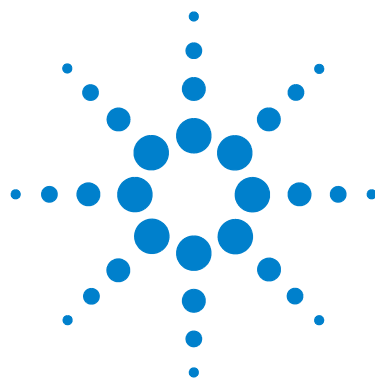




Agilent 5975T LTM GC/MSD

操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2010

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

G4360-97007

版本

2010 年 12 月，第一版

美国印刷

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

担保

本文档内容按“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 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

安全声明

小心

小心声明表示存在危险。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。只有完全理解并符合指定的条件时，才可以忽略小心声明的要求继续进行操作。

警告

“警告”声明表示存在危险。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，才可以忽略警告声明的要求继续进行操作。

本手册内容

本手册包含操作 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统的信息。

1 “简介”

第 1 章介绍了 5975T LTM GC/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 LTM 色谱柱”

第 2 章介绍了如何准备与 MSD 一起使用 LTM 色谱柱模块，如何将该色谱柱模块安装在仪器中，以及如何将其连接到进样口和 GC/MSD 接口。

3 “在电子轰击 (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。

4 “一般维护”

第 4 章介绍了在 5975T 正常操作期间执行的日常维护任务，如烘烤色谱柱和更换离子源。

在哪里可以获得信息

除此文档之外，Agilent 还提供了几个学习产品，这些产品描述如何安装、操作和维护 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统及其故障排除。

在操作仪器之前，确保阅读 Agilent GC 和 GC/MS 硬件用户信息和实用程序 DVD 中包含的安全与规范信息。使用仪器时，最常见的安全风险有：

- 因触摸仪器外部或内部比较热的区域而导致烫伤
- 因打开进样口而释放含有有害化合物的加压气体
- 由锋利毛细管色谱柱末端导致的玻璃割伤或刺伤
- 将氢气用作 GC 载气

联机用户文档

现在，您可以随手获得您的 Agilent 仪器文档了。



有关当前 Agilent 气相色谱仪、质量选择检测器和 GC 进样器的联机帮助、视频和手册都可以在仪器附带的 Agilent GC 和 GC/MS 硬件用户信息和实用程序 DVD 上找到。还包括您所需要的信息的本地化版本，比如：

- 入门文档
- 安全与规范指南
- 现场准备信息
- 安装信息
- 操作指南
- 维护信息
- 故障排除详细信息

Agilent 客户门户网站

Agilent 还为您通过客户门户网站获得的产品提供定制信息。该网站服务提供许多可定制的服务以及与 Agilent 产品和订单直接相关的信息。请登录门户网站 <http://www.agilent.com/chem>。

目录

1 简介

- 所使用的缩写 12
- GC/MSD 14
- GC/MSD 硬件说明 16
- 重要安全警告 18
- 氢气安全 20
- 安全与规范认证 24
- 仪器的清洗 / 回收利用 27
- 液体洒落 27
- 移动或存放 GC/MSD 27

2 安装 LTM 色谱柱

- 概述 30
- 色谱柱 31
- 将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中 33
- 将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中 38
- 将 LTM 模块组件安装到仪器中 42
- 从仪器卸下 LTM 模块组件 47
- 将保护柱连接到 LTM CFT 接头 52
- 老化 LTM 色谱柱模块 56

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 在数据系统中操作 GC/MSD 61
- 在 LCP 中操作 GC/MSD 61
- LCP 状态消息 63

LCP 菜单	65
GC/MSD 接口	70
打开 GC/MSD 之前	72
抽真空	74
控制温度	74
控制色谱柱流量	74
放空 MSD	76
查看 MSD 质量分析器温度和真空状态	77
设置 MSD 温度和真空状态参数显示窗口	79
设置 MSD 质量分析器温度	80
在化学工作站中设置 GC/MSD 接口温度	82
监测高真空压力	84
配置 LTM 色谱柱	86
测量色谱柱流量线性速度	88
确认色谱柱流量	89
调谐 MSD	90
验证系统性能	91
高质量测试 (5975T LTM GC/MSD)	92
打开 LTM / 保护柱外壳门	95
打开 LCP / 质量分析器窗口	96
卸下质量分析器顶盖	96
放空 MSD	98
打开质量分析器腔体	100
关闭质量分析器腔体	103

对 MSD 进行抽真空 107

移动或存放仪器 109

4 一般维护

开始之前 112

维护真空系统 117

维护质量分析器 118

维护方法 120

更换分流 / 不分流进样口上的隔垫 121

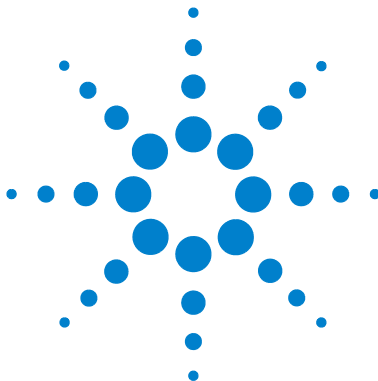
更换分流 / 不分流进样口上的衬管和“O”形圈 123

烘烤色谱柱流路 128

烘烤去除来自分流 / 不分流进样口的污染物 131

卸下 EI 离子源 132

重新安装 EI 离子源 135



1 简介

所使用的缩写	12
GC/MSD	14
GC/MSD 硬件说明	16
重要安全警告	18
氢气安全	20
安全与规范认证	24
仪器的清洗 / 回收利用	27
液体洒落	27
移动或存放 GC/MSD	27

本章介绍了 Agilent Technologies 5975T LTM GC/MSD 的仪器硬件、氢气安全和其他一般安全预防措施。



所使用的缩写

在讨论本产品时使用了表 1 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 1 缩写

缩写	定义
AC	交流电
ALS	自动液体进样器
BFB	溴氟苯（校正剂）
DC	直流电
DFTPP	十氟三苯基磷（校正剂）
EI	电子轰击电离
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	高能倍增器（请参考检测器及其电源）
id	内径
LAN	局域网
LCP	本地控制面板
LTM	低热质量
<i>m/z</i>	质荷比
MSD	质量选择检测器
OFN	八氟萘（校正剂）
PFHT	2,4,6 - 三（全氟庚基） - 1,3,5 - 三嗪（校正剂）
PFTBA	全氟三丁胺（校正剂）

表 1 缩写 (续)

缩写	定义
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)

GC/MSD

GC/MSD 特性：

- LTM GC 色谱柱具有快速加热和冷却功能
- 毛细管保护柱可以减小对 LTM 分析柱的污染
- 本地控制面板 (LCP)，用于进行本地监测
- 前级泵选项 - 旋片式（湿）、滚动式（干）或隔膜式（干）
- 加热的电子电离离子源
- 加热的双曲四极杆质量过滤器
- 高能倍增器电极 (HED) 电子倍增检测器
- 加热的 GC/MSD 接口
- 用于操作 GC/MSD 的化学工作站控件

物理特征

5975T LTM GC/MSD 为长方箱体，大约 41 厘米长，60 厘米宽，54 厘米高。主机重量为 46.5 千克。附加的湿前级（粗真空）泵的重量为 15 千克（标准泵），干前级泵重量为 4.5 千克。

此仪器的基本组件包括：框架 / 盖板组件、本地控制面板、真空系统、EPC、GC/MSD 接口、进样口、LTM 色谱柱模块、电子设备和质量分析器。

本地控制面板

本地控制面板显示仪器状态和错误消息，并允许设置和显示 Agilent 5975T LTM GC/MSD 的一些仪器参数。通常使用 Agilent 化学工作站控制这些参数。

真空规

MSD 可能配备有外部真空规选件。本手册中介绍了真空规控制器的操作。

表 2 5975T LTM GC/MSD 的型号和特性

特性	
高真空泵	标准分子涡轮泵
最佳 He 色谱柱流速(毫升 / 分钟)	1
建议使用的最大色谱柱气体流速 (毫升 / 分钟)	2
最大气体流速，毫升 / 分钟*	2.4

* 谱图性能和灵敏度有可能降低。

GC/MSD 硬件说明

图 1 是 5975T LTM GC/MSD 系统的外观。



图 1 5975T LTM GC/MSD 系统

ALS 停放柱

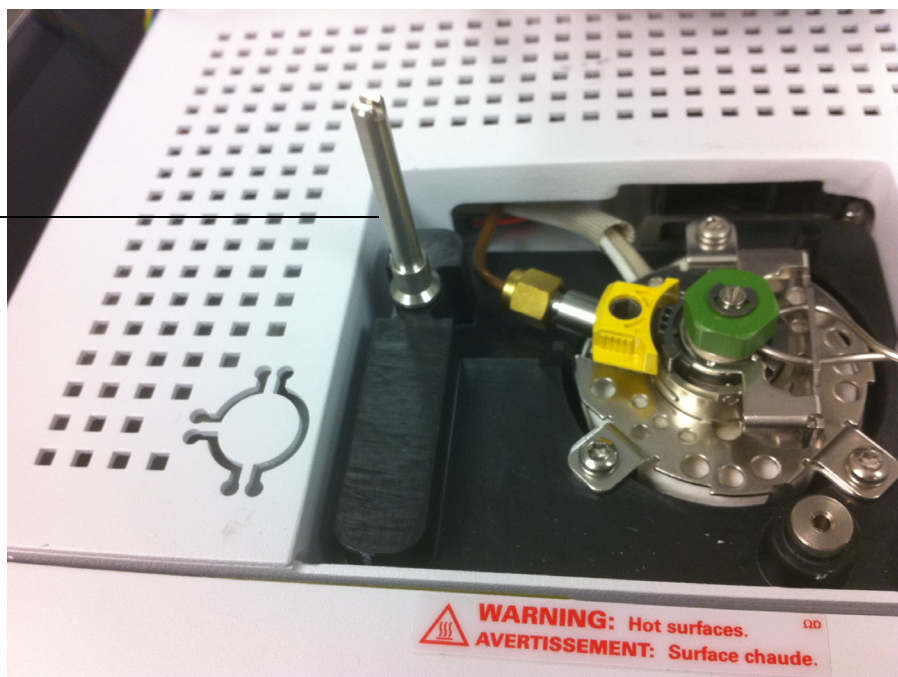


图 2 带有 ALS 停放柱的 5975T 的俯视图

重要安全警告

在使用 GC/MSD 时，应时刻注意以下几个重要的安全声明。

GC/MSD 的多个内部部件均带有危险电压

如果 GC/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：

- GC/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。

打开电源开关后，以下部件上也可能存在潜在的危险电压：

- 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）相连的线缆。

警告

所有这些部件都带有屏蔽外壳。当这些屏蔽外壳安装到位时，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卸下外壳。

警告

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

静电释放可能会损坏 GC/MSD 的电子设备

静电释放可能会损坏 GC/MSD 中的印制电路板。除非绝对必要，否则请勿触摸任何电路板。如果必须拿取这些电路板，则请配戴接地腕带，并采取其他防静电预防措施。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
- 保护柱外壳及其内部元件
- 连接保护柱与进样口、LTM 色谱柱和 MSD 的保护柱螺母
- 质量分析器
- 前级泵

务必将系统的这些部件冷却到室温后再进行维护。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，请尽可能待其冷却。

警告

进样口周围的绝缘材料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。

标准前级泵下的油盘可能会是一个火灾隐患。

油盘中的油布、纸巾和类似的吸收物可能会点燃，损坏前级泵以及 GC/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）构成一个火灾隐患。保持油盘清洁，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 (H₂) 作为载气存在潜在的危險。

警告

使用 H₂ 作为载气时，应了解氢气可能流入保护柱外壳，并具有爆炸的危險。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、MSD 和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險。任何情况下用到氢气时，都应在操作仪器前检查所有连接、管线和阀门是否有泄漏现象。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險，并具有其他的危險特性。

- 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。
- 脱离高压汽缸的氢气迅速膨胀时燃烧。
- 保护柱外壳中积聚了氢气并由此燃烧。
- 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 3），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 3 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。如果出现外部故障，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。但是，如果出现外部电源故障，EPC 将关闭，并切断气流。

表 3 氢气积聚途径 (续)

途径	结果
质谱仪的手动关闭阀关闭	有些质谱仪配有手动的前级泵断流阀。在这些仪器中，操作人员可以关闭断流阀。关闭断流阀并不会切断载气流。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。

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真空操作。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。

预防措施

操作使用氢气载气的 GC/MSD 系统时应注意以下预防措施。

设备预防措施

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。

常规实验室预防措施

- 避免载气管线漏气。使用泄漏检查设备定期检查是否有氢气泄漏现象。
- 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）。
- 使用氢气发生器，而不要使用瓶装氢气。

操作预防措施

- 每次关闭仪器时都要关闭氢气源。
- 每次为 MSD 通风时都要关闭氢气源（没有载气流速时，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（没有载气流速时，请勿加热毛细管色谱柱）。
- 电源出现故障时，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 关闭仪器并让其冷却 1 个小时。
 - 3 清除室内所有潜在点火源。
 - 4 打开 MSD 真空腔使其暴露在外。
 - 5 至少等待 10 分钟以散去所有氢气。
 - 6 正常启动仪器。

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

5975T LTM GC/MSD 符合下列安全标准：

- 加拿大标准协会 (CSA)：CAN/CSA-C222 No. 61010-1
- 国际电工委员会 (IEC)：61010-1
- 欧洲标准 (EN)：61010-1

5975T LTM GC/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.



5975T LTM GC/MSD 是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 5975T LTM GC/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，并设计为固定或移动实验室使用。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，都必须遵守手册或仪器上的警告信息。如果不采取这些预防措施，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。



表示存在潜在爆炸危险。



表示存在放射性危险。



表示存在静电释放危险。



表明您绝不能将该电产品 / 电子产品扔进家用的普通垃圾桶。



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
- 8 权利。

噪音发射声明

声压

根据 EN 27779:1991 规范，声压 $L_p < 70$ 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。

液体洒落

请不要将液体洒落到仪器上。

移动或存放 GC/MSD

保持 GC/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 GC/MSD，需要采取一些预防措施。GC/MSD 必须始终保持竖直向上，移动时尤其要引起注意。GC/MSD 不应较长时间处于与空气相通的状态。有关如何固定、包装、运输此仪器以及常规安装此仪器的信息，请查阅可户外装运设备的硬件安装手册。

1 简介

2 安装 LTM 色谱柱

概述 30

色谱柱 31

将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中 33

将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中 38

将 LTM 模块组件安装到仪器中 42

从仪器卸下 LTM 模块组件 47

将保护柱连接到 LTM CFT 接头 52

老化 LTM 色谱柱模块 56

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。



概述

5975T LTM GC/MSD 的 LTM 部分包含加热的 LTM 色谱柱模块以及将 LTM 连接到分流 / 不分流进样口的一根保护柱 (连接柱) 和 MSD 传输线的一根连接柱。保护柱有助于防止在 LTM 和 MSD 中造成污染。

样品将流过进样口，通过第一个连接柱 (进样口保护柱) 流入 LTM，然后流过第二个连接柱 (MSD 保护柱)，经过 MSD 传输线流入 MSD。请参见图 3。

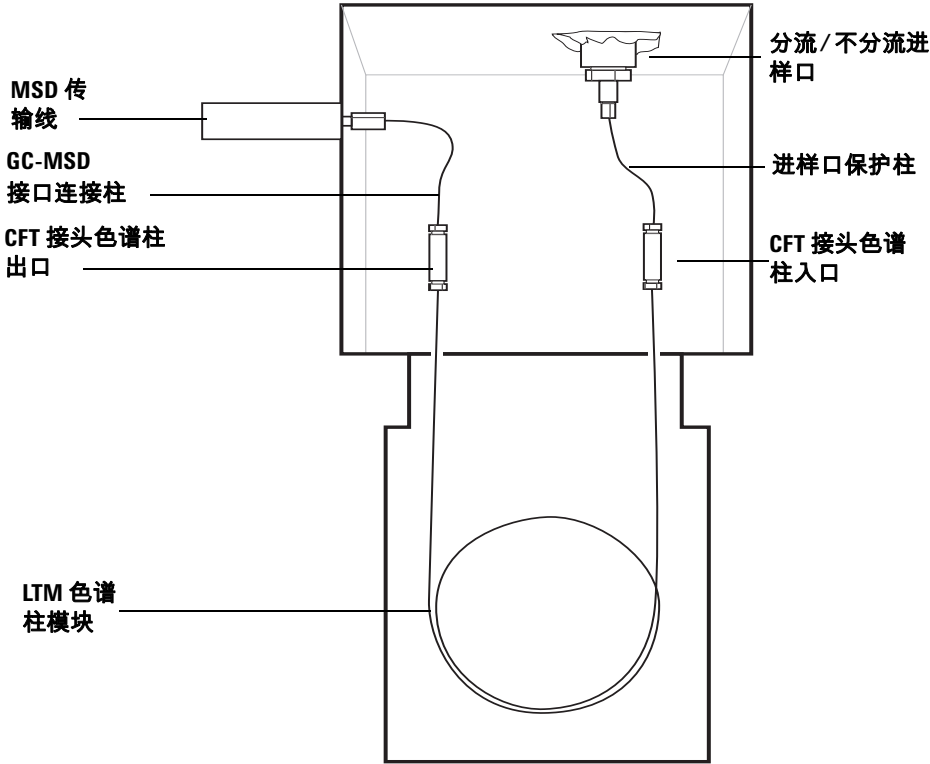


图 3 5975T LTM GC/MSD 色谱柱图示

色谱柱

MSD 可使用的 LTM 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 的色谱柱流量不应超过建议使用的最大流量。因此，对色谱柱的流量均有限制。超过建议使用的流量会导致质谱图质量和灵敏度降低。

请记住，色谱柱流量会随温度的变化而发生较大浮动。有关如何测量色谱柱实际流量的说明，请参见“[测量色谱柱流量线性速度](#)”。利用流量计算软件和表 4 来确定给定的色谱柱能否在实际柱头压力下提供可接受的流量。

表 4 气体流量

特性	
高真空泵	标准分子涡轮泵
最佳气体流速，毫升 / 分钟*	1.2
建议使用的最大气体流速， 毫升 / 分钟	2
最大气体流速，毫升 / 分钟†	2.4
最大色谱柱内径	0.32 毫米（30 米）

* 流入 MSD 的总气体流量 = 色谱柱流量

† 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。

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。

2 安装 LTM 色谱柱

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

- 5975T LTM GC/MSD 的色谱柱安装过程与以前 MSD 的安装过程不同。其他机器上的安装程序在 5975T 上使用可能不会奏效，并且有可能损伤色谱柱或 MSD。
- 您可使用普通螺钉将旧的密封垫圈从色谱柱螺母上卸下来。
- 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环后检查密封性。
- 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。请参见“[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。

将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中

此过程的目的是将进样口保护柱连接到进样口。请参见图 3。

所需材料

- 毛细管保护柱
- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈 (Vespel)
 - 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)
- 密封垫圈 (SilTite)
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径 < 0.25 毫米的色谱柱 (5188-5361)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径 < 0.32 毫米的色谱柱 (5188-5362)
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 进样口色谱柱螺母
- 放大镜
- 隔垫 (可以是旧的、使用过的进样口隔垫)
- 米尺
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程



- 1 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

2 安装 LTM 色谱柱

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

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

- 2 将隔垫、色谱柱螺母和已老化的密封垫圈滑入色谱柱的自由端（图 4）。垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺母的一端。

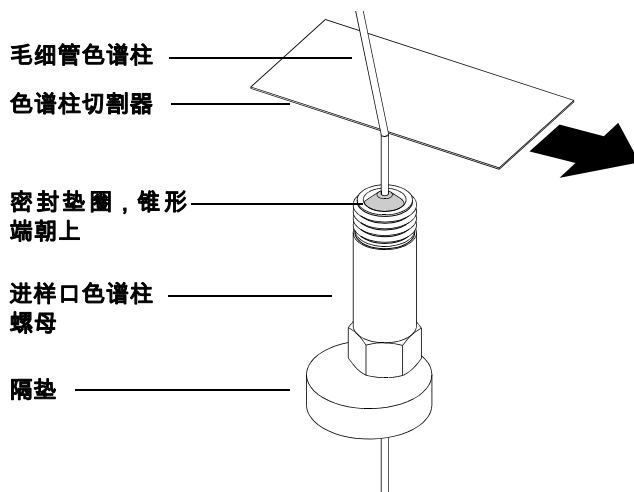


图 4 准备安装毛细管色谱柱

- 3 使用色谱柱切割器锋利的刀刃在距离色谱柱末端 2 厘米的位置刻线。请参见图 5。

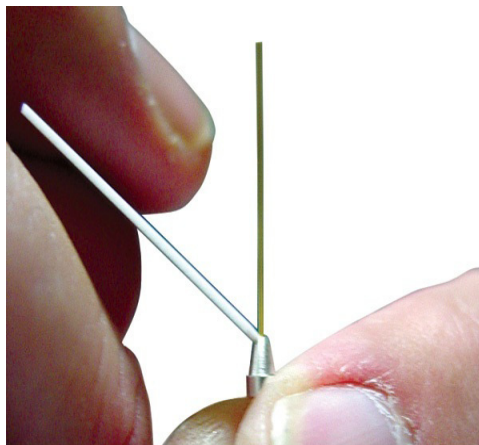


图 5 色谱柱切割器刀刃

- 4 将色谱柱的末端切割下来。用拇指抓住色谱柱，使其对色谱柱切割器。然后对色谱柱切割器的刀刃割断色谱柱。
- 5 检查锯齿状刀刃或毛口的末端。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。

2 安装 LTM 色谱柱

7 调整色谱柱，使其比密封垫圈末端高出 4 至 6 毫米 (图 6)。

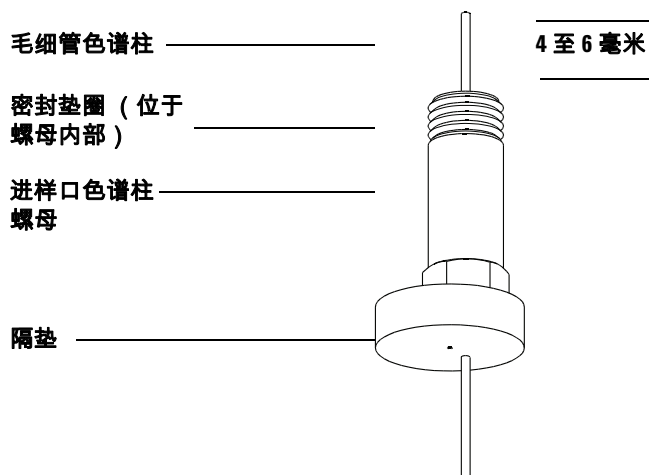


图 6 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱

8 滑动隔垫以正确定位螺母和密封垫圈。

9 将色谱柱插入进样口，并用手指拧紧螺母。

10 将色谱柱螺母再拧紧 1/4 到 1/2 圈。轻轻地拉一下色谱柱，它应该不会滑脱。

11 小心地将保护柱沿顺时针方向绕到三个色谱柱支架上。请参见图 7。

12 检查保护柱外壳以确保色谱柱没有碰到加热壁。

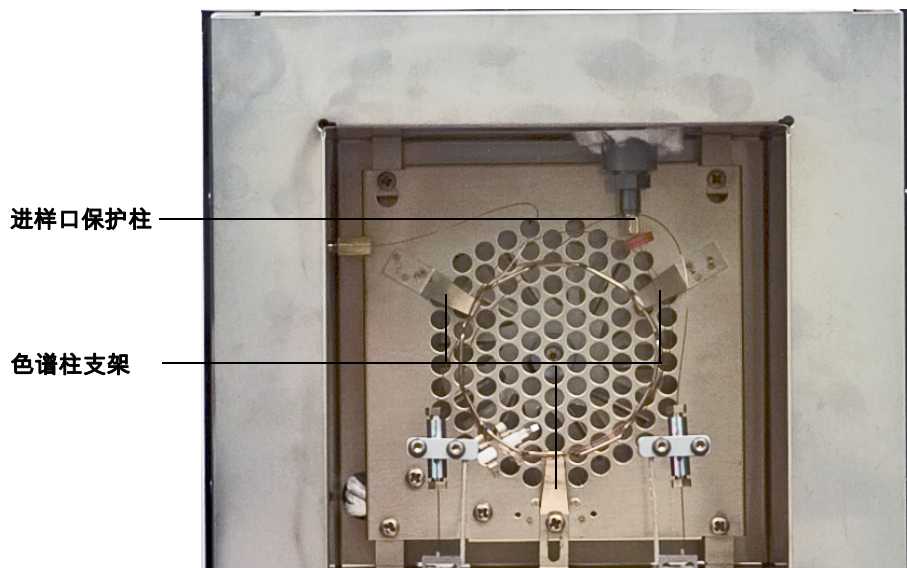


图 7 色谱柱支架

将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中

此过程的目的是将 MSD 保护柱从 LTM 安装到 GC/MSD 接口。请参见图 3。

所需材料

- 保护柱
- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈 (Vespel)
 - 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)
- 密封垫圈 (SilTite)
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径 < 0.25 毫米的色谱柱 (5188-5361)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径 < 0.32 毫米的色谱柱 (5188-5362)
- 手电筒
- 手持透镜 (放大镜)
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 接口色谱柱螺母 (G2855-20555)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

小心

请注意，5975T LTM GC/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 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

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

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

- 2 放空 MSD ([第 95 页](#)) 并打开质量分析器腔体 ([第 100 页](#))。确保您可以看到 GC/MSD 接口的末端。
- 3 将接口螺母和已老化的密封垫圈插入保护柱的自由端。密封垫圈的锥形端必须朝向螺母。

2 安装 LTM 色谱柱

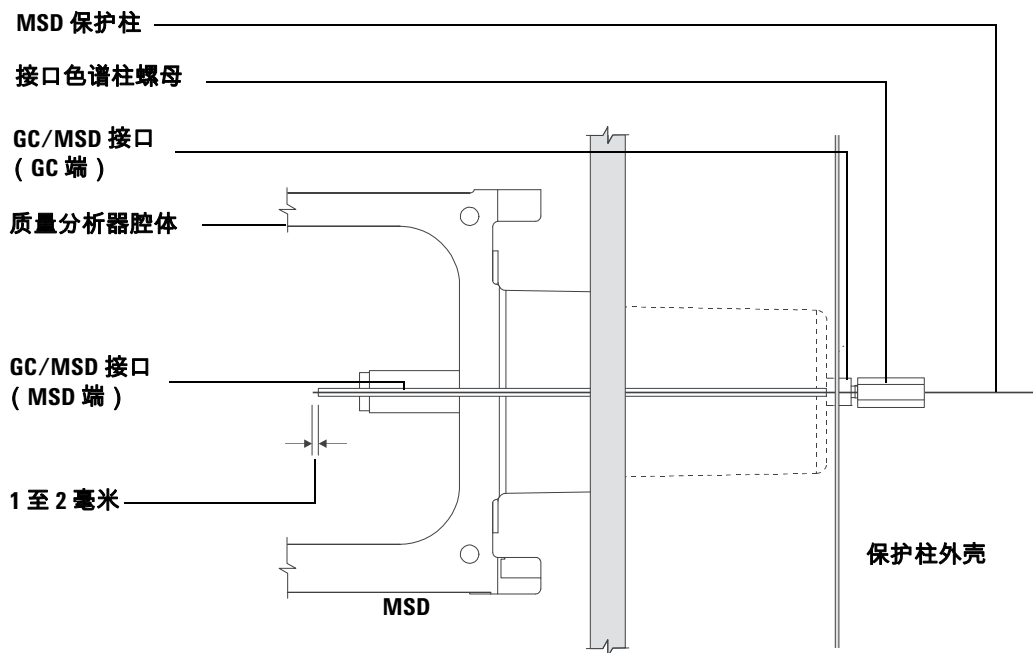


图 8 将保护柱安装在 GC/MSD 接口中

- 4 将色谱柱滑入 GC/MSD 接口 (图 8), 直到您可从质量分析器腔体将其拉出。
- 5 从色谱柱末端切下 1 厘米。不要让任何色谱柱碎片掉入质量分析器腔体中。这些碎片有可能损坏高真空泵。
- 6 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。
- 7 调整色谱柱, 使其超出接口末端 1 到 2 毫米。

如有必要, 请使用手电筒和手持透镜查看质量分析器腔体内部色谱柱的末端。
不要用手指触摸色谱柱的末端。

- 8 用手拧紧螺母。拧紧螺母时要确保色谱柱的位置没有发生变化。

- 9 将螺母拧紧 $1/4$ 到 $1/2$ 圈。经过一到两轮的加热循环后检查密封性。
- 10 小心地将保护柱沿顺时针方向绕到三个色谱柱支架上。请参见图 7。
- 11 检查保护柱外壳以确保色谱柱没有碰到外壳壁。

将 LTM 模块组件安装到仪器中

LTM 模块连接到风扇，并使用 CFT 接头进行了预成型，以用于保护柱连接。从包装中取出模块后，即可进行安装。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

警告

断开仪器电源线与室内电源的连接。在更换色谱柱模块时切勿接通仪器电源。连接到室内电源时，仪器内部存在危险电压。



- 1 打开 GC/MSD 右侧的 LTM 门。
- 2 布置传输线和色谱柱模块电缆（每个模块共有三根电缆和连接线），使之连接到色谱柱外壳，并穿过电子设备外壳左上方的矩形槽。请参见图 9。
- 3 将电缆线束推入槽顶部的套管，以固定线束。请参见图 9。

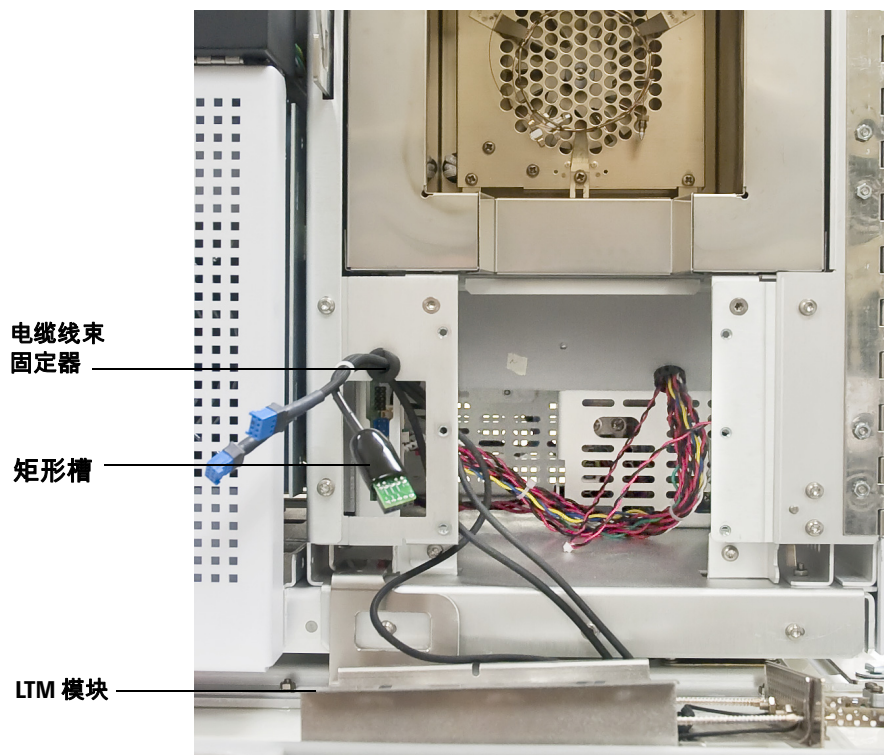


图 9 电缆布线

- 4 将绿色色谱柱电缆接头连接到卡左侧的小电路板中最上方的接头 J1 (10 针接头)。接头的电路板侧面朝外，这是该接头与板上的接头相连接的唯一方向。
- 5 将可互换的两个蓝色传输线电缆接头连接到下方 8 针接头 J2 和 J3。这两个接头也是固定的，只能以一个方向连接到电路板。从板上取下传输线接头时，请抓住接头将其卸下，而不是拉动电缆，因为接头中有多根细线缆。请参见图 10。

2 安装 LTM 色谱柱



图 10 LTM 电缆连接

- 6 将风扇电缆连接到底部接头。
- 7 握住 LTM 模块，使风扇面向您，将该设备与仪器前端的开口处对齐。
- 8 将 LTM 模块滑入到位，将其固定在仪器中。
- 9 使用风扇板外侧周围的四个固定螺钉固定模块。请参见图 11。

如果将固定螺钉固定到模块组件时有阻力，请不要强拧螺钉。应松开螺钉，将其从固定夹中取出，检查是否有绝缘碎屑。使用纸巾将螺钉擦干净，并使用石墨粉或防卡塞化合物润滑螺钉，如 Loctite 强力防卡咬润滑剂，部件号 51609 (Loctite Corporation, Rocky Hill, CT) 或 Sprayon 干性石墨润滑剂，部件号 S00204 (Sherwin Williams, Solon, OH)。

小心

固定模块时不要拧得过紧！

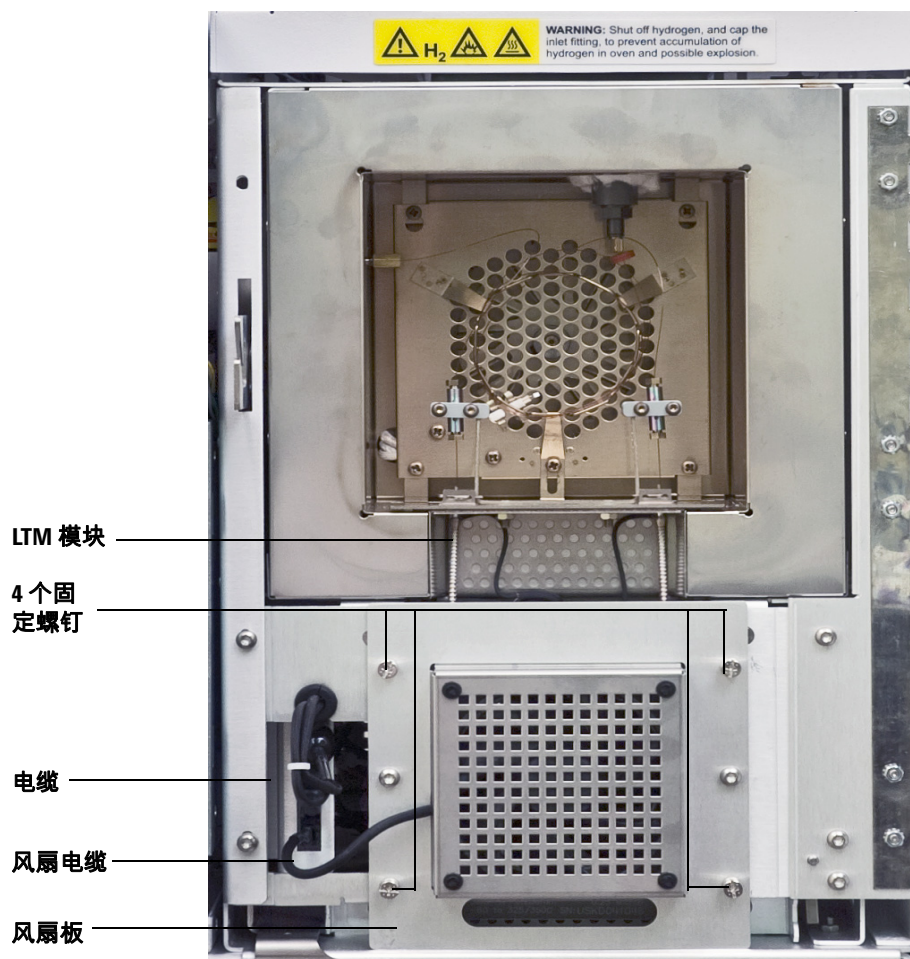


图 11 安装在 5975T 上的 LTM 模块

2 安装 LTM 色谱柱

10 在化学工作站配置 LTM 柱模块，如果使用了不同类型的载气，也需重新配置载气类型。

现在可以根据需要老化 LTM 色谱柱模块。请参见第 56 页的“[老化 LTM 色谱柱模块](#)”。

要将保护柱从 MSD 和进样口连接到模块的 CFT 接头连接线，请参见第 33 页的“[将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中](#)”、第 38 页的“[将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中](#)”和第 52 页的“[将保护柱连接到 LTM CFT 接头](#)”。

从仪器卸下 LTM 模块组件

该过程的目的是卸下 LTM 色谱柱模块以进行更换或存放仪器。

所需材料

- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 内部色谱柱螺母 (G2855-20530)
- 密封垫圈 (SilTite)
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径 < 0.25 毫米的色谱柱 (5188-5361)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径 < 0.32 毫米的色谱柱 (5188-5362)
- 插头线缆 (G2855-60593)
- 接头 (G3182-60580)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程

- 1 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。
- 2 当仪器状态变为**就绪**时，请从化学工作站关闭进样口和 LTM 色谱柱。

除非执行质量分析器维护，否则，请使质量分析器保持真空状态。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

- 3 打开 GC/MSD 右侧的 LTM 门。

2 安装 LTM 色谱柱

小心

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

- 4 从 LTM 色谱柱出口接头卸下 MSD 保护柱，如果需要，可立即将 CFT 接头盖在保护柱上，以保持真空状态。使用接口色谱柱螺母，将无孔垫圈连接到一端的接头，将保护柱连接到另一端。
- 5 从 LTM 色谱柱进样口接头卸下进样口保护柱。
- 6 关闭仪器，断开仪器电源线与室内电源的连接。

警告

断开仪器电源线与室内电源的连接。在更换色谱柱模块时切勿接通仪器电源。连接到室内电源时，仪器内部存在危险电压。

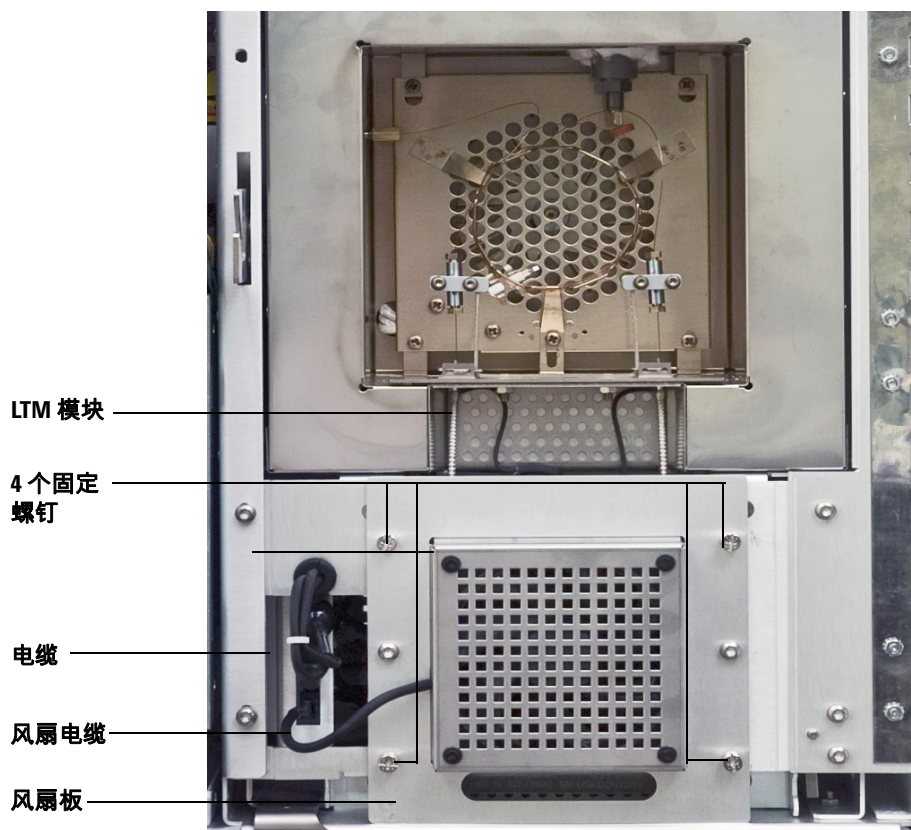


图 12 安装在 5975T 上的 LTM 模块

- 7 拧下风扇板外侧周围 4 的四个固定螺钉。请参见图 12。
- 8 将 LTM 色谱柱模块朝着您的方向拉出仪器，将其卸下。
- 9 断开电缆连接时，将 LTM 色谱柱模块放在仪器前面的工作台上。请参见图 13。

2 安装 LTM 色谱柱

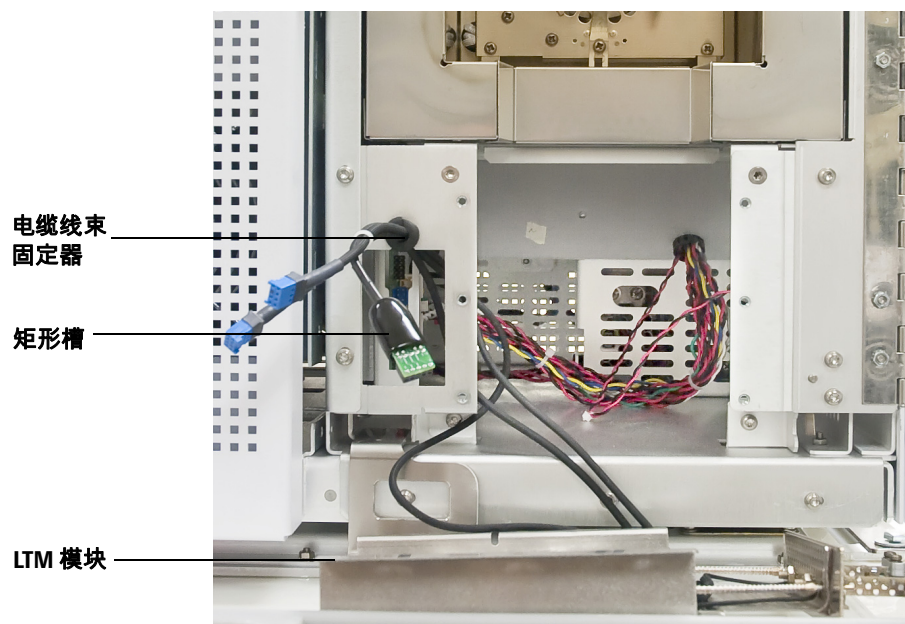


图 13 断开电缆连接

10 从小电路板接头 J1 卸下绿色色谱柱电缆接头。



图 14 LTM 电缆连接

11 握住两个蓝色传输线电缆接头，将其从接头 J2 和 J3 卸下。请勿拉动电缆，因为接头中有多根细线缆，很容易拉断。请参见图 14。

12 从底部接头卸下风扇电缆。

13 将固定电缆线束的套管从框架上的安装点滑出，卸下色谱柱模块组件。请参见图 13。

14 盖上市谱柱末端，将色谱柱模块组件放在其储存容器中。

将保护柱连接到 LTM CFT 接头

此过程的目的是将进样口和 MSD 保护柱连接到 LTM 上的 CFT 两通接头。请参见图 3。

所需材料

- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈 (SilTite)
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径 < 0.25 毫米的色谱柱 (5188-5361)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径 < 0.32 毫米的色谱柱 (5188-5362)
- 手持透镜（放大镜）
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 内部色谱柱螺母 (G2855-20530)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

过程

- 1 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。

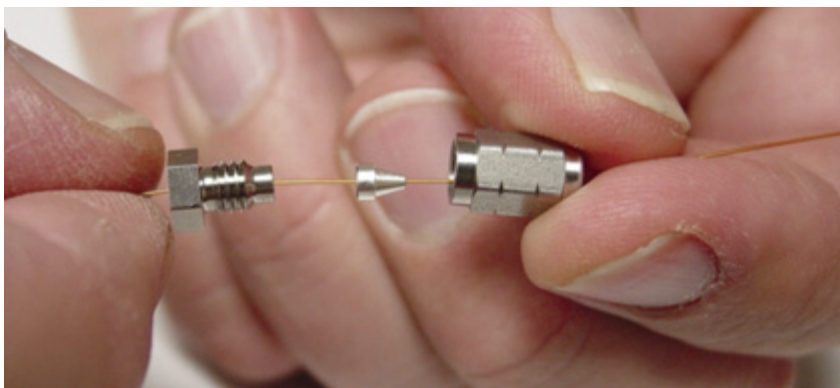
警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

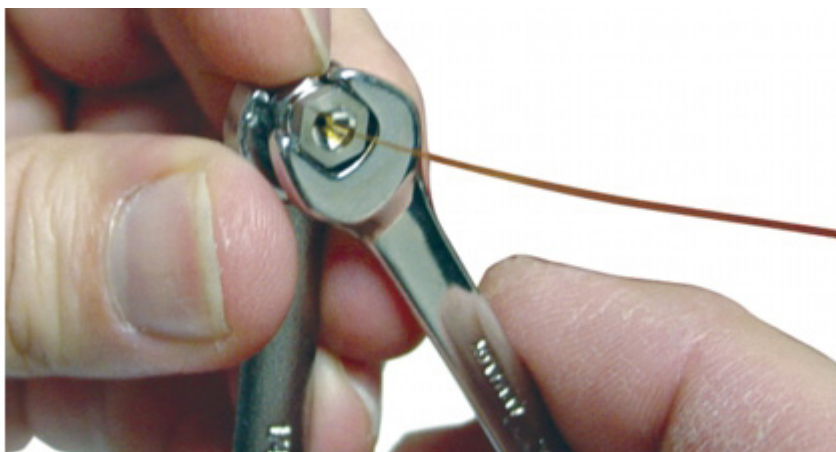
小心

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

- 2 将色谱柱末端穿过内螺母和 SilTite 密封垫圈，并使大约有 1 厘米的熔融石英色谱柱穿过密封垫圈。当色谱柱伸出时，将套接螺母或套接工具旋紧在内螺母上。

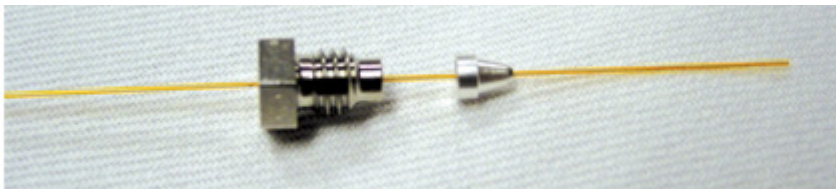


- 3 将两个扳手按相反方向每次拧紧两个螺母一点，并检查密封垫圈是否夹紧色谱柱。密封垫圈开始夹紧时，将其中一个螺母再拧紧 45 至 60 度（一面）。

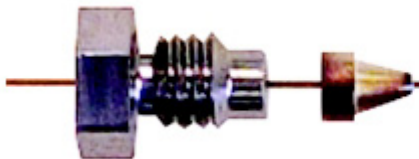


- 4 卸下套接螺母或套接工具。

2 安装 LTM 色谱柱



- 5 使用薄片色谱柱切割器的锋利刀刃裁剪密封垫圈较小一端的色谱柱。请参见图 5。使色谱柱伸出密封垫圈约 0.3 毫米。色谱柱从密封垫圈末端伸出的长度不能超过 0.5 毫米。使用放大镜检查色谱柱的末端。色谱柱的末端并不需要特别整齐，但密封垫圈下面不应有延伸的裂痕。



- 6 将装配好的密封垫圈和螺母插入连接到 LTM 色谱柱组件的 CFT 接头。使用扳手旋转 15 至 20 度将其拧紧。
- 7 拧紧两个 LTM 支架上的两个螺钉，固定 CFT 接头。
- 8 如果需要，可将保护柱的自由端安装到进样口或 GC/MSD 传输线中。请参见第 33 页的“[将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中](#)”或第 38 页的“[将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中](#)”。

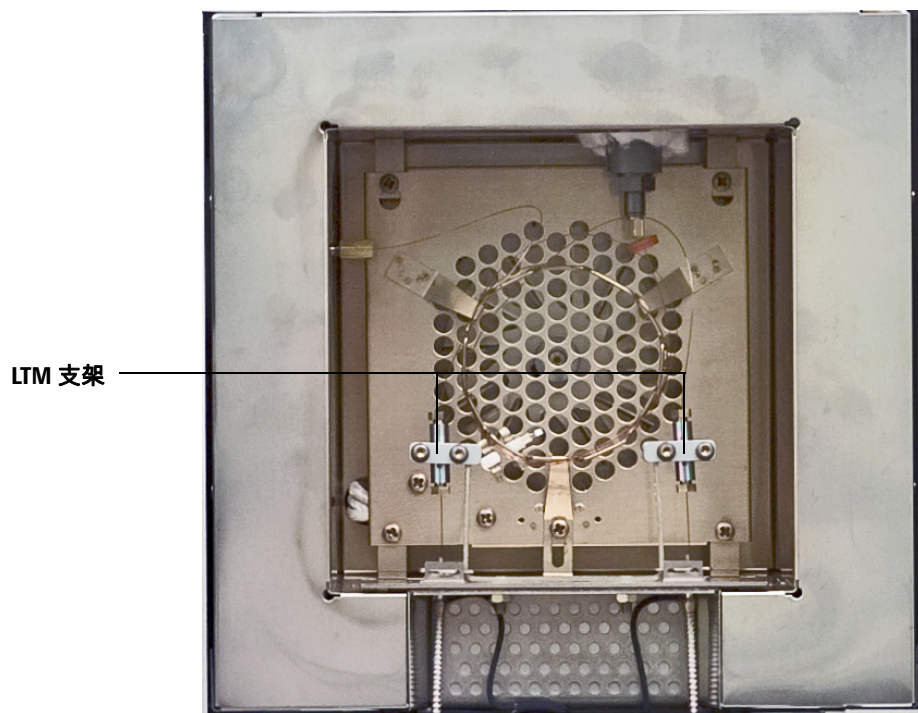


图 15 保护柱已连接

老化 LTM 色谱柱模块

此过程的目的是准备新的 LTM 色谱柱模块，以便在 5975T GC/MSD 中使用。

所需材料

- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈 (SilTite)
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径 < 0.25 毫米的色谱柱 (5188-5361)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径 < 0.32 毫米的色谱柱 (5188-5362)
- 手持透镜（放大镜）
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 内部色谱柱螺母 (G2855-20530)
- 接头 (G3182-60580)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)

警告

不要使用氢气来老化 LTM 色谱柱模块。保护柱外壳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。

小心

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

过程



- 1 如果需要，可卸下现有的 LTM 色谱柱模块组件。请参见第 47 页的“[从仪器卸下 LTM 模块组件](#)”。这会使仪器处于断电状态。
- 2 安装需要老化的新 LTM 色谱柱模块。请参见第 42 页的“[将 LTM 模块组件安装到仪器中](#)”。
- 3 如果需要，将新衬管和隔垫安装在进样口中，然后再打开仪器电源。
- 4 打开仪器电源。应取下 MSD 传输线的盖子。如果质量分析器已放空，则抽空仪器。请参见第 74 页的“[抽真空](#)”。
- 5 将新保护柱连接到进样口。请参见第 33 页的“[将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中](#)”。
- 6 将此保护柱连接到 LTM 色谱柱模块进样口接头。请参见第 52 页的“[将保护柱连接到 LTM CFT 接头](#)”。
- 7 在化学工作站中，编辑 LTM 模块的色谱柱配置，如果切换到其它载气，也需编辑更改载气类型的配置。
- 8 打开进样口，将其模式设置为不分流，将色谱柱流量设置为 30 厘米 / 秒。
- 9 检查是否有泄漏情况。

小心

没有载气流时，请勿加热色谱柱。否则将会损坏色谱柱。

- 10 在不加热 LTM 色谱柱或保护柱外壳的情况下，请在色谱柱中通载气 5 分钟。
- 11 关闭 LTM 模块门。
- 12 将保护柱外壳温度设置为比 LTM 色谱柱最高温度低 10 °C。
- 13 将 LTM 色谱柱温度设置为以每分钟 5 °C 的速度提升，使其比最高分析温度高出 10 °C。

2 安装 LTM 色谱柱

- 14 一旦 LTM 色谱柱温度超过 80 °C，立即将 5 µL 甲醇注入进样口中。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

切勿超过最高色谱柱温度。

- 15 当通过色谱柱的流速为每秒钟 30 厘米时，请让温度超过最高分析温度 10 °C 保持 3 小时。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

- 16 冷却外壳，将 MSD 保护柱连接到 LTM 色谱柱模块出口接头。

- 17 检查是否有泄漏情况。

- 18 如果方法需要氢气载气，则从仪器断开当前载气供给，并连接氢气供气阀门。确认质量分析器处于真空状态，并且真空泵工作正常，然后再打开氢气供给管线。在化学工作站中，将已配置的载气更改为氢气。

- 19 当色谱柱流量为 30 厘米 / 秒时，等待 5 至 10 分钟，然后再将 LTM 色谱柱温度升至一个较低的待机温度。

另请参见

有关安装毛细管色谱柱的详细信息，请参考应用备注为获得高性能 MS 分析，在 GC 中优化不分流进样，刊号 5988-9944EN。

3

在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 在数据系统中操作 GC/MSD 61
- 在 LCP 中操作 GC/MSD 61
- LCP 状态消息 63
- LCP 菜单 65
- GC/MSD 接口 70
- 打开 GC/MSD 之前 72
- 抽真空 74
- 控制温度 74
- 控制色谱柱流量 74
- 放空 MSD 76
- 查看 MSD 质量分析器温度和真空状态 77
- 设置 MSD 温度和真空状态参数显示窗口 79
- 设置 MSD 质量分析器温度 80
- 在化学工作站中设置 GC/MSD 接口温度 82
- 监测高真空压力 84
- 配置 LTM 色谱柱 86
- 测量色谱柱流量线性速度 88
- 确认色谱柱流量 89
- 调谐 MSD 90
- 验证系统性能 91
- 高质量测试 (5975T LTM GC/MSD) 92
- 打开 LTM / 保护柱外壳门 95
- 打开 LCP / 质量分析器窗口 96
- 卸下质量分析器顶盖 96
- 放空 MSD 98
- 打开质量分析器腔体 100
- 关闭质量分析器腔体 103
- 对 MSD 进行抽真空 107
- 移动或存放仪器 109



3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

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 化学工作站软件不一致，请参考软件提供的手册和联机帮助，以了解详细信息。

在数据系统中操作 GC/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。这些任务将在本章中详细介绍。数据采集和数据分析在 MSD 化学工作站软件提供的手册和联机帮助中也有介绍。

在 LCP 中操作 GC/MSD

本地控制面板 (LCP) 会显示 GC/MSD 的状态,或在无法访问 Agilent GC/MSD 化学工作站的情况下可在 MSD 上启动一个任务。

由于 GC/MSD 化学工作站可能位于局域网 (LAN) 的任何地方,因此,GC/MSD 化学工作站有可能和它要操作的设备离得较远。但是 LCP 可通过 LAN 与 GC/MSD 化学工作站交互,所以您依旧可以访问 GC/MSD 化学工作站的软件功能,比如在 MSD 进行调谐并启动运行。

注意

但是,通过 LCP 只能使用一部分功能;GC/MSD 化学工作站是带有完整功能并能对大多数仪器进行可控操作的控制器。

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 [菜单],然后选择 [否 / 取消],则将回到状态模式。

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。

访问某一特定菜单项:



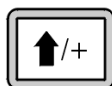
请重复按 [菜单] 直到您想要的菜单出现。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

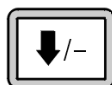


请重复按 [**菜单项**]，直到您想要的菜单项出现。

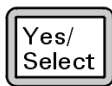
使用下列一个或多个按键对弹出的提示进行响应或进行选项选择：



请使用 [**上移**] 增大显示值或向上滚动屏幕（比如在出现消息列表时）。



请使用 [**下移**] 减小显示值或向下滚动屏幕（比如在出现消息列表时）。



请使用 [**是 / 选择**] 以接受当前值。



请使用 [**否 / 取消**] 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 [**菜单**]，然后按 [**否 / 取消**]，显示屏将始终显示状态模式。

如果按两次 [**否 / 取消**]，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。

注意

如果 GC/MSD 化学工作站上当前没有运行在线仪器会话，就不会显示任何消息。

化学工作站调用<时间戳>

Agilent MSD Productivity ChemStation 软件正在启动。

执行不同<类型>的调谐

调谐程序正在运行（类型 = 快速调谐或自动调谐）。

设备可用的<时间戳>

Agilent MSD Productivity ChemStation 软件没有运行。

调用方法<方法名>

正在向系统发送方法参数。

正在调用 MSD 固件

正在初始化 MSD 固件。

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

**未找到服务器
请检查 LAN 连接**

**查找服务器
Bootp 查询 xxx**

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

这些消息表示 MSD 没有收到其唯一 IP 地址。如果在您使用您的帐户登录 GC/MSD 化学工作站之后，这些消息依然出现，请查阅软件安装手册的故障排除部分。

正在调用 OS

正在初始化仪器控制器的操作系统。

<方法> 完成 <时间戳>

运行和后续数据处理已完成。即使运行提前终止也显示同样的消息。

已调用方法 <方法名>

方法参数已发送到系统。

MS 已被 <计算机名> 锁定

MS 参数只能通过 GC/MSD 化学工作站进行修改。

请按侧板

如果这个提示出现在操作系统启动时，请您按下 MSD 的侧板以确保良好的真空密封性。

运行：<方法> 正在采集 <数据文件>

正在运行中；正在从指定的数据文件中采集数据。

启动期间显示的系统状态消息

在系统启动时，LCP 显示屏上将显示下列消息：

- 正在调用 OS
- 正在调用 MSD 固件

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

要访问某个特定菜单项，请重复按 [菜单]，直到您想要的菜单出现，然后按 [菜单项]，直到您想要的菜单项出现。表 5 至表 10 将列出菜单和菜单项。

注意

特别在化学工作站上，有许多菜单项、MS 参数以及维护菜单在仪器采集数据时都不起作用。

表 5 化学工作站菜单

操作	说明
运行方法	显示当前方法名并开始分析。
运行序列	显示当前序列并开始一个序列。
运行当前调谐过程	显示当前调谐文件并启动自动调谐。
消息数量	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）。
释放化学工作站	从 MSD 上解除与 GC/MSD 化学工作站的关联。
连接状态	显示 LAN 的 MSD 连接状态 远程 = 与 GC/MSD 化学工作站在线会话相连 本地 = 未与 GC/MSD 化学工作站在线会话相连
仪器名称	显示与 GC/MSD 化学工作站在线会话相连的仪器的名称。 仪器的名称就是通过“GC/MSD 化学工作站配置”对话框指定的名称。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

表 6 维护菜单

操作	说明
准备放空	提示您在按 [是 / 选择] 后关闭 GC，然后准备放空仪器。
抽真空	启动抽真空序列。

表 7 MS 参数菜单

操作	说明
分子涡轮泵转速	显示分子涡轮泵的转速。
MSD 故障状态	报告一个“dec”（十进制）和“hex”（十六进制）格式的摘要故障状态代码，其中包括所有可能的故障组合。
离子源温度， °C	显示并设置离子源温度。
四极杆温度， °C	显示并设置四极杆温度。

注意

当一个在线 GC/MSD 化学工作站会话与 MSD 连接时，不能在 LCP 上设置 MS 参数。

表 8 网络菜单

操作	说明
通过键盘输入 MSD IP	显示 MSD 的 IP 地址。
网关 IP 地址	显示 MSD 的网关 IP 地址。
子网掩码	显示 MSD 的子网掩码。
化学工作站 IP	显示 GC/MSD 化学工作站的 IP 地址。
GC IP 地址	显示 GC 的 IP 地址。
Ping 网关	检查与网关的通信。
Ping 化学工作站	检查与 GC/MSD 化学工作站的通信。
Ping GC	检查与 GC 的通信。
MS 控制器 MAC	显示 MSD 中智能卡的 MAC 地址。

表 9 版本菜单

操作	说明
控制固件	显示 MSD 固件版本
操作系统	显示 GC/MSD 化学工作站操作系统的版本。
前面板	显示 LCP 的版本。
日志放大器	显示版本信息。
侧面板	显示侧面板类型。
主面板	显示主面板类型。
序列号	指通过“GC/MSD 化学工作站配置”对话框分配给 MSD 的序列号。

表 10 控制器菜单

操作	说明
重启控制器	启动 LAN/MS 控制卡
测试 LCP ?	启动一个分屏显示器的诊断测试。
是否测试到 GC/MSD 化学工作站的 HTTP 链接？	检查 HTTP 服务器的状态。

要访问表 11 和 12 列出的参数中的某个特定菜单项，请按 [菜单]，直到您想要的菜单出现，然后按 [菜单项] 一次。LCP 将自动滚动浏览参数，一次滚动一个。再次按 [菜单项]，可在所需的参数位置上停止。

表 11 GC 设备状态菜单

操作	说明
GC 进样口加热器	显示 GC 进样口加热器的状态（就绪 / 未就绪）
GC-MSD 接口	显示 GC-MSD 接口温度的状态。
GC 连接区域加热器	显示保护柱外壳加热器的状态。
GC 色谱柱加热器	显示 LTM 加热器的状态。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

表 11 GC 设备状态菜单 (续)

操作	说明
GC 进样口流量	显示进样口气体流量的状态。
GC 进样口压力	显示进样口压力控制器的状态。
GC 进样口隔垫吹扫	显示进样口隔垫吹扫的状态。
GC 化学工作站连接	显示化学工作站软件的状态。
GC-APG 远程	检查 HTTP 服务器的状态。

表 12 GC 参数值菜单

操作	说明
GC 进样口温度	显示进样口温度并允许更改设定值。
GC 色谱柱温度	显示 LTM 温度并允许更改设定值。
GC 连接区域温度	显示保护柱外壳的温度并允许更改设定值。
GC-MSD 接口温度	显示 GC-MSD 接口的温度并允许更改设定值。
GC 进样口流量	显示进样口气体流速并允许更改设定值。

单击 [菜单] 按钮，直到您想要的参数出现，以访问以下 GC 网络参数。

表 13 GC 网络参数

操作	说明
GC IP 地址	显示 GC 的 IP 地址。
GC 子网掩码	显示 GC 网关 IP 地址。
是否立即重新启动 LTM GC ?	允许重新启动 LTM GC。

表 13 GC 网络参数 (续)

操作	说明
GC MAC 地址	显示 GC 的 MAC 地址。
GC 化学工作站 IP	显示 GC 化学工作站的 IP 地址。

GC/MSD 接口

GC/MSD 接口 (图 16) 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”形圈密封垫。该接口还具有一个保护壳，应将此壳保护安装到位。

GC/MSD 接口的一端穿过气相色谱仪的一侧并伸入保护柱外壳。这一端上带有螺纹，可使用螺母和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端接入离子源。毛细管色谱柱末端超出接口导管 1 到 2 毫米，并进入电离室。

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。可在 MSD 化学工作站中设置接口温度。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保护柱外壳的最高温度，但是**绝对不能**高于保护柱最高温度。

另请参见

“将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中”。

警告

GC/MSD 接口在高温下运行。如果当 GC/MSD 很热时触摸它，会被灼伤。

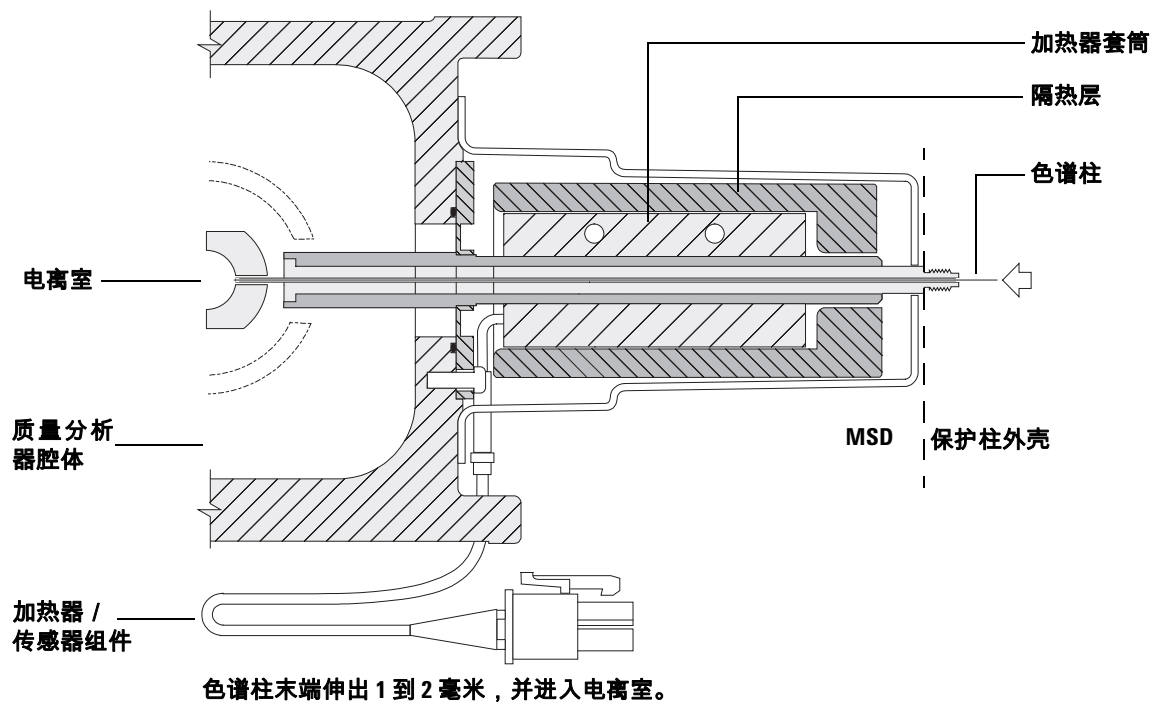


图 16 GC/MSD 接口

打开 GC/MSD 之前



打开或尝试操作 GC/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安装到位并正确紧固。（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。
- 仪器已连接到接地电源。
- 老化的 LTM 色谱柱模块和保护柱已安装在 GC 进样口和 GC/MSD 接口中。
- 仪器已打开，但 GC/MSD 接口的加热区、GC 进样口、LTM 色谱柱模块和保护柱外壳处于关闭状态。
- 已使用推荐的净化器将纯度最低为 99.9995% 的载气用管道连接至进样口。
- 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。
- 如果使用氢气作为载气，则 Micro-Ion 真空规选件必须关闭。
- 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，请取下集油器（标准泵）并安装一根软管（内径为 10 毫米）以便将前级泵废气排放到室外或排入通风（废气）橱内。如果使用的是有毒化学物质，还应该将分流口和吹扫放空出口连接到该废气系统。请遵守当地法规。与标准泵配套的集油器只收集泵油。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，则氢气将积聚在仪器中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对仪器进行操作之前，请阅读“**氢气安全**”。

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](#)”。打开真空规之前，要抽 25 分钟真空。

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（按侧板时）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，数据系统可显示分子涡轮泵 MSD 的电机速度（百分比转速）。

LCP 也能显示这些数据。

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](#)”。打开真空规之前，要抽 25 分钟真空。

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。

可通过数据系统设置和监测 GC/MSD 接口温度。

控制色谱柱流量

载气流量由 GC 进样口中的柱头压力控制。对于给定的柱头压力，色谱柱流量将随着 LTM 色谱柱温度的上升而下降。通过将电子压力控制 (EPC) 和色谱柱模式设置为 **恒定流量**，可维持相同的色谱柱流量，而不必考虑温度变化。

MSD 可用于测量实际的色谱柱流量。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，可计算出色谱柱流量。请参见第 88 页。

放空 MSD

数据系统中的程序会指导您完成放空过程。它将在正确的时间关闭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，则会损坏分子涡轮泵。

警告

确保在放空 MSD 之前 GC/MSD 接口和质量分析器区域已冷却(低于 100 °C)。温度为 100 °C 时足以灼伤皮肤。处理质量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，则关闭电源之前必须切断载气流。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母和色谱柱。

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。请参见第 15 页的表 2“5975T LTM GC/MSD 的型号和特性”。

查看 MSD 质量分析器温度和真空状态

还可使用本地控制面板执行此任务。有关详细信息，请参见《G1701EA GC/MSD 化学工作站入门》手册。

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 17）。

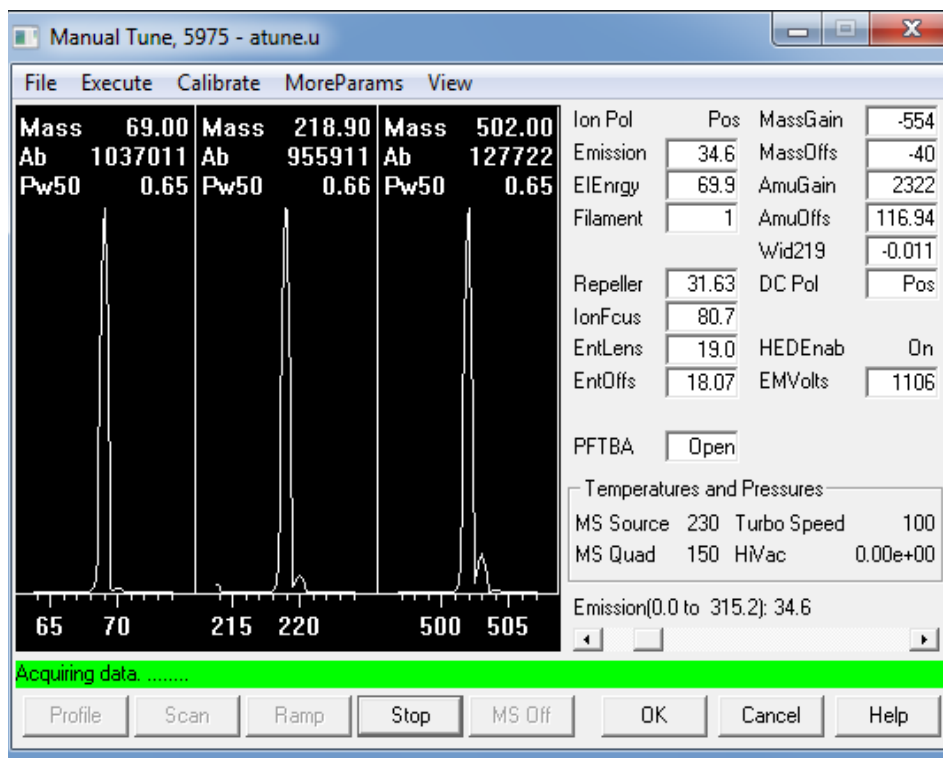


图 17 调谐参数

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

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 质量分析器温度和真空状态显示在区域字段中。

除非刚刚开始抽真空过程，否则分子涡轮泵应至少以正常转速的 80% 运行。只要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。通常，分子涡轮泵的转速为 100%。

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

设置 MSD 温度和真空状态参数显示窗口

参数显示窗口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。可将参数显示窗口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 参数显示窗口**。
- 2 在**编辑 MS 参数显示窗口框**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 在**参数**下，选择**涡轮转速**，然后单击**添加**。
- 6 选择所需的**其他参数显示窗口**，然后**添加**它们。
- 7 单击**确定**。新的参数显示窗口将上下相邻堆放在“仪器控制”窗口的右下角。要看到所有参数显示窗口，必须移动它们。
- 8 单击每个参数显示窗口并将其拖到所需的位置。请参见图 18，该图提供了一种排列参数显示窗口的方式。

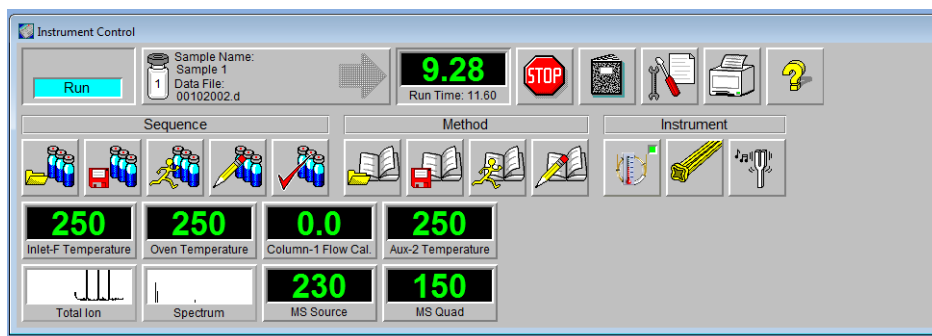


图 18 排列参数显示窗口

- 9 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 质量分析器温度

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。

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 19）。

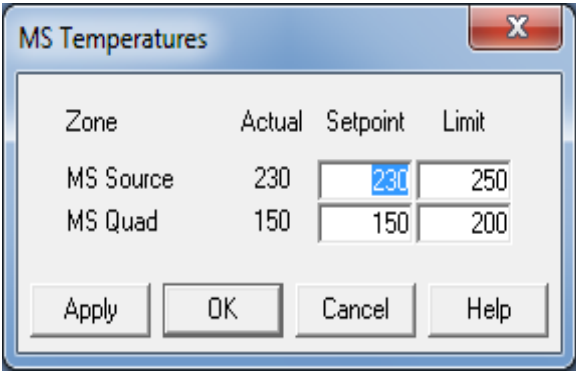


图 19 设置温度

- 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，请参见表 14。

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。

警告

四极杆不能超过 200 °C，离子源不能超过 350 °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。
 - **取消**，退出面板，而不更改当前调用的调谐文件或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 14 推荐的温度设置

	EI 操作
MS 离子源	230
MS 四极杆	150

在化学工作站中设置 GC/MSD 接口温度

过程

- 1 选择视图 > 仪器控制。
- 2 选择仪器 > GC 编辑参数。
- 3 单击“辅助加热”图标，编辑接口温度 (图 20)。

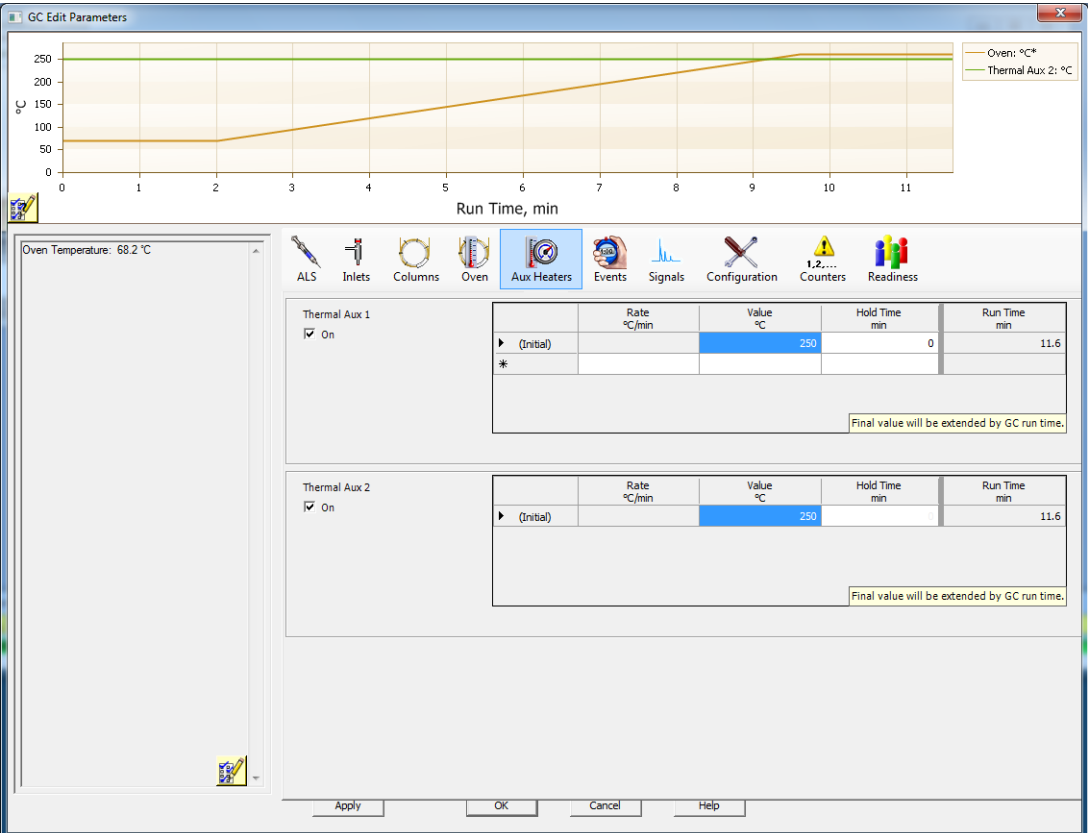


图 20 设置接口温度

- 4 打开加热器，然后在温度值(°C) 列中键入设定值。

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，则会关闭接口加热器。

- 5 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。
- 6 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 LTM 色谱柱前已吹扫了色谱柱中的空气。

监测高真空压力

压力监测需要外部 G4363A 真空规及其控制器。此真空规的读取器安装在仪器顶部。

所需材料

- 真空规及其控制器 (G4363A)

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](#)”。打开真空规之前，要抽 25 分钟真空。

过程

- 1 启动 MSD 并对其执行抽真空操作（[第 107 页](#)）。
- 2 打开安装在质量分析器盖板顶部的真空规控制器。
- 3 真空读数显示在可选真空规控制器前面。

在 EI 模式下对运行压力影响最大的是载气（色谱柱）流。[表 15](#) 列出了各种载气流流的典型压力。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 15 真空规及其控制器

He 色谱柱流速，毫升 / 分钟	真空规读数， Torr 标准分子涡轮泵
0.5	1.3E-05
0.7	1.83E-05
1	2.61E-05
1.2	3.11E-05
2	5.25E-05
3	8.01E-05

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

配置 LTM 色谱柱

过程

- 1 在化学工作站“仪器控制”窗口中，选择**仪器 > GC 参数**以显示**编辑 GC 参数**窗口。
- 2 选择**配置**图标，然后选择**色谱柱**选项卡以显示屏幕，该屏幕显示当前配置的色谱柱。
- 3 要选择以前分配到清单的其他 LTM 色谱柱，请单击**清单**按钮以显示**本地色谱柱清单表**。
- 4 从该表中选择要安装在仪器中的 LTM 色谱柱。单击**安装选定色谱柱**按钮，将仪器配置为使用该色谱柱。将显示**配置**屏幕，其中包含新色谱柱选项。
- 5 单击标记为“1”的第一个色谱柱（工具提示 = 添加/修改此色谱柱），以显示**编辑已安装的 GC 色谱柱的属性**对话框。以前选定的色谱柱在**其他信息（可选）**区域中指定。

Edit Properties of Installed GC Column

Composite Column Segments

Segment	Length, m	Diameter, μm	Film Thickness, μm	Heated By
► In Segment	1	250	0	Thermal Aux 1
Main Segment	30	250	0.25	LTM
Segment 2				Oven
Out Segment				Oven

Column Type

☐ Capillary
 ☐ Packed
 ☒ Composite

Max Temperature: 325 °C

Additional Information (Optional)

Manufacturer: Agilent
 Model Number: 19091S-433

Description: HP-5MS 5% Phenyl Methyl Silox

Replace with Inventory ...
 OK
 Cancel
 Help

- 6 在**色谱柱类型**区域中，选择**合成**，然后在**最高温度**字段中设置制造商建议的最高温度。
- 7 在**合成色谱柱段**区域**段列主段**项中，从**加热源**列下拉列表中选择 **LTM**。
- 8 在**合成色谱柱段**区域**段列入段**项中，从**加热源**列下拉列表中选择**辅助加热区 1**。输入进样口保护柱的长度、直径和膜厚。
- 9 在**合成色谱柱段**区域**段列出段**项中，从**加热源**列下拉列表中选择**辅助加热区 1**。输入 MSD 保护柱的长度、直径和膜厚。
- 10 单击**确定**按钮完成仪器的色谱柱配置。
- 11 在**配置**屏幕中，选择**模块**选项卡以显示屏幕，该屏幕显示进样口的载气。
- 12 对于**前进样口**，从下拉菜单中选择所使用的载气。
- 13 单击**确定**按钮以保存此配置。

测量色谱柱流量线性速度

对于毛细管色谱柱, 如 MSD 使用的毛细管色谱柱, 通常是测量线性流速而非体积流速。

过程

- 1 设置用于不分流手动进样和选择离子监测 m/z 28 的数据采集。
- 2 按 LCP 键盘上的**预运行**。
- 3 将 1 μ L 空气注入 GC 进样口, 然后按**开始运行**。
- 4 等待 m/z 28 的离子出峰, 注意保留时间。
- 5 计算平均线性速度。

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

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

确保将所有色谱柱长度缺失考虑在内。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 化学工作站流量的计算 (第 89 页)。

如果数值不同, 请单击**更改**, 校正色谱柱尺寸。

- 7 计算体积流速。

$$\text{体积流速 (毫升 / 分钟)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

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

确认色谱柱流量

如果色谱柱尺寸是已知的，则可通过色谱柱头压力计算体积流量。

过程

- 1 在“仪器控制”视图中，选择仪器 > GC 编辑参数。
- 2 单击色谱柱图标（图 21 显示一个示例）。
- 3 选择适当的色谱柱。

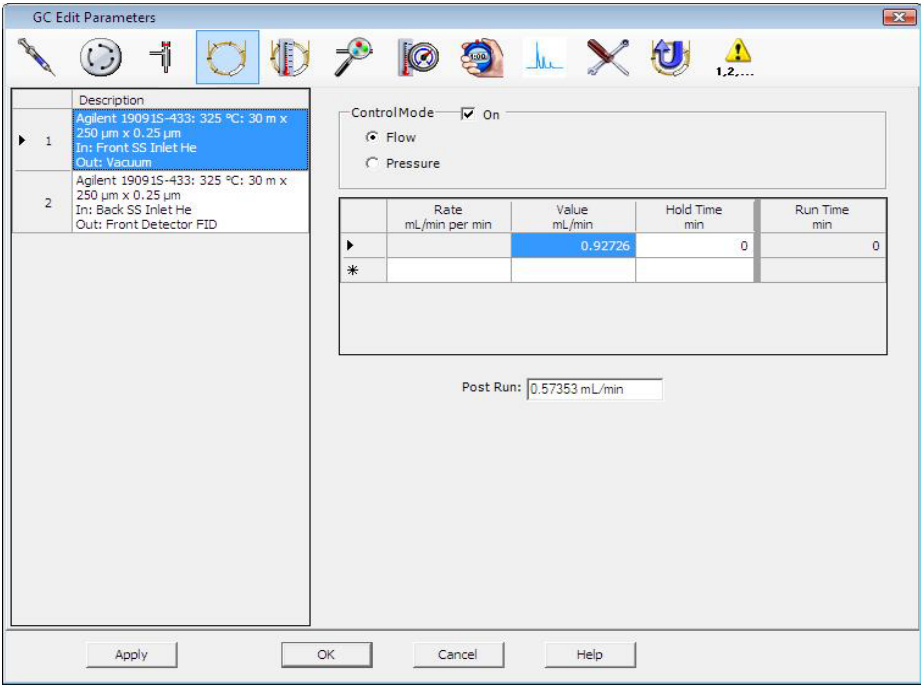


图 21 计算色谱柱流量

调谐 MSD

还可使用本地控制面板运行当前在 MSD 化学工作站中调用的自动调谐。请参见“[在 LCP 中操作 GC/MSD](#)”。

过程

- 1 在“仪器控制”视图中，检查是否调用了正确的调谐文件。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。
- 2 将系统设置为与数据采集时使用的相同条件（LTM 色谱柱温度和色谱柱流量，以及 MSD 质量分析器温度）。
- 3 选择**调谐 MSD** 执行完整调谐，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。调谐会立即启动。
- 4 等待调谐完成和生成报告。

保存调谐报告。要查看调谐结果历史记录，请选择**检测 > 查看以前的调谐...**。

要手动调谐 MSD 或执行特殊的自动调谐，请转到“调谐和真空控制”视图。

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，例如 **DFTPP 调谐** 或 **BFB 调谐**。

有关调谐的其他信息，请参见 MSD 化学工作站软件附带的手册或联机帮助。

验证系统性能

所需材料

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

验证调谐性能

- 1 确认系统保持至少 60 分钟处于抽真空状态。
- 2 将 LTM 色谱柱的温度设置为 150 °C，并将色谱柱的流量设置为 1.0 毫升 / 分钟。
- 3 在“仪器控制”视图中，从“校验”菜单中选择**校验调谐**。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 设置进样 1 μ L 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**。
- 3 单击“仪器|编辑”窗口中相应的图标可以编辑进样类型的方法。
- 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。请访问 Agilent 网站 www.agilent.com/chem 以获得详细信息。

高质量测试 (5975T LTM GC/MSD)

设置条件

- 1 获取 PFHT (5188-5357) 样本。
- 2 调用调谐文件 ATUNE.U，然后自动调谐 MSD。
- 3 在 x\5975\PFHT.M（此处 x 是正在使用的仪器号）下处理 PFHT.M 方法。
- 4 更新并保存方法。

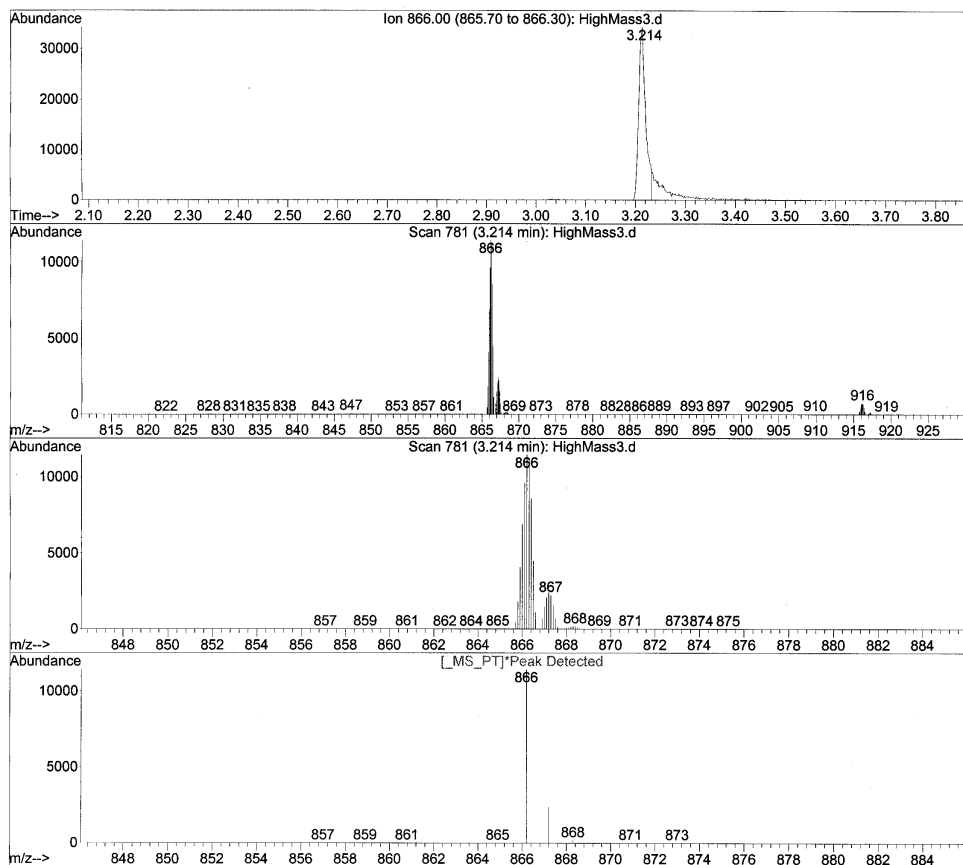
高质量检测

- 1 在样品瓶中调用样品并置于 2 号位置。
- 2 在**检测**菜单中选择**高质量检查**。
- 3 按照屏幕提示操作。
- 4 5 分钟之内完成运行并打印结果。

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 22 PFHT 高质量报告

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

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 通过仪器控制在“仪器”菜单中选择**编辑调谐参数**。
- 3 单击**更多参数**，然后选择**动态提高参数...**
 - a 从下拉框中选择 AMU 偏移量。
 - b 如果右侧的值呈现灰色不可用，请选上**开启该透镜的动态提高功能**。
 - c 输入推荐的偏移量并单击**确定**。
- 4 单击“编辑参数”框上的**确定**。“保存 MS 调谐文件”对话框随即出现。

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。

注意

不论何时，只要执行 ATUNE.U 文件，所输入的 AMU 偏移量的值就将被覆盖。这也就是为什么应该给调谐起个新名字。

- 5 调用 PFHT.M 和保存的调谐文件，然后保存方法。
- 6 重新运行测试混合样（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 LTM / 保护柱外壳门



按 LTM / 保护柱外壳的门左下角下方的销锁，可打开门。



图 23 拆下外壳

打开 LCP / 质量分析器窗口



- 1 向上提起 LCP 顶部的两个销锁，将其移开 LCP 窗口，可将其打开。
- 2 从顶部向前拉动 LCP，将面板旋转下来。

卸下质量分析器顶盖



- 1 打开 LCP / 质量分析器窗口。请参见图 24。
- 2 拧下 LCP 开口处内侧的顶盖前面左下角和右上角的两个固定螺钉。
- 3 向前滑动顶盖，直到使其脱离主机，然后将其从仪器取下。

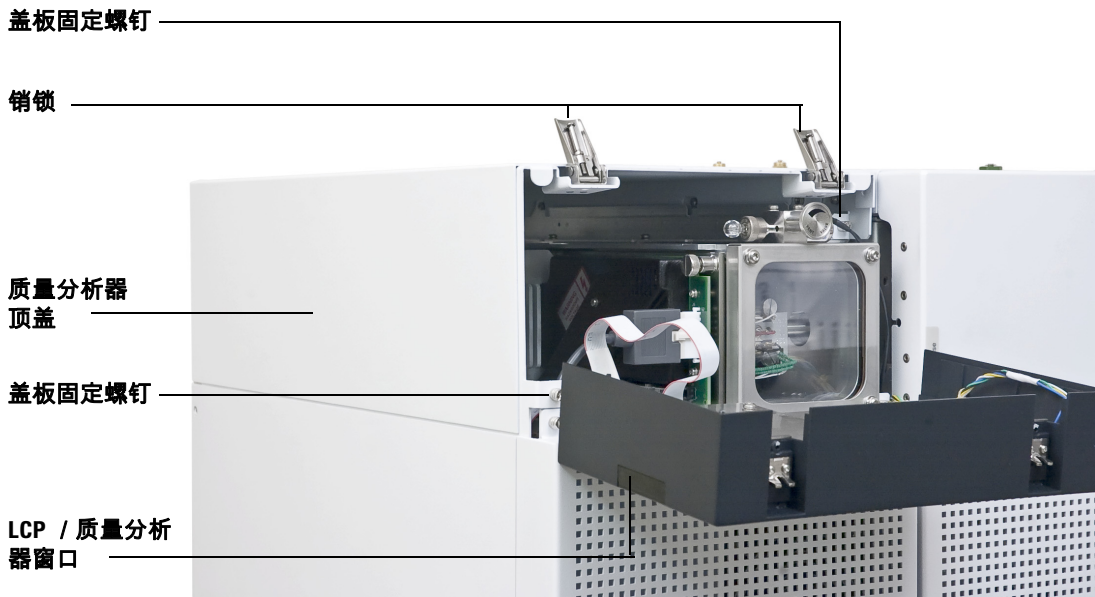


图 24 卸下质量分析器顶盖

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

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 LTM 色谱柱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 电源之前必须切断载气流。如果关闭分子涡轮泵，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 LTM 色谱柱和 GC/MSD 接口已冷却。

- 3 出现提示时，请关闭电源开关。
- 4 拔下电源线。

警告

放空 MSD 时，切勿将化学工作站置于“仪器控制”视图中。否则会打开接口加热器。

- 5 打开 LCP 窗口。请参见第 96 页的“[打开 LCP / 质量分析器窗口](#)”

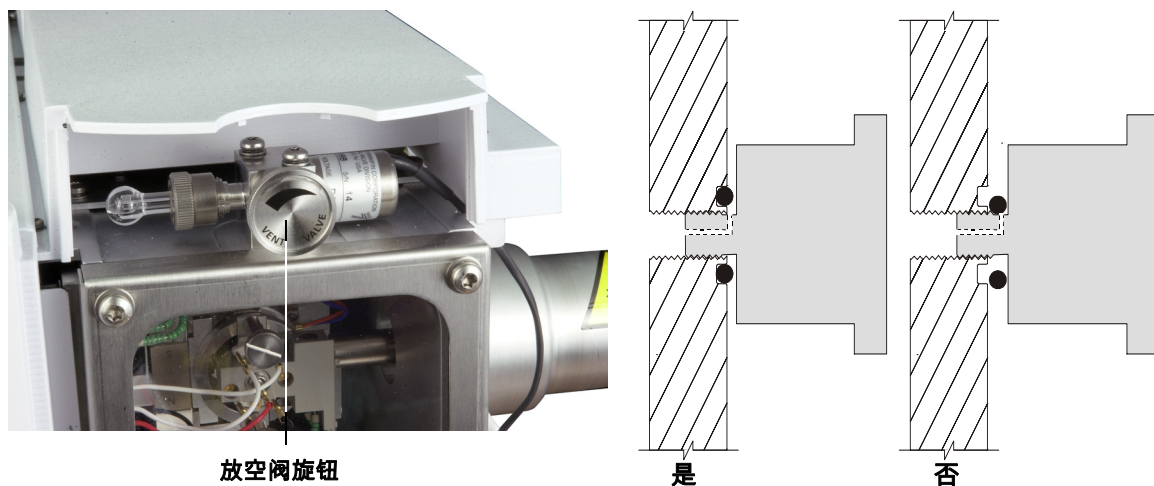


图 25 放空 MSD

- 6 逆时针旋转放空阀旋钮（图 25）仅 3/4 圈，或直到听到空气流入质量分析器腔体时发出的嘶嘶声。

切勿 过度旋转旋钮，否则“O”形圈会从凹槽中掉出。确保在抽真空前重新拧紧旋钮。

警告

在接触质量分析器前请将其冷却至接近室温。

小心

在处理任何将置入质量分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

警告

放空 MSD 时，切勿将化学工作站置于“仪器控制”视图中。否则会打开接口加热器。

打开质量分析器腔体

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 防静电腕带
 - 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。打开质量分析器腔体之前，请佩戴接地的防静电腕带并采取其他防静电预防措施（请参见第 76 页）。

过程



- 1 放空 MSD（第 95 页）。
- 2 卸下质量分析器顶盖。（请参见第 96 页的“卸下质量分析器顶盖”）
- 3 从侧板上断开侧板控制缆线和电源线。
- 4 如果侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们（图 26）。

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。只有在将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气时，才应拧紧前侧板指旋螺钉。

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。

5 轻轻地 将侧板旋转下来。

警告

质量分析器、GC/MSD 接口和质量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

在质量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。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

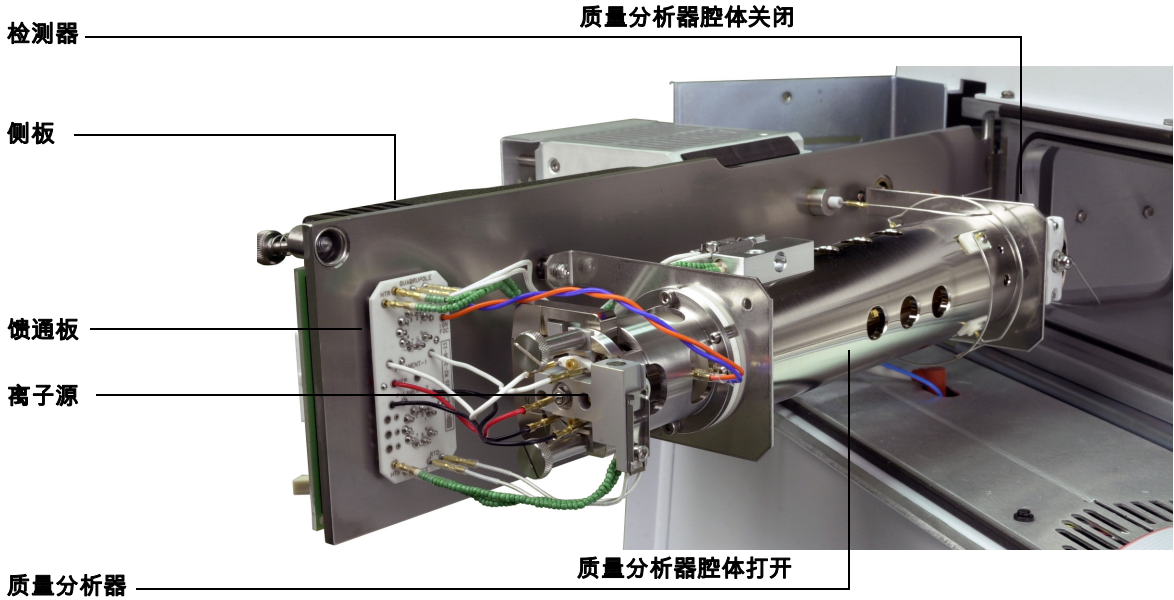
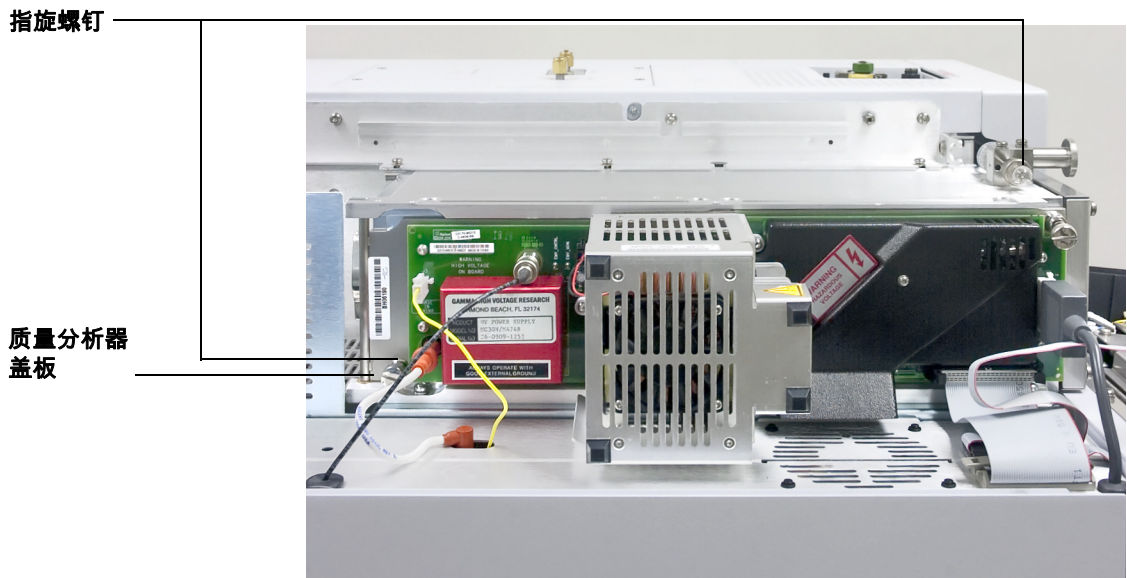


图 26 质量分析器腔体

关闭质量分析器腔体

所需材料

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

过程

1 确保所有的质量分析器内部电气接头都已正确绑定。

接线在表 16 中作了介绍，并且图 27 和图 28 中也有说明。表中的术语“板”是指位于离子源旁边的馈通板。

表 16 质量分析器接线

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)	排斥极
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)

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

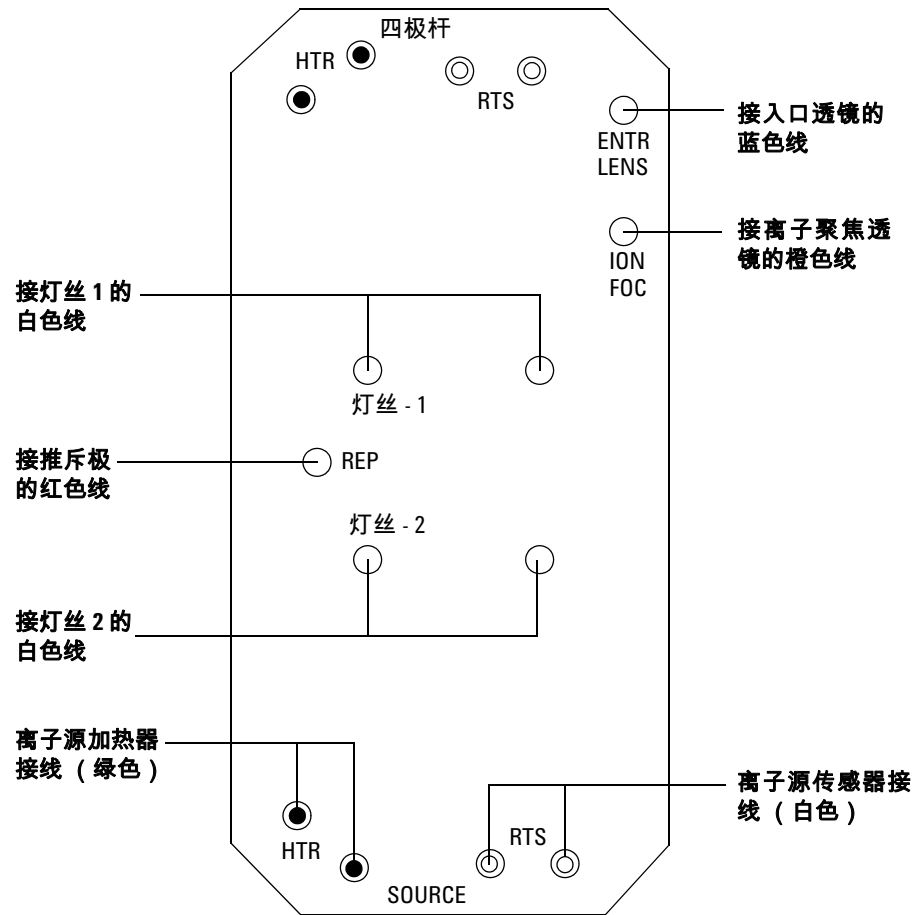


图 27 馈通板接线

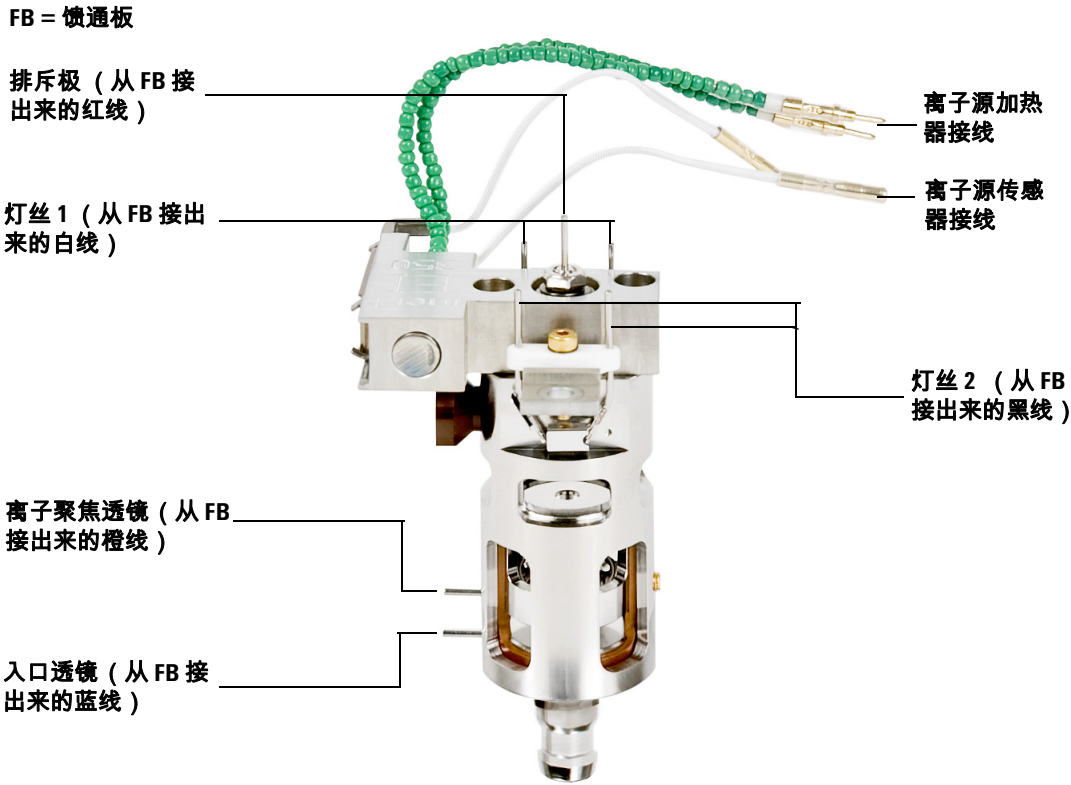


图 28 离子源接线

2 检查侧板“O”形圈。

确保“O”形圈上涂有**非常**薄的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果“O”形圈非常干燥，则可能无法良好密封。如果“O”形圈看起来很发亮，则表明润滑脂涂抹过多。
(关于润滑说明，请参考 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册。)

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 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 进行抽真空 (请参见第 107 页的“[对 MSD 进行抽真空](#)”)。
- 7 如果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

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，否则会引起漏气或妨碍抽真空。切勿使用螺丝刀拧紧指旋螺钉。

- 8 MSD 抽真空完成后，重新装上质量分析器盖板，关闭 LCP / 质量分析器窗口。

对 MSD 进行抽真空

还可使用本地控制面板执行此任务。请参见“在 LCP 中操作 GC/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 70 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”。

过程



- 1 打开 LCP / 质量分析器窗口，关闭放空阀。
- 2 将电源线插入室内电源。
- 3 从 MSD 化学工作站的视图菜单中选择调谐和真空控制。
从真空菜单中选择抽真空。
- 4 出现提示时，按下仪器前面的启动按钮。
- 5 到达 LCP / 质量分析器窗口开口处时，轻按侧板以确保密封良好。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。如果此声音继续，表明系统中存在严重的漏气现象，问题可能出现在侧板密封垫、接口色谱柱螺母或放空阀处。
- 6 关闭 LCP / 质量分析器窗口。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

7 与 PC 建立通信后，单击**确定**。

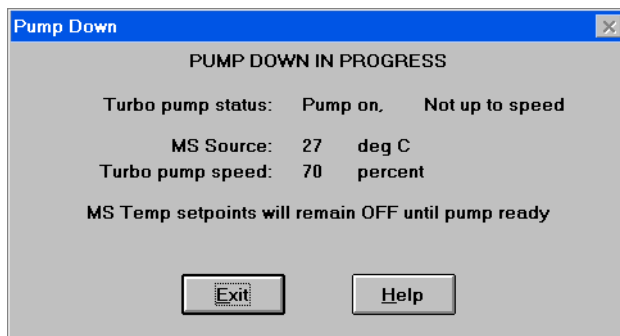


图 29 抽真空

小心

在 10 到 15 分钟内，分子涡轮泵的转速应上升至正常转速的 80% (图 29)。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 抽真空不正确，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。

8 出现提示时，打开 GC/MSD 接口加热器、保护柱外壳和 LTM 色谱柱。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

切勿在载气流速打开前打开任何 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。

9 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。

移动或存放仪器

此过程的目的是在同一个地点周围移动或存放仪器。如果需要将仪器运输到其他地方使用，请参考 Agilent 5975T LTM GC/MSD 可户外装运设备的硬件安装手册以了解相关说明。

所需材料

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

过程

- 1 放空仪器 ([第 98 页](#))。
- 2 从 GC/MSD 接口卸下保护柱，安装无孔垫圈和接口螺母。
- 3 拧紧放空阀。
- 4 卸下质量分析器顶盖 ([第 96 页](#))。
- 5 手动拧紧侧板指旋螺钉 ([图 30](#))。

小心

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

- 6 插上仪器电源线。
- 7 打开仪器，产生低真空。确认分子涡轮泵的转速高于正常转速的 50%。
- 8 关闭仪器。
- 9 重新装上质量分析器盖板。
- 10 断开 LAN、远程连接和电源缆线。
- 11 断开载气供给管线。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

前面的指旋螺钉

后面的指旋螺钉

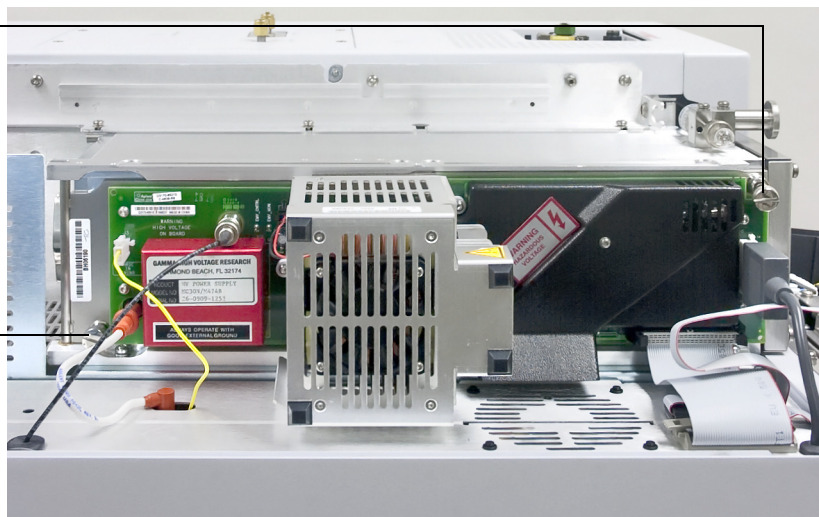
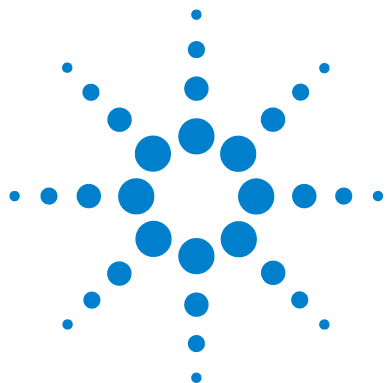


图 30 侧板指旋螺钉

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

小心

GC/MSD 必须始终保持竖直向上。如果需要将 GC/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 一般维护

- 开始之前 112
- 维护真空系统 117
- 维护质量分析器 118
- 维护方法 120
- 更换分流 / 不分流进样口上的隔垫 121
- 更换分流 / 不分流进样口上的衬管和“O”形圈 123
- 烘烤色谱柱流路 128
- 烘烤去除来自分流 / 不分流进样口的污染物 131
- 卸下 EI 离子源 132
- 重新安装 EI 离子源 135



开始之前

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 17 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 17 维护计划

任务	每周	每 6 个月	每年	根据需要
真空系统				
检查前级泵油位	X			
更换前级泵油		X		
检查干的前级泵隔膜				X
更换滚动式泵密封垫			X	
对侧板或排放阀的“O”形圈进行润滑*				X
MSD				
调谐 MSD				X
清洁离子源				X
检查校正样品瓶		X		
GC				
检查 GC 上的载气捕集阱				X
裁剪或更换保护柱				X
更换进样口隔垫、衬管和“O”形圈				X

表 17 维护计划（续）

任务	每周	每 6 个月	每年	根据需要
更换进样口镀金密封件				X
更换 GC 载气供给管线				X

* 与侧板“O”形圈和放空阀“O”形圈不同，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

运输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，以下部件上可能存在危险电压：

- 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。只要这些安全屏蔽外壳安装到位，意外接触到这些危险电压的可能性就非常小。

警告

不要在打开仪器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 GC/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

仪器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
- 质量分析器部件
- 真空泵
- 进样口
- LTM 色谱柱
- 保护柱加热外壳

警告

仪器工作时切勿触摸这些部件。关闭仪器后，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

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。

进样口、保护柱加热外壳和 LTM 色谱柱的工作温度也很高。维护这些部件时也应小心。

化学残留物

分流放空出口和吹扫放空出口包含要与载气一起分析的高浓度化学物质。如果您要处理危险化学品，必须将这些出口放空到实验室外的安全位置。

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集油器。该集油器**只能**收集泵的微小油滴。它**不能**收集任何其他化学物质。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。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，这需要取下集油器。请遵守当地空气质量法规。

警告

与标准前级泵配套的集油器只收集前级泵油。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。

标准前级泵中的油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 中所有印制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（四级）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。

当维护印制电路板或附近组件以及维护其接线、触点或缆线与印制电路板相连的组件时，请始终佩戴防静电接地腕带，并采取其他防静电预防措施。防静电接地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、裸露的线路以及连接器上的针脚。

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。这包括质量分析器。

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。

防静电预防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、裸露的线路、连接器中的针脚以及缆线。

维护真空系统

定期维护

如上文的表 17 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）
- 检查校正样品瓶（每 6 个月）
- 压载前级泵
- 每 6 个月更换一次前级泵油
- 拧紧前级泵油箱上的螺钉（安装后第一次换油时，标准前级泵）
- 检查干的前级泵隔膜（通常是每 3 年一次）
- 更换滚动式泵端密封垫（每年一次）

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。

其他步骤

只有在需要的时候才执行一些任务，如更换 Micro-Ion 真空规。请参见《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》，或 MSD 化学工作站软件的联机帮助，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，请参见《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》。

本章中所述的大部分操作步骤在 5975T LTM GC/MSD 仪器使用 DVD 中有相应视频介绍。

维护质量分析器

计划

质量分析器组件不需要定期维护。但是，当 GC/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。《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》提供了有关需要维护质量分析器时出现的征兆的信息。化学工作站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

维护质量分析器时请保持组件的洁净。维护质量分析器时需要打开质量分析器腔体并从质量分析器中取出部件。执行质量分析器的维护步骤时，注意不要污染质量分析器或质量分析器腔体的内部。维护质量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，应将质量分析器部件放在干净无棉绒的布面上。建议在需要清洁所使用的 EI 离子源时，准备好备用的清洁 EI 离子源以进行安装。有关如何清洁 EI 离子源的信息，请参考《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》。

小心

如果操作不当，维护质量分析器后可能将污染物带入 MSD。

警告

质量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

与质量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（四级）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，请参见第 115 页。

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。打开质量分析器腔体**之前**，请佩戴接地的抗静电腕带（请参见第 115 页的“**静电释放**”）并采取其他抗静电防护措施。

有些质量分析器部件不需维护

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

如果需要有关质量分析器组件的位置或功能的更多信息，请参考《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》。已通过视频剪辑对本手册中的大多数操作过程进行了说明。

维护方法

在进样口，LTM 柱模块，保护柱外壳，GC/MS 传输线进行维护前，仪器必须处于安全状态。Agilent 建议创建和存储以下维护方法。下列方法将：

- 防止损坏仪器（电子装置、色谱柱等）
- 避免伤害用户（烧伤、电击等）
- 允许您在特定区域进行维护，同时使其余组件保持工作温度条件

注意

进样口可能需要 12 小时或更长时间从操作温度冷却到维护方法设定值。

色谱柱维护方法

在进样口和 MSD 之间的毛细管色谱柱系统上执行维护任务之前，创建用于冷却仪器的方法。

- 将 LTM 色谱柱温度设置为 **35 °C**。这使 LTM 色谱柱模块风扇能够快速冷却色谱柱。
- 将保护柱外壳的加热器设置为**关闭**。
- 将 MSD 传输线加热器设置为**关闭**。
- 将进样口温度设置为 **35 °C**，并将进样口气体流量设置为 **30 厘米 / 秒**。
 - 关闭离子源处的色谱柱载气流量之前，等待 LTM 色谱柱冷却。如果要卸下色谱柱，请将色谱柱的两端盖住以防止空气进入。
 - 如果可能，保持惰性载气流动以保护色谱柱。
- 关闭质量分析器灯丝和 EM。

达到方法设定值后，仪器将变为**就绪**状态。接下来的步骤通常会指示您关闭加热器并切断气流，以便执行维护操作。

警告

当心！LTM 色谱柱、保护柱外壳、GC/MSD 传输线、质量分析器和进样口的高温可能会导致烫伤。如果很热，请戴上防热手套以保护您的手。

更换分流 / 不分流进样口上的隔垫



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 更换用的隔垫
 - 顶空的隔垫固定螺母 (18740-60830)
 - 隔垫固定螺母 (18740-60835)
 - 11 毫米隔垫，高温，气密性好，50 个 / 包 (5183-4757)
 - 11 毫米隔垫，预冲孔，长寿命，50 个 / 包 (5183-4761)
 - Merlin Microseal 隔垫（高压）(5182-3444)
 - Merlin 微密封垫（30 psi）(5181-8815)
- 六角扳手，用于更换隔垫
- 0 或 00 级钢棉（可选）
- 镊子
- 扳手，毛细管柱进样口（可选）

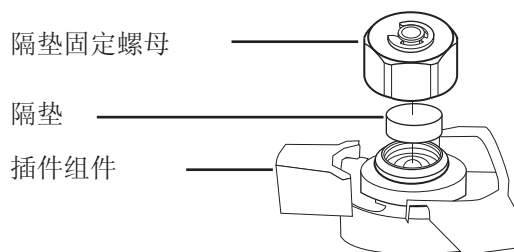
过程

- 1 将进样口压力设置为 0，并等候 GC 准备就绪。

警告

当心！柱箱和 / 或进样口可能很热，会造成烫伤。如果进样口很热，请戴上防热手套以保护您的手。

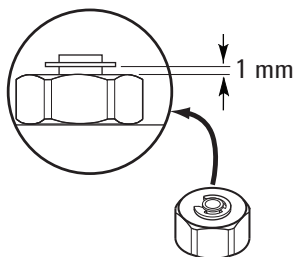
- 2 取下隔垫固定螺母或 Merlin 端盖。
- 3 用镊子取下固定螺母上的隔垫或 Merlin 微密封件。切勿划伤或刮擦隔垫头内部。



- 4 将新的隔垫或 Merlin 微密封件紧紧压入接头中。Merlin 微密封件金属零件一侧应朝下（面向柱箱）。



- 5 装上隔垫固定螺母或 Merlin 端盖并用手拧紧。拧紧隔垫固定螺母，直至 C 形环高出螺母约 1 毫米。



- 6 恢复分析方法。
7 重置隔垫计数器。

更换分流 / 不分流进样口上的衬管和“O”形圈



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 更换用的“O”形圈
 - 不粘碳氟衬管“O”形圈 (耐高温, 高达 350 °C), 10 个 / 包 (5188-5365)
 - 分流衬管石墨“O”形圈 (耐高温, 超过 350 °C), 10 个 / 包 (5180-4168)
 - 不分流衬管石墨“O”形圈 (耐高温, 超过 350 °C), 10 个 / 包 (5180-4173)
- 更换用的衬管
 - 分流低压降, 玻璃棉, 单锥, 870 μL (5183-4647)
 - 分流玻璃棉, 990 μL (19251-60540)
 - 分流 – 仅限手动空插销和罩, 800 μL (18740-80190)
 - 分流 – 仅限手动填充的插销和罩, 800 μL (18740-60840)
 - 不分流单锥, 玻璃棉, 900 μL (5062-3587)
 - 不分流单锥, 无玻璃棉, 900 μL (5181-3316)
 - 不分流双锥, 无玻璃棉, 800 μL (5181-3315)
 - 不分流 – 直接进样 2 毫米内径, 石英, 250 μL (18740-80220)
 - 不分流 – 直接进样 2 毫米内径, 250 μL (5181-8818)
 - 直接进样 – 顶空或吹扫和捕集 1.5 毫米内径, 140 μL (18740-80200)
 - 直接色谱柱连接单锥, 不分流 4 毫米内径 (G1544-80730)
 - 直接色谱柱连接双锥, 不分流 4 毫米内径 (G1544-80700)
- 镊子
- 六角扳手, 用于更换隔垫
- 扳手, 毛细管柱进样口 (可选)

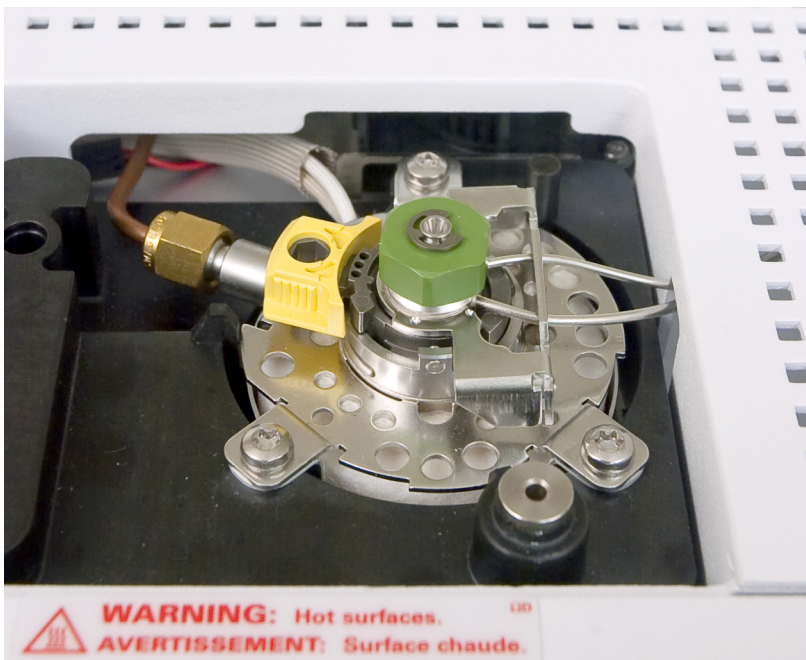
过程

- 1 关闭进样口加热器和流量。

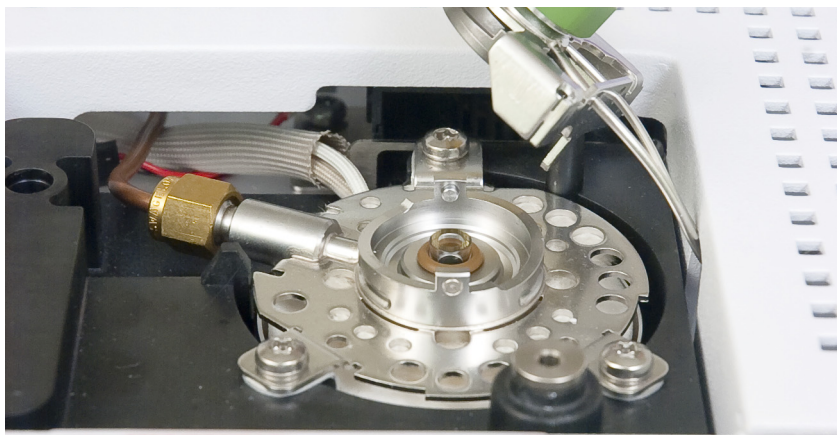
警告

当心！柱箱和 / 或进样口可能很热，会造成烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手。

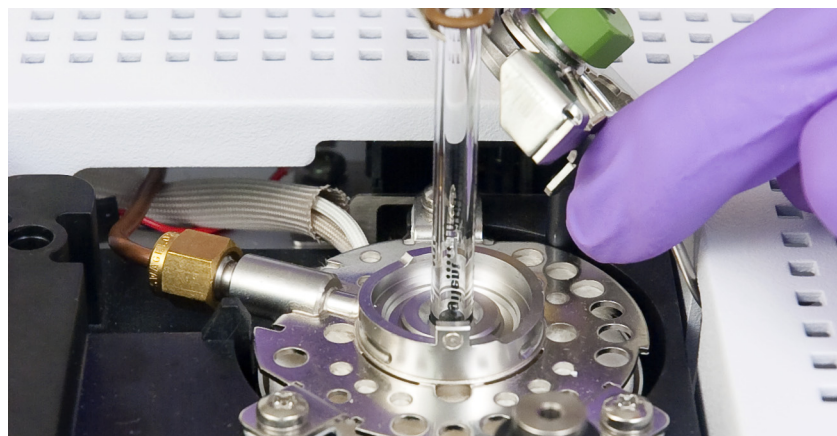
- 2 向前（逆时针）滑动锁定卡口。竖直提起隔垫组件并将其提离进样口，以避免切破或割裂衬管。



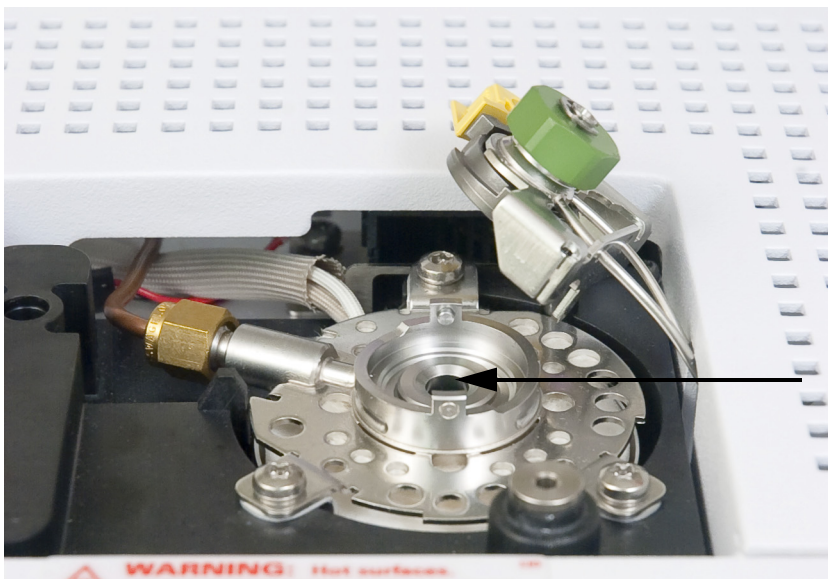
- 3 用镊子松开密封表面上的“O”形圈。



4 用镊子夹住衬管，将其拉出。



5 检查镀金密封件表面是否存在石墨或橡皮隔垫污染物。如需要，更换镀金密封件。（请参见《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》。）



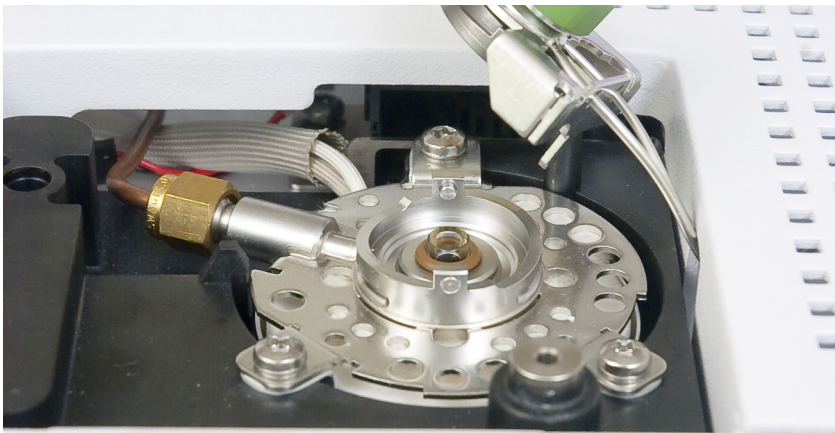
如果有可见污染或怀疑存在污染，则清洗进样口。(请参见《Agilent 5975T LTM GC/MSD 故障排除和维护手册》。)

清洗密封表面上的“O”形圈。

小心

应佩戴干净的不含棉绒的手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

- 6 将新“O”形圈滑到更换用的衬管上。
- 7 将衬管放回进样口，将其推入，直至衬管接触到镀金密封件。



- 8 将隔垫组件底部的卡口对准插件组件上的插槽，将卡口按入插槽。向后滑动锁定卡口。
- 9 打开进样口。使用载气将进样口和色谱柱吹扫 15 分钟，然后再加热进样口或 LTM 色谱柱。
- 10 恢复分析方法。
- 11 重置衬管计数器。
- 12 检查是否有泄漏情况。

烘烤色谱柱流路

此过程的目的是烘烤去除进样口、保护柱和 LTM 色谱柱模块中的污染物。

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)
- 保护柱
- 色谱柱螺母 (5020-8292)
- 密封垫圈 (Vespel)
 - 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)

过程

- 1 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

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

戴上干净的不含棉绒的手套，以防止污染部件。

- 2 放空仪器。请参见第 76 页的“[放空 MSD](#)”。

- 3 从 GC/MSD 传输线卸下 MSD 保护柱并盖上 GC/MSD 传输线。
- 4 如果需要，将新衬管和隔垫安装在进样口中，然后再打开仪器电源。
- 5 卸下进样口保护柱，然后丢弃，或进行裁剪以便将来重新使用。
- 6 裁剪密封垫圈处的 MSD 保护柱的 MSD 传输线端。将此保护柱端连接到进样口。请参见第 33 页的“[将进样口保护柱安装在分流 / 不分流进样口中](#)”。此配置将原始 MSD 保护柱移至进样口，并使通过 LTM 色谱柱模块的载气流反转。
- 7 在化学工作站中，如果切换到其他载气供给管线，则更改已配置的载气类型。
- 8 如果以前使用色谱柱分析有毒化学物质，则将 LTM 色谱柱的开口端连接到废气系统，并放空到安全位置。这也适用于进样口上的分流放空和吹扫放空出口。
- 9 打开进样口，将模式设置为分流，将色谱柱流量设置为 30 厘米 / 秒。
- 10 检查是否有泄漏情况。

小心

没有载气流时，请勿加热色谱柱。否则将会损坏色谱柱。

- 11 在不加热 LTM 色谱柱或保护柱外壳的情况下，请在色谱柱中通载气 5 分钟。
- 12 关闭 LTM 模块门。
- 13 将保护柱外壳温度设置为比 LTM 色谱柱最高温度低 10 °C。
- 14 将 LTM 色谱柱温度设置为以每分钟 5 °C 的速度提升，使其比最高分析温度高出 10 °C。
- 15 一旦 LTM 色谱柱温度超过 80 °C，立即将 5 µL 甲醇注入进样口中。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

切勿超过最高色谱柱温度。

- 16 当通过色谱柱的流速为每秒钟 30 厘米时，使温度超过最高分析温度 10 °C 保持 1 小时。

警告

当心！保护柱加热外壳或内部附件的高温可能会导致烫伤。如果两者之一很热，请戴上防热手套以保护您的手，或待这些部件冷却，然后再开始工作。

- 17 调用维护方法以冷却色谱柱外壳。请参见第 120 页的“[色谱柱维护方法](#)”。
- 18 将已安装的进样口保护柱连接到 LTM 色谱柱模块进样口接头。
- 19 在 MSD 传输线和 LTM 色谱柱出口接头之间安装新的 MSD 保护柱。请参见第 38 页的“[将 MSD 保护柱安装在 GC/MSD 接口中](#)”和第 52 页的“[将保护柱连接到 LTM CFT 接头](#)”。
- 20 对仪器抽真空。请参见第 74 页的“[抽真空](#)”。
- 21 打开进样口，将模式设置为不分流，将色谱柱流量设置为 30 厘米 / 秒。
- 22 检查是否有泄漏情况。
- 23 如果方法需要氢气载气，则从仪器断开当前载气供给，并连接氢气供气阀门。确认质量分析器处于真空状态，并且真空泵工作正常，然后再打开氢气供给管线。在化学工作站中，将已配置的载气更改为氢气。
- 24 当色谱柱流量为 30 厘米 / 秒时，等待 5 至 10 分钟，然后再将 LTM 色谱柱温度升至一个较低的待机温度。
- 25 恢复分析方法。

烘烤去除来自分流 / 不分流进样口的污染物

此过程的目的是烘烤去除来自分流进样口排气管的大部分进样口污染物。

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)
- 保护柱
- 色谱柱螺母 (5020-8292)
- 密封垫圈 (Vespel)
 - 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)

过程

- 1 将进样口设置为分流模式。
- 2 将色谱柱流量设置为正常工作值，或将毛细管色谱柱载气速度设置为 30 厘米 / 秒。
- 3 将进样口分流口流量设置为 200 毫升 / 分钟。
- 4 使用载气流吹扫色谱柱至少 10 分钟，然后再加热 LTM 色谱柱。
- 5 将进样口温度设置为 300 °C 或比正常工作温度高 25 °C。
- 6 将保护柱外壳温度设置为色谱柱制造商的色谱柱最高温度。
- 7 将 LTM 色谱柱设置为比方法最终色谱柱温度高 25 °C，以烘烤去除来自色谱柱的污染物。但不要超过色谱柱制造商提供的温度上限值。
- 8 将这些系统温度和流量保持 30 分钟。
- 9 恢复分析方法。

卸下 EI 离子源

警告

当心！LTM 色谱柱、保护柱外壳、GC/MSD 传输线和进样口的高温可能会导致烫伤。如果很热，请戴上防热手套以保护您的手。

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。请参见第 98 页的“[放空 MSD](#)”。
- 2 打开质量分析器腔体。请参见第 100 页的“[打开质量分析器腔体](#)”。
接触质量分析器组件前务必使用防静电腕带并采取其他防静电预防措施。
- 3 从离子源上拔下七根接线。不要过分弯折这些接线（[图 31](#) 和 [表 18](#)）。

表 18 离子源连接线

连接线颜色	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

拔出时应抓住接头，而不应拉扯接线。

- 4 找出从离子源加热器和温度传感器到馈通板的连接线。将其拔下。
- 5 卸下固定离子源的指旋螺钉。
- 6 将离子源从离子源散热器中拉出。

警告

质量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。

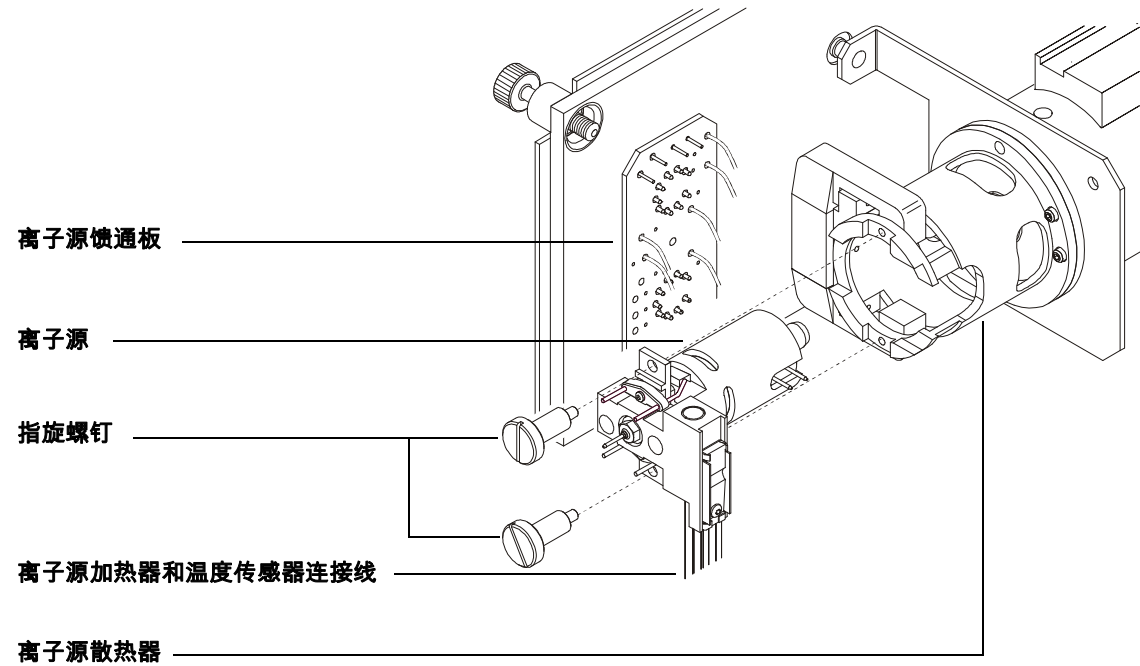


图 31 卸下离子源

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 将离子源滑入离子源散热器 (图 32)。
- 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“关闭质量分析器腔体”所示。关闭质量分析器腔体。

4 对 MSD 抽真空。请参见第 107 页。

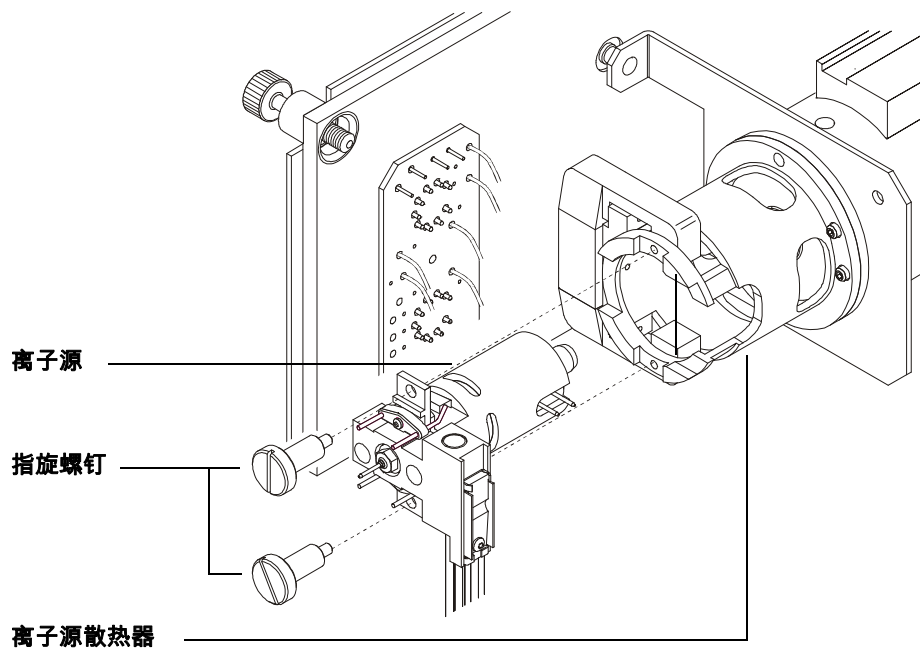


图 32 安装 EI 离子源



© Agilent Technologies, Inc.

2010 年 12 月，美国印刷