Agilent MassHunter GCMS 数据采集软件（适用于 5977C 系列 MSD 系统）

入门指南



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2022

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式、任何方式（包括存储为电子版、修改或翻译成外文）复制本手册的任何部分。

手册部件号

G7077-97045

版本

第一版， 2022 年 7 月

美国印刷

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

担保说明

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。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不仅限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失， Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，其中涉及本文档内容的担保条款与这些条款冲突，则以协议中的担保条款为准。

技术许可

本文档中所述的硬件和 / 或软件是根据许可提供的，只能根据此类许可的条款进行使用或复制。

权利限制说明

美国政府受限权利。授予联邦政府的软件和技术数据权利仅包括通常提供给最终用户的那些权利。 Agilent 根据 FAR12.211 （技术数据）和 12.212 （计算机软件）和 （对于国防部） DFARS252.227-7015 （技术数据 — 商品）以及 DFARS 227.7202-3 （商业计算机软件或计算机软件文档中的权利）来提供软件和技术数据方面的此常规商业许可。

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，可能会损坏产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

“ 警告 ” 声明表示存在危险。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，可能会导致人身伤害或死亡。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视 “ 警告 ” 声明而继续进行操作。

目录

入门指南

本指南中 6

在哪里可以找到更多相关信息 7

联机帮助 8

硬件 9

Agilent 5977C 系列 MSD 系统 （所示系统搭配了 Agilent 8890 GC） 9

Agilent 8890 GC 的触摸屏 10

维护计划 11

安全警告 12

操作技巧 13

“ 仪器控制 ” 视图 15

“ 仪器控制 ” 视图图标 16

MassHunter 常用任务 19

在打开 MSD 之前 19

在 EI 模式下对 MSD 抽真空 20

放空 MSD 21

在 EI 模式下调谐 MSD 22

配置 GC 和 MS 数据系统 24

执行单次样品运行 24

手动进样 25

编辑整个方法 26

设置序列 27

使用保留时间锁定 28

错误消息和故障排除 31

错误消息 31

故障排除技巧 32

该页有意留空。

入门指南

本指南中 6
在哪里可以找到更多相关信息 7
联机帮助 8
硬件 9
“ 仪器控制 ” 视图 15
MassHunter 常用任务 19
错误消息和故障排除 31

本指南中

本文档包含系统中各项内容的概述。本文档旨在帮助您快速学习使用 GC/MSD 系统。

在下面的内容中您可以看到：

- 有关可在何处找到关于 MassHunter 软件和 Agilent 5977C MSD 仪器的更多详细信息
- 标明主要部件的硬件照片
- 在 MassHunter 数据采集软件中找到的图标
- MassHunter 常用操作的步骤
- 简要维护计划
- 关于操作技巧、错误消息和故障排除的简要说明

在哪里可以找到更多相关信息

硬件和软件附带完整的**手册**、**视频**、**用户应用程序**和**方法开发工具**。

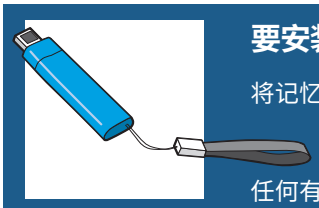
要访问您的 GC 硬件库

1 在与 GC 共享同一网关的计算机或其他设备上打开一个浏览器。

2 输入该 URL `http://xxx.xxx.xxx.xxx/info`，其中 `xxx.xxx.xxx.xxx` 是 GC 的 IP 地址或主机名。例如，输入 `http://10.1.1.101/info`

3 当 GC **帮助和信息主页**屏幕打开时，选择**知识库**，然后向下滚动并选择**用户手册 PDF**。

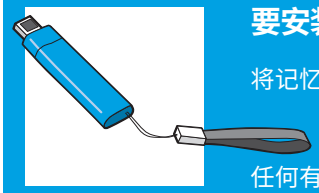
4 从 **PDF 用户手册**屏幕选择 GC 手册。



要安装您的 MS 硬件库

将记忆棒插入 USB 端口，然后按照提示操作。

任何有权限将信息复制到接收电脑上的人都可进行此类安装。



要安装您的软件库

将记忆棒插入 USB 端口，然后按照提示操作。

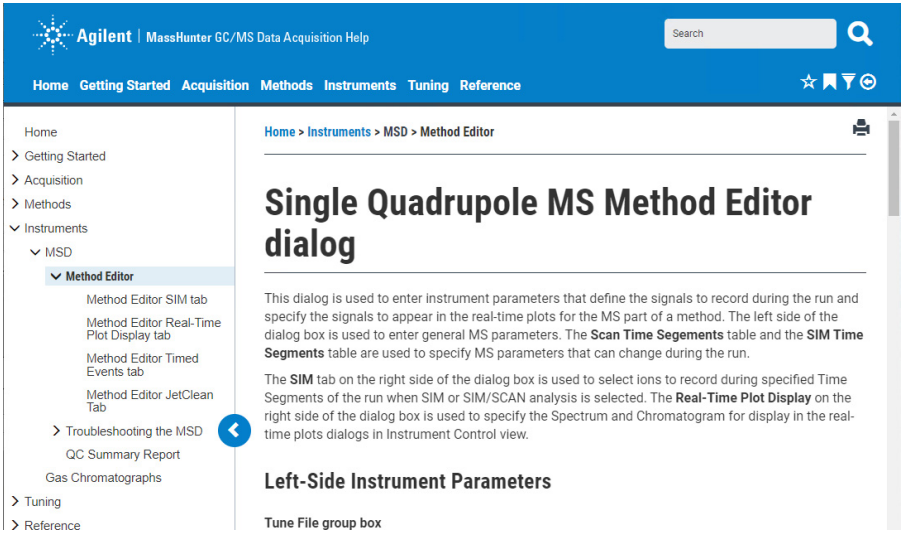
任何有权限将信息复制到接收电脑上的人都可进行此类安装。

联机帮助

联机帮助文件包含了关于仪器控制、数据采集、数据分析、方法、序列、调谐、故障排除和如何使用系统命令和变量的大量信息和指南。在**帮助**中，有以下功能可以使用：

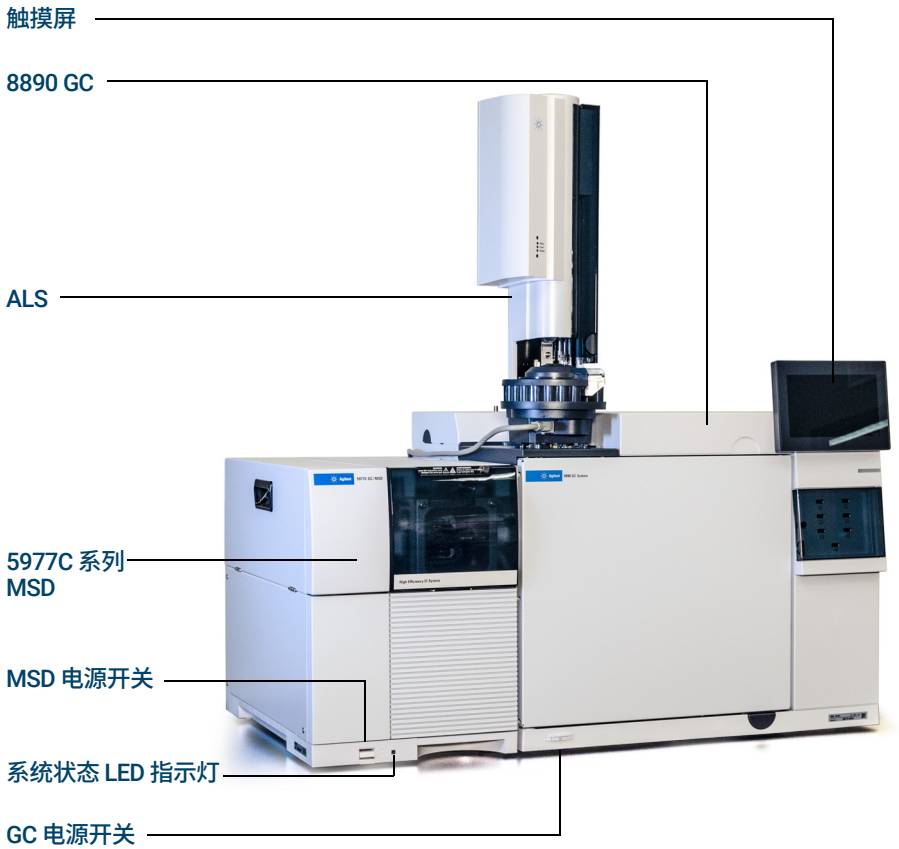
- 输入搜索词，并单击 **搜索**可搜索帮助内容。
- 单击 **设置为收藏**可将当前主题保存到您的收藏夹列表。
- 单击 **收藏夹**可查看您已设置为收藏主题的主题。
- 单击 **打印**可打印当前主题或将其另存为 PDF。
- 单击 **展开**或 **最小化**可显示或隐藏目录。

按 **F1**、使用**帮助**菜单、**帮助**图标或任何对话框中的**帮助**按钮均可访问 **MassHunter 数据采集**软件的**联机帮助**。



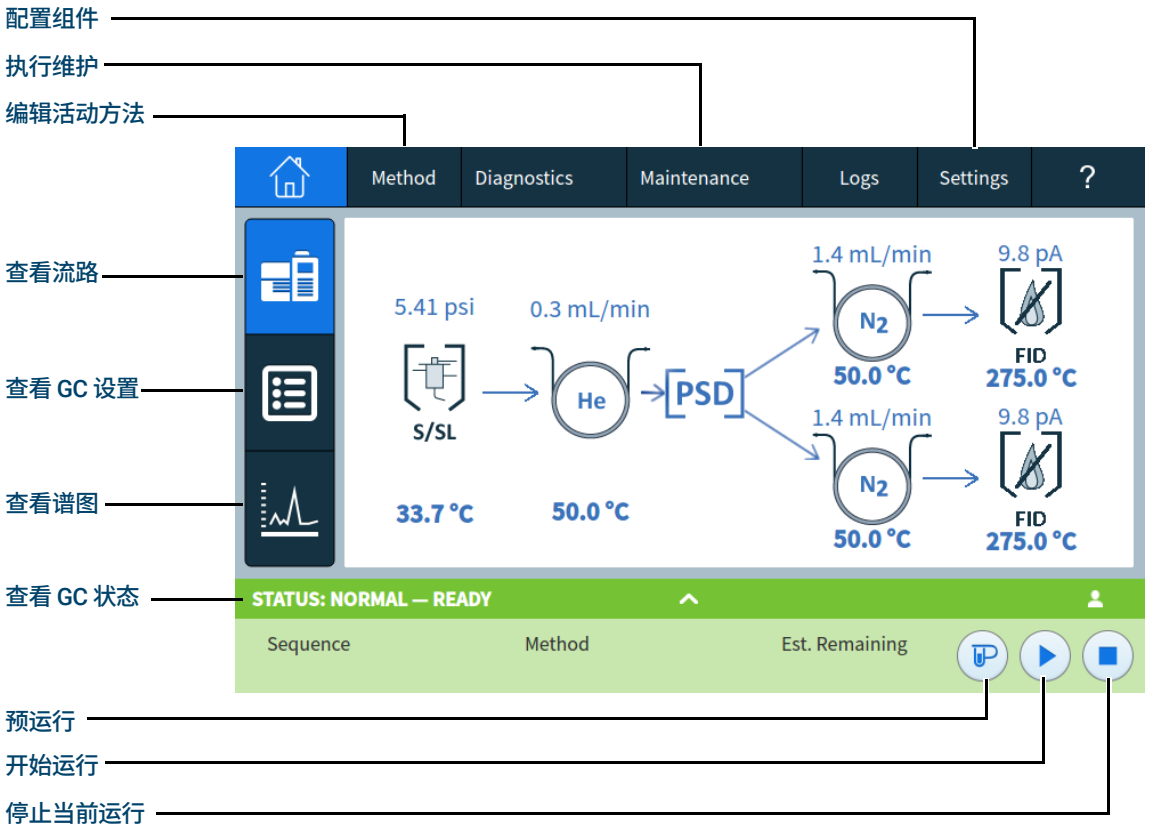
硬件

Agilent 5977C 系列 MSD 系统（所示系统搭配了 Agilent 8890 GC）



Agilent 8890 GC 的触摸屏

MassHunter 数据采集软件可为 Agilent 8890 GC 提供仪器控制。这样您就可以使用软件代替 GC 触摸屏来控制仪器。但有时候您可能想用触摸屏快速访问这些常用功能。



维护计划

在系统的硬件手册中介绍了详细的维护任务。进行系统维护的频率随系统状况的不同而不同。 Agilent 建议进行以下操作：

每天

- ☐ 检查，如果需要，更换隔垫。
- ☐ 检查进样口衬管是否紧密。
- ☐ 检查色谱柱螺帽是否紧密。
- ☐ 检查气体钢瓶，并在其低于 500 psig 时进行更换。

每周

- ☐ 检查前级泵液位 （如果适用）。
- ☐ 更换进样口衬管和 O 形环。
- ☐ 检查内嵌气体过滤器，并在必要时更换。

每个月

- ☐ 清洗分流 / 不分流进样口排气管捕集阱。
- ☐ 检查泄漏 （进样口、色谱柱连接）。

每六个月

- ☐ 更换前级泵液体 （如果适用）。
- ☐ 检查并在必要时重新向校正样品瓶注入校正液。

每年

- ☐ 检查，如果需要，更换扩散泵液。
- ☐ 修理或更换 GC 中的内部或外部捕集阱及化学过滤器。

根据需要

- ☐ 调谐 MSD。
- ☐ 清洗离子源。
- ☐ 更换载气捕集阱。
- ☐ 更换老化部件 （EM 热丝等）。
- ☐ 更换色谱柱。
- ☐ 润滑密封垫。

安全警告

警告

除非 MSD 提供的文件中有特别的说明，否则切勿在 MSD 处于打开状态或连接到电源时进行维护。

即使关闭了 MSD，GC/MSD 接口也可能会打开且处于危险的高温状态。MSD 关闭后，GC/MSD 接口的冷却非常慢。在进行操作之前，请确保全部部件都已冷却。

在 GC 背后操作时请小心。在冷却循环期间，GC 将排放可能烫伤操作人员的高温废气。

如果正在分析有毒的化学物质或使用有毒溶剂，请使用一条软管将前级泵废气排出实验室外。请注意：带有标准前级泵的集油器只能停止前级泵油的流动，它不能捕集或过滤掉有毒的化学物质。

更换泵液时，请佩戴适当的防化学腐蚀的手套以及护目镜。避免接触到这些液体。

进样口、检测器和阀箱周围的隔热材料以及隔热罩的材料均是耐火陶瓷纤维。避免吸入耐火陶瓷纤维微粒。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。处理耐火陶瓷纤维材料后使用中性肥皂和凉水洗手。

操作技巧

- ☐ **定期**备份数据和方法。
- ☐ 确保使用的调谐文件适合样品。
- ☐ 将 " 调谐 " 报告保存在笔记本电脑中，以备将来参考。
- ☐ 按照 GC 和 MSD 硬件文档所述进行系统维护。保留所有执行的维护记录。
- ☐ 在放空 MSD 时，利用冷却的 GC 进行维护，如更换进样口衬管、隔垫等。
- ☐ 抽真空后，在调谐或采集数据之前，要等待**至少两个小时**，才能使 MSD 达到热平衡。
- ☐ 最佳灵敏度通常在色谱柱流速等于或小于 1.2 毫升 / 分钟时出现。
- ☐ 在进样量大于 1 微升时，请使用脉冲不分流模式，并提高初始柱箱温度 10 至 20 °C。
- ☐ 对于不分流进样，脉冲不分流模式能将更多定量样品传输至色谱柱。通常，脉冲压力是初始进样口压力的两倍。
- ☐ 如果选择**恒定流量**模式，则在大多数情况下将会供最有效的分离。
- ☐ 对于新色谱柱，在最初的几次柱箱温度循环之后，要检查色谱柱螺帽是否依然紧固。
- ☐ 使用**设置**页面显示一系列参数及其设定点和实际值 （例如，**色谱柱流量**和**柱箱温度**）。
- ☐ 冲洗并重新填充 ALS 清洗瓶。不要向已有部分溶剂的样品瓶添加溶剂。
- ☐ 将下表作为使用 SIM 和 / 或 " 扫描 " 采集模式的指导。

任务	模式
分析未知组分的混合物。	扫描，或 SIM/ 扫描
分析未知浓度、已知组分的混合物 （定量）。	扫描、 SIM 或 SIM/ 扫描
在混合物中鉴别一些低浓度水平的已知化合物的存在。	SIM

- ☐ 在选择 SIM 的质量时，请使用在表格形式的报告中打印的精确质量，而不要使用谱图显示中标注的额定质量。这会提供更准确的数据。
- ☐ 在进行 SIM 分析时，请使用低分离度模式，除非您想要确定原子分离的质量比率。低分离度会提供最高的灵敏度和最大的重复性。

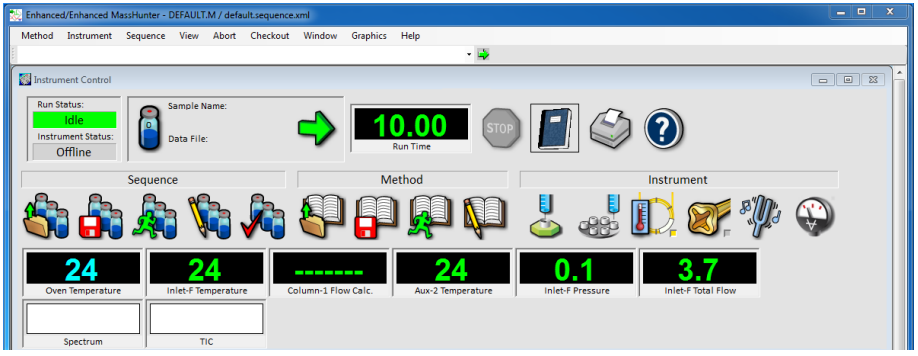
- ☐ 选择能够产生较好谱库检索结果的最小扫描范围。这样会在一个色谱峰中有更多的谱图数据，并且可更好地进行定量。

“ 仪器控制 ” 视图

启动 MassHunter 时，会显示 “ 仪器控制 ” 视图。在这里您可以设置和监视仪器参数。如果在 “ 调谐和真空控制 ” 视图中，则在准备设置数据采集系统时，请选择**视图 > 仪器控制**。

注意

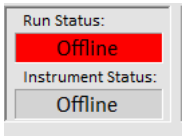
有关软件中使用的菜单、按钮或窗口的更多详细信息，请参阅联机帮助。



“ 仪器控制 ” 视图图标



开始单次样品运行
显示样品名称、样品瓶编号和数据文件名。单击绿色箭头可打开 “ 开始运行 ” 对话框。



采集状态指示器
显示当前运行的状态。



运行时间
在运行进行中，此时钟显示自运行开始所经过的时间。在此为时钟增量。计划的运行时间显示在数字时钟下方。运行未进行时，此时钟将自上次运行所经过的时间显示为 “ 后运行时间 ”。在此为时钟减量。



停止
运行正在进行时，停止符号为红色；运行不在进行时，停止符号为灰色。当系统处于 “ 预运行 ”、 “ 运行 ” 或 “ 后运行 ” 状态时，使用此按钮可停止运行系统。如果系统处于 “ 运行 ” 状态，用 “ 停止 ” 按钮后将进入 “ 后运行 ”。如果系统处于 “ 后运行 ” 状态，则系统将转至 “ 空闲 ” 状态。



工作日志
显示 “ 工作日志 ” 菜单。



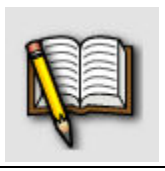
打印
显示带有可打印项目的对话框，这些可打印项目如序列日志、当前序列和仪器参数。



帮助
显示 “ 仪器控制 ” 视图的帮助信息，并可访问帮助系统的其他部分。



调用序列
打开 “ 调用序列 ” 对话框。

	**保存序列** 打开 “ 保存序列 ” 对话框。
	**运行序列** 打开 “ 启动序列 ” 对话框。
	**编辑序列** 打开 “ 序列表 ” 对话框。
	**模拟序列** 测试序列。
	**调用方法** 打开 “ 调用方法 ” 对话框。
	**保存方法** 保存当前方法。
	**运行方法** 打开 “ 开始运行 ” 对话框。
	**编辑方法信息** 打开 “ 方法信息 ” 对话框，并允许输入方法注释，选择是否将方法的副本与数据一起保存，并指定要运行的方法部分。



进样口 / 进样类型
打开 “ 进样口和进样参数 ” 对话框。选择进样口和进样源。在该框中，还可以选择是否运行 MS。



ALS 参数
允许在 “GC 编辑参数 ” 对话框中编辑 ALS 参数。



CTC 进样器
允许设置 CTC 进样器的自动进样器参数。



GC 参数
允许编辑 Agilent 7890A GC 参数。



MS 参数
允许编辑 MS 参数。右下角的状态指示器颜色由 “MS 状态 ” 面板中指示器的颜色确定。



调谐参数
允许调谐 MS。
- **调谐 MSD：** 执行完整的自动调谐
- **快速调谐**：会调整峰宽、质量分配和丰度，不会更改离子比率
- **手动调谐**：可让您手动编辑调谐文件



真空控制
允许对分析器具进行抽真空或放空操作。

MassHunter 常用任务

在打开 MSD 之前

打开或尝试操作 MSD **之前**，请确认以下事项。

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

警告

前级泵的废气中包含所分析的溶剂和化学物质。如果使用标准前级泵，那么也会有泵油残留。如果您正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请拆下净化器（标准泵）并安装一根软管（11 毫米）以便将前级泵废气排放到室外或排入通风（废气）橱内。符合本地规定。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。在操作使用氢气载气的 MSD 之前，请阅读《氢气安全》手册。

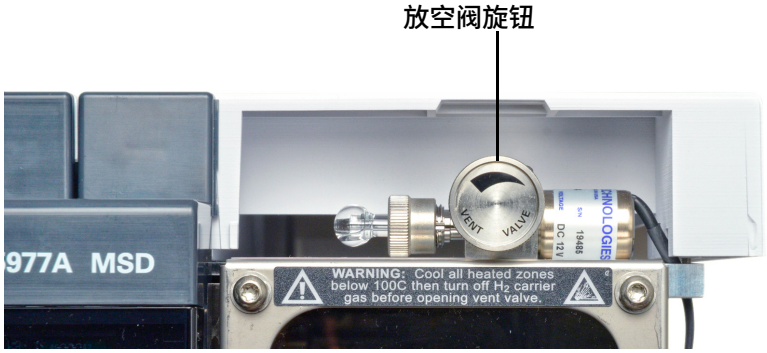
在 EI 模式下对 MSD 抽真空

警告 **在启动 MSD 并对其进行抽真空之前，请确保 MSD 满足“在打开 MSD 之前”，第 19 页中列出的所有条件。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。在操作使用氢气载气的 MSD 之前，请阅读《氢气安全》手册。**

5 取下分析仪窗口盖。

6 以顺时针方向转动旋钮，关闭放空阀。



7 插上 MSD 电源线。

8 按下 MSD 前面的**开机**按钮。

9 轻按侧板以确保密封良好。按下侧板上的金属盒。

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

10 启动 MassHunter 数据采集程序。

11 在“仪器控制”视图中，选择**仪器 > MS 真空控制**以显示**真空控制**对话框。

12 在“真空控制”对话框中，单击**抽真空**，然后按系统提示操作。

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

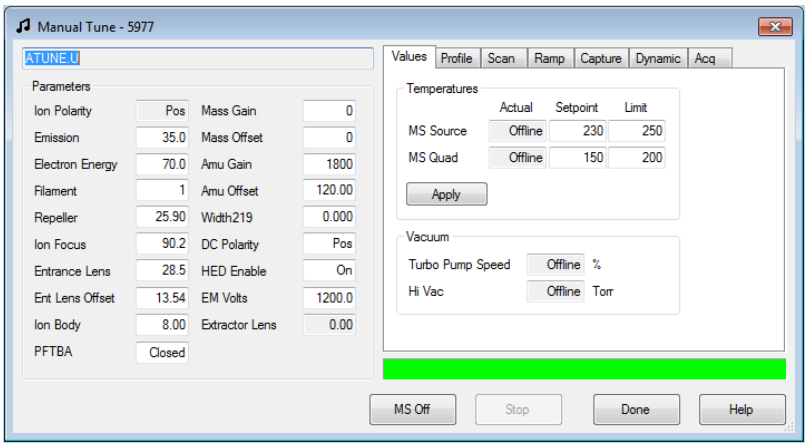
在消息**可以运行**出现后，**等待至少两个小时**，以便 MSD 达到热平衡。在 MSD 达到热平衡前采集的数据可能无法再生。

放空 MSD

1 在 " 仪器控制 " 视图中，选择**仪器 > GC 参数**以显示 "GC 编辑参数 " 对话框。选择**柱箱**，并将柱箱温度设置为室温。此外，选择**辅助加热器 （MSD 传输线）**和 **进样口**，并将这些温度设置为室温。单击**确定**关闭该对话框，并将此温度发送到 GC。

2 在 " 仪器控制 " 视图中，选择**仪器 > 编辑调谐参数**以显示 " 手动调谐 " 对话框。

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



警告 **如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须停止载气流。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MSD 中，因而有可能发生爆炸。在操作使用氢气载气的 MSD 之前，请阅读《氢气安全》手册。**

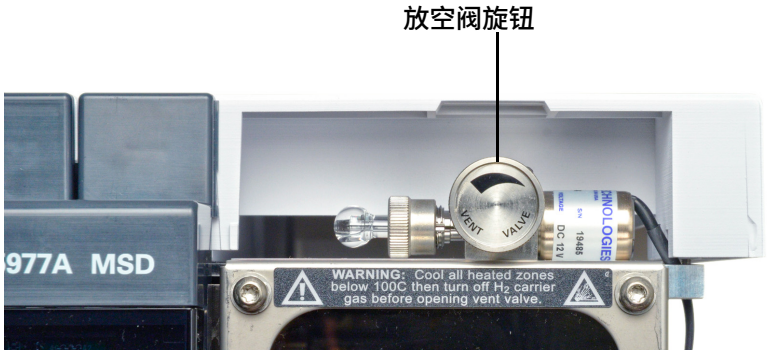
小心 **确保在关闭载气流时 GC 柱箱和 GC/MSD 接口已冷却，以防止损坏色谱柱。**

4 在 " 仪器控制 " 视图中，选择**仪器 > MS 真空控制**以显示真空控制对话框。

5 卸下分析仪窗口盖板，即可接触到放空阀。

6 单击**放空**开始 MSD 的自动关闭过程。按照提供的说明进行操作。

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



切勿 过度旋转旋钮，否则 O 形环会从凹槽中掉出。在抽真空前关闭放空阀。

在 EI 模式下调谐 MSD

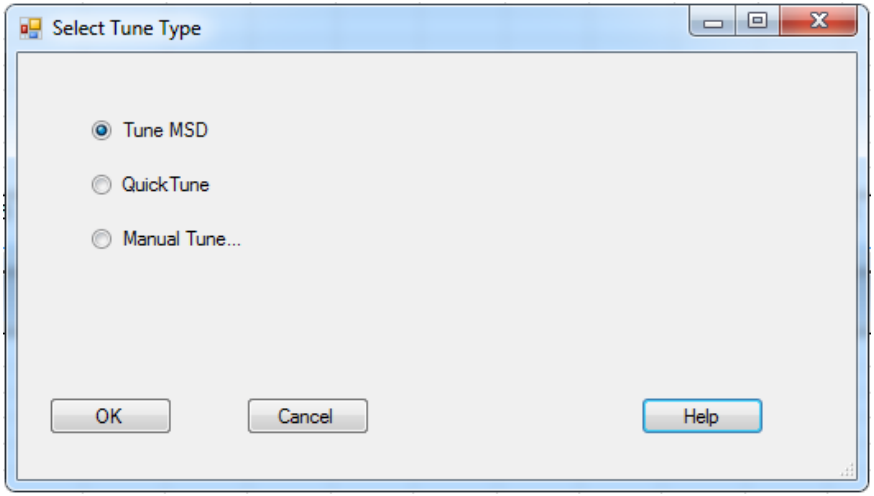
1 调用将用于数据采集的方法。

2 在 " 仪器控制 " 视图中，单击**仪器 MS 参数**图标以显示**四极杆方法编辑器**对话框，并在 " 调谐文件 " 区域中验证载入的调谐文件正确。对于大多数应用程序， **ATUNE.U** （自动调谐）都可提供良好的结果。由于 **STUNE.U** （标准调谐）会降低灵敏度，因此不推荐使用。

3 要选择其他调谐文件，请按**浏览**按钮以显示**选择调谐文件**对话框。**设置**区域将显示选定调谐文件的重要参数。

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

4 单击 **MS 调谐**图标以显示**选择调谐类型**对话框。



5 选择**调谐 MSD** 执行完整自动调谐，或选择**快速调谐**用于调整峰宽、质量分配和丰度，而不会更改离子比率。或者，也可以选择**手动调谐**以显示 " 手动调谐 " 对话框和用于对调谐文件进行手动编辑的图形。

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

7 等待调谐完成和生成报告。

8 要评估结果，请从**验证**菜单中选择**评估调谐**。

要查看调谐结果历史记录，可在 " 仪器控制 " 视图中选择
验证 > 查看近期调谐 ...。

要手动调谐 MSD 或执行特殊的自动调谐，请选择
视图 > 调谐和真空控制。有关调谐的其他信息，请参阅 MassHunter 数据采集软件附带的手册和联机帮助。

配置 GC 和 MS 数据系统

1 设置进样口和进样参数，验证选中了**使用 MS** 复选框。

2 选择**仪器 > GC 参数**以显示 “GC 编辑参数 ” 对话框。

3 在**配置**选项卡中选择**其他**选项卡。

4 检查**热辅助类型**是否设置为 **MS 传输线**。

5 单击**色谱柱**选项卡，并检查连接到 MS 的色谱柱是否显示为**出口**选定的**真空**。

6 如果进行了任何更改，请单击**确定**，否则单击**取消**，不对方法进行任何更改。

执行单次样品运行

1 选择**方法 > 调用方法**或单击**调用方法**图标以显示 “ 浏览文件夹 ” 对话框。

2 选择用于此采集运行的方法文件，然后单击**确定**。

3 选择**方法 > 运行方法**或单击“仪器控制”面板中的绿色大箭头可显示“开始运行 ” 对话框。

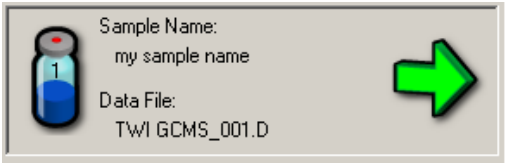
4 在 “ 开始运行 ” 对话框中，输入**数据文件名称**。输入**样品名称**和**其他信息**，这些可选信息与数据文件一起存储。输入**样品量**、**乘积因子**和样品存储在 ALS 样品盘中的**样品瓶编号**位置。

   在使用安装了 G4515A BCR 样品盘的 Agilent 7693 ALS 时，必须在**预期条形码**字段中输入值。如果没有输入条形码值，请输入不区分大小写的字符串 **Off**，以禁用对不存在的条形码的读取操作。

5 在 “ 要运行的方法部分 ” 框中，选择 **数据采集**。

6 单击**确定并运行方法**。

   样品瓶编号、样品名称和数据文件名称显示在 “ 样品运行 ” 框中，运行时间显示在 “ 运行时间 ” 框中的总运行时间上方。左上角的 “ 状态 ” 框显示处于 “ 运行前 ” 状态的系统，在样品进样后，它将更改为 “ 运行 ” 状态。在运行结束之前，“ 仪器控制 ” 面板图标将显示为灰色，除 “ 停止运行 ” 图标以外的所有仪器控件都将被禁用。



执行多次自动运行

此过程使用以前创建的序列表。

1 从 " 仪器控制 " 面板中，选择**序列 > 调用序列**以显示 " 调用序列 " 对话框。

2 选择序列文件，并单击**打开**。如果需要，浏览 " 检索位置 " 字段以查找包含已保存序列的目录。

3 单击**序列 > 运行序列**或单击**运行序列**图标可显示 " 开始序列 " 对话框。

4 在 " 序列注释 " 字段中输入注释。

5 单击**运行序列**可开始自动序列。

在 " 仪器控制 " 面板上方将显示一个黄色工具栏，其中显示序列状态，并包含可让您编辑或暂停序列的按钮。如果在样品运行期间编辑或暂停序列，当前样品运行将完成，但无法处理其他样品，直到关闭序列表或继续进行暂停的序列为止。

手动进样

在 " 仪器控制 " 视图中：

1 在 " 仪器 " 菜单中选择**仪器 > 进样口 / 进样器类型**。

2 在 " 进样口和进样参数 " 对话框中，选择**手动**作为进样源，并单击**确定**以继续。

3 在 GC 触摸屏上，触摸 **（预运行）**。这会取消载气节省的流量，将进样口流量提至设定值，并关闭吹扫阀 （只适用于无分流进样）。

4 选择**方法 > 运行方法**。

5 出现 " 开始运行 " 对话框时，请指定如下所述的样品信息：

☐ 为样品指定唯一数据路径。

☐ 为样品指定唯一数据文件名。

☐ （可选）填写**操作者姓名**、**样品名称**和**其它信息**字段，以记录进样。

☐ 确保已选择了**数据采集**选项。

☐ （可选）如果要生成方法中指定的任何 " 数据分析 " 报告，请选择**数据分析** 选项。

6 单击**运行方法**以启动运行。如果温度稳定，则会出现 " 准备进样 " 对话框。否则会显示消息 " 等待 GC 准备就绪 "。

7 当 GC 温度稳定后 （触摸屏底部的状态显示 " 就绪 "），进样样品并在 GC 触摸屏上触摸  **（开始）**。

小心 **GC 准备就绪之前请勿进样。这会导致不一致的结果。**

编辑整个方法

在配置为用于经典 （ChemStation）药物分析时不要使用此过程，而应该使用 " 编辑整个方法 （药物分析） "，如联机帮助中所述。

1 选择**方法 > 调用方法**。

2 选择要用于此采集的方法文件，然后单击**确定**。

在配置有 MS 的系统上调用方法时，软件对比实际离子源 / 四极杆的温度与方法调谐文件中的设定值进行比较。如果它们不在三度容差条件内，系统将询问您是否要下载新的设定值。

3 选择**方法 > 编辑整个方法**或单击**编辑整个方法**图标。将显示 " 编辑方法 " 对话框。

4 选中**信息**复选框以编辑 " 方法信息 " 对话框。

5 选中**仪器 / 采集**复选框以编辑下列对话框：

- 进样口和进样参数
- GC 编辑参数
- GC 实时谱图
- MS 或 MSD 方法编辑器
- 选择视窗

6 单击**确定**。这些对话框将根据在前面步骤中选定的选项进行显示。

7 如果显示 " 方法信息 " 对话框，则可有选择地输入方法注释，并选择是否将方法的副本与数据一起保存。然后指定要运行的方法部分。如果选择 " 数据分析 " 方法部分，则可激活 " 自动数据分析 " 功能。编辑完成后，单击**确定**可显示下一个对话框。

8 如果显示 " 进样口和进样参数 " 对话框，则可设置进样口和进样参数。编辑完成后，单击**确定**可显示下一个对话框。

9 如果显示 " 编辑 GC 参数 " 对话框，则可编辑 GC 参数。如果要有选择地显示 GC 数据的实时图谱，可单击**信号**图标，然后配置最多四个要显示的 GC 信号。编辑完成后，单击**确定**可显示下一个对话框。

10 如果显示 “GC 实时谱图 ” 对话框，则根据在上一步中进行的信号配置来选择要显示的 **GC 信号**。编辑完成后，单击**确定**可显示下一个对话框。

11 如果显示 “MS 方法编辑器 ” 对话框，请为 MS 设置扫描参数。如果显示 “ 单四极杆 MS 方法编辑器 ” 对话框，请为 MSD 设置扫描参数。

   a 可以有选择地在 “ 方法编辑器实时图谱显示 ” 选项卡中输入指定 MS 数据的实时图谱所必需的值。

   b 可以有选择地在方法编辑器 “ 定时事件 ” 选项卡中输入 “ 定时事件 ” 的值。

12 编辑完成后，单击**确定**可关闭 “ 方法编辑器 ” 对话框。

13 如果显示“选择视窗”对话框，可将所需视窗从“可用的视窗”列移到“选定视窗”列，完成后单击**确定**。

14 保存方法。

设置序列

可使用序列表设置序列。序列表中的每行都包含一个样品 （一个 ALS 一个样品瓶）的分析信息。

1 选择**序列 > 编辑序列**或单击工具栏中的**编辑序列**图标，可显示序列表。

2 要使用以前保存的序列表列布局，请单击**工具**，然后从下拉列表中选择**调用列布局**，以显示 “ 打开 ” 对话框。

   选择包含正确布局的文件，然后单击**打开**。

3 要配置显示在序列表中的列，请单击表工具栏中的**工具**，然后选择**添加 / 删除列**。

4 如果要添加比当前表可容纳的样品更多的样品，在表中选定了某行后，单击 

向下箭头，然后选择 **1 个样品**以在表底部插入一个新样品，或选择 **5 个样品**以插入 5 个新样品。选择 **N 个样品**以指定要添加到表的样品数。选择**插入**将新行添加到当前选定行的上方。

5 输入应用于每个样品的所有参数必需的值，以编辑序列表。

   在使用安装了 G4515A BCR 样品盘的 Agilent 7693 ALS 时，必须在 “ 预期条形码 ” 字段中输入值。如果没有输入条形码值，请输入不区分大小写的字符串 **Off**，以禁用对不存在的条形码的读取操作。

   要使用 ALS 和样品盘上的样品重叠，此序列必须使用为所有样品定义样品重叠的单个方法。

6 要将选定单元格中的值递增到所有后面的单元格，请选择表中的单元格，然后单击  。

7 完成后，单击**确定**关闭序列表。

8 保存序列。

使用保留时间锁定

概述

保留时间锁定 (RTL) 包含收集化合物的数据，该化合物所需的保留时间在当前方法设定值 （-20%、 -10%、额定值、 +10%、 +20%）附近的不同进样口压力条件下是已知的。然后评估五次运行，生成压力 / 保留时间曲线，以说明特定仪器的特性。从曲线中可计算出导致锁定化合物在预期时间洗脱的预测压力，然后将该压力存储起来，以便方法在该压力下运行。

锁定方法

使用该面板可指定 RTL 校正运行的压力以及 ALS 样品瓶。缺省参数与该菜单项当前使用的参数相同。可将参数更改为当前方法设定值的 ± 20%。

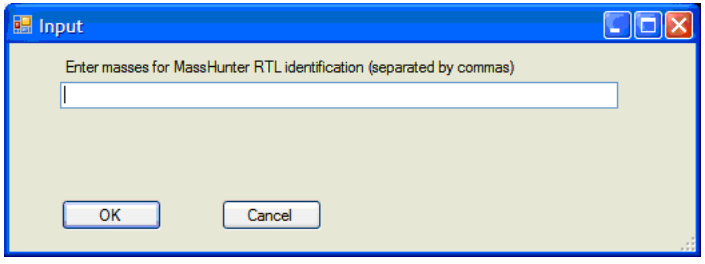
1 调用您要锁定的方法。如果需要，可编辑此方法。

2 单击**方法 > 采集 RT 锁定校正数据**。将显示一个对话框，其中显示消息 “ 此操作将收集压力不同的 5 个数据文件。是否继续 ?”

3 单击**是**。

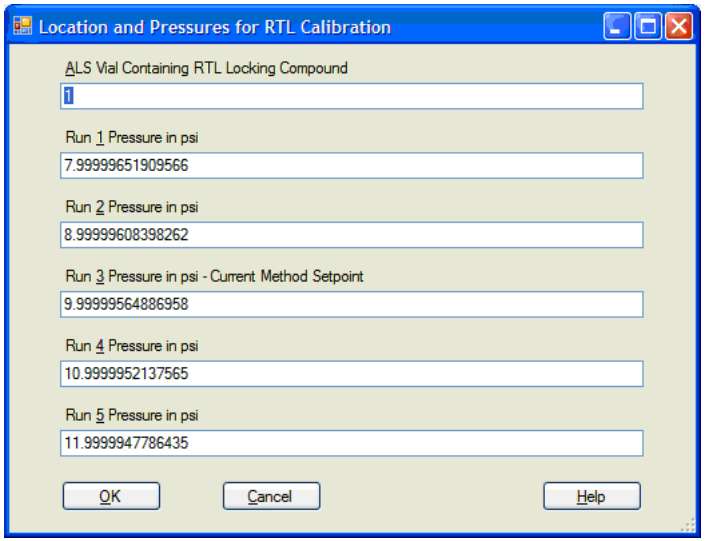
如果调用的方法已锁定，则将显示一个警告对话框，警告所有锁定的数据将被删除。选择**是**继续并删除现有的校正，或选择**否**以终止重新校正。

4 单击**确定**。系统将要求您为 MassHunter RTL 识别输入质量。



5 输入质量值，如果有多个质量值，请用逗号分隔。单击**确定**。

将显示对话框，可在其中对五个 RTL 运行设置压力和 ALS 样品瓶。输入 ALS 样品的样品瓶位置。



6 单击**确定**。

将显示一个对话框，其中显示消息 " 样品必须在位置样品瓶位置 中 "。其中，" 样品瓶位置 " 是在上一步中输入的样品瓶位置。

7 单击**确定**，启动此运行。

8 采集将从清洗运行 (cleanout.d) 开始，然后再进行五次运行 （rtlock1 至 rtlock5），从 rtlock1.d 开始。将显示一个消息框，其中显示 "RTL 校正次数 "。单击**确定**。

9 单击**是**以保留锁定校正数据文件。

10 接受或修改数据，然后单击**确定**，为后续数据文件输入锁定保留时间。

11 单击**确定**以将锁定压力保存到方法。

在状态行上显示 "RTL 校正完成 " 时，表示锁定过程已完成。

12 保存方法。

取消方法锁定

1 调用您要取消锁定的方法。

2 从 " 仪器控制 " 面板中，选择**方法 > 取消方法锁定**。

3 在显示消息框时，单击**是**。这将删除方法的锁定标记，允许用户执行手动色谱柱流量调整。

4 以其他名称保存此方法。

重新锁定方法

1 调用您要重新锁定的方法。

2 从 " 仪器控制 " 面板中，选择**方法 > 重新锁定方法**。

3 看到系统提示时，输入质量值，如果有多个质量值，请用逗号分隔。单击**确定**。将显示对话框，可在其中对五个 RTL 运行设置压力和 ALS 样品瓶。输入 ALS 样品的样品瓶位置。

4 单击**确定**。将显示消息 " 样品必须放置于位置 1 中 "。

5 单击**确定**，启动此运行。

6 验证采集是否已开始，以及是否再进行五次运行，从 rtlock1.d 开始。验证每个运行的压力基本上是恒定的。将显示一个消息框，其中显示 "RTL 校正次数 "。单击**确定**。

7 消息将显示 LSTSQFIT 系数。单击**确定**。

8 单击**是**以保留锁定校正数据文件。

9 单击**确定**，为后续数据文件输入锁定保留时间。

10 单击**确定**以将锁定压力保存到方法。

11 保存方法。

错误消息和故障排除

错误消息

有时， MSD 中的问题会导致在 MassHunter 软件中出现错误消息。某些错误消息仅在调谐过程中才出现。其他消息会在调谐或仪器控制过程中出现。

有时，仅出现一个号码而非消息本身。此编号可代表一个或更多错误消息。

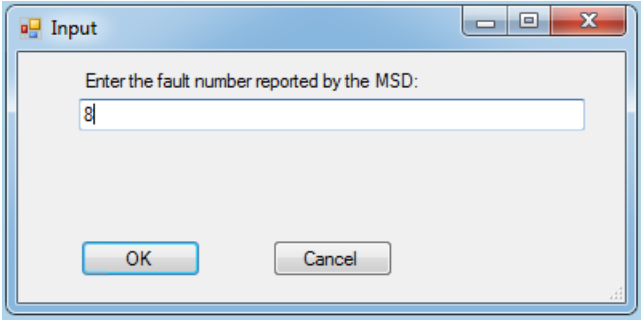
将编号转译为错误消息：

1 记下该编号。

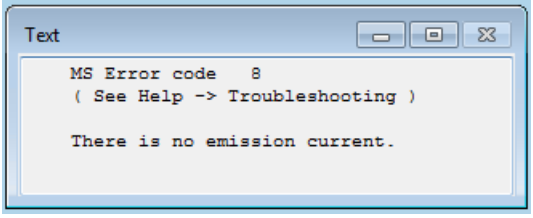
2 在 " 仪器控制 " 中，选择**视图 > 调谐和真空控制**。

3 选择**状态 > MS 错误编码**。

4 在给出的框中键入错误编号，然后单击**确定**。



将显示对应的错误消息。



故障排除技巧

MSD LAN 错误

MSD 已开启，但状态闪烁 " 未找到服务器！请检查 *LAN* 连接 "

初次打开 MSD 时，这种情况很正常。这意味着 MassHunter 数据采集软件还未与 MSD 建立起通信。如果启动真空后，闪烁依然继续，可能的原因是：

- 临时的电源故障中断通信。
- MSD 与 MassHunter 数据采集软件和 / 或 Agilent Bootp 服务和 / 或交换机 / 集线器之间的存在连接故障。
- 在 LAN 中的 Agilent Bootp service 中，MSD 的 MAC 和 IP 地址配置不正确。

基线升高

- 色谱柱渗漏
- 其他污染

前级泵或真空歧管压力过高

- 色谱柱流量过大
- 漏气
- 扩散泵液面过低
- 扩散泵液被污染
- 前级泵油位过低
- 前级泵油被污染
- 前级软管收缩 （这会导致真空歧管压力过高而前级泵压力过低）

质谱图中背景较高

- 漏气
- 前级泵或真空歧管压力过高
- 其他污染

m/z 为 18、 28、 31 和 44 时的离子

- 检测器最近进行过放空操作 （残余空气和水）
- 漏气

同位素缺失或同位素比值有误

- 调谐不正确
- 离子源脏
- 高背景
- 电子倍增器电压过高
- 推斥极电压过高
- 扫描速度太高 （扫描模式）
- 驻留时间短 （SIM 模式）
- 峰太宽或太窄
- 入口透镜和离子聚焦极相斥
- 入口透镜、聚焦或拉出极透镜交叉

不出峰

- 样品浓度不正确
- 没有分析物
- 缺少注射器或注射器未正确安装 （只适用于 ALS）
- 空的样品瓶
- 分流模式进样而非无分流模式进样

峰拖尾

- 样品路径中存在活性点
- 进样量过多
- 进样口太冷
- 色谱柱流量过低
- GC/MSD 接口或离子源温度过低

平峰顶

- 溶剂延迟时间过短
- 显示比例有误
- 进样量过多
- 电子倍增器电压过高

分顶峰

- 进样技术有问题
- 进样量过多

峰宽不一致

- 调谐不正确
- 校正样品瓶中无 PFTBA 和 PFDTD
- 校正阀故障
- 离子源脏
- 电子倍增器破旧
- MSD 没有足够时间达到热平衡
- 实验室温度变化较大

可重现性差

- 注射器针头脏
- 进样口泄漏
- 进样口衬管与进样量不匹配
- 色谱柱连接松动
- 压力、色谱柱流量和温度发生变化
- 离子源脏
- 分析仪中的连接松动
- 接地回路

灵敏度差

- 调谐不正确
- 调谐文件与分析类型不匹配
- 温度不正确
- 样品浓度不正确
- 进样口泄漏
- 分流比有误
- 无分流模式下的吹扫时间太短
- MSD 中的压力过大
- 离子源脏
- 漏气
- 检测器工作不正常
- 灯丝运行不佳
- 滤质器极性不正确

保留时间 （RT）偏移

- 色谱柱已缩短 （保留时间更短）
- 色谱柱变旧 （保留时间更短）
- 样品路径中存在活性点 （保留时间更长）
- 色谱柱流量已降低 （保留时间更长）
- 进样口泄漏 （保留时间更长）
- 柱箱初始温度发生变化 （升高 = 保留时间更短，
  降低 = 保留时间更长）

有关更详细信息，请参阅联机帮助的 “MSD 故障排除 ” 部分。

该页有意留空。

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2022

第一版， 2022 年 7 月

G7077-97045

