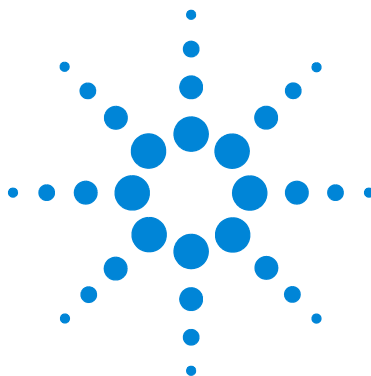




Agilent 5975/5977 MSD 用 OpenLAB CDS 控制

操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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 G7077-97027

版本

第二版，2016 年 9 月

美国印刷

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

担保

本文档包含的内容均按“原版”提供，若有更改，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

小心提示表示危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会导致产品损坏或重要数据丢失。除非您已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视小心提示而继续进行操作。

警告

“警告”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

本手册介绍了使用 OpenLAB CDS 软件的 Agilent 5975 至 5977 系列 MSD 的操作和维护信息。Agilent OpenLAB CDS 是适用于 Agilent 仪器的全新操作系统。

Agilent 5977B 系列质量选择检测器 (MSD) 是本手册介绍的主要仪器。Agilent 5977B 与之前的仪器可共享某些功能和硬件。如果 Agilent 旧有型号与 5977B 不同，通常会指出该区别。如果发现其他硬件差异，请参见仪器随附的操作和维护文档。

1 “简介”

第 1 章介绍了 5977B 系列 MSD 的常规信息，包括硬件说明、一般安全警告和氢气安全操作信息。

2 “安装 7890/7820/6890/6850 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 “Intuvo 9000 GC 色谱柱维护”

第 3 章介绍了如何安装 Agilent Intuvo 色谱柱，如何通过 MS 传输线从流路连接离子源，以及如何维护色谱柱预柱。

4 “在 EI 模式下操作”

第 4 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。

5 “常规维护”

第 5 章介绍了同时适用于 EI 和 CI 仪器的维护过程。

硬件用户信息

5977B MSD

您的硬件和软件附带内容全面的手册、视频、用户应用和方法开发工具。工具位于 Agilent GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 盘。

更多有关如何在电脑上安装此信息的详情，请参见《Agilent 5977B MSD 系统快速入门》(G7077-90103) 文档。

5977B MSD 之前的 5975/5977 系列 MSD

5977B 之前的 Agilent MSD 仪器的用户应参考购买 MSD 时随附的文档。本手册中的信息是对该文档的补充。这些信息可帮助用户更加高效地使用 OpenLAB CDS 操作系统和仪器。

此外，OpenLAB 还随附了大量联机帮助和学习材料。

目录

1 简介

5977B 系列 MSD 版本	10
所使用的缩写	11
5977B 系列 MSD	13
MSD 硬件说明	15
重要安全警告	16
氢气安全	18
GC 注意事项	18
预防措施	21
安全与规范认证	23
使用方法	26
产品的清洁 / 回收利用	26
意外的液体洒落	26
移动或存放 MSD	26
更换主保险丝	27

2 安装 7890/7820/6890/6850 GC 色谱柱

色谱柱	30
在分流 / 不分流进样口中安装毛细管柱	32
老化毛细管柱	35
使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中	36
使用标准色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中	41
安装接口端密封垫	44
校正柱流量的线性速度	46
7890B 系列 GC 的 GC/MSD 接口	49

3 Intuvo 9000 GC 色谱柱维护

色谱柱	52
老化色谱柱	53
技巧与提示	53
更换 Intuvo GC 色谱柱	55
更换 Intuvo 9000 GC 垫圈	59
安装色谱柱预柱或跳接片	60
更换 9000 GC/MS 尾部	64
老化 Intuvo 毛细管色谱柱	68
安装接口端密封垫	69
9000 系列 GC 的 GC/MS 接口	70

4 在 EI 模式下操作

从 DS 中操作 MSD	74
在 GC 控制面板中操作 MSD	75
通过网页用户界面 (WUI) 配置 MSD	79
更改 MSD 的网络设置	79
在本地控制面板 (LCP) 操作 5975/5977 MSD	82
操作模式	82
在启动时查看系统状态	85
eModule 小型显示屏读数	89
前面板仪器状态 LED 指示灯	89
GC/MSD 接口	90
打开 MSD 之前	92
抽真空	93
控制温度	93
控制柱流量	93

放空 MSD	94
设置 MS 分析器温度	95
启用 GC/MS 接口和柱箱	97
查看 MSD 温度和真空	98
运行自动调谐	100
打开 MSD 外壳	101
放空 MSD	102
对 MS 抽真空	104
移动或存放 MSD	107

5 常规维护

开始之前	110
维护真空系统	115
维护质量分析器	116
打开分析器腔体	118
拆下 EI HES	120
断开 / 连接 EI HES 的配线	122
拆解 EI HES	123
清洁 EI HES	126
组装 EI HES	129
拆下 EI HES 灯丝	134
安装 EI HES 灯丝	136
安装 EI HES	137
取下 EI XTR、SS 或惰性离子源	138
从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线	139
拆卸 EI SS 或 EI 惰性离子源	140

拆卸 EI XTR 离子源	143
清洁 EI XTR、SS 或惰性离子源	146
组装 EI SS 或惰性离子源	150
组装 EI XTR 离子源	153
更换 EI XTR、SS 或惰性离子源中的灯丝	156
安装 EI XTR、SS 或惰性离子源	158
更换电子倍增器电极臂	159
关闭分析器腔体	161



1 简介

5977B 系列 MSD 版本	10
所使用的缩写	11
5977B 系列 MSD	13
MSD 硬件说明	15
重要安全警告	16
氢气安全	18
安全与规范认证	23
使用方法	26
产品的清洁 / 回收利用	26
意外的液体洒落	26
移动或存放 MSD	26
更换主保险丝	27

本章介绍了 MSD 的常规信息，包括硬件说明、一般安全警告和氢气安全操作信息。



5977B 系列 MSD 版本

5977B 系列 MSD 装有涡轮分子（涡轮）泵和一个前级泵（四种可选）或与 Pfeiffer DUO 2.5 前级泵配对的扩散泵。5977B 系列 MSD 有三种类型的电子电离 (EI) 源，一种标准 EI 不锈钢 (SS) 离子源，一种 EI 拉伸极 (XTR) 离子源（用于 Inert+ MSD 型号），一种高效离子源 (HES)。序列号标签提供了产品编号，表明您所拥有的 MSD 类型。（请参阅表 1。）

表 1 可用的高真空泵

型号名称	产品编号*	说明	离子化模式 / 类型
5977B MSD 扩散泵	G7080B	扩散泵	EI/SS
5977B MSD 涡轮泵	G7081B	涡轮泵	EI/SS
5977B Inert+ MSD EI 涡轮泵	G7077B	涡轮泵 MSD	EI/XTR
5977B EI/CI MSD	G7078B	涡轮泵 MSD	EI /XTR CI /PCI, NCI
5977B HES MSD	G7079B	涡轮泵 MSD	EI HES 可现场升级至 CI

* OpenLAB CDS 2.1 中不支持 CI 模式下的操作或使用智氢洁离子源选项操作。

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（校正液）
CI	化学电离
DA	数据分析
DC	直流电
DFTPP	十氟三苯磷（校正液）
DIP	直接插入探头
DS	数据系统
EI	电子电离
EM	电子倍增器（检测器）
EMV	电子倍增器电压
EPC	电子流量控制
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）
HES	高效离子源。由惰性材料制成的新一代 EI 离子源
id	内径
LAN	局域网
LCP	本地控制面板
LVDS	低压差分信号

表 2 缩写 (续)

缩写	定义
<i>m/z</i>	质荷比
MFC	质流控制器
MSD	质量选择检测器
NCI	负 CI
OFN	八氟萘 (校准剂)
PCI	正极 CI
PFDTD	全氟二甲基三氧十二烷 (校正液)
PFHT	反式五氟壬基三嗪 (校准剂)
PFTBA	全氟三丁胺 (校正液)
Quad	四极杆质量过滤器
RF	射频
RFPA	射频功率放大器
SS	不锈钢
Torr	压力单位, 1 毫米汞柱
WUI	网页用户界面
XTR	EI 拉伸极离子源
惰性	由惰性材料制成的标准 EI 离子源
惰性 +	MSD 型号设计配备一个 EI XTR 离子源
涡轮泵	分子涡轮 (泵)

5977B 系列 MSD

5977B 系列 MSD 是与 Agilent 7890B 系列或 Agilent 7820 系列气相色谱仪一起使用的独立的毛细管柱 GC 检测器。MSD 的特性包括：

- 网页用户界面 (WUI) 可从本地监控和操作 MSD
- 一个四种前级泵之一的涡轮真空泵或一个 Pfeiffer DUO 2.5 前级泵的扩散真空泵
- 有四种不同类型的单独加热的 EI 离子源：
 - SS 材料的标准离子源
 - 惰性材料的标准离子源
 - XTR 源
 - HES
- 独立 MSD 加热双曲面四极杆
- HED EM
- 独立 GC 加热的 GC/MSD 接口

物理特征

5977B 系列 MSD 外壳约为 41 厘米高，30 厘米宽和 54 厘米深。扩散泵主机的重量为 39 千克，标准 EI 涡轮泵主机的重量为 44 千克，EI/CI 涡轮泵主机的重量为 46 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。

此仪器的基本组件包括：

- 框架 / 盖装配件
- 真空系统
- GC 界面
- 电子元件
- 质量分析器

真空规

MSD 可能配有（或订购）离子真空规。OpenLAB CDS Acquisition 软件可用来读取歧管真空系统中的压力（高真空）。本手册中介绍了真空规控制器的操作。

表 3 5977B 系列 MSD 功能

特性		
高真空泵	扩散泵	涡轮泵
最佳 He 柱流量（mL/min）	1	1 到 2
建议的最大 气体流量（mL/min）*	1.5	4
最大气体流量（mL/min）†	2	6.5
最大色谱柱内径	0.25 毫米（30 米）	0.53 毫米（30 米）
可用的惰性离子源	是	是
GC 兼容性	6890/7820/7890 系列	6890/7820/7890 系列
可用的前级泵	Pfeiffer Duo 2.5	Pfeiffer Duo 2.5, MVP-070-3, MVP-070-3C, IDP3 24V
DIP‡ 功能（第三方）	是	是

* 流入 MSD 色谱柱的总气体流量：柱流量 + 反应气流量（如果适用）。基于氦气使用。对于其他气体，最大流速会有所变化。

† 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 5977B 系列 GC/MSD 系统，显示中带 Agilent 7890B GC

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
- 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：

- 仪器内的所有电子电路板
- 与这些电路板相连的内部线缆
- 与任何加热器相连的连接线（柱箱、检测器、进样口或阀箱）

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取下外壳。

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。

如果其中一根主保险丝出现故障，MSD 将会关闭，但为了安全考虑，应关闭 MSD 电源并拔出电源线。不必让气体进入分析器腔体。

警告

切勿在 MSD 连接电源时更换主保险丝。

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。

许多部件都带有危险的高温

GC/MSD 中的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
- 扩散泵
- 加热的 MSD 离子源、接口和四极杆

务必将系统的这些部件冷却到室温后再进行维护。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，请使用扳手并佩戴手套。在开始对仪器的部件进行维护前，请尽可能待其冷却。

警告

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
- 处理绝缘材料后使用中性肥皂和凉水洗手。

前级泵下的油盘可能会是一个火灾隐患

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（低真空）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。保持滑油盘清洁，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、检测器燃气，存在潜在的危险。

警告

使用氢气 (H_2) 作为载气或燃料气时，应了解氢气可能会流入 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
- 高压气体钢瓶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，并应知道在确信或怀疑有氢气积聚时采取何种预防措施。（请参阅表 4（第 20 页）。）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
MS 关闭	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。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关闭载气流速。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。
MS 手动关闭阀已关闭	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	可以是有意关闭 GC。也可能因内部或外部故障造成意外关闭。不同的 GC 反应的方式也不同。如果关闭配有电子压力控制 (EPC) 的 7890 系列 GC，则 EPC 会停止载气流速。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速，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。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 系统或 GC/MS 系统时应注意以下事项。

警告

必须拆下 5977B 系列 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。

警告

您必须确保分析仪侧板上的顶部指旋螺钉已用手拧紧。请勿过度拧紧指旋螺丝，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

- 避免载气管线泄漏。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源等）。
- 切勿让高压气体钢瓶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 GC 或 MSD 时都要关闭氢气源。
- 每次卸真空 MSD 时都要关闭氢气源。（没有载气流时，请勿加热毛细管柱。）
- 每次关闭 MSD 中的关闭阀时都要关闭氢气源。（没有载气流时，请勿加热毛细管柱。）
- 电源出现故障时，关闭氢气源。

1 简介

- 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泄漏现象。务必确保将前级泵废气和 GC 进样口排放到通风橱。

安全与规范认证

5977B 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

5977B 系列 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。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



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

5977B 系列 MSD 符合 RoHS 要求。

信息

Agilent Technologies 5977B 系列 MSD 符合以下 IEC 分类：设备类 I，实验室设备，安装类别 II，污染程度 2。

此设备经过符合国际公认的安全标准的设计与检测。其设计为供室内使用。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，请参阅随附的说明。



表示高温表面。



表示危险电压。



表示接地终端。



表示存在潜在爆炸危险。



或者



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

该设备符合 CISPR 11 的要求。设备运行受以下两个条件约束：

- 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。

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

噪音发射声明

声压

根据 EN 27779:1991 规范，声压 $L_p < 70$ dB。

根据 EN ISO 3744:1995 规范，声压 $L_p < 70$ dB。

使用方法

必须仅按照 **Agilent** 产品用户指南中说明的方法来使用 **Agilent** 产品。任何其他使用方法可能会导致产品损坏或人身伤害。对于由于不正确地使用产品、未经授权对产品进行更改、调整或修改、未能遵照 **Agilent** 产品用户指南中的操作过程或产品的使用违反适用的法律、法规或规定所造成的所有损害，**Agilent** 概不负责。

产品的清洁 / 回收利用

清洁仪器时，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。

意外的液体洒落

请不要将液体洒落到 **MSD** 上。如果液体意外洒落到 **MSD** 上，先切断电源。**MSD** 断开所有电源之后，干燥所有受影响的零件。如果溅出的液体影响了电子元件，等待至少 24 小时，具体依环境湿度而定。等待零件干燥时，请致电本地 **Agilent** 服务代表。

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真空和较高温度。如果打算移动或存放 **MSD**，需要采取一些额外预防措施。

- **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) – 需要 2 根
- 螺丝起子，平头 (8730-0002)

主保险丝出现故障的原因很可能是前级泵存在问题。如果 MSD 中的主保险丝出现故障，请检查前级泵。



步骤

- 1 放空 MSD 并将电源线从电源插座拔出。

如果其中一根主保险丝出现故障，MSD 将会关闭，但为了安全考虑，应关闭 MSD 电源并拔出电源线。不必让气体进入分析器腔体。

警告

切勿在 MSD 连接电源时更换主保险丝。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须关闭氢气流。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。在操作使用氢气的 MSD 之前，请阅读“[氢气安全](#)”（第 18 页）。

- 2 逆时针旋转其中一个保险丝盒，直至其弹出。保险丝盒为弹簧加压式。（请参阅图 2（第 28 页）。）
- 3 从保险丝盒中取出旧的保险丝。
- 4 在保险丝盒中安装新的保险丝。
- 5 重新安装保险丝盒。

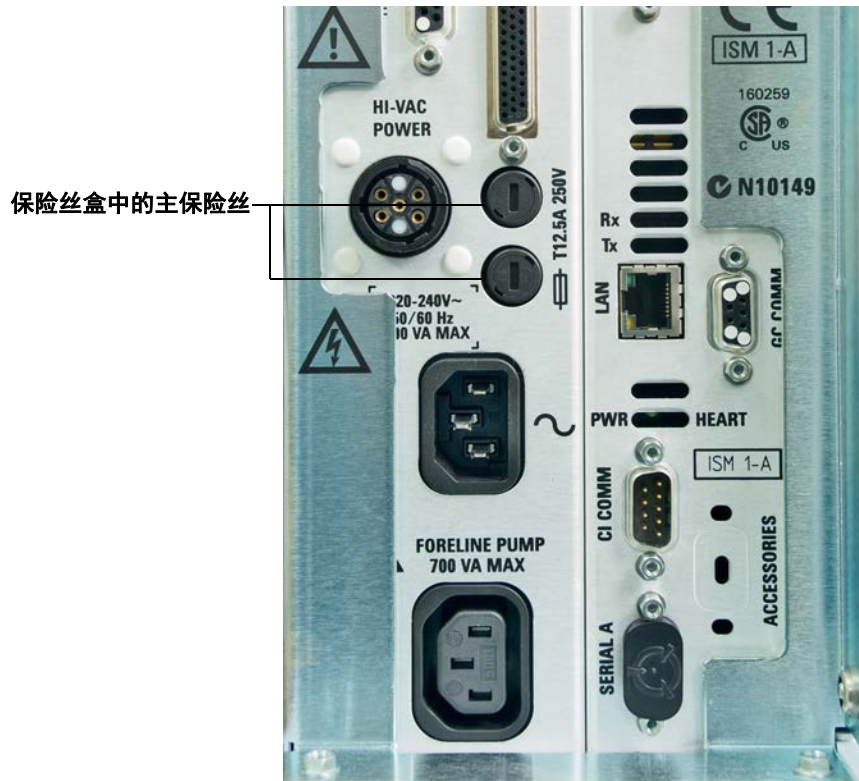


图 2 主保险丝

- 6 针对其他保险丝重复步骤 3 至 5。务必更换两根保险丝。
- 7 将 MSD 电源线重新连接到电源插座。
- 8 对 MSD 抽真空。

2

安装 7890/7820/6890/6850 GC 色谱柱

色谱柱	30
在分流 / 不分流进样口中安装毛细管柱	32
老化毛细管柱	35
使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中	36
使用标准色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中	41
安装接口端密封垫	44
校正柱流量的线性速度	46
7890B 系列 GC 的 GC/MSD 接口	49

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。



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 的柱流量不应超过建议的最大流速。因此，对色谱柱的长度、直径和流速均有限制。超过建议的流速会导致质谱图性能和灵敏度降低。

请记住，柱流量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“校正柱流量的线性速度”（第 46 页）。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 气体流量

特性	气体流量	
	扩散泵	涡轮泵
高真空泵	扩散泵	涡轮泵
最佳 He 柱流量 (mL/min)	1	1 到 2
建议的最大气体流量 (mL/min)*	1.5	4
最大气体流量 (mL/min)†	2	6.5
最大色谱柱内径	0.53 mm (30 米)	0.53 mm (30 米)
CI 和智氢洁离子源硬件功能‡	否	是

* 流入 MSD 色谱柱的总气体流量：柱流量 + 反应气流量（如果适用）。基于氦气使用。对于其他气体，最大流速会有所变化。

† 谱图性能和灵敏度有可能降低。

‡ OpenLAB CDS 2.1 中不支持 CI 模式下的操作或使用智氢洁离子源选项操作。

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“老化毛细管柱”（第 35 页）。）

载气通常会带走一小部分毛细管柱固定相。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。热循环密封圈在运行应用程序前达到其最大工作温度能减少组件中的泄漏。

技巧与提示

- 5977B 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。
- 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。在两三次热循环后检查松紧度，或使用自紧色谱柱螺母。
- 处理色谱柱时（尤其是接触即将插入 GC/MSD 接口的一端时），请务必戴上干净的手套。

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”（第 18 页）。

警告

处理毛细管柱时，请务必配戴护目镜。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 英寸活扳手 (8710-0510)
- 毛细管柱
- 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)
- 入口色谱柱螺帽 (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。在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

警告

处理毛细管柱时, 请务必配戴护目镜。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 或质量分析器腔体中的部件时, 请始终戴上干净的手套。



步骤

- 1 将柱箱和入口冷却到室温。
- 2 佩戴干净的手套，按下色谱柱，让其通过隔垫（需要一定的压力）。然后将色谱柱螺母和已老化的密封垫圈滑入色谱柱的自由端。（请参阅图 3。）垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺母的一端。

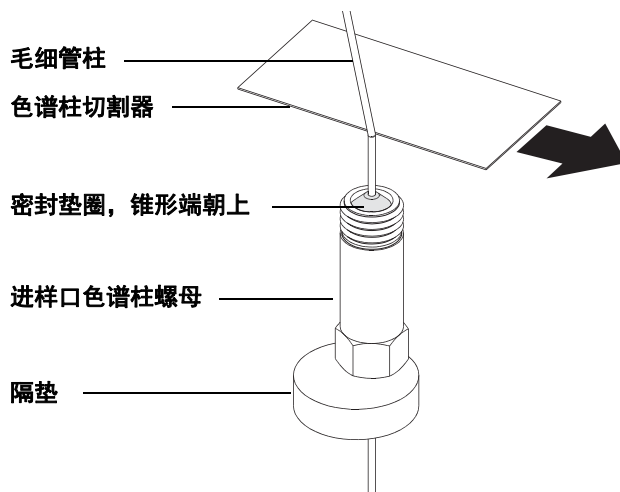


图 3 准备安装毛细管柱

- 3 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米或更多的位置刻线。
- 4 握住色谱柱的同时，在刻线处截去其末端。
- 5 检查切割端是否有锯齿状边缘或毛口。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。（请参阅图 4。）

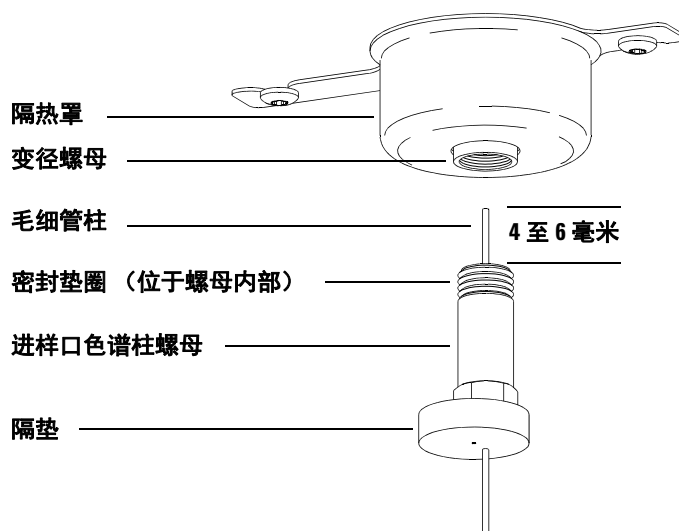


图 4 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管柱

- 8 将隔垫向上滑动到螺母底部，以便固定正确的色谱柱插入长度。
- 9 将色谱柱插入进样口。
- 10 将螺母沿色谱柱向上插入进样口底部并用手指拧紧螺母。
- 11 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺母的底部对齐。
- 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 打开载气流速。
- 14 将色谱柱的自由端浸入异丙醇中，检验是否有载气流速。查看气泡。

另请参见

有关安装毛细管柱的详细信息，请参考为获得高性能 MS 分析，在 GC 中优化不分流进样，Agilent Technologies 刊号 5988-9944EN。

老化毛细管柱

所需材料

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

警告

不要使用氢气来老化毛细管柱。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。在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。



步骤

- 1 将色谱柱安装在 GC 进样口中。（请参阅“在分流 / 不分流进样口中安装毛细管柱”（第 32 页）。）
- 2 设置最低流速 (30 cm/s) 或使用色谱柱制造商建议的流速。在室温下通载气 15 到 30 分钟除去色谱柱中的空气。
- 3 设置柱箱程序升温：从室温到色谱柱的最高使用温度。
- 4 升温速率为 10 到 15°C/ 分钟。
- 5 在最高温度保持 30 分钟。

小心

在 GC/MS 的接口、GC 柱箱或进样口中，温度都不得超过色谱柱最高温度。

- 6 将 GC 柱箱温度设置为 30°C，并等待 GC 进入就绪状态。
- 7 将色谱柱与 GC 接口连接。（请参阅“使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中”（第 36 页）。）

使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中

此步骤可用于通过 Agilent 推荐的自紧色谱柱螺母将毛细管柱直接安装到质量分析器中。

所需材料

- 接口端密封垫 (G3870-20542) (见 图 6 (第 38 页)。) (未用于 EI SS 或惰性离子源)
- 尖端密封垫弹簧 (G7005-20024),
- 色谱柱切割器, 陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 手电筒
- 放大镜
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 用于 GC\MS 接口 (5190-5233) 的自紧色谱柱螺母
- 密封垫圈, 聚酰亚胺
 - 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)
- 隔垫 (可以是旧的、使用过的进样口隔垫)
- 护目镜



步骤

小心

在处理任何将置入 GC 或质量分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 老化色谱柱。（请参阅“老化毛细管柱”（第 35 页）。）

警告

质量分析器腔体内部存在危险电压，会导致严重伤害。不要出于任何原因打开质量分析器腔体门。如果确实需要检修，经过培训的维修人员必须首先从建筑物电源断开仪器连接。

- 2 放空 MSD 并打开质量分析器腔体。（请参阅“放空 MSD”（第 102 页）和“打开分析器腔体”（第 118 页）。）确保您可以看到 GC/MS 接口的末端。

警告

GC 工作时温度很高。在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 3 从 GC/MS 接口的末端取出绝缘尖端（如果已安装）。
- 4 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。
- 5 将色谱柱滑入 GC/MS 接口。
- 6 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置划线。
- 7 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。
- 8 检查切割端是否有锯齿状边缘或毛口。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 6 和 7。
- 9 使用酒精擦拭端部。

2 安装 7890/7820/6890/6850 GC 色谱柱

10 调整色谱柱，使其超出传输线末端指定距离。

对于 EI XTR、SS 或惰性离子源安装（请参阅图 5），色谱柱会延长约 1 毫米。

对于 EI HES 安装（见 图 6），色谱柱延长 4 到 5 mm。

如有必要，请使用手电筒和放大镜查看质量分析器腔体内部色谱柱的端部。不要用手指触摸色谱柱的末端。

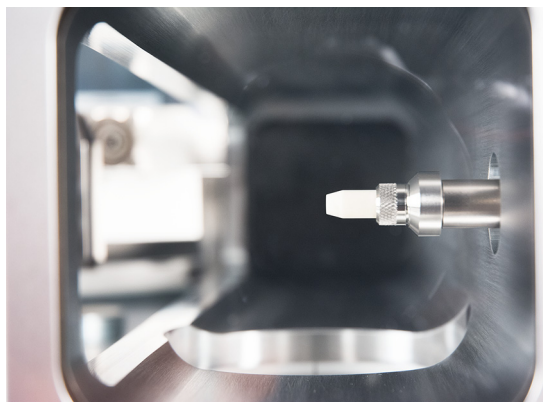


图 5 将毛细管柱安装在 EI EXT、SS 或惰性离子源的 GC/MS 接口中。



图 6 将毛细管柱安装在 EI HES 离子源的 GC/MS 接口中。

- 11 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。切勿过度拧紧螺母。
- 12 按顺时针方向拧紧此螺母。继续拧紧，直到您感觉密封垫圈抓住色谱柱。
- 13 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。



图7 将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中

小心

在将绝缘尖端放在 GC/MS 接口时，请小心，以避免损坏色谱柱。

- 14 将绝缘尖端密封垫和弹簧安装在 GC/MS 接口。（请参阅“安装接口端密封垫”（第 44 页）。）EI SS 或惰性离子源切勿使用端密封垫或弹簧。这些源的接口上无法安装尖端密封垫。（请参阅图 44（第 141 页）。）

15 仔细检查离子源和接口尖端密封垫是否对准。

当离子源正确对准时，除了来自接口尖端密封垫的弹簧张力外，可以毫无阻力地关闭质量分析器腔体。

小心

如果这些部件没有对准便强行关闭质量分析器门可损坏尖端密封垫、接口或离子源，或使侧板不能密封。

16 可通过在铰链上扭动侧板将离子源和接口尖端密封垫对准。如果此门仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。

17 关闭分析器腔体门。（请参阅“[关闭分析器腔体](#)”（第 161 页）。）

使用标准色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中

此步骤适用于将毛细管柱直接安装到质量分析器中。有两种类型的色谱柱螺母可以在 GC/MS 接口中使用：此处介绍的标准色谱柱螺母以及在“使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中”（第 36 页）中介绍的自紧色谱柱螺母。

所需材料

- 接口端密封垫 (G3870-20542)（请参阅图 5（第 38 页）和图 6（第 38 页）。）（未用于 EI SS 或惰性离子源）
- 尖端密封弹簧 (G7005-20024)（不能用于 SS 或惰性 EI 离子源）
- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 手电筒
- 放大镜
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 接口色谱柱螺母 (05988-20066)
- 密封垫圈
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱 (5062-3507)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径为 0.20 和 0.25 毫米的色谱柱 (5062-3508)
 - 内径为 0.5 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3506)
 - 内径为 0.8 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3512)
- 隔垫（可以是旧的、使用过的进样口隔垫）
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸活扳手 (8710-0510)



步骤

小心

在处理任何将置入 GC 或质量分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 老化色谱柱。（请参阅“老化毛细管柱”（第 35 页）。）

警告

质量分析器腔体内部存在危险电压，会导致严重伤害。不要出于任何原因打开质量分析器腔体门。如果确实需要检修，经过培训的维修人员必须首先从建筑物电源断开仪器连接。

- 2 放空 MSD 并打开质量分析器腔体。（请参阅“放空 MSD”（第 102 页）和“打开分析器腔体”（第 118 页）。确保您可以看到 GC/MS 接口的末端。

警告

GC 工作时温度很高。在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 3 从 GC/MS 接口的末端取出绝缘尖端（如果已安装）。
- 4 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。
- 5 将色谱柱滑入 GC/MS 接口。
- 6 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置划线。
- 7 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。
- 8 检查切割端是否有锯齿状边缘或毛口。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 6 和 7。
- 9 使用酒精擦拭端部。

10 调整色谱柱，使其超出传输线末端指定距离。

对于 **XTR、SS 或惰性离子源安装**（请参阅图 5（第 38 页）），色谱柱会延长约 1 毫米。

对于 **EI HES 安装**（见图 6（第 38 页）），色谱柱延长 4 到 5 mm。

如有必要，请使用手电筒和放大镜查看质量分析器腔体内部色谱柱的端部。不要用手指触摸色谱柱的末端。

11 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。切勿过度拧紧螺母。

12 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。

13 将螺母拧紧 1/4 到 1/2 圈。

14 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。

小心

在将绝缘尖端放在 GC/MS 接口末端时，请小心，以避免损坏色谱柱。

15 将绝缘尖端密封垫和弹簧安装在 GC/MS 接口。（请参阅“安装接口端密封垫”（第 44 页）。）EI SS 或惰性离子源切勿使用端密封垫或弹簧。这些源的接口上无法安装尖端密封垫。（请参阅图 44（第 141 页）。）

16 仔细检查离子源和接口尖端密封垫是否对准。

当离子源正确对准时，除了来自接口尖端密封垫的弹簧张力外，可以毫无阻力地关闭质量分析器腔体。

小心

如果这些部件没有对准便强行关闭质量分析器门可损坏尖端密封垫、接口或离子源，或使侧板不能密封。

17 可通过在铰链上扭动侧板将离子源和接口尖端密封垫对准。如果此门仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。

18 关闭分析器腔体门。（请参阅“关闭分析器腔体”（第 161 页）。）

安装接口端密封垫

所需材料

- 接口端密封垫 (G3870-20542)

EI XTR 离子源和 HES 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。佩戴接地的防静电腕带并采取其他防静电预防措施，**然后**打开质量分析器腔体。



步骤

- 1 验证 EI XTR 源或 HES 已安装。安装了 EI SS 或惰性源时不能安装此尖端密封垫及其弹簧。
- 2 将尖端密封弹簧放到接口末端。
- 3 从离子源存放盒中取出接口端密封垫，将其放在接口端上。

接口端密封垫

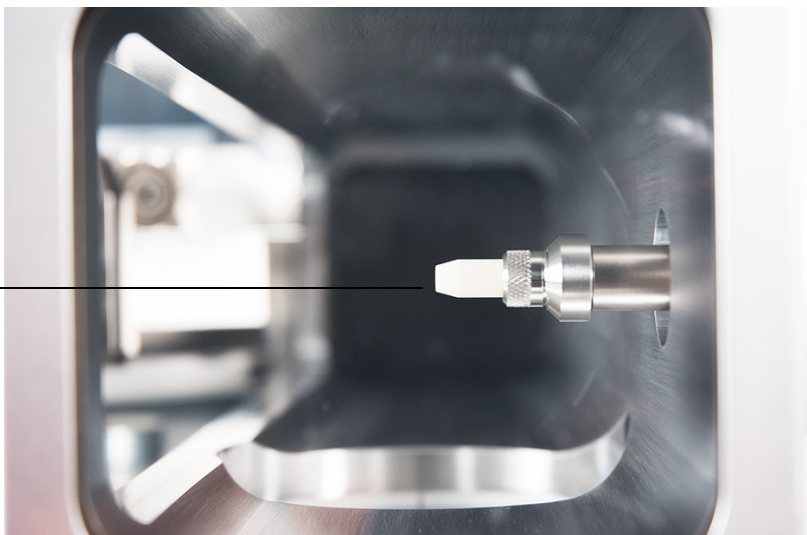


图 8 接口端密封垫

4 仔细检查分析器和接口是否对准。

当质量分析器正确对准时，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质量分析器。

小心

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

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

校正柱流量的线性速度

必须在使用 MS 之前校正毛细管柱。

步骤

- 1 设置用于不分流手动进样的数据采集，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 μ L 空气注入 GC 进样口，然后按 [开始运行]
- 4 等待，直到 m/z 28 的峰洗脱出来。请注意保留时间。
- 5 在 OpenLAB 中，选择“方法”布局，然后单击 **Agilent GC > 配置 > 色谱柱**。
- 6 从表中选择已安装的色谱柱。
- 7 单击**校正**以显示**校正色谱柱**对话框。

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

计算色谱柱直径

GC 条件

如果条件和调用的方法不同，请在下面输入它们。

温度：

30 °C

色谱柱入口压力：

10 psi

色谱柱出口压力：

0 psi

☒ 真空

气体类型：

He

未保留峰的滞留时间：

1.1887 min

	当前	计算值
长度	30 m	30 m
▶ 内径	250 µm	250 µm
滞留	1.1887 min	1.1887 min

确定

取消

图 9 校准色谱柱长度对话框

- 9 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。更改与您在方法中使用的参数有所不同的参数。
- 10 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。
- 11 单击**确定**保存更改并退出对话框。
- 12 单击**校正色谱柱**对话框中的**确定**以保存校正。

对于诸如 MSD 使用的毛细管柱，通常是测量线速度而非流量。

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

计算体积流率

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

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

7890B 系列 GC 的 GC/MSD 接口

GC/MSD 接口是插入到 MSD 中用于毛细管柱的加热管道。（请参阅图 10。）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 接口还具有一个保护壳，此壳应保留在原来的位置。

接口的一端穿过 GC 的一侧并延伸进入柱箱。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。毛细管色谱柱末端稍微超出色谱柱导管末端进入到电离室。

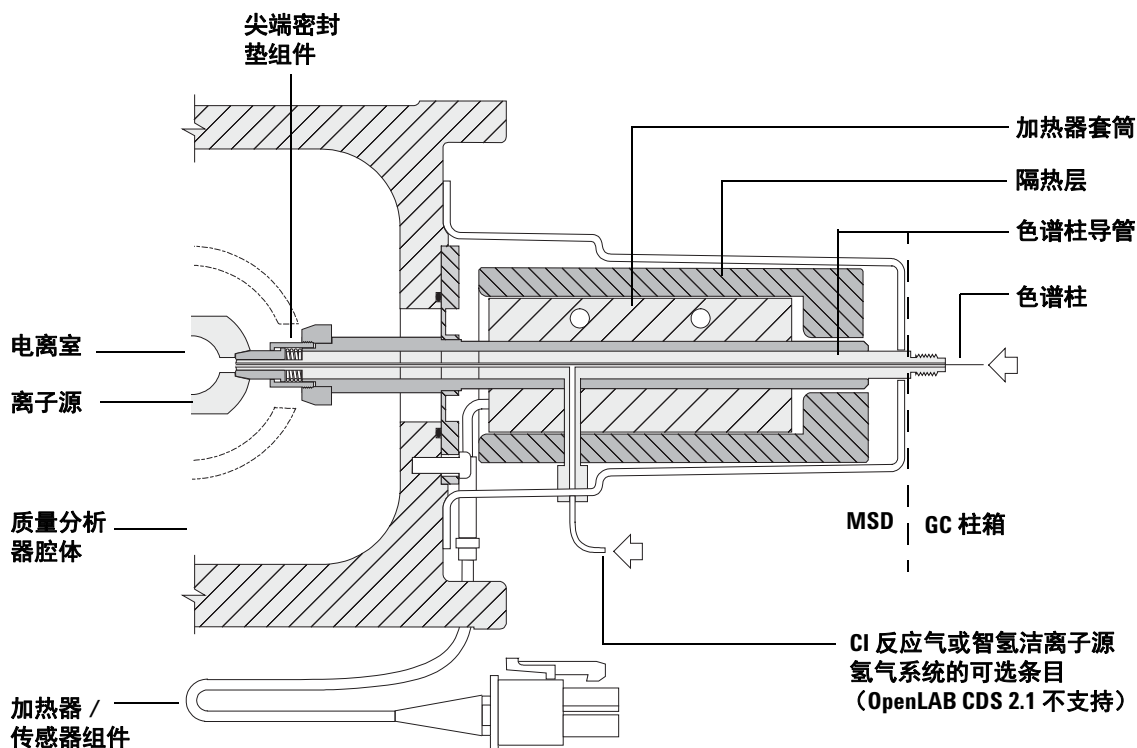


图 10 带 EI XTR、HES 和 CI 离子源 7890B GC 的 GC/MSD 接口

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。一般来说，加热器由 6890 系列 GC 上的第 2 辅助加热区提供能量并进行控制。可在 Agilent MassHunter GC/MS Acquisition 软件或 GC 上设置接口温度。接口中的热电偶传感器可监测温度。

GC/MSD 接口应运行于 250 ° 至 350 °C 范围内。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。

GC/MSD 接口可用于 EI 和 CI 离子源 EI XTR、HES 和 CI 离子源需要一个尖端密封垫组件。尖端密封垫和弹簧会干扰 EI SS 和惰性离子源，因此使用这些源时必须取下。

（请参阅“使用自紧色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中”（第 36 页）和“使用标准色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中”（第 41 页））。

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。

3

Intuvo 9000 GC 色谱柱维护

色谱柱	52
更换 Intuvo GC 色谱柱	55
更换 Intuvo 9000 GC 垫圈	59
安装色谱柱预柱或跳接片	60
更换 9000 GC/MS 尾部	64
安装接口端密封垫	69
9000 系列 GC 的 GC/MS 接口	70

本章介绍了如何安装 Agilent Intuvo 色谱柱，如何通过 GC/MS 接口将流路连接到离子源，以及如何维护色谱柱预柱。

将 *Agilent Intuvo 9000* 气相色谱仪与 MS 联用时，目前不支持化学电离 (CI) 和智氢洁离子源系统。



色谱柱

MS 可使用的 Intuvo 9000 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 MS 的柱流量不应超过建议的最大流速。因此，对色谱柱的长度和流速均有限制。超过建议的流速会导致质谱图性能和灵敏度降低。

记住色谱柱流速可能依温度而有所变化，需要测量实际流速。使用 表 6 确定可接受的色谱柱流量并另请参见。

表 6 气体流量

特性	气体流量
高真空泵	涡轮泵
最佳氦气色谱柱流速，毫升 / 分钟（载气）	1 到 2
建议的最大气体流速 (mL/min) *	4 到 6
最大气体流量 (mL/min) †	6.5
最大色谱柱内径	0.53 毫米（长度为 30 米）

* 流入 MS 的总气体流量 = 色谱柱流量

† 质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/MS 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 MS 离子源中。这样会降低 MS 的灵敏度，而且需要清洗离子源。

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/MS 接口之前，应先进行老化。（请参见第 68 页上的“老化 Intuvo 毛细管色谱柱”。）

技巧与提示

- 始终使用纯度高于或等于 99.9995% 的载气。
- 在处理组件的棘爪和运行连接器时，应始终戴上干净的手套。
- 在处理垫圈时，应始终戴上干净的手套。
- 在处理 9000 GC/MS 尾部时，应始终戴上干净的手套。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须关闭氢气流。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。在操作使用氢气的 MS 之前，请阅读“氢气安全”（第 18 页）。

处理 Intuvo 9000GC 色谱柱和 Bus 组件

Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪 (Intuvo 9000 GC) 不使用传统的密封垫圈和螺母，作为大多数色谱柱和流路密封措施。在传统的气相色谱仪连接中，密封是通过让色谱柱或管子周围的软密封垫圈变形实现的，而第二道密封是在密封垫圈和接头之间形成的。然而，Intuvo 9000 GC 棘爪和运行连接使用的是密封系统，这种系统基于平面之间的接点。与传统的密封垫圈密封相比，这些连接不会泄漏，而且便于实现。

进行这些密封时，请遵循一些简单的指导方针：

- 不要用裸露的皮肤或脏手套触摸棘爪和运行密封面。皮肤上的油污可能会对流路表面造成污染。
- 仅使用提供的 Intuvo 9000 GC 扭矩螺丝刀拧紧 Intuvo 压紧螺栓。
- 避免刮伤或使棘爪和运行密封表面变形。
- 如果需要清洁密封表面，请使用干净的压缩空气。
- 每次安装色谱柱或 Intuvo 芯片时，请使用新的垫圈。

更换 Intuvo GC 色谱柱

该程序适用于使用单个色谱柱的 GC。如果要更换 2 个色谱柱，请参见 *Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪维护 GC 手册*。

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)
- Intuvo 垫圈，聚酰亚胺 5/pk，适用于温度 < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo 垫圈，镍 5/pk，适用于温度 350 °C 至 450 °C (5190-9073)
- 存放在柱温箱门的 Intuvo 扭矩扳手 (5190-9571)



步骤

警告

进样口、检测器、Bus 组件和色谱柱温度很高，足以造成灼伤。继续前，请将加热区冷却至安全的处理温度。

小心

处理通往分析器的流路中的部件或位于分析器内部的部件时，请始终戴上干净的手套。

- 1 准备 GC 以进行维护。
在 GC 面板中，选择**维护 > 色谱柱 > 执行维护 > 安装色谱柱 > 开始维护**。该程序会将进样口、检测器、色谱柱、预柱和流路加热区中的其他组件冷却至 < 40 °C 并配置 GC。按照屏幕上的 GC 提示操作。
- 2 在 MassHunter 数据采集中，放空 MS（请参见“[放空 MSD](#)”（第 102 页））。
- 3 如果使用氢气或其他易燃气体作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须关闭通往仪器的手动气体供应阀。

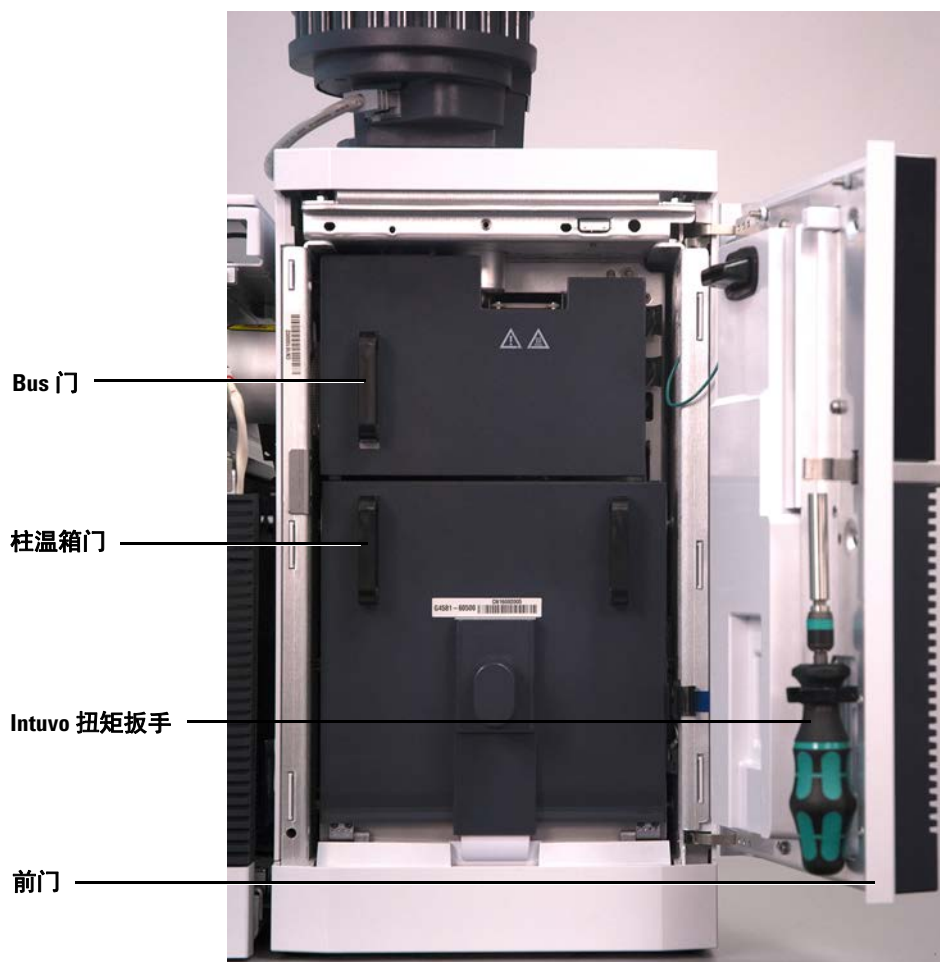


图 11 9000 GC 前门、Bus 门、柱温箱门和 Intuvo 扭矩扳手

- 4 打开 GC 前门。
- 5 打开 Bus 门，然后通过垂直上提门的铰链插销将其取下。
- 6 降低柱温箱门。
- 7 使用 Intuvo 扭矩扳手旋转所有四个色谱柱夹，将其从色谱柱的固定环上取下。

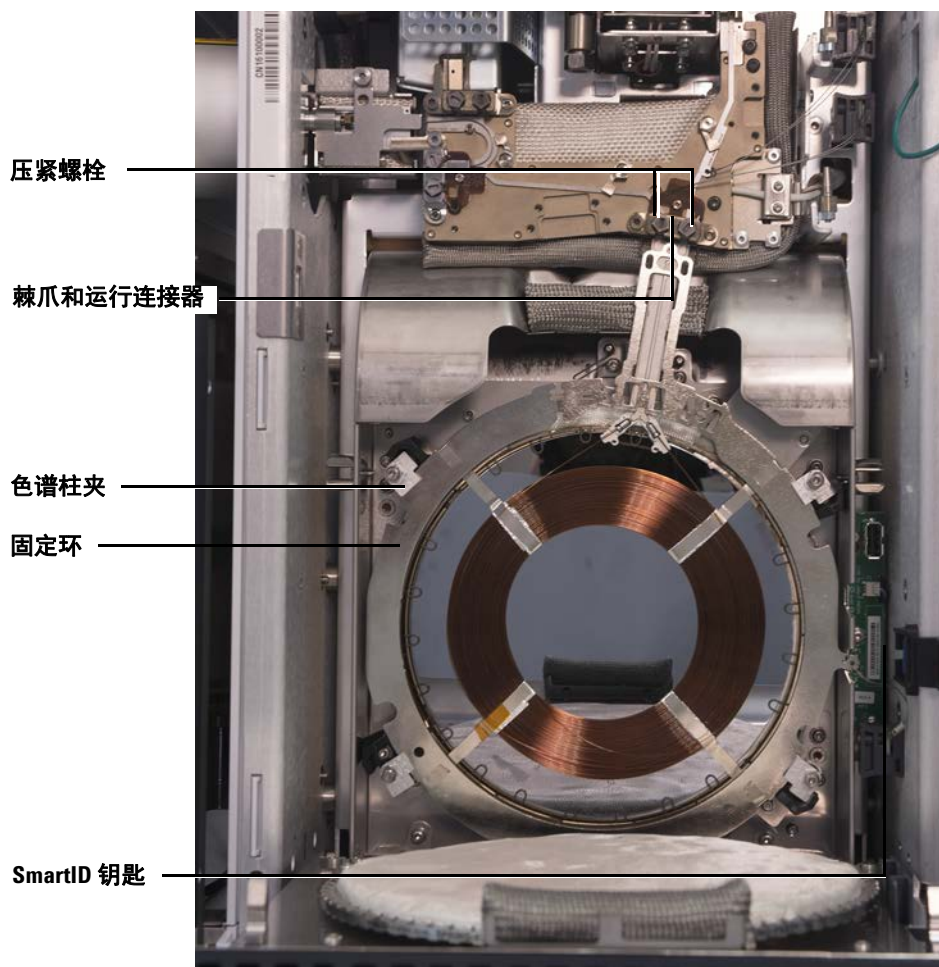


图 12 9000 GC 色谱柱和相关部件

- 8 将色谱柱 SmartID 钥匙从底部的 USB 端口拔出。
- 9 使用 Intuvo 扭矩扳手，请取下将色谱柱棘爪和运行连接器密封到 Bus 的两个压紧螺栓，然后收起来，以备以后使用。
- 10 根据色谱柱制造商的建议取下色谱柱，然后收起来，以备以后使用。
- 11 使用新的垫圈替换垫圈，以便最大色谱柱温度符合您方法的预期。（请参阅“更换 Intuvo 9000 GC 垫圈”（第 59 页）。）

- 12 确定流路中的所有 Intuvo 垫圈符合方法的最高色谱柱温度预期。使用温度额定值稍低、但温度额定值与方法兼容的垫圈替换垫圈。
- 13 将色谱柱的棘爪和运行连接器放到单色谱柱（右侧）Bus 接头。如果要在 GC 中安装 2 个色谱柱，请参见 GC 手册。
- 14 如图所示，将色谱柱连接的 Intuvo SmartID 钥匙插入底部的 USB 连接。
- 15 使用 Intuvo 扭矩扳手旋转色谱柱固定环上方的 4 个色谱柱夹的 1 c 调整片，以此固定新的色谱柱。
- 16 确定色谱柱的棘爪和运行连接器与垫圈齐平。
- 17 安装两个压紧螺栓，不用拧紧。

小心

使用 Intuvo 扭矩扳手拧紧压紧螺栓，直至听到咔哒声。拧得太紧可能会损坏流路，折断接头，从而导致泄漏。

-
- 18 拧紧压紧螺栓，直至您听到 Intuvo 扭矩扳手发出咔哒声。
 - 19 关上柱温箱门。
 - 20 安装 Bus 门。
 - 21 关上 GC 前门。

更换 Intuvo 9000 GC 垫圈

该程序假设您已经拆下来色谱柱、9000 GC/MS 尾部、或位于垫圈顶部且仪器温度低于 40 °C 的其他组件。

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)
- Intuvo 垫圈，聚酰亚胺 5/pk，适用于温度 < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo 垫圈，镍 5/pk，适用于温度 350 °C 至 450 °C (5190-9073)

步骤

警告

进样口、检测器、Bus 组件和色谱柱温度很高，足以造成灼伤。继续前，请将加热区冷却至安全的处理温度。

小心

处理通往分析器的流路中的部件或位于分析器内部的部件时，请始终戴上干净的手套。

- 1 将垫圈片从调整螺钉上取下，然后丢弃旧垫圈。当您戴着手套时，可以用镊子。
- 2 如果需要，请安装进样口或进样器薄片。安装新的垫圈前，必须安装所有薄片。
- 3 将垫圈从其包装中取出。检查垫圈，确保其未变形。两个圆形叶片是密封面。
- 4 将圆形垫圈叶片小心插入 Bus 棘爪和运行接头。请注意，垫圈是双面的。
- 5 将垫圈的孔放到 Bus 接头中的调整螺钉，然后朝着 Bus 将垫圈向下按。
- 6 检查垫圈的圆形叶片，确保其适合 Bus 棘爪和运行接头。

新的垫圈已经就绪，可以进行薄片或色谱柱连接了。

安装色谱柱预柱或跳接片

色谱柱预柱和跳接片均是一次性消耗品。安装会使薄片变形，从而形成很好的密封，因而不能重复使用安装错误的薄片。预柱无法清洁或调整。

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)
- 分流 / 不分流进样口 Intuvo 预柱， 2/pk (G4587-60565)
- 多模式进样口 Intuvo 预柱， 2/pk (G4587-60665)
- 分流 / 不分流进样口 Intuvo 跳接片， 2/pk (G4587-60575)
- 多模式进样口 Intuvo 跳接片， 2/pk (G4587-60675)
- Intuvo 垫圈，聚酰亚胺 5/pk，适用于温度 < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo 垫圈，镍 5/pk，适用于温度 350 °C 至 450 °C (5190-9073)
- 存放在柱温箱门的 Intuvo 扭矩扳手 (5190-9571)
- 7/16 英寸开口扳手



步骤

警告

进样口、检测器、Bus 组件和色谱柱温度很高，足以造成灼伤。继续前，请将加热区冷却至安全的处理温度。

小心

处理通往分析器的流路中的部件或位于分析器内部的部件时，请始终戴上干净的手套。

- 1 准备 GC 以进行维护。在 GC 面板中，选择**维护 > 进样口 > 预柱 > 准备维护 > 更换衬垫和预柱 > 开始维护**。该程序会将进样口、检测器、色谱柱、预柱和流路加热区中的其他组件冷却至 < 40 °C 并配置 GC。按照屏幕上的 GC 提示操作。
- 2 在 MassHunter 数据采集中，放空 MS（请参见“**放空 MSD**”（第 102 页））。

- 3 请等待 GC 达到就绪状态，该状态表明组件已冷却至 40 °C 以下且已放空组件，然后再继续该程序中的步骤。
- 4 如果使用氢气或其他易燃气体作为载气或将其用于智氢洁离子源系统，则关闭 MSD 电源之前必须关闭通往仪器的手动气体供应阀。
- 5 如果在进样口安装了 ALS 进样器，请将其拆下。
- 6 取下进样口盖。

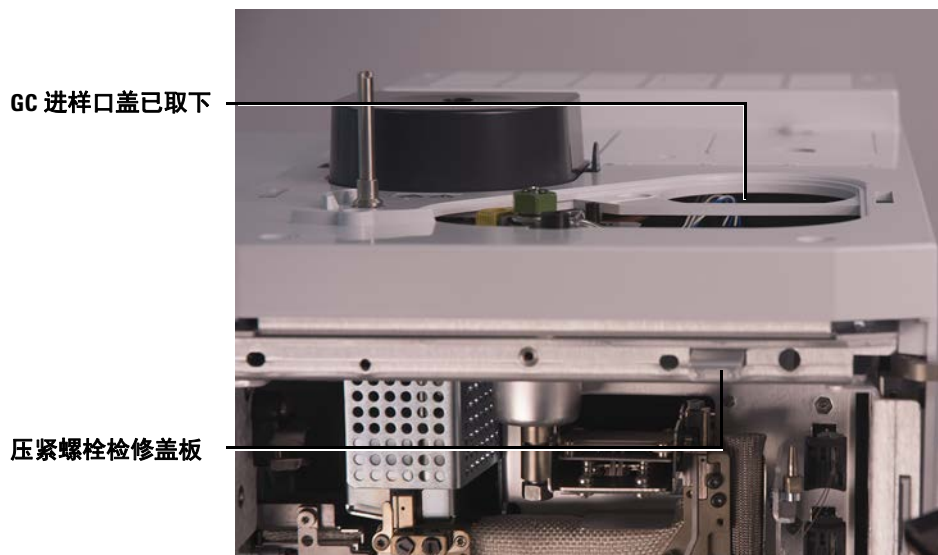


图 13 GC 进样口盖和压紧螺栓检修盖板

- 7 打开 GC 前门。
- 8 打开 Bus 门，然后通过垂直上提门的铰链插销将其取下。
- 9 将压紧螺栓检修盖板拉出，以便扭矩扳手触及预柱压紧螺栓。

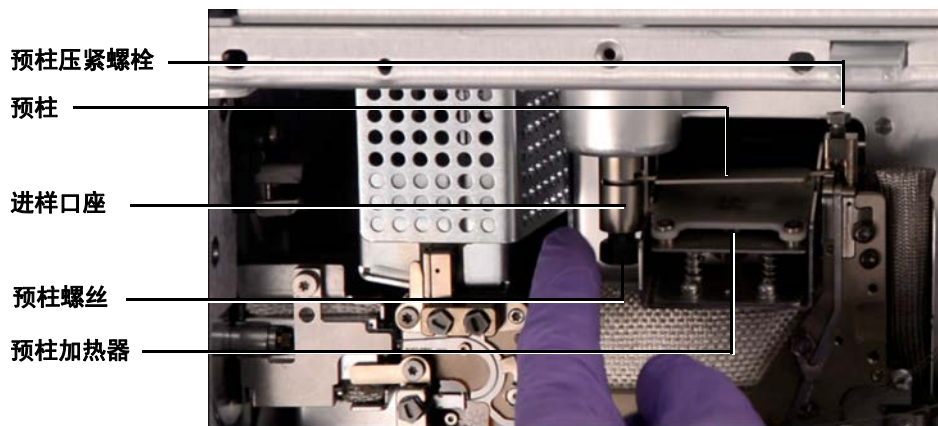


图 14 预柱和相关部件

- 10 使用 7/16 英寸开口扳手拧松进样口座中的预柱螺丝。
- 11 用手轻轻转动预柱加热器组件前部，将其取下并露出预柱。
- 12 使用 Intuvo 扭矩扳手拧松预柱压紧螺栓。
- 13 将轴套上方的预柱调整片的右侧抬起，然后旋转并将其从 Bus 连接中取出。
- 14 将预柱的左侧从进样口座拆下。
- 15 安装新的预柱。首先将预柱较大的一端插入进样口座，然后将较小的一端旋转到 Bus 连接中，将其调整片抬到轴套上，最后插入安装槽。
- 16 用手拧紧压紧螺栓。
- 17 升高预柱加热器。
- 18 用手拧紧进样口座中的预柱螺丝。
- 19 使用 7/16 英寸开口扳手将进样口座中的预柱螺丝拧紧。

小心

使用 Intuvo 扭矩扳手拧紧压紧螺栓，直至听到咔哒声。拧得太紧可能会损坏流路，折断接头，从而导致泄漏。

- 20** 使用提供的扭矩扳手拧紧预柱压紧螺栓，直至听到咔哒声。
- 21** 安装进样口盖。
- 22** 将 Bus 门安装在其铰链上，然后将其关上。
- 23** 关上 GC 前门。
- 24** 如果拆下了 ALS 进样器，请将其重新装回。

更换 9000 GC/MS 尾部

如果您切换至需要不同 9000 GC/MS 尾部的离子源、更换泄漏的垫圈或受污染的 9000 GC/MS 尾部，或将 9000 GC 与 MS 分离，需要执行该程序。

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)
- 9000 GC/MS 尾部，与标准离子源配合使用 (G4590-60009)
- 9000 GC/MS 尾部，与 HES 配合使用 (G4590-60109)
- Intuvo 垫圈，聚酰亚胺 5/pk，适用于温度 < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo 垫圈，镍 5/pk，适用于温度 350 °C 至 450 °C (5190-9073)
- 存放在柱温箱门的 Intuvo 扭矩扳手 (5190-9571)
- 7/16 英寸开口扳手



步骤

警告

进样口、检测器、Bus 组件和色谱柱温度很高，足以造成灼伤。继续前，请将加热区冷却至安全的处理温度。

小心

处理通往分析器的流路中的部件或位于分析器内部的部件时，请始终戴上干净的手套。

- 1 放空 MS（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）出现提示时，请将离子源、四极杆、进样口、检测器、色谱柱、预柱、9000 GC/MS 尾部和流路加热区中的其他组件的温度设置为 < 40 °C。
- 2 如果使用氢气或其他易燃气体作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须关闭通往仪器的手动气体供应阀。
- 3 请等待 GC 达到就绪状态，该状态表明组件已冷却至 40 °C 以下，然后再继续该程序中的步骤。
- 4 打开分析器腔体。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）

- 5 拧下尖端密封垫支架上的尖端密封垫并从 GC/MS 接口上取下尖端密封垫和弹簧。(请参见第 69 页上的“接口端密封垫”。)
- 6 确保 MS 已经与 GC 对齐。如果 GC/MS 未对齐,则传输线固定螺丝将很难拧紧。
- 7 打开 GC 前门。
- 8 打开 Bus 门,然后通过垂直上提门的铰链插销将其取下。
- 9 使用 Intuvo 扭矩扳手,拧下固定 9000 GC/MS 尾部棘爪和运行 Bus 连接的压紧螺栓。也将空的 Bus 连接中的螺栓拧下。

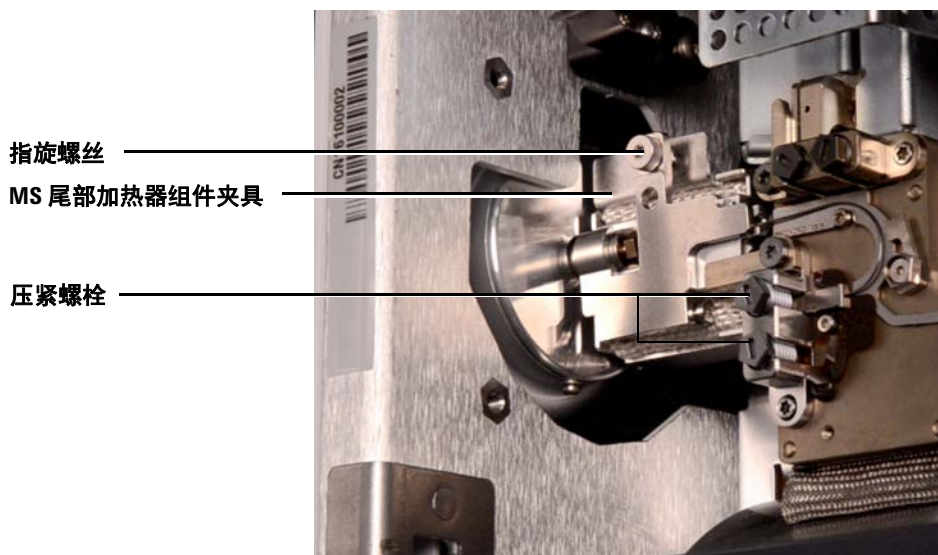


图 15 MS 尾部加热器组件夹具已关闭

- 10 拧松夹具顶部的指旋螺丝并将夹具拧下,以此打开 MS 尾部加热器组件。
- 11 将 MS 尾部加热器组件回推几毫米。磁铁会吸住远离 9000 GC/MS 尾部的加热器组件。

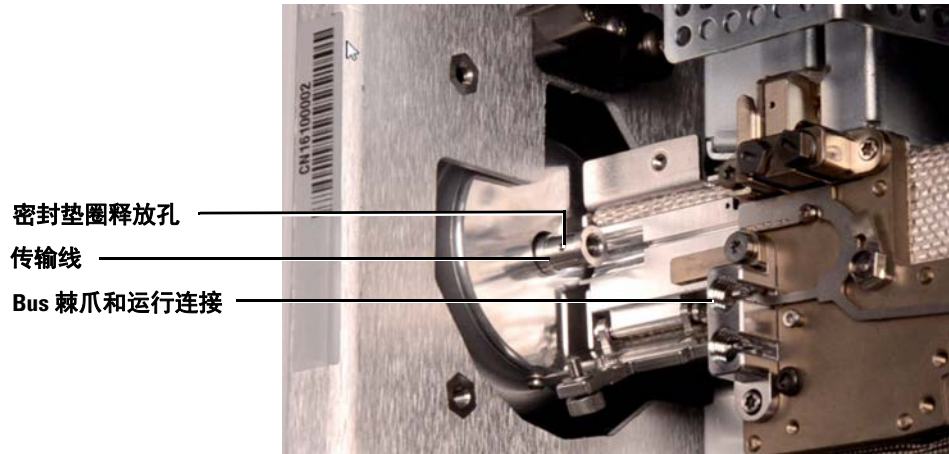


图 16 MS 尾部加热器组件夹具打开，9000 GC/MS 尾部已取下

- 12 将 9000 GC/MS 尾部从传输线和 Bus 取下。
如果密封垫圈被卡住，请用带尖的物体（例如回形针）插入传输线末端的密封垫圈释放孔。



图 17 从 GC/MS 接口取下 9000 GC/MS 尾部

- 13 更换垫圈。（请参阅“[更换 Intuvo 9000 GC 垫圈](#)”（第 59 页）。）
- 14 将 9000 GC/MS 尾部小心地滑到 GC/MS 接口，然后将棘爪和运行连接轻轻放到 Bus 连接中。
- 15 检查 9000 GC/MS 尾部棘爪和运行接头，确保其平放于 Bus 连接的垫圈中。
- 16 将 9000 GC/MS 尾部的色谱柱螺母拧到传输线螺纹连接器上，用手拧紧，然后使用 ¼ 英寸扳手将螺母继续拧紧 20 至 30 度。
- 17 安装两个压紧螺栓，不用拧紧。

小心

使用 Intuvo 扭矩扳手拧紧压紧螺栓，直至听到咔哒声。拧得太紧可能会损坏流路，折断接头，从而导致泄漏。

- 18 拧紧一个压紧螺栓，直至您听到 Intuvo 扭矩扳手发出咔哒声。
- 19 将另一个螺栓装到空的棘爪和运行 Bus 连接器，不必拧紧。
- 20 将 MS 尾部加热器组件朝着 9000 GC/MS 尾部拉动几毫米，直至发生接触。
- 21 关闭 MS 尾部加热器组件夹具，然后用手拧紧指旋螺丝，将其固定。
- 22 将 Bus 门安装在其铰链上，然后将其关上。
- 23 关上 GC 前门。
- 24 将绝缘尖端密封垫和弹簧安装在 GC/MS 接口。对齐，轻轻滑动，将尖端密封垫拧到尖端密封垫支架上。（请参见第 69 页上的“[安装接口端密封垫](#)”。）
- 25 **仔细**检查离子源和接口尖端密封垫是否对准。

当离子源正确对准时，除了来自接口尖端密封垫的弹簧张力外，可以毫无阻力地关闭前质量分析器腔体。

小心

如果这些部件没有对准便强行关闭质量分析器门可损坏尖端密封垫、接口或离子源，或使侧板不能密封。

- 26 可通过在铰链上扭动侧板将离子源和接口尖端密封垫对准。如果此门仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。
- 27 关闭分析器腔体。（请参阅“[关闭分析器腔体](#)”（第 161 页）。）

老化 Intuvo 毛细管色谱柱

所需材料

- 载气（纯度为 99.9995% 或更高）
- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)
- Intuvo 扭矩螺丝刀 (5190-9571)
- Intuvo 垫圈，聚酰亚胺 5/pk，适用于温度 < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo 垫圈，镍 5/pk，适用于温度 350 °C 至 450 °C (5190-9073)
- 1/4 英寸和 5/16 英寸活扳手 (8710-0510)

步骤

警告

进样口、检测器、Bus 组件和色谱柱温度很高，足以造成灼伤。继续前，请将加热区冷却至安全的处理温度。

小心

处理通往分析器的流路中的部件或位于分析器内部的部件时，请始终戴上干净的手套。

- 1 安装需要老化的色谱柱。（请参见第 55 页上的“更换 Intuvo GC 色谱柱”。）
- 2 设置最低流速 (30 cm/s) 或使用色谱柱制造商建议的流速。在室温下通载气 15 到 30 分钟除去色谱柱中的空气。
- 3 将色谱柱温度提高到 120 °C。
- 4 将该温度保持 30 分钟。
- 5 使用 MassHunter 运行空气和水检查。如果空气和水在限值范围内，请继续进行下一步。
- 6 对色谱柱进行程序升温，从 120 °C 升到色谱柱的最高温度限值，升温速度为 15 °C/min。

小心

在 GC/MS 的接口、GC 柱箱或进样口中，温度都不得超过色谱柱最高温度。

- 7 在最高温度保持 30 分钟。

色谱柱已经老化，可以用于您的方法。

安装接口端密封垫

所需材料

- 接口端密封垫 (G3870-20542)
- CI 源、EI XTR 离子源和 HES 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，**然后**打开质量分析器腔体。



步骤

- 1 检查已安装 CI 离子源、EI XTR 离子源或 HES。安装了 EI SS 或惰性源时不能安装此尖端密封垫及其弹簧。（请参阅图 18。）
- 2 从离子源存储箱中取出接口尖端密封垫、弹簧和滚花螺母固定件。以此顺序，将弹簧、尖端密封垫和滚花螺母固定件滑到色谱柱套上。
- 3 用手将滚花螺母固定件拧到尖端密封垫上并手紧。

接口端密封垫

滚花螺母尖端密封垫固定件

尖端密封垫支架

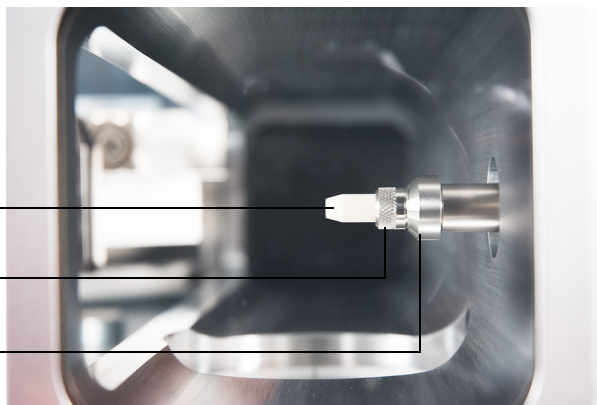


图 18 接口端密封垫

4 仔细检查分析器和接口是否对准。

当质量分析器正确对准时，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质量分析器。

小心

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

- 5 可通过在铰链上扭动侧板对准质量分析器和接口。如果质量分析器仍无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。

9000 系列 GC 的 GC/MS 接口

GC/MS 接口是插入到 MS 中的加热管道，用于维持 MS 真空和合适的色谱柱流出物温度。（请参阅图 19。）GC/MS 接口通过螺栓固定于质量分析器腔体的右侧，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 的一侧，可从 GC 前门内触及。这样可以连接 9000 GC/MS 尾部的色谱柱螺母。9000 GC/MS 尾部包含一个挂着的密封垫圈和色谱柱螺母，用于连接 GC/MS 接口的 GC 端。9000 GC/MS 尾部将色谱柱流出物从 GC 中加热的色谱柱 Bus 连接器，传输至加热的 GC/MS 接口，然后略微通过色谱柱导管一端并排出到电离室。9000 GC/MS 尾部会将温度维持在加热 Bus（MS 尾部加热器组件）和 GC/MS 接口的多个点。

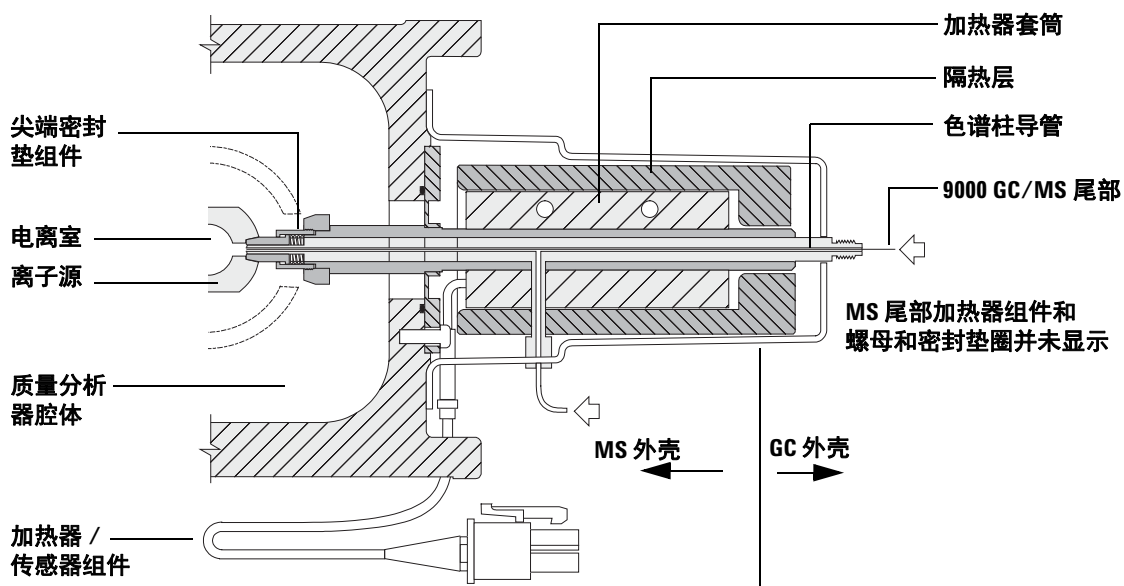
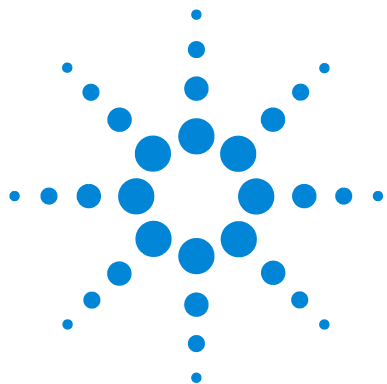


图 19 9000 GC 的 GC/MS 接口（不按比例）

9000 GC/MS 尾部由筒形电子加热器加热。加热器由 9000 GC 上的加热区提供能量并进行控制。可在 Agilent MassHunter GC/MS Acquisition 软件或 GC 上设置 9000 GC/MS 尾部温度。接口中的传感器（热电偶）可监测温度。

使用 EI XTR 离子源或 HES 时也需要传输线尖端密封垫。

9000 GC/MS 尾部应在 250 °C 至 350 °C 范围内运行。基于此限制，传输线温度应稍微高于色谱柱的最高温度，但是**绝对不能**高于色谱柱最高温度。



4 在 EI 模式下操作

从 DS 中操作 MSD	74
在 GC 控制面板中操作 MSD	75
通过网页用户界面 (WUI) 配置 MSD	79
在本地控制面板 (LCP) 操作 5975/5977 MSD	82
eModule 小型显示屏读数	89
前面板仪器状态 LED 指示灯	89
GC/MSD 接口	90
打开 MSD 之前	92
抽真空	93
控制温度	93
控制柱流量	93
放空 MSD	94
设置 MS 分析器温度	95
启用 GC/MS 接口和柱箱	97
查看 MSD 温度和真空	98
运行自动调谐	100
打开 MSD 外壳	101
放空 MSD	102
对 MS 抽真空	104
移动或存放 MSD	107

本章介绍如何使用电子电离对 Agilent 5975/5977 系列 GC/MSD 执行某些基本操作的步骤。



从 DS 中操作 MSD

Agilent OpenLAB CDS 软件可自动执行一些任务，如抽真空、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。有关其他信息，请参见 OpenLAB CDS 软件附带的手册及联机帮助。

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 OpenLAB CDS 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。

在 GC 控制面板中操作 MSD

该部分仅适用于 5977B MSD。有关早期 5975/5977 MSD 型号，请参阅“在本地控制面板 (LCP) 操作 5975/5977 MSD”（第 82 页）。

7890B GC 控制面板可以显示 MSD 的实际温度和压力，或在不使用 Agilent OpenLAB CDS 软件的情况下直接在 MSD 上启动一个任务。您可以从 GC 控制面板访问功能，例如放空和设置温度。GC 控制面板上的可用功能很有限。OpenLAB CDS 软件是适用于大多数仪器控制操作的功能全面的控制器。

GC 控制面板上的 MSD 指定键

通过 7890B GC 控制面板上的 **MS/Aux Det** 键可以访问 MSD 上的控制和配置参数。如果 7890 旧有型号安装了最新的固件，该键将标记为 **Aux Det #**，可以替代之后步骤中的 **MS/Aux Det** 键。



图 20 7890B GC 键盘

在 GC 控制面板中更改 MSD 温度

- 1 按下 **MS/Aux Det** 以显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动至**四极杆温度**、**离子源温度**或**传输线**。
- 3 使用 GC 键盘输入所需的温度。
- 4 按 **Enter** 应用更改。

从 GC 控制面板查看 MSD 真空压力和涡轮泵转速 / 前级压力

- 1 按下 **MS/Aux Det** 以显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动至 **HiVac Pressure** 或 **Turbo Speed % of full / Foreline Pressure**。

在 GC 控制面板中放空 MSD

- 1 MSD 抽真空后，按下 **MS/Aux Det** 会显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动到**开始 MSD 放空？**。（按下 **Off/No** 取消放空循环，然后对 MS 抽真空）。
- 3 按下 **ON/Yes** 来开始放空循环。
- 4 出现提示时，请打开放空阀。

在 GC 控制面板中对 MSD 抽真空

- 1 MSD 放空后，按下 **MS/Aux Det** 会显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动到**开始 MSD 放空？**。
- 3 按下 **ON/Yes** 来开始抽真空循环。
- 4 出现提示时，请打开放空阀。

在 GC 控制面板中查看 MSD 的固件版本

- 1 按下 **MS/Aux Det** 以显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动至**固件**。

在 GC 控制面板中查看 MSD 的序列号

- 1 按下 **MS/Aux Det** 以显示 5977B MSD 菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动至**序列号**。

在 GC 控制面板中配置 MSD 的网络设置

- 1 按下 **Config**，然后按下 **MS/Aux Det** 显示“配置 MS 检测器”菜单。
- 2 要配置 **IP:** 参数，请使用 GC 键盘输入 MSD 的新 IP 地址，然后按下 **Enter** 完成输入。
- 3 等待 GC 显示新的 IP 地址。重新启动 MSD 或使用向下箭头按钮继续输入网关地址
- 4 按下向下箭头滚动至 **GW:**，使用 GC 键盘输入 LAN 的新网关地址，然后按下 **Enter** 完成输入。
- 5 按下向下箭头滚动至 **SW:**，使用 GC 键盘输入 LAN 的新子网掩码，然后按下 **Enter** 完成输入。
- 6 重新启动 MSD。（请参见下文）

在 GC 控制面板中重新启动 MSD

- 1 按下 **Config**，然后按下 **MS/Aux Det** 显示“配置 MS 检测器”菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动到**要求重启 MSD?**。
- 3 按下 **ON/Yes** 可重启 MSD，等待 MSD 完成该循环，然后再进行访问。

在 MSD 上启用 / 禁用 BOOTP

缺省情况下禁用 BOOTP。如果您的 LAN 使用 BootP 服务器，启用 BOOTP 会导致服务器自动为 MSD 分配 IP 地址。

- 1 按下 **Config**，然后按下 **MS/Aux Det** 显示“配置 MS 检测器”菜单。
- 2 按下向下箭头，滚动到 **MSD BOOTP**。
- 3 如要启用 BOOTP，请按下 **ON/Yes**。
如要禁用 BOOTP，请按下 **OFF/No**。
- 4 等待 MSD 确认 GC 控制面板上的更改。
- 5 重新启动 MSD。参见上文。

在 MSD 上启用 / 禁用 LVDS

- 1 按下 **Config**，然后按下 **MS/Aux Det** 显示“配置 MS 检测器”菜单。
- 2 按向下箭头，滚动到 **Lvds 通信**。
如要启用 LVDS，请按下 **ON/Yes**。
如要禁用 LVDS，请按下 **OFF/No**。
- 3 等待 MSD 确认 GC 控制面板上的更改。

通过网页用户界面 (WUI) 配置 MSD

如果您的 GC 不支持与 Agilent GC 进行 LVDS 通信，可使用 WUI 配置 MSD 网络设置。GC 不支持在 GC 控制面板中配置 5977B MSD 的网络设置的原因如下：

- GC 和 MSD 之间没有 LVDS 通信。
- GC 不是使用正确固件的 7890A+ 或 7890B 型号

更改 MSD 的网络设置

该步骤假设操作员拥有与 MSD 处于同一 LAN 子网的 PC 的访问权限。

- 1 打开 MSD 的铰链式顶盖，以便使用分析器来查看 eModule 小型显示屏读出装置。
- 2 按 **MSD 开 / 关** 开关启动仪器。仪器完成其启动初始化过程后，会在小型显示屏读出装置上显示当前的 IP 地址，循环周期约 10 分钟。
- 3 复制小型显示屏读出装置中的 IP 地址、网关和子网掩码。默认值分别为 192.168.254.12、0.0.0.0 和 255.255.255.0。
- 4 将 IP 地址输入 PC 网页浏览器的 URL，以便显示 WUI 页面。（请参阅图 21（第 79 页）。）

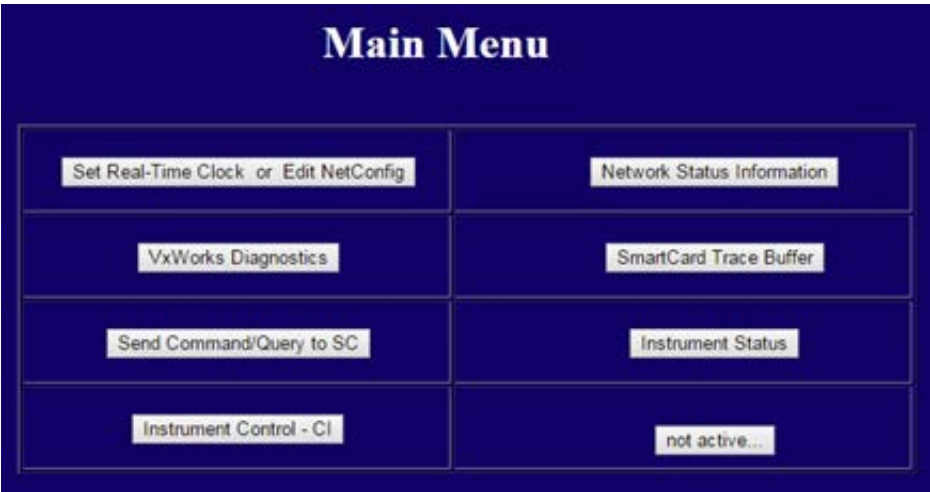
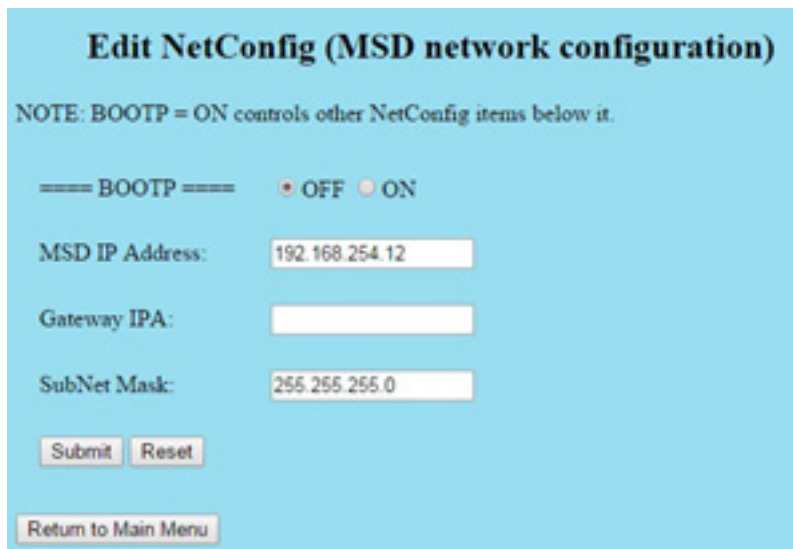


图 21 WUI 主菜单

4 在 EI 模式下操作

- 5 单击**设置实时时钟或编辑 NetConfig**，然后转到**编辑 NetConfig（MSD 网络配置）**。（请参阅图 22。）



Edit NetConfig (MSD network configuration)

NOTE: BOOTP = ON controls other NetConfig items below it.

==== BOOTP ==== ☒ OFF ☐ ON

MSD IP Address:

Gateway IPA:

SubNet Mask:

图 22 WUI 编辑 NetConfig

- 6 确保将 **BootP** 设置为**关闭**。如果您的 LAN 通过 BootP 服务器分配 IP 地址，请单击**打开**并跳过下一步。
- 7 如要更新 **MSD IP 地址**、**网关 IPA** 和**子网掩码**，请输入新值。单击“提交”前，可通过单击**返回主菜单**，然后返回此处来恢复之前的设置。

- 8 单击**提交**将该网络配置上传到 MSD。
- 随即打开一个对话框，确认网络配置过程已经开始。（请参阅图 23。）

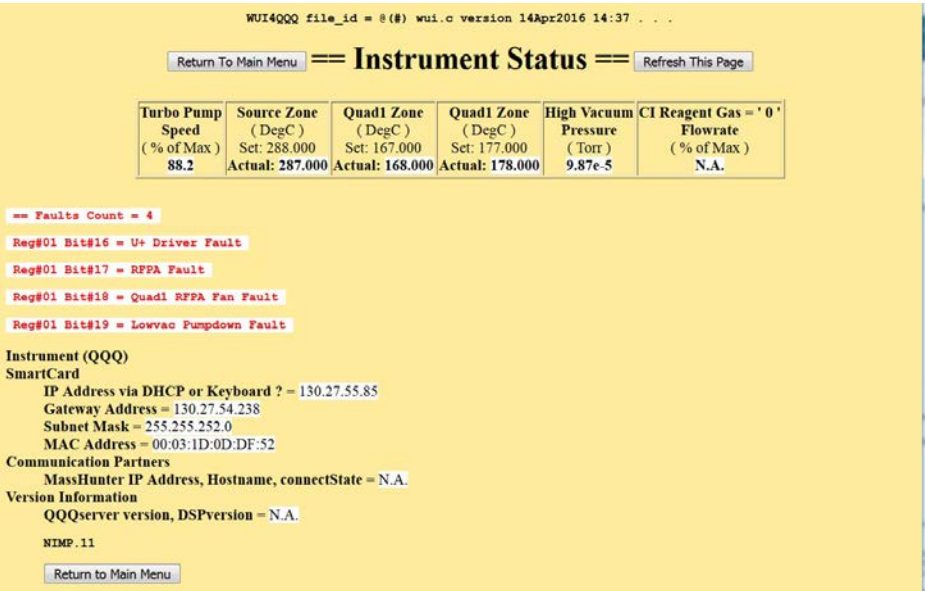


图 23 IP 地址配置启动消息

- 9 单击**确定**关闭对话框，然后等待**手动重启 MSD/SmartCard**以激活新设置的提示请求。
- 10 使用 **MSD 开 / 关**开关重启 MSD SmartCard。

在本地控制面板 (LCP) 操作 5975/5977 MSD

在 5977B MSD 之前推出的 Agilent 5975 和 5977 MSD 拥有本地控制面板 (LCP)。LCP 上显示 MSD 的状态或在不使用数据采集软件的情况下直接在 MSD 上启动一个任务。

从 LCP 只能提供特定功能。数据采集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。

访问特定的菜单选项：

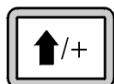


请重复按 [**Menu**] 直到您想要的菜单出现。

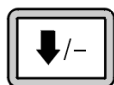


请重复按 [**Item**]，直到您想要的选项出现。

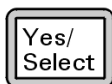
使用下列按钮对弹出的问题进行回答或进行选项选择：



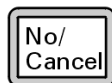
请使用 [**上移**] 增加显示值或向上滚动屏幕（比如在出现消息列表时）。



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



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。如果数据采集软件未控制 MSD，则不会显示任何消息。

ChemStation 调用 < 时间戳 >

Agilent OpenLAB CDS 软件正在启动。

正在执行 < 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 OpenLAB CDS 软件并未运行。

正在调用方法 < 方法名 >

方法参数被送往 MSD。

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，下列消息就有可能出现在 LCP 上：

**未找到服务器
请检查 LAN 连接**

**正在查找服务器
Bootp 查询 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 Agilent OpenLAB CDS 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。

正在调用操作系统

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。

方法已调用 < 方法名 >

方法参数已送往 MSD。

MS 被 < 计算机名 > 锁定

MS 参数只能通过 Agilent OpenLAB CDS 软件进行修改。

请按侧板

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。

运行：< 方法 > 正在采集 < 数据文件 >

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：

- 请按侧板
- 正在调用操作系统
- 请按侧板
- 正在调用 MSD 固件

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 [菜单] 直到您想要的菜单出现，然后按 [选项] 直到您想要的菜单选项出现。表 7 至表 12 列出了菜单和选择。

注意

许多菜单选项，特别是在 ChemStation，MS 参数以及维护菜单上的选项，在仪器采集数据的时候都不起作用。

表 7 ChemStation 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开始自动调谐
消息数	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 ChemStation	断开 MSD 与 OpenLAB CDS 的连接。
连接状态	显示 LAN 的 MSD 连接状态 远程 = 与 OpenLAB CDS 在线会话相连 本地 = 与 OpenLAB CDS 在线会话未相连
仪器名称	显示与 OpenLAB CDS 在线会话相连的仪器的名称。仪器的名称就是通过 OpenLAB CDS 指定并提交给 MSD 的名称。

表 8 维护菜单

操作	说明
准备放空	提示您关闭 GC 然后准备放空仪器，按 [是 / 选择] 放空开始。
抽真空	启动抽真空序列。

表 9 MS 参数菜单

操作	说明
高真空压力	只有 Micro- 离子规安装时有用。
分子涡轮泵转速	显示分子涡轮泵的转速。
前级压力	显示前级压力。
MSD 故障状态	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。
离子源温度， °C	显示并设置离子源温度。
质量过滤器温度， °C	显示并设置质量过滤器温度。
CI 反应	显示 CI 反应气体和气流量 （如果已安装）。

注意

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

表 10 网络菜单

操作	说明
MSD 通过 BootP 获得的 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。
ChemStation IP 地址	显示 OpenLAB CDS PC 的 IP 地址。
GC IP 地址	显示 GC 的 IP 地址。
Ping 网关	检查与网关的连接。
Ping ChemStation	显示 OpenLAB CDS PC 的 IP 地址。

表 10 网络菜单 (续)

操作	说明
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 11 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 OpenLAB CDS 操作系统版本。
前面板	显示 LCP 的版本。
记录放大器	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	通过 OpenLAB CDS 分配到 MSD。

表 12 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。
测试 GC/MSD ChemStation 的 HTTP 连接。	检查 HTTP 服务器的状态。

eModule 小型显示屏读数

该部分仅适用于 5977B MSD。5975/5977 MSD 早期型号没有此功能。

eModule 小型显示屏可在打开分析器门盖时看到。操作员可通过该显示屏查看仪器的 LAN 配置，包括其 IP 地址、子网掩码、默认网关和 MAC 地址。该 LAN 配置可通过 GC 控制面板或网页浏览器中的网页用户界面 (WUI) 更改。

前面板仪器状态 LED 指示灯

该部分仅适用于 5977B MSD。5975/5977 MSD 早期型号没有此功能。

通过前面板仪器状态 LED 指示灯，操作员可以使用颜色编码查看仪器当前状态和 LED 打开 / 关闭时间。

表 13 前面板仪器状态 LED 指示灯编码

仪器状态	LED 编码
就绪	绿灯常亮
正在采集数据	绿灯闪烁 (<2 秒)
未就绪	黄灯常亮
未连接到 DS	黄灯闪烁 (<2 秒)
已经就绪，未连接到 DS	蓝灯常亮
启动（加载固件前）	红灯闪烁 (<2 秒)
故障	红灯常亮

GC/MSD 接口

GC/MSD 接口（图 24（第 91 页））是插入到 MSD 中用于毛细管柱的加热管道。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 接口还具有一个保护壳，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。毛细管柱末端超出接口 1 到 2 毫米进入到电离室。

GC/MSD 接口由筒形电子加热器加热。一般来说，加热器由 6890 系列 GC 上的第 2 辅助加热区提供能量并进行控制。可通过 OpenLAB 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。

高灵敏度离子源需要尖端密封垫 (G3870-20542)。标准 EI 离子源由不锈钢或惰性材料制成，无需使用尖端密封垫。

另请参见

“使用自紫色谱柱螺母将毛细管柱安装在 GC/MS 接口中”（第 36 页）。

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。

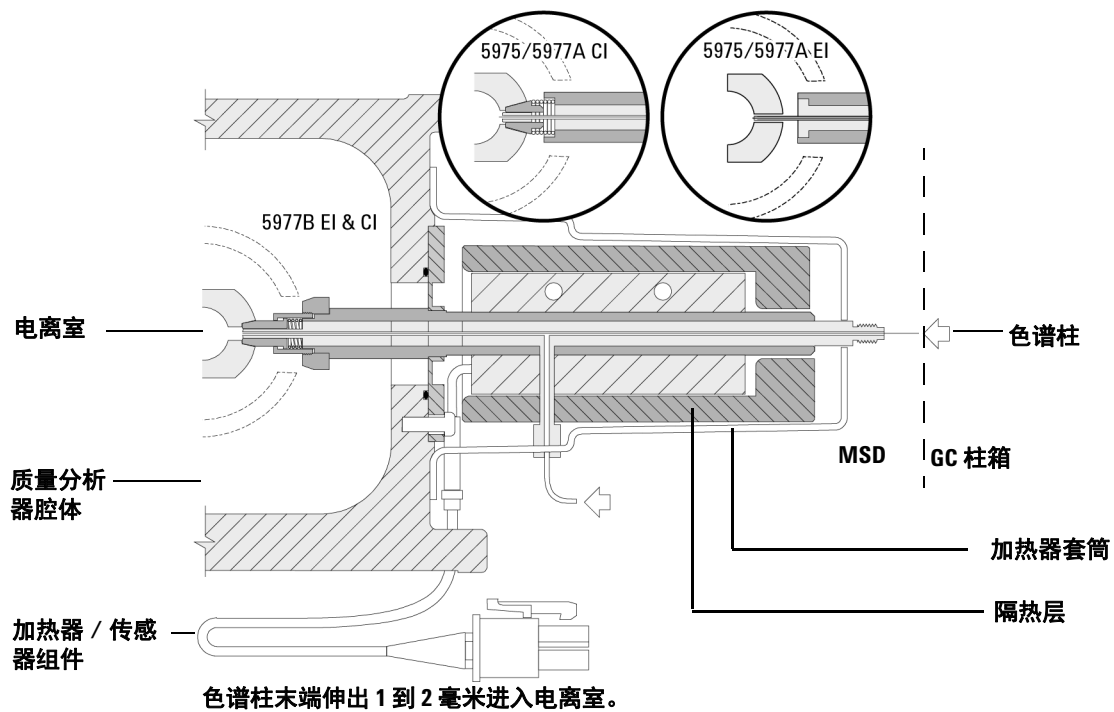


图 24 GC/MSD 接口

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安装到位并正确紧固。不应拧紧前侧板上的螺钉，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 接口中安装了已老化的毛细管柱。
- GC 已打开，但 GC/MSD 接口的加热区、GC 进样口和柱箱处于关闭状态。
- 已使用推荐的净化器将载气（纯度至少 99.9995%）用管道连接至 GC。
- 如果使用氢气作为载气，则载气流必须关闭，并且前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，则还会有泵油残留。如果您正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请取下净化器 / 油雾过滤器（标准泵）并安装一根软管（直径 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。在操作使用氢气作载气的 MSD 之前，请阅读“**氢气安全**”（第 18 页）。

抽真空

数据系统可帮助您对 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。

在仪器状态面板中，OpenLAB CDS 可显示：

- 分子涡轮泵 MSD 的发动机转速（百分比转速）
- 扩散泵 MSD 的前级压力
- 可选设备 Micro- 离子规控制器的 MSD 质量分析器腔体压力（真空）（5975 为 G3397A，5977 为 G3397B）

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 辅助加热区提供能量并进行控制。可通过数据系统或 7890B GC 控制面板设置和监测 GC/MSD 接口温度。

控制柱流量

载气流速由 GC 中的进样口压力控制。对于给定的进样口压力，柱流量将随着 GC 柱箱温度的上升而下降。通过将电子流量控制 (EPC) 和色谱柱模式设置为**恒定流量**，可维持相同的柱流量，而不必考虑温度变化。

MSD 可用于测量实际的柱流量。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，可计算出柱流量。请参阅“校正柱流量的线性速度”（第 46 页）。

放空 MSD

数据系统中的程序会引导您完成放空过程。该程序将在正确的时间关闭 GC 和 MSD 加热器以及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前放空 MSD，扩散泵会让汽化的泵液回流到分析器。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 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。在操作使用氢气作载气的 MSD 之前，请阅读“[氢气安全](#)”（第 18 页）。

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量。请参阅“[5977B 系列 MSD 版本](#)”（第 10 页）。

设置 MS 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调谐文件 (*.u) 中。调用方法后，会自动下载与方法相关的调谐文件中的设定值。

- 1 启用调谐控制并单击**手动调谐 > 参数**。
- 2 输入离子源温度 (°C) 和四极杆温度 (°C)（质量过滤器）。

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 单击**下载调谐文件**将这些温度设定值下载到 MS，然后将当前控制温度更改为这些值。
 - 4 单击**保存调谐参数**让这些温度设置成为调谐文件的一部分，或单击**调谐文件另存为**使用这些值创建新的调谐文件。
 - 5 如果希望自动调谐文件中有这些新温度，请运行自动调谐。

4 在 EI 模式下操作

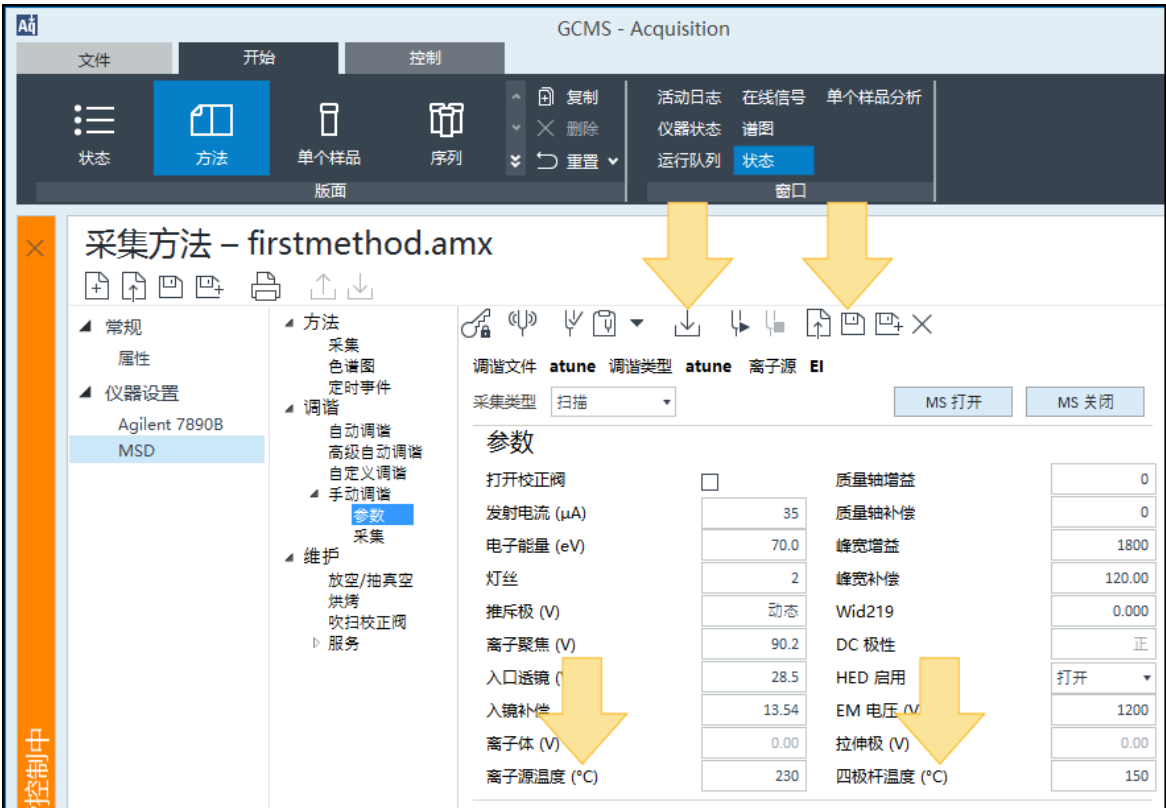


图 25 设置“四极杆”和“离子源”温度

6 释放调谐控制。

启用 GC/MS 接口和柱箱

步骤

- 1 单击**方法 > 仪器设置 > GC > 辅助加热器**。
- 2 针对**辅助加热区 2** 选择**打开**。
- 3 单击**柱箱**，然后选择**打开**。
- 4 单击**下载方法**在 GC 中启用这些加热区。
- 5 保存方法。

查看 MSD 温度和真空

压力监测需要可选设备 Micro- 离子规 （5975 系列为 G3397A， 5977 系列为 G3397B）。

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- 离子规。在操作使用氢气作载气的 MSD 之前，请阅读“[氢气安全](#)”（第 18 页）。

在窗口区域选择**仪器状态**，然后单击 **MSD** 显示 MSD 的实际值，包括离子源和四极杆温度，以及四极杆歧管真空系统压力。

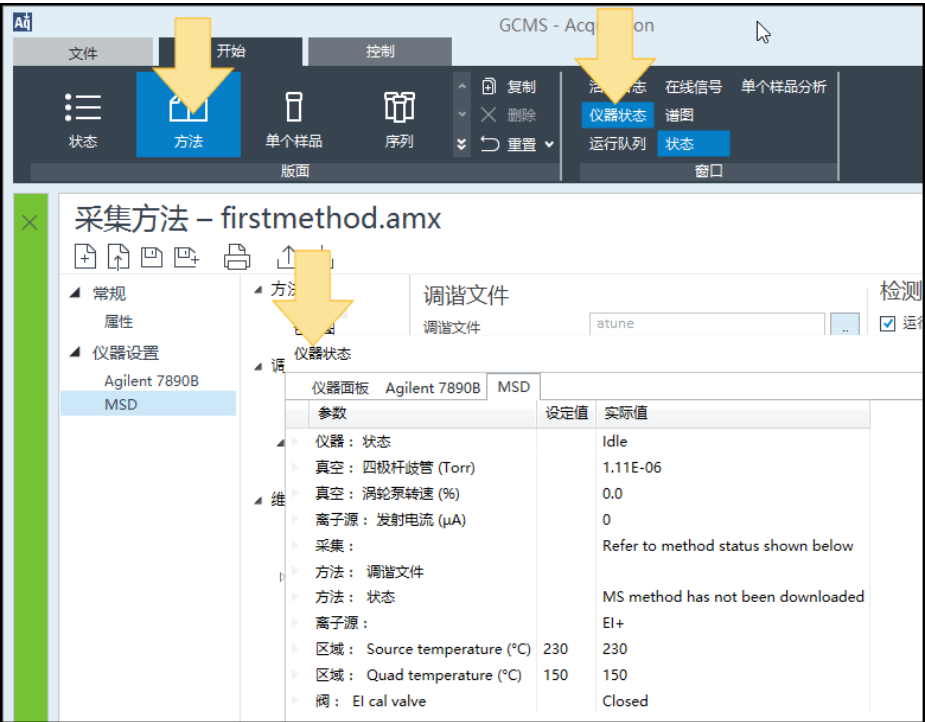


图 26 MSD 仪器状态屏幕

在 EI 模式下，对运行压力影响最大的是载气（色谱柱）流。表 14 列出了各种氦载气流量的典型压力。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 14 离子真空规读数

柱流量 (mL/min)	可选真空规读数 (Torr) 高效涡轮泵	真空规读数 (Torr) 扩散泵	前级泵读数 (mTorr) 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-05	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 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。

也可从 7890B GC 控制面板或 OpenLAB 中的“手动调谐 > 参数”视图中读取真空。

运行自动调谐

完整的自动调谐耗时约 15 至 20 分钟。如果未选择**快速调谐**选项，自动调谐所需时间将少于五分钟。此外，也可从面板运行自动调谐。

步骤

- 1 启用调谐控制并选择**调谐 > 自动调谐**。随即调用当前方法使用的调谐文件。
- 2 如要使用其他调谐文件，请单击**打开调谐文件**，然后将其选中。
- 3 如果三个质量的相对丰度值可以接受，请选择**快速调谐**（除非需要完整的自动调谐）。
- 4 （可选）如要将自动调谐报告发送到打印机，请在**报告区域**中选择**打印报告**。
- 5 单击**开始自动调谐**。自动调谐步骤随即运行。

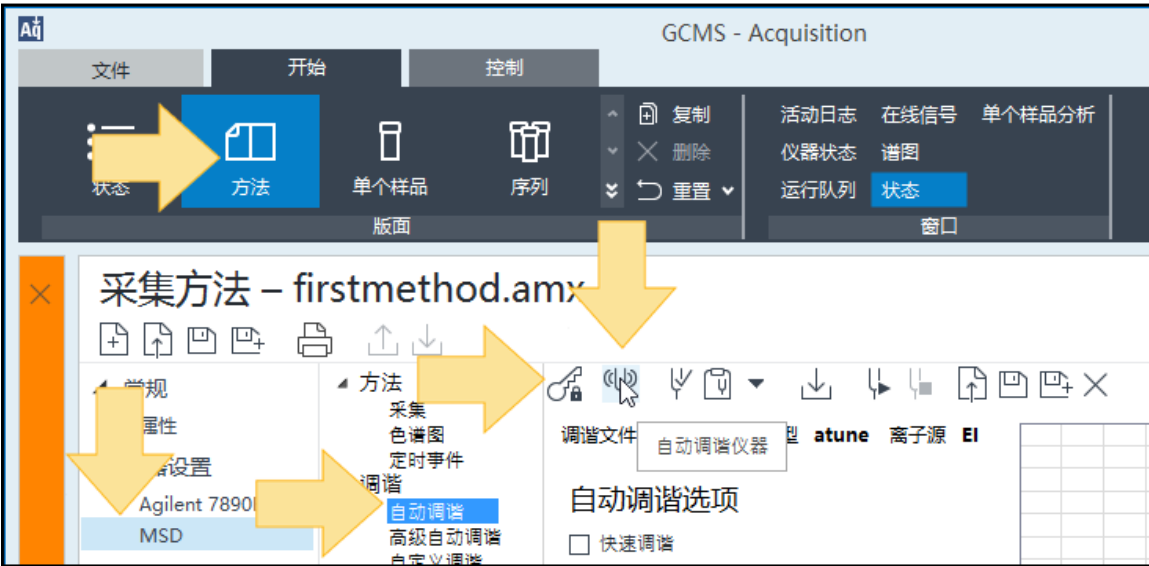


图 27 运行自动调谐

- 6 释放调谐控制。
- 7 如果需要，可生成评估调谐报告。

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，抬起 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。



图 28 质量分析器外壳



打开分析器外壳

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

切勿取下其他任何外壳。其他外壳下存在危险电压。

放空 MSD



步骤

- 1 选择**方法 > MSD > 维护 > 放空 / 抽真空**，然后单击**放空**开始处理。按照提供的说明进行操作。

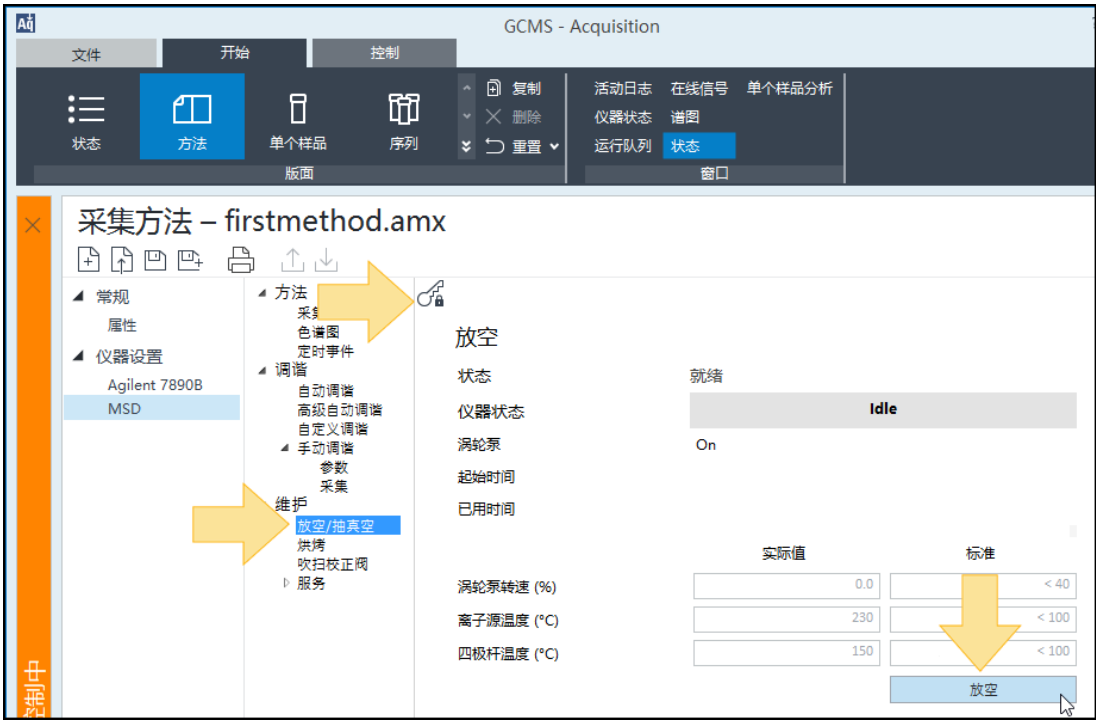


图 29 放空 MSD

- 2 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

放空阀旋钮



图 30 放空阀旋钮

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。在操作使用氢气作载气的 MSD 之前，请阅读“**氢气安全**”（第 18 页）。

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。

对 MS 抽真空

还可使用 7890B GC 控制面板执行此任务。请参阅“在 GC 控制面板中操作 MSD”（第 75 页）。

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 90 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。在操作使用氢气作载气的 MSD 之前，请阅读“氢气安全”（第 18 页）。



步骤

- 1 拆下质量分析器窗口外壳（请参阅“打开 MSD 外壳”（第 101 页））。
- 2 按顺时针方向拧紧 MS 放空阀。

放空阀旋钮



图 31 放空阀旋钮

- 3 将 MS 电源线插入接地的电源插座。
- 4 打开 MS 电源开关。
- 5 轻按分析器四极杆驱动板的金属盒，确保密封良好。

- 6 启动 OpenLAB Data Acquisition 程序。如果为 MS 配置了多个离子源类型，则会提示您选择当前安装的离子源类型。如果看到提示，请单击安装的离子源类型。
- 7 如果在上一步中选定的离子源与当前方法的调谐文件中使用的源不匹配，则会提示您输入包含正确离子源类型的方法。调用离子源类型的正确方法。
- 8 启用调谐控制并单击**维护**。
- 9 单击**抽真空**启动该步骤。

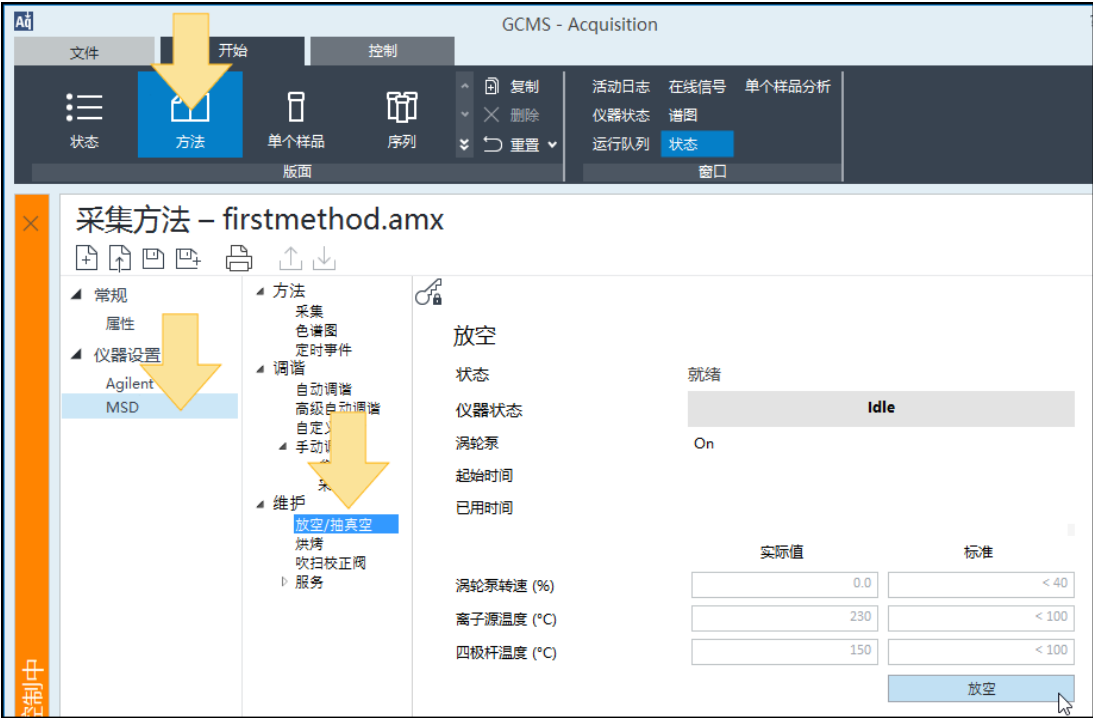


图 32 对 MSD 抽真空

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。

10 会提示您打开传输线加热器和 GC 柱箱。完成后单击**确定**。

4 在 EI 模式下操作

11 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自动调谐文件中。随即显示抽真空状态和“MSD 实际参数”与“抽真空完成所需条件”的对比情况。

12 等待 MS 达到热平衡。

在显示“**可以运行**”消息后，再等待 2 小时，以便 MS 达到热平衡。在 MS 达到热平衡前采集的数据可能无法重现。

13 抽真空完成后，请单击**确定**来关闭抽真空状态窗口。

14 调谐 MS。

移动或存放 MSD

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)

步骤

- 1 放空 MSD（请参阅“放空 MSD”（第 102 页））。
- 2 拆下色谱柱，安装无孔垫圈和接口螺帽。
- 3 拧紧放空阀。
- 4 从 GC 上取走 MSD（请参阅 5977B 系列 MSD 故障排除和维护手册）。
- 5 如果使用，请从 GC 上拔下 GC/MSD 接口加热器线缆和 LVDS 线缆。
- 6 打开分析器外壳（请参阅“打开 MSD 外壳”（第 101 页））。
- 7 手动拧紧侧板指旋螺钉。

前面的指旋螺钉

后面的指旋螺钉

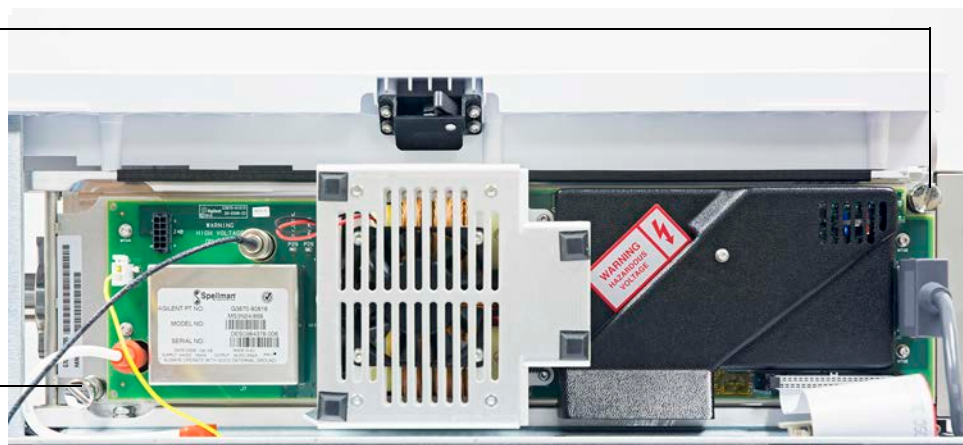


图 33 侧板指旋螺钉位置

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。

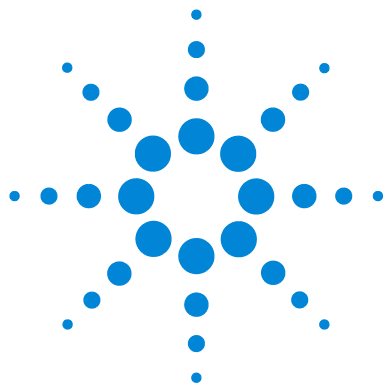
4 在 EI 模式下操作

- 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 关闭质量分析器外壳。
- 12 断开 LAN、远程连接和电源缆线。

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。



5 常规维护

开始之前	110
维护真空系统	115
维护质量分析器	116
打开分析器腔体	118
拆下 EI HES	120
断开 / 连接 EI HES 的配线	122
拆解 EI HES	123
清洁 EI HES	126
组装 EI HES	129
拆下 EI HES 灯丝	134
安装 EI HES 灯丝	136
安装 EI HES	137
取下 EI XTR、SS 或惰性离子源	138
从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线	139
拆卸 EI SS 或 EI 惰性离子源	140
拆卸 EI XTR 离子源	143
清洁 EI XTR、SS 或惰性离子源	146
组装 EI SS 或惰性离子源	150
组装 EI XTR 离子源	153
更换 EI XTR、SS 或惰性离子源中的灯丝	156
安装 EI XTR、SS 或惰性离子源	158
更换电子倍增器电极臂	159
关闭分析器腔体	161



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 15 维护计划

任务	频率
检查前级泵油位	每周
检查校正样品瓶	每 6 个月
更换前级泵油*	每 6 个月
更换扩散泵液	每年
更换前级干泵端密封垫	每年
检查干的前级泵	根据需要
调谐 MSD	根据需要
更换前级泵排气过滤器	根据需要
清洁离子源	根据需要
检查 GC 和 MSD 上的载气净化器	根据需要
更换老化的部件	根据需要
对侧板或排放阀的 O 形环进行润滑†	根据需要
更换 GC 供气	根据需要
泄漏检查系统	根据需要

* 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

定期执行常见维护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。（请参阅表 15（第 110 页）。）

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
- 后面板上的一些连接器（例如前级电源插孔）

正常情况下，这些部件都带有安全屏蔽盖。只要这些安全屏蔽盖安装到位，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 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卸下任何电子安全屏蔽盖。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 柱箱及其内部元件
- GC 检测器
- GC 阀箱
- 前级泵
- 加热的 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集油器。该集油器 **只能** 阻挡泵的微小油滴。它 **不能** 阻挡任何其他化学物质。如果正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请不要使用集油器。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。如果正在使用有毒溶剂或正在分析有毒的化学物质，请卸下集油器。如果有 CI MSD，请不要使用净化器。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为有害物质并作相应的处理。请按照当地法规正确处理使用过的液体。

警告

更换泵液时，请佩戴合适的防化学腐蚀的手套以及护目镜。避免接触到这些液体。

静电释放

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

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

您必须定期执行真空系统的一些维护任务。（请参阅表 15（第 110 页）。）这包括：

- 检查前级泵油（每周）
- 更换尖端密封垫（每年）
- 检查泄漏（每月）
- 检查校正样品瓶（每 6 个月一次）
- 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钉（安装后第一次换油时）
- 更换扩散泵液（一年一次）
- 更换干的前级泵密封垫（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。

其他步骤

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- 离子规。请参阅《*Agilent 5977B 系列 MSD 故障排除和维护*》手册，并参阅 Agilent MassHunter GC/MS 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《*Agilent 5977B 系列 MSD 故障排除和维护*》手册。

在“Agilent GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 盘”中，使用视频剪辑对本章中的大多数操作过程进行了说明。

维护质量分析器

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
- 更换电子倍增器电极臂

《*Agilent 5977B 系列 MSD 故障排除和维护手册*》提供了有关指示需要进行质量分析器维护的征兆。Agilent MassHunter GC/MS Acquisition 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，应将质量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“[静电释放](#)”（第 113 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。佩戴接地的防静电腕带（请参阅“[静电释放](#)”（第 113 页））并在采取其他防静电预防措施之后才能打开分析器腔体。

一些分析器部件不需维护

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 陶瓷绝缘体。

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 陶瓷绝缘体。

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 *Agilent 5977B 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。

打开分析器腔体

只能在清理或更换离子源、更换检测器 EM 或更换灯丝时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四极杆驱动板，这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（请参阅“[静电释放](#)”（第 113 页））。



步骤

- 1 放空 MS。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）
- 2 打开左侧面板。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。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 如果分析器侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们。（请参阅图 34（第 119 页）。）

在正常使用中，应当松开质量分析器侧板上的底部指旋螺钉。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或 CI 操作期间，才应拧紧前侧板上的顶部指旋螺钉。

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 MS 已放空。确认前后侧板螺钉都已完全松开。

- 4 **轻轻地** 将侧板旋转下来。

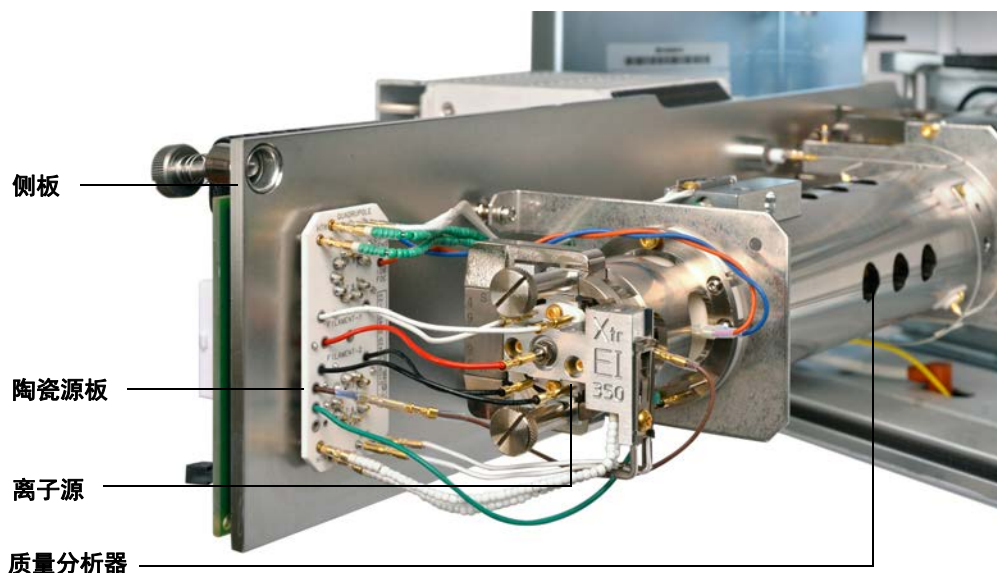


图 34 Inert+ 型号 MSD 分析器腔体

拆下 EI HES

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 镊子 (8710-2460)



步骤

- 1 放空 MS。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。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。

- 2 打开分析器腔体。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）

小心

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。

小心

断开接头连接后，拔出连接器，而不是拔出连接线。

- 3 卸下用于固定离子源的两个大型指旋螺钉。（请参阅[图 35](#)（第 121 页）。）
- 4 从 EI HES 上断开连接线。（请参阅[图 35](#)（第 121 页）。）不要过分弯折这些连接线。（请参阅“[断开 / 连接 EI HES 的配线](#)”（第 122 页）。）

- 5 使用离子源手指握杆将离子源从离子源散热器中拉出。

离子源的触点具有弹簧针脚，因此，在拉出此离子源时必须用力。

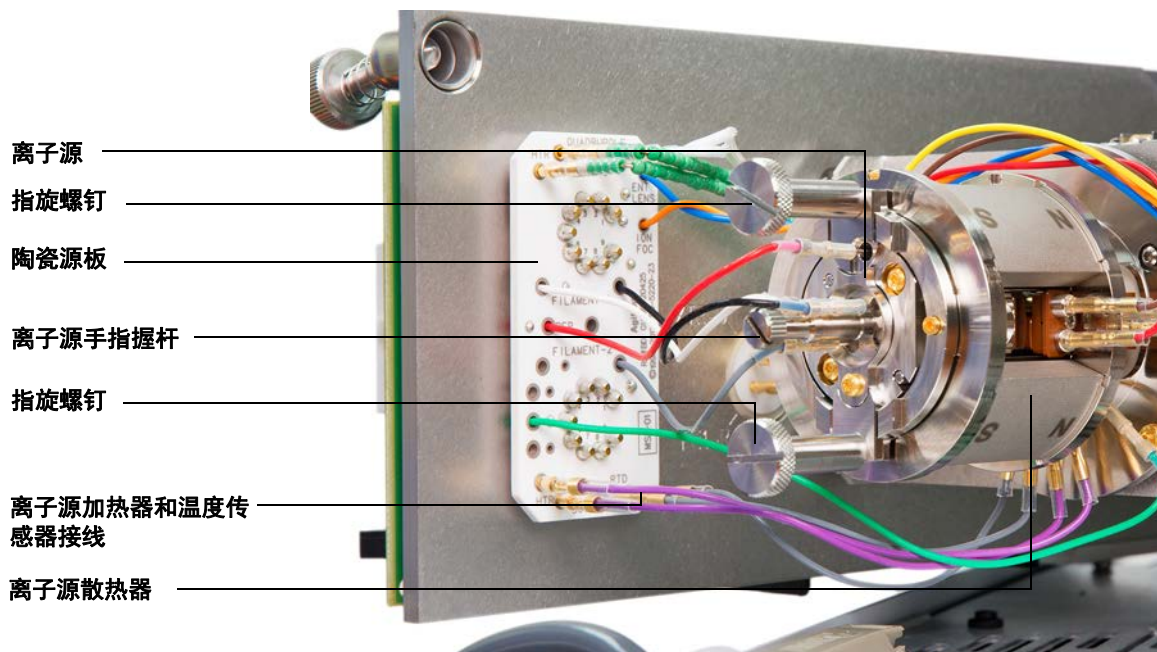


图 35 HES MSD 分析器腔体

断开 / 连接 EI HES 的配线

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 尖嘴钳子 (8710-1094)
- 镊子 (8710-2460)



步骤

- 1 使用镊子或咀钳连接 / 断开源接头上的陶瓷板引线（红、白、黑和灰）。（请参阅图 36。）

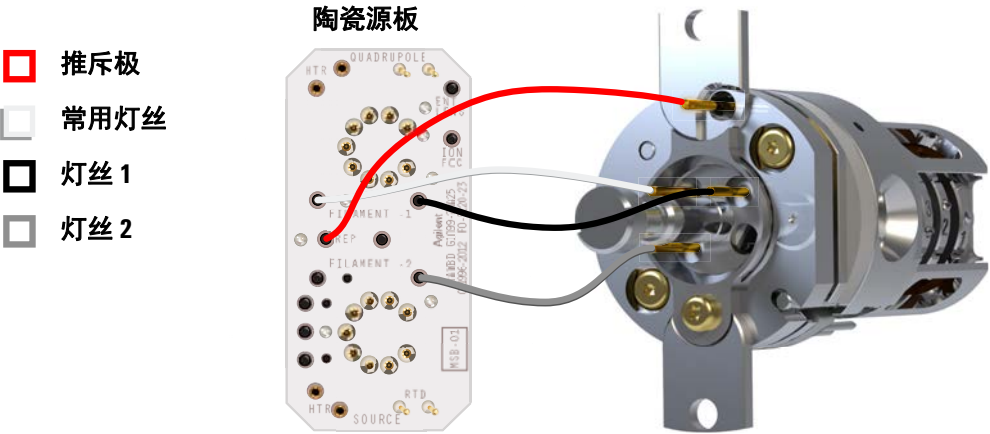


图 36 陶瓷源板和 EI HES 之间的配线

拆解 EI HES

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 干净的拭布 (05980-60051)
- T6 Torx 螺丝刀 (8710-2548)
- 镊子 (8710-2460)



步骤

在使用此步骤时，请参考分解部件视图（图 37）和 EI HES 部件列表（表 16（第 124 页））。

- 1 将一块干净的布铺在工作台上，以放置离子源部件。
- 2 使用 T6 Torx 螺丝刀卸下用于将灯丝块固定到离子源安装支架的螺丝，并使用手指握杆卸下灯丝块。
- 3 将离子源体从灯丝块上提起，同时握住灯丝块以避免双灯丝跌落和损坏，将双灯丝从灯丝块上取下。
- 4 从灯丝块中卸下手指握杆。
- 5 使用 T6 Torx 螺丝刀卸下用于将此离子源安装支架固定到离子源体内的两颗螺丝。
- 6 使用手指握杆将离子源安装支架从透镜体内取出。
- 7 从离子源体中卸下推斥极和环形加热器传感器组件。
- 8 从环形加热器组件卸下推斥极。
- 9 使用 T6 六角星型螺丝刀取下用于将透镜堆固定到离子体的螺丝和透镜绝缘体锁环，然后取下透镜堆。
- 10 必要时，利用重力从离子源体内卸下透镜堆陶瓷绝缘体。

小心

在从透镜绝缘体外壳中卸下透镜时，请小心。对此外壳用力过猛会导致外壳断裂或碎裂。如果出现断裂或碎裂，请勿尝试使用已损坏的透镜绝缘体进行操作，必须将其更换。

- 11 从透镜绝缘体 / 支架中卸下 5 个透镜。

小心

从灯丝块中取出灯丝时，请务必小心。施加过大的力可能会导致损坏或破裂。如果出现这种情况，请勿尝试使用有问题的灯丝，而且必须将其更换。

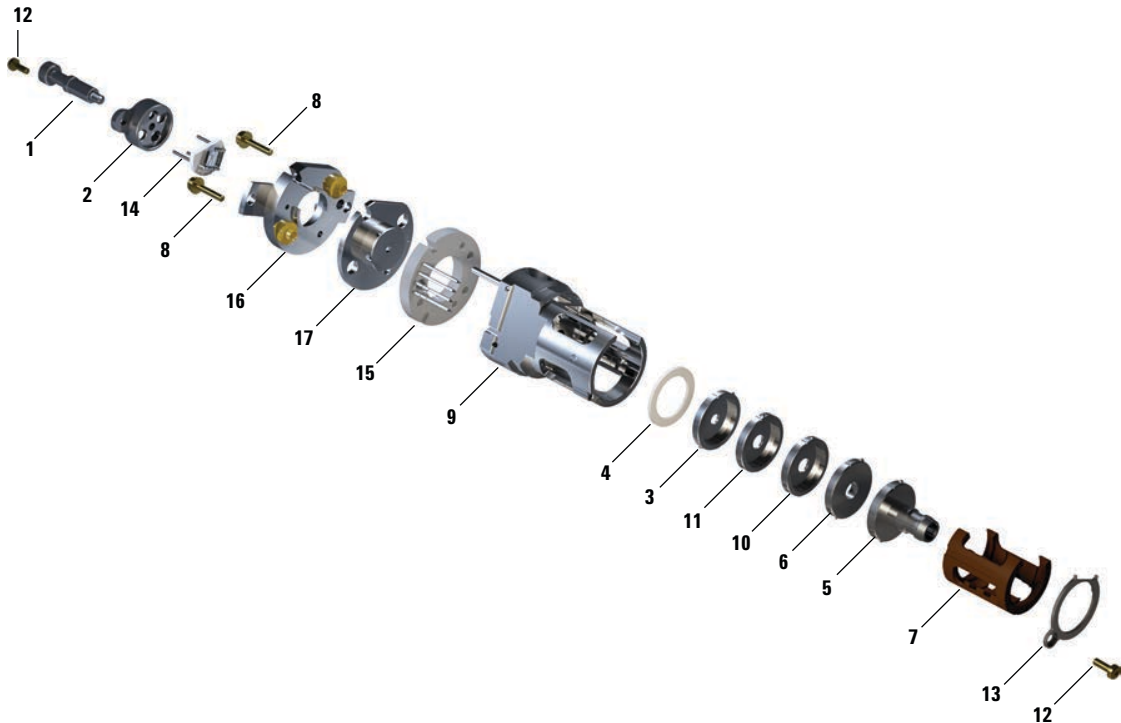


图 37 EI HES 的分解部件视图

表 16 EI HES 的部件列表 (图 37)

部件编号	部件说明	部件号
1	离子源手指握杆	G7002-20008
2	灯丝块	G7002-20019
3	拉伸极透镜 (5)*，带有 3 毫米开口	G7002-20061
4	拉伸极陶瓷绝缘体	G7002-20064
5	入口透镜组件，延长，HES (1)*	G7002-20165

表 16 EI HES 的部件列表 (图 37) (续)

部件编号	部件说明	部件号
6	离子聚焦透镜 (2)*	G7002-20068
7	透镜绝缘体 / 支架	G7002-20074
8	M2 x 0.4 螺丝 x 12 毫米长的镀金固定螺丝	G7002-20083
9	离子源体	G7002-20084
10	后拉伸极透镜 2 (3)*	G7002-20090
11	后拉伸极透镜 1 (4)*	G7002-20104
12	M2 x 6 毫米镀金固定螺丝	G7002-20109
13	锁环透镜绝缘体	G7002-20126
14	高效双灯丝	G7002-60001
15	环形加热器 / 传感器组件	G7002-60043
16	离子源安装支架 1.5 毫米	G7002-60053
17	排斥极组件	G7002-60057
不显示	HES 组件	G7004-67055

* 括号中的编号是透镜上镌刻的编号

清洁 EI HES

所需材料

- 砂纸 (5061-5896)
- 氧化铝磨料 (393706201)
- 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
 - 甲醇 (试剂级别)
 - 二氯甲烷 (试剂级别)
 - 丙酮 (试剂级别)
- 超声清洗仪



步骤

- 1 拆解 EI HES。(请参阅“拆解 EI HES” (第 123 页)。)
- 2 收集以下要清洁的部件：(请参阅图 38 (第 127 页)。)
 - 灯丝安装支架
 - 离子源安装支架 (不要使用砂纸或超声波来清洁)
 - 排斥极
 - 离子源体
 - 拉伸极透镜 (5)
 - 后拉伸极透镜 1 (4)
 - 后拉伸极透镜 2 (3)
 - 离子聚焦透镜 (2)
 - 入口透镜 (1)

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

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



图 38 要清洁的 EI HES 部件

小心

灯丝、离子源加热器组件和绝缘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。

- 3 如果污染很严重，例如泵油回流进入质量分析器，则应认真判断是否需要更换污染的部件

小心

请勿在离子源安装支架套管上使用磨粉浆。

4 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。用砂纸或磨料清洁电子从灯丝进入离子源体部分的污渍。

5 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，确保所有残留磨料已被冲洗掉。如果甲醇变混浊或含有可见的微粒，请再次冲洗。

6 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。

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。

7 在以下每种溶剂中超声波清洗部件 15 分钟（每组各 15 分钟）：

- 二氯甲烷（试剂级别）
- 丙酮（试剂级别）
- 甲醇（试剂级别）

警告

所有这些溶剂均是有毒溶剂。请在通风橱中操作并采取适当的预防措施。

8 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。

9 将清洁过的部件放入柱箱，以 100°C 的温度烘烤 5-6 分钟。

组装 EI HES

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- T6 Torx 螺丝刀 (8710-2548)
- 镊子 (8710-2460)



步骤

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。

在使用此步骤时，请参考分解部件视图（图 41）和 EI HES 部件列表（表 17（第 132 页））。

- 1 在透镜绝缘体中组装 5 个透镜。（请参阅图 39（第 130 页）。）透镜编号已镌刻在每个透镜的外围。
 - a 从入口透镜 1 开始，将各个透镜装入透镜绝缘体的端槽，然后旋转透镜，直到您感觉球面座已卡入圆形槽。
 - b 将后续 4 个透镜按数值顺序插入透镜绝缘体。透镜腔体的开口端总是面向入口透镜 1。旋转每个透镜，直到感觉球面座已卡入圆形槽。

按一个角度插入透镜 5 可能更简单，因为此点处的透镜堆会使透镜绝缘体的灵活度降低。

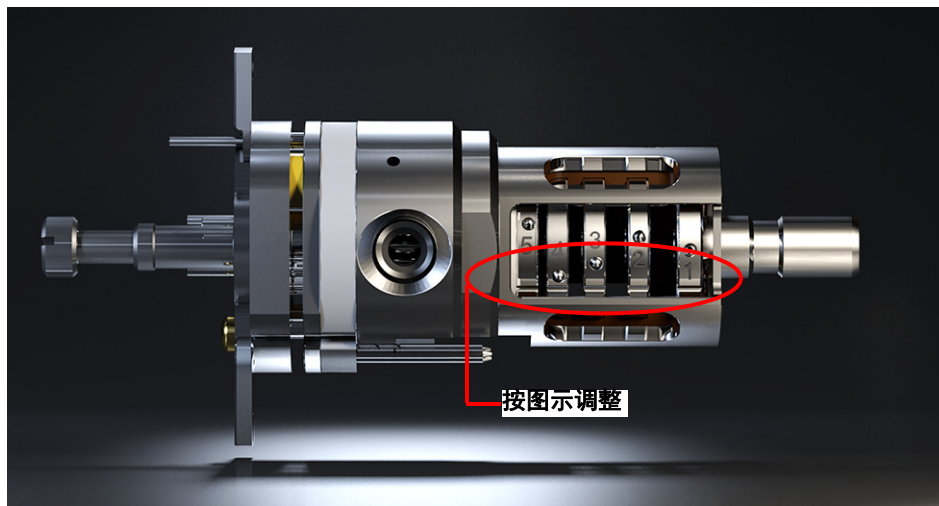


图 39 组装 EI HES

2 将拉伸极陶瓷绝缘体插入离子源体。

小心

在下一步插入透镜堆时，陶瓷绝缘体必须相对离子源体放平。

- 3 将已装入绝缘体的透镜组插入离子源体。（请参阅图 41（第 132 页）。）镌刻的编号正对着完整开口处，其延伸到离子源体的一端。验证陶瓷是否与离子源体的一端齐平。
- 4 使用 T6 六角星型螺丝刀安装用于将透镜组件固定就位的镀金固定螺丝和锁环透镜绝缘体。



图 40 固定透镜螺丝和锁环绝缘体

- 5 将加热器 / 传感器组件放在离子源体的导销上，并且 4 个电子接销朝下并正对着离子源体平端。
- 6 将推斥极放在加热器 / 传感器组件上，推斥极平端边界与离子体中的接口插槽对齐。
- 7 将离子源安装支架放在推斥极上。
- 8 使用 T6 Torx 螺丝刀，用手指拧紧这两颗镀金固定螺丝，以将离子源安装支架固定到离子源体上。

小心

请勿过度拧紧离子源体中的螺丝。否则可能会损坏推斥极。

- 9 通过螺纹将手指握杆拧入灯丝块中。
- 10 在对手指握杆对面的灯丝块一侧，调整双灯丝陶瓷支架的方向，使它与灯丝块平端对齐。将 3 条灯丝引线完全插入灯丝块中。
- 11 将灯丝块插入离子源支架，并使用 T6 Torx 螺丝刀和镀金固定螺钉将其固定到支架上。

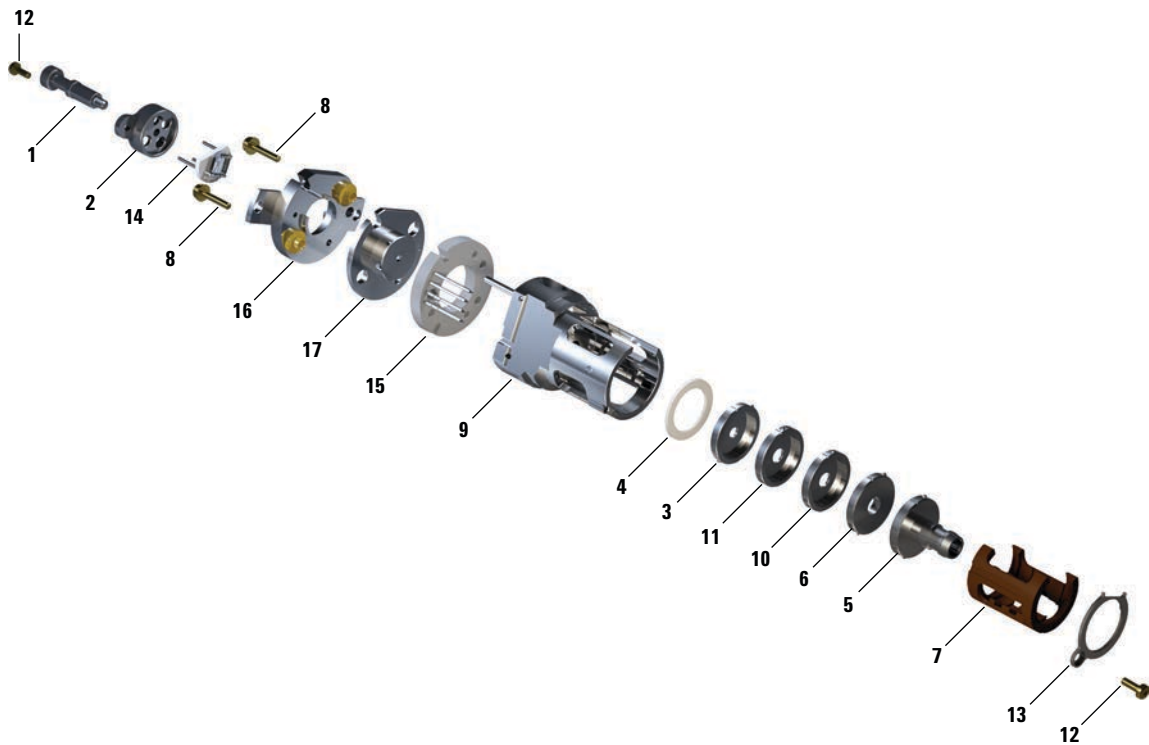


图 41 组装 EI HES

表 17 EI HES 的部件列表 (图 41)

部件编号	部件说明	部件号
1	离子源手指握杆	G7002-20008
2	灯丝块	G7002-20019
3	拉伸极透镜 (5)*, 带有 3 毫米开口	G7002-20061
4	拉伸极陶瓷绝缘体	G7002-20064
5	入口透镜组件, 延长, HES (1)*	G7002-20165
6	离子聚焦透镜 (2)*	G7002-20068
7	透镜绝缘体 / 支架	G7002-20074

表 17 EI HES 的部件列表 (图 41) (续)

部件编号	部件说明	部件号
8	M2 x 0.4 螺丝 x 12 毫米长的镀金固定螺丝	G7002-20083
9	离子源体	G7002-20084
10	后拉伸极透镜 2 (3)*	G7002-20090
11	后拉伸极透镜 1 (4)*	G7002-20104
12	M2 x 6 毫米镀金固定螺丝	G7002-20109
13	锁环透镜绝缘体	G7002-20126
14	高效双灯丝	G7002-60001
15	环形加热器 / 传感器组件	G7002-60043
16	离子源安装支架 1.5 毫米	G7002-60053
17	推斥极组件	G7002-60057
不显示	HES 组件	G7004-67055

* 括号中的编号是透镜上镌刻的编号

小心

在将透镜插入透镜绝缘体外壳时，请小心。对此外壳用力过猛会导致外壳断裂或碎裂。如果出现断裂或碎裂，请勿尝试使用已损坏的透镜绝缘体进行操作，必须将其更换。

拆下 EI HES 灯丝

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 干净的拭布 (05980-60051)
- T6 Torx 螺丝刀 (8710-2548)



步骤

- 1 放空 MS。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）

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。

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

- 2 打开分析器腔体。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）
- 3 卸下离子源，然后将其置于工作台上的干净布中。（请参阅“[拆下 EI HES](#)”（第 120 页）。）
- 4 卸下用于将灯丝块固定到离子源安装支架上的螺丝。（请参阅[图 42](#)（第 135 页）。）

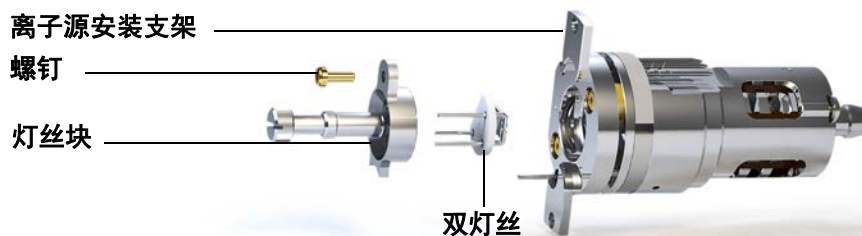


图 42 更换双灯丝

5 使用灯丝块上的手握杆从离子源中卸下灯丝块。

小心

取下双灯丝时要极谨慎，因为它非常脆弱。

6 将离子源体从灯丝块上提起，同时握住灯丝块以避免双灯丝跌落和损坏，将双灯丝从灯丝块上取下。

安装 EI HES 灯丝

所需材料

- 灯丝组件，高效双灯丝 (G7001-60061)
- 六角球形螺丝刀，1.5 毫米 (8710-1570)
- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- T6 Torx 螺丝刀 (8710-2548)



步骤

- 1 卸下旧灯丝。（请参阅“[拆下 EI HES 灯丝](#)”（第 134 页）。）
- 2 通过灯丝块的后面将 3 个插脚插在双灯丝上。（请参阅[图 42](#)（第 135 页）。）
- 3 将灯丝块置于离子源安装支架中。
- 4 使用 T6 Torx 螺丝刀拧紧用于将灯丝块固定到离子源安装支架中的螺丝。
- 5 重新安装离子源。（请参阅“[安装 EI HES](#)”（第 137 页）。）
- 6 关闭分析器腔体。（请参阅“[关闭分析器腔体](#)”（第 161 页）。）
- 7 对 MSD 抽真空。（请参阅“[对 MS 抽真空](#)”（第 104 页）。）
- 8 自动调谐 MSD。

安装 EI HES

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 镊子 (8710-2460)



步骤

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。

- 1 对齐 EI HES，使透镜组的插槽口（其中可以看到透镜编号）位于右侧。并调整其位置，以将离子源安装支架的两个卡舌与离子源散热器中对应的狭缝对齐。将离子源滑动到离子源散热器，直到感觉遇到阻力。
- 2 将离子源卡入到位，使离子源安装支架卡舌与散热器的离子源安装支架连接表面齐平。为了克服电子触点弹簧负载表面的阻力，必须用力。
- 3 连接 EI HES 线。（请参阅“[断开 / 连接 EI HES 的配线](#)”（第 122 页）。）
- 4 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。
- 5 关闭分析器腔体。（请参阅“[关闭分析器腔体](#)”（第 161 页）。）
- 6 对 MSD 抽真空。（请参阅“[对 MS 抽真空](#)”（第 104 页）。）
- 7 调谐 MSD。（请参阅“[运行自动调谐](#)”（第 100 页）。）

取下 EI XTR、SS 或惰性离子源

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)



步骤

- 1 放空 MSD。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。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

- 2 打开分析器腔体。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）

小心

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。

小心

断开接头连接后，拔出连接器，而不是拔出连接线。

- 3 从 EI 离子源上断开连接线。不要过分弯折这些连接线。（请参阅“[从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线](#)”（第 139 页）。）
- 4 取下固定离子源的指旋螺钉。（请参阅图 50（第 158 页）。）
- 5 将离子源从源散热器中拉出。

从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线

所需材料

- 手套，清洁，无绒（大 8650-0030）（小 8650-0029）
- 尖嘴钳子 (8710-1094)
- 镊子 (8710-2460)



步骤

- 1 使用镊子或咀钳连接 / 断开离子源接头上的陶瓷离子源板引线。（请参阅图 43。）
- 2 使用镊子或咀钳连接 / 断开陶瓷离子源板上的离子源加热器引线。

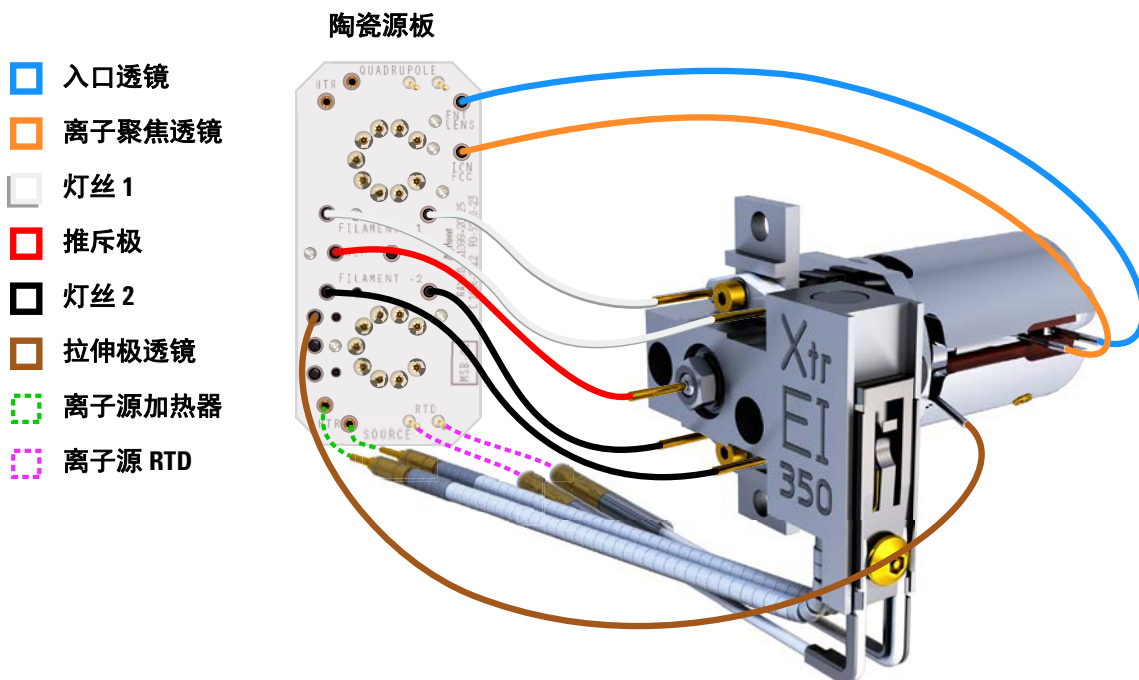


图 43 EI XTR 源的配线

拆卸 EI SS 或 EI 惰性离子源

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)
- 活扳手, 10 毫米 (8710-2353)



步骤

在使用此步骤时, 请参考分解部件视图 (图 44) 和 EI SS 及 EI 惰性部件列表 (表 18 (第 141 页))。

- 1 卸下 EI 离子源。(请参见“拆下 EI HES”(第 120 页)或“取下 EI XTR、SS 或惰性离子源”(第 138 页)。)
- 2 从灯丝拆下两个镀金固定螺丝, 然后从离子源拆下灯丝。
- 3 从离子源加热区组件拧下两个镀金固定螺丝, 将推斥极组件与离子源体分离。推斥极组件包括离子源加热区组件、推斥极和相关部件。
- 4 拆下推斥极螺母和垫圈, 然后从离子源加热区组件拆下推斥极。
- 5 从离子源加热区组件拆下推斥极绝缘体和推斥极座插件。
- 6 从离子源体的一端拆下镀金固定螺丝。
- 7 按下拉出板, 从离子源体的另一端拆下入口透镜、离子聚焦透镜、拉出圆筒和拉出板。
- 8 旋下接口插座。一个 10 毫米呆扳手可适合接口插座上的平面。
- 9 从透镜绝缘体拆下入口透镜和离子聚焦透镜。

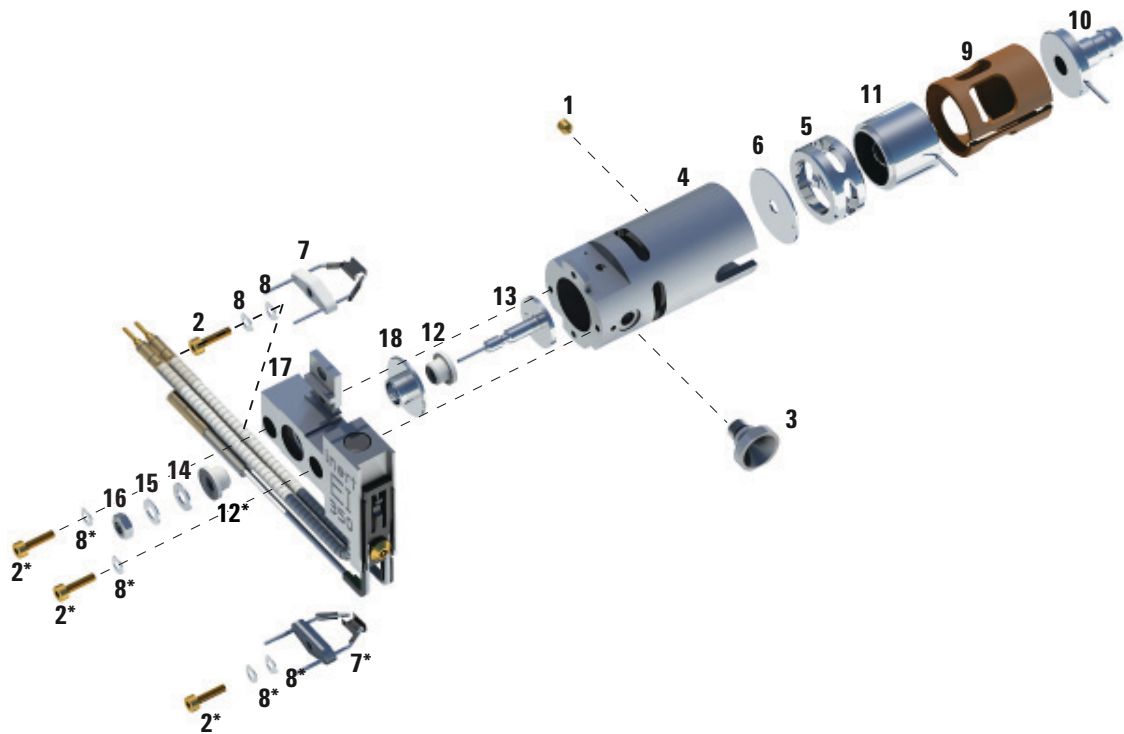


图 44 拆卸 EI SS 或惰性离子源

表 18 EI SS 或惰性离子源的部件列表（见图 44）

部件编号	部件说明	部件编号 (SS)	部件编号 (惰性)
1	镀金固定螺丝	G1999-20022	G1999-20022
2	镀金固定螺丝	G3870-20021	G3870-20021
3	接口插座	G1099-20136	G1099-20136
4	离子源体	G1099-20130	G2589-20043
5	拉出极圆筒	G1072-20008	G1072-20008
6	拉出极板	05971-20134	G2589-20100
7	4 圈灯丝	G7005-60061	G7005-60061

表 18 EI SS 或惰性离子源的部件列表（见图 44）（续）

部件编号	部件说明	部件编号 (SS)	部件编号 (惰性)
8	弹簧垫圈	3050-1374	3050-1374
8	平垫圈	3050-0982	3050-0982
9	透镜绝缘体	G3170-20530	G3170-20530
10	入口透镜	G3170-20126	G3170-20126
11	离子聚焦透镜	05971-20143	05971-20143
12	推斥极绝缘体	G1099-20133	G1099-20133
13	推斥极	G3870-60172	G3870-60173
14	平垫圈	3050-0627	3050-0627
15	贝氏弹簧垫圈	3050-1301	3050-1301
16	推斥极螺母	0535-0071	0535-0071
17	离子源加热区组件	G3870-60180	G3870-60179
18	推斥极座插件	G3870-20135	G3870-20135

拆卸 EI XTR 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)
- 活扳手, 10 毫米 (8710-2353)



步骤

在使用此步骤时, 请参考分解部件视图 (图 45) 和 EI EXT 部件列表 (表 19 (第 144 页))。

- 1 拆下 EI XTR 离子源。(请参阅“取下 EI XTR、SS 或惰性离子源”(第 138 页)。)
- 2 拆下两个镀金固定螺丝, 将灯丝从离子源分离, 可拆下灯丝。
- 3 从离子源加热区组件拧下两个镀金固定螺丝, 将推斥极组件与离子源体分离。推斥极组件包括离子源加热区组件、推斥极和相关部件。
- 4 从离子源体的一端拆下镀金固定螺丝。
- 5 拉动入口透镜和离子聚焦透镜, 以便将其从离子源体拆下。
- 6 拆下拉伸极透镜和绝缘体。
- 7 将透镜绝缘体与入口透镜和离子聚焦透镜隔开。
- 8 从离子源加热器块前侧取下推斥极螺母、垫圈和绝缘体, 然后从对侧取下推斥极、绝缘体和推斥极座插件。

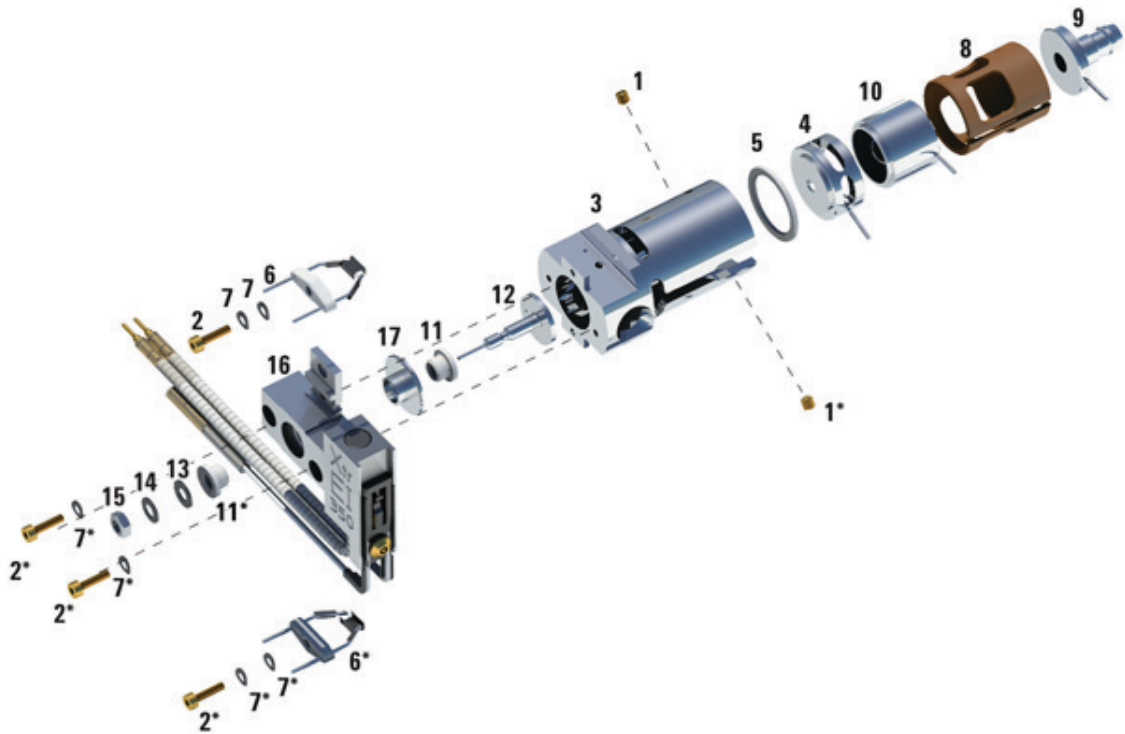


图 45 拆卸 EI XTR 离子源

表 19 EI XTR 离子源部件列表（图 45）

项目	说明	部件号
1	固定螺丝	G3870-20446
2	螺丝	G3870-20021
3	离子源体	G3870-20440
4	拉伸极透镜	G3870-20444
5	拉伸极透镜绝缘体	G3870-20445
6	灯丝	G7005-60061

表 19 EI XTR 离子源部件列表 (图 45) (续)

项目	说明	部件号
7	弹簧垫圈	3050-1301
7	平垫圈	3050-0982
8	透镜绝缘体	G3870-20530
9	入口透镜组件, 延长	G7000-20026
10	离子聚焦透镜	05971-20143
11	推斥极绝缘体	G1099-20113
12	推斥极	G3870-60171
13	平垫圈	3050-0891
14	贝氏弹簧垫圈	3050-1301
15	推斥极螺母	0535-0071
16	离子源加热区组件	G3870-60177
17	推斥极座插件	G3870-20135
不显示	EI XTR 离子源组件	G7003-67720

清洁 EI XTR、SS 或惰性离子源

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
- 超声清洗仪

准备

- 1 拆卸离子源。(请参见“拆卸 EI SS 或 EI 惰性离子源”(第 140 页)或“拆卸 EI XTR 离子源”(第 143 页)。)
- 2 收集以下要清洁的 EI SS 或惰性离子源的部件:(请参阅图 46 (第 148 页)。)
 - 推斥极
 - 接口插座
 - 离子源体
 - 推斥极座插件
 - 拉出极板
 - 拉出极圆筒
 - 离子聚焦透镜
 - 入口透镜

3 收集以下要清洁的 EI XTR 离子源的部件：（请参阅图 46（第 148 页）。）

- 排斥极
- 排斥极座插件
- 离子源体
- 拉伸极透镜
- 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

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

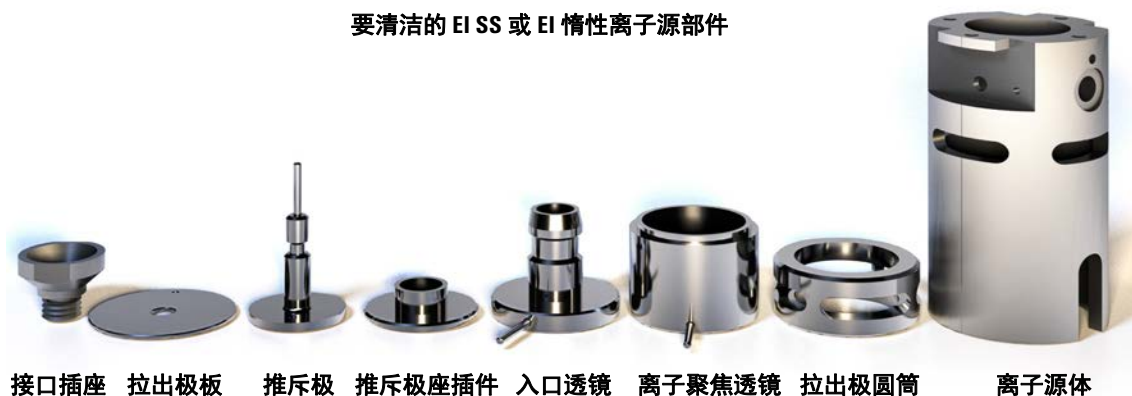


图 46 要清洁的离子源部件



小心

步骤

灯丝、离子源加热器组件和绝缘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，例如泵油回流进入质量分析器，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。用砂纸或磨料清洁电子从灯丝进入离子源体部分的污渍。
- 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预防措施。

- 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柱箱，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 EI SS 或惰性离子源

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)
- 活扳手, 10 毫米 (8710-2353)



步骤

在使用此步骤时, 请参考分解部件视图 (图 47) 和 EI SS 及 EI 惰性部件列表 (表 20 (第 151 页))。

- 1 组装推斥极组件。
 - a 将推斥极座插件装入离子源加热区组件。
 - b 将推斥极绝缘体装入离子源加热区组件和推斥极座插件中。
 - c 将推斥极穿过推斥极绝缘体安装, 然后将平垫圈和贝氏弹簧垫圈安装在推斥极轴的末端上, 手紧推斥极螺母使其固定。
- 2 将拉出板和拉出圆筒插入离子源体中。
- 3 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝缘体。
- 4 将这些组装好的部件滑入离子源体。
- 5 安装固定透镜的定位螺钉。

小心

不要过分拧紧推斥极螺母, 否则陶瓷推斥极绝缘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 使用两个镀金固定螺丝和弹簧垫圈将推斥极组件连接到离子源体。
- 8 使用两个镀金固定螺丝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。

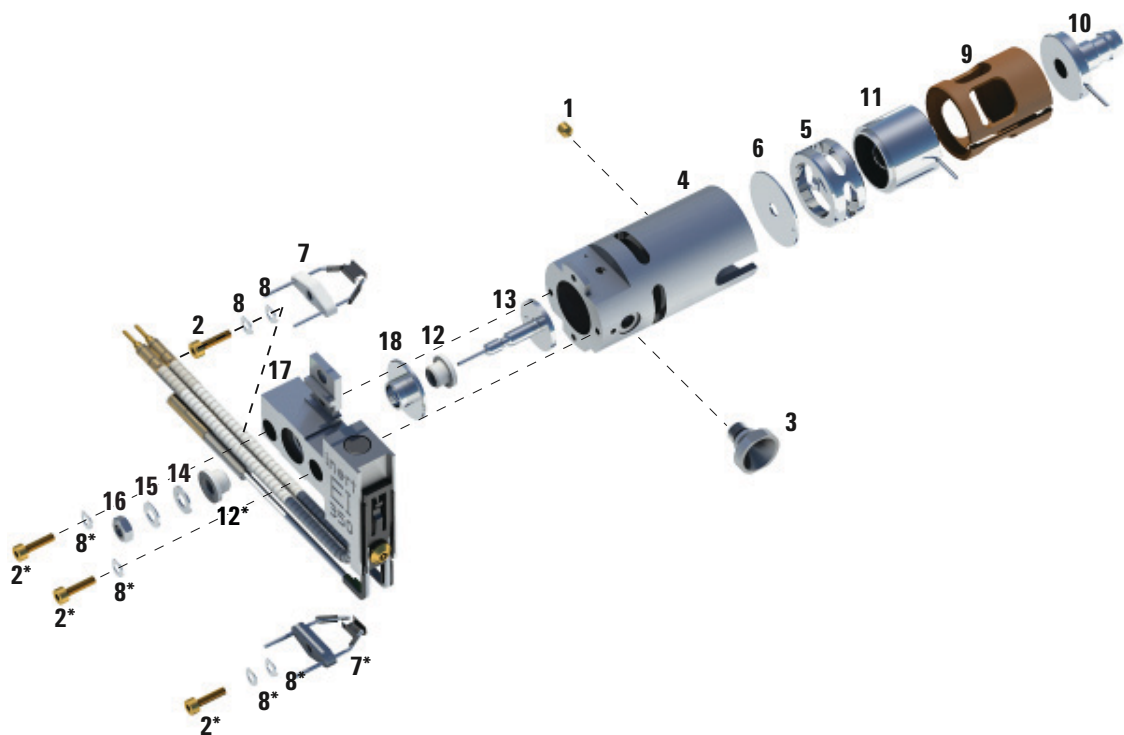


图 47 组装 EI 标准 或 EI 惰性离子源

表 20 EI 标准或 EI 惰性离子源的部件列表（见图 47）

部件编号	部件说明	部件编号 (SSL)	部件编号（惰性）
1	镀金固定螺丝	G1999-20022	G1999-20022
2	镀金固定螺丝	G3870-20021	G3870-20021
3	接口插座	G1099-20136	G1099-20136

表 20 EI 标准或 EI 惰性离子源的部件列表（见图 47）（续）

部件编号	部件说明	部件编号 (SSL)	部件编号 (惰性)
4	离子源体	G1099-20130	G2589-20043
5	拉出极圆筒	G1072-20008	G1072-20008
6	拉出极板	05971-20134	G2589-20100
7	4 圈灯丝	G7005-60061	G7005-60061
8	弹簧垫圈	3050-1374	3050-1374
8	平垫圈	3050-0982	3050-0982
9	透镜绝缘体	G3170-20530	G3170-20530
10	入口透镜	G3170-20126	G3170-20126
11	离子聚焦透镜	05971-20143	05971-20143
12	推斥极绝缘体	G1099-20133	G1099-20133
13	推斥极	G3870-60172	G3870-60173
14	平垫圈	3050-0627	3050-0627
15	贝氏弹簧垫圈	3050-1301	3050-1301
16	推斥极螺母	0535-0071	0535-0071
17	离子源加热区组件	G3870-60180	G3870-60179
18	推斥极座插件	G3870-20135	G3870-20135

组装 EI XTR 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)
- 活扳手, 10 毫米 (8710-2353)



步骤

在使用此步骤时, 请参考分解部件视图 (图 48) 和 EI XTR 部件列表 (表 21 (第 154 页))。

- 1 将陶瓷垫圈滑入离子源体。
- 2 将拉伸极透镜插入离子源体, 首先插入平面一端。
- 3 按图 48 (第 154 页) 中所示顺序将入口透镜和离子聚焦透镜插入绝缘体。
- 4 将包含离子聚焦透镜和入口透镜的绝缘器插入离子源体, 离子聚焦透镜对准拉伸极透镜。
- 5 安装固定透镜的两个镀金固定螺丝。
- 6 组装推斥极组件。
 - a 将推斥极座插件装入离子源加热区组件。
 - b 将推斥极绝缘体装入离子源加热区组件和推斥极座插件中。
 - c 将推斥极穿过推斥极绝缘体安装, 然后将平垫圈和贝氏弹簧垫圈安装在推斥极轴的末端上, 用手指拧紧推斥极螺母使其固定。

小心

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

- 7 使用两个镀金固定螺丝和弹簧垫圈将推斥极组件连接到离子源体。
- 8 使用两个镀金固定螺丝和弹簧垫圈安装灯丝。

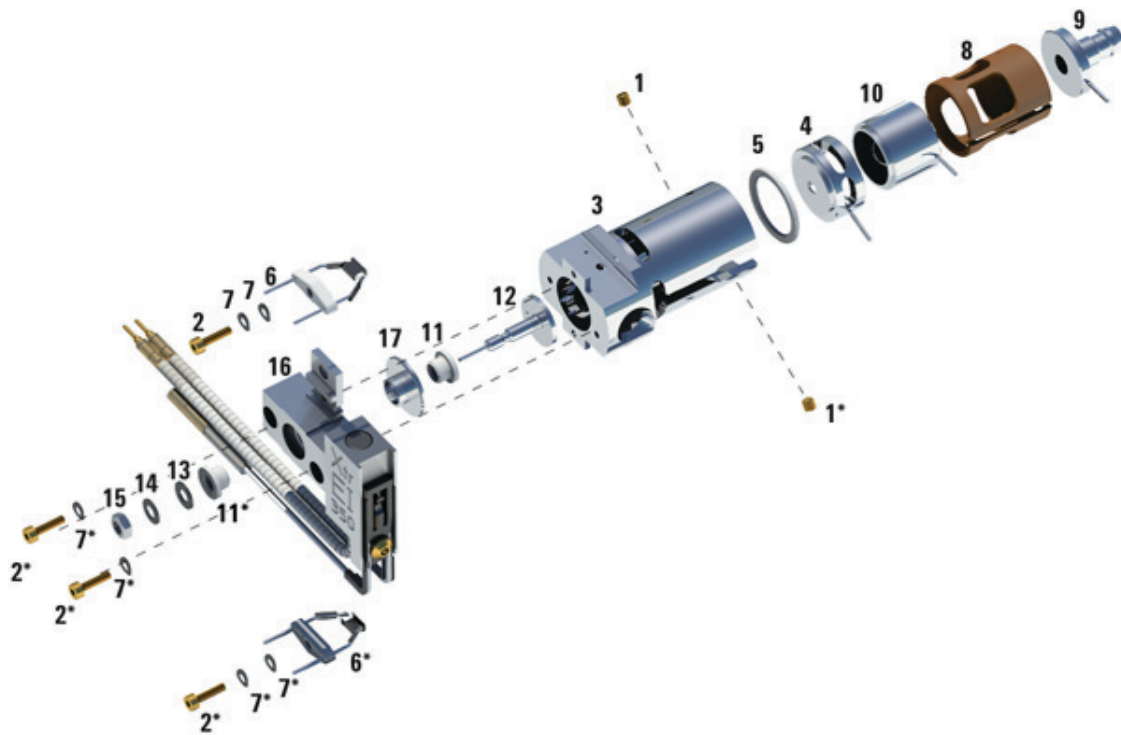


图 48 组装 EI XTR 离子源

表 21 EI XTR 离子源部件列表（图 48）

项目	说明	部件号
1	固定螺丝	G3870-20446
2	螺丝	G3870-20021
3	离子源体	G3870-20440
4	拉伸极透镜	G3870-20444
5	拉伸极透镜绝缘体	G3870-20445
6	灯丝	G7005-60061

表 21 EI XTR 离子源部件列表 (图 48) (续)

项目	说明	部件号
7	弹簧垫圈	3050-1301
7	平垫圈	3050-0982
8	透镜绝缘体	G3870-20530
9	入口透镜组件, 延长	G7000-20026
10	离子聚焦透镜	05971-20143
11	推斥极绝缘体	G1099-20113
12	推斥极	G3870-60171
13	平垫圈	3050-0891
14	贝氏弹簧垫圈	3050-1301
15	推斥极螺母	0535-0071
16	离子源加热区组件	G3870-60177
17	推斥极座插件	G3870-20135
不显示	EI XTR 离子源组件	G7003-67720

更换 EI XTR、SS 或惰性离子源中的灯丝

所需材料

- 灯丝组件 (G7005-60061)
- 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)



步骤

- 1 放空 MSD。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 94 页）。）

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。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）
- 3 卸下离子源。（请参阅“[取下 EI XTR、SS 或惰性离子源](#)”（第 138 页）。）
- 4 拆下灯丝的镀金螺钉和垫圈。（请参阅[图 49](#)（第 157 页）。）

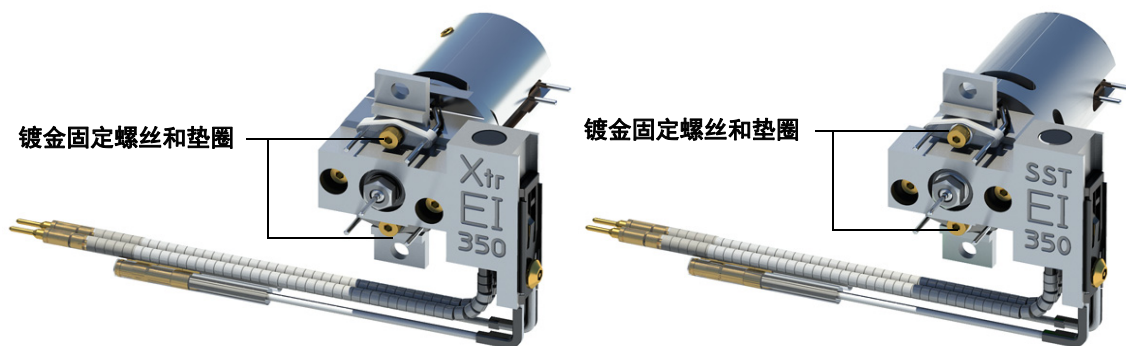


图 49 更换灯丝

- 5 使用镀金螺钉和垫圈固定新灯丝。（请参阅图 49。）
- 6 在安装好灯丝之后，验证它没有接地到离子源体上。
- 7 安装 EI 离子源。（请参阅“安装 EI XTR、SS 或惰性离子源”（第 158 页）。）
- 8 关闭分析器腔体。（请参阅“关闭分析器腔体”（第 161 页）。）
- 9 对 MSD 抽真空。（请参阅“对 MS 抽真空”（第 104 页）。）
- 10 自动调谐 MSD。（请参阅“运行自动调谐”（第 100 页）。）
- 11 在“手动调谐”对话框中，**灯丝**参数允许输入灯丝编号 **1** 或 **2**。无论在上一步自动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 XTR、SS 或惰性离子源

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)



步骤

- 1 将离子源滑入源散热器。（请参阅图 50。）

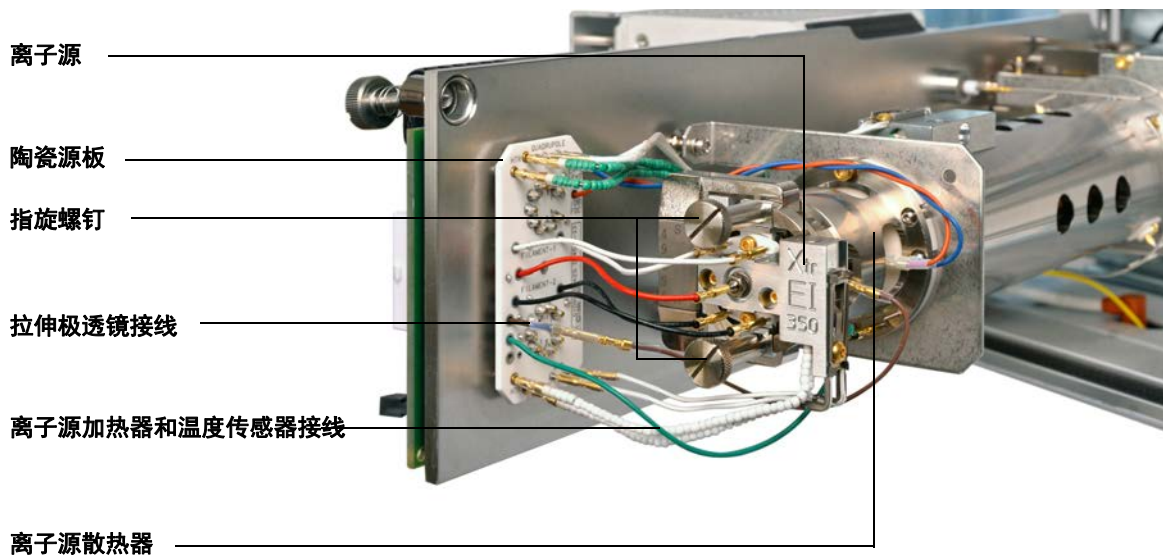


图 50 安装 EI 离子源

- 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。（请参阅图 50。）
- 3 连接离子源配线。（请参阅“从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线”（第 139 页）。）
- 4 关闭分析器腔体。（请参阅“关闭分析器腔体”（第 161 页）。）

更换电子倍增器电极臂

此系列 2 检测器的更换电子倍增器电极臂部件号位于检测器的前面。您可以确定检测器的系列，而不需要直接检查检测器。此检测器系列在手动调谐检测器选项卡、调谐报告第二页的检测器部分与抽真空窗口中显示为“三重轴系列 2”。

所需材料

- 电子倍增器电极臂（系列 2 检测器 G7002-80103）
- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 尖嘴钳子 (8710-1094)



步骤

- 1 放空 MS。（请参阅“[放空 MSD](#)”（第 102 页）。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都在非常高的温度下运行。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。

- 2 打开分析器腔体。（请参阅“[打开分析器腔体](#)”（第 118 页）。）
- 3 打开固定夹。（请参阅[图 51](#)（第 160 页）。）提起固定夹把手，旋转固定夹，使其脱离电子倍增器电极臂。
- 4 将蓝色信号线从连接器滑入侧板。
- 5 卸下电子倍增器电极臂。
- 6 抓住新的打拿极，使蓝色信号线一端向下，然后将此信号线重新连接到侧板的对应连接器上。
- 7 将电子倍增器电极臂滑入到位。
- 8 合上固定夹。
- 9 关闭分析器腔体。（请参阅“[关闭分析器腔体](#)”（第 161 页）。）

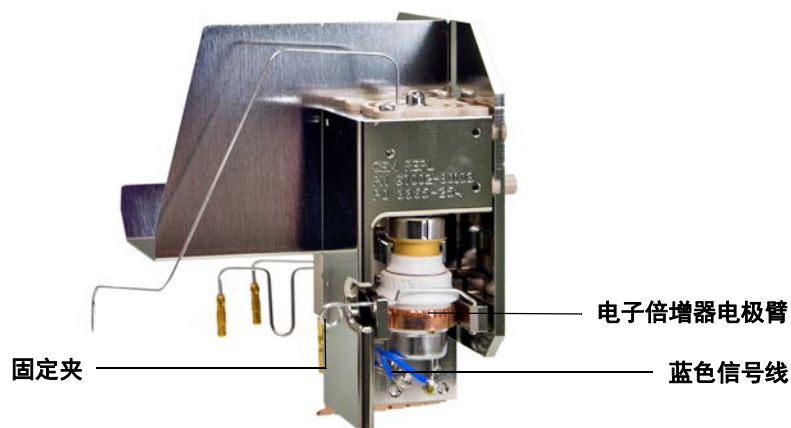


图 51 更换系列 II 检测器上的 EM 喇叭



图 52 电子倍增器电极臂

关闭分析器腔体



步骤

- 1 确保所有的质量分析器内部电气接头都已正确绑定。EI 和 CI 离子源的接线是不同的。（请参阅“从 EI XTR、SS 和惰性离子源上连接 / 断开配线”（第 139 页）。）

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，请参阅《5977 系列 MS 故障排除和维护手册》。）

小心

在关闭时不要对分析器门用力过猛，否则可能损坏四极杆。

- 2 将质量分析器侧板旋转 to 关闭位置。
- 3 确保已关闭放空阀。
- 4 将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气，请 *轻轻地* 手动拧紧分析器侧板上的顶部指旋螺钉。
- 5 对 MSD 抽真空。（请参阅“对 MS 抽真空”（第 104 页）。）

警告

如果将氢气（或其他危险气体）用作 GC 载气时，必须拧紧顶部指旋螺钉。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丝，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丝。

- 6 对 MSD 抽真空完成后，关闭左分析器盖板，并更换窗盖。
- 7 调谐 MSD。



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

美国印刷，2016 年 9 月



G7077-97027