

# Agilent 5977 系列 MSD

## 操作手册

Agilent Technologies

# 声明

© Agilent Technologies, Inc. 2013

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

G3870-97003

## 版本

第二版， 2013 年 5 月

第一版， 2013 年 2 月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

## 担保

**本手册内容按 " 原样 " 提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，而其中涉及本手册内容的担保条款与这些条款存在冲突，则以协议中的担保条款为准。**

## 安全声明

**小心**

**小心**提示表示危险。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。不要忽视**小心**提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

**警告**

**警告事项表示存在危险。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。只有完全理解并符合指定的条件时，才可以忽略警告事项的要求继续进行操作。**

# 本手册内容

本手册介绍了 Agilent 5977 系列质量选择检测器 (MSD) 系统的操作和维护。

## 1 基本介绍

第 1 章介绍了 5977 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 在电子电离 (EI) 模式下操作

第 3 章介绍了诸如设置温度、监测压力、调谐、放空和抽真空等基本任务。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 章介绍了其他一些必须在 CI 模式下操作的任务。

## 5 一般维护

第 5 章介绍了同时适用于 EI 和 CI 仪器的维护过程。

## 6 CI 维护

第 6 章介绍了 CI MSD 特有的维护过程。

# 联机用户信息

Agilent 的所有仪器文档现在对您而言触手可及。



有关 Agilent **7890B GC**、 **7820 GC**、 **5977 系列 MSD** 和 **7693B ALS** 的联机帮助、视频和书等都可在仪器附带的软件 DVD 上找到。包含您所需信息的本地化版本，例如：

- 入门指南文档
- 安全与规范指南
- 安装信息
- 操作指南
- 维护信息
- 故障排除详细信息

# 目录


## 1 基本介绍

5977 系列 MSD 版本 10

所使用的缩写 11

5977 系列 MSD 13

MSD 硬件说明 15

重要安全警告 17

氢气安全 19

GC 注意事项 19

安全与规范认证 24

产品的清洗 / 回收利用 27

液体洒落 27

移动或存放 MSD 27

更换主保险丝 28

## 2 安装 GC 色谱柱

色谱柱 32

在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 34

老化毛细管色谱柱 37

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 38

## 3 在电子电离 (EI) 模式下操作

从数据系统中操作 MSD 42

从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD 42

操作模式 42

LCP 状态消息 44

在启动时查看系统状态 45

LCP 菜单 45
EI GC/MSD 接口 49
打开 MSD 之前 51
抽真空 52
控制温度 52
控制色谱柱流速 52
放空 MSD 53
在 GC 参数中查看 MSD 温度和真空 54
设置 MSD 温度和真空状态视窗 55
从仪器控制视图中设置分析器温度 57
从 MassHunter 中设置 GC/MSD 接口温度 59
监测高真空压力 60
校正色谱柱流量的线速度 62
在 EI 模式下调谐 MSD 64
验证系统性能 66
执行高质量测试 （5977 系列 MSD） 67
打开 MSD 外壳 70
放空 MSD 71
打开分析器腔体 73
关闭分析器腔体 75
在 EI 模式下对 MSD 抽真空 79
移动或存放 MSD 81

**4 在化学电离 (CI) 模式下操作**

一般原则 84
CI GC/MSD 接口 85

CI 自动调谐 87
操作 CI MSD 89
从标准或惰性 EI 源切换到 CI 源 90
从带拉出透镜的 EI 源切换到 CI 源 91
在 CI 模式下对 MSD 抽真空 92
为 CI 操作设置软件 93
操作反应气流量控制模块 95
设置甲烷反应气流量 98
使用其他反应气 101
从 CI 源切换到标准或惰性 EI 源 104
从 CI 源切换到带拉出透镜的 EI 源 105
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 CI 模式高真空压力 112

5 一般维护

开始之前 116
维护真空系统 121
维护分析器 122
拆下 EI 离子源 124
拆卸标准或惰性 EI 离子源 127
拆卸带拉出透镜的 EI 离子源 130
清洁 EI 离子源 133
组装标准或惰性 EI 离子源 138

组装带拉出透镜的 EI 离子源 141
更换 EI 源中的灯丝 144
安装 EI 离子源 146
更换电子倍增器的电极臂 147

6 CI 维护

概述 150
设置 MSD 进行 CI 操作 150
安装 CI/Xtr 接口端密封垫 151
拆下 CI 离子源 153
拆卸 CI 离子源 155
清洁 CI 离子源 158
组装 CI 离子源 160
安装 CI 离子源 163
更换 CI 源中的灯丝 164

# 1 基本介绍

5977 系列 MSD 版本 10
所使用的缩写 11
5977 系列 MSD 13
MSD 硬件说明 15
重要安全警告 17
氢气安全 19
安全与规范认证 24
产品的清洗 / 回收利用 27
液体洒落 27
移动或存放 MSD 27
更换主保险丝 28

本章介绍了 5977 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。

# 5977 系列 MSD 版本

5977 系列 MSD 装有一个高性能涡轮分子（涡轮）泵或扩散泵，并提供三种前级泵以供选择。此外，有两种类型的分析器（不锈钢或惰性）以及四种类型的离子源。序列号标签提供了产品编号（表 1），表明您所拥有的 MSD 类型。

**表 1** 可用的高真空泵

| 型号名称 | 产品编号 | 说明 | 电离模式 |
|---|---|---|---|
| 用于 7820 GC 的 5977E MSD 扩散泵 | G7035A | 扩散泵 | 电子电离 (EI) / 不锈钢 |
| 用于 7820 GC 的 5977E MSD 涡轮泵 | G7036A | 高性能涡轮泵 | 电子电离 (EI) / 不锈钢 |
| 用于 7890 GC 的 EI 扩散泵 5977A VL 惰性 MSD | G7037A | 扩散泵 MSD | 电子电离 (EI) / 惰性 |
| 用于 7890 GC 的 5977A 惰性 MSD EI 涡轮泵 | G7038A | 高性能涡轮泵 MSD | 电子电离 (EI) / 惰性 |
| 用于 7890 GC 的 5977 带拉出透镜的 MSD EI 高性能涡轮泵 | G7039A | 高性能涡轮泵 MSD | 电子电离 (EI) / 拉出透镜 |
| 用于 7890 GC 的 5977A EI/CI MSD | G7040A | 高性能涡轮泵 MSD | 电子电离 (EI) / 拉出透镜<br>化学电离 /PCI， NCI |

# 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 | 自动液体进样器 |
| 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 | 直接插入探头 |
| DP | 扩散泵 |
| EI | 电子电离 |
| EM | 电子倍增器 （检测器） |
| EMV | 电子倍增器电压 |
| EPC | 电子压力控制 |
| eV | 电子伏特 |
| GC | 气相色谱仪 |
| HED | 高能打拿极 （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 |

**表 2** 缩写 （续）

| 缩写 | 定义 |
| --- | --- |
| NCI | 负化学电离 |
| OFN | 八氟萘 （校准剂） |
| PCI | 正化学电离 |
| 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 | 分子涡轮 （泵） |

# 5977 系列 MSD

5977 系列 MSD 是与 Agilent 系列气相色谱仪（表 3）一起使用的单机毛细管 GC 检测器。 MSD 的特性包括：

- 用于本地监视和操作 MSD 的本地控制面板 (LCP)
- 配有两种不同的高压真空泵之一
- 四种不同的前级泵之一
- 提供三种不同类型的 MSD 独立加热的电子电离 (EI) 源：标准 （不锈钢）、惰性和带拉出透镜的
- MSD 单独加热的双曲四极杆质量过滤器
- 高能打拿极 (HED) 电子倍增器检测器
- GC 单独加热的 GC/MSD 接口
- 提供可选的化学电离 (PCI/NCI) 模式，可增加化学电离 (CI) 源、反应气体流量控制器和管道以及 CI 调谐校正

## 物理特征

5977 系列 MSD 外壳约为 41 厘米高，30 厘米宽和 54 厘米深。扩散泵型号的重量为 39 千克，标准 EI 高性能涡轮泵主机的重量为 44 千克， EI/CI 性能涡轮泵主机的重量为 49 千克。前级（粗真空）泵的重量为 11 千克（标准泵），通常放在 MSD 背面的地板上。

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、电子设备和分析器。

## 本地控制面板

利用本地控制面板可以对 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。

## 真空规

5977 系列 MSD 可能配有离子真空规。MassHunter Data Acquisition 软件可用来读取真空歧管中的压力 （高真空）。本手册中介绍了真空规控制器的操作。

化学电离 (CI) 操作*必须*使用此真空规。

**表 3** 5977 系列 MSD 的型号和特性

| | 型号 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **特性** | **G7035A** | **G7036A** | **G7037A** | **G7038A** | **G7039A** | **G7040A** |
| 高真空泵 | 扩散泵 | 高性能涡轮泵 | 扩散泵 | 高性能涡轮泵 | 高性能涡轮泵 | 高性能涡轮泵 |
| 最佳 He 色谱柱流速，mL/min | 1 | 1 到 2 | 1 | 1 到 2 | 1 到 2 | 1 到 2 |
| 推荐的最大气体流速，mL/min* | 1.5 | 4 | 1.5 | 4 | 4 | 4 |
| 最大气体流速， mL/min † | 2 | 6.5 | 2 | 6.5 | 6.5 | 6.5 |
| 最大色谱柱内径 | 0.25 mm （30 m） | 0.53 mm （30 m） | 0.25 mm （30 m） | 0.53 mm （30 m） | 0.53 mm （30 m） | 0.53 mm （30 m） |
| CI 功能 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 是 |
| 惰性材料 | 否 | 否 | 是 | 是 | 否 | 否 |
| GC 兼容性 | 7820 | 7820 | 7890 | 7890 | 7890 | 7890 |
| 分离接口端密封垫 | 否 | 否 | 否 | 否 | 是 | 是 |
| 可用的前级泵 | DS42, MVP55 | DS42, MVP55 | DS42, MVP55 | DS42, DS42i, MVP55, IDP3-C | DS42i, MVP55, IDP3-C | DS42i, MVP55, IDP3-C |
| DIP‡ 功能 （第三方） | 是 | 是 | 是 | 是 | 是 | 是 |

* 流入 MSD 色谱柱的总气体流速：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。

‡ 直接插入探头。

# MSD 硬件说明

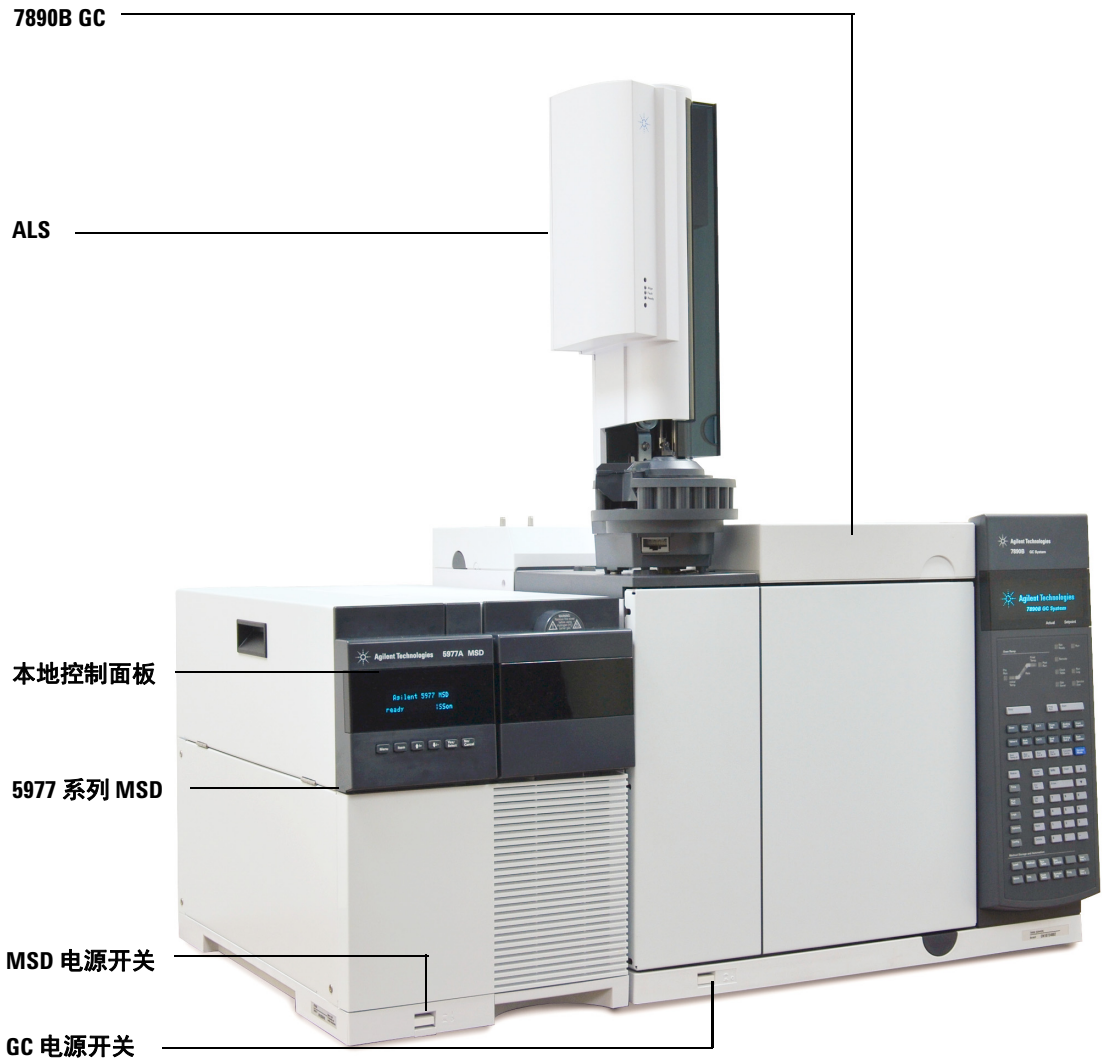



**图 1** 5977 系列 GC/MSD 系统，使用 Agilent 7890B GC 显示

CI 硬件能够使 5977 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 G7038A MSD 以及升级的 G7039A MSD。除非另行说明，否则该术语也适用于这些仪器的流量模块。

5977 系列 CI 系统在 5977 系列 MSD 的基础上增加了下列特性：

- EI/CI GC/MSD 接口
- 带接口端密封垫的 CI 离子源，也可与带拉出透镜的 EI 源一起使用
- 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。

高真空规控制器 (G3397B) 是 CI MSD 的***必需***配件，并且推荐 EI 也使用它。

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 CI 所需的更高 CI 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。GC/MSD 接口端装有加了弹簧的绝缘密封垫。

尽管吹扫反应气管线和烘烤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 小时。

# 重要安全警告

在使用 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。**

---

如果其中一个主保险丝出现故障， MSD 将会关闭，但为安全考虑，您应该关闭 MSD，然后拔出电源线。不要让空气进入分析仪腔中。

**警告** **在 MSD 与电源连接时，切勿更换主保险丝。**

---

## 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。

## 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：

- GC 进样口
- GC 柱箱及其部件，包括将色谱柱连接到 GC 进样口的色谱柱螺母、GC/MS 接口或 GC 检测器
- GC 检测器
- GC 阀箱
- 前级泵
- 加热的 MSD 离子源、接口和四极杆

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** **GC 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。**

## 标准前级泵下的油盆可能会是一个火患。

油盆中的油布、纸巾和类似的吸收物可能会点燃，破坏前级泵以及 MSD 其他部件。

**警告** **前级 （粗真空）泵下面的、上面的或附近的易燃物 （或易燃 / 非易燃的灯芯材料）组成了一个火患。保持油盆清洁，但是不能将纸巾之类的吸收材料留在里面。**

# 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。

## GC 注意事项

使用氢气作为载气时，请取下 GC 左侧面板上的 MSD 传输线的圆形塑料大外壳。万一发生爆炸，此外壳会脱落。

## 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：

- 泄漏的氢气燃烧
- 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 （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。提供安全功能，可在 MSD 前级泵关闭的情况下关闭载气流。但是，如果此功能失效，质谱仪中会逐渐积聚氢气。 |
| 质谱仪自动关闭阀关闭 | 有些质谱仪配有自动的扩散泵关闭阀。在这些仪器中，操作人员的故意操作或各种故障都会导致关闭阀关闭。关闭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。 |
| 质谱仪的手动关闭阀关闭 | 有些质谱仪配有手动的扩散泵关闭阀。在这些仪器中，操作人员可以关闭关闭阀。关闭关闭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 GC。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 7890 GC，则 EPC 会停止载气流。如果 GC 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。**

## 预防措施

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 MSD 的安全，则发生爆炸造成人身伤害的可能性会激增。**

必须拆下 5977 MSD 前面的玻璃窗口上的塑料盖板。万一发生爆炸，此外壳会脱落。

### 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 中的关闭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 MSD 多真空系统使其暴露在外。
  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

5977 系列 MSD 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

5977 MSD 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.

5977 系列 MSD 是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。

## 信息

Agilent Technologies 5977 系列 MSD 符合以下 IEC （国际电工委员会）分类：设备类 I，实验室设备，安装类别 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 MSD 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，请参见随附的说明。



表示高温表面。



表示危险电压。



表示接地终端。



表示可能存在爆炸的危险。




表示存在放射电流性危险。



表示存在静电释放危险。



表明您绝不能将该电产品 / 电子产品扔进家中废弃物里。



## 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

### 噪音压

根据 EN 27779:1991 规范，噪音压 Lp <70 dB。

## 产品的清洗 / 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。

## 液体洒落

请不要将液体洒落到 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抽气和较高温度。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。

# 更换主保险丝

## 所需材料

- 保险丝， T12.5A， 250 V (2110-1398) – 2 根 （必需）
- 螺丝刀，平头 (8730-0002)

导致主保险丝出现故障的最可能的原因是前级泵出现问题。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，并从电源插座中拔出电源线。

如果其中一根主保险丝出现故障， MSD 将关闭，但为安全起见，您应该关闭 MSD，并拔出电源线。不必让空气进入分析器腔体中。

**警告** **在将 MSD 连接到电源时，切勿更换主保险丝。**

**警告** **如果使用氢气作为 GC 载气，则电源故障可能会导致分析器腔体中累积空气。在这种情况下，需要采取进一步的预防措施。请参见第 19 页 “ 氢气安全 ”。**

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

3 从保险丝座中卸下旧的保险丝。

4 在保险丝座中安装新的保险丝。

5 重新安装保险丝座。

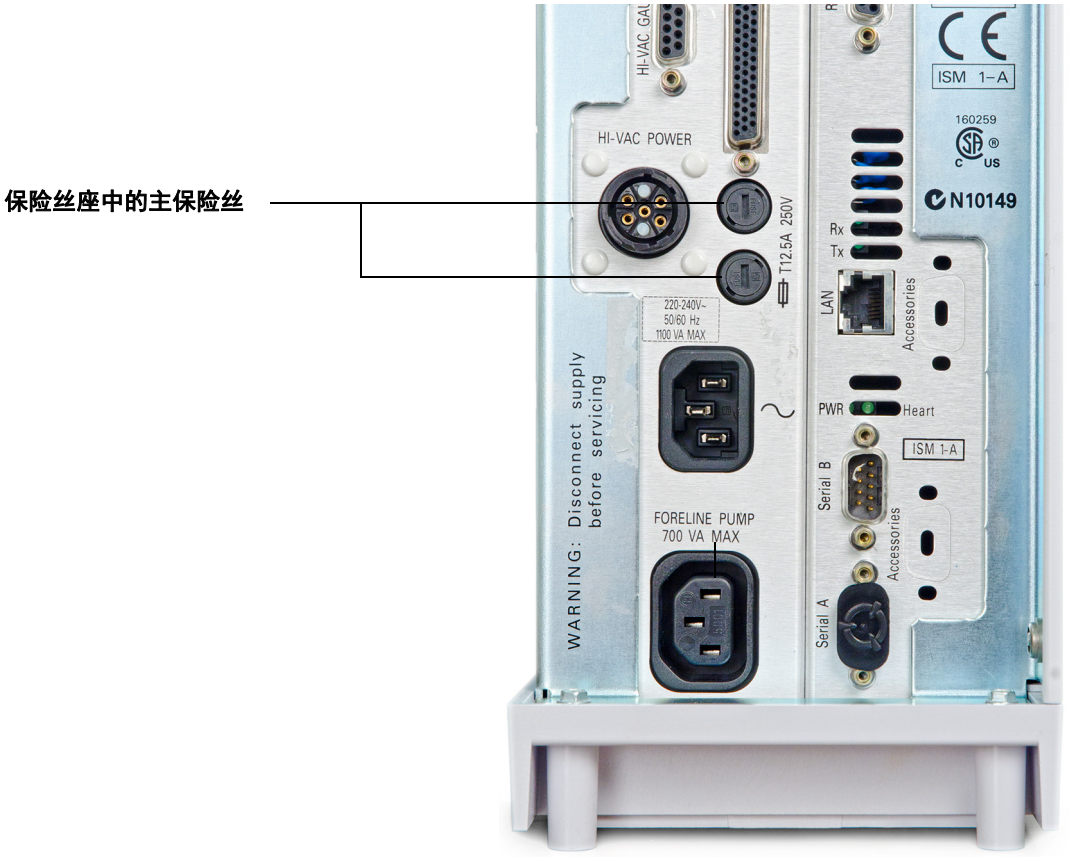



**图 2** 主保险丝

6 对另一保险丝重复步骤 3 到 5。总是更换这两根保险丝。

7 将 MSD 电源线重新连接到电源插座中。

8 对 MSD 抽真空。

# 1 基本介绍

# 2 安装 GC 色谱柱

色谱柱 32
在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 34
老化毛细管色谱柱 37
将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 38

在您操作 GC/MSD 系统之前，您必须选择、安装并老化好 GC 色谱柱。本章介绍了如何安装和老化色谱柱。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 62 页上的 “ 校正色谱柱流量的线速度 ”。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柱头压下提供可接受的流速。

**表 5** 气体流速

| | 型号 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **特性** | **G7035A** | **G7036A** | **G7037A** | **G7038A** | **G7039A** | **G7040A** |
| 高真空泵 | 扩散泵 | 高性能涡轮泵 | 扩散泵 | 高性能涡轮泵 | 高性能涡轮泵 | 高性能涡轮泵 |
| 最佳 He 色谱柱流速，mL/min | 1 | 1 到 2 | 1 | 1 到 2 | 1 到 2 | 1 到 2 |
| 建议的最大气体流速*，mL/min | 1.5 | 4 | 1.5 | 4 | 4 | 4 |
| 最大气体流速†，mL/min | 2 | 6.5 | 2 | 6.5 | 6.5 | 6.5 |
| 最大色谱柱内径 | 0.25 mm（30 m） | 0.53 mm（30 m） | 0.25 mm（30 m） | 0.53 mm（30 m） | 0.53 mm（30 m） | 0.53 mm（30 m） |
| CI 功能 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 是 |
| GC 兼容性 | 7820 | 7820 | 7890 | 7890 | 7890 | 7890 |

* 流入 MSD 色谱柱的总气体流速：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。

## 老化色谱柱

在将色谱柱与 GC/MSD 接口连接之前必须先老化色谱柱。请参阅第 37 页上的“ 老化毛细管色谱柱 ”。

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***，应先行老化好。

## 老化密封垫圈

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

- 5977 系列 MSD 的色谱柱安装过程与以前 MSD 的安装过程不同。在其他仪器上使用这个安装过程可能***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。
- 始终使用纯度高于或等于 99.9995% 的载气。
- 因为热膨胀的缘故，在数次受热与冷却后，新的密封垫圈会松动。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，再打开载气气流。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“ 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。**

# 在分流 / 不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 英寸和 5/16 英寸开口扳手 (8710-0510)
- 毛细管色谱柱
- 色谱柱切割器，陶瓷 （5181-8836) 或钻石 （5183-4620）
- 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 0.5 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3514)
  - 内径为 0.8 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3512)
- 进样口色谱柱螺帽 （用于 Agilent 7890 系列和 7820 的 5181-8830）
- 放大镜
- 隔垫 （可以是旧的、使用过的进样口隔垫）

要在其他类型的进样口中安装色谱柱，请参考 “ 气相色谱仪用户信息 ”。

**警告** **GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，应确保任何 GC 部件冷却后才能触摸它们。**

**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。**

**小心** 在处理任何将置入 GC 或分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

## 操作规程

1 将柱箱冷却至室温。

2 戴上干净的手套，将隔垫、色谱柱螺帽和已老化的密封垫圈滑入色谱柱的自由端 （图 3）。垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺帽的一端。

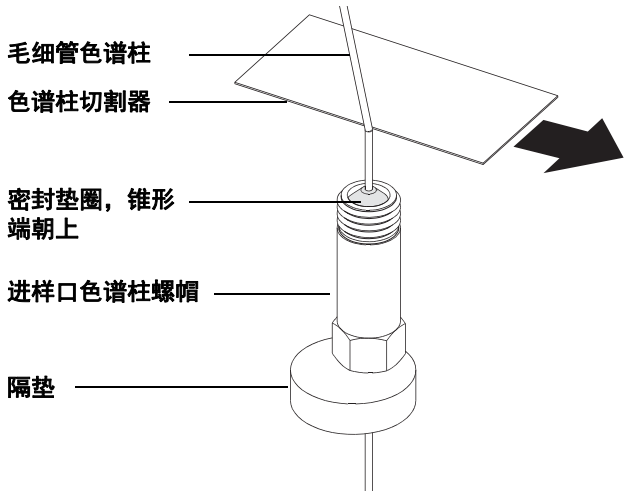



**图 3** 准备安装毛细管色谱柱

3 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。

4 用大拇指将色谱柱靠紧色谱柱切割器时，用色谱柱切割器的刀刃将色谱柱切断。

5 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 3 和 4。

6 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。

**7** 调整色谱柱，使其比密封垫圈端部高出 4 至 6 毫米 （图 4）。

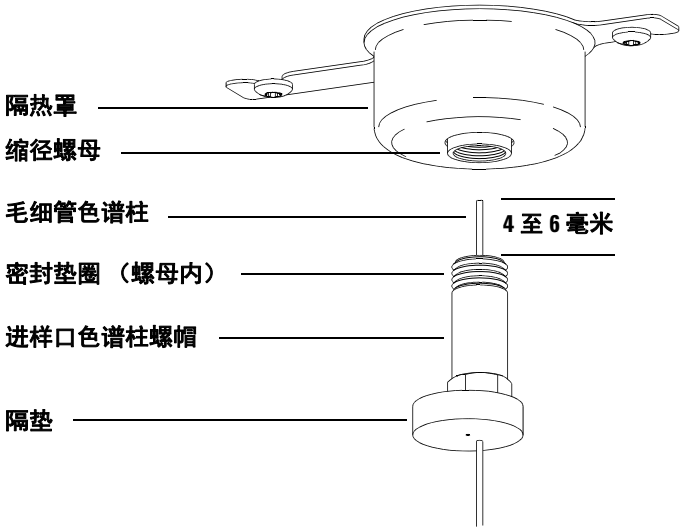



**图 4** 在分流 / 不分流入口中安装毛细管色谱柱

**8** 将隔垫插入以将螺帽和密封垫圈放置在正确的位置。

**9** 将色谱柱插入进样口。

**10** 将螺帽沿色谱柱向上插入进样口底部并用手指拧紧螺帽。

**11** 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺帽的底部对齐。

**12** 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。

**13** 打开载气气流。

**14** 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。

## 另请参见

有关安装毛细管色谱柱的详细信息，请参阅 “*针对高性能 MS 分析在 GC 中优化不分流进样*”， Agilent Technologies 刊号 5988-9944EN。

# 老化毛细管色谱柱

### 所需材料

- 载气 （纯度为 99.9995% 或更高）
- 1/4 英寸和 5/16 英寸开口扳手 (8710-0510)

**警告** **不要使用氢气来老化毛细管色谱柱。 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 — 来老化色谱柱 .**

**警告** **GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，应确保任何 GC 部件冷却后才能触摸它们。**

### 操作规程

1 将色谱柱安装在 GC 进样口中。（请参阅第 34 页上的 “ 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 ”。）

2 设置一个低速度 30 cm/s，或根据色谱柱制造商的建议进行设置。在室温的条件下让载气流穿过色谱柱 15 到 30 分钟以清除空气。

3 将柱温从室温调节到色谱柱上限值。

4 以 10 到 15 °C/min 的速率提高温度。

5 在最高温度时保持 30 分钟。

**小心** 无论是 GC/MSD 接口中的、 GC 柱箱中的或进样口的温度，都绝对不得超过色谱柱最高温度。

6 将 GC 柱箱温度设置为 30 °C 并等候 GC 准备就绪。

7 将色谱柱连接到 GC 接口。（请参阅第 38 页上的 “ 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 ”。）

# 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中



此过程将使用色谱柱螺母将毛细管色谱柱直接安装到传输线中。

## Agilent 7890 系列 GC

### 所需材料

- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 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 0.25 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 (5062-3512)
- 手电筒
- 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 英寸和 5/16 英寸开口扳手 (8710-0510)
- 色谱柱测量工具

**小心** 在处理任何将置入 GC 或分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

## 操作规程

1 老化色谱柱。（请参阅第 37 页上的 “ 老化毛细管色谱柱 ”。）

**警告** **分析器、 GC/MS 接口和分析器腔体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。**

**警告** **分析器腔体中存在危险电压，可能会造成致命伤害。不得因任何原因打开分析器腔体门。如果确实需要检修，首先将仪器与建筑物电源断开连接。**

2 如果不使用 Quick Swap，则放空 MS。要放空 MS，请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”。

**警告** **GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，应确保任何 GC 部件冷却后才能触摸它们。**

3 将接口螺母和已老化的密封垫圈插入 GC 色谱柱的自由端。密封垫圈的锥形端必须朝向螺母。

4 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。

5 在用大拇指将色谱柱靠紧色谱柱切割器时，用色谱柱切割器的刀刃将色谱柱切断。

6 检查有没有锯齿状或毛糙的切口。如果断口不整齐或不平整，则请重复步骤 5 和 6。

7 使用酒精擦拭端部。

8 将色谱柱插入到色谱柱测量工具中。

9 滑动色谱柱，使其末端超出工具末端 1–2 毫米。

10 用手拧紧接头。

11 拧紧 1/4 到 1/2 圈，将密封垫圈固定到色谱柱上。

12 将色谱柱滑到 GC/MS 接口上。

**13** 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。

**14** 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。

**15** 将螺帽拧紧 1/4 到 1/2 圈。

**16** 经过一到两轮的加热循环后检查螺母的密封性，根据需要再次拧紧。

# 3 在电子电离 (EI) 模式下操作

从数据系统中操作 MSD 42
从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD 42
EI GC/MSD 接口 49
打开 MSD 之前 51
抽真空 52
控制温度 52
控制色谱柱流速 52
放空 MSD 53
在 GC 参数中查看 MSD 温度和真空 54
设置 MSD 温度和真空状态视窗 55
从仪器控制视图中设置分析器温度 57
从 MassHunter 中设置 GC/MSD 接口温度 59
监测高真空压力 60
校正色谱柱流量的线速度 62
在 EI 模式下调谐 MSD 64
验证系统性能 66
执行高质量测试 （5977 系列 MSD） 67
打开 MSD 外壳 70
放空 MSD 71
打开分析器腔体 73
关闭分析器腔体 75
在 EI 模式下对 MSD 抽真空 79
移动或存放 MSD 81

本章介绍如何使用电子电离对 Agilent 5977 GC/MSD 执行某些基本操作的步骤。

# 从数据系统中操作 MSD

Agilent MassHunter Data Acquisition Workstation 可自动执行一些任务，如抽真空、拆下离子源、监控设置、设置温度、调谐以及放空 MSD。这些任务将在本章中一一介绍。其他信息在 MassHunter Workstation 软件附带的手册和联机帮助中介绍。

**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，请参阅软件提供的手册和联机帮助，以了解详细信息。**

# 从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD

本地控制面板 (LCP) 上显示 MSD 的状态或在不使用 Agilent MassHunter Data Acquisition 软件的情况下直接在 MSD 上启动一个任务。

由于 Agilent MassHunter Data Acquisition 软件可以位于局域网 (LAN) 的任何地方，因此，Data Acquisition 软件有可能和它要操作的设备离得较远。但是 LCP 可通过 LAN 与 Data Acquisition 软件交互，所以您依旧可以使用 Data Acquisition 软件的功能，比如调谐 MSD 或让它开始运行。从 LCP 只能提供特定功能。Data Acquisition 软件是适用于大多数仪器控制操作的功能全面的控制器。

## 操作模式

LCP 有两种操作模式：状态模式和菜单模式。

**状态** 模式只有在仪器处于无相互作用的情况下才能使用，这个模式只能简单地显示 MSD 仪器的当前状态或者它的通信连接情况。如果您选择 [**Menu**]，然后 [**No/Cancel**]，您就回到状态模式。

**菜单** 模式下，您能够查询 GC/MSD 的各个部分，并启动一些活动，比如运行方法或序列或准备放空系统。

访问菜单中的某一项。

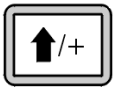



请重复按 [**Menu**]，直到您想要的菜单出现。

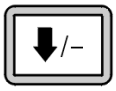



请重复按 [**Item**]，直到您想要的选项出现。

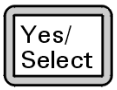
使用下列按钮对弹出的问题进行回答或进行选项选择。




请使用 [**Up**] 增加显示值或向上滚动屏幕 （当出现消息列表时）。




请使用 [**Down**] 减少显示值或向下滚动屏幕 （当出现消息列表时）。




请使用 [**Yes/Select**] 以接受当前值。




请使用 [**No/Cancel**] 返回状态模式。

在您进行完选择，或已经浏览了全部的有效菜单之后，显示屏将自动返回显示状态模式。

如果按 [**Menu**]，然后按 [**No/Cancel**]，显示屏将显示状态模式。

如果按两次 [**No/Cancel**]，您可以随时返回状态模式。

## LCP 状态消息

下列消息可能出现在 LCP 上，告知您 MSD 系统的当前状态。如果 LCP 当前处于菜单模式，浏览完所有菜单就可返回状态模式。如果 MassHunter Data Acquisition 没有运行在线仪器会话功能，就不会显示任何消息。

### ChemStation Loading <timestamp>

Agilent MassHunter Data Acquisition 软件正在启动。

### Executing <type>tune

调谐程序正在运行 （类型 = 快速调谐或自动调谐）。

### Instrument Available <timestamp>

Agilent MassHunter Data Acquisition 软件没有运行。

### Loading Method <method name>

方法参数被送往 MSD。

### Loading MSD Firmware

正在初始化 MSD 固件。

如果 MSD **没有** 正确完成它的启动序列，下列消息就有可能出现在 LCP 上。

**Server not Found**
**Check LAN Connection**

**Seeking Server**
**Bootp Query xxx**

上述消息说明 MSD 没能从 Windows Service 收到它的唯一 IP 地址。如果在您登入您本人在 MassHunter Data Acquisition 程序的帐户之后，这些消息依然出现，请查阅软件安装手册中故障排除部分。

### Loading OS

正在初始化仪器控制器的操作系统。

### <method> Complete <timestamp>

运行和由此产生的数据处理完成。即便运行因故提前完成，也将显示同样的消息。

### Method Loaded <method name>

方法参数已送往 MSD。

### MS Locked by <computer name>

MS 参数只能通过 MassHunter Data Acquisition 进行修改。

### Press Sideplate

这个提醒出现在操作系统启动之时，请您按下 MSD 的侧板以确保良好的真空密封性。

### Run: <method> Acquiring <datafile>

正在运行；正在从指定的数据文件中采集。

## 在启动时查看系统状态

1 下列消息在系统启动时将出现在 LCP 显示屏上：
- **Press Sideplate**
- **Loading OS**
- **Press Sideplate**
- **Loading MSD Firmware**

2 请持续按 MSD 侧板，直到出现 **MSD 准备就绪**这条消息。这将促使仪器更快地抽真空。

## LCP 菜单

要访问某菜单选项，请重复按 [**Menu**] 直到您想要的菜单出现，然后按 [**Item**] 直到您想要的菜单选项出现。表 6 至表 11 列出了菜单和选择。

**注意** 许多菜单选项，特别是在 ChemStation、 MS Parameters 和 Maintenance 采集数据的时候都不起作用。

**表 6** ChemStation 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| Run Method | 显示当前方法名并开始分析。 |
| Run Sequence | 显示当前序列并开始一个序列。 |
| Run Current Tune | 显示当前调谐文件并开始自动调谐（只能是 EI 模式的调谐，CI 模式的调谐必需通过 MassHunter Data Acquisition 进行）。 |
| # of Messages | 显示消息数量和最后出现的消息内容。使用箭头按键查看前面的消息 （最多 20 条）。 |
| Release ChemStation | 从 MSD 上解除和 MassHunter Data Acquisition 的联系。 |
| Connection Status | 显示 LAN 的 MSD 连接状态<br>远程 = 与 MassHunter Data Acquisition 在线会话相连<br>本地 = 不与 MassHunter Data Acquisition 在线会话相连 |
| Name of Instrument | 显示与 MassHunter Data Acquisition 在线会话相连的仪器的名称。仪器的名称就是通过 MassHunter Data Acquisition“ 配置 ” 对话框指定并提交给 MSD 的名称。 |

**表 7** Maintenance 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| Prepare to vent | 提示您关闭 GC 然后准备放空仪器，按 [ **是 / 选择** ] 放空开始。 |
| Pumpdown | 启动抽气序列。 |
| Hi Vac Soft Start | 允许您连接或断开高真空软启动特征。<br>该特征慢慢加速涡轮泵转速，应该在真空泵就绪几周后使用，目的是减小泵的磨损。 |

**表 8** MS Parameters 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| High Vacuum Pressure | 只有 Micro-Ion 真空规安装时有用。 |
| Turbo Pump Speed | 显示分子涡轮泵的转速。 |
| MSD Fault Status | 报告一个十进制和十六进制的综合故障状态代码，显示所有可能的故障。 |
| Ion Source Temp, °C | 显示并设置离子源温度。 |
| Quadrupole Temp, °C | 显示并设置四极杆温度。 |
| CI Reagent | 显示 CI 反应气体和气流量 （如果已安装）。 |

**注意**

当一个在线 MassHunter Data Acquisition 会话与 MSD 连接的时候， MS 参数不能在 LCP 上进行设置。

**表 9** Network 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| MSD IP via keyboard | 显示 MSD 的 IP 地址，并通过 MassHunter Data Acquisition 编程。 |
| Gateway IP Address | 显示 MSD 的网关 IP 地址。 |
| Subnet Mask | 显示 MSD 的 子网掩码。 |
| GC Comm IP Address | 显示 IP 地址 |
| ChemStation IP | 显示 MassHunter Data Acquisition 的 IP 地址。 |
| GC IP Address | 显示 GC 的 IP 地址。 |

**表 9** Network 菜单 （续）

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| Ping gateway | 检查与网关的连接。 |
| Ping ChemStation | 检查与 MassHunter Data Acquisition 的通信。 |
| Ping GC | 检查与 GC 的连接。 |
| MAC Address | 显示 MSD 中智能卡的 MAC 地址。 |
| Reboot with new network settings | 重启系统并保存新的网络设置。 |

**表 10** Version 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| Control firmware | 显示 MSD 固件版本 |
| Operating system | 显示 MassHunter Data Acquisition 操作系统的版本。 |
| Front panel | 显示 LCP 的版本。 |
| Log amplifier | 显示版本信息。 |
| Sideboard | 显示侧面板类型。 |
| Mainboard | 显示主面板类型。 |
| Serial number | 指通过 MassHunter Data Acquisition“ 配置 ” 对话框提交给 MSD 的号。 |

**表 11** Controller 菜单

| 操作 | 说明 |
|---|---|
| Reboot controller | 启动 LAN/MS 控制卡 |
| Test LCP? | 启动一个分屏显示器的诊断测试。 |
| Test HTTP link to GC/MSD ChemStation? | 检查 HTTP 服务器的状态。 |

# EI GC/MSD 接口

GC/MSD 接口（第 50 页上的图 5 ）是插入到 MSD 中用于毛细管色谱柱的加热管道。它由螺栓固定于质量分析器腔体的右侧，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的一侧并延伸进入 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室。

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。一般来说，加热器由 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量并进行控制。可通过 MassHunter Data Acquisition 软件或气相色谱仪设置接口温度。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*** 高于色谱柱最高温度。

EI GC/MSD 接口只能与 EI 离子源结合使用。有两种可以与 EI 源结合使用的顶部密封垫类型。标准 / 惰性 EI 源不需要顶部密封垫。只有 EI 系统上的带拉出透镜的离子源才使用顶部密封垫 (G3870-20542)。 EI/CI 系统上的带拉出透镜的离子源和 CI 源使用 CI 顶部密封垫 (G1999-60412)。

## 另请参阅

第 38 页上的 “ 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 ”。

**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。**

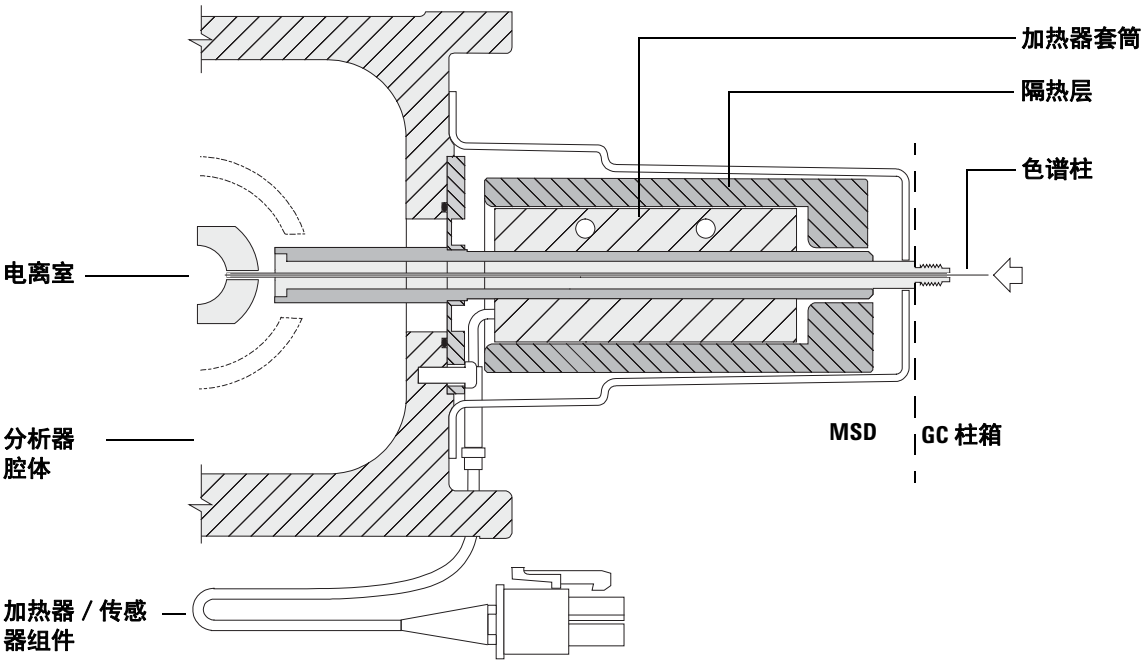



**图 5** EI GC/MSD 接口

# 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 接口中安装了可老化的毛细管色谱柱。
- 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。
- 将纯度大于 99.9995% 的载气通过推荐使用的净化器连接到 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。如果使用标准前级泵，那么也会有泵油残留。如果您正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请拆下净化器 （标准泵）并安装一根软管 （11 毫米）以便将前级泵废气排放到室外或排入通风（废气）橱内。请遵守当地法规。与标准泵配套的净化器只收集泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。**

**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 “ 氢气安全 ”。**

## 抽真空

数据系统或本地控制面板可帮助您对 MSD 进行抽真空操作。此过程大部分都是自动的。关闭放空阀并打开主电源开关（同时按侧板）后，MSD 会自动进行抽真空。数据系统软件监测并显示抽真空过程中的系统状态。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 不能正确抽真空就会关闭。

使用菜单或 MS 参数显示窗口，数据系统可显示：

- MSD 分子涡轮泵的发动机转速 （百分比转速）
- MSD 扩散泵的前级压力
- 可选设备 G3397B Micro-Ion 真空规控制器的 MSD 质量分离器腔体压力（真空）

LCP 也能显示这些数据。

## 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。

一般来说， GC/MSD 接口加热器由 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量并进行控制。对于 7820 系列的 GC，加热器可与单进样口型号的后进样口加热区相连，或与双进样口型号的手动阀加热区相连。可通过数据系统或 GC 来设置和监测 GC/MSD 接口温度。

## 控制色谱柱流速

载气流速由 GC 中的柱头压控制。对于给定的柱头压，色谱柱流速将随着 GC 柱箱温度的上升而下降。通过将电子压力控制器 (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无保留的化学物质，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 62 页上的“校正色谱柱流量的线速度”。

## 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 加热器以及扩散泵加热器或分子涡轮泵。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。如果在扩散泵完全冷却之前放空 MDS，扩散泵将使泵液倒流入质量分析器。如果在分子涡轮泵以正常转速的 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 接口和分析器区域已冷却 （低于 100 °C）。温度为 100 °C 时足以灼伤皮肤。处理分析器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“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。

请勿在分子涡轮泵以正常转速的 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“5977 系列 MSD 的型号和特性”。

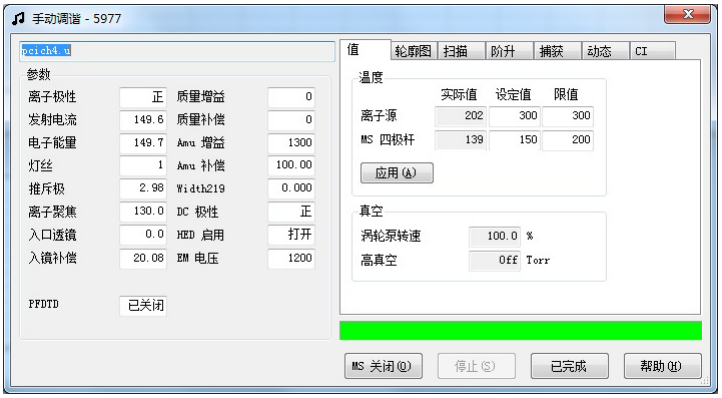
# 在 GC 参数中查看 MSD 温度和真空

还可使用本地控制面板执行此任务。请参阅第 42 页上的 “ 从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD”。

## 操作规程

1 在 “ 仪器控制 ” 视图中，从 “ 仪器 ” 菜单中选择**编辑调谐参数**以显示 **GC 参数**对话框。

2 单击**值**选项卡以查看 MSD 温度和真空。




3 要更改温度**设定值**或**限值**，可输入新参数并单击**应用**。

除非刚刚开始抽真空过程，否则前级压力应小于 300 mTorr, 或分子涡轮泵应至少以正常转速的 80% 运行。只要扩散泵保持冷却或分子涡轮泵的运行转速低于正常转速的 80%， MSD 加热器就保持关闭。一般情况下，前级压力小于 100 mTorr，或者分子涡轮泵的转速为 100%。

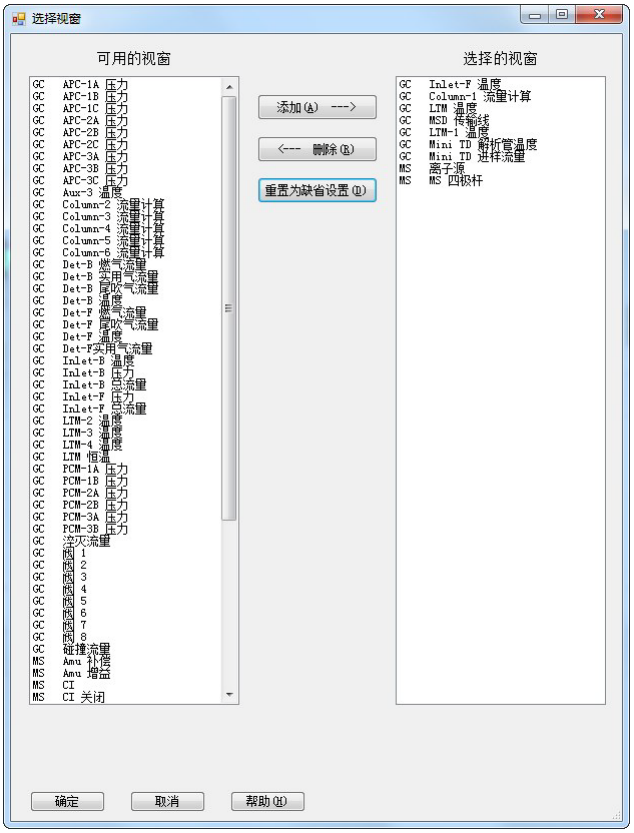
MSD 加热器在抽气周期结束时打开，在放空周期开始时关闭。在放空或抽气过程中，即使两个 MSD 区域都关闭，报告的设定值也不会改变。

# 设置 MSD 温度和真空状态视窗

视窗显示单个仪器参数的当前值。参数显示窗口可添加到标准的仪器控制窗口中。可将视窗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。

## 操作规程

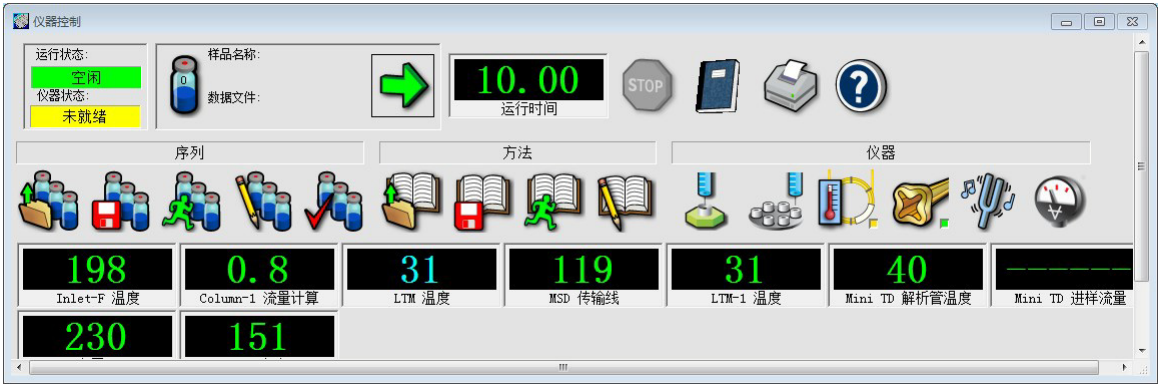
1 在**仪器控制视图**中，从**仪器**菜单中选择**编辑视窗**以显示**选择视窗**对话框。




2 在**可用的视窗**列中，选择视窗并单击**添加**按钮，将选择移到**选择的视窗**列。重复上述步骤以添加其他视窗。

3 单击**确定**。新的视窗将上下相邻堆放在**仪器控制**窗口的右下角。

4 选择**窗口 > 排列窗口**，或单击每个视窗并将其拖到所需的位置。




5 要设置视窗报警，可双击显示在“仪器控制”视图中的视窗，以打开该视窗的设置报警对话框。




a 选中**设置报警**复选框。

b 将**警告级别**、**报警级别**和**低于最小值**设置为适当的值。

c 在**视窗标签**字段中输入说明性文本 （如果缺省标签不适用）。

d 单击**确定**完成视窗的报警配置。

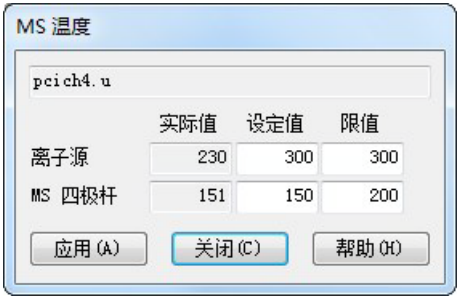
6 要使新设置成为方法的一部分，可保存方法。

# 从仪器控制视图中设置分析器温度

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。

## 操作规程

1 在 “ 仪器控制 ” 视图中，从**仪器**菜单中选择 **MS 温度**。




2 在**设定值**和**限值**字段中键入 **MS 源**和 **MS 四极杆** （质量过滤器）温度。

**表 12** 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 |

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，则质量分析器加热器可能无法准确地控制温度。

**小心** 四极杆不能超过 200 °C，离子源不能超过 350 °C。

3 要将新温度参数发送到当前调用的调谐文件并将这些参数下载到 MSD，请单击**应用**。

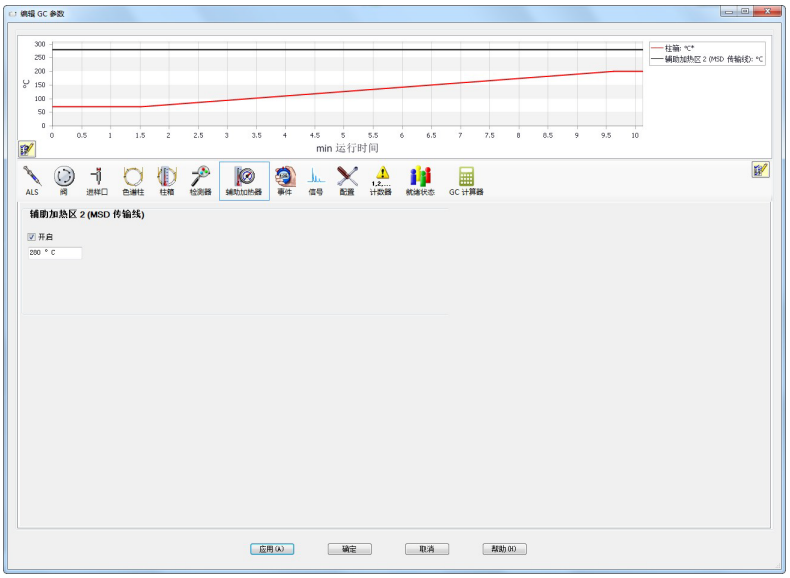
4 单击**关闭**退出对话框。如果对任何参数进行更改，则将显示**保存 MS 调谐文件**对话框。单击**确定**将更改保存到同一文件，或输入新的文件名并单击**确定**。单击**取消**可丢弃对任何参数进行的编辑。

# 从 MassHunter 中设置 GC/MSD 接口温度

## 操作规程

1 在**仪器控制**视图中，选择**仪器 > GC 编辑参数**。

2 单击**辅助加热器**图标以编辑接口温度。




3 选择**打开**以打开加热器，并在**值 °C** 列中输入设定值。

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**

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

设置 GC/MS 接口温度时，不要超过色谱柱的最大值。

4 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。

5 要使新设置成为方法的一部分，请从“方法”菜单中选择**保存**。

# 监测高真空压力

压力监测需要可选设备 G3397B Micro-Ion 真空规。

**警告** **使用氢气作为载气时，如果氢气有可能在质量分析器腔体中积聚，请勿打开 Micro-Ion 真空规。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读“氢气安全”。**

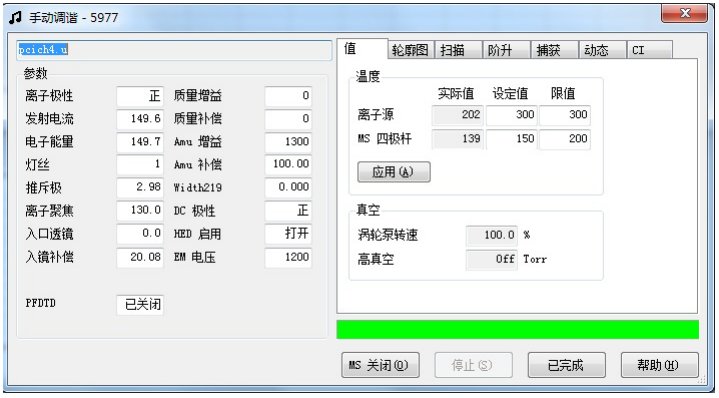
## 操作规程

1 启动 MSD 并对其执行抽真空操作 （第 79 页上的“在 EI 模式下对 MSD 抽真空”）。

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

3 选择**参数**菜单中的 **GC 参数**以显示“GC 参数”对话框。

4 选择**值**选项卡可查看 HiVac 读数。



在 EI 模式下，对运行压力影响最大的是载气（色谱柱）流。表 13 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 13** 离子真空规读数

| 色谱柱流量，mL/min | 可选真空规读数，Torr *高性能*涡轮泵 | 真空规读数，Torr *扩散*泵 | 前级泵读数，Torr *扩散*泵 |
|---|---|---|---|
| 0.5 | 3.18E–06 | 2.18E–05 | 34.7 |
| 0.7 | 4.42E–06 | 2.59E–05 | 39.4 |
| 1 | 6.26E–06 | 3.66E–05 | 52.86 |
| 1.2 | 7.33E–06 | 4.46E–05 | 60.866 |
| 2 | 1.24E–05 | 7.33E–06 | 91.784 |
| 3 | 1.86E–05 | 1.13E–04 | 125.76 |
| 4 | 2.48E–05 | | |
| 6 | 3.75E–05 | | |

如果压力持续高于列出的值，请参阅 MassHunter Data Acquisition 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。

在“仪器控制”视图中，可以设置 MS 视窗以显示此真空读数。真空也可通过 LCP 或 GC 参数屏幕查阅。

# 校正色谱柱流量的线速度

在将毛细管色谱柱用于 MS 之前必须对其进行校正。

## 操作规程

1 设置数据采集，以进行不分流手动进样，并设置实时绘图以监测 *m/z* 28。

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 等待直到峰在 *m/z* 28 洗脱。记录保留时间。

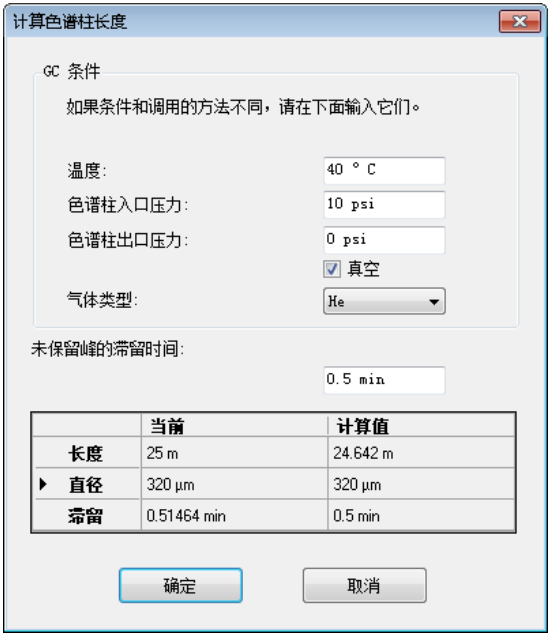
5 在**仪器控制**视图中，从**仪器**菜单中选择 **GC 参数**。

6 选择**配置**选项卡，然后选择**色谱柱**选项卡。

7 从表中选择已安装的色谱柱。

8 单击**校正**按钮以显示**校正色谱柱**对话框。

9 单击**如果未保留峰的保留时间已知**部分中的**计算长度**按钮，以显示**计算色谱柱长度**对话框。



10 验证列出的参数（温度、入口和出口压力以及气体类型）是在确定保留时间的方法中所使用的参数。更改与方法中使用的参数不同的任何参数。

11 在**保留时间**字段中输入记录的保留时间。将光标移到其他参数字段，将显示已校正的色谱柱长度。

12 单击**确定**保存更改并退出对话框。

13 单击**校正色谱柱**对话框中的**确定**以保存校正。

对于诸如 MSD 使用的毛细管色谱柱，通常是测量流速而非流量。

### 计算平均线性速度

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

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

### 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

# 在 EI 模式下调谐 MSD

还可使用本地控制面板运行当前在 MassHunter 中调用的自动调谐。请参阅第 42 页上的 “ 从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD”。

## 操作规程

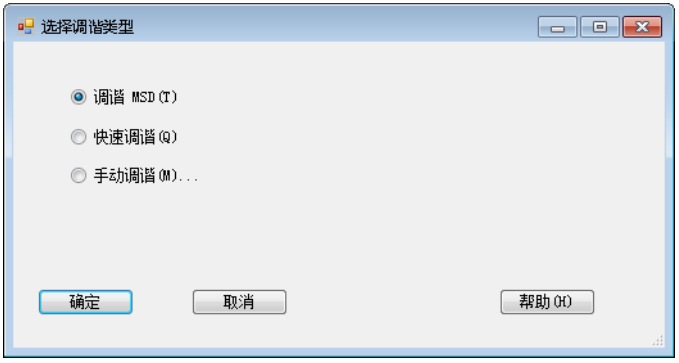
1 调用将用于数据采集的方法。

2 在 “ 仪器控制 ” 视图中，检查标题栏中是否显示正确的调谐文件。对于大多数应用程序， ATUNE.U（**自动调谐**）都可提供良好的结果。由于 STUNE.U（**标准调谐**）会降低灵敏度，因此不推荐使用。

3 要选择其他调谐文件，请从**仪器**菜单中选择 **MS 调谐文件**以显示**选择调谐文件**对话框。**设置**区域将显示选定调谐文件的重要参数。

调谐文件必须与分析器中的离子源类型匹配。如果使用 EI 离子源，则选择为 EI 离子源创建的调谐文件。

4 单击 **MS 调谐**图标以显示**选择调谐类型**对话框。




5 选择**调谐 MSD** 执行完整自动调谐，或选择**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。

6 单击**确定**以关闭此对话框并开始调谐。如果 MSD 温度不稳定，系统将提示您等待或单击**跳过**以跳过此等待。

7 等待调谐完成和生成报告。

8 要评估结果，请从**校验**菜单中选择**评估调谐**。

要查看调谐结果历史记录，可在“仪器控制”视图中选择**校验 > 查看以前的调谐 ...**。

要 GC 参数 MSD 或执行特殊的自动调谐，请从**视图**菜单中选择**调谐和真空控制**视图。有关调谐的其他信息，请参阅 MassHunter Data Acquisition 软件附带的手册和联机帮助。

# 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 确认已对系统抽真空至少 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**校验**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**校验**菜单中选择**检测灵敏度**。系统将显示**警告**对话框提示，说明在配置 ALS 时解析 OFN_SN 方法并将 OFN 样品放置在样品瓶 1 中。

3 如果需要，可使用此方法解析硬件，将样品放在样品瓶 1 的位置中。

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。请浏览 Agilent 网站 www.agilent.com/chem 获得详细信息。

# 执行高质量测试 （5977 系列 MSD）

## 所需材料

- FHT 校正样品 (5188-5357)

## 操作规程

1 调用调谐文件 ATUNE.U，然后自动调谐 MSD。请参阅第 64 页上的 “ 在 EI 模式下调谐 MSD”。

2 在 x\5977\PFHT.M （此处 x 是正在使用的仪器号）下处理 PFHT.M 方法。

3 更新并保存方法。

4 在样品瓶中装载 FHT 校正样品并置于 2 号位置。

5 在 “ 仪器控制 ” 视图中，从**校验**菜单中选择**高质量检查**。

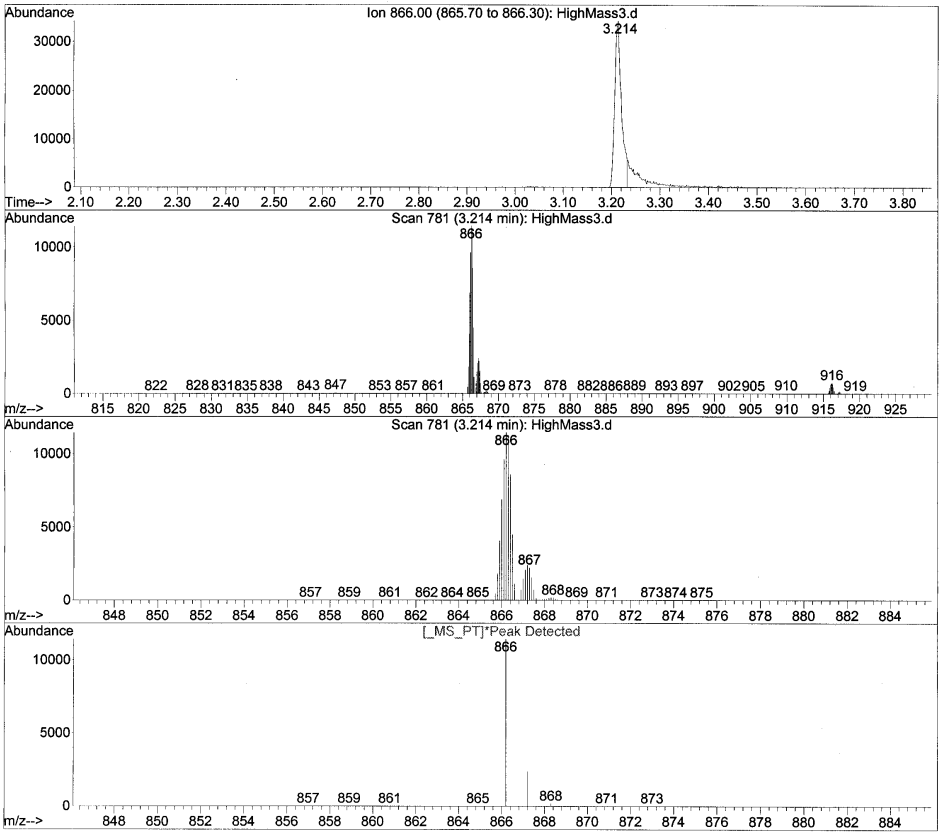
6 按照屏幕上的提示操作。

7 5 分钟之内运行已经完成并返回结果。请参阅第 68 页上的 “PFHT 高质量报告 ”。

## 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 6** PFHT 高质量报告

结果指的是为获得高质量推荐进行的 AMU 调整的偏移量。如果您的结果低于 5 个目标量单位，您就无需做出调整。

### 调整

1 检查 ATUNE.U 是否已调用。

2 在 “ 仪器控制 ” 视图中，从**仪器**菜单中选择**编辑调谐参数**以显示 **GC 参数**对话框。

3 单击**动态**选项卡，然后单击 **Amu 补偿**子选项卡。

4 选中**启用此透镜**复选框。

5 输入推荐的动态补偿**电压 (V)**，然后单击**确定**。

6 单击**保存**保存此动态 **Amu 补偿**以获得高质量。

您可以将现有的 ATUNE.U 用包含高质量调整的新文件覆盖或用新的名字（比如， ATUNEHIGH.U）将文件另存。

不论何时，只要执行 ATUNE.U 文件，所输入的此动态 **Amu 补偿**值就会被覆盖。这就是需要重命名调谐的原因。

7 单击**完成**关闭 “GC 参数 ” 对话框。

8 调用 PFHT.M，调用保存的调谐文件，然后保存方法。

9 重新运行测试混合气 （重复高质量检测）。如果调整量在 5 个单位以内，则无需进行调整。

# 打开 MSD 外壳

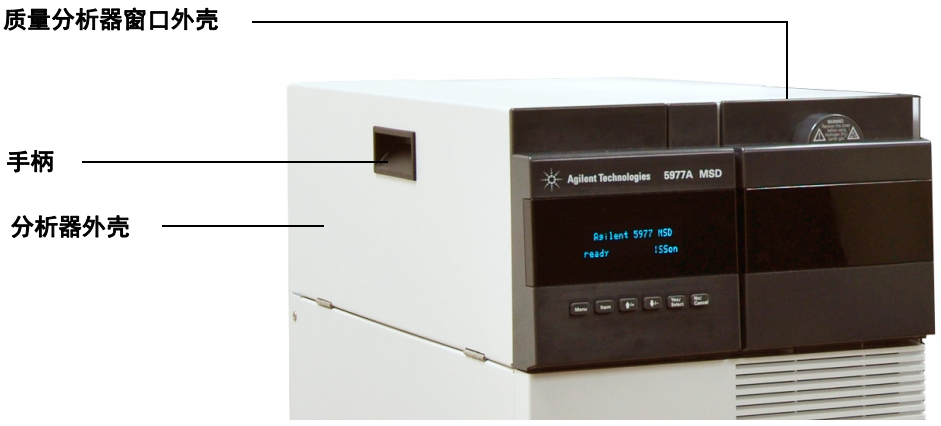
如果需要打开 MSD 的某个外壳，请执行以下过程：

**取下分析器窗口外壳。**

按下窗口顶部的圆形区域，稍微向前倾斜窗口，使其脱离 MSD。

.

**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。




**打开分析仪外壳**

将 MSD 侧面的手柄拉到左下方，释放磁性闩锁，打开盖子。盖子由其铰链固定。

**警告** **切勿取下任何其他外壳。其他外壳下存在危险电压。**

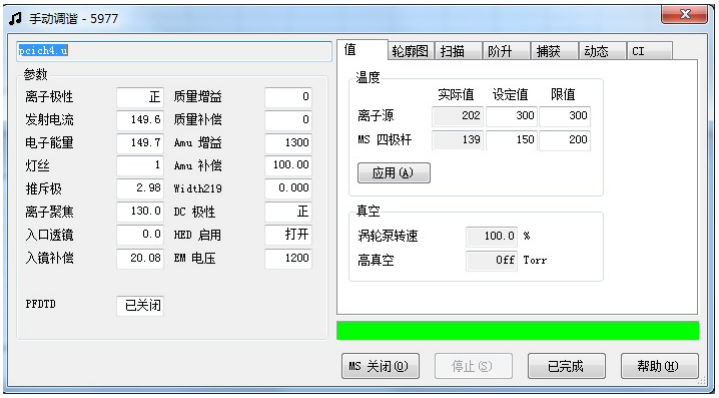
# 放空 MSD

## 操作规程

1 在“仪器控制”视图中，从**仪器**菜单中选择 **GC 参数**以显示 **GC 参数**对话框。选择**柱箱**，并将柱箱温度设置为室温。此外，选择**柱箱、热辅路 (MSD) 传输线和进样口**，并将这些温度设置为室温。单击**确定**关闭该对话框，并将此温度发送到 GC。

2 在“仪器控制”视图中，从**仪器**菜单中选择**编辑调谐参数**以显示**手动调谐**对话框。

3 选择**值**选项卡，将 MS 源和 MS 四极杆温度设置为环境温度 （室温），然后单击**应用**将这些设置下载到 MSD。




**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“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，以防止损坏色谱柱。

4 在 **GC 参数**对话框中，选择**真空控制**选项卡。




5 拆下分析器窗口外壳 （见第 70 页上的 “ 打开 MSD 外壳 ”）

6 单击**放空**开始 MSD 的自动关闭过程。按照提供的说明进行操作。

7 看到提示后，逆时针旋转放空阀旋钮*仅* 3/4 圈，或直到听到空气流入分析器腔体时发出的嘶嘶声。




*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。

# 打开分析器腔体

### 所需材料

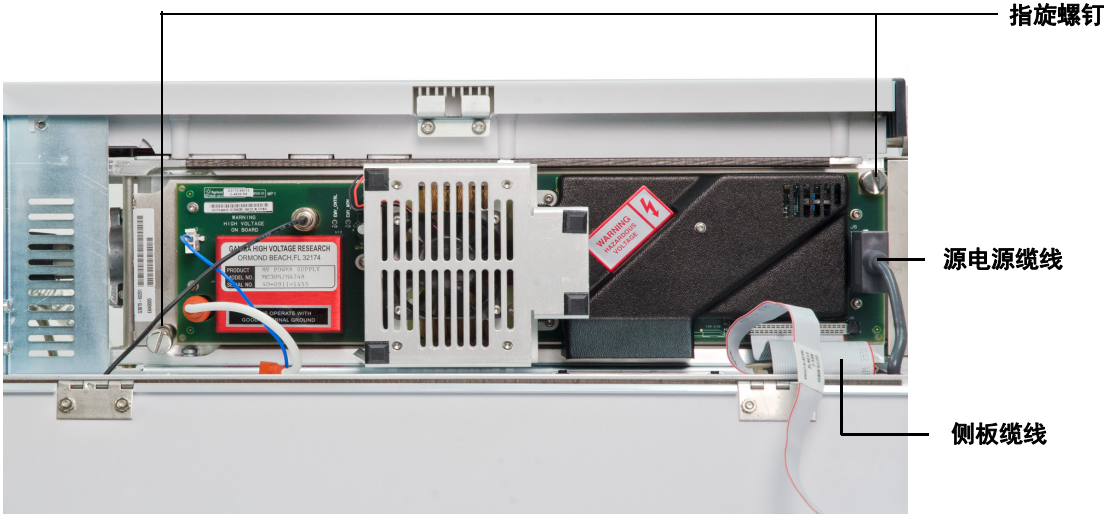
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 抗静电腕带
  - 小号 (9300-0969)
  - 中号 (9300-1257)
  - 大号 (9300-0970)

**小心** 释放到质量分析器组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。打开分析器腔体之前，请佩戴接地的抗静电腕带并采取其他抗静电预防措施（第 119 页）。

### 操作规程

1 放空 MSD （请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”）。

2 从侧板上断开侧板控制缆线和源电源缆线。



3 如果侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们。

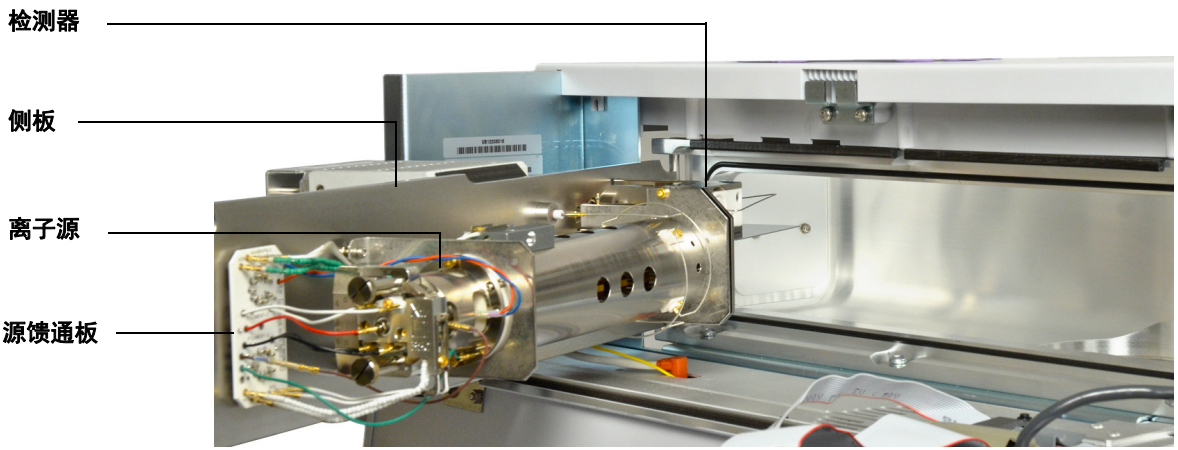
正常使用期间，后侧板指旋螺钉应当松开。只有在运输过程中才会拧紧该螺钉。而前侧板指旋螺钉只有在 CI 操作或将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气时才应拧紧。

**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。

**警告** **分析器、GC/MSD 接口和分析器腔体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** 在分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

4 *轻轻地* 将侧板旋转下来。



# 关闭分析器腔体

## 所需材料



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

## 操作规程

1 确保所有的分析器内部电气接头都已正确绑定。对于标准 EI 和 CI 源，接线是相同的。带拉出透镜的 EI 源有额外的接线连接到拉出透镜。

接线在表 14 中作了介绍，并且第 76 页上的图 7 和第 77 页上的图 8 中也有说明。表中的术语“板”是指位于离子源旁边的源馈通板。

**表 14** 分析器接线

| 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) |
| 棕色 (1) | 拉出透镜<br>（仅限 Xtr EI 源） | 板，左侧中部 |

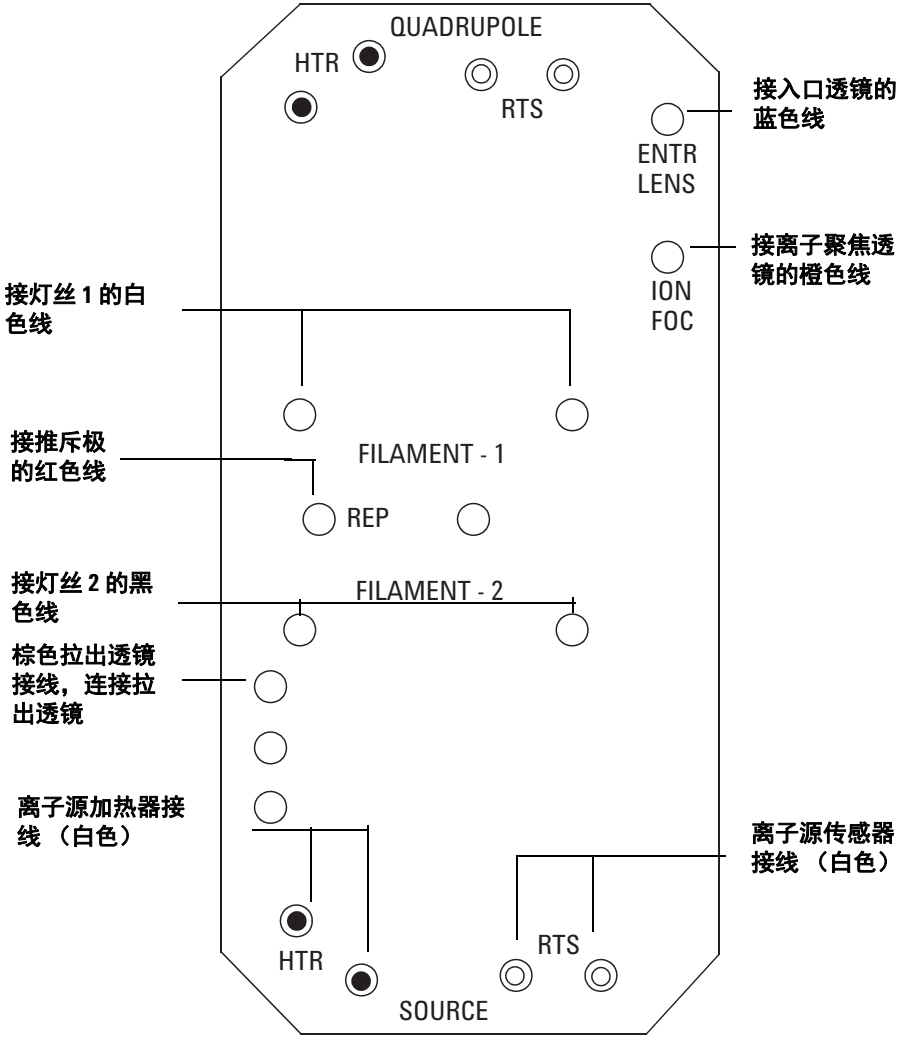

QUADRUPOLE
HTR
RTS
ENTR
LENS
接入口透镜的
蓝色线
接离子聚焦透
镜的橙色线
ION
FOC
接灯丝 1 的白
色线
FILAMENT - 1
接推斥极
的红色线
REP
接灯丝 2 的黑
色线
FILAMENT - 2
棕色拉出透镜
接线，连接拉
出透镜
离子源加热器接
线（白色）
离子源传感器
接线（白色）
HTR
RTS
SOURCE

**图 7** 馈通板线

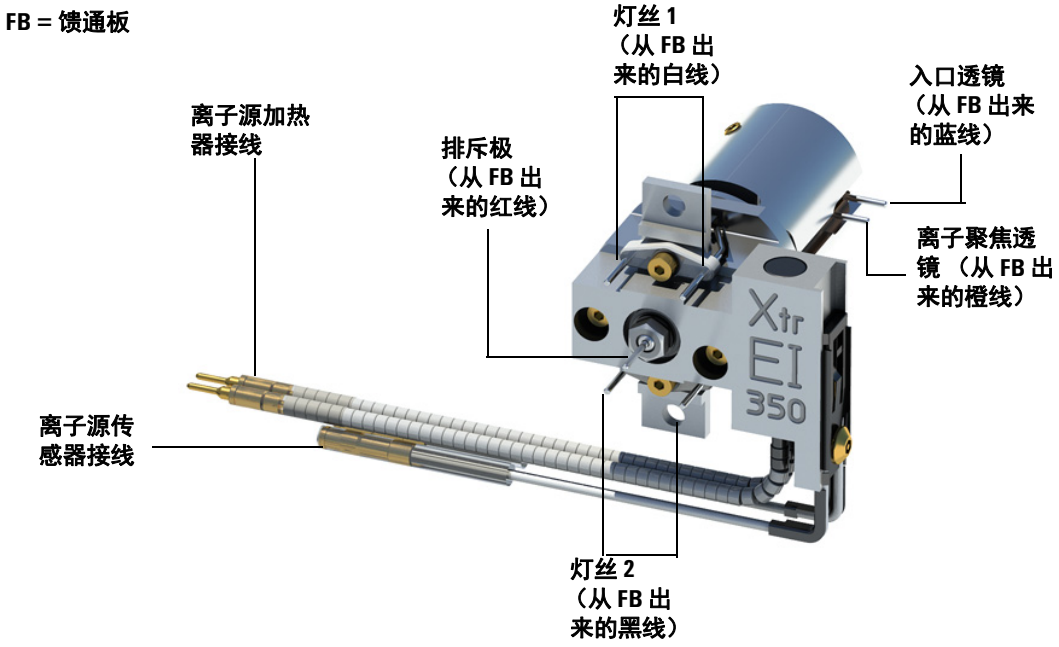



**图 8** 离子源接线

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。关于润滑说明，请参考 《5977 系列 MSD 故障排除和维护》手册。

3 合上侧板。

4 重新连接侧板控制缆线。

5 确保已关闭放空阀。

6 对 MSD 抽真空。请参阅第 79 页上的 “ 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

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。切勿使用螺丝刀拧紧指旋螺钉。

**8** MSD 抽真空完成后，合上质量分析器外壳。

# 在 EI 模式下对 MSD 抽真空

还可使用本地控制面板执行此任务。请参阅第 42 页上的 “ 从本地控制面板 (LCP) 中操作 MSD”。

**警告** **在启动 MSD 并对其进行抽真空之前，请确保 MSD 满足本章 （第 49 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 “ 氢气安全 ”。**

## 操作规程

1 拆下分析器窗口外壳 （见第 70 页上的 “ 打开 MSD 外壳 ”）

2 以顺时针方向转动旋钮，关闭放空阀。




3 插上 MSD 电源线。

4 按下 MSD 前面的电源按钮。

5 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。

6 启动 MassHunter Data Acquisition 程序。

7 在“仪器控制”视图中，从**仪器**菜单中选择**编辑调谐参数**以显示 **GC 参数**对话框。

8 在 **GC 参数**对话框中，选择**真空控制**选项卡。




9 从**真空**选项卡中选择**抽真空**并按照系统提示操作。

**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 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。

11 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。

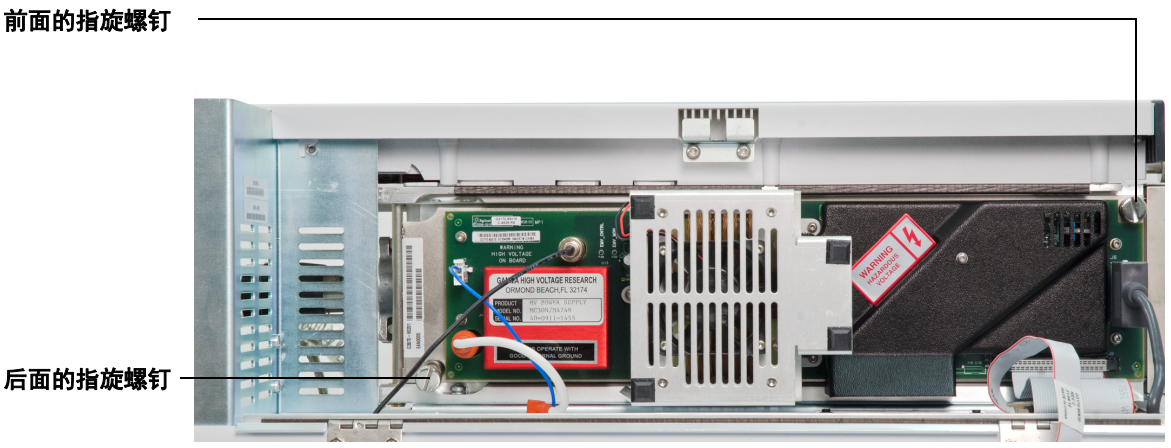
# 移动或存放 MSD

## 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)

## 操作规程

1 放空 MSD （第 71 页上的 “ 放空 MSD”）。
2 拆下色谱柱，安装无孔垫圈和接口螺帽。
3 拧紧放空阀。
4 从 GC 上取走 MSD （请参阅 5977 系列 MSD 故障排除和维护手册）。
5 从 GC 上拔下 GC/MSD 接口加热器缆线。
6 打开分析器外壳 （第 70 页上的 “ 打开 MSD 外壳 ”）。
7 手动拧紧侧板指旋螺钉。




**小心** 切勿将侧板指旋螺钉拧得太紧。过度拧紧会剥落分析器腔体中的螺纹。还会使侧板扭曲而导致漏气。

8 插上 MSD 电源线。

9 打开 MSD，产生低真空。确保涡轮泵转速大于正常速度的 50% 或者前级压力大约在 1 Torr 左右。

10 关闭 MSD。

11 关闭分析器外壳。

12 断开 LAN、遥控和电源缆线。

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。

# 4 在化学电离 (CI) 模式下操作

一般原则 84
CI GC/MSD 接口 85
CI 自动调谐 87
操作 CI MSD 89
从标准或惰性 EI 源切换到 CI 源 90
从带拉出透镜的 EI 源切换到 CI 源 91
在 CI 模式下对 MSD 抽真空 92
为 CI 操作设置软件 93
操作反应气流量控制模块 95
设置甲烷反应气流量 98
使用其他反应气 101
从 CI 源切换到标准或惰性 EI 源 104
从 CI 源切换到带拉出透镜的 EI 源 105
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 CI 模式高真空压力 112

本章提供了在化学电离 (CI) 模式下操作 5977 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正极 CI (PCI) 和使用任何反应气的负极 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 99.9995%。
- 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 66 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。
- 确认反应气入口管线上装有气体净化器 （对氨气不适用）。

# CI GC/MSD 接口

CI GC/MSD 接口 （图 9）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器腔体的右侧，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。毛细管色谱柱的末端 1 到 2 毫米延伸超出导管的末端并进入电离室。

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

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。一般来说，加热器由 GC 上的第 2 热辅路加热区提供能量并进行控制。可通过 MassHunter Data Acquisition 软件或气相色谱仪设置接口温度。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。在使用带拉出透镜的 EI 源时，可保留进行 CI 操作所需的 CI 端密封垫。可以容易地更换标准或惰性 EI 源的密封垫。

接口应运行于 250 ° 到 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*** 高于色谱柱最高温度。

**小心** **无论是 GC/MSD 接口中的、 GC 柱箱中的或进样口中的温度，都绝对不得超过色谱柱最高温度。**

**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。**

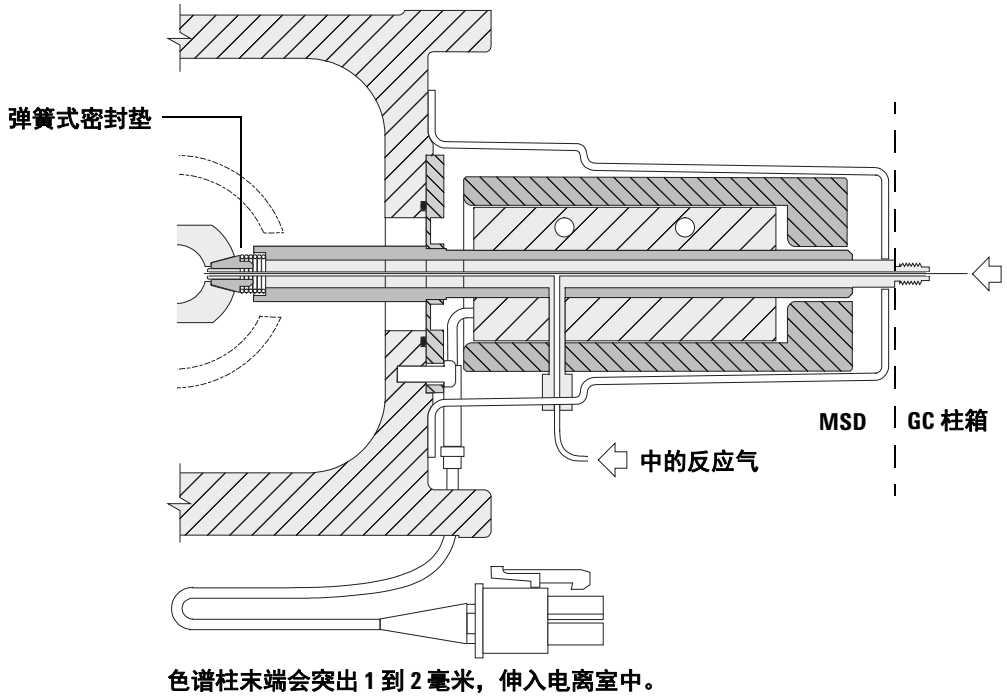



**图 9** CI GC/MSD 接口

## 另请参见

第 38 页上的 “ 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 ”。

# 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。请参阅第 88 页上的 “ 反应气设置 ”。全氟二甲基三氧十二烷 (PFDTD) 用作校准剂。PFDTD 不是注入整个真空腔体，而是通过气体流量控制模块经 GC/MSD 接口直接引入电离室。

**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，因为在正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 PCI 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 EM 电压（电子倍增器电压）等于或高于 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 66 页上的 “ 验证系统性能 ”。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

**表 15** 反应气设置

| 反应气 | 甲烷 | | 异丁烷 | | 氨气 | | EI |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 离子极性 | 正极 | 负极 | 正极 | 负极 | 正极 | 负极 | N/A |
| 放射电流 | 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 |
| EM 电压 | 1200 | 1400 | 1200 | 1400 | 1200 | 1400 | 1300 |
| 关闭阀 | 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 | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C |
| 自动调谐 | 是 | 是 | 否 | 是 | 否 | 是 | 是 |

N/A 不适用

# 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 16）和电子能量进行优化。

**表 16** CI 操作的温度

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

## 以 PCI 模式启动系统

在以 PCI 模式启动系统之后，可执行以下操作：

- 即使您要使用其他反应气，也要首先用甲烷对 MSD 进行设置。
- 通过查看甲烷流量调节面板中的 *m/z* 28 至 27 的比率，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 “ 真实 ” 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。

根据应用，在系统启动期间使用以下反应气流量：

- PCI 模式将反应气流量设置为 20 (1 mL/min)
- NCI 模式将反应气流量设置为 40 (2 mL/min)

# 从标准或惰性 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。

## 操作规程

1 放空 MSD。请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”。

2 打开分析器。请参阅第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”。

3 拆下 EI 离子源。请参阅第 124 页上的 “ 拆下 EI 离子源 ”。

**小心** 释放到分析器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 “ 静电释放 ”。打开分析器腔体***之前***应采取抗静电预防措施。

4 安装 CI 离子源。请参阅第 151 页上的 “ 安装 CI/Xtr 接口端密封垫 ”。

5 安装 CI/Xtr 接口端密封垫（部件号 G1999-60412）。请参阅第 151 页上的 “ 安装 CI/Xtr 接口端密封垫 ”。

6 关闭分析器腔体请参阅第 75 页上的 “ 关闭分析器腔体 ”

7 对 MSD 抽真空。请参阅第 92 页上的 “ 在 CI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

# 从带拉出透镜的 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。

**小心** 释放到分析器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 119 页上的 " 静电释放 "。打开分析器腔体***之前***应采取抗静电预防措施。

## 操作规程

1 放空 MSD。请参阅第 71 页上的 " 放空 MSD"。

2 打开分析器。请参阅第 73 页上的 " 打开分析器腔体 "

3 拆下带拉出透镜的 EI 离子源。请参阅第 124 页上的 " 拆下 EI 离子源 "。

4 从馈通板拆下棕色拉出透镜接线，将其与带拉出透镜的 EI 源放在一起。请参阅第 76 页上的图 7

5 安装 CI 离子源。请参阅第 151 页上的 " 安装 CI/Xtr 接口端密封垫 "。

6 关闭分析器腔体请参阅第 75 页上的 " 关闭分析器腔体 "

7 对 MSD 抽真空。请参阅第 92 页上的 " 在 CI 模式下对 MSD 抽真空 "。

# 在 CI 模式下对 MSD 抽真空

此步骤假定在系统稳定后，将使用甲烷对 PCI 进行最终调谐。

## 操作规程

1 按照 EI MSD 的说明进行操作。请参阅第 79 页上的 “ 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

软件提示打开接口加热器和 GC 柱箱后，请执行以下步骤。

2 在 **GC 参数**对话框中，单击**值**选项卡以监控压力在减小 （安装了高真空规选件）。

3 在 **GC 参数**对话框中，单击 **CI 气体**选项卡，然后在**阀设置**区域中，关闭**气阀 A** 和**气阀 B** 以及**关闭阀**。

4 验证 **PCICH4.U** 已调用 （在 **GC 参数**对话框左上方），并单击**值**选项卡以接受温度设定值。

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 280 °C。

6 将**气体 A （甲烷）**设置为 20%。

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

# 为 CI 操作设置软件

**小心** 在切换到 CI 操作之前应始终验证 EI 模式下的 GC/MS 性能。

## 操作规程

1 在**调谐和真空控制**视图中，从**文件**菜单中选择**调用调谐参数**，然后调用调谐文件 **PCICH4.U**。

2 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。*接受缺省值，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 时请始终使用缺省值，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，请参阅表 17。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 17** 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 | 正极 | 负极 | 正极 | 负极 | 正极 | 负极 |
| 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 17 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** 任何时候，都要先在 PCI 中使用甲烷进行设置，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 µA。

# 操作反应气流量控制模块

**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，MS 在调谐前必须至少烘干 2 小时。

**小心** 如果在 MS 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 MS*** 并***清洁离子源***。

## 操作规程

1 在 **GC 参数**对话框中，单击 **CI 气体**选项卡以访问控制 CI 气体流量的参数设置。




2 在**阀设置**区域中，为当前调谐文件选择反应气体。选择**气体 A 阀**或**气体 B 阀**将在**气体**字段中显示气阀 **A** 或 **B**，并在**气体名称**字段中显示气体名称。

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。

3 在**流量**字段中输入反应气流量设定值。以最大流量的百分比形式输入该值。建议的流量为，对于 PCI 源为 20%，对于 NCI 源为 40%。

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。

4 要开始反应气流，可选择**关闭阀**。

系统会关闭当前气流，同时使关闭阀 （图 10）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，然后系统会关闭关闭阀。

## 流量控制模块

CI 反应气流量控制模块控制反应气进入 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 校准阀、关闭阀、控制电子设备和管道。请参阅第 97 页上的图 10 和表 18。

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器。提供压力为 25 至 30 psi（170 至 205 kPa）的反应气。

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

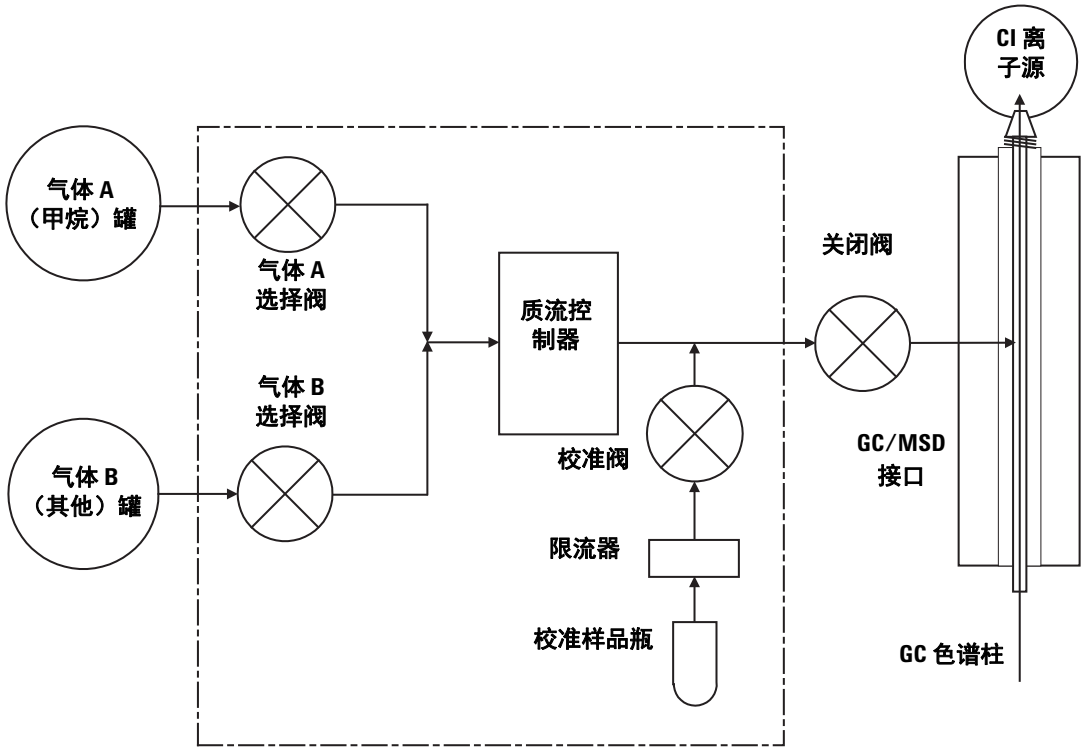



**图 10** 反应气流量控制模块示意图

**表 18** 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、放空或 EI 模式 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 气体 A | 打开 | 关闭 | 打开 | 关闭 | 关闭 | 关闭 |
| 气体 B | 关闭 | 打开 | 关闭 | 打开 | 关闭 | 关闭 |
| MFC | 开 → 设定值 | 开 → 设定值 | 开 → 100% | 开 → 100% | 开 → 100% | 关 →0% |
| 关闭阀 | 打开 | 打开 | 打开 | 打开 | 打开 | 关闭 |

在显示器上，**打开**和**关闭**状态分别显示为 **1** 和 **0**。

# 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。在正极化学电离 (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负极反应气离子。

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。

## 操作规程

1 使用 EI 源执行标准调谐、保持报告并记录报告的压力。请参阅第 64 页上的 “在 EI 模式下调谐 MSD”。

2 放空系统。请参阅第 53 页上的 “放空 MSD”。

3 安装 CI 源。第 151 页上的 “安装 CI/Xtr 接口端密封垫 ”。

4 抽空系统。请参阅第 92 页上的 “在 CI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

5 等待直到压力接近上次报告的 EI 自动调谐的压力。请参阅第 112 页上的 “监测 CI 模式高真空压力 ”。

6 从 “GC 参数 ” 视图的**执行**菜单中选择**烘干 MSD**，以显示**指定烘烤参数**对话框。设置最少 2 小时，调整其他参数，然后单击**确定**开始烘烤。

**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。**

**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*。**

7 从 “ 设置 ” 菜单中选择**甲烷预调谐**并按照系统提示操作。有关详细信息，请参阅 MassHunter 联机帮助。

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。

8 检查显示的反应气离子轮廓图扫描。

- 在 *m/z* 32 处不应有可见峰。峰表明存在漏气。修复漏气情况后再继续。漏气时在 CI 模式下操作会迅速污染离子源。
- *m/z* 19 （质子化水）处的峰小于 *m/z* 17 处的峰的 50%。

9 看到提示后，单击**确定**执行甲烷流量调节。

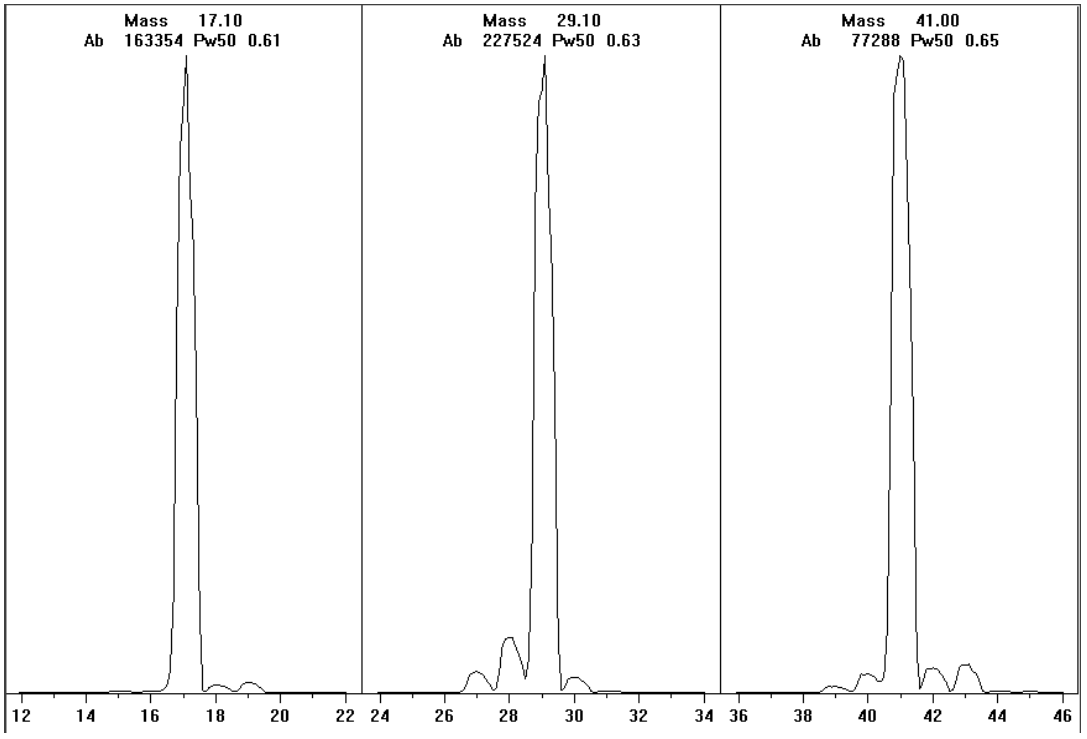



**图 11** 长时间烘烤后的反应气离子扫描

### 烘干一天后执行甲烷预调谐

注意 *m/z* 19 的低丰度，并在 *m/z* 32 不存在任何明显的峰。MSD 最初可能显示有较多的水，但是 *m/z* 19 的丰度仍然应小于 *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 5977 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 “5977 概念指南 ” 中作了简要介绍。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，请参阅表 19。

**表 19** 反应气

| 反应气 / 模式 | 反应气离子质量 | PFDTD 校正离子 | 流量调节离子：比率<br>EI/PCI/NCI MSD （高性能能涡轮泵）<br>推荐的流量：20% PCI 40% 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**负极** 反应气离子。要在负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：

### 操作规程

1 使用甲烷和 PFDTD 执行标准的阳极 CI 自动调谐。请参阅第 106 页上的“执行 PCI 自动调谐（仅适用于甲烷）”。

2 在“调谐和真空控制”视图中，从**调谐**菜单中单击**调谐向导**，看到提示后，选择**异丁烷**或**氨**。这将让菜单使用选定的气体并选择相应的默认调谐参数。

3 看到提示后，选择**气体 B**（连接异丁烷或氨的端口）。按照“调谐向导”中的提示继续操作，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**执行**菜单中的**异丁烷**（或**氨**）**流量调整**。

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。有关使用氨进行 CI 操作的详细信息，请参考 Agilent 应用说明 “ 在 Agilent 5977 系列 MSD 上实现氨反应气的化学电离 ”(5989-5170EN)。

**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 “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。（请参阅 *《5977 系列 MSD 故障排除和维护》手册*。）

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

对于 CI，二氧化碳经常用作反应气。二氧化碳还具有可用性和安全性的优点。

# 从 CI 源切换到标准或惰性 EI 源

## 操作规程

**小心** 接触分析器或将放入分析器腔体内部的任何其他部件时务必戴上干净的手套。

**小心** 释放到分析器组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。打开分析器腔体*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 119 页上的 “ 静电释放 ”。

1 根据 “ 调谐和真空控制 ” 视图，放空 MSD。请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”。软件会提示您执行相应的操作。

2 打开分析器。请参阅第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”。

3 拆下 CI/Xtr 接口端密封垫。请参阅第 151 页上的 “ 安装 CI/Xtr 接口端密封垫 ”。

4 安装 EI 离子源。请参阅第 146 页上的 “ 安装 EI 离子源 ”。

5 将 CI 离子源和接口端密封垫放入离子源存放盒中。

6 对 MSD 抽真空。请参阅第 79 页上的 “ 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

7 调用 EI 调谐文件。

# 从 CI 源切换到带拉出透镜的 EI 源

**小心** 接触分析器或将放入分析器腔体内部的任何其他部件时务必戴上干净的手套。

**小心** 释放到分析器组件的静电会传导到侧板，可能会损坏灵敏组件。打开分析器腔体*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 " 静电释放 " 。

## 操作规程

1 根据 " 调谐和真空控制 " 视图，放空 MSD。请参阅第 71 页上的 " 放空 MSD"。软件会提示您执行相应的操作。

2 打开分析器。请参阅第 73 页上的 " 打开分析器腔体 "。

3 拆下 CI 离子源。请参阅第 153 页上的 " 拆下 CI 离子源 "。不需要拆下接口端密封垫，就像在标准或惰性 EI 源中那样。 CI 接口端密封垫适合带拉出透镜的 EI 源。

4 安装 EI Xtr 源。请参阅第 146 页上的 " 安装 EI 离子源 "。

5 从存放盒中找到棕色的拉出透镜接线，将其连接到拉出透镜和离子源板。

6 将 CI 离子源放入离子源存放盒中。

7 对 MSD 抽真空。请参阅第 79 页上的 " 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 "。

8 调用 EI 调谐文件。

# 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。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

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。

## 操作规程

1 首先确认 MSD 在 EI 模式下运行正确。请参阅第 66 页上的 “ 验证系统性能 ”。

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 98 页上的 “ 设置甲烷反应气流量 ”。

5 在**调谐**菜单中，单击 **CI 自动调谐**。

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 12）。但是当调谐将电子倍增器电压（EM 电压）设置为 2600 V 或更高时，如果方法将 EM 电压设置为 “+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。请参阅第 107 页上的 “PCI 自动调谐报告 ”。

19/29 比率表明水的丰度。

32/29 比率表明氧气的丰度。

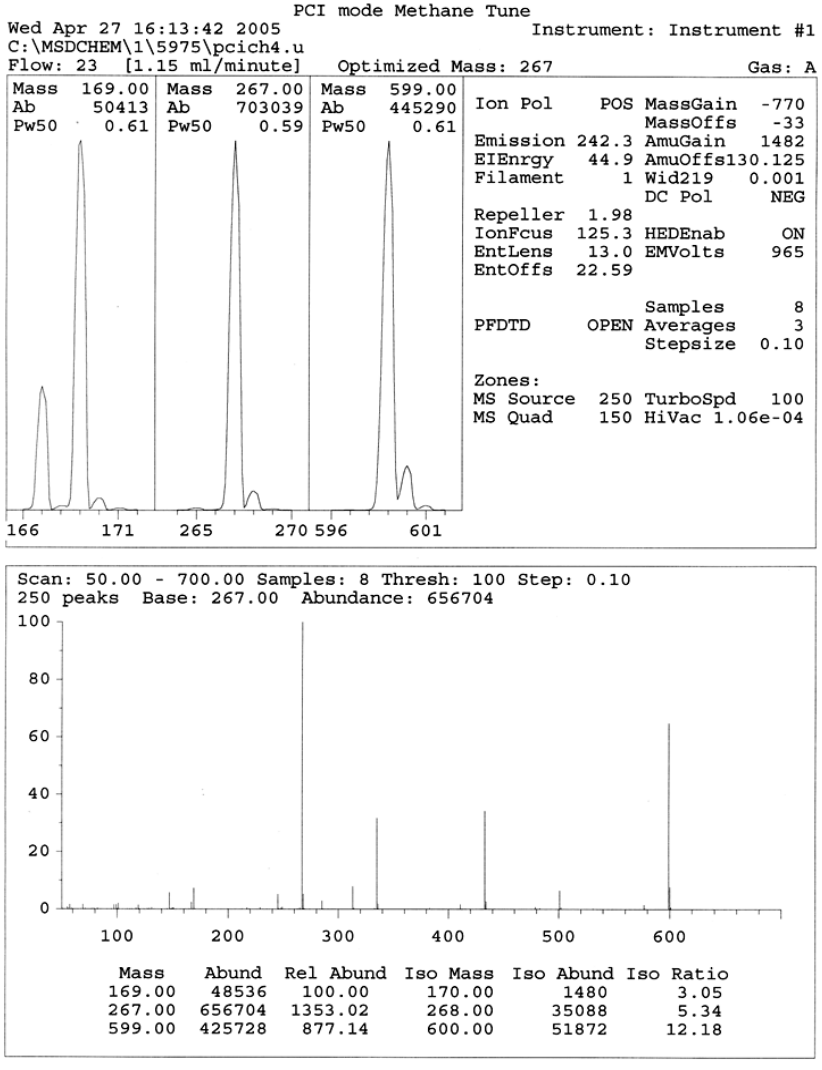



**图 12** PCI 自动调谐报告

# 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 66 页上的 “验证系统性能 ”。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。

## 操作规程

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

2 请从 “ 设置 ” 菜单中选择 **CI 调谐向导**，并根据系统提示进行操作。

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 13）。但是当调谐将电子倍增器电压（EM 电压）设置为 2600 V 或更高时，如果方法将 EM 电压设置为 “+400” 或更高，则无法成功采集数据。

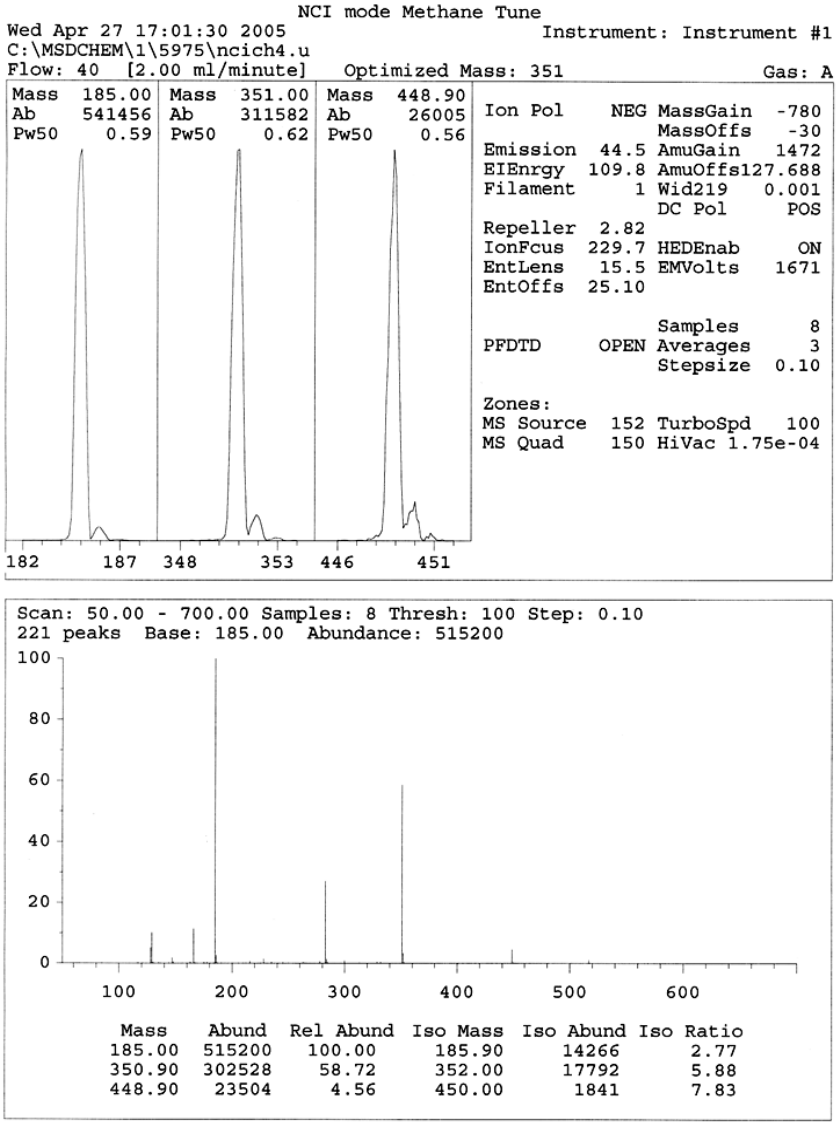

NCI mode Methane Tune
Wed Apr 27 17:01:30 2005
Instrument: Instrument #1
C:\MSDCHEM\1\5975\ncich4.u
Flow: 40 [2.00 ml/minute]
Optimized Mass: 351
Gas: A
Mass 185.00
Ab 541456
Pw50 0.59
Mass 351.00
Ab 311582
Pw50 0.62
Mass 448.90
Ab 26005
Pw50 0.56
Ion Pol NEG
Emission 44.5
EIEnrgy 109.8
Filament 1
Repeller 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 13** 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 66 页。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

### 操作规程

1 确认 MSD 在 E1 模式下运行正确。

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 105 页上的 “ 从 CI 源切换到带拉出透镜的 EI 源 ”。

5 运行 CI 自动调谐。请参阅第 87 页上的 “CI 自动调谐 ”。

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。有关规范，请浏览 Agilent 网站 www.agilent.com/chem。

# 验证 NCI 性能

此过程*仅*用于 EI/PCI/NCI MSD。

## 所需材料

- 八氟萘 (OFN)， 100 fg/µL (5188-5347)

**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“验证系统性能”。即使要运行 NCI，也应始终首先在 PCI 中设置 CI MSD。

## 操作规程

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“执行 NCI 自动调谐（仅适用于甲烷反应气）”。

   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. 运行 NCI 灵敏度方法：OFN_NCI.M 使用 2 µL 的 100 fg/µL 的 OFN。
6. 确认系统与已发布的灵敏度规范相符。有关规范，请浏览 Agilent 网站 www.agilent.com/chem。

# 监测 CI 模式高真空压力

**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 真空规。在使用氢气载气对 MSD 进行操作之前，请阅读 " 氢气安全 " 。**

## 操作规程

1 启动 MSD 并对其进行抽真空操作。请参阅第 92 页上的 " 在 CI 模式下对 MSD 抽真空 "。

2 在 " 调谐和真空控制 " 视图中，从**真空**菜单中选择**开启 / 关闭真空规**。

3 在 " 仪器控制 " 视图中，您可以设置 MS 参数显示窗口以方便阅读。真空也可通过 LCP 或 GC 参数屏幕查阅。

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

对运行压力影响最大的是载气 （色谱柱）流。第 113 页上的表 20 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 G3397B Micro-Ion 真空规。注意，质量流量控制器是针对甲烷校准的，而真空规是针对氮气校准的，因此这些测量并不准确，但可用作典型观察读数的指南（第 113 页上的表 20）。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** | 280 °C |
| **氦载气流量** | 1 mL/min |

**表 20** 质流控制器设置和典型压力读数

| MFC | 压力 (Torr) | |
|---|---|---|
| (%) | 甲烷 | 氨气 |
| | EI/PCI/NCI MSD<br>（高性能涡轮泵） | EI/PCI/NCI MSD<br>（高性能涡轮泵） |
| 10 | $5.5 \times 10^{-5}$ | $5.0 \times 10^{-5}$ |
| 15 | $8.0 \times 10^{-5}$ | $7.0 \times 10^{-5}$ |
| 20 | $1.0 \times 10^{-4}$ | $8.5 \times 10^{-5}$ |
| 25 | $1.2 \times 10^{-4}$ | $1.0 \times 10^{-4}$ |
| 30 | $1.5 \times 10^{-4}$ | $1.2 \times 10^{-4}$ |
| 35 | $2.0 \times 10^{-4}$ | $1.5 \times 10^{-4}$ |
| 40 | $2.5 \times 10^{-4}$ | $2.0 \times 10^{-4}$ |

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 之间和不同真空规控制器之间的测量偏差可高达 30%。

# 5 一般维护

开始之前 116
维护真空系统 121
维护分析器 122
拆下 EI 离子源 124
拆卸标准或惰性 EI 离子源 127
拆卸带拉出透镜的 EI 离子源 130
清洁 EI 离子源 133
组装标准或惰性 EI 离子源 138
组装带拉出透镜的 EI 离子源 141
更换 EI 源中的灯丝 144
安装 EI 离子源 146
更换电子倍增器的电极臂 147

# 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。

**表 21** 维护计划

| 任务 | 每周 | 每 6 个月 | 每年 | 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 | | |
| 更换扩散泵液 | | | X | |
| 检查干的前级泵 | | | | X |
| 更换干燥的前级泵端密封垫 | | | X | |
| 更换前级泵废气过滤器 | | | | X |
| 更换 DS42 前级泵蓝滤雾器 | | | | X |
| 清洁离子源 | | | | X |
| 检查 GC 和 MSD 上的载气净化器 | | | | X |
| 更换老化的部件 | | | | X |
| 对侧板或放空阀的 O 形环进行润滑† | | | | X |
| 更换 CI 反应气供气罐。 | | | | X |
| 更换 GC 气罐 | | | | 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 形环和放空阀 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。

## 计划维护

表 21 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。

## 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。

## 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，意外接触到这些危险电压的可能性就非常小。

**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 进样口
- GC 柱箱及其内容
- GC 检测器
- GC 阀箱
- 前级泵
- 加热 MSD 离子源、接口和四极杆

**警告** **MSD 工作时绝对不要触摸这些部件。关闭 MSD 后，留出足够的时间等待这些部件冷却，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** **如果操作时触摸前级泵，可能会被灼伤。它上面有一个安全护罩是用来防止用户触摸前级泵。**

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。标准前级泵排出的废气也含有前级泵油的微小油滴。

标准前级泵上配有一个净化器。该净化器*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，请不要使用净化器。对所有前级泵来说，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。对标准的前级泵来说，这需要取下净化器。请遵守当地法规。

**警告** **与标准前级泵配套的净化器只收集前级泵油。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，请卸下净化器。如果有 CI MSD，请不要使用净化器。安装一条软管，将前级泵废气排出室外或排入通风橱。**

扩散泵和标准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 （四极杆）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。这包括分析器。

**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 21 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）
- 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）
- 更换扩散泵液 （一年一次）
- 更换无油前级泵密封垫 （一年一次）

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。

## 其他操作规程

只有当需要的时候才执行一些操作，如更换前级真空规或 Micro-Ion 真空规。请参阅 *《5977 系列 MSD 故障排除和维护》* 手册，并参阅 MassHunter Data Acquisition 软件的联机帮助，了解出现何种征兆时需要进行此类型的维护。

## 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 *《5977 系列 MSD 故障排除和维护》* 手册。

本章中的大部分步骤都出现在 Agilent GC/GCMSD 硬件用户信息和实用程序以及 5977 系列 MSD 用户信息光盘的视频剪辑中。

# 维护分析器

## 计划

分析器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
- 更换电子倍增器的电极臂

《故障排除和维护》手册提供了关于需要维护分析仪时出现的征兆的信息。MassHunter 软件联机帮助中的故障排除材料提供了更全面的信息。

## 预防措施

### 洁净

维护分析器时请保持组件的洁净。维护分析器时需要打开分析器腔体并从分析器中取出部件。执行分析器的维护步骤时，注意不要污染分析器或分析器腔体的内部。维护分析器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，应将分析器部件放在干净无棉绒的布面上。

**小心** 如果操作不当，维护分析器后可能将污染物带入 MSD。

**警告** **分析器工作时温度很高。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

与分析器组件相连的接线、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（四极杆）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 119 页。

**小心**

**释放到分析器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 119 页）并在采取其他抗静电预防措施，*之后*才能打开分析器腔体。**

### 一些分析仪部件不需维护

质量过滤器（四极杆）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

如果需要有关分析器组件的位置或功能的更多信息，请参阅 *《5977 系列 MSD 故障排除和维护》*手册。

本章中的许多步骤都在视频剪辑中有示范。

# 拆下 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)

## 操作规程



1 放空 MSD。请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”。

2 打开分析器腔体。请参阅第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”。

接触分析器组件前务必使用防静电腕带并采取其他防静电措施。

3 如果使用标准 EI 源，则从离子源断开七根接线。不要过分弯折这些接线（第 126 页上的图 14 和表 22）。

**表 22** 标准 EI 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 如果使用带拉出透镜的 EI 离子源，则从离子源断开八根接线。不要过分弯折这些接线 （第 126 页上的图 14 和表 23）。

**表 23** 带拉出透镜的 EI 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 |
| 棕色 | 拉出透镜 | 1 |

5 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。

6 取下固定离子源的指旋螺钉。

7 将离子源从源散热器中拉出。

**警告** **分析器工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

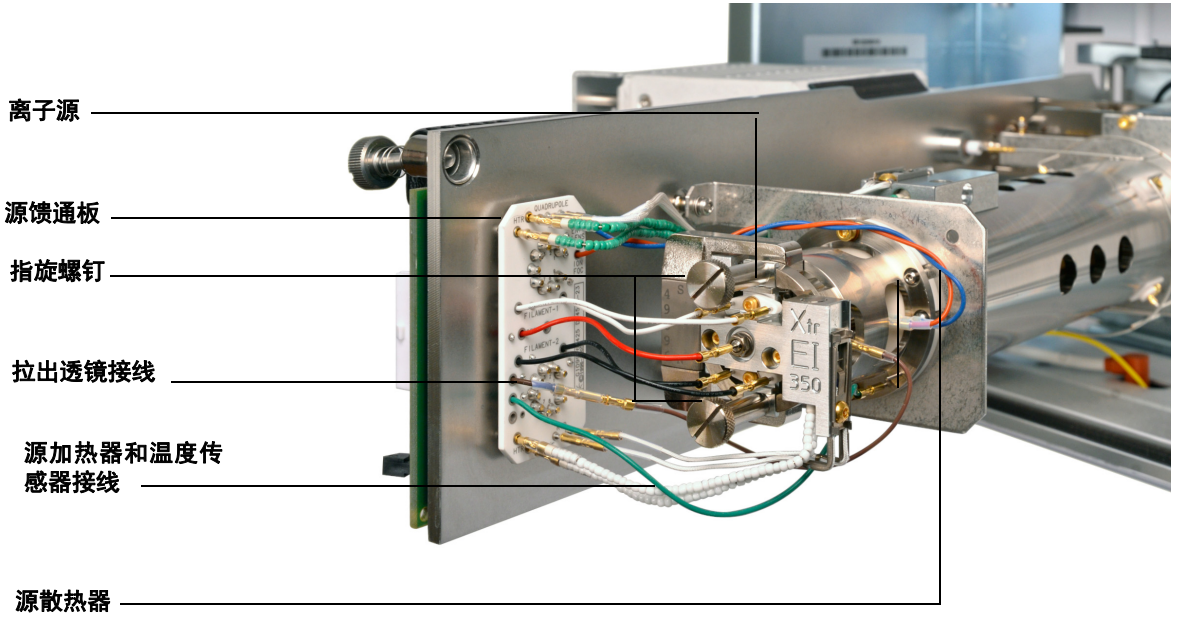



**图 14** 拆下 EI 离子源

# 拆卸标准或惰性 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

## 操作规程

1 拆下离子源。请参阅第 124 页上的 “ 拆下 EI 离子源 ”。



2 从灯丝拆下两个镀金螺丝，然后从离子源拆下灯丝。请参阅第 128 页上的图 15。

3 从离子源加热器块组件拧下两个镀金螺丝，将推斥极组件与离子源体分离。推斥极组件包括源加热器块组件、推斥极和相关部件。

4 拆下推斥极螺母和垫圈，然后从离子源加热器块组件拆下推斥极。

5 从离子源加热器块组件拆下推斥极绝缘器和推斥极块插片。

6 从离子源体端卸下镀金定位螺钉。

7 按抽出板以从离子源体的另一端卸下入口透镜、离子聚焦透镜、抽出圆筒和抽出板。

8 旋下接口固定螺丝。 10 毫米活扳手适用于接口固定螺丝的平面。

9 从透镜绝热体上卸下入口透镜和离子透镜。

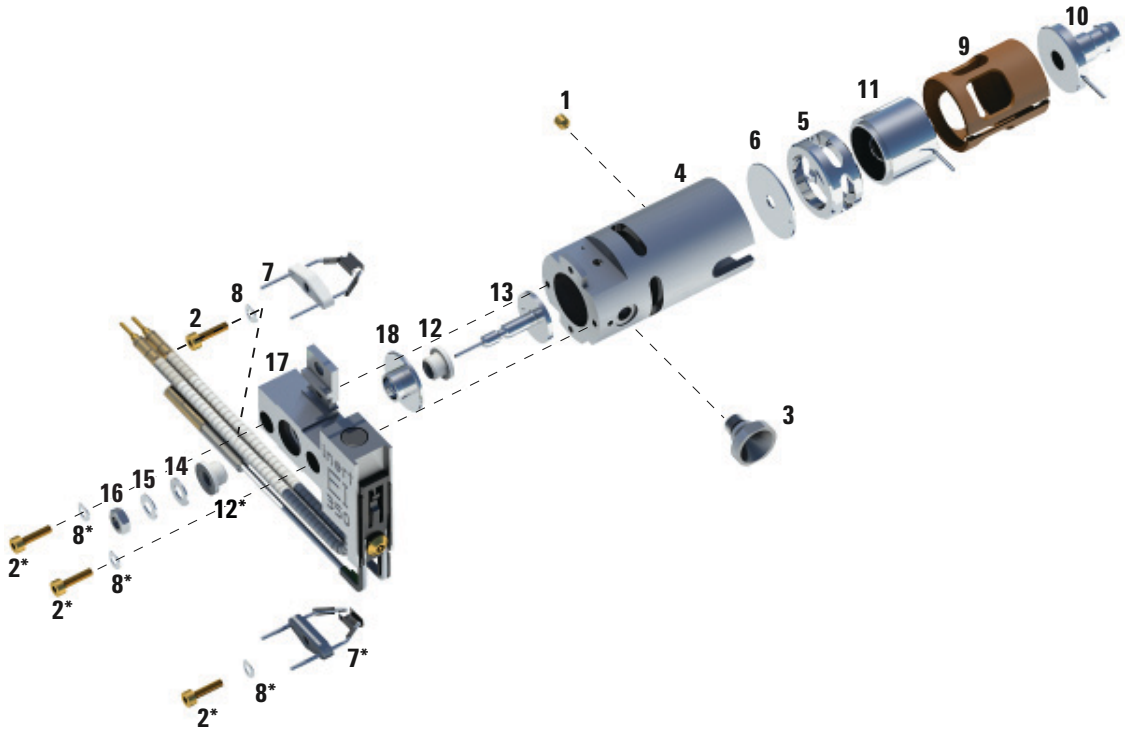



**图 15** 拆卸标准或惰性 EI 离子源

**表 24** 标准或惰性 EI 离子源的部件列表 （图 15）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 镀金定位螺丝 |
| 2 | 镀金螺丝 |
| 3 | 接口插座 |
| 4 | 离子源体 |
| 5 | 抽出汽缸 |
| 6 | 抽出板 |

**表 24** 标准或惰性 EI 离子源的部件列表 （图 15）（续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 7 | 4 圈灯丝 |
| 8 | 弹簧垫片 |
| 9 | 透镜绝热体 |
| 10 | 入口透镜 |
| 11 | 离子聚焦透镜 |
| 12 | 推斥极绝热体 |
| 13 | 推斥极 |
| 14 | 平垫圈 |
| 15 | Belleville 弹簧垫片 |
| 16 | 推斥极螺母 |
| 17 | 离子源加热器块组件 |
| 18 | 推斥极块插片 |

# 拆卸带拉出透镜的 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

## 过程

1 拆下离子源。请参阅第 124 页上的 “ 拆下 EI 离子源 ”。

2 拆下两个镀金螺丝，将灯丝从离子源分离，可拆下灯丝。请参阅第 131 页上的图 16。



3 从离子源加热器块组件拧下两个镀金螺丝，将推斥极组件与离子源体分离。推斥极组件包括源加热器块组件、推斥极和相关部件。

4 从离子源体端卸下镀金定位螺钉。

5 拖出入口透镜和离子聚焦透镜以从离子源体卸下它们。

6 卸下拉出透镜和绝热体。

7 将入口透镜和离子聚焦透镜与透镜绝热体分离。

8 从离子源加热器块组件上卸下推斥极螺母，然后卸下推斥极。

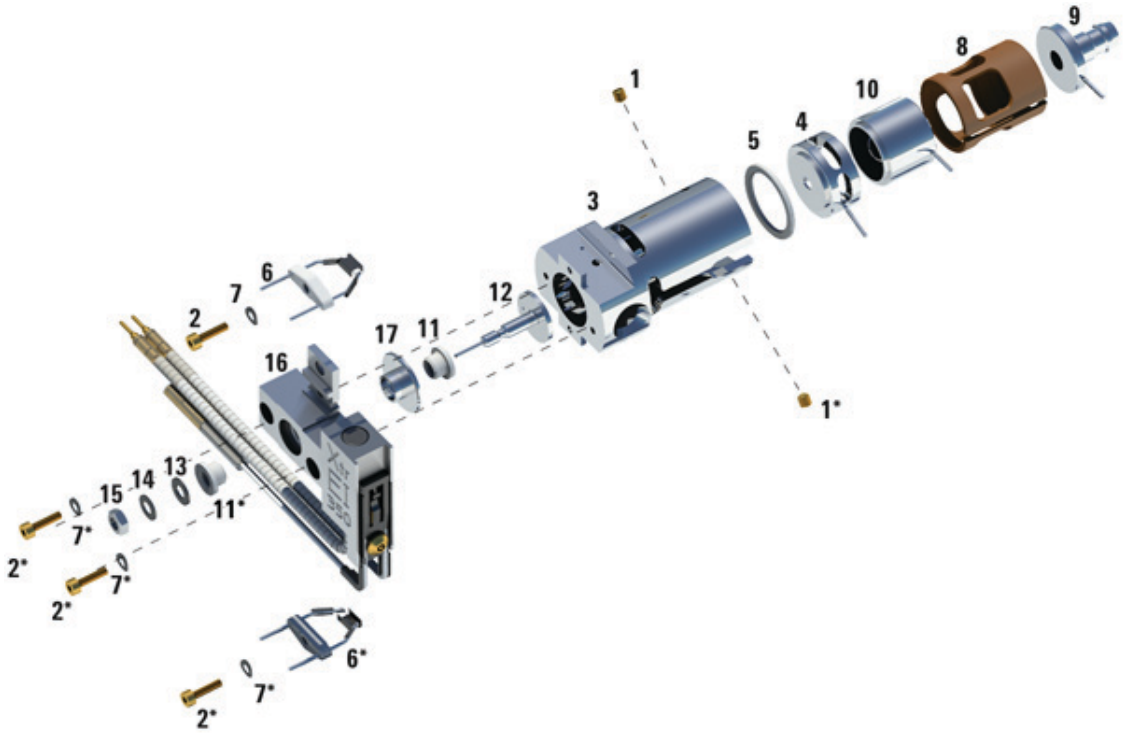



**图 16** 拆卸带拉出透镜的 EI 源

**表 25** 带拉出透镜的离子源的部件列表图 16

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 定位螺丝 |
| 2 | 螺丝 |
| 3 | 离子源体 |
| 4 | 拉出透镜 |
| 5 | 拉出透镜绝热器 |
| 6 | 灯丝 |

**表 25** 带拉出透镜的离子源的部件列表图 16 （续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 7 | 弹簧垫片 |
| 8 | 透镜绝热体 |
| 9 | 入口透镜 |
| 10 | 离子聚焦透镜 |
| 11 | 推斥极绝热体 |
| 12 | 推斥极 |
| 13 | 平垫圈 |
| 14 | Belleville 弹簧垫片 |
| 15 | 推斥极螺母 |
| 16 | 离子源加热器块组件 |
| 17 | 推斥极块插片 |

# 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 127 页上的 “ 拆卸标准或惰性 EI 离子源 ” 或第 130 页上的 “ 拆卸带拉出透镜的 EI 离子源 ”。



2 收集以下要清洁的标准或惰性 EI 源的部件：（第 135 页上的图 17）
  - 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

3 收集以下要清洁的带拉出透镜的 EI 源的部件：（第 135 页上的图 17）

- 推斥极
- 绝缘体
- 离子源体
- 拉出透镜
- 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 17** 要清洁的离子源部件

## 操作规程

**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器，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，请再冲洗三次。

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 使用超声波清洗部件 15 分钟（各组分开）：对于较脏的部件，按所示顺序使用所有三种溶剂，使用以下每种溶剂清洗 15 分钟：

- 二氯甲烷 （试剂级别）
- 丙酮 （试剂级别）
- 甲醇 （试剂级别）

要进行日常清洁，用甲醇清洗已足够了。

**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 °C 的温度烘烤 5-6 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。

# 组装标准或惰性 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

## 操作规程



1 组装推斥极组件。
   a 将推斥极块插件安装到离子源加热器块组件中。请参阅第 139 页上的图 18。
   b 将推斥极绝热体安装到离子源加热器块组件和推斥极块插件中。
   c 通过推斥极绝热体安装推斥极，将依次将平面垫圈和贝氏弹簧垫圈安放在推斥极轴端上，然后用手指拧紧推斥极螺母。
2 将抽出板和抽出圆筒插入离子源体中。请参阅第 139 页上的图 18。
3 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体。
4 将这些组装的部件滑入离子源体中。
5 安装将透镜固定到位的定位螺钉。

**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 安装接口固定螺丝。
7 使用两个镀金螺钉和弹簧垫圈将推斥极组件连接到离子源。
8 使用两个镀金螺钉和弹簧垫圈安装灯丝。

**小心** 不要将接口插座拧得过紧。过紧将导致螺纹破损。

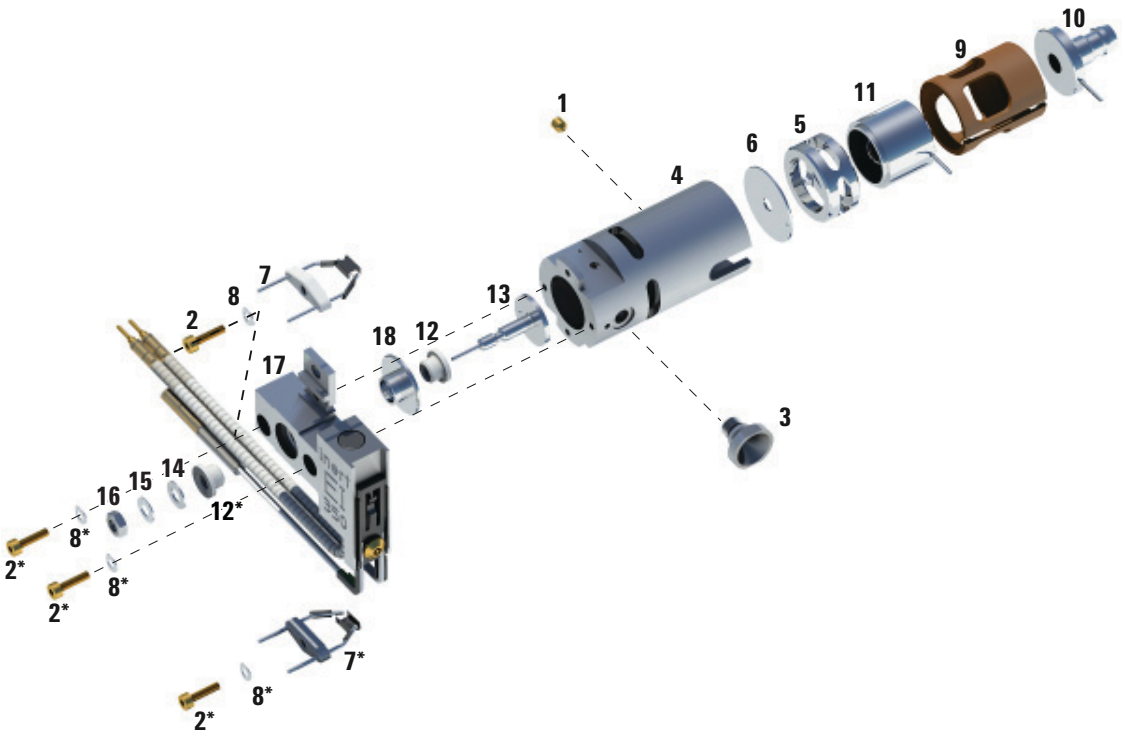



**图 18** 组装标准或惰性 EI 离子源

**表 26** 标准或惰性 EI 离子源的部件列表 （图 18）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 定位螺丝 |
| 2 | 定位螺丝 |
| 3 | 接口插座 |

**表 26** 标准或惰性 EI 离子源的部件列表 （图 18）（续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 4 | 离子源体 |
| 5 | 抽出汽缸 |
| 6 | 抽出板 |
| 7 | 4 圈灯丝 |
| 8 | 弹簧垫片 |
| 9 | 透镜绝热体 |
| 10 | 入口透镜 |
| 11 | 离子聚焦透镜 |
| 12 | 推斥极绝热体 |
| 13 | 推斥极 |
| 14 | 平垫圈 |
| 15 | Belleville 弹簧垫片 |
| 16 | 推斥极螺母 |
| 17 | 离子源加热器块 |
| 18 | 推斥极块插片 |

# 组装带拉出透镜的 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

## 操作规程



1 将陶瓷垫圈滑入离子源体中。

2 将拉出透镜插入离子源体中，平面端先插入 （图 19）。

3 按所示顺序将入口透镜和离子聚焦透镜插入到绝热体中 （图 19）。

4 将包含离子聚焦和入口透镜的绝热体插入到离子源体中，离子聚焦透镜的放置方向与入口透镜的放置方向相反 （图 19）。

5 安装将透镜固定到位的两个镀金定位螺钉。

6 组装推斥极组件。

   a 将推斥极块插件安装到离子源加热器块组件中。请参阅第 139 页上的图 18。

   b 将推斥极绝热体安装到离子源加热器块组件和推斥极块插件中。

   c 通过推斥极绝热体安装推斥极，将依次将平面垫圈和贝氏弹簧垫圈安放在推斥极轴端上，然后用手指拧紧推斥极螺母。

**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。**

7 使用两个镀金螺钉和弹簧垫圈将推斥极组件连接到离子源。

**8** 使用两个镀金螺丝和弹簧垫片安装灯丝。

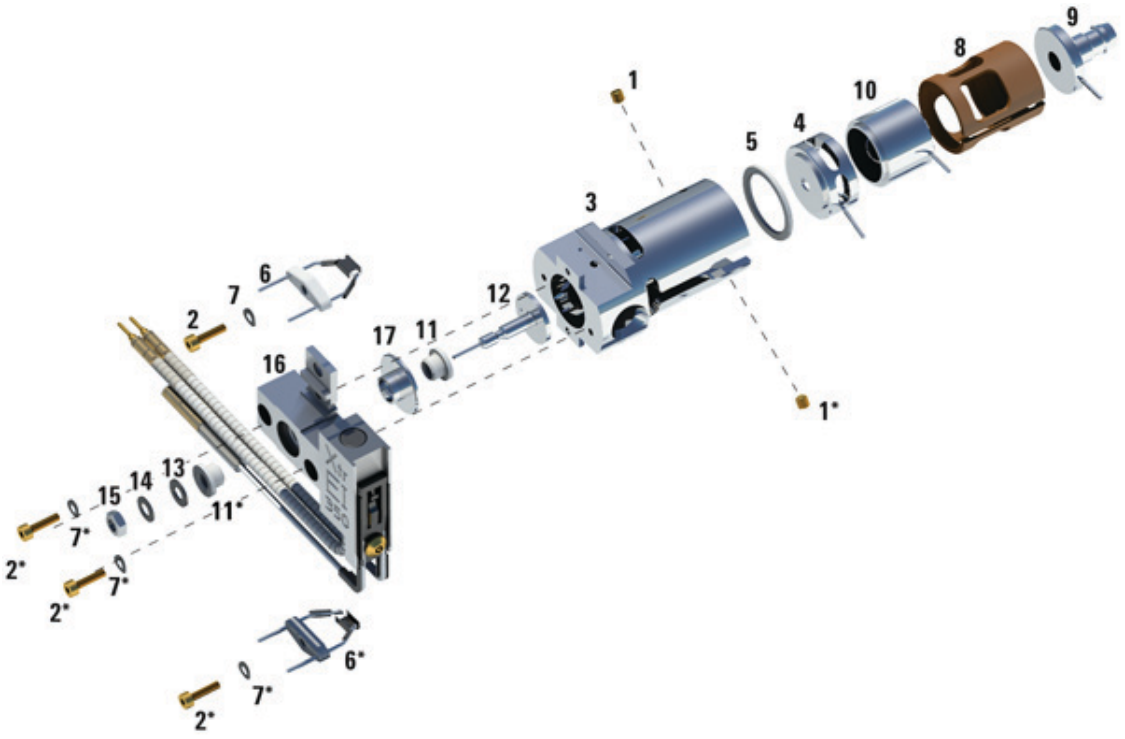



**图 19** 组装带拉出透镜的 EI 源

**表 27** 离子源的部件列表 （图 19）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 定位螺丝 |
| 2 | 螺丝 |
| 3 | 离子源体 |
| 4 | 拉出透镜 |

**表 27** 离子源的部件列表 （图 19）（续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 5 | 拉出透镜绝热器 |
| 6 | 灯丝 |
| 7 | 弹簧垫片 |
| 8 | 透镜绝热体 |
| 9 | 入口透镜 |
| 10 | 离子聚焦透镜 |
| 11 | 推斥极绝热体 |
| 12 | 推斥极 |
| 13 | 平垫圈 |
| 14 | Belleville 弹簧垫片 |
| 15 | 推斥极螺母 |
| 16 | 离子源加热器块组件 |
| 17 | 推斥极块插片 |

# 更换 EI 源中的灯丝

## 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)

## 操作规程

1 放空 MSD。第 53 页上的 “ 放空 MSD”

**警告** **分析器工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

2 打开分析器腔体。第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”

3 拆下离子源。第 124 页上的 “ 拆下 EI 离子源 ”

4 拆下灯丝的镀金螺丝和垫圈。

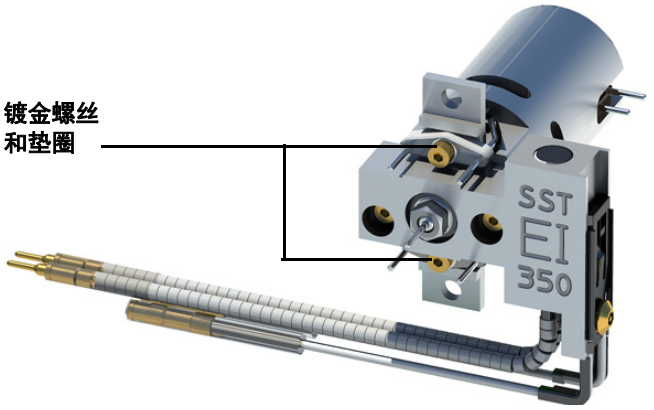



**图 20** 更换灯丝

5 使用镀金螺丝和垫圈固定新灯丝。

6 安装灯丝后，验证它没有与离子源体接地。

7 安装离子源。请参阅第 146 页上的 “ 安装 EI 离子源 ”。

8 关闭分析器腔体。请参阅第 75 页上的 “ 关闭分析器腔体 ”。

9 对 MSD 抽真空。请参阅第 79 页上的 “ 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

10 自动调谐 MSD。请参阅第 64 页上的 “ 在 EI 模式下调谐 MSD”。

11 在 “GC 参数 ” 对话框中，**灯丝**参数允许输入灯丝编号 **1** 或 **2**。无论在上一步调谐期间显示的是哪个编号，可输入另一个编号。

12 再次自动调谐 MSD。

13 输入给出最佳结果的灯丝编号。

如果决定使用第一个灯丝编号，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**。

# 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)

## 操作规程

1 将离子源滑入源散热器。

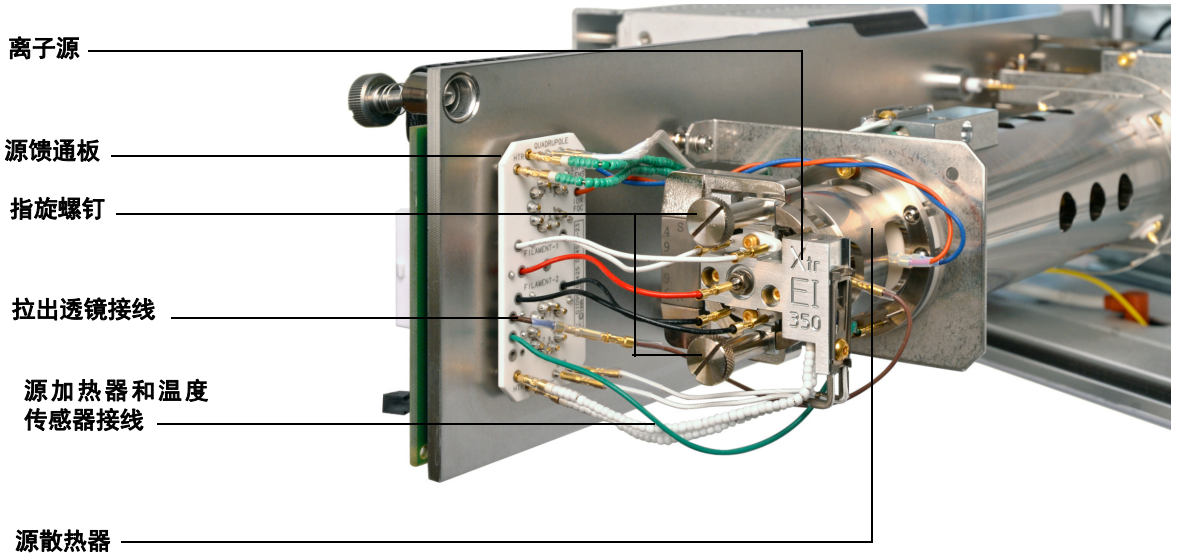



**图 21** 安装 EI 离子源

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 77 页上的图 8 所示。

4 关闭分析器腔体。请参阅第 75 页上的“关闭分析器腔体”。

# 更换电子倍增器的电极臂

## 所需材料

- 电子倍增器电极臂 (G3170-80103)
- 干净的无棉绒手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)

## 操作规程



1 放空 MSD。第 71 页上的 “ 放空 MSD”

2 打开分析器腔体。请参阅第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”。

3 打开固定夹。向上提起夹臂，将夹子从电子倍增器电极臂移开。

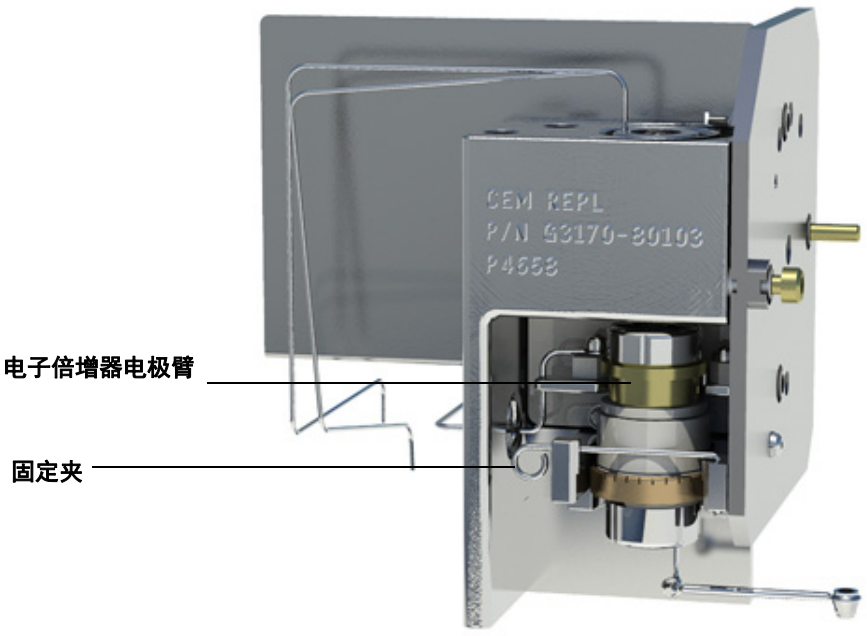



**图 22 电子倍增器电极臂**

4 取出电子倍增器电极臂

5 安装新的电子倍增器电极臂。

6 合上固定夹。

电极臂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 关闭分析器腔体。请参阅第 75 页上的 “ 关闭分析器腔体 ”。

8 对 MSD 抽真空。请参阅第 79 页上的 “ 在 EI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

# 6
# CI 维护

概述 150
设置 MSD 进行 CI 操作 150
安装 CI/Xtr 接口端密封垫 151
安装 CI/Xtr 接口端密封垫 151
拆下 CI 离子源 153
拆卸 CI 离子源 155
清洁 CI 离子源 158
组装 CI 离子源 160
安装 CI 离子源 163
更换 CI 源中的灯丝 164

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 5977 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标准前级真空泵中的油。

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 模式下放空以安装 CI 源之前，应确认 GC/MSD 系统工作正常。请参阅第 66 页上的“验证系统性能”。
- 确认反应气进气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/Xtr 接口端密封垫

## 所需材料

- 接口端密封垫 (G1999-60412)

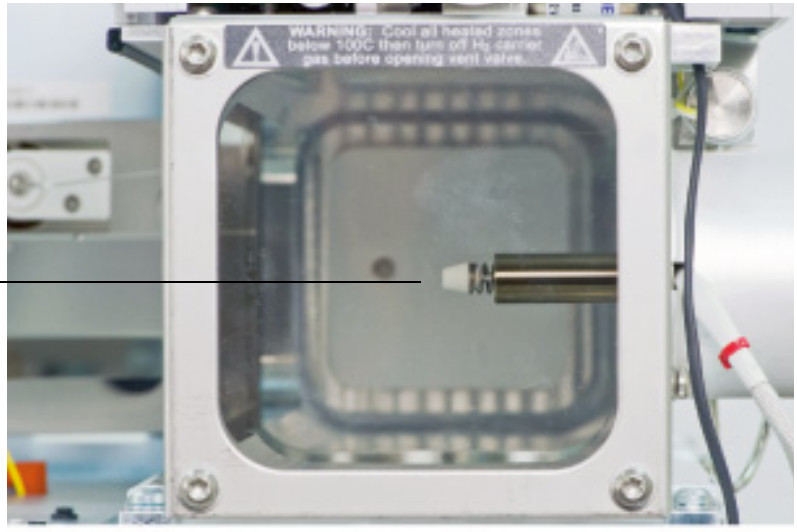
  CI 源和带拉出透镜的源的接口端密封垫必须到位。

**小心** 释放到分析器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，并采取其他抗静电预防措施，***之后***才能打开分析器腔体。

## 操作规程

1 验证带拉出透镜的 EI 源或 CI 源已安装。如果安装了标准 EI SST 源或 EI 惰性源，则不能安装接口端密封垫。

2 从离子源存放盒中取出 CI/Xtr 接口端密封垫，将其放在接口端上。



3 ***轻轻地*** 检查分析器和接口是否对准。

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

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

4 可通过在铰链上扭动侧板对准分析器和接口。如果分析器仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。

# 拆下 CI 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)

## 操作规程

1 放空 MSD。请参阅第 71 页上的 “ 放空 MSD”。

2 打开分析器腔体。请参阅第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”。

接触分析器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。使用钳子夹住源中的金属接头。不要过分弯折这些接线。有关这些接线的颜色编码，请参阅表 28。

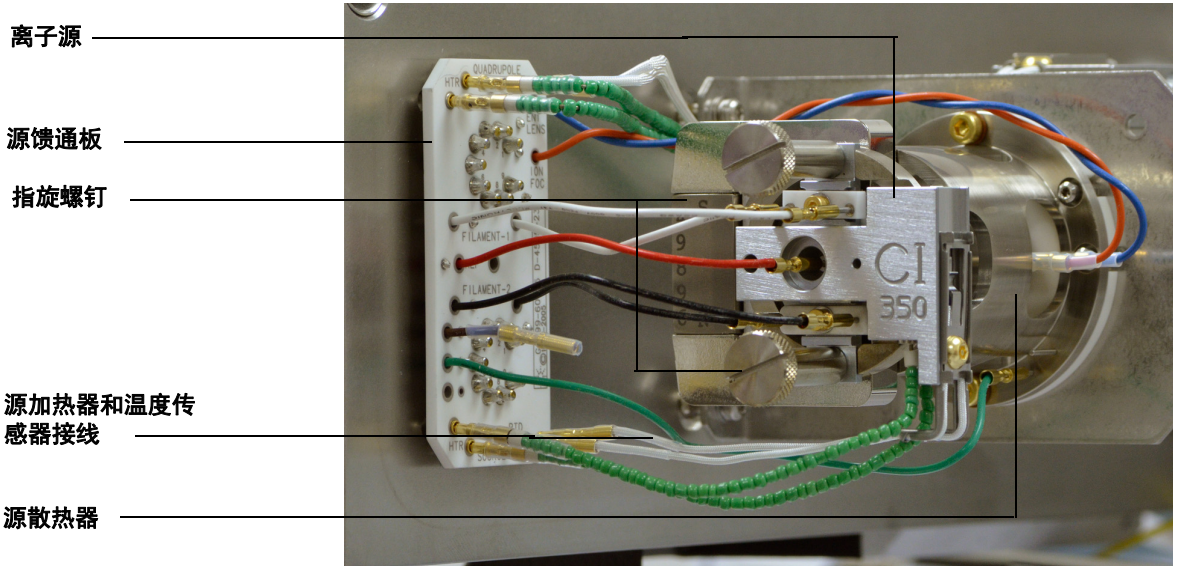


**表 28** 标准 CI 离子源接线

| 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 |

4 找出从离子源加热器和温度传感器到馈通板的接线。使用钳子夹住金属接头，将四根接线从馈通板连接中取出。

**小心** 拔出时应握住接头，而不应拉扯接线。

5 拆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** **分析器工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

# 拆卸 CI 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

## 操作规程



1 拆下离子源。请参阅第 153 页上的 “ 拆下 CI 离子源 ”。

2 拆下灯丝。请参考第 156 页上的图 23。

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块组件、推斥极和相关部件。

4 拆下推斥极和陶瓷绝缘体并将其分开。

5 拆下透镜的定位螺丝。

6 将透镜组件从离子源体中拉出。

7 从离子源体取出抽出汽缸和抽出板。

8 将离子聚焦透镜、入口透镜和绝热体分开。

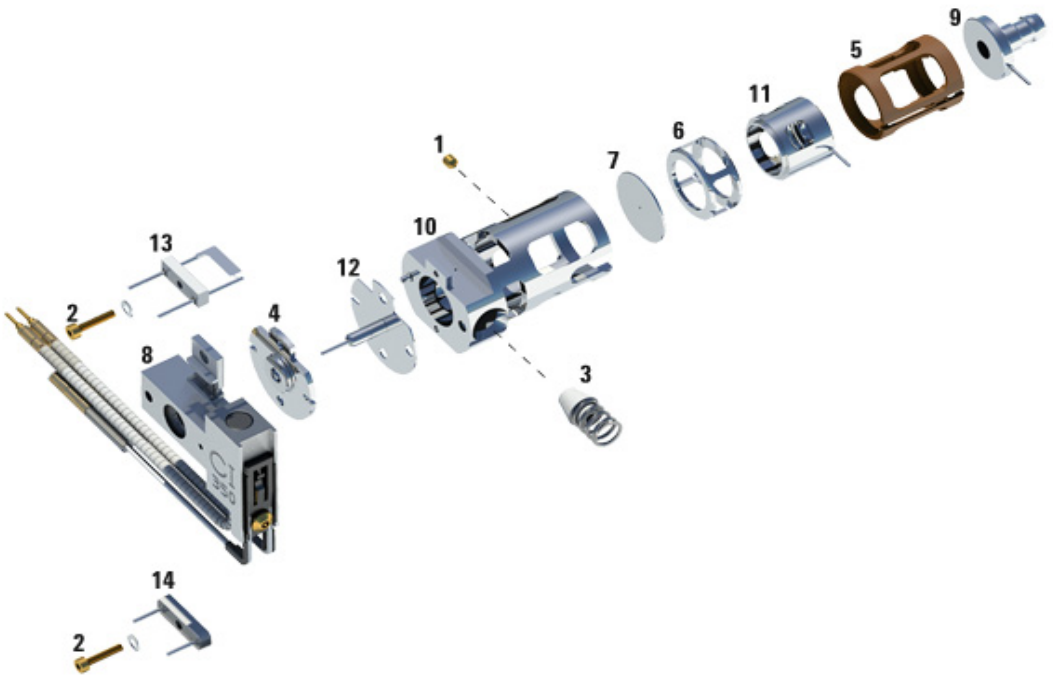



**图 23** 拆卸 CI 离子源

**表 29** CI 离子源的组件列表 （图 23）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 固定螺钉 |
| 2 | 灯丝螺丝 |
| 3 | CI 接口端密封垫 |
| 4 | CI 推斥极绝热器 |

**表 29** CI 离子源的组件列表 （图 23）（续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 5 | CI 透镜绝热器 |
| 6 | CI 抽出汽缸 |
| 7 | CI 抽出板 |
| 8 | CI 离子源加热器块组件 |
| 9 | 入口透镜 |
| 10 | CI 离子源体 |
| 11 | CI 离子聚焦透镜 |
| 12 | CI 推斥极 |
| 13 | CI 灯丝 |
| 14 | 虚拟灯丝 |

# 清洁 CI 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 155 页上的 “ 拆卸 CI 离子源 ”。



2 收集以下要清洁的 CI 源的部件：（第 159 页上的图 24）
  - 推斥极
  - 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。

3 按照第 133 页上的 “ 清洁 EI 离子源 ” 的说明清洁部件。

**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。

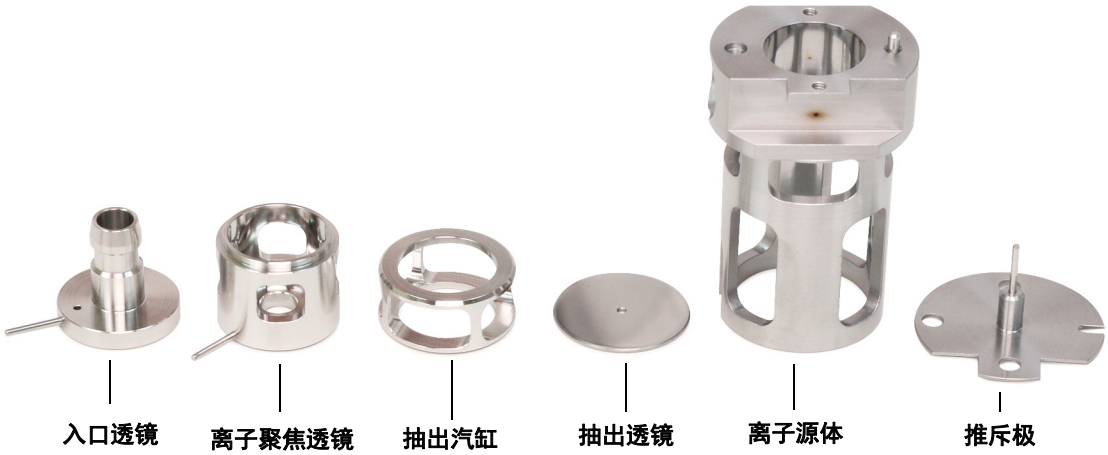



**图 24** 要清洁的 CI 源部件

# 组装 CI 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)
- 呆扳手， 10 毫米 (8710-2353)

### 操作规程

1 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体。

2 将抽出板和抽出圆筒滑入离子源体中 （第 161 页上的图 25）。

3 将这些组装的透镜部件滑入离子源体中。

4 安装将透镜固定到位的定位螺钉。

5 将推斥极、推斥极绝热体、垫圈、推斥极螺母和离子源加热器块安装到离子源体中。

**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 使用两个镀金螺钉和弹簧垫圈重新安装灯丝。

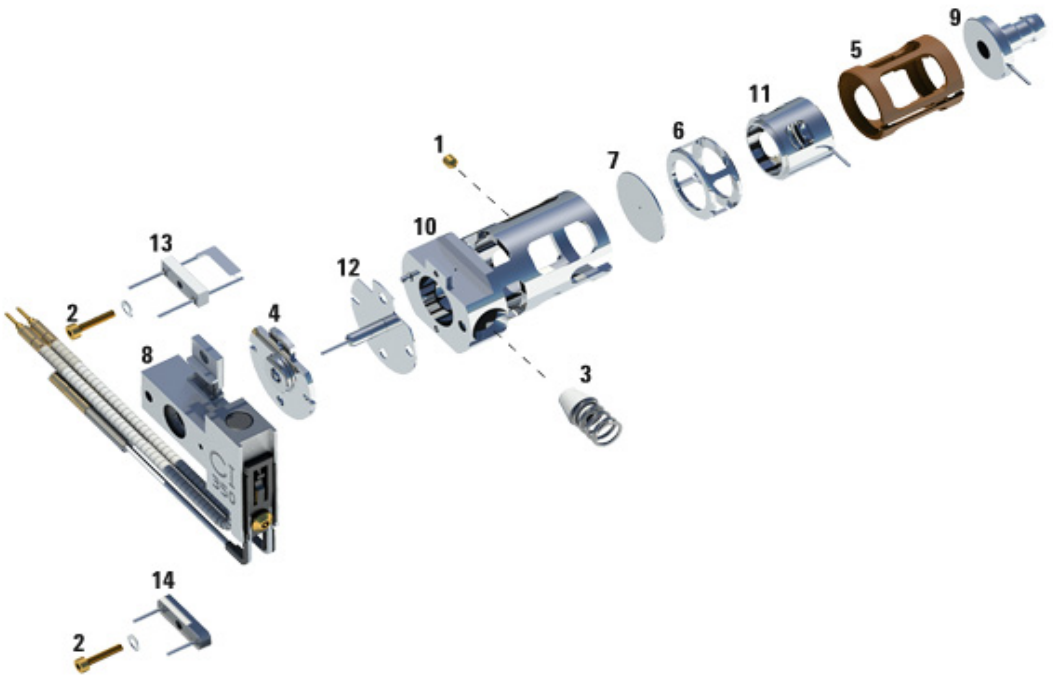



**图 25** 组装 CI 离子源

**表 30** CI 离子源的组件列表 （图 25）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 1 | 定位螺丝 |
| 2 | 灯丝螺丝 |
| 3 | CI 接口端密封垫 |
| 4 | CI 推斥极绝热器 |

**表 30** CI 离子源的组件列表 （图 25）（续）

| 项目编号 | 项目说明 |
|---|---|
| 5 | CI 透镜绝热器 |
| 6 | CI 抽出汽缸 |
| 7 | CI 抽出板 |
| 8 | CI 离子源加热器块组件 |
| 9 | 入口透镜 |
| 10 | CI 离子源体 |
| 11 | CI 离子聚焦透镜 |
| 12 | CI 推斥极 |
| 13 | CI 灯丝 |
| 14 | 虚拟灯丝 |

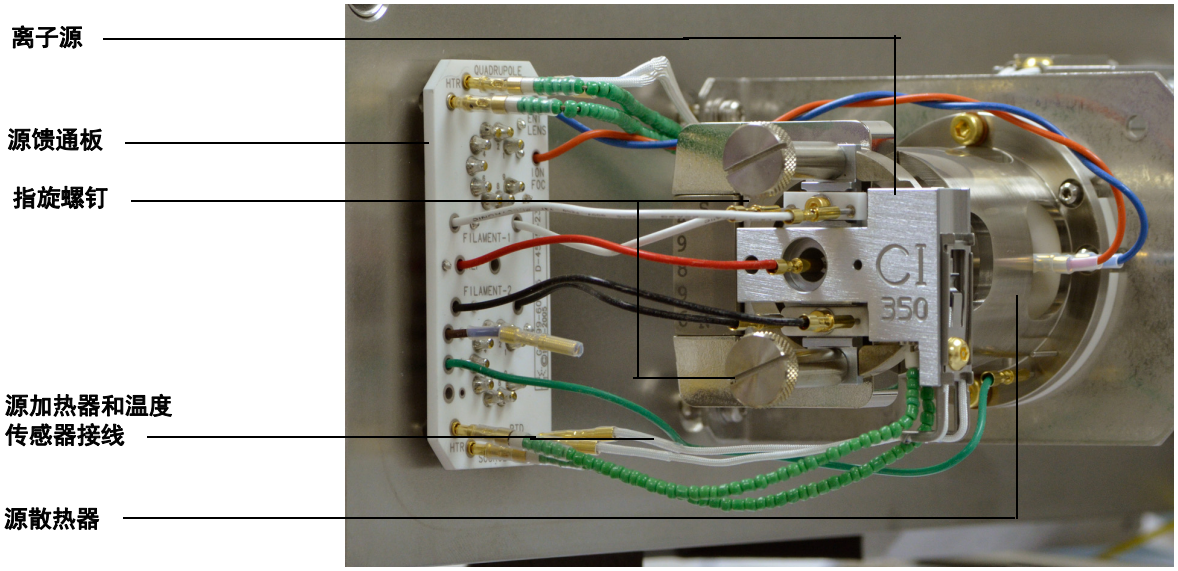
# 安装 CI 离子源

## 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)

## 操作规程

1 将离子源滑入源散热器。




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 75 页上的“关闭分析器腔体”所示。

4 关闭分析器腔体。请参阅第 75 页上的“关闭分析器腔体”。

# 更换 CI 源中的灯丝

## 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)

## 操作规程

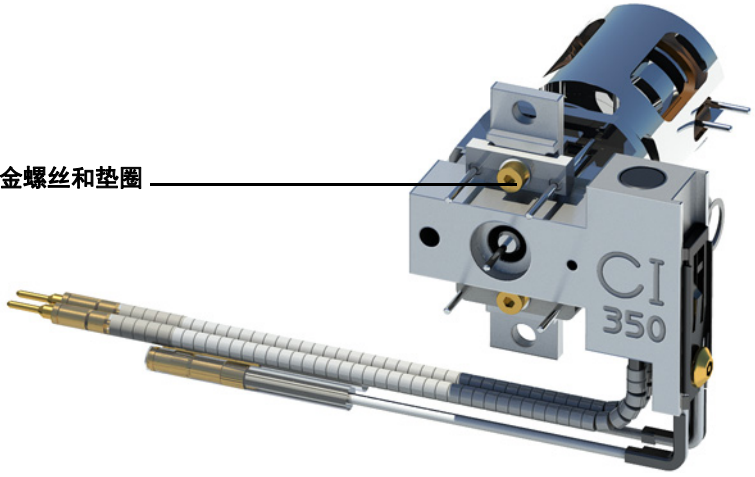
1 放空 MSD。第 53 页上的 “ 放空 MSD”

**警告** **分析器工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。**

2 打开分析器腔体。第 73 页上的 “ 打开分析器腔体 ”

3 拆下离子源。第 153 页上的 “ 拆下 CI 离子源 ”

4 拆下灯丝的镀金螺丝和垫圈。



5 使用镀金螺丝和垫圈固定新灯丝。

6 安装灯丝后，验证它没有与离子源体接地。

7 安装离子源。请参阅第 151 页上的 “ 安装 CI/Xtr 接口端密封垫 ”。

8 关闭分析器腔体。请参阅第 75 页上的 “ 关闭分析器腔体 ”。

9 对 MSD 抽真空。请参阅第 92 页上的 “ 在 CI 模式下对 MSD 抽真空 ”。

10 使用甲烷执行 PCI 自动调谐。请参阅第 106 页上的 “ 执行 PCI 自动调谐 （仅适用于甲烷） ”。

11 从**文件**菜单中选择**保存调谐参数**。

# 6 CI 维护



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

美国印刷， 2013 年 5 月

G3870-97003