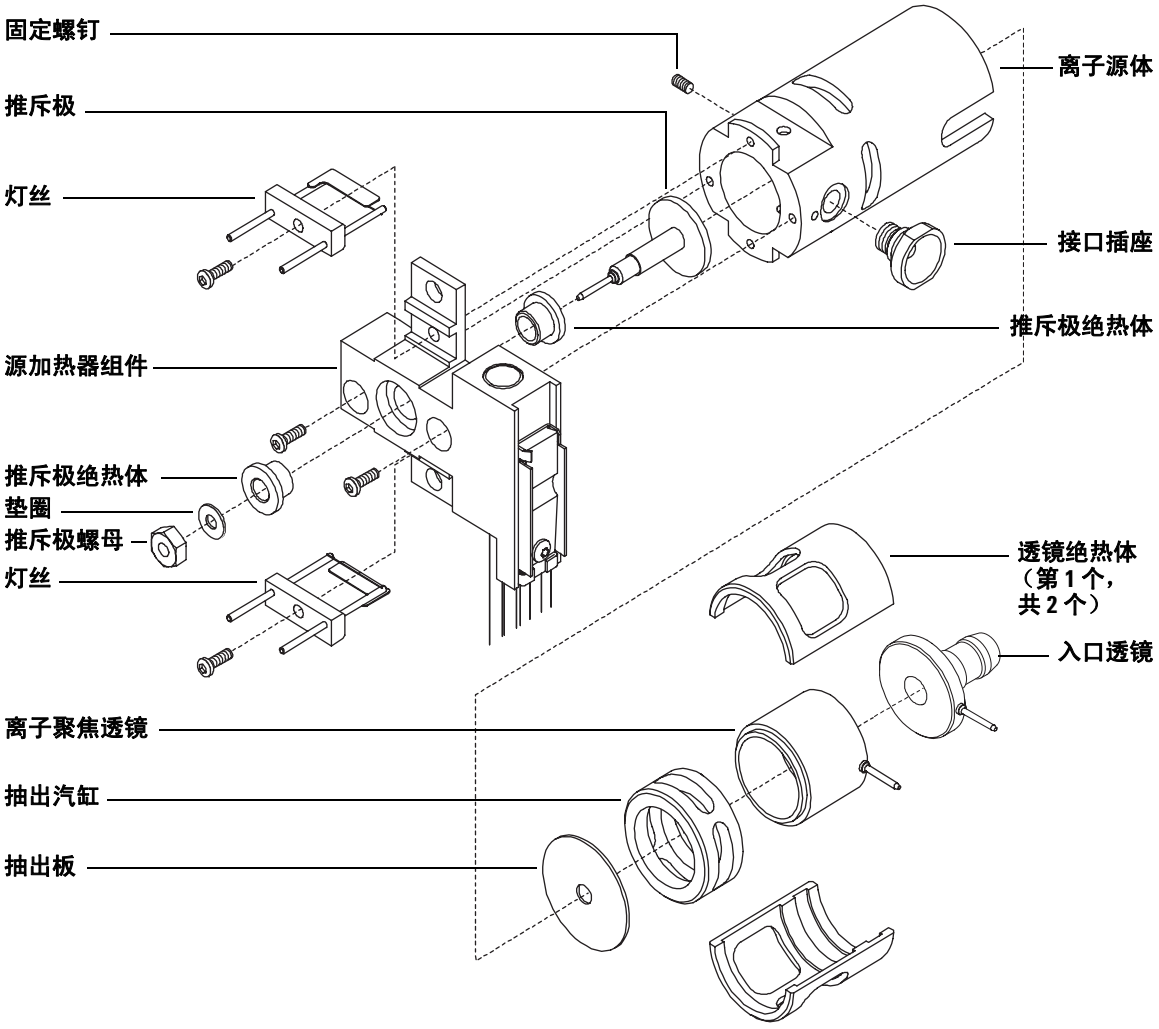

固定螺钉
推斥极
灯丝
源加热器组件
推斥极绝热体
垫圈
推斥极螺母
灯丝
离子聚焦透镜
抽出汽缸
抽出板
离子源体
接口插座
推斥极绝热体
透镜绝热体
（第 1 个，
共 2 个）
入口透镜

图 35 拆卸 EI 离子源

清洁 EI 离子源

所需材料

- 砂纸 (5061-5896)
- 氧化铝磨料 (8660-0791)
- 干净的铝箔
- 干净的拭布 (05980-60051)
- 棉签 (5080-5400)
- 玻璃烧杯， 500 mL
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 溶剂
  - 丙酮，试剂级别
  - 甲醇，试剂级别
  - 二氯甲烷，试剂级别
- 超声波浴

准备

1 拆卸离子源。请参阅第 198 页。

2 收集以下要清洁的部件：(图 36)
  - 推斥极
  - 接口插座
  - 离子源体
  - 抽出板
  - 抽出汽缸
  - 离子聚焦透镜
  - 入口透镜

这些是与样品或离子束接触的部件。其他部件一般不需要清洁。

小心 如果绝热体变脏，使用蘸有试剂级别甲醇的棉签进行清洁。如果清除不掉绝热体上的污垢，请更换绝热体。不要使用砂纸、磨料或超声波来清洁绝热体。

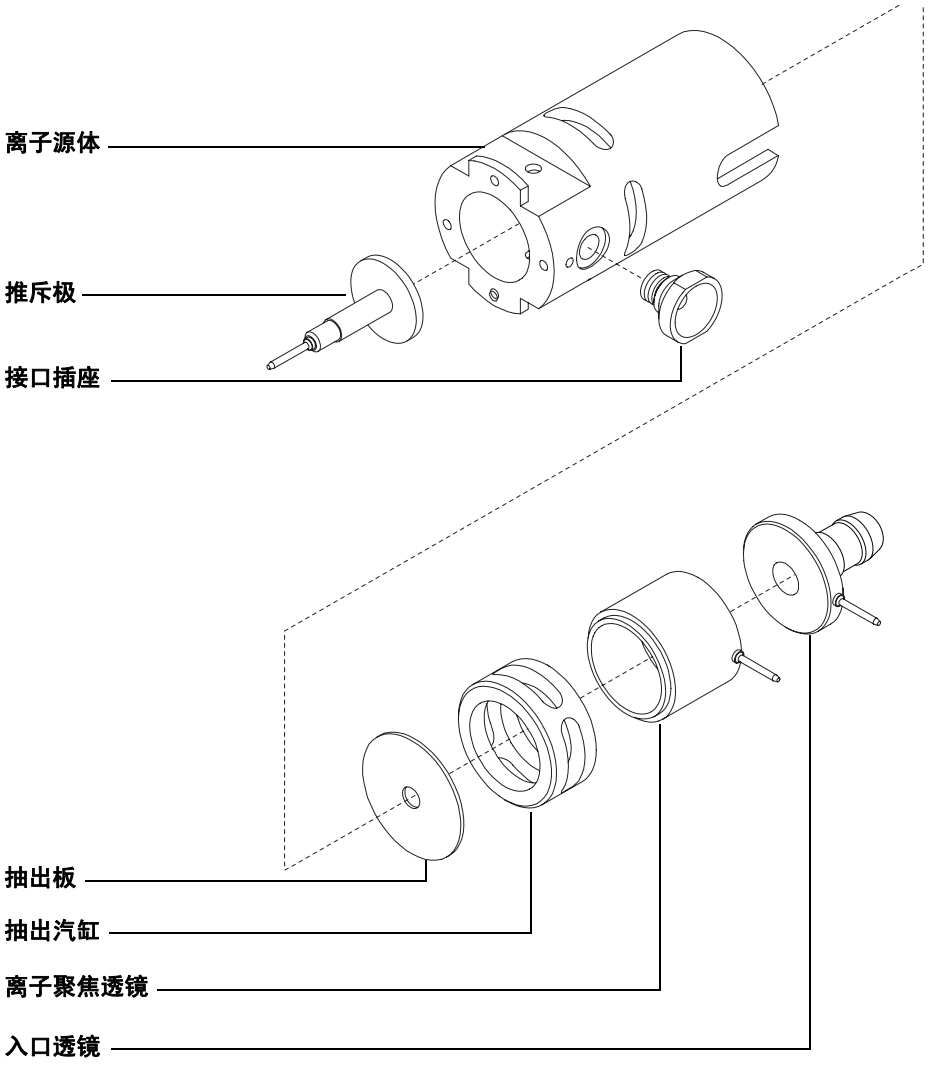


图 36 要清洁的离子源部件

过程

小心 灯丝、源加热器组件和绝热体不能使用超声波来清洁。如果这些组件污染很严重，请更换。



1 如果污染很严重，例如油回流进入分析仪，则应认真判断是否需要更换污染的部件。

2 用砂纸或磨料清洁接触样品或离子束的部件表面。

使用蘸有氧化铝磨粉浆和试剂级别甲醇的棉签。用足够的力去掉所有污渍。没有必要将部件擦得很光；局部的刮擦不会影响性能。另外使用砂纸或磨料清洁来自灯丝的电子进入源体处的污渍。

3 使用试剂级别甲醇冲洗掉所有残留磨料。

在使用超声波清洗***之前***，确认***所有***残留磨料已被冲洗掉。如果甲醇变混浊或含有可见的微粒，请再次冲洗。

4 将已使用砂纸或磨料清洁的部件与那些没有清洁过的部件分开。

5 在以下每种溶剂中各使用超声波清洗部件 15 分钟 （各组分开）：

- 二氯甲烷 （试剂级别）
- 丙酮 （试剂级别）
- 甲醇 （试剂级别）

警告 **所有这些溶剂均是有毒溶剂。请在通风橱中操作并采取适当的防护措施。**

6 将部件放入干净的烧杯中。将干净的铝箔（无光泽的一面朝下）***轻轻***盖在烧杯上。

7 将清洁过的部件放入烤箱，以 100 到 150 °C 的温度烘烤 30 分钟。

警告 **拿出部件前应等待其冷却。**

注意 小心不要重新污染已清洁并烘干的部件。拿出部件时应戴上新的干净的手套。不要将清洁过的部件放在不干净的表面上。只应将部件放在干净无棉绒的布面上。

重新组装 EI 离子源

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 六角螺母螺丝刀， 5.5 毫米 (8710-1220)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

过程



1 将抽出板和抽出汽缸滑入离子源体中 （图 37）。
2 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体。
3 将组装好的部件滑入离子源体。
4 安装固定透镜的定位螺丝。
5 将推斥极、推斥极绝热体、垫圈和推斥极螺母重新装入源加热器组件。

   得到的组件叫做推斥极组件。

小心 不要过分拧紧推斥极螺母，否则陶瓷推斥极绝热体将在离子源加热时破裂。只用手拧紧螺母即可。

6 重新连接推斥极组件和离子源体。推斥极组件包括源加热器组件、推斥极和相关部件。
7 重新安装灯丝。
8 重新安装接口插座

小心 不要将接口插座拧得过紧。过紧将导致螺纹破损。

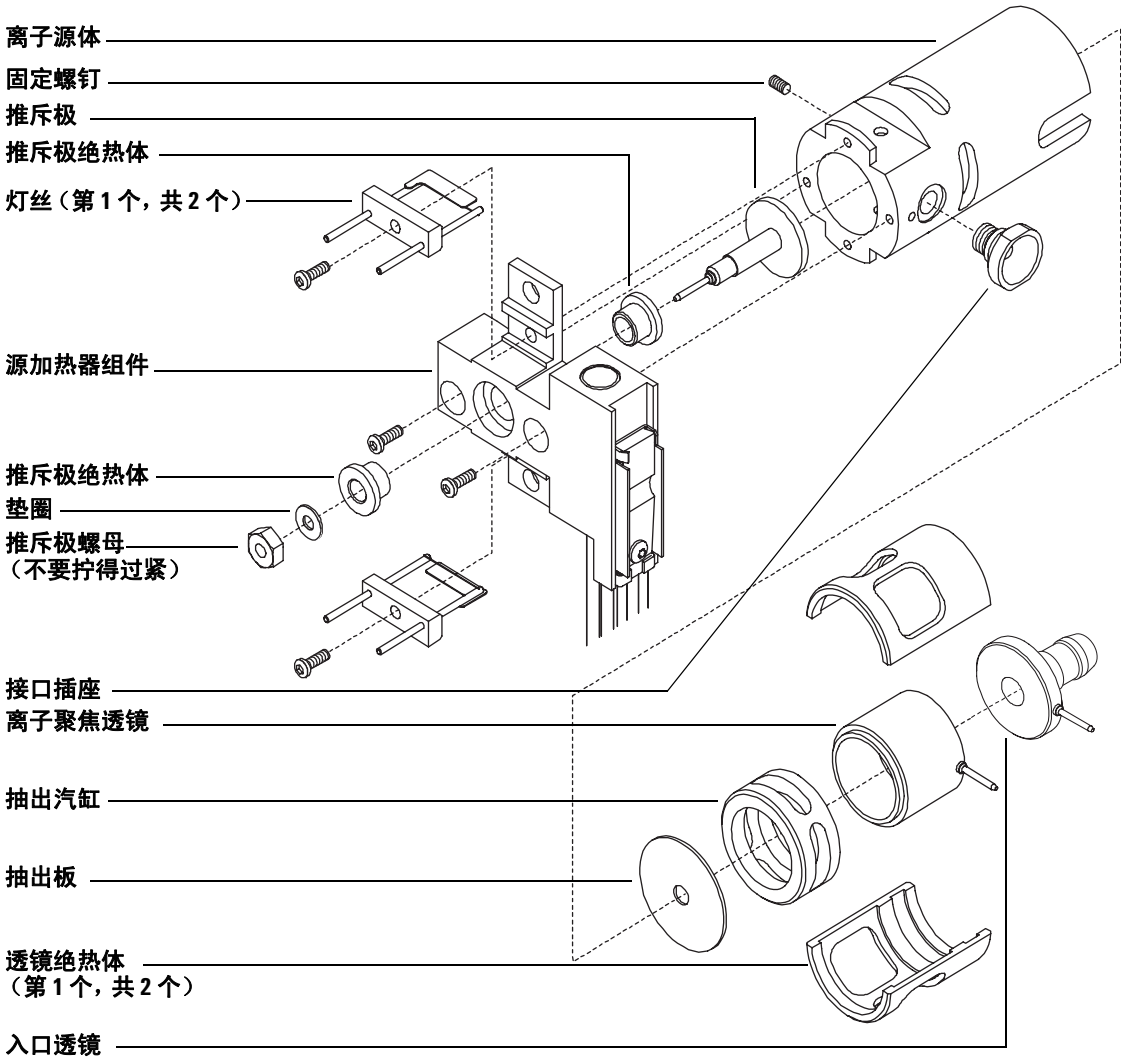

离子源体
固定螺钉
推斥极
推斥极绝热体
灯丝（第 1 个，共 2 个）
源加热器组件
推斥极绝热体
垫圈
推斥极螺母
（不要拧得过紧）
接口插座
离子聚焦透镜
抽出汽缸
抽出板
透镜绝热体
（第 1 个，共 2 个）
入口透镜

图 37 组装离子源

重新安装 EI 离子源

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 尖嘴钳子 (8710-1094)

过程



1 将离子源滑入源散热器 （图 38）。

2 安装并用手拧紧离子源指旋螺钉。不要将指旋螺钉拧得过紧。

3 连接离子源接线，如第 74 页的 “关闭分析仪箱”所示。关闭分析仪箱。

4 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页.

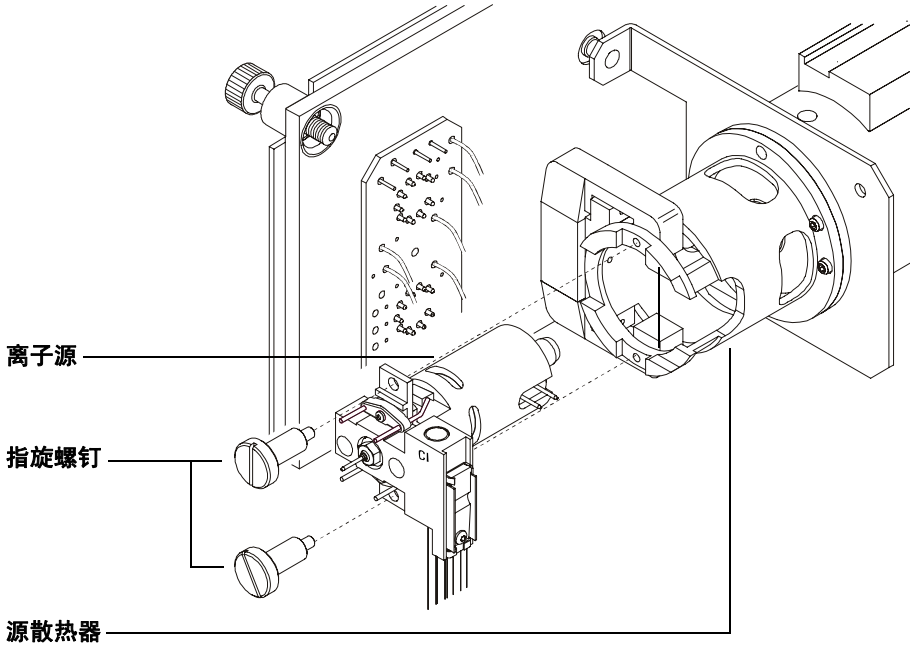


图 38 安装 EI 离子源

取下灯丝

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。
3 取下离子源。请参阅第 196 页。
4 取下要更换的灯丝 （图 39）。

警告 **分析仪工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

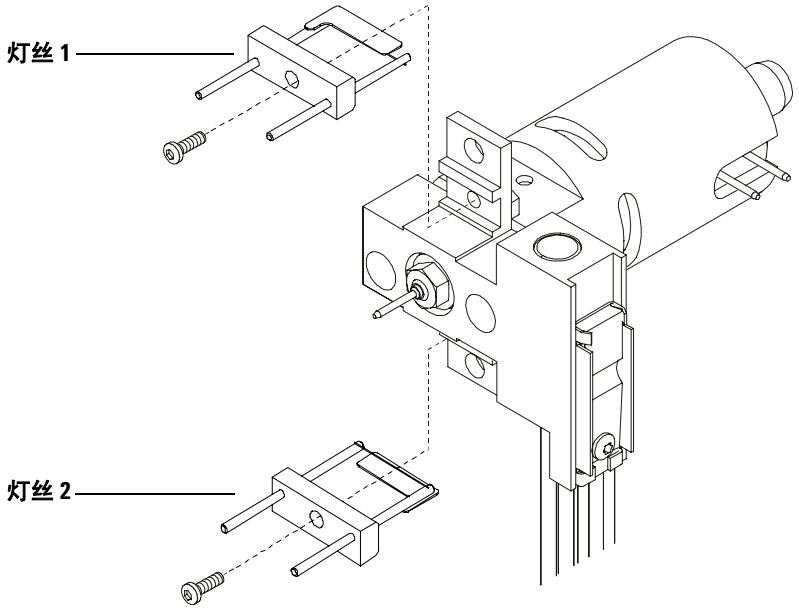


图 39 更换灯丝

重新安装灯丝

所需材料

- 灯丝组件 (G2590-60053)
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)

过程



1 安装新的灯丝 （图 39）。
2 拧下将灯丝固定在离子源体上的螺丝。
3 将灯丝组件滑出。
4 调整此组件的方向，以便使灯丝位于离子源体的旁边。
5 更换固定离子源体的螺丝。
6 安装灯丝后，请检验灯丝是否没有接地至离子源体。
7 重新安装离子源。请参阅第 207 页。
8 关闭分析仪箱。请参阅第 74 页。
9 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。
10 自动调谐 MSD。请参阅第 62 页。
11 在 “编辑参数”对话框 （仪器 / 编辑 MS 调谐参数）中，选择另一个灯丝。
12 再次自动调谐 MSD。
13 选择并使用给出最佳结果的灯丝。

    如果决定使用第一个灯丝，请再次运行自动调谐以确认调谐参数与该灯丝兼容。

14 从 “文件”菜单中选择**保存调谐参数**。

从离子源中取出加热器和传感器

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 六角螺母螺丝刀， 5.5 毫米 (8710-1220)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。

3 将离子源从源散热器中取出。请参阅第 196 页。

4 取下灯丝。

5 取下推斥极组件（图 40）。推斥极组件包括源加热器组件、推斥极和相关部件。

6 取下推斥极螺母、垫圈、推斥极绝热体和推斥极。

不必从加热部件中取下加热器和温度传感器。新购买的离子源加热器组件中已组装了这三个部件。

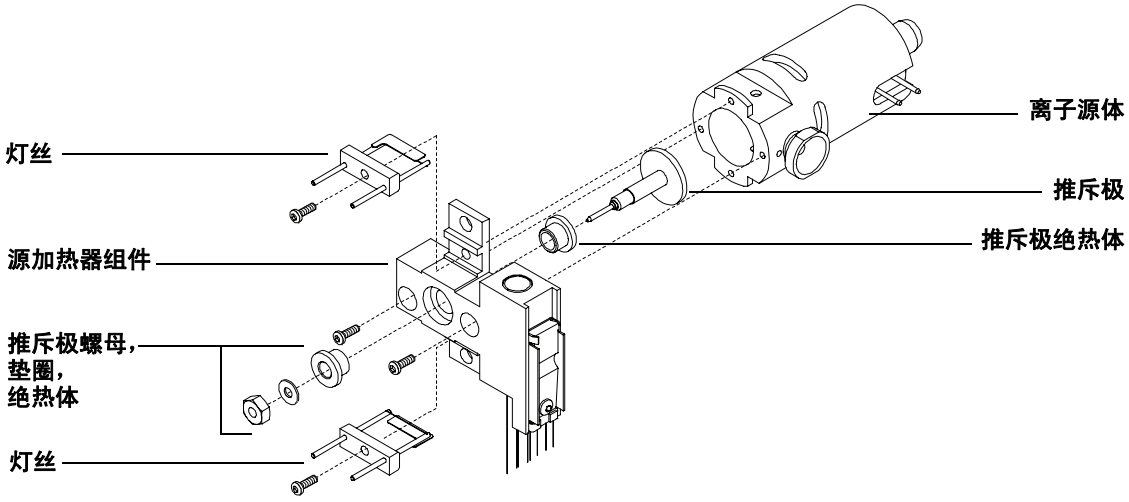


图 40 更换加热器和传感器

重新在离子源中安装加热器和传感器

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 六角螺母螺丝刀， 5.5 毫米 (8710-1220)
- 离子源加热器组件 (G2589-60177)

过程

1 打开新离子源加热器组件的包装。加热器、温度传感器和加热部件已经组装。

2 重新安装推斥极、推斥极绝热体、垫圈和推斥极螺母（图 40）。得到的组件叫做推斥极组件。

小心

不要过分拧紧推斥极螺母，否则陶瓷推斥极绝热体将在离子源加热时破裂。只用手拧紧螺母即可。

3 连接推斥极组件和离子源体。

4 重新安装灯丝。

5 将离子源重新装入源散热器。请参阅第 207 页。

6 将穿通板上的接线重新连入离子源。

7 将加热器和温度传感器上的接线重新连到穿通板上。

8 关闭分析仪箱。请参阅第 74 页。

9 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

从质量过滤器中取出加热器和传感器

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。
2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。
3 将质量过滤器加热器和温度传感器上的接线从穿通板上拔下。
4 将质量过滤器加热器组件从质量过滤器散热器中取出。

小心

不要触摸质量过滤器的触点接头。这可能会给侧板带来 ESD 损害。

在质量过滤器中重新安装加热器和传感器

所需材料

- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺丝刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 质量过滤器加热器组件 (G1099-60172)

过程

1 打开新质量过滤器加热器组件的包装（图 41）。加热器、温度传感器和加热部件已经组装。

2 在质量过滤器散热器的顶部安装加热器组件。

3 将加热器和温度传感器上的接线连到穿通板上。

4 关闭分析仪箱。请参阅第 74 页。

5 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

小心

不要触摸质量过滤器的触点接头。这可能会给侧板带来 ESD 损害。

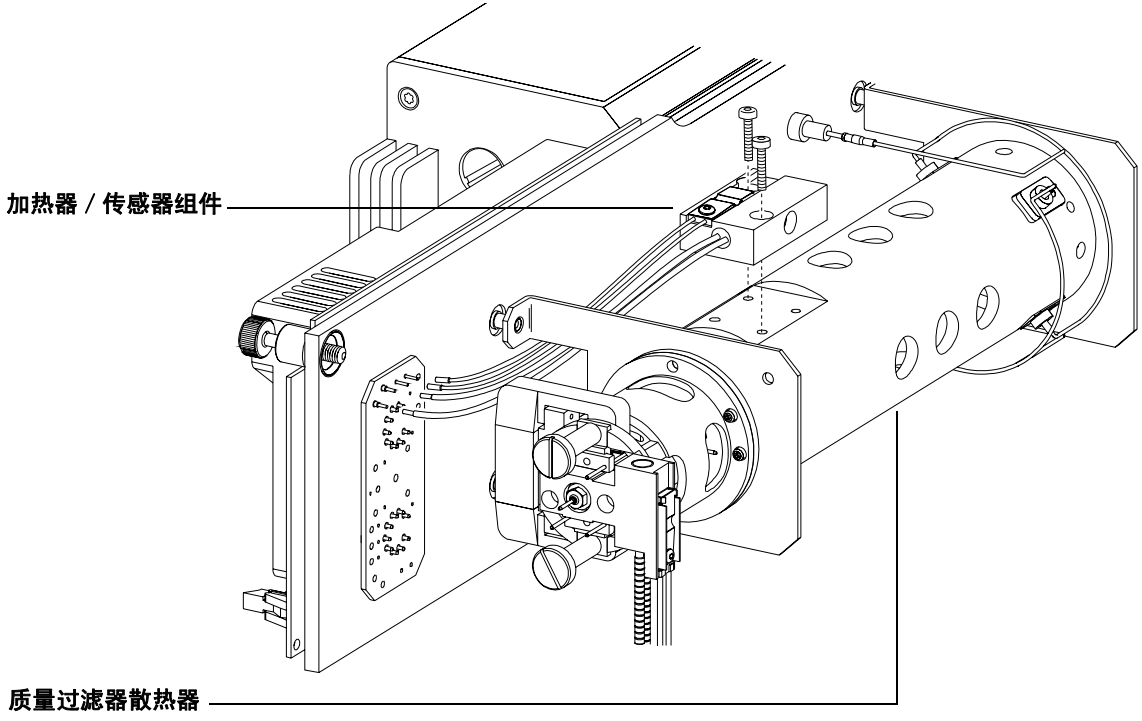


图 41 质量过滤器加热器和传感器

更换电子倍增器的喇叭

所需材料

- 电子倍增器喇叭 (05971-80103)
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 打开分析仪箱。请参阅第 71 页。



3 打开固定夹 （图 42）。将固定夹的两臂捏在一起然后向下转动固定夹。

4 取出电子倍增器喇叭。

5 安装新的电子倍增器喇叭。

6 合上固定夹。

喇叭上的信号针脚必须放在接触片中回形圈的***外侧***。***不要***将信号针脚放在接触片中回形圈的内侧。错误的安装将导致灵敏度下降或没有信号。

7 关闭分析仪箱。请参阅第 74 页。

8 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

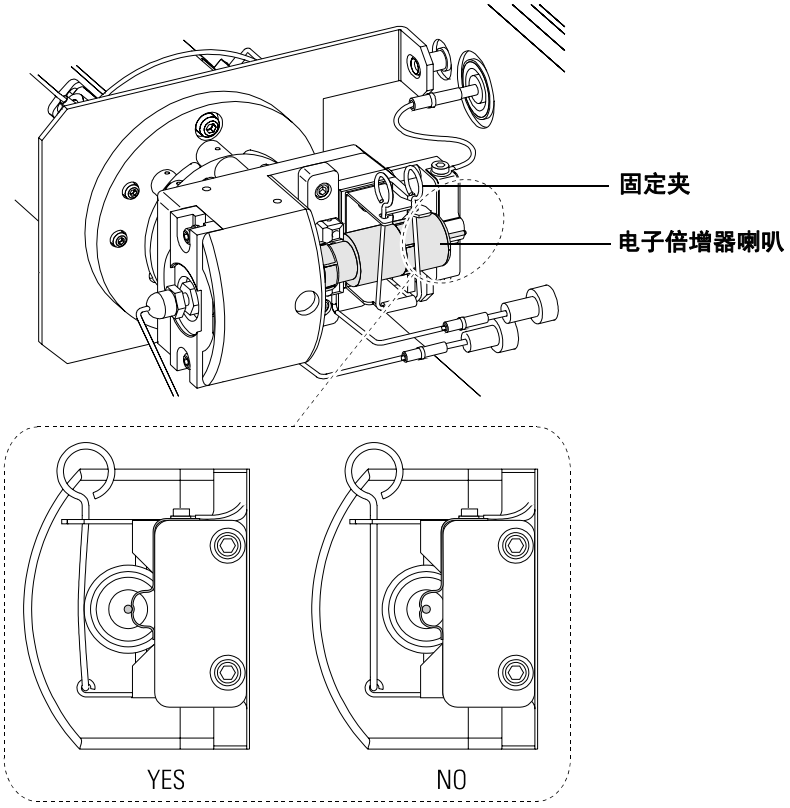


图 42 更换电子倍增器的喇叭

维护 GC/MSD 接口

GC/MSD 接口不需要定期维护

GC/MSD 接口中的加热器筒很少发生故障。一旦发生故障，则需更换加热器和传感器。本节包含取出并安装新的加热器和传感器的步骤。请参阅图 44。

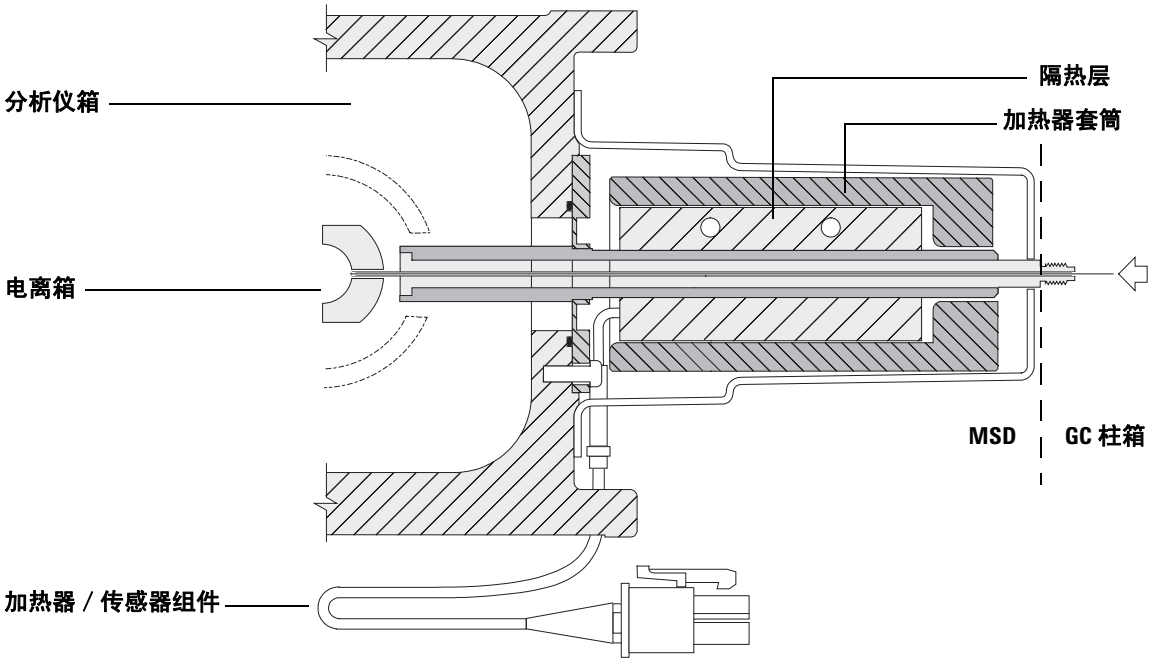


图 43 EI GC/MSD 接口

取出 GC/MSD 接口加热器和传感器

所需材料

- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)
- 六角螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)

过程

1 放空 MSD。请参阅第 69 页。

2 确认关闭了 GC/MSD 接口加热器。该加热器由 GC 控制并供电。

3 将 MSD 与 GC 分离。请参阅第 178 页。

4 取下 GC/MSD 接口的外壳。

警告 **GC/MSD 接口运行于高温下。它被隔热材料很好地包裹。确认在接触接口*之前*接口已经冷却。**

5 将隔热罩从 GC/MSD 接口中滑出 （图 44）。

6 拧松加热器套筒的两颗螺丝。

7 将加热器套筒从 GC/MSD 接口中滑出。可能需要***轻轻*** 撬开加热器套筒中的狭槽以使加热器套筒在接口中松动。

8 拧松定位螺丝，从加热器套筒中取出加热器和温度传感器。

热量和氧化作用常常导致加热器或温度传感器 （后者较少出现此情况）被 “焊接”在加热器套筒内。加热器套筒上有一些孔，通过这些孔可以直接到达加热器和传感器。可以将一根杆插入孔中将粘住的部件捅出。但是，要使加热器和传感器正常工作，它们必须与这些孔接触良好。如果很难取出加热器或传感器，则说明这些孔很可能已损坏，应更换加热器套筒。打磨这些孔不是可接受的解决方法，因为它将使孔扩大。

小心 在损坏的加热器套筒中安装新的加热器和传感器将导致加热区的性能下降，并缩短新部件的使用寿命。

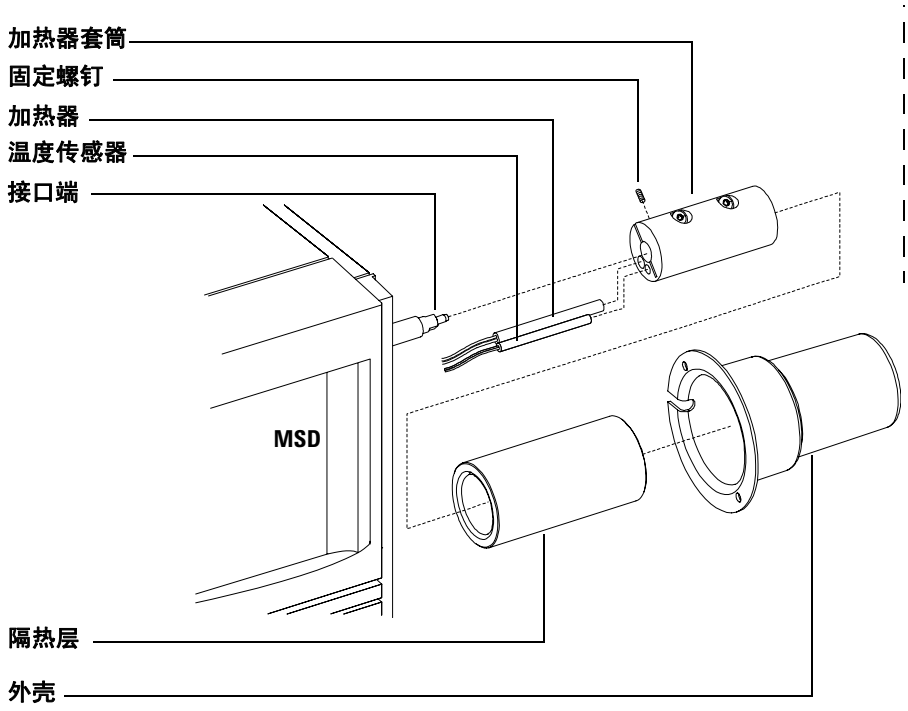


图 44 更换 GC/MSD 接口加热器和传感器

重新安装 GC/MSD 接口加热器和传感器

所需材料

- GC/MSD 接口加热器组件 (G1099-60107)
- 加热器套筒 (G1099-20210)。如果旧套筒损坏，请更换
- 螺丝刀， Torx T-15 (8710-1622)
- 六角螺丝刀， 1.5 毫米 (8710-1570)

过程

1 将新的加热器和温度传感器滑入加热器套筒中 （图 44）。

2 重新安装定位螺丝。

3 将加热器套筒滑到 GC/MSD 接口上。调整加热器套筒使螺丝位于顶部。拧紧各个螺丝，注意使螺丝受力均匀。

4 将隔热罩滑到 GC/MSD 接口上。

小心

隔热罩内表面上有一道浅槽。这道槽*必须*与加热器套筒中的螺丝头对齐。否则可能会使隔热罩破裂或损坏。

5 重新安装 GC/MSD 接口外壳。确认加热器和传感器的接线通过接口外壳中的断流器。

6 重新连接 MSD 和 GC。请参阅第 180 页。

7 重新将 GC/MSD 接口缆线接入 GC。重新安装毛细管色谱柱。

8 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

9 打开 GC。为 GC/MSD 接口和 GC 柱箱输入合适的温度设置值。

维护电子设备

计划维护

不需要定期更换 MSD 中的任何电子组件。不需要定期调整或校准 MSD 中的任何电子组件。避免对 MSD 电子设备做不必要的触摸。

电子组件

操作员可维护的电子组件非常少。主保险丝可由操作员更换。RF 线圈可由操作员调整。对电子设备的所有其他维护均应由 Agilent Technologies 服务代表来完成。

警告 **不正确地使用这些步骤将带来严重的安全风险。不正确地使用这些步骤还将严重损坏 MSD，或使其不能正常工作。**

警告 **除调整 RF 线圈外，在执行任何其他维护步骤前，都应放空 MSD 并拔下电源线。**

静电防护措施

MSD 中所有印刷电路板包含的组件均有可能被静电释放 (ESD) 损坏。除非绝对必要，否则请不要拿取或触摸这些电路板。此外，接线、触点和缆线可以将 ESD 传导至与它们相连的印刷电路板。对于质量过滤器 （四极）接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至侧板上的灵敏组件。ESD 损害可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低 MSD 的性能和稳定性。

当维护印刷电路板或附近组件以及维护其接线、触点或缆线与印刷电路板相连的组件时，请始终佩戴防静电接地腕带，并采取其他防静电措施。腕带应与已知的可靠接地端相连。如果办不到，则应将腕带与所维护设备的传导 （金属）部件相连，而*不应*连接至电子组件、暴露的接线或痕迹以及接头上的针脚。

如果必须维护从 MSD 中取下的组件或装配件，请采取额外的预防措施，如使用接地的防静电垫。这包括分析仪。

小心 **为使防静电腕带发挥作用，佩戴时需将其贴近腕部（无需过紧）。松弛的腕带将无法提供防静电保护。**

小心 **防静电措施并不是百分之百有效。尽可能减少拿取电路板的次数并只应接触板的边缘。请不要触摸组件、暴露的痕迹、接头中的针脚以及缆线。**

更多可用信息

如果需要了解有关电子组件功能的更多信息，请参阅第 11 章，第 279 页的 “电子设备”。

本章中的大部分步骤都在视频剪辑中有示范。

调整四极杆频率

所需材料

- 大平头螺丝刀 (8730-0002)

过程

1 确认 MSD 处于热平衡状态。所有加热区达到设置值*之后* 至少仍需要 2 小时 MSD 才能达到热平衡。

2 打开分析仪外壳。请参阅第 67 页。

警告 **切勿取下任何其他外壳。这些外壳下存在危险电压。**

3 确认侧板上的 RF 外壳牢固，没有缺少螺丝。松动的 RF 外壳或缺少螺丝将*严重*影响线圈调整。

4 在 “调谐和真空控制” 视图中，从 “执行” 菜单中选择**优化四极杆频率**。

5 输入 *m/z* 值 100。

6 缓慢旋转四极杆频率调整螺丝使显示的电压最小 （图 45）。

交替旋转调整螺丝。每次每个螺丝只旋转一点。保持螺丝的伸出量 *œ±µ»*。最小电压通常在 70 到 100 mV 之间。

小心 **不要使用硬币调整螺丝。如果将硬币掉落，它将落入电子设备的风扇中从而导致严重的损害。**

7 当电压最小化后，单击**停止**。

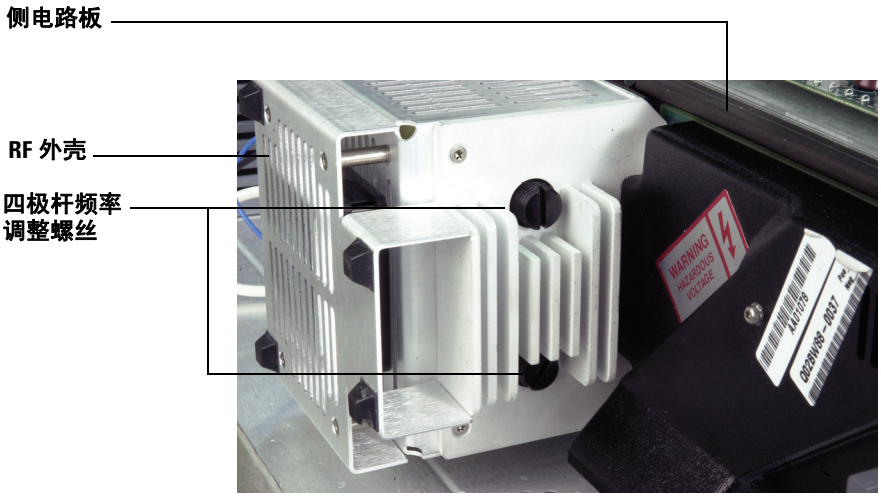


图 45 调整四极杆频率

8 对于 *m/z* 650 重复步骤 4 到 7。最小电压通常在 300 到 340 mV 之间。

9 退出 “设置优化四极杆频率” 程序。

10 从 “执行” 菜单中选择 **MS 关闭**。

11 关闭分析仪外壳。

12 调谐 MSD。请参阅第 62 页。

更换主保险丝

所需材料

- 保险丝， T8 A， 250 V (2110-0969) - 需要 2 根
- 螺丝刀，平头 (8730-0002)

主保险丝出现问题最可能的原因是前级泵发生故障。如果 MSD 中的主保险丝出现故障，请检查前级泵。

过程

1 放空 MSD （第 69 页）并从电源插座上拔下电源线。

如果其中一根保险丝已发生故障，MSD 将已经关闭，但为了安全，您仍应关闭 MSD 的电源开关，拔下电源线。不需要让空气进入分析仪箱。

警告 **当 MSD 与电源相连时绝对不可更换主保险丝。**

警告 **如果使用氢气作为 GC 载气，供电故障可导致氢气在分析仪箱中积累。在这种情况下，需要进一步的防护措施。请参阅第 23 页的 “氢气安全”。**

2 逆时针旋转其中一个保险丝座 （图 46）直到它弹出。保险丝座中装有弹簧。

3 从保险丝座中取出旧保险丝。

4 在保险丝座中安装新的保险丝。

5 重新安装保险丝座。

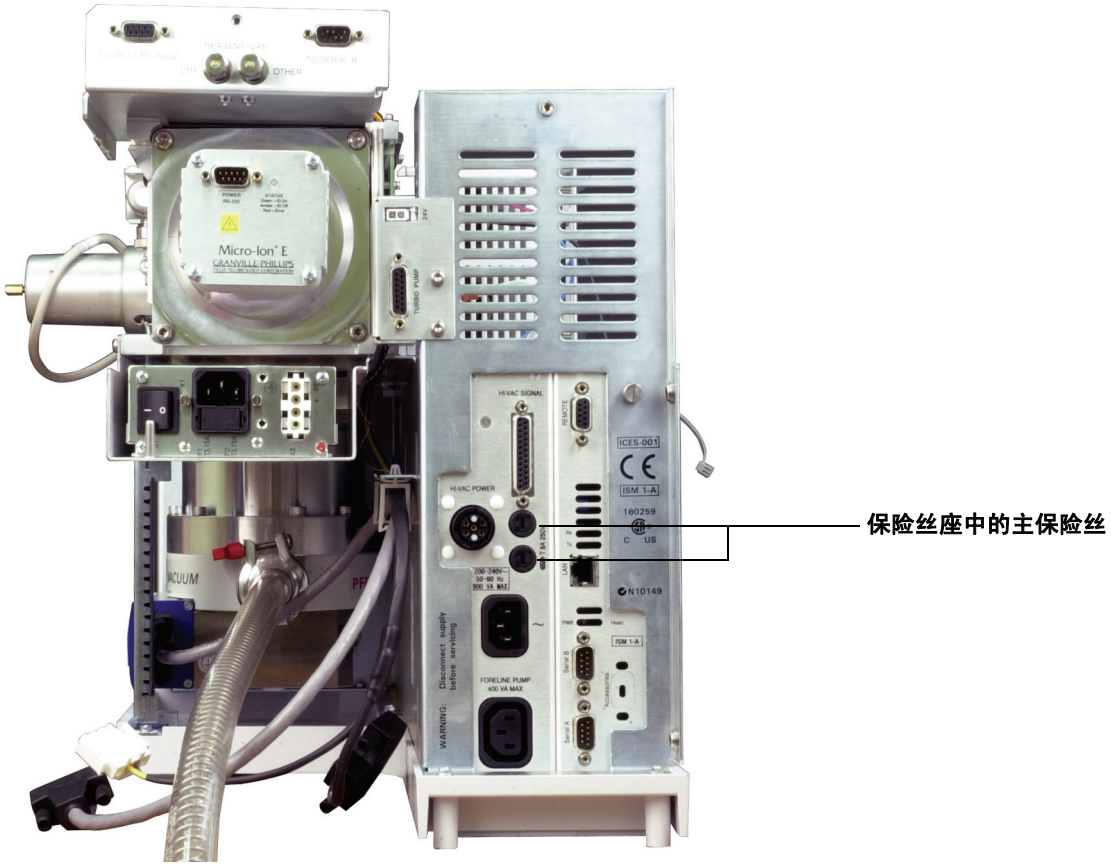


图 46 主保险丝

6 对另一根保险丝重复步骤 3 到 6。始终同时更换两根保险丝。

7 将 MSD 电源线重新插入电源插座。

8 对 MSD 抽气。请参阅第 78 页。

7 一般维护

8
CI 维护

概述 232
离子源清洁 232
氨气 232
设置 MSD 进行 CI 操作 233
指导原则 233
安装 CI 离子源 234
安装 CI 接口端密封 235
清洁 CI 离子源 236
尽量减少氨气对前级泵的损害 238
更换甲烷 / 异丁烷气体净化器 239
清洁反应气供气管线 240
重新注满 CI 校准样品瓶 241

本章介绍的维护步骤和要求只适用于配有化学电离硬件的 5975 系列 MSD。

概述

离子源清洁

在 CI 模式下操作 MSD 的主要影响是需要更频繁地清洁离子源。在 CI 操作中，离子源箱的污染速度比 EI 操作更快，因为 CI 需要的离子源压力更高。

警告 **执行任何维护步骤时如果用到有害溶剂请务必使用通风橱。务必在通风良好的房间内操作 MSD。**

氨气

使用氨气作为反应气时需要增加前级泵的维护次数。氨气可使前级泵油更快地分解。因此，需要更加频繁地检查和更换前级真空泵中的油。

使用氨气后必须使用甲烷吹扫 MSD。

安装氨气时应确认储气罐处于竖直位置。这有助于防止液态氨流入流量控制模块。

设置 MSD 进行 CI 操作

设置 MSD 在 CI 模式下操作时，需要特别注意避免污染和气体泄漏。

指导原则

- 在 EI 模式下放空前，应确认 GC/MSD 系统工作正常。请参阅第 63 页的 “验证系统性能”。
- 确认反应气进样口管线上装有气体净化器（对氨气不适用）。
- 使用超高纯度反应气；甲烷应为 99.99% 或更高纯度，其他反应气的纯度应尽可能高。

安装 CI 离子源

小心 释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的抗静电腕带。
打开分析仪箱*之前*应采取其他防静电预防措施。

过程

1 放空 MSD 并打开分析仪。请参阅第 69 页。
2 拆下 EI 离子源。请参阅第 196 页。
3 从存放盒中取出 CI 离子源，并将该离子源插入到散热器中。
4 重新安装指旋螺钉 （图 47）。
5 按照第 74 页的 “关闭分析仪箱”的说明连接接线。

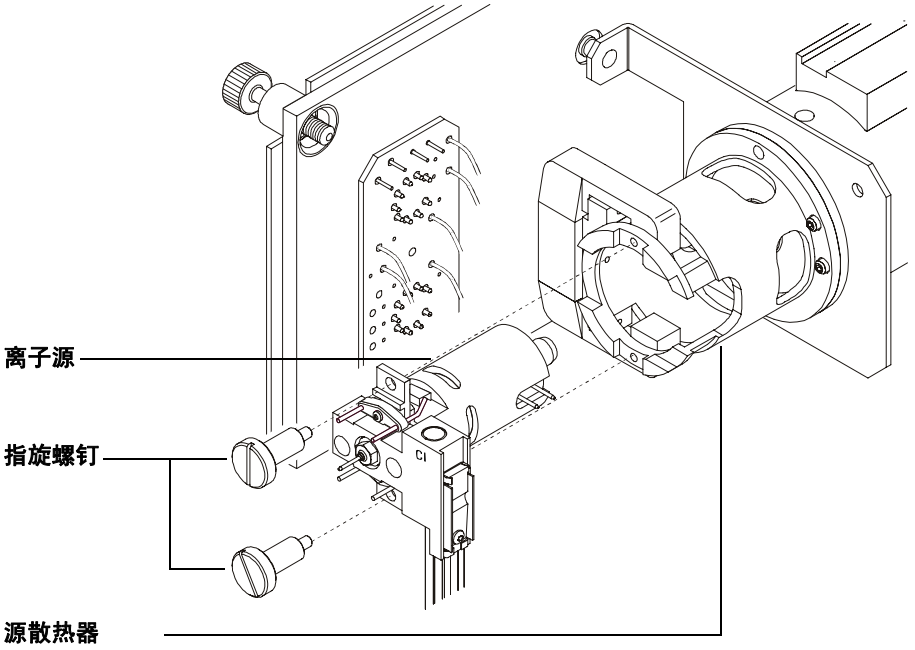


图 47 安装 CI 离子源

安装 CI 接口端密封

所需材料

- 接口端密封 (G1099-60412)

  CI 操作中接口端密封必须到位。这对于在 CI 操作中达到足够的离子源压力是必需的。

小心

释放到分析仪组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的抗静电腕带。
打开分析仪箱*之前*应采取其他防静电预防措施。

过程



1 从离子源存放盒中取出密封垫。

2 确认 CI 离子源已安装。

3 将密封放到接口末端上。请参阅图 48。要取下密封，请按相反顺序操作。

4 ***轻轻地*** 检查分析仪和接口是否对准。

  当分析仪正确对准时，除了来自接口端密封的弹簧张力外，可以毫无阻力地关闭分析仪。

小心

如果各部件没有对准便强行关闭分析仪可损坏密封、接口或离子源，或使侧板不能密封。

5 可通过在铰链上扭动侧板对准分析仪和接口。如果分析仪仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。

清洁 CI 离子源

CI 离子源的清洁要求与 EI 离子源稍有不同。请观看 5975 系列 MSD CD-ROM 中的视频剪辑。

清洁频率

由于 CI 离子源的工作压力远高于 EI 离子源，因此需要对它进行更频繁的清洁。清洁离子源不是计划的维护步骤。一旦出现了与离子源变脏有关的性能异常，此时便应该清洁离子源。有关指示离子源变脏的征兆，请参阅第 141 页的“CI 故障排除”。

仅凭肉眼观察 CI 离子源的外观不能确定其是否清洁。 CI 离子源上可能几乎没有污渍，但仍需要清洁。应将分析性能作为是否需要清洁的指导。

过程



清洁 CI 离子源的步骤（图 48）与清洁 EI 离子源的步骤非常类似。请参照*第 200 页的 “清洁 EI 离子源”*中的步骤进行清洁，但有以下例外：

- CI 离子源看起来可能并不脏，但化学电离留在上面的沉淀物质可能很难清除。彻底清洁 CI 离子源。
- 使用圆的木质牙签轻轻清洁离子源体中的电子入口孔和抽出板中的离子出口孔。
- 不要使用卤化溶剂。最后冲洗时使用己烷。

小心 不要使用卤化溶剂清洁 CI 离子源。

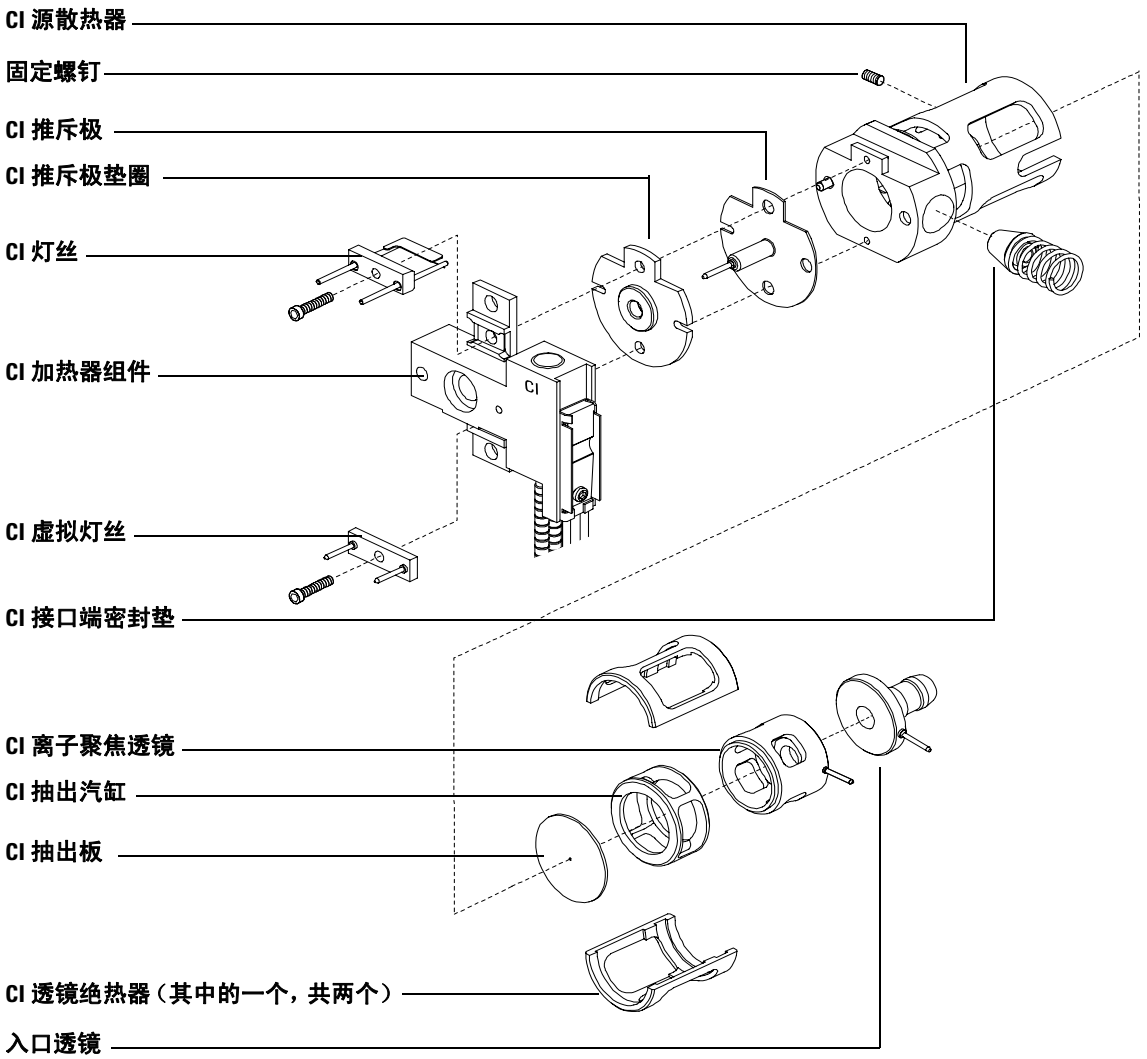


图 48 CI 离子源的分解视图

尽量减少氨气对前级泵的损害

每天进行一小时的空气压载可从泵油中除去大部分氨气。这将大大延长前级泵的使用寿命。

小心 只有当前级泵处在正常操作温度下时才可执行此步骤。如果前级泵已冷却，空气中的水蒸气可使氨气凝结在气镇阀上。

过程

1 旋转前级泵上的气镇阀 （图 49）直到 **1** 对齐。前级泵的声音会变得很大。

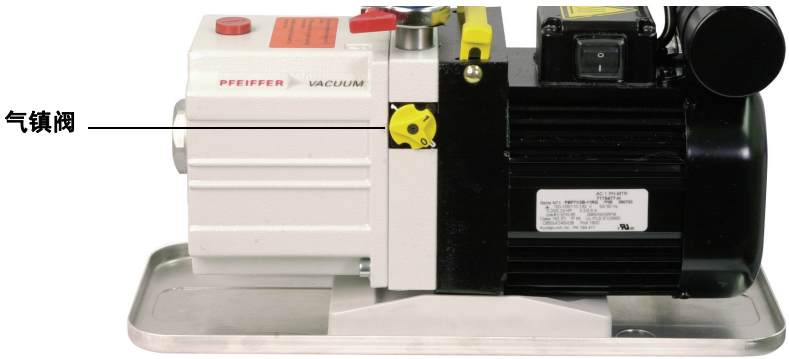


图 49 尽量减少氨气的损害

2 将气镇阀开启一个小时。压载前级泵时可以继续运行样品。

3 通过对齐 **0** 关闭气镇阀。如果一直打开气镇阀将损失泵油并损害前级泵。

小心 使用氨气后必须使用甲烷吹扫流量控制模块。使用氨气反应气还要求每隔 2 到 3 个月更换一次前级泵油，而不是通常的 6 个月一次。

更换甲烷 / 异丁烷气体净化器

所需材料

- 甲烷 / 异丁烷气体净化器 (G1999-80410)
- 1/8 英寸管的前垫圈 (5180-4110)
- 1/8 英寸管的后垫圈 (5180-4116)
- 管线切割器 (8710-1709)

使用四罐反应气后应更换甲烷 / 异丁烷气体净化器。根据气体的纯度和打开气体净化器的盖子并安装净化器时的操作，这一更换频率可以有所变化。如果气体净化器上游有严重的漏气现象，氧气和湿气收集器中减少的金属将很快被耗尽。

过程



1 安装甲烷 / 异丁烷气体净化器时，请按照标签上有关安装和更换间隔的说明进行。

小心 **在准备安装气体净化器之前不要取下盖子。只取下气流中的盖子以防止被空气污染。**

警告 **甲烷是易燃气体。打开气流阀门前熄灭操作区域中的所有明火。**

2 断开旧过滤器上的接头。

3 取下气体净化器出口管上的垫圈。使用管线切割器切下带有垫圈的管线的末端。

4 安装新的过滤器。

5 吹扫新的过滤器。

6 盖上旧过滤器的盖子准备送往厂家用于再生。请查看铭牌上的说明。

清洁反应气供气管线

所需材料

- 清洁干燥的氮气
- 热气枪
- 管线切割器 (8710-1709)

过程

如果反应气管线被污染，可以进行清洁。

1 将反应气管线与供气源、气体净化器和 MSD 断开。
2 按照铭牌上的说明盖上气体净化器的盖子。
3 将管线的一端与清洁干燥的氮气供气源相连，打开气流阀门。
4 使用热气枪加热管线，从气源端到自由端。
5 对需要清洁的其他管线重复这一过程。
6 重新将管线与供气源、气体净化器和 MSD 连接。请按照气体净化器铭牌上的说明进行操作。

警告 **有反应气流过时不要加热气体管线。**

小心 不要让液体进入管线。管线与 MSD 连接时不要对其加热。

重新注满 CI 校准样品瓶

所需材料

- PFDTD 校准液 (8500-8130)

过程

1 将反应气流设为**气体关闭**。

2 放空 MSD。请参阅第 69 页。



3 将毛细管色谱柱从 GC/MSD 接口中取出。

4 将 MSD 从 GC 处拉开以便露出校准样品瓶和阀门。请参阅第 178 页。

5 松开固定校准样品瓶的套环。不要取下套环。

6 取下校准样品瓶。

小心

***不要*使用任何溶剂冲洗样品瓶。*绝对不要*使含氯溶剂或异丙基乙醇或水进入样品瓶内部—这将严重降低 CI 的灵敏度。**

7 将新鲜的 PFDTD 校准液 (8500-8130) 注入样品瓶，液面高度不超过内部导管的底端。

8 重新装入样品瓶并拧紧套环。

9 重新将 MSD 放到 GC 旁。请参阅第 180 页。

10 重新安装毛细管色谱柱。

11 对 MSD 抽气。请参阅第 91 页。

12 吹扫校准阀。请参阅第 183 页。

小心

取下校准样品瓶后，*必须*吹扫校准阀。不这样做将严重污染离子源并损坏灯丝和电子倍增器。

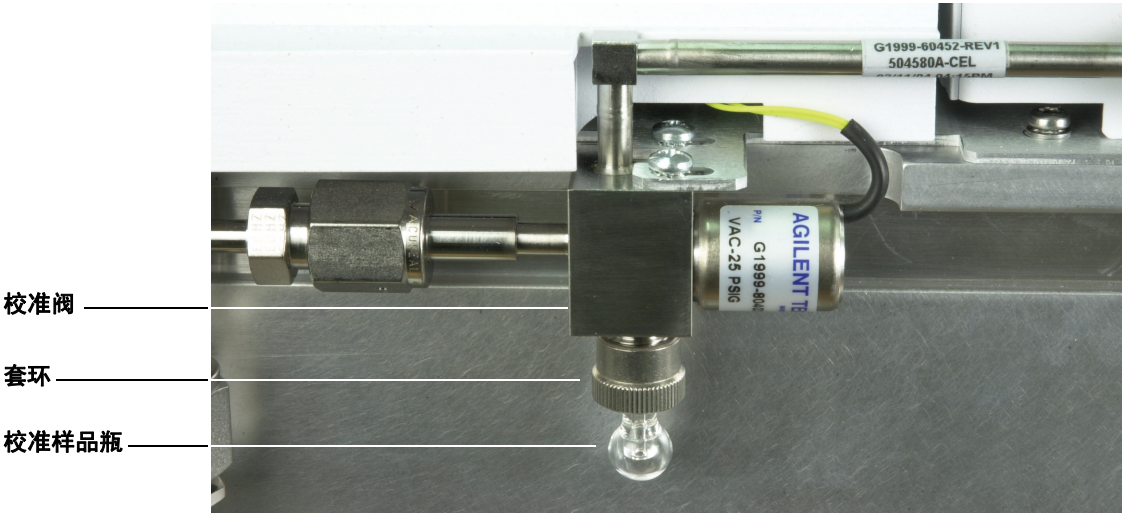


图 50 CI 校准阀和样品瓶

9 真空系统

真空系统组件 244
真空系统常见问题 245
前级泵 246
涡轮分子泵系统 248
分析仪箱 249
侧板 250
真空密封垫 252
面密封垫 252
KF (NW) 密封垫 252
压缩密封垫 252
高压馈通密封垫 253
涡轮分子泵和风扇 254
校准阀和排放阀 255
Micro-Ion 真空计 258

本章说明了 MSD 真空系统的组件。

真空系统可产生 MSD 运行所需的高真空（低压）。如果没有真空，则分子平均自由程会非常短，且离子在到达检测器之前会与空气分子发生碰撞。在高压下运行也会损坏分析仪组件。

真空系统组件

真空系统部件在图 51 中标出。

- 前级 （粗真空）泵
- 高真空泵 （涡轮分子泵）
- 分析仪箱
- 侧板 （分析仪门）、前端板和后端板
- 真空密封垫
- 校准阀和排放阀
- 真空控制电子设备
- 真空计和真空计控制电子设备

上述部件都将在本章中进行详细讨论。

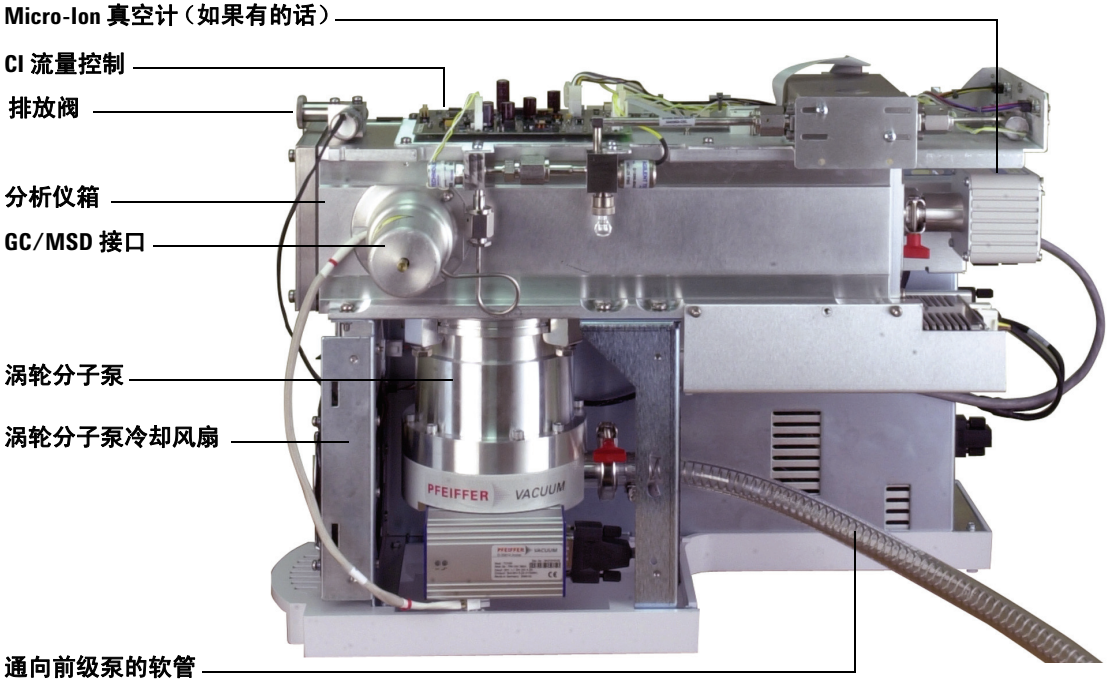


图 51 真空系统组件

真空系统常见问题

与真空系统有关的最常见问题就是漏气。漏气征兆包括：

- 前级泵发出较大的汩汩声 （严重泄漏）
- 涡轮分子泵无法达到正常转速的 95%
- 读数比正常高真空计控制器的读数大

5975 系列 MSD *不能* 成功抽气，除非在打开 MSD 电源时按紧侧板（分析仪门）。继续按紧侧板直到前级泵发出的汩汩声消失时为止。

抽气故障关闭

如果系统无法正常抽气，则系统将关闭高真空泵和前级泵。导致 MSD 涡轮分子泵关闭的一种情况是涡轮分子泵的转速在 7 分钟后低于正常转速的 80%。

这通常是由于***大量***漏气造成的：侧板未正确密封或排放阀仍然处于打开状态。该功能有助于防止前级泵从系统吸入空气，因为这会损坏分析仪和泵。

重新启动 MSD，找到并解决漏气问题，然后关闭电源再重新打开。确保在打开 MSD 电源时按紧侧板以确保密封良好。

前级泵

前级泵（图 52）会减小分析仪箱内的压力，以便高真空泵能够运行。它还会减轻高真空泵的气体负载。前级泵通过一根 130 厘米长的软管（称为前级软管）连接到高真空泵。

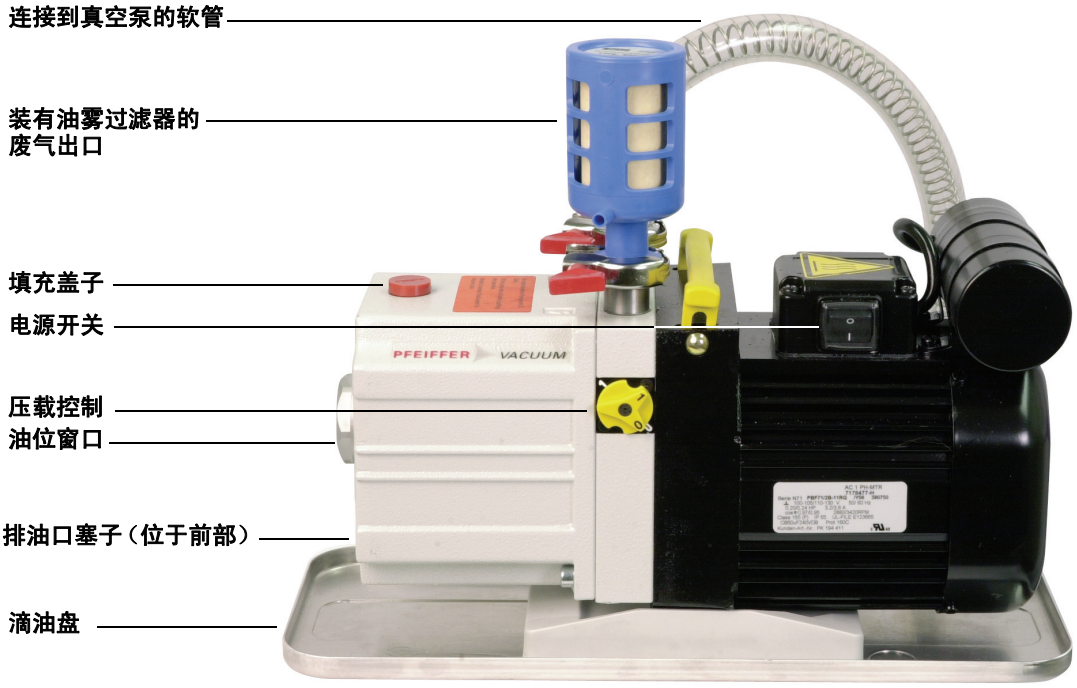


图 52 前级泵

前级泵属于双级旋片式泵。打开 MSD 电源时泵即打开。前级泵有一个内置的防倒吸阀，一旦发生电源故障，有助于防止出现倒流。

前级泵可放置在 MSD （排气出口在后面）后面的分析仪箱下，或放置在 MSD 下面的地板上。

集油器（未显示）是可用的，用来过滤前级泵废气中的泵油。该集油器*只能*阻挡泵油。如果您正在分析有毒化学物质或正在使用有毒溶剂，或者您拥有 CI MSD，请不要使用集油器。而应安装一个内径为 11 毫米的软管导出实验室中的废气。

警告 **前级泵废气中包含微量溶剂、分析物和前级泵油。该集油器只能阻挡泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。如果您正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请取下集油器并安装一根软管以便将前级泵废气排放到室外或排入通风橱内。**

小心 请勿将前级泵放置在任何对震动敏感的设备附近。

小心 压载控制旋钮控制允许进入泵的空气量。除非正在压载泵，否则压载控制应始终保持关闭状态 （顺时针满旋）。

前级泵前面的窗口 （观察孔）显示前级泵油液位。窗口旁边有两个标记。泵油液位绝对不可高于上面的标记或低于下面的标记。如果泵油液位在下面的标记附近，请添加前级泵油。

前级泵下的油盘可能引起火灾

油盘中的油布、纸巾和类似的吸收物质可能起火，因而破坏 MSD 的其他部件。

警告 **放在前级 （粗真空）泵下方、上方或旁边的可燃物质 （或易燃 / 不易燃的灯芯材料）会构成火灾危险。保持油盘清洁，不要将纸巾之类的吸收物质留于其中。**

涡轮分子泵系统

5975 系列 MSD 可装有一个或两个涡轮分子泵。两个泵都指的是涡轮分子泵。泵的选择将决定 MSD 可支持的最大色谱柱流量（表 21）。

两个涡轮分子泵都具有可将碎屑挡在泵外的屏幕，但并不需要隔板。涡轮分子控制器控制泵转速，没有前级真空计。

表 21 泵类型和最大流量

型号	说明	推荐的最大色谱柱流量，mL/min
G3171A	标准涡轮分子泵	2.0
G3172A	性能涡轮分子泵	4.0
G3174A	CI 高质量性能涡轮分子泵	4.0

大多数真空系统的运行是自动进行的。操作员通过数据系统或本地控制面板进行交互操作。真空系统的监测由数据系统、本地控制面板和选配的真空计控制器共同完成。

分析仪箱

分析仪箱（图 53）是分析仪运行的地方。多管是由铝合金压制加工而成的。使用面板封闭分析仪箱侧面、前面和后面的大开口。 O 形环为板和多管之间提供密封垫。多管和板的端口提供有 Micro-Ion 真空计、校准阀、排放阀、 GC/MSD 接口和涡轮分子泵的安装点。

涡轮分子泵和涡轮分子控制器固定架直接固定在多管上。

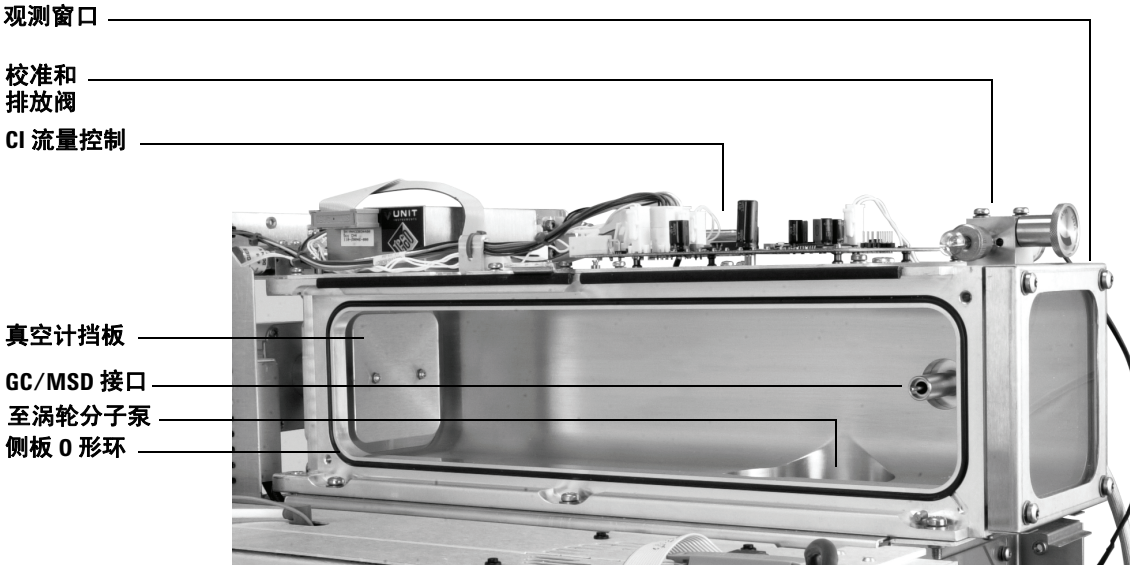


图 53 分析仪箱

侧板

侧板 （图 54）盖住分析仪箱侧面的大开口。使用铰链将侧板连接到多管。分析仪组件连接到分析仪箱内的侧板上。铰链使得侧板可自多管处旋转以便接近分析仪。

侧板上装有几个电子馈通。使用电线连接馈通与分析仪组件。将电子设备的侧板安装在分析仪箱侧板的外侧。

指旋螺钉位于侧板的各个边上。

小心 仅在运输或存储时才拧紧侧板指旋螺钉。正常运行时，两个指旋螺钉都应松开。在使用氢气载气或易燃易爆 CI 反应气进行操作时，前指旋螺钉只用手指拧紧就可以了。过度拧紧会使侧板扭曲而导致漏气。切勿使用工具拧紧侧板指旋螺钉。

小心 在接通电源对 MSD 进行抽气时，要确保按紧侧板以确保密封良好。

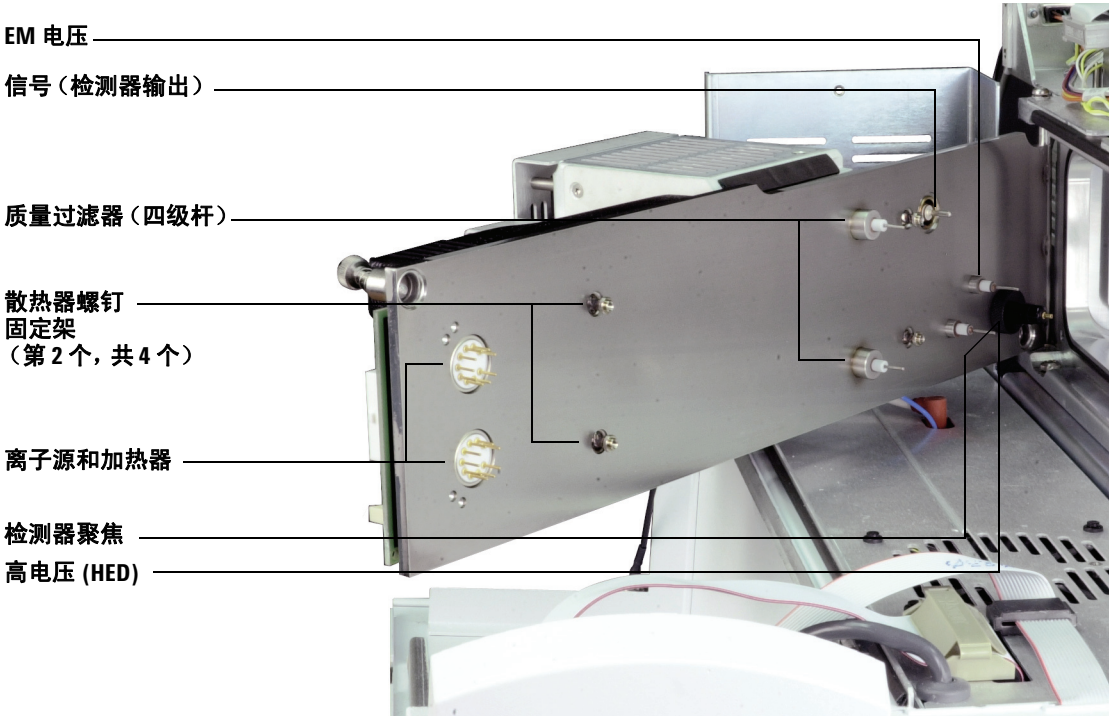

EM 电压
信号（检测器输出）
质量过滤器（四级杆）
散热器螺钉
固定架
（第 2 个，共 4 个）
离子源和加热器
检测器聚焦
高电压 (HED)

图 54 侧板馈通

真空密封垫

真空密封垫如图 55 所示。

有几种类型的 Viton 弹性 O 形环密封垫，用来防止空气进入分析仪箱。所有这些 O 形环和它们密封的表面都必须保持清洁且没有刮痕。一根头发，一片棉绒或任何刮痕都会导致严重的真空泄漏。使用 Apiezon L 真空润滑脂***轻微地*** 润滑以下两个 O 形环：侧板 O 形环和排放阀 O 形环。

面密封垫

面密封垫是一种适合于浅槽的 O 形环。密封表面通常是平板。多管侧板和端板 O 形环适合于分析仪箱大开口周围的槽。当 MSD 通电进行抽气时必须将侧板旋转到与侧板 O 形环紧靠的位置以确保密封良好。

将前端板和后端板固定在多管上，不必移动。用三个螺钉将 GC/MSD 接口拧紧到多管上。

用两个螺钉将校准阀组件拧紧在前端板上。将排放阀旋钮拧入前端板。前端板槽内的小 O 形环提供有真空密封垫。

KF (NW) 密封垫

高真空泵、前级真空计和前级泵的大多数密封垫都是 KF 密封垫。KF 密封垫有一个由中心环支持的 O 形环。中心环可以在 O 形环内侧，也可以在 O 形环外侧。夹具压紧两个紧靠 O 形环的法兰以实现密封。 KF 夹具不可过度拧紧。

压缩密封垫

压缩接头由分析仪箱上的一个螺纹接头和一个带有密封垫圈与 O 形环的螺纹套环组成。圆柱形的部件可伸入套环内部。拧紧套环，压紧密封垫圈，从而压紧部件周围的 O 形环。校准样品瓶使用压缩密封垫。

高压馈通密封垫

高压 (HED) 馈通密封垫是使用螺纹套环压靠在侧板上的 O 形环。

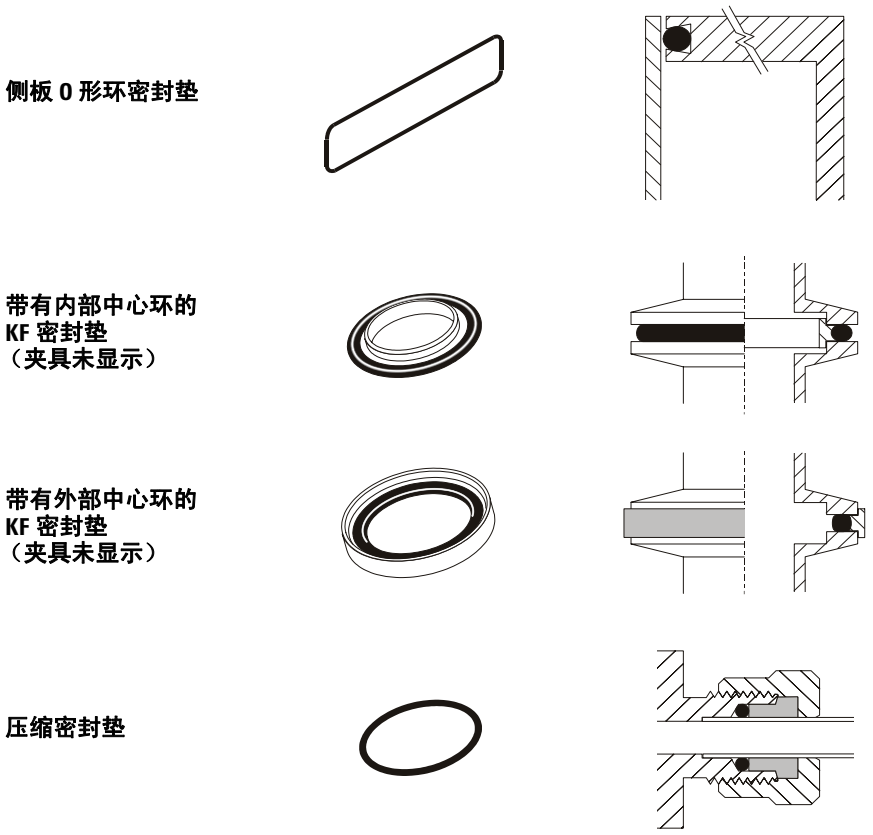


图 55 真空密封垫

涡轮分子泵和风扇

涡轮分子泵直接固定在分析仪箱底部。

涡轮分子泵包括一个圆柱体，其进样口开向分析仪箱内。泵体内是一个中心轴或气缸。多组小叶片 （螺旋桨片）从中心轴向外呈辐射状。轴的转速在性能涡轮分子泵中为每分钟 60,000 转，在标准涡轮分子泵中为每分钟 90,000 转。

涡轮分子泵通过动力传递传送气体。涡轮叶片是有角度的，因此当其撞击气体分子时是向下偏转的。各组叶片将气体分子向下推进到泵出口。前级泵通过软管连接到涡轮分子泵出口。它将到达出口的气体分子带走。

控制器可调节到达泵的气流并监测泵发动机的转速和温度。冷却风扇位于涡轮分子泵和 MSD 前面板之间。风扇从 MSD 外吸入空气，并将空气吹向泵。

MSD 电源打开时涡轮分子泵将自动打开。当涡轮分子泵的转速大于正常转速的 80% 时，系统会打开分析仪，但泵通常以正常转速运行。涡轮分子泵 MSD 通常将指示压力维持在低于 8×10^{-5} Torr，从而使性能涡轮分子泵的氦气色谱柱流量高达 4 mL/min，使标准涡轮分子泵的氦气色谱柱流量高达 2 mL/min。仅当 MSD 系统装备了可选真空计控制器后方可测量压力 （真空）。

涡轮分子泵可快速转动起来 （启动）并且能够快速停止转动 （停止）。这简化了抽气和通风过程。从最初通电，系统可在 5 到 10 分钟内将 MSD 抽至运行压力。

另请参阅

- *对 MSD 进行抽气*，第 78 页
- *放空 MSD*，第 69 页
- *涡轮分子泵控制*，第 285 页

校准阀和排放阀

校准阀

校准阀 （图 56）是配有盛装调谐化合物样品瓶的电动机械阀。当校准阀打开时，样品瓶中的调谐化合物扩散到离子源中。EI MSD 有一个校准阀，CI MSD 还有一个控制 CI 调谐化合物的校准阀。这两个阀由 MSD ChemStation 控制。

EI 校准阀

一个小 O 形环提供了一个面密封垫。

标准涡轮分子泵 MSD 的校准阀受到的限制比性能涡轮分子泵 MSD 的少，这样每一个真空系统都能实现正常的校准剂扩散。

全氟三丁胺 (PFTBA) 是 EI 运行最常用的调谐化合物。 MSD 自动调谐需要 PFTBA。其他化合物可以用于手动调谐。

CI 校准阀

CI 调谐化合物是全氟二甲基三氧十二烷 (PFDTD)。CI 校准阀是反应气流量控制模块的组成部分。该阀由 ChemStation 软件控制。在 CI 自动调谐或手动调谐期间，该阀可以自动打开，使 PFDTD 扩散通过 GC/MSD 接口进入到离子源。

排放阀

将排放阀旋钮 （图 57）拧入校准阀前面的螺纹端口 O 形环压在旋钮和阀之间形成密封。旋钮的螺纹末端有一个空气通道，当旋钮部分旋开时，允许空气流入多管。如果将旋钮旋开过大， O 形环就会从槽中出来。

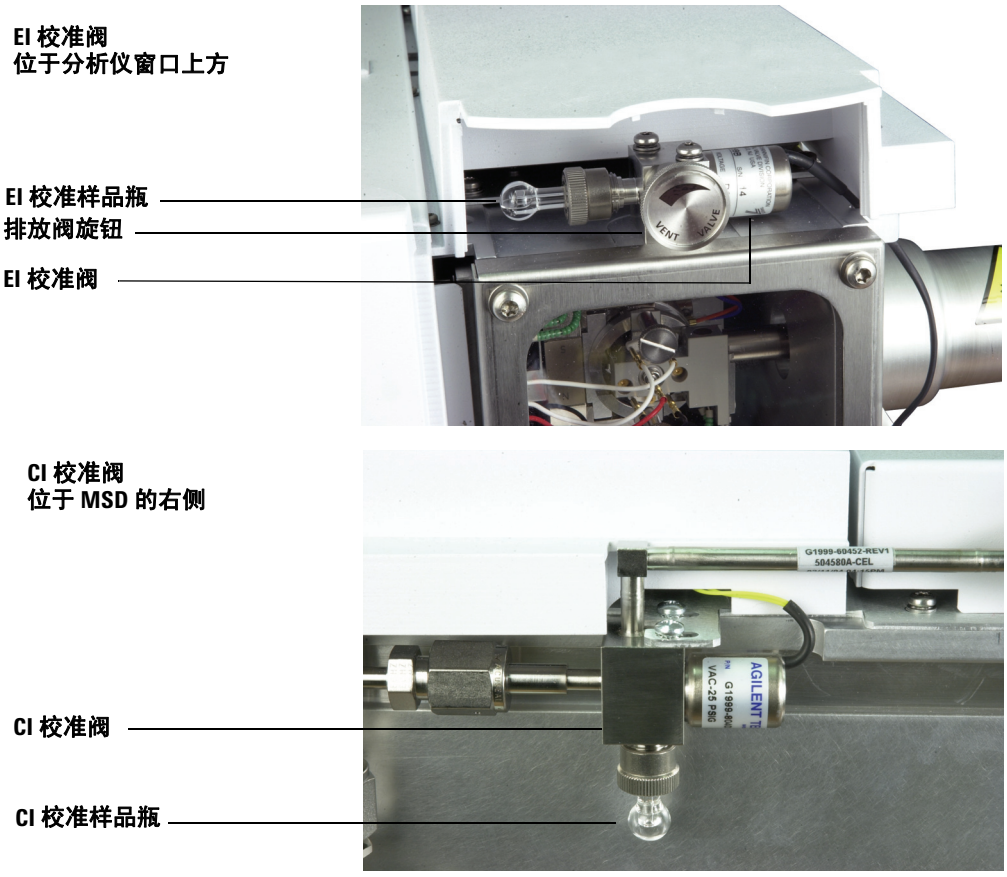

EI 校准阀
位于分析仪窗口上方
EI 校准样品瓶
排放阀旋钮
EI 校准阀
CI 校准阀
位于 MSD 的右侧
CI 校准阀
CI 校准样品瓶
VENT VALVE
G1999-60452-REV1
5045804-CEL
AGILENT

图 56 校准阀

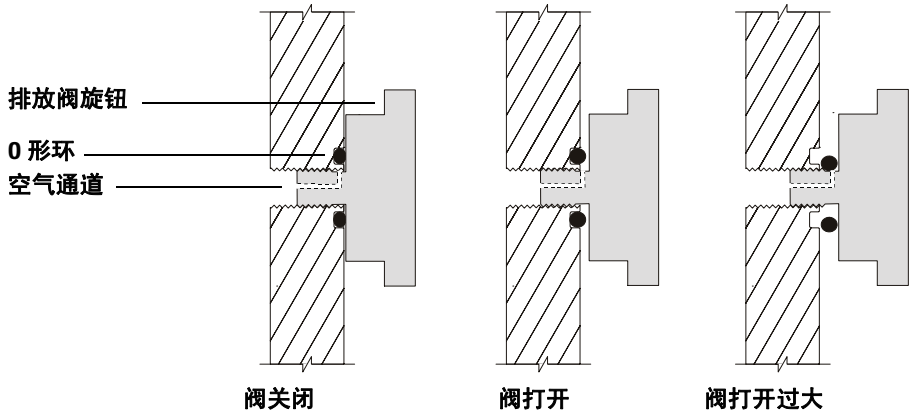


图 57 排放阀

Micro-Ion 真空计

G3397A Micro-Ion 真空计是 CI MSD 的标准件，是 EI MSD 的选配件。它由传感元件 （电离型真空计）及支持它所必需的电子设备组成。两部分都安装在同一个包里。

当赋能电子与气体分子发生碰撞时，电离真空计会产生电流。电子设备将提供所需的电压，测量产生的电流，并生成可供 MSD 软件使用的输出信号。

Micro-Ion 真空计装配在分析仪箱的末端并与其接通。这样您就可以在日常运行及故障排除期间监测箱内压力。

真空计是针对氮气 (N_2) 校准的。载气通常为氦气。由于氦气不象氮气那样容易电离，因此氦气的***指示***压力大约比绝对压力低六倍。例如，2.0×10^{-5} Torr 的读数相当于 1.2×10^{-4} Torr 的绝对压力。

在 CI MSD 中，指示压力是载气和反应气的总压力。指示压力与绝对压力的差异对于 MSD 的正常运行并不重要。更值得关注的是压力随时间 （小时或天）的变化。这些变化能够表明真空系统存在漏气现象或其他问题。本手册中列出的所有压力指的都是氦载气的指示压力。真空计控制器设定值也是指示压力。

另请参阅

要监测高真空压力，请参见第 58 页。

10 分析仪

概述 260
EI 离子源 262
CI 离子源 264
灯丝 266
灯丝选择 266
发射电流 266
电子能量 266
灯丝维护 267
其他源元件 268
磁铁 268
推斥极 268
抽出板及汽缸 268
离子聚焦 268
入口透镜 269
四极杆质量过滤器 270
AMU 增益 271
AMU 补偿 271
219 宽度 272
直流极性 272
质量 （轴）增益 272
质量 （轴）补偿 272
四级杆维护 272
检测器 274
检测器聚焦透镜 274
高能倍增器 274
EM 喇叭 274
分析仪加热器和散热器 276

本章介绍了分析仪的部件。

概述

分析仪 （图 58）是 MSD 的核心部分。分析仪电离样品，过滤并检测离子。样品成分从 GC 色谱柱引出，然后流入离子源。在离子源中，样品分子被电离和碎裂。生成的离子从离子源推回到四级杆质量过滤器。质量过滤器允许选中的离子通过过滤器并与检测器撞击。检测器生成的信号电流大小与撞击它的离子数成正比。

分析仪连接在侧板的真空侧。侧板用铰链连接以便于使用。离子源和质量过滤器被分别加热。离子源和质量过滤器都安装在散热器内部，以便于热量的正常分布。

分析仪的所有部件都将在以下内容中加以讨论。

分析仪有四个基本组件

分析仪由以下组件构成 （图 58）：

- 离子源
- 质量过滤器
- 检测器
- 加热器和散热器

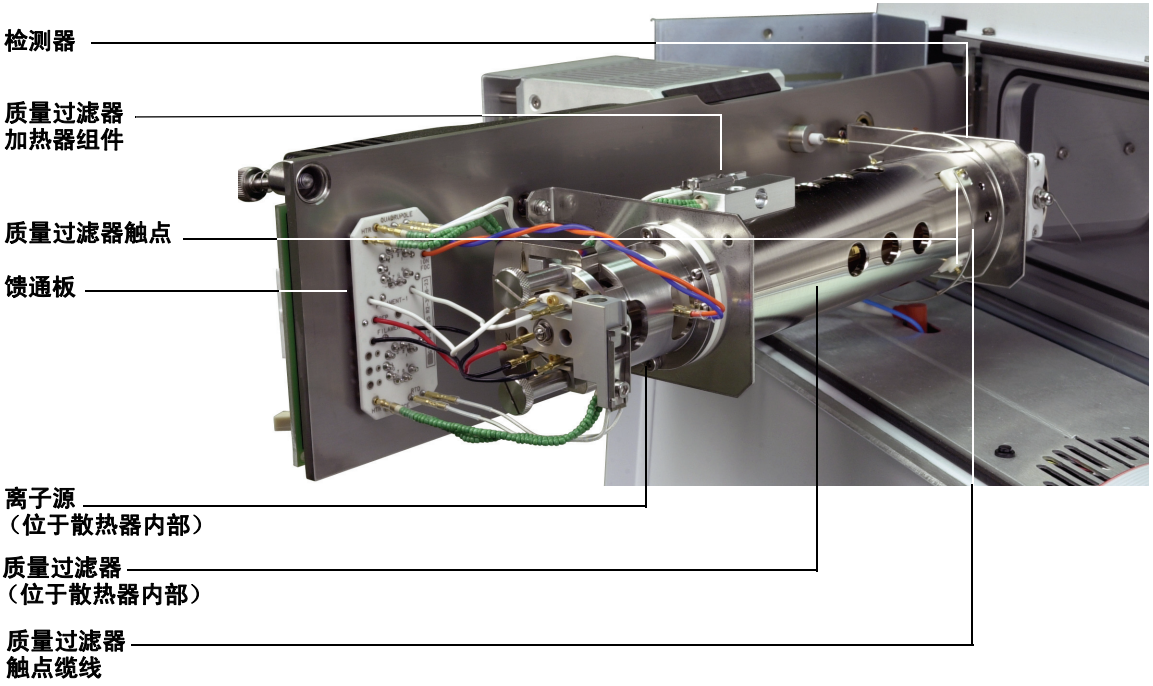

检测器
质量过滤器
加热器组件
质量过滤器触点
馈通板
离子源
（位于散热器内部）
质量过滤器
（位于散热器内部）
质量过滤器
触点缆线

图 58 分析仪

EI 离子源

EI 离子源 （图 59）通过电子电离运行。样品由 GC/MSD 接口进入离子源。在磁场的作用下，灯丝发射的电子进入电离箱。高能电子与样品分子相互作用，从而电离和分裂分子。推斥极上的阳极电压将阳离子推入透镜堆栈，通过几个静电透镜。这些透镜将离子集中成密集的离子束，然后引入质量过滤器。

离子源体

离子源体（图 59）是个圆柱体。它支撑离子源的其他部分，包括透镜堆栈。离子源体与推斥极和抽出板一起形成了电离箱。电离箱是形成离子的地方。离子源体上的槽有助于真空系统将载气和未电离的样品分子或碎片排出。

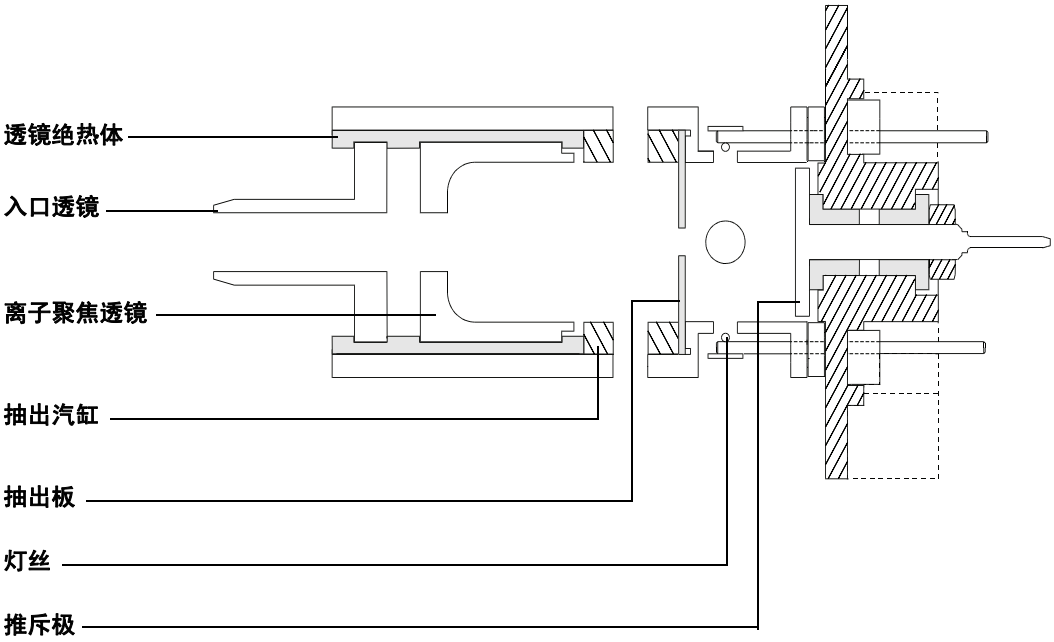


图 59 离子源结构

CI 离子源在设计上与 EI 离子源相似，但是其关键尺寸不同。切勿互换两离子源的部件。

CI 离子源

CI 离子源（图 60 和图 61）与 EI 离子源相似，但二者只具有一个相同部件 — 入口透镜。单个 CI 灯丝有一根笔直的接线和一个反射镜。“虚拟”灯丝上具有与其他接线的连接。

离子源上的孔（电子入口和离子出口）非常小 (0.5 mm)，使其可以为电离箱加压。离子源体和板都带有推斥极电压，与散热器和 CI 接口端实施电隔离。接口端的密封确保 CI 接口和离子源之间的密封性并且实现电隔离。

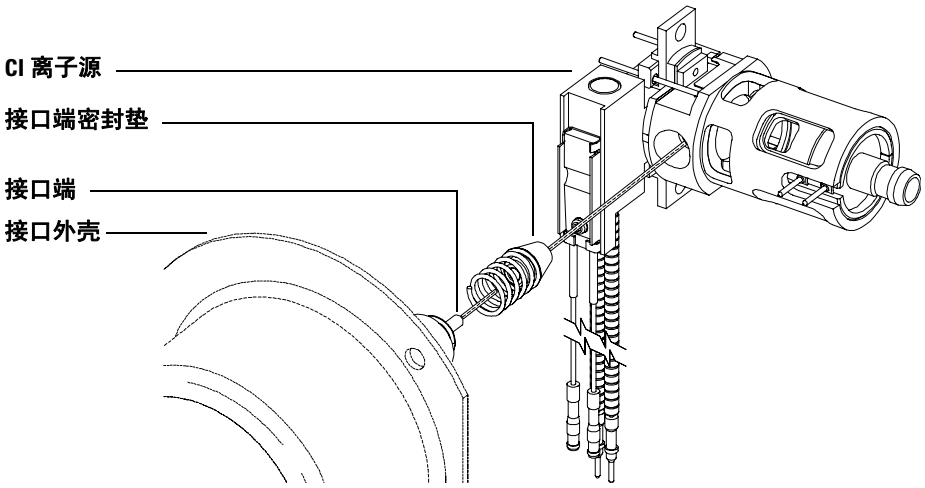


图 60 CI 离子源端密封垫

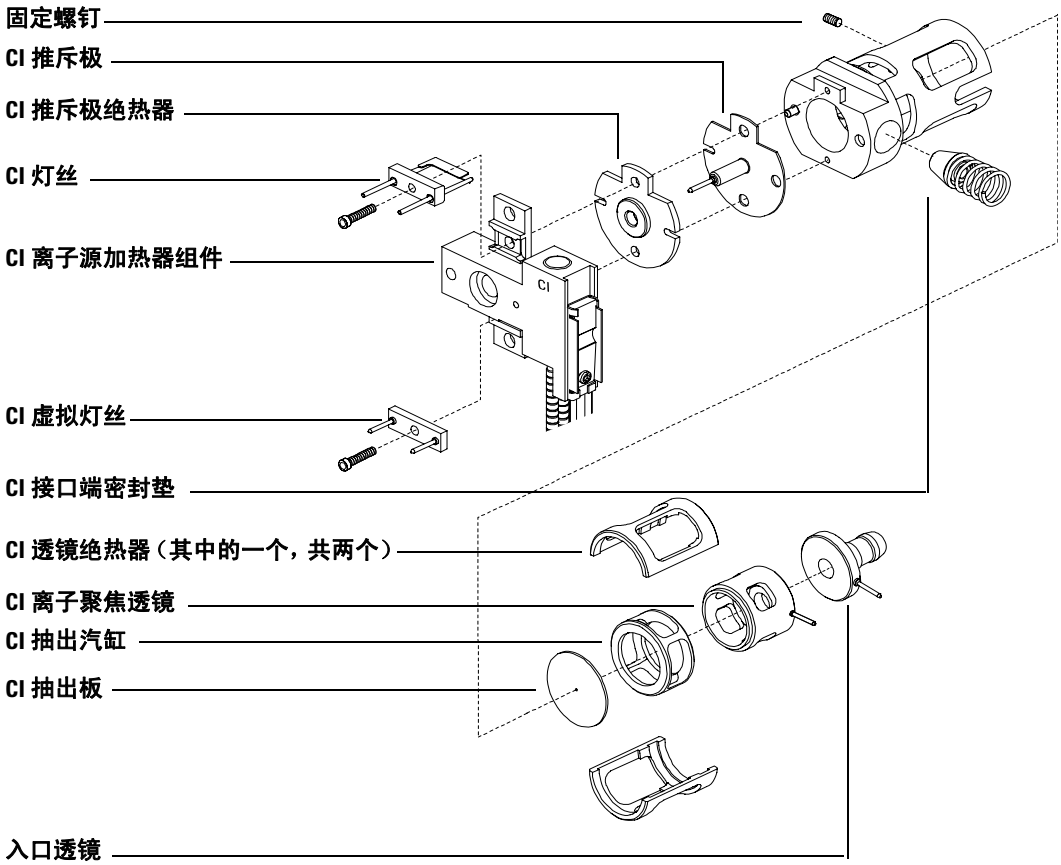


图 61 CI 离子源部件分解图

灯丝

两个灯丝（图 61）分别位于 EI 离子源外部的两侧。***活动的***灯丝带有可调节的交流发射电流。发射电流会加热灯丝，致使其发射用于电离样品分子的电子。此外，***两个***灯丝都带有可调节的直流偏置电压。偏置电压决定了电子的能量，通常为 –70 eV。

CI 离子源仅有一个灯丝，其设计不同于 EI 的灯丝。“虚拟”灯丝上具有与灯丝 2 接线的连接。

如果有一个常规仪器关闭，灯丝就会自动关闭。影响灯丝的三个参数：灯丝选择 (Filament)、灯丝发射 (Emission) 电流和电子能量 (EIEnrgy)。

灯丝选择

灯丝选择参数 (Filament) 可选择使用离子源中的一个灯丝。在 CI 源中，总是使用灯丝 1。

有时，其中的一个 EI 灯丝会比另一个性能好。要在两个灯丝中选择较好的一个，请分别对每个灯丝运行一次自动调谐。使用给出最佳结果的灯丝。

发射电流

灯丝发射电流 (Emission) 在 0 到 –315 µA 之间变化，但在正常运行时应将其设置为软件默认值。

电子能量

电子能量 (EIEnrgy) 是指电离电子上的能量大小。电子能量是由偏置电压决定的；灯丝上具有 –70 V 的直流偏压就会使发射电子拥有 –70 eV（电子伏特）的能量。该值的调节范围为 –5 到 –241 V 直流电压，但在正常运行时应将该参数设置为 70。

灯丝维护

如同白炽灯泡中的灯丝，离子源灯丝也会最终烧坏。采取某些措施可以减少早期损坏的机率：

- 如果您装有可选的 G3397A Micro-Ion 真空计，则在打开分析仪之前，特别是分析仪做过维护之后，请使用真空计来确认系统是否具有足够的真空度。
- 如果您通过 “编辑参数”屏幕控制 MSD，在更改任何灯丝参数之前应始终选择 MSOff。
- 在设置数据采集参数时，请设置溶剂延迟，这样在溶剂峰进行洗提时分析仪***不会***打开。
- 运行开始时，如果软件提示 “不考虑溶剂延时？”，请***始终***选择 “否”。
- 较高的发射电流会减少灯丝寿命。
- 较高的电子能量会减少灯丝寿命。
- 数据采集期间短时间 （≤1 分钟）开着灯丝会减少灯丝寿命。

其他源元件

磁铁

磁铁产生的磁场将灯丝发射的电子引入并穿过离子箱。磁铁组件是一个磁场中心带有 350 高斯电荷的永久磁铁。

推斥极

推斥极（图 61）构成离子箱的一个侧面。推斥极上的正电荷推动带正电荷的离子通过一组透镜后离开离子源。推斥极电压又称为离子能量，尽管离子只接收了 20% 的推斥极能量。推斥极电压变化范围为 0 到 +42.8 V 直流电压。有些调谐程序使用固定的推斥极电压。其他调谐程序逐步升高推斥极电压，以找到最佳电压设置。

- 将推斥极电压设置过低会导致灵敏度下降并使高质量响应欠佳。
- 将推斥极电压设置太高，会导致出现前体（质量过滤效果差）并使质量解析度欠佳。

抽出板及汽缸

抽出板（图 61）构成离子箱的另一个侧面。离子束通过抽出板上的孔进入到抽出汽缸。抽出汽缸上开有凹槽。这些槽与离子源体上的槽一一对应。真空系统通过这些槽将载气和未被电离的样品分子或碎片排出。抽出板和抽出汽缸电压都带有接地电压。

离子聚焦

离子聚焦透镜电压 （图 61）的变化范围为 0 到 –127 V 直流电压。典型的电压为 –70 到 –90 V 直流电压。通常：

- 提高离子聚焦电压会提高较低质量的灵敏度。
- 降低离子聚焦电压会提高较高质量的灵敏度。
- 离子聚焦调整不正确会导致高质量响应欠佳。

入口透镜

入口透镜（图 61）位于四级杆质量过滤器的入口处。该透镜使排斥高质量离子的四级杆边缘区域最小化。入口透镜的永久电压为 +4.4 V。入口透镜的总电压是入口透镜补偿、入口透镜增益及 +4.4 V 永久补偿的总和。

入口透镜电压 = +4.4 V 直流电压 + 补偿 +（增益 × 质量）

入口透镜补偿

入口透镜补偿 (EntOff) 可控制入口透镜使用的固定电压。其变化范围为 0 到 –64 V 直流电压（–20 V 为典型电压)。提高入口透镜补偿通常会提高低质量离子的丰度，并且不会明显降低高质量离子的丰度。

入口透镜增益

入口透镜增益 (EntLens) 可控制入口透镜使用的可变电压。它决定了每 *m/z* 需要多少伏特。其变化范围为 0 到 –128 mV/(*m/z*)。典型范围为 0 到 –40 mV/amu。

四极杆质量过滤器

质量过滤器根据离子的质荷比 (*m/z*) 分离离子。在给定时间内，只有选定质荷比的离子才能通过过滤器进入检测器。 MSD 中的质量过滤器是一根四级杆 （图 62）。

四级杆是镀有一薄层金的熔融二氧化硅 （石英）管。四个双曲面形成质量选择所必需的复杂电场。将相反段连接一起；将相邻段进行电隔离。一对加上正电压，另一对加上负电压。

在这两对上使用直流电 (DC) 和射频 (RF) 的复合信号。射频电压的大小决定了通过质量过滤器到达检测器的离子的质荷比。直流电压与射频电压的比值决定了解析度 （质量峰的宽度）。有几个可以控制直流电压与射频电压的参数。这些参数都是通过自动调谐进行设置的，但也可以通过 “编辑参数”窗口进行手动设置。

- AMU 增益 (AmuGain)
- AMU 补偿 (AmuOffs)
- 219 宽度 (Wid219)
- 直流极性 (DC Pol)
- 质量 （轴）增益 (MassGain)
- 质量 （轴）补偿 (MassGain)

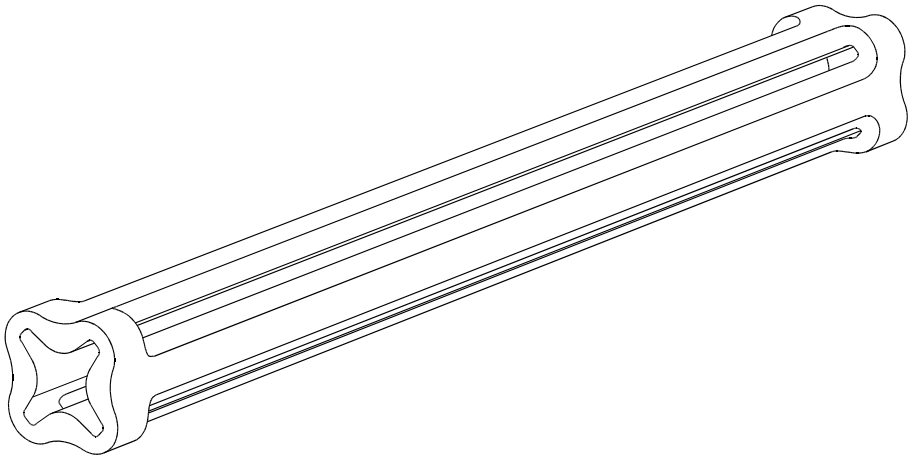


图 62 四极杆质量过滤器

AMU 增益

AMU 增益 (AmuGain) 会影响质量过滤器上直流电压与射频的比值。这会控制质量峰的宽度。

- 更高的增益会产生更窄的峰。
- AMU 增益对高质量峰的影响要大于对低质量峰的影响。

AMU 补偿

AMU 补偿 (AmuOffs) 还会影响质量过滤器上直流电压与射频的比值。

- 较高的补偿会产生较窄的峰。
- AMU 补偿通常对所有质量的峰宽都有影响。

219 宽度

m/z 219 是接近质量范围 PFTBA 中间值的主要离子。宽度参数 (Wid219) 对 *m/z* 219 峰宽进行细微的修正。 amu 增益和 amu 补偿在 219 峰宽变化后必须进行重新调整。如果您不使用 PFTBA 化合物进行调谐，在 *m/z* 219 处就不会有离子。在这种情况下，可将 219 峰宽设置为自动调谐发现的最后一个值或将其设置为 0。

直流极性

直流极性 (DC Pol) 参数可选择四级杆质量过滤器直流电的方向。您 MSD 的最佳直流极性已在出厂时设置完毕。该参数在 MSD 附带的最终测试表中列出。在射频线圈外壳的标签上也标注有该参数。拆下 MSD 顶部外壳后就能看到这个线圈外壳。

小心

不使用推荐的直流极性会导致性能极度不佳。请始终使用厂家指定的极性。

质量 （轴）增益

质量增益 (MassGain) 可控制质量分配，即为相应的 *m/z* 值分配特定的峰。

- 较高的增益会产生较高的质量分配。
- 质量增益对高质量峰的影响要远远大于对低质量峰的影响。

质量 （轴）补偿

质量补偿 (MassOffs) 也会控制质量分配。

- 较高的补偿会产生较高的质量分配。
- 质量补偿通常对所有质量离子的峰宽都有影响。

四级杆维护

质量过滤器不需要定期维护。不可将质量过滤器从散热器上拆下。如果***绝对***必要（也就是别无选择时），可以清洗四级杆。*必须* 由 Agilent Technologies 服务人员进行清洗。

小心

切勿将四级杆放入超声波清洗器。

切勿更改四级杆过滤器的物理方向。

熔融石英四级杆比较易碎，掉落或操作手法过重都会将其损坏。

四级杆尖端的材料非常易湿。若接触到水，必须将四级杆慢慢弄干以防损坏。

检测器

MSD 分析仪中的检测器 （图 63）是连接到电子倍增器 (EM) 的高能量转换倍增器。检测器位于四级杆质量过滤器的出口末端。它接收已通过质量过滤器的离子。检测器生成的电子信号与撞击它的离子数成正比。检测器有三个主要的组件：检测器聚焦透镜、 HED 和 EM 喇叭。

检测器聚焦透镜

检测器聚焦透镜引导电子束进入远离轴的 HED。检测器聚焦透镜上的电压固定在 –600 V。

高能倍增器

对于 EI 和 PCI， HED 在 –10,000 V 下运行，对于 NCI 则在 +10,000 V 下运行。HED 位于四级杆质量过滤器中心的远轴端，这样可将来自离子源的光子、热的中性粒子和电子的信号降到最小。离子束撞击 HED 时，会发射电子。这些电子被带更多正电荷的 EM 喇叭所吸引。不要触摸陶瓷绝热体。

EM 喇叭

电子倍增器 (EM) 喇叭的开口端所带电压高达 –3000 V，而另一端的电压为 0 V。HED 发射的电子撞击并通过 EM 喇叭，释放出更多的电子。在喇叭的远端，电子产生的电流经过分析仪外已屏蔽的缆线到达信号放大电路板。

EM 喇叭的电压决定了增益的大小。电压的调节范围为 0 到 –3000 V 直流电压。将自动调谐中发现的 EM 电压作为 EM 电压设置的基准。

- 要增大信号强度，就应提高 EM 电压。
- 对于浓缩的样品需要的信号不是很强，则可降低 EM 电压。

根据 EM 喇叭使用寿命，电压 (EMVolts) 需要随着使用时间的增加而不断提高。如果 EM 电压必须始终设置为或接近 –3000 V 直流电压时才能完成自动调谐，则在没有其他可能原因的情况下，需要更换喇叭。检查性能逐渐降低的调谐图表，可观察喇叭的磨损情况。从“仪器控制”视图的“检测”菜单中选择“查看调谐”，以查看调谐图表。突如其来的变化则通常表明存在其他问题。

另请参阅

联机帮助中的 *“疑难解答”*，以获取有关 EM 问题征兆的更多信息。

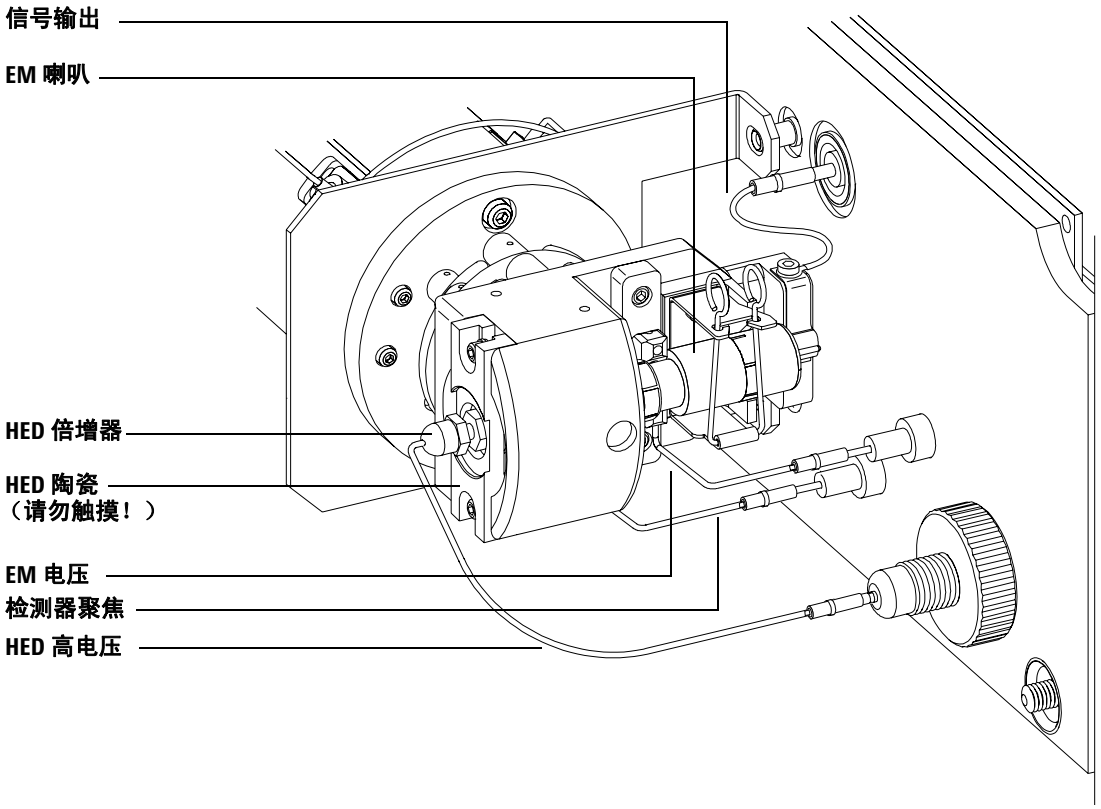


图 63 检测器

分析仪加热器和散热器

离子源和质量过滤器安装在称为散热器的圆柱状铝管中（图 64）。散热器可控制分析仪中的热量分布。同时还为分析仪组件提供电子屏蔽。源加热器和温度传感器安装在源加热器组件中。质量过滤器（四级杆）加热器和温度传感器安装在质量过滤器的散热器上。可以通过 MSD ChemStation 设置和监测分析仪温度。

选择使用温度时要考虑以下因素：

- 较高的温度有利于分析仪在较长时间内操持清洁。
- 较高的离子源温度会引发较多的分裂反应，因而导致高质量灵敏度降低。

抽气后，分析仪需要经过至少两个小时才能达到热平衡。先前采集到的数据可能无法再生成。

推荐设置（仅适用于 EI 运行）：

- 离子源 230 °C
- 四级杆 150 °C

小心

四极杆的温度不得超过 200 °C，离子源的温度不得超过 300 °C。

GC/MSD 接口、离子源和质量过滤器（四极杆）加热区是相互影响的。如果一个区域的设定值比相邻区域的的设定值低很多，则分析仪加热器可能无法准确地控制温度。

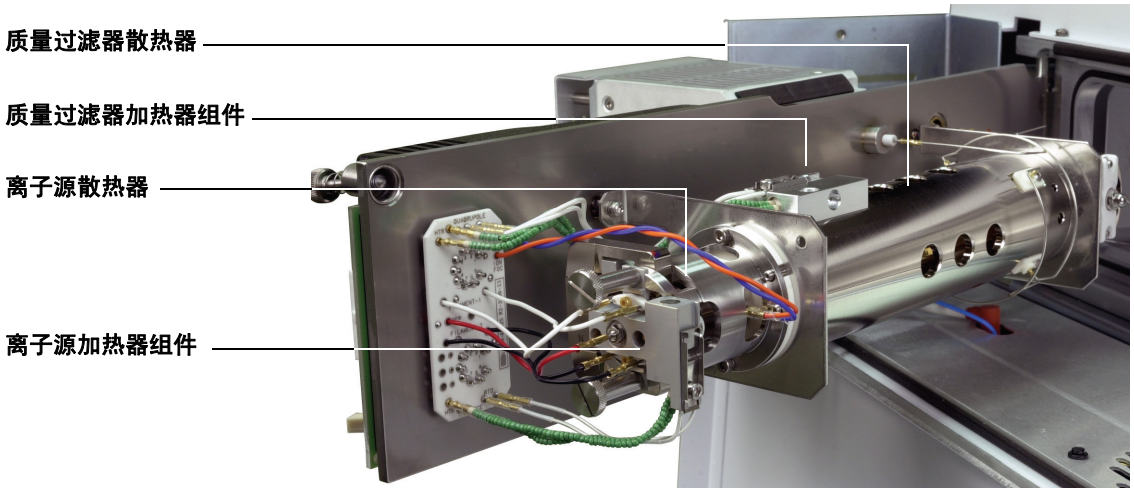


图 64 加热器和散热器

10 分析仪

11 电子设备

本地控制面板和电源开关 282
侧电路板 283
电子设备模块 284
LAN/MS 控制卡 287
电源 288
后面板和接头 289
连接外部设备 292

以下组件构成 MSD 电子设备：

- 本地控制面板和电源开关
- 侧电路板
- 电子设备模块
- 主电路板
- 信号放大电路板
- 交流电路板
- 涡轮分子泵控制器
- LAN/MS 控制卡
- 低压 （交流 - 直流）电源
- 高压 (HED) 电源
- 环形线圈变压器组件
- 后面板接头

本章将逐项讨论上述所有组件。除了*后面板和接头*、*状态显示* 和 *电源开关* 和 *连接到其他设备* 部分，本章的大部分内容都不是 MSD 日常操作所必需的。负责维修 MSD 的人员可能会对此感兴趣 （图 65）。

警告 安全外壳下面存在危险电压。切勿取下安全外壳。需要进行维修时请联系 Agilent Technologies 服务代表。

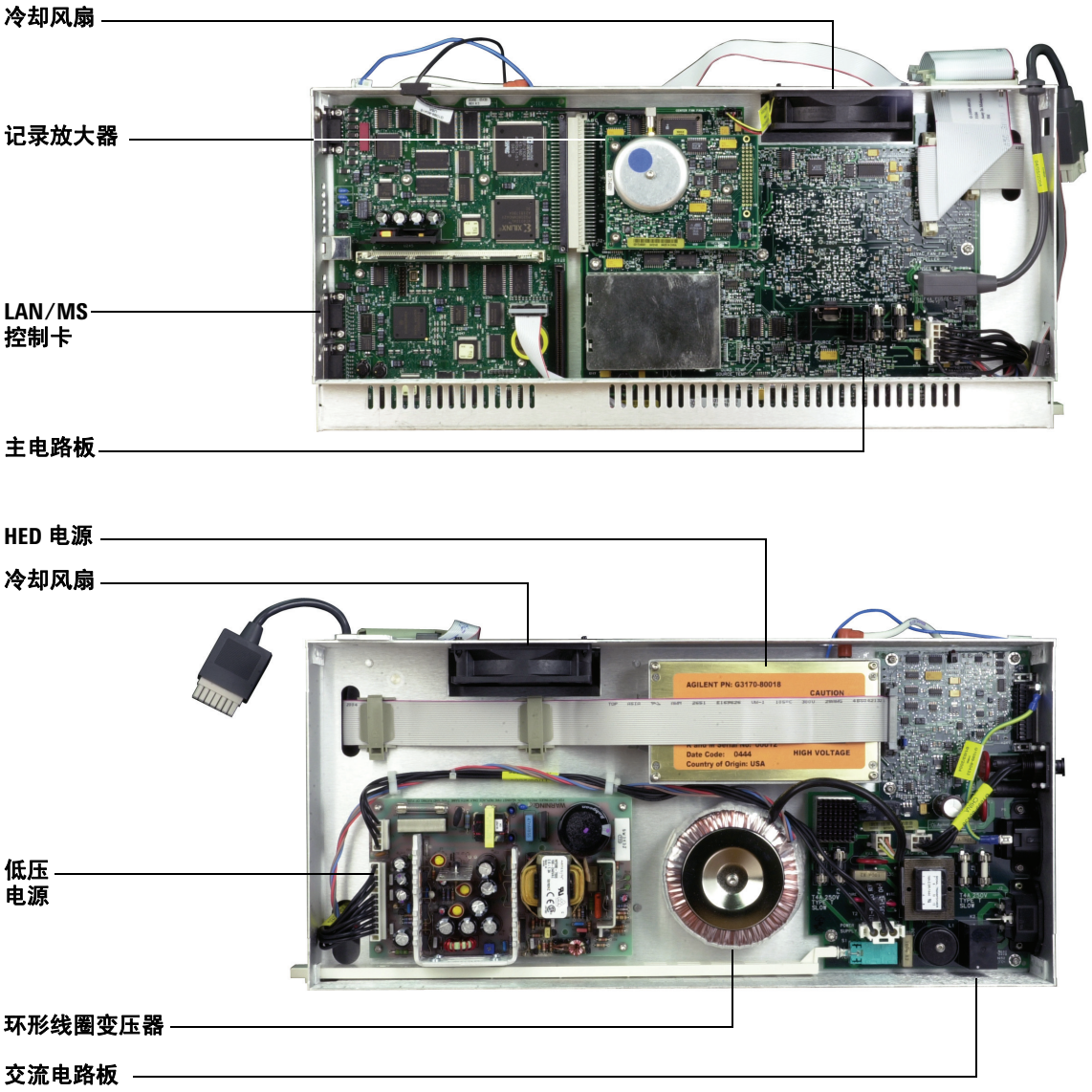

冷却风扇
记录放大器
LAN/MS
控制卡
主电路板
HED 电源
冷却风扇
低压
电源
环形线圈变压器
交流电路板
AGILENT PN: G3170-80018
CAUTION
HIGH VOLTAGE
Date Code: 0444
Country of Origin: USA

图 65 电子设备模块

本地控制面板和电源开关

本地控制面板

您可以从仪器前面的本地控制面板查看 MSD 系统状态并执行部分控制功能。

通过本地控制面板可执行的功能包括

- 准备排放 （冷却分析仪并关闭高真空泵）
- 监测 MSD 状态
- 运行自动调谐
- 运行方法
- 运行序列
- 查看和设置分析仪温度

另请参阅

《5973N/5975 MSD/ChemStation 入门》 手册。

电源开关

电源开关是电子设备模块的组成部分，位于 MSD 前面的左下边。用来打开和关闭 MSD 和前级泵。

小心 除非已完成放空程序，否则切勿关闭 MSD。不正确的关闭会严重损坏 MSD。

侧电路板

侧电路板安装在侧板上。交流电路板可执行以下功能：

- 为 RF 放大器提供 1 MHz 参考时钟。
- 根据从主电路板上传来的信号，生成适用于四级杆质量过滤器的电压射频分量。该电压的振幅与所选的质量相对应。
- 生成适用于四杆质量过滤器的
  电压直流分量。该电压的振幅与射频电压相对应。
- 将主电路板上生成的电压以及来自 HED 电源的检测器聚集电压传递到离子源和检测器中的元件。
- 如同使用主电路板进行控制一样，生成和调节灯丝发射电流和电子能量。
- 逐个打开灯丝电源。
- 监测射频故障，如果检测到一个故障就会关闭分析仪。

电子设备模块



MSD 中的大多数电子设备都安装在电子设备模块中。如有必要，Agilent Technologies 服务代表可以为您更换整个电子设备模块。

电子设备模块包括：

- 主电路板
- 信号放大电路板
- LAN/MS 控制卡
- 交流电路板 （电源分配 / 真空控制电路板）
- 低压 （交流 - 直流）电源
- 高压 (HED) 电源
- 环形线圈变压器组件

主电路板

主电路板安装在电子设备模块的外侧。主电路板具有以下这些功能：

- 从 LAN/MSR 控制卡接收和译解数字指令。
- 将数字信息发送到 LAN/MS 控制卡。
- 生成离子源透镜使用的电压。
- 生成灯丝选择、灯丝发射电流和电子能量的控制信号。生成四级杆射频驱动、四级杆频率调整、直流电极选择和所有检测器电压的控制信号。
- 执行直接信号、离子源和质量过滤器温度信号、前级泵压力或涡轮分子泵转速信号的模拟 - 数字转换。
- 监测真空系统、风扇和灯丝状态信号，以及侧电路板的 HV 故障和射频故障信号。在分析仪电子设备必须禁用时激活关闭线路。
- 生成交流电路板用于高真空泵和校准阀的控制信号 （开和关）。
- 为主电路板透镜放大器和侧电路板直流放大器生成 ±2800 V 交流（额定）电源。

- 提供和控制离子源与四级杆 （质量过滤器）加热器的电源。
- 为冷却风扇提供 24 V 交流电源。

信号放大电路板

信号放大器电路板用于放大检测器的输出信号。产生的输出电压为 0 到 10 VDC，与输入电流 （3 微微安到 50 微安）的对数成比例。

模拟 - 数字转换器用于将放大器输出电压转换为数字信息。LAN/MSD 控制卡用于将数据转换为与检测器信号电流相对应的丰度数。

交流电路板

交流电路板安装在 LAN/MSD 控制卡中电子设备面板的对面。交流电路板有时也称为电源分配 / 真空控制电路板。交流电路板可执行以下功能：

- 为 MSD 提供输入电压透明度。
- 为交流 / 直流电源、前级泵和涡轮分子泵控制器分配交流线路功率。
- 按照主电路板的指示打开或关闭校准阀。
- 为校准阀提供电压。
- 为涡轮控制器提供逻辑接口。
- 将前级真空计的前级压力信号或涡轮分子泵转速以及其他真空状态信息传递到主电路板。
- 在出现抽气问题时，关闭前级泵。

涡轮分子泵控制

您的 MSD 配备带有集成控制器的涡轮分子泵。

交流电路板将控制信号发送到涡轮分子泵控制器，并从涡轮分子泵控制器接收涡轮分子泵的状态信息。涡轮分子泵控制器为涡轮分子泵提供电源并调节泵转速。如果开始抽气后 7 分钟内泵的转速未达到正常转速的 80%，或者如果在运行过程中泵的转速低于正常转速的 50%，则控制器会关闭涡轮分子泵，而交流电路板会关闭前级泵。

抽气故障关闭

如果系统无法正常抽气，交流电路板将同时关闭高真空泵和前级泵。导致涡轮分子泵关闭的一种情况是涡轮分子泵的转速在 7 分钟后低于正常转速的 80%。

这通常是由于***大量***漏气造成的：侧板未正确密封或排气阀仍然处于打开状态。该功能有助于防止前级泵从系统吸入空气，因为这会损坏分析仪和泵。

要解决这个问题，请先关闭 MSD，然后再重新启动并排除故障。在系统再次关闭之前，您有 7 分钟的时间查找和解决漏气问题。确保在打开 MSD 电源时按紧侧板以确保密封良好。

LAN/MS 控制卡

LAN/MS 控制卡位于电子设备面板的主电路板的左侧。LAN/MS 控制卡有两项主要功能：

- 为 MSD 和数据系统提供通信接口。
- 提供 MSD 实时控制，使数据系统能够进行其他任务。

LAN/MS 控制卡的功能区域包括：

- 仪器控制器
- 数据处理器
- 主处理器
- 序列通信处理器
- 网络通信控制器
- 远程启动处理器
- 随机存取存储器 (RAM)
- 状态指示灯
- 本地控制面板固件

LAN/MS 控制卡上的指示灯位于后面板上。顶部的两个指示灯表示网络通信。



底部的两个指示灯是电源 （打开，数字 5V）和 “检测信号”指示灯。检测信号指示灯闪烁则表示 MSD 操作系统正在运行。万一发生闪存的灾难性丢失，检测信号将以 “SOS”模式闪烁。

电源

低压 （交流 - 直流）电源

低压电源安装在电子设备模块中环形线圈变压器的旁边。通用输入电源可将交流线电压转换为其他电子设备可用的交流电压。电源生成下列直流电压：

- +24 V （额定）
- +15 V （额定）
- -15 V （额定）
- +5 V （额定）

高压 (HED) 电源

高压电源为 EI MSD 检测器的高能倍增器电极 (HED) 提供 -10,000 V 直流电压。EI/PCI/NCI MSD (G3174A) 需要可同时为 NCI 提供 +10,000 V 电压的双级电源。HED 电源还为检测器聚焦透镜提供 600 V 直流电压。由于该电路的高阻抗特性，用手持式伏特计测量检测器聚焦电压时，所得的读数通常为 90 到 100 V，此时极性与 HED 电压相符。

环形线圈变压器

环形线圈变压器安装在交流电路板旁边。它能为质量过滤器和源加热器电路提供 24 V 的交流电压。输入线路从交流电路板获得 120 V 交流电压或 200 到 260 V 交流电压。交流电路板抽取线电压并使用继电器适当地束紧环形原线圈。将输出线路连接到主电路板。

后面板和接头

后面板（图 66）包括几个接头、主保险丝和几个状态指示灯。这些组件中的大多数都是交流电路板或 LAN/MS 控制卡的组成部分，在后面板上扩展安装。

高真空控制 (HIVAC SIGNAL) 接头

高真空信号接头位于交流电路板上。请参阅第 285 页的 “涡轮分子泵控制”。

高真空电源 (HIVAC POWER) 接头

高真空电源接头从交流电路板为涡轮控制器传送电源。

主保险丝

当前级泵发生短路时，主保险丝将限制进入 MSD 的电流。主保险丝位于交流电路板上。

电源线插孔

交流电源线引入 MSD 的所有电源。电源线可从 MSD 上拆下来。

前级泵电源线插孔

前级泵电源线插孔为前级泵提供交流电源。如果电源开关关闭，则没有电源供应到前级泵。

远程启动接头

远程启动接头是 LAN/MS 控制卡远程启动电路的外部接头。它从 GC 接收远程启动信号。

RS-232 系列 A 接头

当前没有使用。

RS-232 系列 B 接头

将 RS-232 系列 B 接头连接到 CI 流量控制模块还是 Micro-Ion 真空计，将取决于 MSD 上安装的附件。该接头将处理 GC 和 MSD 之间的数据通信。

LAN (I/O) 接头

将数据系统的 LAN 缆线连接到 I/O LAN 接头。该缆线传送 PC 和 MSD 之间的所有数据通信。

LAN/MSD 控制卡指示灯

顶部的两个指示灯表示网络通信。底部的两个指示灯是电源和 “检测信号” 指示灯。

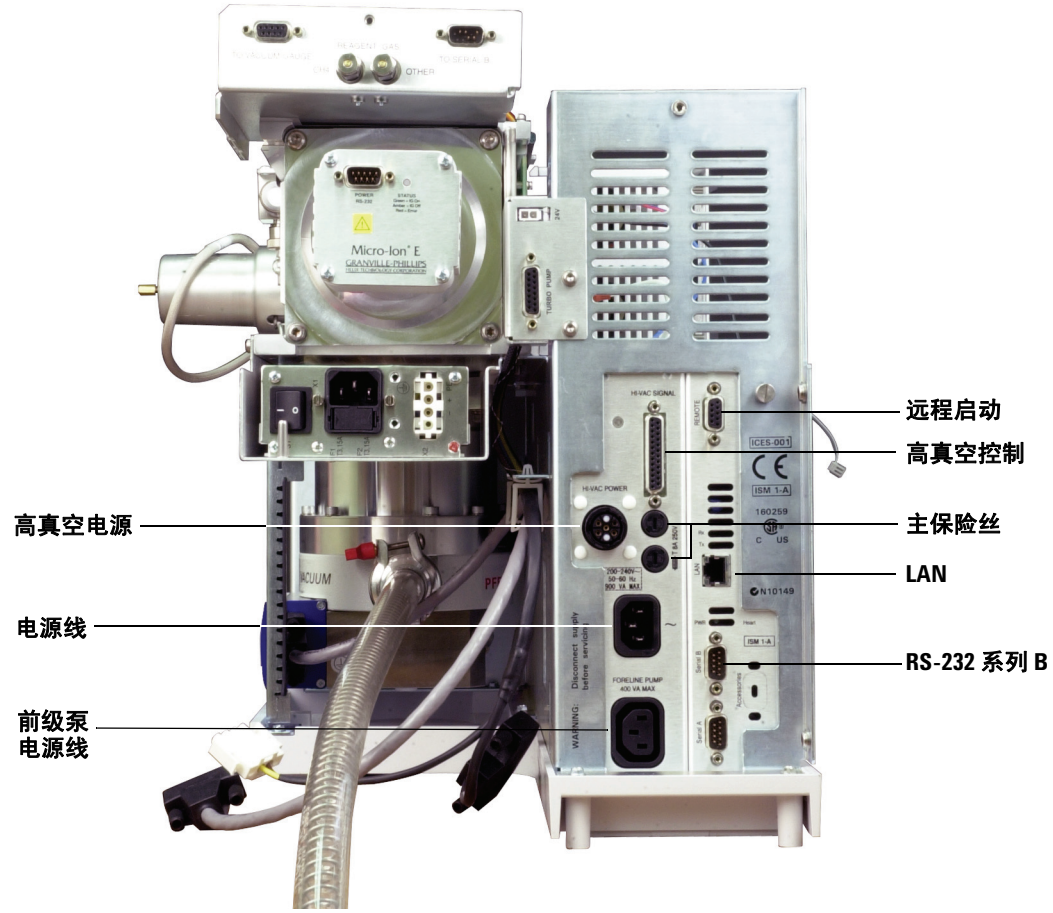


图 66 后面板连接

连接外部设备

远程控制处理器

LAN/MS 控制卡上的远程控制处理器与 GC 及其他设备上的启动运行信号同步。远程控制处理器的功能可扩展到 MSD 后面板的远程启动 (Remote) 接头（图 67）。远程启动缆线用于连接 GC 和 MSD。

远程启动信号

运行期间通常需要与外部设备（例如，吹扫设备和集油器）进行通信。通常情况下，这些通信是发送“系统准备就绪”信号的请求。通信内容还包括：

- 从外部设备接收启动运行信号
- 安排运行期间的事件时间

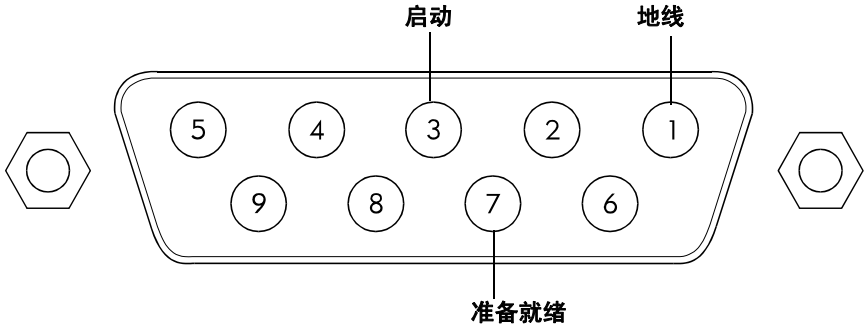


图 67 远程启动接头

系统准备就绪

在连接外部设备时，通常希望向设备发送一个“系统准备就绪”信号。在多样品 Tekmar 吹扫设备和集油器系统中，每一个样品都将被吹扫到集油器中，在此等待准备就绪信号。接收到准备就绪信号后，解吸附循环即开始运行。当达到特定温度时，吹扫设备和集油器将闭合触点，表示运行已经启动。

除非 GC、 MSD 和数据系统都已准备好，否则 GC 远程启动接头的就绪插销始终处于低位。系统准备就绪后，插销与地线之间会存在 5 V 的直流逻辑压差。在 MSD 远程启动接头上的就绪插销与地线插销之间可以检测到同样的压差。

启动运行输入

产生启动运行信号的最佳途径是使用 GC 远程启动接头。由于远程启动缆线适用于大多数常见设备，因此这通常是最简单的途径。也可以使用连接到平接线片的多功能远程启动缆线 (05890-61080)。发送启动运行信号之前，一定要注意确保系统确实已经准备就绪。

如有必要，可以使用 MSD 后面的远程启动接头来发送启动运行信号。如果系统已准备就绪，启动插销和地线插销之间的触点就会闭合，从而启动运行。

11 电子设备

A
化学电离原理

化学电离概述 296
阳极 CI 原理 298
阴极 CI 原理 305

化学电离概述

化学电离 (CI) 是一种生成质谱分析所用离子的技术。化学电离和电子电离 (EI) 之间存在着显著的差异。本节介绍了最常用的化学电离途径。

在 EI 模式下，相对高能电子 (70 eV) 与待分析的样品分子进行碰撞。这些碰撞将（主要）产生阳离子。电离发生后，给定物质的分子一般会以预知的形式碎裂。EI 是一个直接过程；能量通过碰撞从电子传递到样品分子。

对于 CI 而言，除了样品和载气外，还会将大量的反应气引进电离箱。由于反应气的量远大于样品量，因此大多数释放的电子将与反应气分子发生碰撞，形成反应气离子。这些反应气离子相互反应，在主反应和次反应过程中建立平衡。这些反应气离子还以各种不同方式与样品分子发生反应，形成样品离子。CI 离子的形成所需的能量远低于电子电离所需的能量，并且比电子电离更为 “缓和”。由于 CI 产生的碎片非常少，因此 CI 谱图通常会显示出具有高丰度值的分子离子。因此，CI 经常用来测定样品化合物的分子质量。

甲烷是最常用的 CI 反应气。它会产生某些特有的电离模式。其他反应气会产生不同的模式，能够提高某些样品的灵敏度。常用的备用反应气是异丁烷和氨气。二氧化碳通常用于阴极 CI 中。二氧化碳、氢气、氟利昂、三甲基硅烷、一氧化氮和甲胺是不太常用的反应气。每种反应气发生的电离反应均不相同。

警告 **氨气有毒并且具有腐蚀性。使用氨气需要采取特殊维护和安全预防措施。**

反应气中的水污染会急剧降低 CI 的灵敏度。阳极 CI 中在 m/z 19 (H_3O^+) 处出现的特大峰是水污染的特有征兆。当浓度达到足够高度时，水污染会导致严重的离子源污染，尤其在与校准液进行混合时，更是如此。在连接新的反应气管道或反应气缸时，经常会出现水污染。如果让相应的反应气流通几个小时（吹扫系统），则污染通常可以减少。

化学电离参考资料

A. G. Harrison，*Chemical Ionization Mass Spectrometry*，第 2 版，CRC 出版社， INC. Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6。

W. B. Knighton， L. J. Sears，E. P. Grimsrud，“High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry”，*Mass Spectrometry Reviews* (1996)， **14**，327-343。

E. A. Stemmler， R. A. Hites， *Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds*， VCH 出版社， New York， NY (1988) ISBN 0-89573-708-6。

阳极 CI 原理

阳极 CI (PCI) 与 EI 产生相同的分析仪电压极性。对于 PCI 而言，反应气是通过与释放的电子进行碰撞而被电离的。反应气离子与样品分子（作为质子提供者）进行化学反应，形成样品离子。 PCI 离子的形成比电子电离更为“缓和”，产生的碎片也更少。由于此反应通常会产生高丰度的分子离子，因此经常使用它来测定样品的分子质量。

最常用的反应气是甲烷。甲烷 PCI 几乎可以生成所有样品分子的离子。其他的反应气（如异丁烷或氨气）则更具选择性，并且它们产生的碎片更少。由于反应气离子的背景很高，因此 PCI 不是特别灵敏并且检测限制通常很大。

在离子源压力为 0.8 至 2.0 Torr 的范围内进行阳极化学电离时，会经过四个基本的电离过程。它们是：

- 质子传递
- 氢化物提取
- 加成
- 电荷交换

根据使用的反应气不同，可以使用上述四个过程中的一个或多个过程来解释在生成的质谱中观察到的电离产物。

硬脂酸甲酯的 EI、甲烷 PCI 和氨气 PCI 谱图，如图 68 所示。简单的碎裂模式、大量 $[MH]^+$ 离子以及存在两种加合离子，这些是使用甲烷作为反应气的阳极化学电离的特征。

系统中存在的空气或水，尤其是 PFDTD 校准剂中存在的空气或水，会迅速污染离子源。

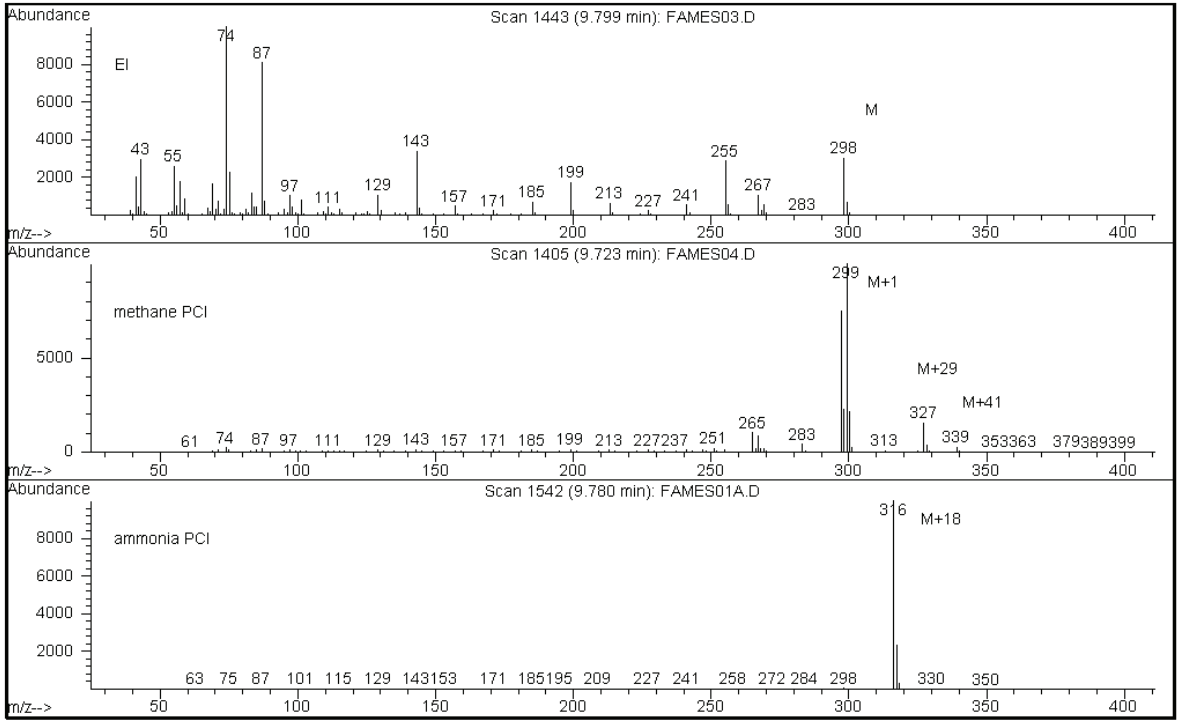


图 68 硬脂酸甲酯 (MW = 298)：EI、甲烷 PCI 和氨气 PCI

质子传递

质子传递可表示为：

$$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$$

其中，反应气 B 已经过了电离，被质子化。如果分析物（样品）M 的质子亲合力比反应气的大，则已质子化的反应气会将其质子传递给分析物，同时形成带正电荷的分析物离子。

最常用的例子为从 CH_5^+ 至分子分析物的质子传递，这一过程将产生质子化的分子离子 MH^+。

反应气和分析物的相对质子亲合力将决定质子传递反应。如果分析物的质子亲合力大于反应气的质子亲合力，则会发生质子传递。甲烷 (CH_4) 是最常用的反应气，因为它的质子亲合力非常低。

根据该反应，质子亲合力可定义为：

$$B + H^+ \rightarrow BH^+$$

其中，质子亲合力的单位以千卡 / 摩尔为表示。甲烷的质子亲合力为 127 千卡 / 摩尔。表 22 和 23 列出了几种常用反应气的质子亲合力以及几种具有不同官能团的有机化合物的质子亲合力。

质子传递反应产生的质谱取决于几个标准。. 如果质子亲合力的差异很大（如与甲烷相比），则质子化的分子离子中可能存在大量过剩能量。这会导致发生碎裂反应。因此，对于某些分析而言，质子亲合力为 195 千卡 / 摩尔的异丁烷比甲烷好。氨气的质子亲合力为 207 千卡 / 摩尔，这使得它无法将大多数分析物质子化。质子传递化学电离通常被认为是 “软” 电离，但是其软度取决于分析物和反应气的质子亲合力以及包括离子源温度在内的其他因素。

表 22 反应气的质子亲合力

种类	质子亲合力千卡 / 摩尔	形成的反应物离子
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

表 23 选定用于 PCI 的有机化合物的质子亲合力

分子	质子亲合力（千卡 / 摩尔）	分子	质子亲合力（千卡 / 摩尔）
乙醛	185	甲胺	211
乙酸	188	氯甲烷	165
丙酮	202	甲基氰	186
苯	178	硫化甲基	185
2- 丁醇	197	甲基环丙烷	I80
环丙烷	179	硝基乙烷	185
二甲醚	190	硝基甲烷	180
乙烷	121	乙酸丙酯	207
甲酸乙酯	198	丙烯	179
蚁酸	175	甲苯	187
氢溴酸	140	反 -2- 丁烯	180
盐酸	141	三氟乙酸	167

表 23 选定用于 PCI 的有机化合物的质子亲合力 （续）

分子	质子亲合力（千卡 / 摩尔）	分子	质子亲合力（千卡 / 摩尔）
异丙醇	190	二甲苯	187
甲醇	182		

氢化物提取

在反应气离子的形成过程中，可形成具有高氢阴离子 (H^-) 亲合力的不同反应物离子。如果反应物氢阴离子的亲合力大于分析物失去 H^- 后形成的离子的氢阴离子亲合力，则此热力学过程有利于化学电离过程的进行。以甲烷化学电离过程中烷烃的氢化物提取为例。在甲烷化学电离中，CH_5^+ 和 $C_2H_5^+$ 都可以进行氢化物提取。由于这些物质的氢阴离子亲合力都很大，因此根据总反应，长链烷烃将失去 H^-：

$$R^+ + M \rightarrow [M-H]^+ + RH$$

对于甲烷而言，R^+ 表示 CH_5^+ 和 $C_2H_5^+$，M 表示长链烷烃。对于 CH_5^+ 而言，反应将形成 $[M-H]^+$、CH_4 和 H_2。氢化物提取得到的谱图将会显示因失去 H^- 而得到的 M–1 *m/z* 峰。此反应是放热反应，因此经常可以观察到 $[M-H]^+$ 离子的碎裂反应。

通常，在样品谱图中氢化物提取和质子传递电离都很明显。以长链甲酯的甲烷 CI 谱图为例，其中，既有从碳氢化合物链进行的氢化物提取，又有向酯官能团进行的质子转移。例如，在硬脂酸甲酯的甲烷 PCI 谱图中，*m/z* 为 299 的 MH^+ 峰是由质子转移创建的，而 *m/z* 为 297 的 $[M-1]^+$ 峰是由氢化物提取创建的。

加成

对于很多分析物而言，热力学现象对质子传递和氢化物提取的化学电离反应没有促进作用。在这些情况下，反应气离子的活性通常足以通过浓缩或缔合（加成反应）而与分析物分子结合。由此生成的离子称为加合离子。在甲烷化学电离中可以观察到加合离子，它以 $[M+C_2H_5]^+$ 和 $[M+C_3H_5]^+$ 离子的形式存在，并且会导致出现 M+29 和 M+41 *m/z* 质子峰。

在氨气的化学电离中，加合反应尤其重要。由于 NH_3 的质子亲合力很高，因此几乎没有有机化合物会与氨气反应气进行质子传递。在氨气的化学电离中会发生一系列的离子分子反应，并导致形成 NH_4^+、$[NH_4NH_3]^+$ 和 $[NH_4(NH_3)_2]^+$。值得注意的是，氨离子 (NH_4^+) 通过浓缩或缔合的方式，会在 M+18 *m/z* 处出现剧烈运动的 $[M+NH_4]^+$ 离子。如果由此而生的离子是不稳定的，则会发生碎裂反应。还会经常观察到失去中性分子 H_2O 或 NH_3，即失去 18 或 17 *m/z* 处的峰。

电荷交换

电荷交换电离可用以下反应来表示：

$$X^{+\bullet} + M \rightarrow M^{+\bullet} + X$$

其中，X^+ 为电离的反应气，M 为分析物。用于电荷交换电离的反应气包括惰性气体（氦气、氖气、氩气、氪气、氙气和氡气）、氮气、二氧化碳、一氧化碳、氢气和其他不与分析物发生“化学”反应的气体。一旦被电离，所有这些反应气都将具有复合能，如下式所示：

$$X^{+\bullet} + e^- \rightarrow X$$

或者，仅仅是电离的反应气与电子复合形成中性物质。如果此能量大于从分析物中移走一个电子所需的能量，则上面的第一个反应为放热反应并且是热力学所允许的。

电荷交换化学电离未广泛用于一般的分析应用中。但是，电荷交换化学电离可以用于其他不受热力学过程影响的化学电离过程。

阴极 CI 原理

阴极化学电离 (NCI) 将互换分析仪电压极性，以选择阴离子。有几种 NCI 化学途径。并非所有使灵敏度剧增的途径都与 NCI 有关。四种最常用的途径（反应）为：

- 电子捕获
- 游离电子捕获
- 离子对形成
- 离子分子反应

除离子分子反应以外，反应气在所有反应中所起的作用均与其在 PCI 中所起的作用不同。在 NCI 中，反应气通常被称为缓冲气体。使用从灯丝发出的高能电子轰击反应气时，会发生以下反应：

$$\text{反应气} + e^-_{(230eV)} \rightarrow \text{反应气离子} + e^- \text{（热电子）}$$

如果反应气为甲烷 （见图 69），则反应为：

$$CH_4 + e^-_{(230eV)} \rightarrow CH_4^+ + 2e^- \text{（热电子）}$$

热电子的能级比从灯丝发出的电子的能级低。与样品分子进行反应的就是这些热电子。

未形成任何阴极反应气离子。这将避免在 PCI 模式下看到的背景类型，也使得 NCI 的检测限制大幅度降低。仅当 MSD 在阴离子模式下进行操作时，才能检测到 NCI 产品。此操作模式会互换所有分析仪电压的极性。

在 NCI 中，二氧化碳经常用作缓冲气体。与其他气体比较而言，它在成本、可用性和安全性方面具有明显的优势。

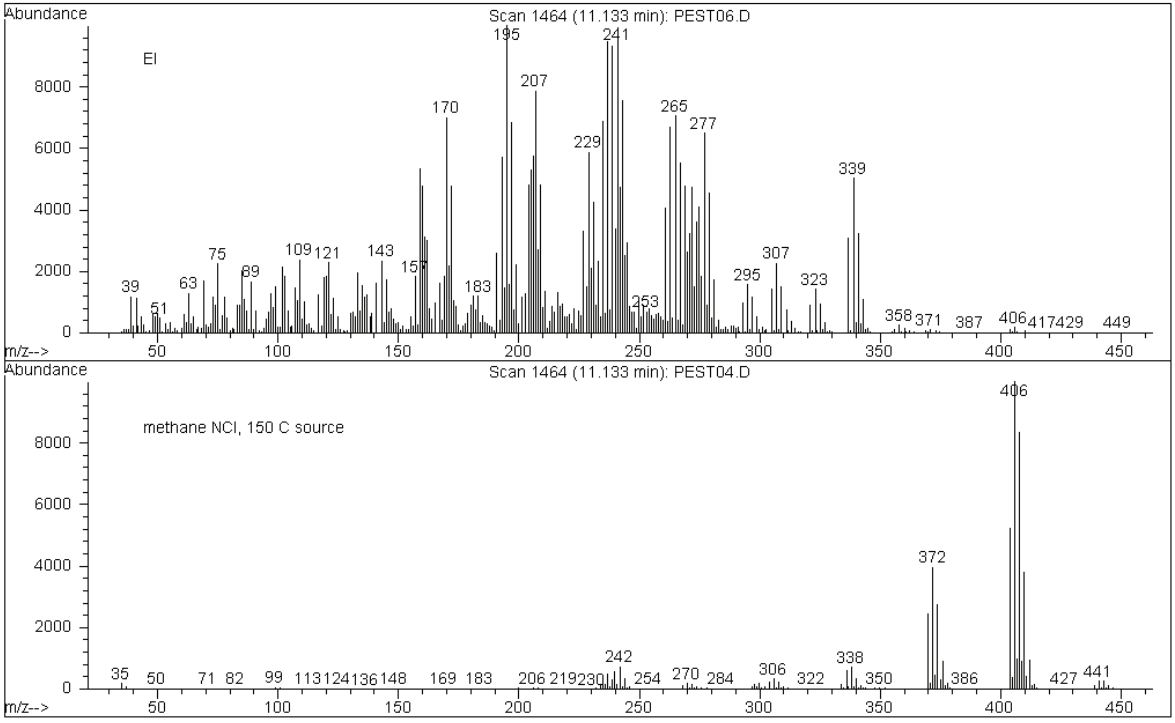


图 69 硫丹 I (MW = 404)：EI 和甲烷 NCI

电子捕获

在 NCI 中，电子捕获是最主要的途径。电子捕获（通常称为高压电子捕获质谱或 HPECMS）可为已知 NCI 提供较高的灵敏度。对于一些在理想条件下的样品而言，电子捕获提供的灵敏度比阳极电离提供的灵敏度要高 10 至 1000 倍。

请注意，在 NCI 模式下，还会发生所有与阳极 CI 相关的反应，通常会产生污染物。由于透镜电压已反向的缘故，形成的阳离子不会离开离子源，并且这些阳离子的存在可抑制电子捕获反应。

电子捕获反应可用表示为：

$$MX + e^{-}_{\text{（热电子）}} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

其中 MX 为样品分子，而电子为高能电子和反应气相互作用而产生的热 （慢速）电子。

有时， $MX^{-\bullet}$ 根阴离子不稳定。在这些情况下可能会发生逆反应：

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

逆反应有时被称为自动脱附。通常，这一逆反应的发生非常迅速。因此，不稳定的阴离子来不及通过碰撞或其他反应而稳定下来。

电子捕获对于那些具有杂原子的分子最有利。例如：氮气、氧气、磷、硫、硅，对卤素 （氟、氯、溴和碘）的效果尤其明显。

氧气、水，或任何污染物的存在都会干扰电子附着反应。通过慢速离子分子反应，污染物会导致形成阴离子。这样通常会降低灵敏度。必须尽量消除所有潜在污染源，尤其是氧气 （空气）和水源。

游离电子捕获

游离电子捕获又称为游离共振捕获。它是一个与电子捕获类似的过程。差别在于：在反应期间，样品分子是以碎片形式存在，还是以游离形式存在。结果通常为阴离子和中性基。游离电子捕获可用下列反应式来说明：

$$MX + e^{-}_{\text{（热电子）}} \rightarrow M^{-\bullet} + X^{-}$$

反应产生的灵敏度与电子捕获不同，并且形成质谱的分子离子丰度也通常比较低。

就电子捕获而言，游离电子捕获的产品有时不稳定。可能会发生逆反应。此逆反应有时被称为联合脱附反应。逆反应的反应式为：

$$M^{-\bullet} + X^{-} \rightarrow MX + e^{-}$$

离子对形成

离子对的形成表面上与游离电子捕获类似。离子对形成反应可用以下反应式表示：

$$MX + e^{-}_{\text{（热电子）}} \rightarrow M^{+} + X^{-} + e^{-}$$

对于游离电子捕获而言，样品分子会发生碎裂。但是，与游离电子捕获不同，该电子不会被碎片捕获。相反，样品分子以电子不均匀分布的方式碎裂并生成阳离子和阴离子。

离子分子反应

在 CI 离子源中存在氧气、水和其他污染物时，会发生离子分子反应。离子分子反应比电子附着反应的速度慢 2-4 倍，并且不提供与电子捕获反应关联的高灵敏度。离子分子反应可用以下通用反应式表示：

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

其中，X^- 通常为灯丝发出的电子引起的污染物电离而产生的卤素官能团或羟基。离子分子反应与电子捕获反应对抗。发生的离子分子反应越多，则发生的电子捕获反应就越少。

A 化学电离原理

B
部件

定购部件 312
电子设备 313
缆线 313
印刷线路板 315
保险丝和电源开关 317
真空系统 318
O 型环和密封垫 318
前级泵和相关部件 319
涡轮分子泵和相关部件 321
分析仪 323
EI 离子源 328
排斥极组件 330
EI GC/MSD 接口 331
消耗品和维护供应品 332
CI 部件 337

本章列出了维护 5975 系列 MSD 所需的可定购部件。它包括了 MSD 中的绝大多数部件或组件。本章的内容安排原则是将相关部件汇集在一起。

有些列出的产品是用户不能更换的。在这里将它们列出是为了供 Agilent Technologies 的服务代表使用。

定购部件

要定购 MSD 部件，请向您当地的 Agilent Technologies 办事处发出订单或进行咨询。并请将以下信息提供给他们：

您要定购的 MSD 的型号和序列号，这些号码位于仪器前部左下方的标签上。请参阅第 19 页。

- 还需提供部件的部件号
- 所需各部件的数量

有些提供的部件是经过改装的组件

改装的组件与新部件一样，通过了相同的测试并且符合所有规范。改装的组件可通过它们的部件号来识别。部件号的第二部分号码中前两位数字为 69 或 89（如 xxxxx-69xxx 或 xxxxx-89xxx）。改装组件的供应原则是“只可更换”。如果您将原来的部件返回到 Agilent Technologies（在您收到改装的组件之后），您就会收到信用单。

如果您找不到所需的部件

如果您需要的部件未在本章中列出，请访问 Agilent Technologies 网站的 Analytical Supplies Catalog （分析性产品供货目录）或者在线目录，网址为 **<http://www.agilent.com>**。如果您仍未找到所需的部件，请与 Agilent Technologies 服务代表或 Agilent Technologies 办事处联系。

电子设备

MSD 中的印刷线路板只能作为整套组件供应。不供应单个的电子元件。本节包含以下部件的内容：缆线 （见表 24 和 25），印刷线路板 （见表 26 和图 70）。以及保险丝和开关 （见表 27）。

缆线

表 24 外部缆线

说明	部件号
远程起 - 停缆线*	G1530-60930
Y- 远程起 - 停缆线 *	G1530-61200
H- 远程起 - 停缆线 *	35900-60800
LAN 缆线 （已屏蔽）	8121-0008
电源线，澳大利亚，中国	8120-1369
电源线，丹麦	8120-2956
电源线，欧洲	8120-1689
电源线，印度 / 南非	8120-4211
电源线，日本 200V	G2025-60189
电源线，瑞士	8120-2104
电原线，英国，香港，新加坡	8120-1351
电源线，美国	8120-6825

* 一次只能使用一根缆线

表 25 内部缆线

说明	部件号
AC 板控制缆线 （AC 板至主板）	G1099-60422
机箱接地线	G1099-60433
本地控制面板带状缆线	G1099-60030
电子模块风扇缆线	G1099-60560
风扇 （高真空）缆线	G1099-60561
馈通板	G1099-60425
HED 控制缆线	G1099-60430
HED 电源缆线	G1099-60431
高真空电源扩展缆线 （AC 至后面板）	G1099-60436
低压电源输入缆线 （AC 至 LVPS）	G1099-60426
低压电源输出缆线 （LVPS 至主板）	G1099-60427
质量过滤器接触缆线套件	G3170-60130
侧板控制 （带状）缆线 （主板至侧板）	G1099-60410
信号缆线 （将信号从侧板传递至信号放大板）	G1099-60416
电源缆线 （主板至侧板）	G1099-60428
涡轮分子泵线束缆线 （后面板至各涡轮分子控制器和 ps）	G3170-60034
涡轮分子控制器至 TMH 卡	G3170-60818
CI RS232 至 CI 控制板	G3170-60807
CI 流量模块缆线 — CI 流量的智能卡*	G3170-60802
Micro-Ion 真空计缆线 — 连接智能卡和真空计	G3170-60802
Micro-Ion 真空计缆线 — 连接 CI 流量和真空计	G3170-60805

* 如果仪器中没有 CI，则缆线会直接从智能卡接到 Micro-Ion 真空计

印刷线路板

表 26 印刷线路板 （见图 70）

项目	说明	部件号
1	交流电路板	G3170-65006
2	电子模块风扇	3160-1038
	如果在拆卸过程中已将原来的铆钉折断，则需要使用咬合铆钉 (4)	0361-1341
3	HED 电源	G3170-80017
3	双极 HED 电源	G3170-80018
4	LAN/MS 控制卡 — SC3+	05990-65430
5	低压 （交流 — 直流）电源	0950-3067
6	主电路板	G3170-65010
	LogAmp 快速电子设备	G3170-65001
7	环形线圈变压器	G1099-60229
8	本地控制面板组件 (LCP) **a** 5975 inert **b** 5975 inert-XL	 G3170-60126 G3170-60127
9	侧板，新的	G3170-65015
9	侧板，改装的	G3170-69015
10	涡轮分子泵 TMH 控制	G3170-65020

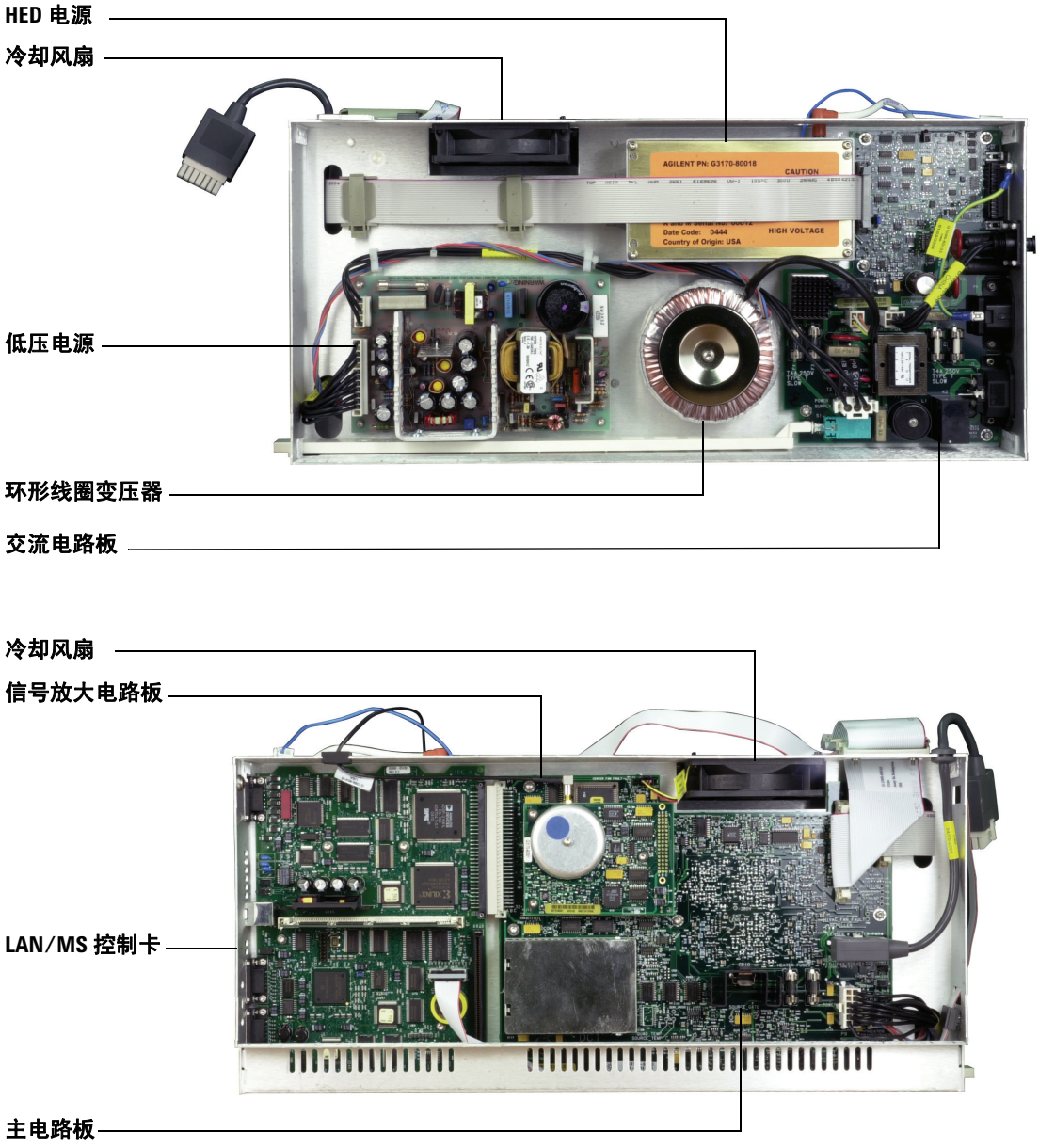


图 70 电子模块

保险丝和电源开关

表 27 保险丝和电源开关

说明	部件号
保险丝 8 A， 250 V	2110-0969
电源按钮	5041-1203
电源开关扩展杆	G3170-40007

真空系统

本节列出了真空系统的可更换部件。它包括夹具、O 型环和密封垫（见表 28）、前级泵和相关组件 （见表 29），以及涡轮分子泵真空系统组件 （见表 30 和图 72）。

O 型环和密封垫

表 28 O 型环和密封垫

说明	部件号
校准阀 O 型环 （1/4 英寸）	5180-4182
端板 O 型环 （用于前端板和后端板）	0905-1441
GC/MSD 接口 O 型环	0905-1405
HED 馈通	G1099-80012
HED 馈通 O 型环	0905-0490
KF10/16 密封垫 （前级泵进样口）， Micro-Ion 真空计	0905-1463
KF25 O 型环组件 （涡轮分子泵出样口）	0100-1551
用于标准涡轮分子泵出样口的弯管接头	G2589-20041
用于标准涡轮分子泵出样口的 O 型环	0905-1443
密封垫，性能涡轮分子泵进样口	0100-1879
侧板 O 形环	0905-1442
排气阀 O 型环 （1/4 英寸）	5180-4182

前级泵和相关部件

表 29 前级泵和相关部件

项目	说明	部件号
	前级软管组件 （软管和内部弹簧）	05971-60119
	• 与 05971-60119 一起使用的软管夹*	1400-3241
1	前级泵， 120 V， Pfeiffer Duo 2.5	G3170-89025
1	前级泵， 220 V， Pfeiffer Duo 2.5	G3170-89026
1	前级泵， 200 V， Pfeiffer 日本版本	G3170-89024
	前级泵进样口密封垫 (KF10/16)	0905-1463
	KF10/16 夹具 （前级泵进样口）， Micro-Ion 真空计	0100-1397
	KF16 弯管接头	G1099-20531
	KF25 夹具 （软管的顶端 — 未显示）	0100-0549
	KF25 弯管接头 （软管的顶端 — 未显示）	G1099-20532
	滴油盘	G1099-00015
	前级泵的排油口塞子	0100-2452
	用于前级泵排油口塞子的 O 型环	0905-1619
	填充塞	0100-2451
	用于前级泵填充塞的 O 型环	0905-1620
	油雾过滤器	G1099-80039
	前级泵油	6040-0621
	安全护架套件，前级泵	G3170-60028
	安全护架，前级泵，数量为 1	
2	金属板	
3	警示标签	
4	橡胶环	
5	泵护架支架，数量为 2	G3170-20035
6	铁盖焊接六角螺帽，数量为 2	0535-0041
7	四角内星形垫圈，数量为 2	2190-0009

* 软管夹是可互换的，但使用匹配的软管夹固定效果最好

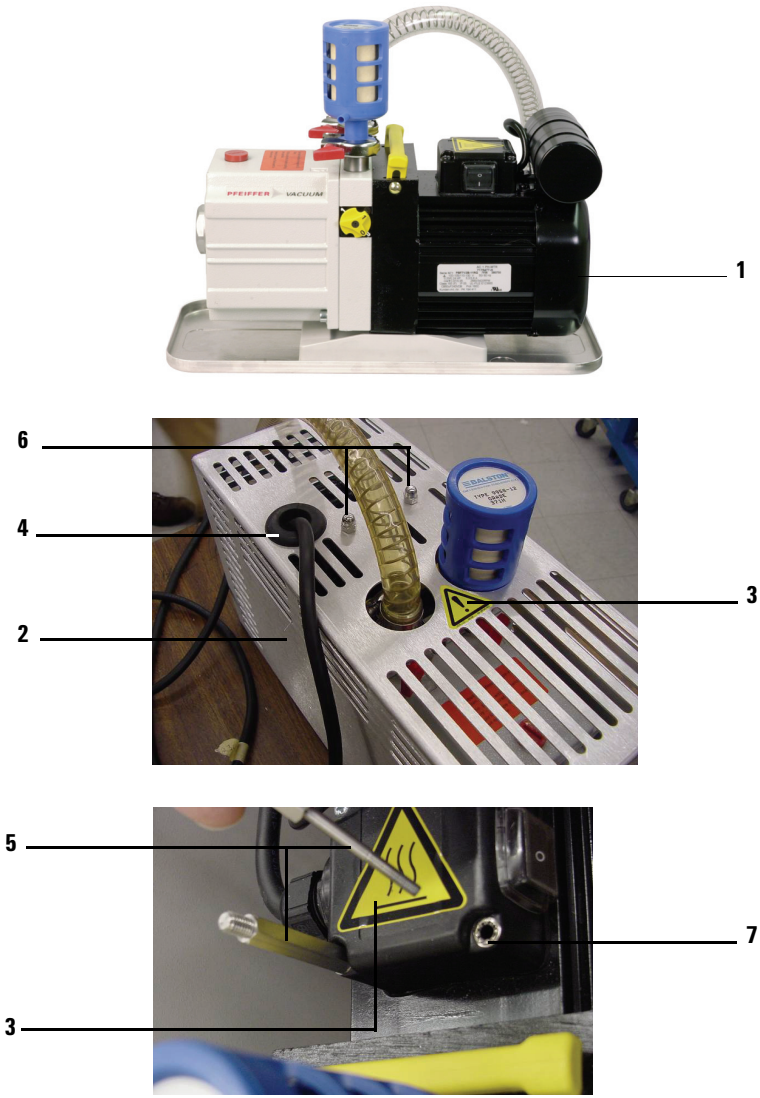


图 71 前级泵及相关部件

涡轮分子泵和相关部件

表 30 涡轮分子泵 MSD 真空系统组件 （见图 72）

项目	说明	部件号
	用于阻尼装置接头的爪型夹具，适用于标准涡轮分子泵	0100-1881
	用于真空计量的夹具	0100-1397
1	风扇 （用于高真空泵）	G1099-60564
	KF25 夹具 （用于涡轮分子泵出样口）	0100-0549
	KF25 O 型环组件 （用于涡轮分子泵出样口）	0100-1551
4	Micro-Ion 真空计的真空计量电子设备	G3170-89001
2	性能涡轮分子泵	G3170-89062
2	标准涡轮分子泵	G3170-89061
	带有护罩的涡轮分子泵密封垫	0905-1613
3	只适用于涡轮分子泵电源	G3170-80063
	涡轮分子泵独立电源控制线束	G3170-60034
5	分析仪箱 （多管）	G3170-20560
	多管 EMC 垫圈	G3170-80031

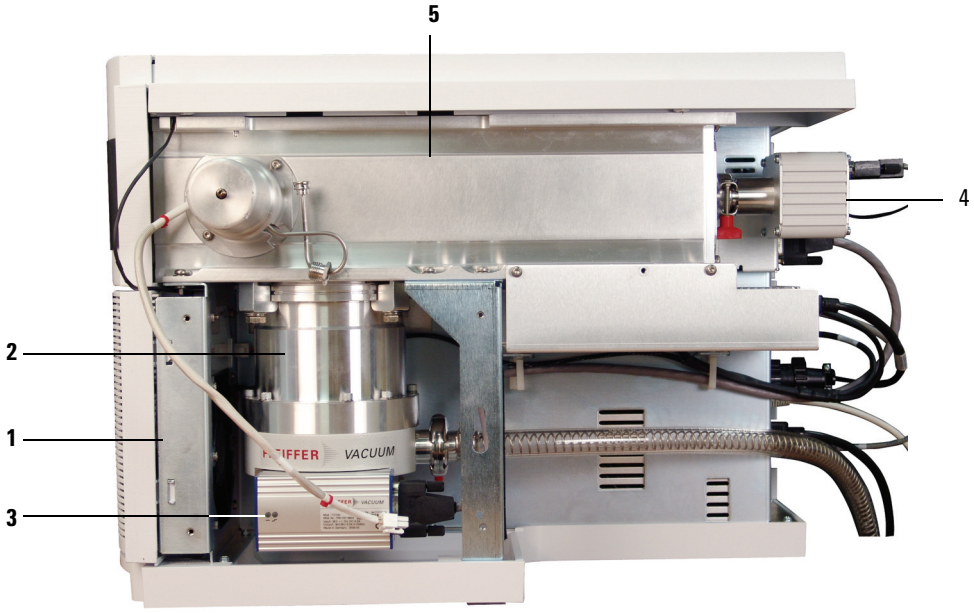


图 72 涡轮分子泵和相关部件

分析仪

表 31 和图 73 列出了分析仪箱和相关部件。

表 31 分析仪箱及相关部件 （图 73）

项目	说明	部件号
1	板， Micro-Ion 真空计阻尼装置	G3170-00003
	Micro-Ion 真空计阻尼装置	G3170-00015
	• M3X12 TX T10 PN SQ 锥形 SS （数量为 2）	0515-0664
2	EI 校准阀组件	G3170-60204
3	校准样品瓶	G3170-80002
4	端板前观察镜	G3170-20552
4	端板前丙烯酸纤维	G3170-20022
5	端板前机架	G3170-00001
	端板后盖	G3170-20553
	板， Micro-Ion 真空计阻尼装置	G3170-00003
	侧板 （包括馈通和指旋螺钉）	G3170-60021
6	排放阀旋钮	G3170-20554

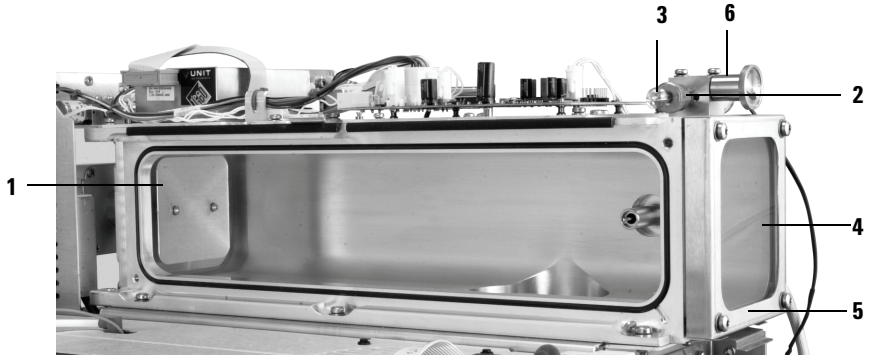


图 73 分析仪箱及相关部件

表 32 和图 74 显示了分析仪的更换部件。分析仪的螺丝钉（见表 33）和各离子源部件 （见表 34）都将在随后的表中列出。

表 32 分析仪部件 （见图 74）

项目	说明	部件号
	分析仪，新的	G3170-65740
	分析仪，改装的	G3170-69740
	• 检测器， HED	G1099-80001
7	• 电子倍增器喇叭	05971-80103
	• 馈通板 （离子源板）	G1099-60425
	• HED 馈通	G1099-80012
	• 用于 HED 馈通的 O 型环状 Viton （一种橡胶软胶）	0905-0490
4	• 离子源套件，新的	G3170-65710
4	• 离子源套件，改装的	G3170-69710
6	• 电磁组件	05971-60160
	• 质量过滤器缆线套件	G3170-60130

表 32 分析仪部件 （见图 74）（续）

项目	说明	部件号
	• 质量过滤器触点 (4)	G1099-60142
	• 质量过滤器斜置线圈支撑件，检测器端	G3170-20025
	• 质量过滤器斜置螺旋弹簧	G3170-80005
	• 质量过滤器陶瓷支撑件，离子源端	G1099-20123
3	• 质量过滤器加热器组件	G1099-60172
	• 质量过滤器散热器	G3170-20121
	• 固定架，检测器端	G1099-00002
	• 固定架，离子源端	G1099-00001
	• 用于离子源端和监测器端固定架的钉子	G1099-20137
	• 侧板 （包括指旋螺钉）	G3170-60021
5	• 源散热器	G1099-20122
	• 侧板，新的	G3170-65015
	侧板，改装的	G3170-69015
	RFPA 风扇组件	G3170-60023
	四极杆固定器 （需要 2 个）	G3170-20023

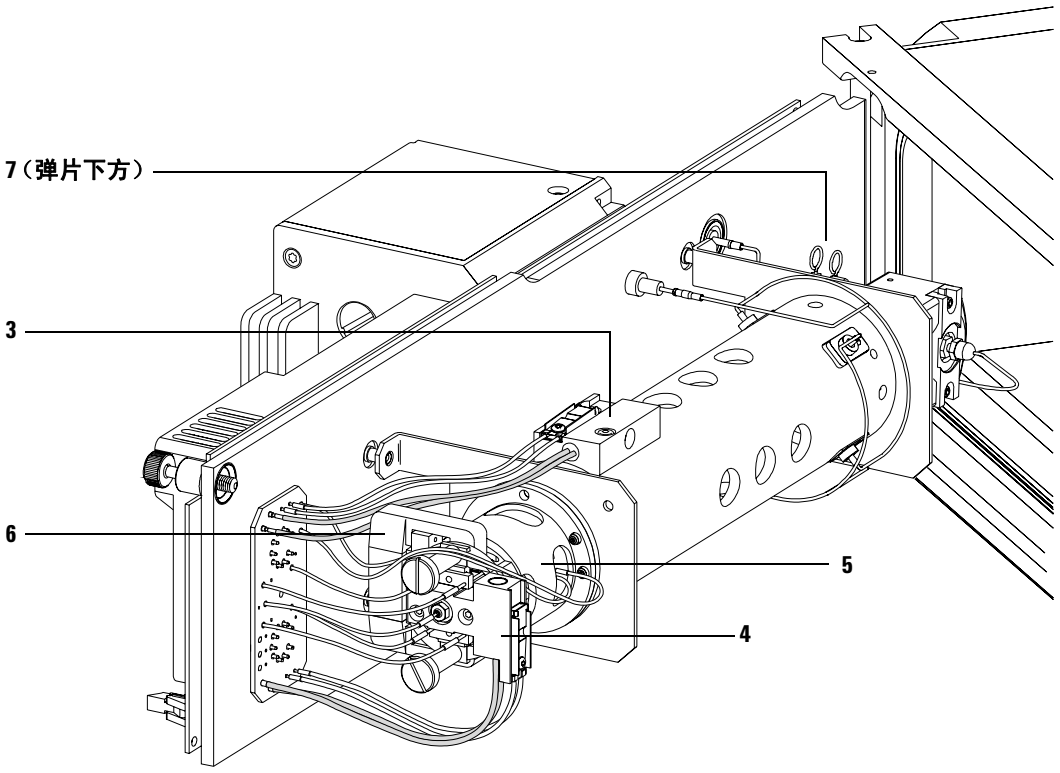


图 74 分析仪部件

表 33 分析仪螺钉

说明	部件号
加热器 / 传感器 （四极杆）固定螺钉	0515-1446
离子源指旋螺钉	G1099-20138
电磁固定螺钉	0515-1046
螺钉，将电磁支架固定到离子源散热器	0515-1602
螺钉，将离子源散热器和检测器固定到四极杆散热器	G3170-20123
螺钉，固定质量过滤器触点组件 / 加热部件	G3170-20122
螺钉，用于散热器。固定架侧板	0515-0430
离子源散热器螺钉	0515-1052
四极杆固定器螺钉	0515-0221

EI 离子源

表 34 EI 离子源 （见图 75）

	说明	部件号
	离子源，新的	G2589-65710
	离子源，改装的	G2589-69710
11	抽出汽缸	G1072-20008
12	抽出板，插入 3 毫米	G2589-20100
12	抽出板，插入 6 毫米*	G2589-20045
9	入口透镜	G3170-20126
3	EI 高温灯丝	G2590-60053
4	接口插座	G1099-20136
10	离子聚焦透镜	05971-20143
8	透镜绝热体 （2 套）	05971-20130
5	阳极化的排斥极组件	G3169-60102
7	用于灯丝的螺钉	G1999-20021
6	将排斥极组件固定于离子源的螺钉	G1999-20021
2	用于透镜堆栈的固定螺钉	G1999-20022
1	离子源体	G2589-20043

* 用于 G2860A 和 G2860B 扩展线性套件

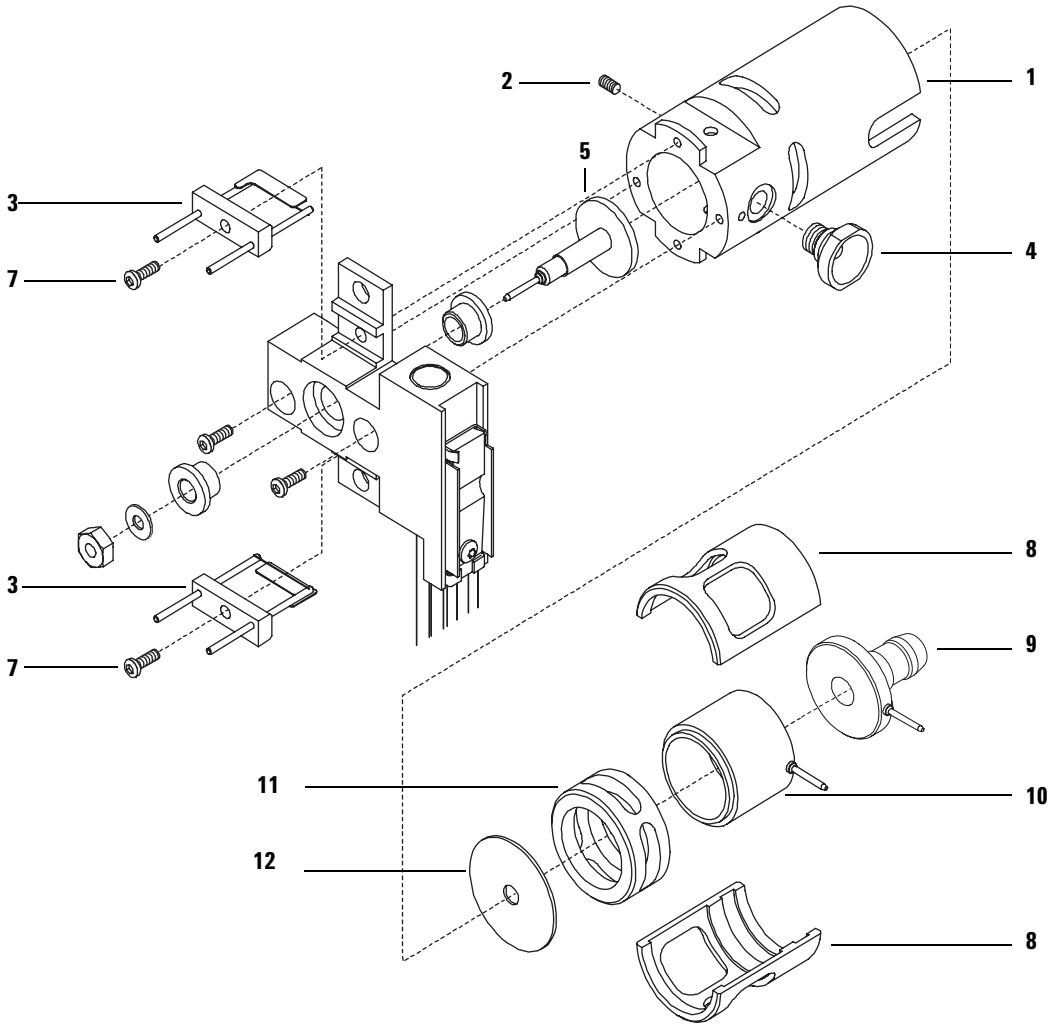


图 75 EI 离子源

排斥极组件

表 35 排斥极组件

说明	部件号
阳极化的排斥极组件	G3169-60102
绝热体 （需要 2 个）	G1099-20133
螺帽， 5.5 毫米	0535-0071
推斥极	G2589-20044
固定螺钉	0515-1446
阳极化的离子源加热器组件	G3169-60177
用于排斥极的垫圈	3050-0891

加热器传感器组件

表 36 加热器传感器组件

说明	部件号
阳极化的离子源加热器组件	G3169-60177
固定螺钉	0515-1446
M3 x 0.56 毫米长的螺钉	0515-0430
阳极化的排斥极组件*	G3169-20131
加热器，排斥极	G1099-60103
高温离子源传感器	G3169-60104

* 此部件未安装，为了完全起见而将其显示出来。

EI GC/MSD 接口

表 37 列出了与 EI GC/MSD 接口相关的更换部件。

表 37 EI GC/MSD 接口

说明	部件号
GC/MSD 接口 （套件）	G1099-60300
接口色谱柱螺帽	05980-20066
加热器套筒	G1099-20210
加热器 / 传感器组件	G1099-60107
隔热层	G1099-20301
加热器 / 传感器组件的固定螺钉	0515-0236
螺钉， M4x0.7 截锥头，用于加热器套筒	0515-0383
焊接接口组件	G1099-60301
RTGA 焊接接口组件	G2589-60060
GC/MSD 接口 O 型环	0905-1405
接口外壳	G1099-00005
用于将接口和外壳固定到分析仪箱的螺钉	0515-0380

消耗品和维护供应品

本部分 （表 38 至 41）列出了用于清洁和维护 MSD 的部件。

表 38 EI 维护供应品

说明	部件号
砂纸， 30 微米	5061-5896
氧化铝粉末， 1 千克	8660-0791
拭布，干净的 （数量为 300 块）	05980-60051
拭布，干净的 （数量为 300 块）	9310-4828
棉签 （数量为 100 支）	5080-5400
前级泵油， P3， 0.5 升	6040-0621
手套，干净的，大号	8650-0030
手套，干净的，小号	8650-0029
润滑脂， Apiezon L，高真空	6040-0289

表 39 工具

说明	部件号
色谱柱安装工具	G1099-20030
工具包	G1099-60566
球形螺丝刀 → 1.5 毫米	8710-1570
球形螺丝刀 → 2.0 毫米	8710-1804
球形螺丝刀 → 2.5 毫米	8710-1681
六角螺母螺丝刀， 5.5 毫米	8710-1220
钳子，长鼻 （鼻长 1.5 英寸）	8710-1094
平头螺丝刀，大号	8730-0002
Torx 螺丝刀， T-10	8710-1623
Torx 螺丝刀， T-15	8710-1622
Torx 螺丝刀， T-20	8710-1615
MSD 运输工具包	G3170-60500
6890 系列 GC 运输工具包	G1530-60865
镊子，非磁性	8710-0907
扳手，开口端 ¼ 英寸 x 5/16 英寸	8710-0510
扳手，开口端 10 毫米	8710-2353
抗静电腕带，小号	9300-0969
抗静电腕带，中号	9300-1257
抗静电腕带，大号	9300-0970

表 40 密封垫圈

说明	部件号
无孔， vespel 石墨	5181-3308
内径为 0.3 毫米， 85%/15%，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱	5062-3507
内径为 0.4 毫米， 85%/15%，用于内径为 0.20 毫米和 0.25 毫米的色谱柱	5062-3508
内径为 0.5 毫米， 85%/15%，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱	5062-3506
内径为 0.8 毫米， 85%/15%，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱	5062-3538
内径为 0.27 毫米，90%/10%，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱	5062-3518
内径为 0.37 毫米，90%/10%，用于内径为 0.20 毫米的色谱柱	5062-3516
内径为 0.40 毫米，90%/10%，用于内径为 0.25 毫米的色谱柱	5181-3323
内径为 0.47 毫米，90%/10%，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱	5062-3514
内径为 0.74 毫米，90%/10%，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱	5062-3512

表 41 其他 EI 和 CI 部件和样品

说明	部件号
EM 喇叭	05971-80103
灯丝组件 （EI 高温）	G2590-60053
灯丝组件 (CI)	G1099-80053
前级泵油 （1 升）， P3	6040-0621
前级排出口油雾收集器	G1099-80039
加热器 / 传感器 GC/MSD 接口	G1099-60107
加热器 / 传感器离子源	G3169-60177
加热器 / 传感器质量过滤器	G1099-60172
二苯甲酮， 100 pg/µL	8500-5400
八氟萘， OFN， 1 pg/µL	5188-5348
八氟萘 (OFN)， 100 fg/µL	5188-5347
PFHT， 100 pg/ 磕	xxxx-xxxx
PFTBA， 10 克	8500-0656
PFTBA 样品包	05971-60571
PFDTD 校准剂	8500-8130
前级泵托盘	G1099-00015
Eval A，碳氢化合物	05971-60045
Micro-Ion 计量电子设备	G3170-89001
甲烷 / 异丁烷气体净化器	G1999-80410
J20i 内径 1/8 英寸不锈钢	7157-0210
拭布 （数量为 300 块）	9310-4828
Swagelok 密封垫圈，前端， 1/8 英寸， 10 个 / 包	5180-4110
Swagelok 密封垫圈，后端， 1/8 英寸， 10 个 / 包	5180-4116
Swagelok 螺帽，用于 1/8 英寸接头， 10 个 / 包	5180-4104
Swagelok 螺帽和密封垫圈， 10 套 / 包	5080-8751

表 41 其他 EI 和 CI 部件和样品 （续）

说明	部件号
用于 SS 管线的管线切割器	8710-1709
管线切割器的更换刀片	8710-1710
CI 运输包	G3170-60505

CI 部件

表 42 至 44 和图 76 和 77 列出了维护 5975 系列 MSD CI 所需的部件。本部分的部件与 CI 附件直接相关，其他用于 MSD 的部件可以在本章的上一部分查看到。

表 42 CI 流量控制模块 （见图 76）

项目	说明	部件号
	CI 流量控制模块*	G3170-65460
1	CI 校准阀组件	G1999-60452
	PFDTD 校准剂	8500-8130
2	校准剂样品瓶	G3170-80002
	样品瓶 O 型环， 1/4 英寸 Viton	5180-4182
	电磁阀和缆线	G1999-60452
	CI 缆线，连接 SC 至 CI 流量模块	G3170-60802
	线缆，连接 CI 至 CI 隔板	G3170-60807
	CI 流量控制 PCA	G3170-65005
3	质流控制器	0101-1006
4	隔离阀 （断流阀）	G1999-80402
	质流控制器缆线	G1999-60464
5	反应气选择阀 （气体 A 和气体 B）	G1999-80401
	VCR 垫圈， 1/4 英寸	0100-1436
	VCR 垫圈， 1/8 英寸	0100-0468
	甲烷 / 异丁烷气体净化器	G1999-80410
	不锈钢管，内径 1/8 英寸， 20 英尺	7157-0210
	Swagelok 密封垫圈，前端， 1/8 英寸， 20 个 / 包	5180-4110
	Swagelok 密封垫圈，后端， 1/8 英寸， 20 个 / 包	5180-4116
	Swagelok 螺帽，用于 1/8 英寸接头， 20 个 / 包	5080-8751

表 42 CI 流量控制模块 （见图 76）（续）

项目	说明	部件号
	Swagelok 螺帽和密封垫圈， 20 套 / 包	5080-8751

* 未设置

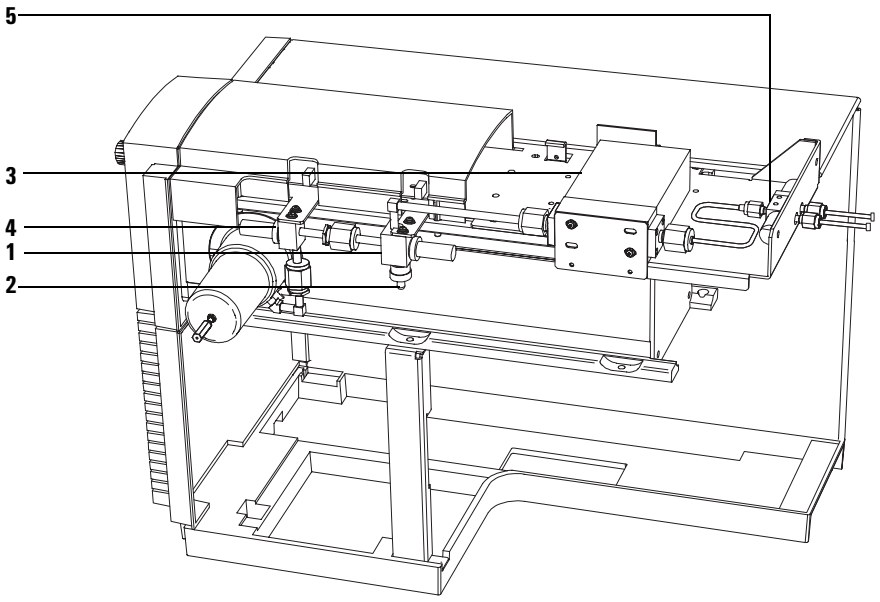


图 76 CI 流量控制模块

表 43 CI 离子源 （见图 77）

项目	说明	部件号
	离子源箱	G1999-65001
	CI 离子源，新的	G1999-65402
1	CI 抽出汽缸	G1999-20444
2	CI 抽出板	G1999-20446
3	CI 灯丝	G1099-80053
4	CI 加热部件	G3170-20431
5	CI 接口端密封垫	G1999-60412
6	CI 离子聚焦透镜	G1999-20443
7	CI 透镜绝热器 （成对）	G1999-20445
8	CI 推斥极	G1999-20432
9	CI 推斥极绝热器	G1999-20433
10	CI 离子源体	G1999-20430
11	CI 离子源加热器组件	G3170-60414
12	虚拟灯丝	G1999-60454
13	入口透镜	G3170-20126
14	螺钉，灯丝	G1999-20021
15	螺钉，透镜堆栈	G1999-20022
	用于 RTD 的凹头螺钉， M3 × 4 mm	0515-2903
16	将离子源固定于散热器的螺钉， M2 × 8 （未显示）	0515-1046

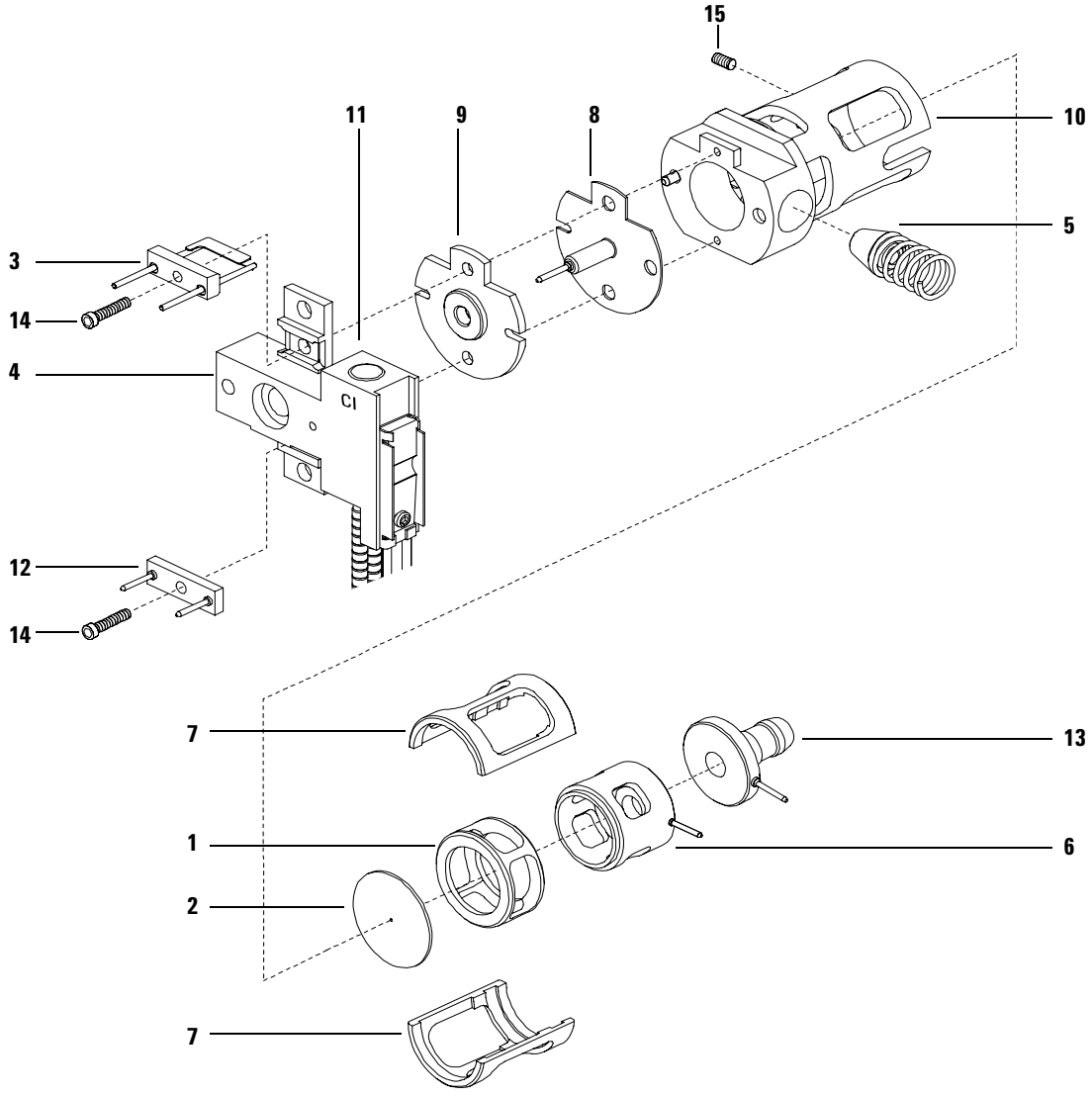


图 77 CI 离子源的分解视图

表 44 CI GC/MSD 接口

说明	部件号
CI GC/MSD 接口组件	G3170-65400
加热器夹具	G1999-20410
加热器 / 传感器组件	G1099-60107
传输线罩 （外壳）	G3170-00405
接口隔热层	G1999-20401
加热器夹具螺钉	0515-0383
用来将接口固定到多管的螺钉	0515-0380
焊接接口	G3170-60401
接口端密封垫	G1999-60412

B 部件

索引

数字

19， m/z 处的较大峰，在 CI MSD 中 ，159
219 宽度，272
32，明显漏气， CI MSD 中，89, 97, 160
59864B 真空计控制器，80

A

AMU 补偿，271
AMU 增益，271
氨气
  维护注意事项，296
  压载前级泵的原因，238
  硬脂酸甲酯的 PCI 谱图，298
安全
  维护中，169
  外壳，169

B

BFB 调谐，62
本地控制面板，17, 45
标准调谐，62
保险丝
  更换主保险丝，228
  在后面板上，289
背景、空气和水
  CI 启动时检查，98
  对 NCI 灵敏度的影响，307
  对 PCI 的影响，298
  启动时检查，97
背景、空气和水，在 CI 中，98
背景，较高，124, 139
泵
  废气，排放，170
泵，前级
  无法打开，118
  在抽气过程中关闭，118
泵滴油盘，247
泵关闭，245, 286
部件，311
  消耗品，332
  电子设备，313
  定购，312
  分析仪，323
  改装的组件，312
  如果您找不到所需的部件，312
  真空系统，318
部件，更换，311

C

ChemStation
  控制温度，通过，49
  监测温度和真空，51
  设置 GC/MSD 接口温度，56
  设置监视器，53
  用于调谐 MSD，62
  用于对 CI MSD 进行抽气，91
  用于对 MSD 进行抽气，78
  用于放空 MSD，69, 71
  用于设置甲烷反应气流量，97
CI MSD 维护，231
  安装 CI 接口端密封，235, 236, 238, 239, 241
CI MSD 噪音过大或信噪比较低 ，158
CI MSD 中无峰，153
CI MSD 中电子倍增器电压较高 ，163
CI MSD 中信噪比较低，158
CI 维护，231 to ??
CI 推斥极，264
CI 校准阀，255
CI 校准样品瓶
  重新注满，241
CI 操作，85
  CI 自动调谐，104
  NCI 自动调谐，108
  PCI 自动调谐，106
  安装 CI 离子源，234
  典型压力读数，113
  设置甲烷气体流量，97
  设置软件，92
  使用反应气流量控制模块，94
  使用其他反应气，99
  首先以甲烷 PCI 模式启动，89
  一般原则，86, 90, 233
CI 灯丝，264
CI 接口端密封垫，264
  安装，235, 236, 238, 239, 241
CI 离子源
  推斥极，264
  安装，234
CI 离子源。*请参阅*“CI 离子源”
CI 谱图
  标准的，20
  硫丹甲烷 NCI，305
  硬脂酸甲酯甲烷和氨气 PCI，298
CI 自动调谐，104
  仅适用于甲烷的 PCI，106
操作
  从 EI 切换到 CI，90
侧板
  O 形环，252
  润滑 O 形环，190
  指旋螺钉，250
抽出板及汽缸，268
抽气
  安全关闭，245
  等待达到热平衡，79

故障，286
过程，78, 91
用于 CI MSD 的过程，91
抽气问题，286
抽气安全关闭，286
从 GC 键盘设置 GC/MSD 接口温度，84
从存放盒中取出，234
存放 MSD，82
错误消息
EM 电源的问题，133
内部 MS 通信故障，134
HED 电源的问题，134
未发现峰，135
系统处于待机状态，136
系统处于放空状态，137
温度控制无效，135
温度控制故障，136
透镜部件故障，135
闭锁的，133
不存在发射电流，137
风扇的问题，133
高真空泵的问题，134
高真空泵尚未就绪，136
将错误号转换为消息，133
没有足够的信号开始调谐，137
前级压力已超过 300 mTorr，134
日志放大器 ADC 误差，135
质量过滤器电子设备中的问题，133

D

DFTPP 调谐，62
达到热平衡所需时间，276
打开
MSD 故障，117
参见“抽气”
*另请参阅*抽气
打开 / 关闭开关。*请参阅*“电源开关”
打开分析仪箱，71
电压，危险，169
电荷交换，PCI，304
电源
低压 （交流 - 直流），288
高压 (HED)，288
电源线
插孔，289
交流，289
前级泵，289
电源开关，282
电源开关。*请参阅*“电源开关”
电子倍增器喇叭，274
电子设备，279 to 293
静电释放的危险，171, 224
环形线圈变压器，288
LAN/MS 控制卡，287
维护，224
部件号，313
电源，288
低压电源，288
高压 (HED) 电源，288
交流电路板，285
交流 - 直流电路板。*请参阅*“低压电源”
信号放大电路板，285
主电路板，284
主要组件的位置，282
状态显示，282
低压 （交流 - 直流）电源，288
低灵敏度
较高质量处，127
一般，123
灯丝，266
维护，267
选择，266
参数影响，266
电子能量，266
发射电流，266
重新安装，211
第 2 热辅路，46, 87
手动调谐，62
端板 O 形环，252
定购部件，312
对半拆分，以查找 CI MSD 中的漏气之处，146
对准，分析仪和 CI 接口，检查，235
多真空系统压力
监测，58

E

EI 概述，296
EI/CI GC/MSD 接口。*请参阅*CI 接口
EM
另请参阅“检测器”
请参阅“电子倍增器”
EM 电压，275
ESD。*参见*静电释放

F

峰
宽度不一致，125
分顶，121
后拖，120
平顶，120
前体，125
前置，120
缺失，119, 135
在 *m/z* 18、 28、 32 和 44 或 *m/z* 14 和 16 处的丰度较高，125
峰宽，不一致，125
风扇，高真空泵，254
错误操作，133
更换，186
废气
放空前级泵，46
前级泵集油器，246
阀
CI 校准阀，255
放空，正确操作，70
隔离，95
发射电流，266
如果不存在，137
反应气
CI 原理概述，296
无阴离子，305
二氧化碳，用作 NCI 缓冲气体，102
清洁供气管线，240
使用氨气，100
使用其他反应气，99

使用异丁烷，100
反应气离子
不可见，155
反应气流量控制模块
操作，94
隔离阀，95
示意图，95
放空
ChemStation 控制，45
MSD 准备工作，70
不正确操作导致的 MSD 损坏，50
顶部视图会打开接口加热器，70
放空阀的正确使用，70
正常，69, 71
放空程序。*请参阅*“放空”
放空周期。*请参阅*“放空”
分析仪，259 to 277
基本组件，260
维护，194
检修，71
加热器，276
不需维护的部件，195
部件号，323
离子源，262
散热器，276
质量过滤器，270
分析仪温度，49
推荐，276
设置，54
分析仪箱
打开，71
分析仪箱，涡轮分子泵，249
分析仪箱压力
过低，129
过高，128
丰度
相对，126
对 *m/z* 502 来说较低，126

G

GC
未打开，117
污染源，139
涉及漏气的组件，138
GC 接口。*请参阅*“GC/MSD 接口”
GC/MSD 接口
无法加热，132
维护，220
加热器，46, 49, 87
加热区控制，46, 87
传感器（热电偶），46, 87
另请参见“GC/MSD 接口温度”
取出加热器和传感器，221
重新安装加热器和传感器，223
GC/MSD 接口温度，49
从 ChemStation 中设置，56
从 GC 中设置，84
范围，46, 87
GC/MSD 接口， CI，46
GC/MSD 接口， CI。*请参阅*“CI 接口”
高能倍增器。*请参阅*“HED”
高压电子捕获质谱。*请参阅*“阴极 CI”
高压馈通。*参见*“HED 馈通”
高真空计
安装，189
取下，188
高真空泵
未就绪，136
问题，134
隔垫，漏气，138
隔垫渗漏，污染源，139
隔离阀，95
辅加热区，49
压缩密封垫，252
规范，灵敏度，111
关机。*请参阅*“放空”
故障
*另请参阅*抽气
故障排除，115, 141
提示和技巧，116, 143
常见的 CI 特定问题，142
*另请参阅*故障征兆
漏气，查找漏气位置，145
漏气，确定存在漏气，144
故障 *请参阅*故障征兆
故障征兆
基线较高，121
基线降低，121
基线上下浮动，122
基线升高，121
CI MSD 的调谐相关征兆概述，161
CI MSD 噪音过大或信噪比较低，158
CI MSD 中无峰，153
CI MSD 中电子倍增器电压较高，163
CI MSD 中的峰宽不稳定，165
EM 电源的问题，133
内部 MS 通信故障，134
GC 未打开，117
GC/MSD 接口未加热，132
HED 电源的问题，134
MSD 未打开，117
MSD 已打开但是前级泵未运行，118
m/z 502 的相对丰度小于 3%，126
无峰，119, 135
无法完成 CI 自动调谐，164
系统处于待机状态，136
系统处于放空状态，137
温度控制无效，135
温度控制故障，136
温度故障，131
同位素缺失或同位素有误，124
透镜部件故障，135
PFDTD 信号不存在或过低，但反应气离子正常，157
保留时间偏移（所有峰），122
背景较高，124
不存在发射电流，137
错误消息，133 to 137
峰宽不一致，125
峰后拖，120
峰前置，120
风扇的问题，133
反应气离子比难于调整或不稳定，162
反应气流量改变时压力不变，151

反应气信号不存在或较低，155
分析仪箱高压反应气流，150
分析仪箱压力过高，128
分峰顶，121
高真空泵的问题，134
高真空泵尚未就绪，136
高质量灵敏度不佳，127
规控制器显示 9.9+9 然后屏幕空白，129
规控制器上的电源指示灯不亮，130
压力相关的征兆，概述 (CI)，148
压力征兆，128
离子源未加热，131
灵敏度不佳，123
没有反应气流真空不理想，149
信号相关的征兆，概述，152
平峰顶，120
前体峰，125
前级泵未运行，118
前级压力过低，129
前级压力过高，128
前级压力已超过 300 mTorr，134
日志放大器 ADC 误差，135
色谱征兆，119 to 123
一般征兆，117 to 119
在 CI MSD 中的 *m/z* 19 处的较大峰，159
在 CI MSD 中的 *m/z* 32 处漏气，160
在 *m/z* 18、28、32、44 或 *m/z* 14 和 16 处的丰度较高，125
重复性不佳，123
质量过滤器 （四级杆）加热器未加热，131
质量过滤器电子设备中的问题，133
质谱征兆，124
过程，238

H

HED，274
  HED 电源的问题，134
HED 电源，288
HED 馈通
  密封垫，253
HPECMS。*请参阅*“阴极 CI”
烘干清洁后的离子源部件，194
后面板和接头，289
化学背景
  对 NCI 的影响，305
化学残留物，有害，170
化学电离
  水污染，296
  甲烷反应气，296
  参考资料，297
  分子离子，296
  概述，296
  硬件概述，20
环形线圈变压器，288

J

基线，色谱
  浮动，122
  较高，121
  降低，121
  升高，121
检测限制
  检测限制大，298
  在 NCI 中较低，305
检测器，274
  EM 电源的问题，133
  稳定地提高 EM 电压，275
  电子倍增器电压，274
  电子倍增器喇叭，274
  更换喇叭，218
检测器聚焦透镜，274
集油器，247
控制器，高真空计，80
记录放大器。*请参阅*“信号放大器”
加合离子，303
加热器
  GC/MSD 接口，取出，221
  GC/MSD 接口，重新安装，223
  查看温度和真空状态，51
  离子源，取下，212
  离子源，重新安装，214
  设置温度监视器，53
  用于为 GC/MSD 接口加热器提供能量的加热区，49
  质量过滤器，取出，215
  质量过滤器，重新安装，216
甲烷
  PCI 硬脂酸甲酯谱图，298
  设置气体流量，97
甲烷 / 异丁烷气体净化器
  更换，239
监测
  涡轮分子泵转速，51
  多真空系统压力，58
  前级压力，51
监测分析仪箱压力，112
监视器，53
交流电路板，285
接线，危险电压，169
接头，289
  电源线插孔，289
  高真空电源 (HIVAC POWER)，289
  高真空信号 (HIVAC SIGNAL)，289
  前级泵线插孔，289
  远程启动，289，292
接口。*请参阅*“CI 接口”
接口。*请参阅*“GC/MSD 接口”
接口插座
  取下，198
  重新安装，205
接口端密封，CI
  安装，235，236，238，239，241
接地腕带，171
洁净，在维护中的重要性，194
校准剂
  CI 校准剂离子不可见，157
校准阀
  O 形环，252
校准阀，EI
  重新安装，185
校准样品瓶，CI
  重新注满，241
校准样品瓶，EI
  取下，181
  重新注满和重新安装，184

校准样品瓶， CI，重新注满
静电释放
  采取的预防措施，195, 224
  对电子设备的危险，171, 224
静电释放。*参见* 静电释放

K

KF 密封垫，252
快速调谐，62

L

LAN (I/O) 接头，290
LAN/MS 控制卡，287
  RAM 在，287
  连接外部设备，292
  远程控制处理器，292
离子聚焦，268
离子源，262
  体，262
  推斥极，268
  加热器，276
  加热器和传感器，取出，212
  加热器和传感器，重新安装，214
  不需清洁的部件，200
  抽出板及汽缸，268
  磁铁，268
  灯丝，266
  灯丝维护，267
  灯丝，重新安装，211
  烘干清洁后的部件，203
  离子聚焦透镜，268
  清洁，198, 200
  入口透镜，269
  取下，190, 196
  重新组装，200, 203, 205, 207, 209
离子源温度，49
  查看，51
  设置，54
  设置监视器，53
离子源，CI
  安装，234
扩散泵
  相关错误消息，134
  液面较低的影响，128
扩散泵液
  污染源，139
灵敏度
  验证 NCI 性能，111
  验证 PCI 性能，110
  不佳，123
  在较高质量处不佳，127
硫丹，EI 和 NCI 谱图，305
连接外部设备，292
  系统准备就绪信号，292
  启动运行输入，293
流速。*请参阅* 色谱柱流速
流量控制模块
  示意图，95
漏气
  污染源，139
  PCI 中不足以引起问题的少量漏气也会破坏 NCI 灵敏度，142
  在 CI MSD 中的 m/z 32 处可见漏气，160
  在 CI 中检测，98
  在 CI 中查找，145

M

Micro-ion 真空计
  监测高真空压力，58, 112
  打开，58, 112
  连接真空计控制器，80
  氢气点火，258
  取下，188
  重新安装，189
MS 错误号，133
MSD
  化学残留物的危害，170
  内部危险电压，169
  危险的高温部件，170
  维护，167，229
  未打开，117
  测量色谱柱流速，通过，60
  电子设备，279, 293
  故障排除，115, 139
  连接外部设备，292
  移动或存放，82
MSD 的物理特征，17
m/z，270
m/z 14 和 16，大量漏气征兆，125
m/z 18、 28、 32 和 44，漏气征兆，125
m/z 502，丰度较低或下降，126
目标调谐，62
面密封垫，252
密封垫
  另请参阅“O 形环和 O 形环组件”
  真空，252
密封垫圈
  调节，35
密封垫圈，进样口
  部件号，36

N

NCI 自动调谐中 EMVolts 为 2600 V 或更高，108
NCI。*请参阅*“阴极 CI”
NH3, 防止损坏前级泵，238

O

O 形环和 O 形环组件，252

P

PCI。*请参阅*“阳极 CI”
PFDTD
  不可见，但存在反应气离子，157
PFDTD （全氟二甲基三氧十二烷），255
PFTBA （全氟三丁胺），255

Q

启动
  MSD 故障，117
  为 CI 操作设置软件，92
  空气和水太多，98
  甲烷预调谐显示了可接受的空气和水含量，98

设置甲烷流量，97
气体净化器，甲烷 / 异丁烷
更换，239
切换
从 CI 到 EI 操作模式，103
从 EI 到 CI 操作模式，90
切换到 CI 操作模式，90
清单，预操作，46
前级集油器。*参见*“集油器”
前级泵，246
尽量减少氨气反应气带来的损害，238
无法打开，118
另请参阅“前级泵油”
电源线插孔，289
排出废气，46, 171
油位低的影响，128
运行不正常，118
在抽气过程中关闭，118
前级泵电源线插孔，289
前级泵滴油盘，247
前级泵油
放空，176
每 6 个月更换一次，168
重新向泵中加油，177
前级泵油盘，247
前级废气滤雾器，247
前级压力
监测，51
超过 300 mTorr，134
典型的，51
过低，129
过高，128
前面板。*请参阅*“状态显示”
氢化物提取，303
氢气载气
MSD 放空后停止气流，46
抽气过程中的危险，48, 78

R

入口透镜，269
软件
用于对 MSD 进行抽气，78
润滑
侧板 O 形环，190
溶剂泄漏
对真空计的影响，129
分析仪打开后的影响，133, 134

S

散热器，276
色谱法，异常结果，119
色谱柱
MSD 可使用的类型，34
技巧与提示，35
安装在 GC/MSD 接口中，38, 40, 41, 69, 78, 80, 180, 181, 184, 185, 190, 196, 198, 200, 203, 205, 207, 209, 211, 218, 234, 235, 236, 238, 239, 241, 284
调节，34, 40
色谱柱，毛细管
准备安装，36
色谱柱调节
借助溶剂注射，40
色谱柱流速，49
涡轮分子泵 MSD 的最大流速，34
计算平均线性速度，60
扩散泵 MSD 的最大流速，34
用 MSD 测量，49, 60
最佳灵敏度，50
色谱柱螺帽
部件号，36
漏气，138
色谱柱渗漏，35
污染源，139
四极杆温度，49
另请参阅“质量过滤器温度”
四极杆。*请参阅*“质量过滤器”
渗漏。*请参阅*色谱柱渗漏*或*隔垫渗漏
数据系统
控制温度，通过，49
控制抽气，49
用于确保正确放空，50
水
CI 系统的污染途径，296
在 CI 中检测，98, 159

T

调谐，62
化合物，255
无法开始，137
另请参阅“自动调谐”
*另请参阅*软件的联机帮助
调谐报告，62
调节毛细管色谱柱
过程，40
重要性，34
调节密封垫圈，35
调节色谱柱
借助溶剂注射，40
调整 RF 线圈，226

W

Wid219 参数，272
维护，167 to 229
CI MSD，231
CI 校准样品瓶重新注满，241
CI 接口端密封安装，235, 236, 238, 239, 241
CI 离子源安装，234
CI 离子源清洁，236
CI 气体净化器更换，239
CI 中的前级泵，238
EI 校准阀，重新注满，185
EI 校准样品瓶，重新安装，184
EI 校准样品瓶，重新注满，184
GC/MSD 接口，220
GC/MSD 接口加热器和传感器，取出，221
GC/MSD 接口加热器和传感器，重新安装，223
Micro-ion 真空计，取下，188
Micro-ion 真空计，重新安装，189
危险电压，169
危险的高温部件，170
计划，168
甲烷 / 异丁烷气体净化器，239
RF 线圈，调整，226
校准样品瓶，取下，181
安全，169

避免接触危险电压，169
侧板 O 形环，润滑，190
电子倍增器喇叭，更换，218
电子设备，224
灯丝，重新安装，211
风扇，高真空泵，更换，186
分析仪，194
分析仪箱，打开，71
将 MSD 与 GC 分离，178
离子源加热器和传感器，取出，212
离子源加热器和传感器，重新安装，214
离子源，取下，190, 196
离子源，重新组装，200, 203, 205, 207, 209
清洁反应气供气管线，240
前级泵，重新加油，177
前级泵油，放空，176
重新连接 MSD 和 GC，180
重新注满 CI 校准样品瓶，241
质量过滤器加热器和传感器，取出，215
质量过滤器加热器和传感器，重新安装，216
质量过滤器 （四级杆），272
主保险丝，更换，228
温度，通过 MSD ChemStation 控制，49
温度传感器
GC/MSD 接口，取出，221
GC/MSD 接口，重新安装，223
MSD 分析仪中，49
离子源，取下，212
离子源，重新安装，214
质量过滤器，取出，215
质量过滤器，重新安装，216
涡轮分子 （涡轮）泵
监测转速，51
污染，139
清洁离子源后避免，194

X

系统准备就绪信号，292
信号，不足以开始调谐，137
信号放大电路板，285
线路电压
出错或丢失的征兆，117, 129
相对丰度，126
消耗品、部件号，332
虚拟灯丝，264

Y

压力
CI 离子源，264, 298
监测
分析仪箱，112
监测多真空系统，58
监测分析仪箱，58, 112
监测前级管道，51
反应气流量改变时压力不变，151
分析仪箱压力过低，129
分析仪箱压力过高，128
前级压力过低，129
前级压力过高，128
用于 CI 的离子源，20
在存在反应气流的分析仪箱内过高，150
在没有反应气流的分析仪箱内过高，149
征兆表示故障，128
指示与绝对，112
阳极化学电离
加成，303
电荷交换，304
反应气离子背景，298
氢化物提取，303
原理，298
氧气，对色谱柱流失的影响，35
阴极 CI
互换分析仪电压极性，305
缓冲气体，305
污染物的影响，307
电子捕获，307
离子对形成，308
离子分子反应，309
灵敏度，307
热电子，305
游离电子捕获，308
原理，305
自动调谐，108
移动 MSD，82
硬脂酸甲酯，甲烷和氨气 PCI 谱图，298
用超声波清洗离子源部件，203
用砂纸或磨料清洁离子源部件，203
要清洁的部件，200

Z

载气
污染，139
请参阅 “色谱柱流速”
纯度要求，35, 46
流量，49
远程启动接头，289, 292
在 EI 和 CI 之间切换，20
在 NCI 中的热电子，305
真空系统，243
涡轮分子泵系统概述，248
监测状态，51, 53
部件号，318
确定类型，33
真空计控制器
监测压力，通过，58, 112
不同气体的相对灵敏度，112
电源指示灯不亮，130
压力范围，112
过压关闭，59
异常或显示空白，112, 129
指示压力比实际压力，112, 258
真空计控制器，连接，80
真空多管
涡轮分子泵版本，249
真空密封垫，252
重复性，不佳，123
直流极性，272
指示压力，258

智能卡 III。*请参阅*“LAN/MS 控制卡”
质荷比，270
质量补偿，272
质量分配，有误，125
质量过滤器
  219 宽度，272
  amu 补偿，271
  amu 增益，271
  维护，272
  加热器，276
  加热器和传感器，取出，215
  加热器和传感器，重新安装，216
  参数，270
  散热器，276
  射频电压，270
  直流极性，272
  直流电压，270
  质量 （轴）补偿，272
  质量过滤器电子设备的问题，133
质量过滤器温度
  监视器，53
  查看，51
  设置，54
质量过滤器的 （直流）极性，272
质量增益，272
质谱
  同位素缺失或同位素有误，124
  背景较高，124
  不一致，峰宽，125
  前体，125
  在 *m/z* 18、 28、 32 和 44 或 *m/z* 14 和 16 处的丰度较高，125
  质量分配有误，125
质子传递，300
质子亲合力
  在 PCI 中的重要性，300
状态显示，282
自动调谐，62
  CI，104
  阳极 CI 模式，106
  报告生成于，62
  不同的自动调谐生成 *m/z* 502 的相对丰度，126
  查看调谐历史记录，62
  色谱柱流速和温度，62
  阴极 CI 模式，108
自动调谐历史记录，62



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

美国印刷， 2005 年 6 月

G3170-90003