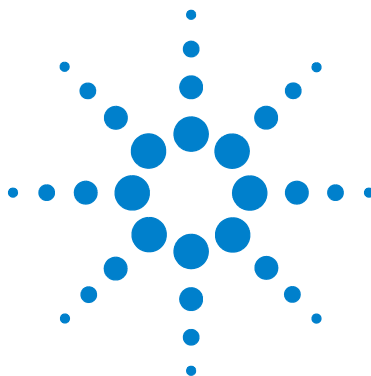




Agilent 7000A 系列 三重四极杆 GC/MS

操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2008

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

手册部件号

G3170-97030

版本

第一版，2009 年 1 月

美国印刷

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

担保

本文档中包含的材料按“原样”提供，若在后续版本中有任何更改，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

小心事项表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致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，才可以忽略小心事项的要求继续进行操作。

警告

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

目录

1 简介

所使用的缩写	10
7000A 系列三重四极杆质谱仪	12
Agilent 7000A 系列三重四极杆 GC/MS 硬件说明	14
重要安全警告	15
氢气安全	17
安全与规范认证	22
仪器的清洗 / 回收利用	25
液体洒落	25
移动或存放 MS	25

2 安装 GC 色谱柱

色谱柱	28
准备安装毛细管色谱柱	30
在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱	32
老化毛细管色谱柱	34
将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中	36

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

从数据系统操作 MS	41
EI GC/MS 接口	41
打开 MS 之前	43
抽真空	44
控制温度	44
控制色谱柱流速	45

控制碰撞池流速	45
放空 MS	46
设置 MS 温度和真空状态监视器	47
设置 MS 质量分析器温度	49
设置 MassHunter WorkStation 的 GC/MS 接口温度	52
监测高真空压力	54
校正色谱柱	55
配置 CC 气体	57
设置碰撞池气体流速	58
调谐 MS	60
验证系统性能	61
打开左侧面板进入质量分析器腔体	62
取下左后方外壳进入后质量分析器腔体	63
对 MS 抽真空	65
放空 MS	67
移动或存放 MS	69
从 GC 设置接口温度	71
将方法保存到 GC	72

4 常规维护

开始之前	74
维护真空系统	79
维护质量分析器	80
打开前质量分析器腔体	82
卸下 EI 离子源	85
拆卸 EI 离子源	88
清洁 EI 离子源	90
卸下灯丝	93
重新安装灯丝	95
重新组装 EI 离子源	97
重新安装 EI 离子源	100
连接离子源和侧板之间的线缆	102
关闭前质量分析器腔体	105
打开后质量分析器腔体	106
更换电子倍增器打拿极	109
关闭后质量分析器腔体	111

本手册内容

本手册介绍了 Agilent 7000A 系列三重四极杆质谱仪 (MS) 系统的操作和维护信息。

1 “简介”

第 1 章介绍了 7000A 系列三重四极杆质谱仪的一般信息，包括硬件说明、一般安全警告和氢气安全操作信息。

2 “安装 GC 色谱柱”

第 2 章介绍了如何准备与 MS 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/MS 接口将毛细管色谱柱与 MS 连接。

3 “在电子冲击 (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 “常规维护”

第 4 章介绍了 7000A 系列三重四极杆质谱仪的一般维护过程。

1 简介

所使用的缩写	10
7000A 系列三重四极杆质谱仪	12
Agilent 7000A 系列三重四极杆 GC/MS 硬件说明	14
重要安全警告	15
氢气安全	17
安全与规范认证	22
仪器的清洗 / 回收利用	25
液体洒落	25
移动或存放 MS	25

本部分介绍 7000A 系列三重四极杆质谱仪 (MS) 的常规信息，包括硬件说明、常规安全警告和氢气安全操作信息。



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（校准剂）
CC	碰撞池
CID	碰撞诱导解离
DC	直流电
DFTPP	十氟三苯磷（校准剂）
DIP	直接插入探头
EI	电子轰击
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
<i>m/z</i>	质荷比
MFC	质流控制器
MRM	多反应监测
MS	质谱仪

表 1 缩写（续）

缩写	定义
MS1	前四极杆
MS2	后四极杆
OFN	八氟萘（校准剂）
PFTD	全氟二甲基三氧十二烷（校准剂）
PFTBA	全氟三丁胺（校准剂）
QQQ	三重四极杆
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	分流涡轮分子真空泵

7000A 系列三重四极杆质谱仪

7000A 系列三重四极杆质谱仪是一种独立的毛细管 GC 检测器，可与 Agilent 系列气相色谱仪（见[表 2](#)）一起使用。三重四极杆质谱仪具有以下特色：

- 一个分流涡轮分子真空泵
- 旋片式前级泵
- MS 单独加热的电子电离离子源
- 两个 MS 单独加热的双曲四极杆质量过滤器
- 一个六极杆碰撞池
- 高能倍增器 (HED) 电子倍增器检测器
- GC 单独加热的 GC/MS 接口
- GC 单独控制的碰撞池气体

物理特征

7000A 系列三重四极杆质谱仪为长方箱体，大约 47 厘米长，35 厘米宽，86 厘米高。分子涡轮泵主机的重量为 59 公斤。附加前级（粗真空）泵的重量为 11 公斤。

此仪器的基本组件包括：框架 / 盖装配件、本地控制面板、真空系统、GC/MS 接口、离子源、电子设备和前后质量分析器。

真空规

7000A 系列三重四极杆质谱仪配备有两个离子真空规。MassHunter WorkStation 可用于读取多真空系统中的压力（高真空）以及涡轮分子真空泵排出压力。

表 2 7000A 系列三重四极杆质谱仪特性

特性	G7000A
电离模式	电子电离
高真空泵	分流涡轮分子泵
最佳 He 色谱柱流速（毫升 / 分钟）（载气流速）	1 - 2
建议最大气体流速（毫升 / 分钟）*	4

表 2 7000A 系列三重四极杆质谱仪特性

特性	G7000A
最大气体流速（毫升 / 分钟）†	6.5
最大色谱柱内径	0.53 毫米（长度为 30 米）

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

Agilent 7000A 系列三重四极杆 GC/MS 硬件说明

图 1 是典型 7000A 三重四极杆 GC/MS 系统的概览图。

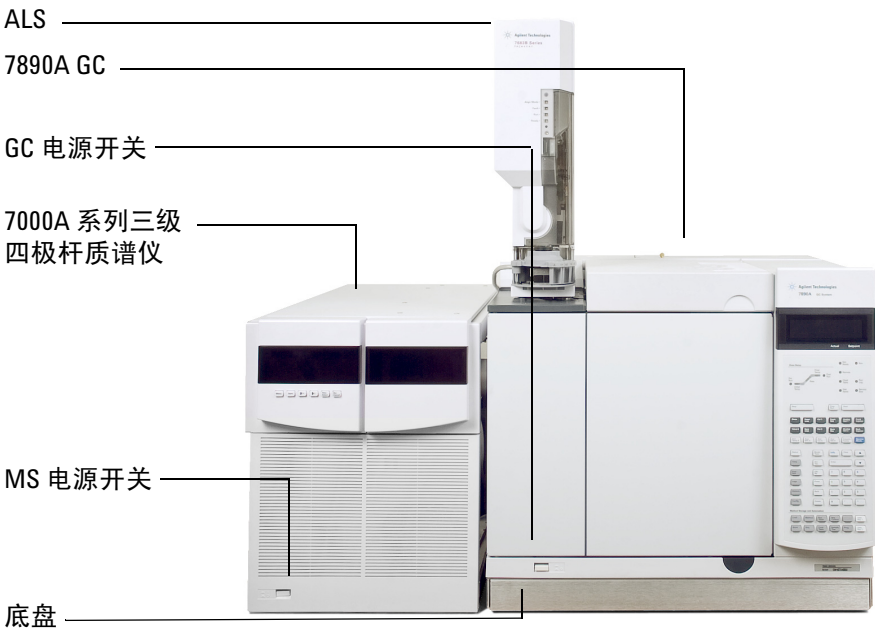


图 1 7000A 三重四极杆质谱仪

重要安全警告

在使用 MS 时，应时刻牢记以下几项重要的安全注意事项。

MS 的许多内部部件带有危险电压

如果 MS 与电源相连，则即使电源开关已经关闭，以下部件上仍可能会存在潜在的危险电压：

- MS 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、进样口或柱箱关闭的情况下卸下屏蔽外壳。

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 MS 电子设备

静电释放可能会损坏 MS 中的印刷线路板。除非绝对必要，否则请勿触摸任何线路板。如果必须拿取这些线路板，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/MS 中的许多部件的工作温度都很高，足以严重烫伤操作人员。不仅限于这些部件：

1 简介

- 进样口
- 柱箱及其内部元件
- 阀箱
- 检测器
- 连接色谱柱与进样口或检测器的色谱柱螺帽
- 前级泵
- GC/MS 传输线
- 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

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；穿着袖服装、佩戴手套、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。

标准前级泵下的滑油盘可能会是一个火灾隐患。

滑油盘中的油布、纸巾和类似的吸收物可能会点燃和破坏 MS 的前级泵以及其他部件。

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。保持滑油盘清洁，但是不能将纸巾之类的吸收材料留在里面。

氢气安全

警告

使用氢气作为 GC 载气可能会存在潜在危险。

警告

使用氢气 (H_2) 作为载气或燃料气时，应意识到氢气可能会流入 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，或始终配有封盖。

氢气是易燃气体。如果泄漏的氢气被限制在一个封闭的空间内，可能会有燃烧或爆炸的危险。任何情况下使用氢气时，都应在操作仪器之前检查所连接、管线和阀门是否有漏气现象。维护仪器之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，按体积计算，氢气浓度在 4% 到 74.2% 范围之间时是易燃的。
- 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/MS 时的特有危险

使用氢气存在多种危险。有些危险是一般性的，而另外一些危险则是操作 GC 或 GC/MS 时所特有的。不仅限于这些危险：

- 泄露的氢气燃烧。
- 脱离高压汽缸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）。
- MS 中积聚了氢气并由此燃烧。

MS 中积聚了氢气

警告

MS 无法检测进样口和 / 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，这一点至关重要。

所有用户都应知道造成氢气积聚的各种途径（见表 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。

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。质谱仪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。
质谱仪自动关闭 阀关闭	质谱仪为校准样品瓶和反应气配备了自动关闭阀。操作人员的有意操作或多种不同故障都会导致关闭阀关闭。关闭阀关闭时并不会载气流速。因，质谱仪中会逐渐积聚氢气。
GC 关闭	可以有意关闭 GC。也可能因内部或外部故障造成意外关闭 GC。不同的 GC 作用方式也不同。如果关闭配有电子压力控制 (EPC) 的 7890 GC，则 EPC 会关闭载气流速。如果载气流速不受 EPC 控制，则载气流速会增加到其最大值。最大流速可能超过质谱抽真空的速度，将会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。但不一定会关闭载气流速。如上所述，在有些 GC 中，电源故障可能导致载气流速达到最大值。因此，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了。

预防措施

操作使用氢气载气的 GC/MS 系统时采取以下预防措施。

警告

必须确保质量分析器前侧板上的顶部指旋螺钉和质量分析器后侧板上的顶部指旋螺钉均达到手指拧紧的紧固程度。请勿过度拧紧指旋螺钉，否则会引起漏气。

必须紧固碰撞池箱的顶板支架。在正常操作时，请勿从顶板上卸下装运支架；如果发生爆炸，这些支架可保护顶板安全。

警告

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

常规实验室注意事项

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

操作预防措施

- 每次关闭 GC 或 MS 时都要关闭氢气源。
- 不要将氢气用作碰撞池气体。
- 每次放空 MS 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 MS 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，请关闭氢气源。

- 如果在 GC/MS 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 MS 并让其冷却 1 个小时。
 - 4 清除室内**所有**潜在点火源。
 - 5 打开 MS 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 MS。

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通。

安全与规范认证

7000A 系列三重四极杆质谱仪符合下列安全标准：

- 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

7000A 系列三重四极杆质谱仪符合以下电磁兼容 (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.



7000A 系列三重四极杆质谱仪是根据 ISO 9001 认证的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 7000A 系列三重四极杆质谱仪符合以下 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。

此设备经过符合国际公认的安全标准的设计与检测，并设计为供室内使用。使用本仪器时，如果不遵守制造商提供的操作规范，可能会削弱仪器的防护功能。一旦 MS 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

本设备符合 CISPR 11 的要求。该设备的操作应符合以下两个条件：

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

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

- 1 调整无线电或天线的位置。
- 2 移动该设备，使其远离收音机或电视机。
- 3 将该设备插入其他电源插座中，以使该设备与收音机或电视机处于不同的电路中。
- 4 确保所有外围设备均已通过认证。
- 5 确保使用型号正确的缆线连接设备和外围装置。
- 6 如果遇到问题，请向设备经销商、Agilent Technologies 或有经验的技术人员咨询以寻求帮助。
- 7 如果未经 Agilent Technologies 明确许可而擅自变动或改装该设备，用户可能会失去操作该设备的权利。

噪音发射声明

声压

根据 EN 27779:1991 和 EN ISO 3744:1995 规范，声压 $L_p < 70$ dB。

最高噪音水平

最高噪音水平 $L_P < 70$ dB, EN 27779:1991 和 EN ISO 3744:1995。

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

不要将液体溅洒到 MS 上。

移动或存放 MS

保持 MS 正常运行的最佳方法是让其保持真空和温度（必须通载气）。如果打算移动或存放 MS，需要采取一些预防措施。MS 必须始终保持竖直上，移动时尤其要引起注意。MS 不应较长时间处于与空气相通的状态。有关更多信息，请参阅第 69 页的“[移动或存放 MS](#)”。

1 简介

2 安装 GC 色谱柱

色谱柱 28

准备安装毛细管色谱柱 30

在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 32

老化毛细管色谱柱 34

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 36

在您操作 GC/MS 系统之前，您必须选择、安装并设置好 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，您必须了解您的 MS 所使用的真空系统类型。左侧面板前下角的序列号标签中标明了型号。



色谱柱

MS 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 MS 的色谱柱流速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灵敏度降低。

请记住，色谱柱流速会随柱箱温度的变化而发生较大浮动。有关如何测量色谱柱实际流速的说明，请参阅“校正色谱柱”。利用流速计算软件和表 4 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 4 气体流速

特性	G7000A
高真空泵	分流涡轮分子泵
最佳气体流速（毫升 / 分钟）*	1 - 2
建议的最大气体流速（毫升 / 分钟）	4
最大气体流速（毫升 / 分钟）†	6.5
最大色谱柱内径	0.53 毫米（30 米长）

* 流入 MS 的总气体流速 = 色谱柱流速 + 反应气流速（如果适用） + Agilent Quick Swap 流速（如果适用）

† 谱图性能和灵敏度有可能降低。

老化色谱柱

在将色谱柱与 GC/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 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。

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

- 请注意，7000A 系列三重四极杆质谱仪的色谱柱安装过程与以前 MS 的安装过程不同。使用其他仪器的安装过程进行安装将**不起作用**，并且可能损坏色谱柱或 MS。
- 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/MS 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 MS 中并将 MS 抽空后，再打开载气气流。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。请参阅“**氢气安全**”。

警告

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

准备安装毛细管色谱柱

所需材料

- 毛细管色谱柱
- 色谱柱切割器，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)
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 进样口色谱柱螺帽（对于 Agilent 7890A，是 5181-8830）
- 放大镜
- 隔垫（可以是旧的，使用过的进样口隔垫）

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

过程

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。

- 1 将柱箱冷却到室温。
- 2 带上干净的手套，将隔垫、色谱柱螺帽和老化的密封垫圈滑入色谱柱的自由端（见 [图 2](#)）。垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺帽的一端。

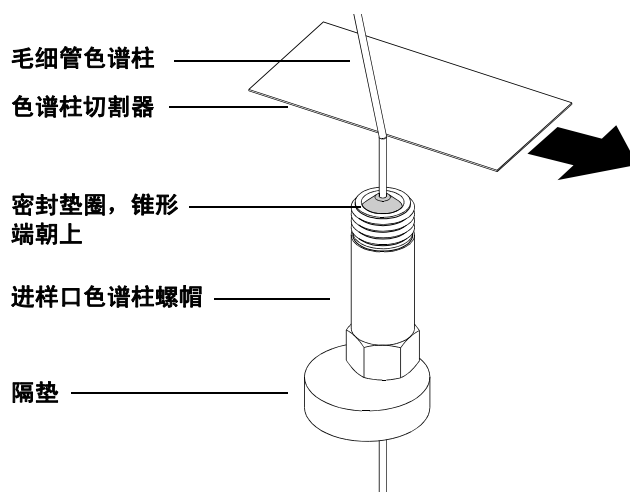


图 2 准备安装毛细管色谱柱

- 3 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。
- 4 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。
- 5 检查锯齿状刀刃或毛口的端部。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 3 和 4。
- 6 使用不含棉绒并沾有甲醇的湿布擦拭色谱柱的自由端外侧。

在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱



所需材料

- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 米尺
- 1/4 英寸和 5/16 英寸活扳手 (8710-0510)

要在其他类型的进样口中安装色谱柱，请参考“气相色谱仪用户信息”。

过程

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 准备安装色谱柱（见第 30 页的“准备安装毛细管色谱柱”）。
- 2 在色谱柱螺母下面放置隔垫，使其比密封垫圈端部高出 4 至 6 毫米（见第 33 页的图 3）。
- 3 将色谱柱插入进样口。
- 4 将螺帽沿色谱柱向上插入进样口底部并用手指拧紧螺帽。
- 5 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺帽的底部对齐。
- 6 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。
- 7 打开载气流速。
- 8 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。

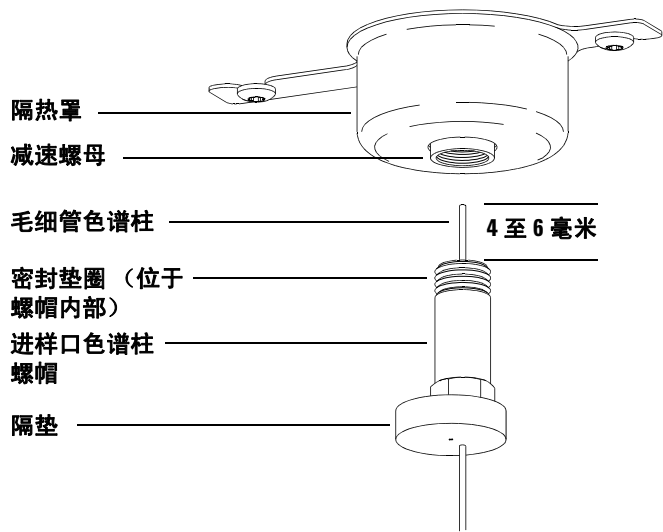


图 3 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱

老化毛细管色谱柱



所需材料

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

警告

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

过程

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 将色谱柱安装在 GC 进样口中（见第 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 /min。
- 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 将色谱柱与检测器连接。

另请参阅

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

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中



此过程适用于将毛细管色谱柱直接安装到质量分析器中。如果您使用 Agilent 毛细管流速技术 Quick Swap 附件，请参阅随附提供的说明。

Agilent 7890A GC

所需材料

- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈
 - 内径为 0.3 毫米，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱 (5062-3507)
 - 内径为 0.4 毫米，用于内径为 0.20 毫米和 0.25 毫米的色谱柱 (5062-3508)
 - 内径为 0.5 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3506)
 - 内径为 0.8 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3512)
- 手电筒
- 手持透镜（放大镜）
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 接口色谱柱螺帽 (05988-20066)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸活扳手 (8710-0510)

小心

请注意，7000A 系列三重四极杆质谱仪的色谱柱安装过程与以前 MS 的安装过程不同。使用其他仪器的安装过程进行安装将不起作用，并且可能损坏色谱柱或 MS。

过程

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。

- 1 调节谱柱（见第 28 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。

- 2 放空 MS（见第 67 页）并打开质量分析器腔体（见第 82 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。为了避免灼伤，在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 3 将接口螺帽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帽。
- 4 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。
- 5 在用大拇指将色谱柱靠紧色谱柱切割器时，用色谱柱切割器的刀刃将色谱柱切断。
- 6 检查锯齿状刀刃或毛口的端部。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 4 和 5。
- 7 将色谱柱滑入 GC/MS 接口（见图 4）。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端部。
不要用手指触摸色谱柱的端部。

- 8 用手拧紧螺帽。拧紧螺帽时要确保色谱柱的位置没有发生变化。
- 9 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。
- 10 将螺帽拧紧 1/4 到 1/2 圈。
- 11 经过一到两轮的加热循环后检查密封性。

2 安装 GC 色谱柱

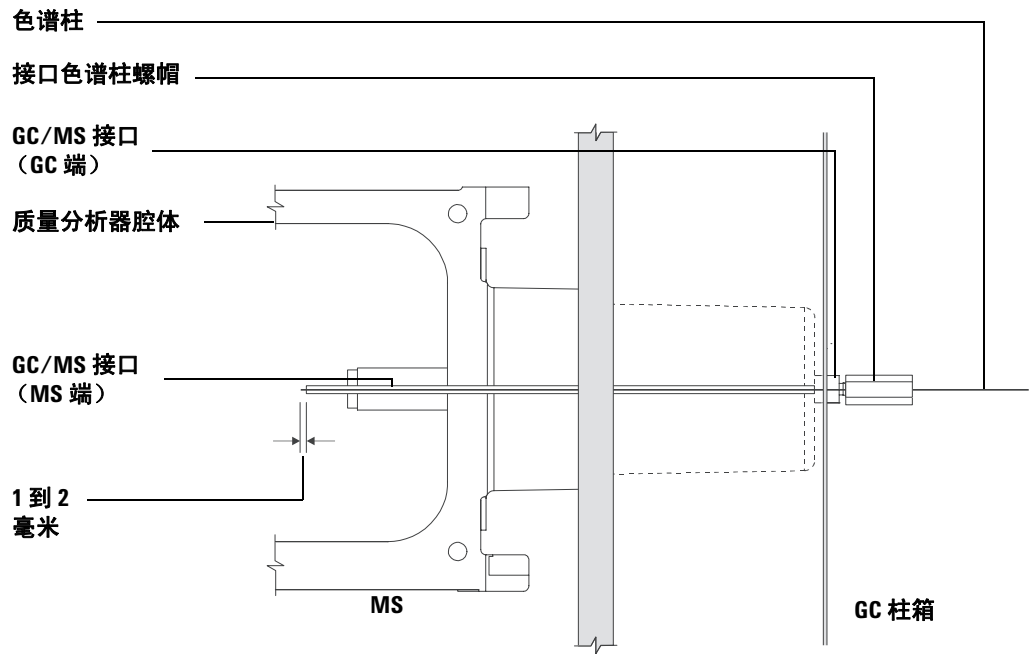


图 4

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中



3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

从数据系统操作 MS 41
EI GC/MS 接口 41
打开 MS 之前 43
抽真空 44
控制温度 44
控制色谱柱流速 45
控制碰撞池流速 45
放空 MS 46
设置 MS 温度和真空状态监视器 47
设置 MS 质量分析器温度 49
设置 MassHunter WorkStation 的 GC/MS 接口温度 52
监测高真空压力 54
校正色谱柱 55
配置 CC 气体 57
设置碰撞池气体流速 58
调谐 MS 60
验证系统性能 61
打开左侧面板进入质量分析器腔体 62
取下左后方外壳进入后质量分析器腔体 63
对 MS 抽真空 65
放空 MS 67
移动或存放 MS 69
从 GC 设置接口温度 71
将方法保存到 GC 72

本章介绍如何执行 7000A 三重四极杆 MS 的一些日常操作过程。



3 在电子冲击 (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 MassHunter WorkStation 软件不一致，请参见软件提供的手册和联机帮助，以了解详细信息。

从数据系统操作 MS

Agilent MassHunter Data Acquisition WorkStation 执行的任务有抽真空、监测压力、设置温度、调谐和准备放空。这些任务将在本章中一一介绍。有关其他信息，参见 MassHunter WorkStation 软件附带的手册及联机帮助。

EI GC/MS 接口

GC/MS 接口（见 图 5）是插入到 MS 中用于毛细管色谱柱的加热管道。它由螺栓固定于前面的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/MS 接口的一端穿过气相色谱仪的一侧并延伸进入 GC 柱箱。这一端上带有螺纹，可使用螺帽和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端插入到离子源毛细管色谱柱末端超出接口导管 1 到 2 毫米进入到电离室。

GC/MS 接口由筒形电子加热器加热。一般来说，加热器由 GC 上的第 2 辅助加热区提供能量并进行控制。可通过 MassHunter WorkStation 或气相色谱仪设置接口温度。接口中的传感器（热电偶）监测温度。

GC/MS 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。

另请参阅

“将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中”。

警告

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

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

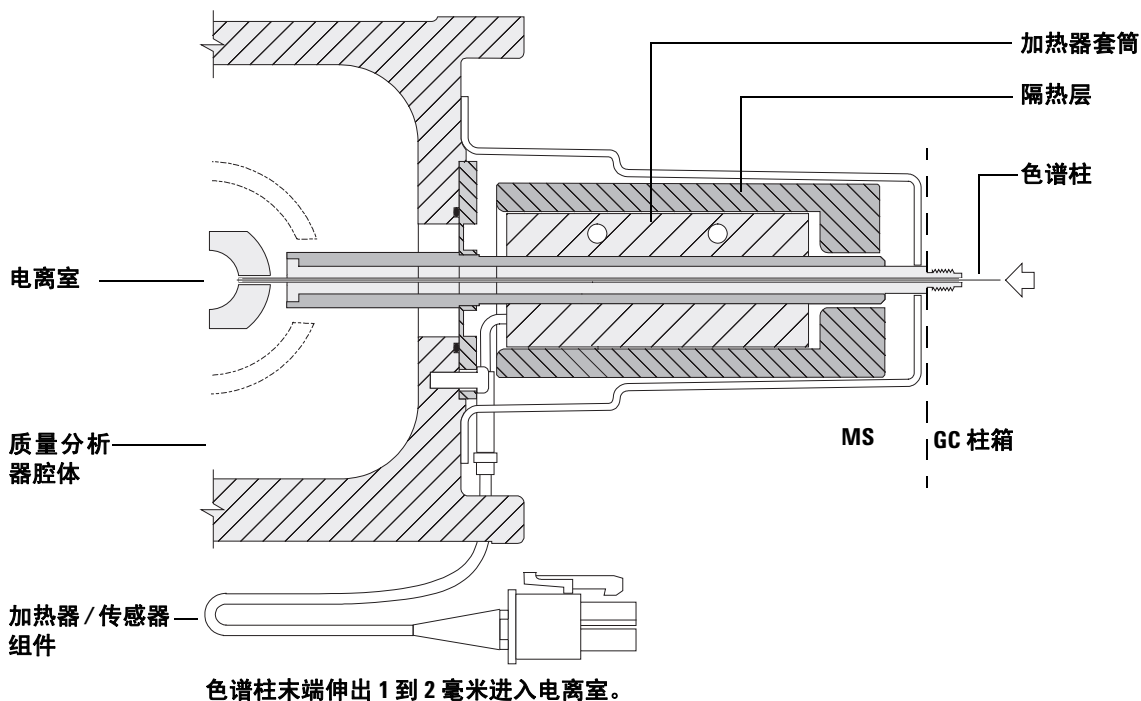


图 5 EI GC/MS 接口

打开 MS 之前

打开或尝试操作 MS *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）。请参见第 67 页的“放空 MS”。
- 所有其他真空密封件和接头均已到位并正确紧固。所有质量分析器面板指旋螺钉都必须打开，但正在使用危险的载气或试剂反应气时除外。
- MS 已连接到接地电源。
- GC/MS 接口延伸入 GC 柱箱。
- GC 入口和 GC/MS 接口中安装了老化过的毛细管色谱柱。
- GC 已打开，但 GC/MS 接口的加热区、GC 入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。
- 如果使用氢气作为载气，则载气流速关闭，且前端质量分析器侧板以及后端质量分析器侧板顶部的指旋螺钉不能拧得太紧。
- 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，请取净化器（标准泵）并安装一根软管（11 - 毫米）以便将前级泵废气排放到室外或排入通风（废气）橱内。请遵守当地法规。与标准泵配套的净化器收集泵油。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，则在对 MS 抽真空前，请勿打开载气流速。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“氢气安全”。

小心

使用 7000A 三重四极杆 MS 时，如果将氢气用作载气，则不能在碰撞池中使用氦气。

抽真空

数据系统或可帮助您对 MS 进行抽真空。此过程大部分都是自动完成的。一旦关闭放空阀并打开主电源开关（同时按质量分析器的两个侧板）MS 就会自动进行抽真空。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/MS 接口加热器。如果 MS 不能正确抽真空就会关闭。

使用菜单或 MS 监视器，数据系统可显示：

- 分子涡轮泵 MS 的发动机转速
- 质量分析器腔体压力（真空）

控制温度

MS 温度是通过数据系统进行控制的。MS 具有独立的加热器和温度传感器，可用于离子源、前端四极杆质量过滤器以及后端四极杆质量过滤器。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/MS 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 GC 设置和监测 GC/MS 接口温度。

控制色谱柱流速

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

MS 可用于测量实际的色谱柱流速。可以注入**少量**的空气或其他无保留的化学物质，并测量它到达 MS 所需的时间。通过这种时间测量，可计算出色谱柱流速。请参见“[校正色谱柱](#)”。

控制碰撞池流速

碰撞池气流流速由位于 GC 中的 EPC 模块控制。碰撞池气流是两种气流的组合，它们是在 EPC 出样口进行混合的，随后通过单个管线传送到 MS。通常，两种气体为氮气和氦气。混合前 EPC 出样口的气压可控制每种气体的流速。这些压力由 MassHunter Data Acquisition WorkStation 控制，或者直接在 GC 面板进行控制。请参见第 58 页的“[设置碰撞池气体流速](#)”。

放空 MS

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

如果放空不正确，则会损坏 MS。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

首先确保 GC/MS 接口和质量分析器区域的温度较低（低于 100 °C），然后再放空 MS。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 电源之前必须关闭载气流速。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。在使用氢气载气对 MS 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 MS。请使用放空阀或卸下色谱柱螺帽和色谱柱。

请勿在分子涡轮泵以正常转速的 50% 以上运转时进行放空。

请勿超过推荐的最高总气体流速。请参见“[7000A 系列三重四极杆质谱仪特性](#)”。

设置 MS 温度和真空状态监视器

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

过程

- 1 选择方法 > 编辑监视器，以显示**选择监视器**对话框。请参见图 6。

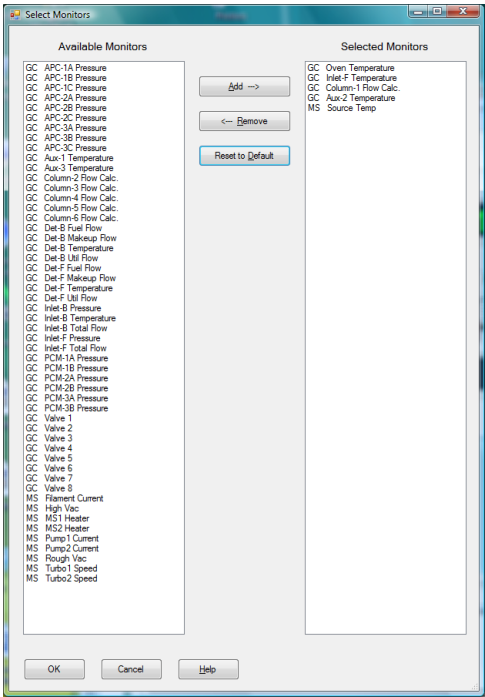


图 6 设置 MS 监视器

- 2 在**可用监视器**列中，选择 **MS High Vac**（MS 高真空），并单击**添加**按钮，将选项移动到**选定的监视器**列。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

- 3 在**可用监视器**列中，选择 **MS 1 Heater**（MS 1 加热器），并单击**添加**按钮，将选项移动到**选定的监视器**列。
- 4 在**可用监视器**列中，选择 **MS 2 Heater**（MS 2 加热器），并单击**添加**按钮，将选项移动到**选定的监视器**列。
- 5 在**可用监视器**列中，选择 **MS Turbo Speed**（MS 涡轮速度），并单击**添加**按钮，将选项移动到**选定的监视器**列。
- 6 在**可用监视器**列中，选择 **MS Source Temp**（MS 源温度），并单击**添加**按钮，将选项移动到**选定的监视器**列。
- 7 选择所需的**其他**监视器，然后**添加**它们。
- 8 单击**确定**。新的监视器将在**仪器控制**窗口的右下角上下相邻显示。
- 9 选择**窗口 > 排列绘图和监视器**，或单击每个监视器并将它们拖动到所需位置。请参见图 7，该图提供了一种排列监视器的方式。

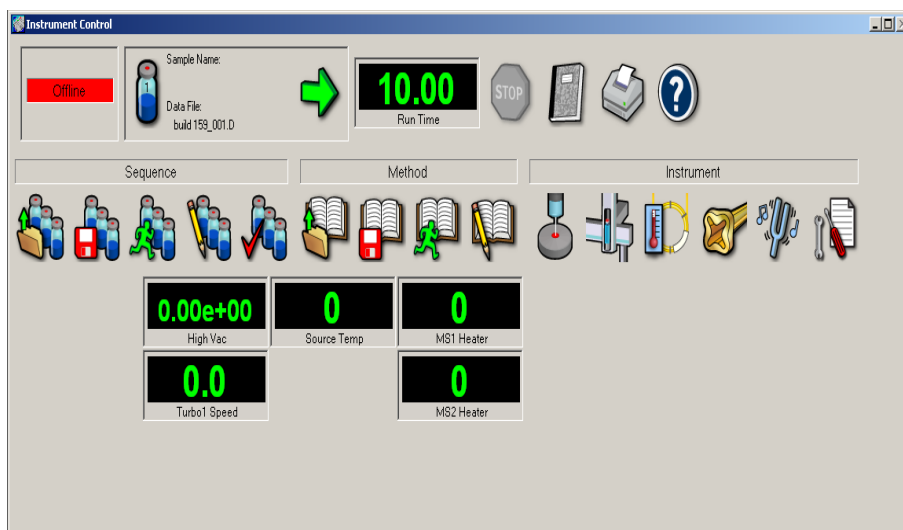


图 7 排列监视器

- 10 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 MS 质量分析器温度

MS 离子源、前端四极杆 (MS1)、后端四极杆 (MS2) 以及温度的设定值存储在当前的调谐文件中。调用方法后，会自动下载与方法相关的调谐文件中设定值。

过程

- 1 在**仪器控制**面板中，选择**编辑调谐参数**图标，将显示**调谐**对话框。选择**手动调谐**选项卡，然后选择**离子源**选项卡，显示离子源参数。
- 2 在**离子源温度**字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参阅表 5。
- 3 选择 **MS1** 选项卡，显示 MS 1 参数。
- 4 在**四极杆温度**字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参阅表 5。
- 5 选择 **MS2** 选项卡，显示 MS 2 参数。
- 6 在**四极杆温度**字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参阅表 5。
- 7 单击**应用**按钮，将新的温度设定值发送到 MS。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

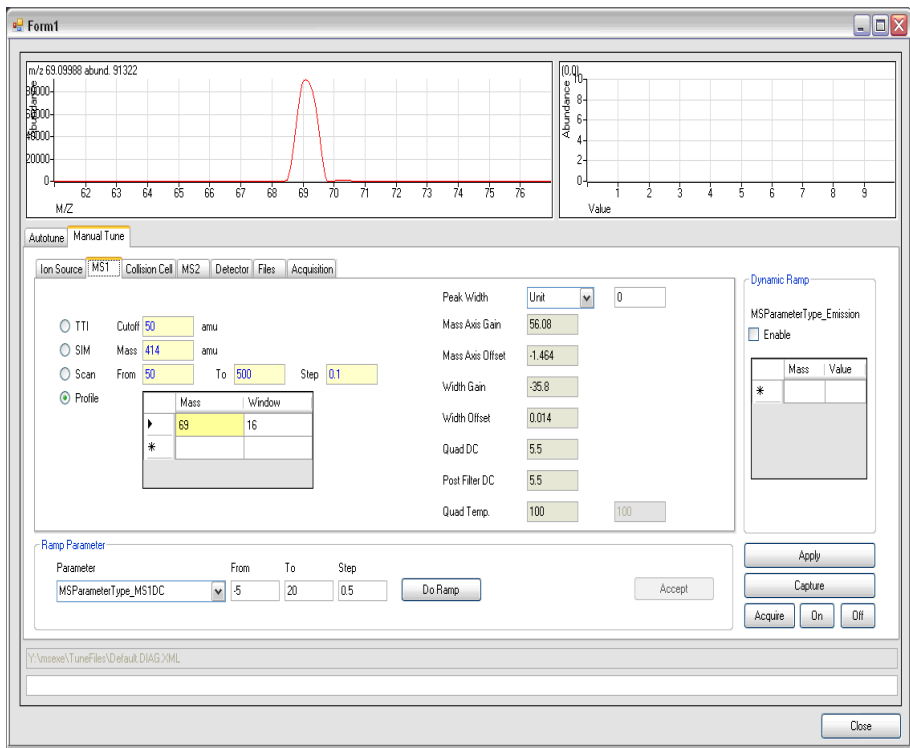


图 8 设置温度

GC/MS 接口、离子源和 MS1 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度。

警告

四极杆不能超过 200 °C，离子源不能超过 350 °C。

8 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 5 推荐的温度设置

	EI 操作
MS 离子源	230
MS 四极杆 1	150
MS 四极杆 2	150

设置 MassHunter WorkStation 的 GC/MS 接口温度

还可使用 **GC 控制** 面板执行此任务。

过程

- 1 从**仪器控制**面板选择**仪器 > GC 参数**。
- 2 单击**辅助通道**图标，编辑接口温度（图 9）。此示例将 GC/MS 接口温度配置为第 2 辅助加热区。

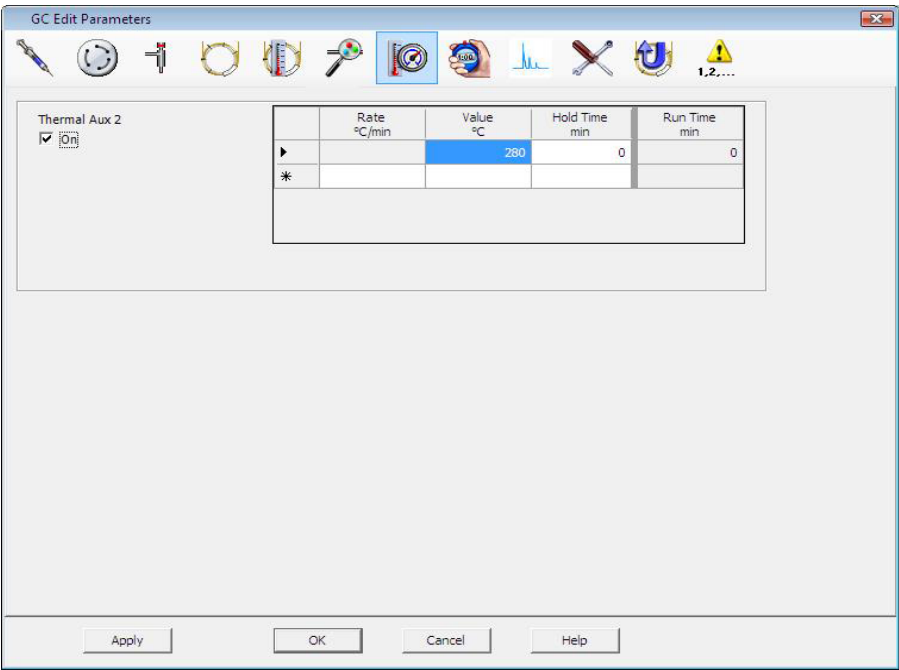


图 9 设置接口温度

小心

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

小心

设置 GC/MS 接口温度时，不要超过色谱柱的最大值。

3 打开加热器，然后在**温度值**列中键入设定值。

典型的设定值为 280 °C。范围是 0 °C 到 400 °C。如果设定值低于环境温度，则会使接口加热器关闭。

4 单击应用以下载设定值，或单击**确定**下载设定值并关闭窗口。

5 要使新设置成为方法的一部分，请从**方法**菜单中选择**保存**。

监测高真空压力

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，请勿打开离子真空规。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“[氢气安全](#)”。

过程

- 1 启动 MS 并对其执行抽真空操作（[第 65 页](#)）。
- 2 在**仪器控制面板**中，可以设置 MS 监视器，以读取真空压力（请参见[第 47 页](#)）。真空也可通过 LCP 或**手动调谐**屏幕查阅。
- 3 可选：要查看**调谐**对话框的高真空压力值，请选择**编辑调谐参数**图标，单击**手动调谐**选项卡，然后单击**离子源**选项卡，以查看真空压力值。

在 EI 模式下对运行压力影响最大的是载气（色谱柱）流。[表 6](#) 列出了各种氦气流速的典型压力。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 6 离子真空规读数

色谱柱流速， mL/min	氮气 1.5 氮气 2.25 低真空	高真空	氮气关闭 氮气关闭 低真空	高真空	氮气 1.5 氮气关闭 低真空	高真空
0.5	1.58×10^{-1}	1.10×10^{-4}	8.82×10^{-2}	6.05×10^{-7}	1.36×10^{-1}	1.31×10^{-04}
0.7	1.61×10^{-1}	1.10×10^{-4}	9.92×10^{-2}	7.75×10^{-7}	1.39×10^{-1}	1.31×10^{-04}
1	1.66×10^{-1}	1.10×10^{-4}	1.00×10^{-1}	8.38×10^{-7}	1.44×10^{-1}	1.31×10^{-04}
1.2	1.69×10^{-1}	1.10×10^{-4}	1.05×10^{-1}	9.38×10^{-7}	1.47×10^{-1}	1.31×10^{-04}
2	1.80×10^{-1}	1.11×10^{-4}	1.22×10^{-1}	1.36×10^{-6}	1.60×10^{-1}	1.32×10^{-04}
3	1.95×10^{-1}	1.12×10^{-4}	1.41×10^{-1}	1.82×10^{-6}	1.75×10^{-1}	1.32×10^{-04}
4	2.10×10^{-1}	1.12×10^{-4}	1.57×10^{-1}	2.33×10^{-6}	1.90×10^{-1}	1.31×10^{-04}
6	2.37×10^{-1}	1.13×10^{-04}	1.89×10^{-4}	3.29×10^{-6}	2.18×10^{-1}	1.34×10^{-1}

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

校正色谱柱

必须在使用 MS 之前校正毛细管色谱柱。

过程

- 1 设置用于不分流手动进样和选则离子监测 m/z 28 的数据采集。
- 2 按 GC 键盘上的 [预运行]。
- 3 将 1 μ L 空气注入 GC 进样口，然后按 [开始运行]。
- 4 等到出现 m/z 28 的峰。注意保留时间。
- 5 在**仪器控制面板**中，选择**仪器 GC 配置**。
- 6 选择**配置**选项卡。
- 7 选择**色谱柱**选项卡，并确保要使用的色谱柱位于目录中。选择要校正的色谱柱，并单击**安装选定的色谱柱**。
- 8 高亮显示目录列表中的色谱柱，并选择**校正**按钮。
- 9 选择**计算长度**按钮。
- 10 在**计算色谱柱长度**对话框的**保留时间**字段输入记录的保留时间。确保所列出的其他参数（温度、进样口和出样口压力和气体类型）是方法中所使用的参数，以确定保留时间。更改与您方法中使用的参数有所不同的参数。

Calculate Column Length

GC Conditions

If measurement was made under conditions different from loaded method, please enter them below.

Temperature:

70 °C

Pressure into column:

1.1739 psi

Pressure out of column:

0 psi

☒ Vacuum

Gas type:

Air

Holdup Time of an Unretained Peak:

1.1 min

	Current	Calculated
► Length	28.136 m	29.51 m
Diameter	320 µm	320 µm
Holdup	1 min	1.1 min

OK

Cancel

图 10 校正色谱柱

11 显示新的色谱柱长度时，单击**确定**保存更改。

12 单击**校正色谱柱**屏幕上的**确定**，保存校正。

配置 CC 气体

- 1 从 **MassHunter Data Acquisition WorkStation** 仪器控制面板中, 选择**仪器 > GC 参数**。
- 2 单击**配置**图标。
- 3 选择**模块**选项卡, 以显示屏幕。请参见图 11。

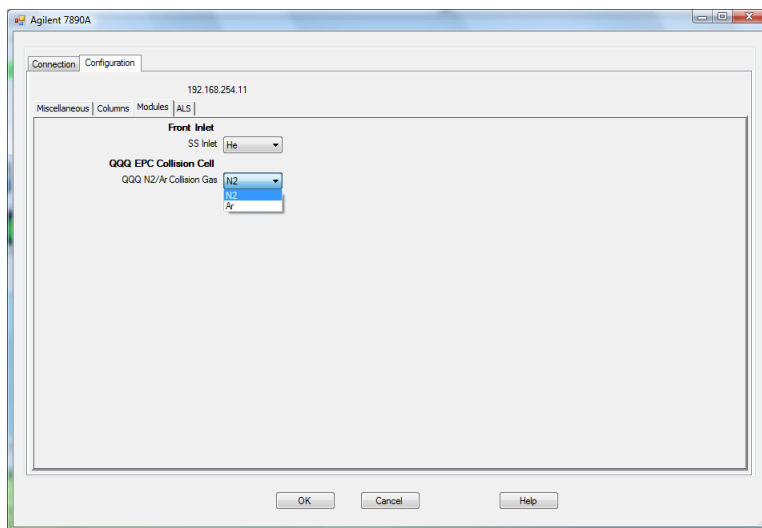


图 11 配置碰撞池气体

- 4 从 **QQQ EPC 碰撞气流**下拉菜单中, 选择碰撞池气体。
- 5 单击**确定**按钮, 保存配置。

设置碰撞池气体流速

- 1 从 **MassHunter Data Acquisition WorkStation 仪器控制** 面板中, 选择 **仪器 > GC 参数**。
- 2 选择 **CFT** 图标, 以显示 **CFT** 屏幕。
- 3 从说明列表中选择 **QQQ EPC 碰撞池**。
- 4 在相应的字段输入所需的气体流速。

注意

如果还将氦气用作载气, 则只可将其用作骤冷气。氢气用作载气时, 关闭碰撞池的氦气流速, 并使用密封接头取下氦气入口管线的盖子。

- 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**。

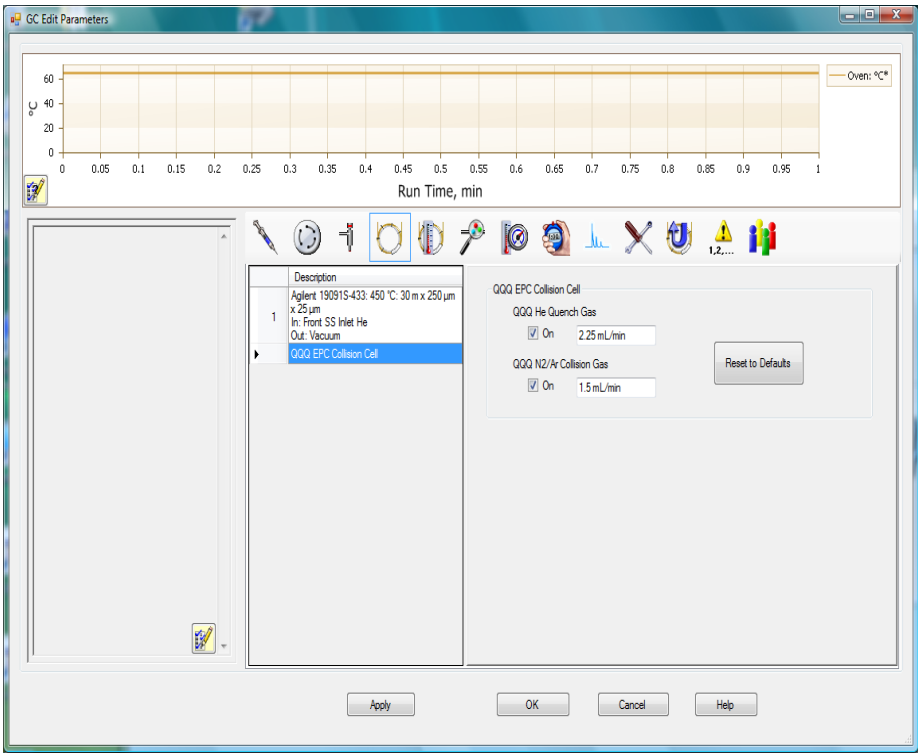


图 12 设置碰撞池气体流速

调谐 MS

过程

- 1 请将系统设置为相同的条件（GC 柱箱温度和色谱柱流速及 MS 质量分析器温度），以用于采集数据。
- 2 在**仪器控制**面板中，选择**调谐**图标，将显示**调谐**对话框。确保调用正确的调谐文件。对于大多数应用程序，atunes.tune.xml（**自动调谐**）可提供最佳的结果。
- 3 当前调谐文件在左上角显示。
- 4 单击**自动调谐**或**手动调谐**选项卡，以选择调谐类型。
- 5 选择**调谐 MS** 完成调谐。

有关调谐的其他信息，请参阅 MassHunter Data Acquisition WorkStation 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 确认系统保持真空至少 60 分钟。
- 2 将 GC 柱箱的温度设置为 150 度，并将色谱柱的流速设置为 1.0 mL/min。
- 3 在**仪器控制**面板中，从**验证**菜单中选择**验证调谐**。软件将执行自动调谐并打印报告。

验证灵敏度性能

- 1 设置注射 1 μ L OFN，可以利用 ALS，也可以手动操作。
- 2 选择**仪器 > 进样口 / 进样类型**，以编辑进样类型。
- 3 在**仪器控制**面板中，从**验证**菜单中选择**灵敏度检测**。
- 4 单击**确定**运行该方法。

确保 rms 信噪比符合已发布的规范。请浏览 Agilent 网站 www.agilent.com/chem 获得详细信息。

打开左侧面板进入质量分析器腔体



打开左侧面板的目的只是为了进入前和后质量分析器腔体或者质量分析器侧板。这是抽真空、清洁离子源、更换灯丝或更换电子倍增器打拿极时所必须进行的操作。如果需要打开左侧面板（第 64 页的图 13），请执行下列过程：

过程

- 1 将右前方的质量分析器窗口外壳从顶部拉下来，然后从底部向前移动，使窗口松动，从而将其取下来。在磁场中妥善保存此外壳。
- 2 在左前方窗口轻轻地拉动，使左侧面板向前方和下方滑动。

取下左后方外壳进入后质量分析器腔体



要打开质量分析器后端侧板，应先取下后端外壳。在更换电子倍增器打拿极时，这是必须进行的操作。如果要进入后质量分析器腔体，请执行这些过程，取后部外壳（第 64 页的图 13）。

所需材料

- 螺丝刀，Torx T-15 (8710-1622)

过程

- 1 根据以上过程，打开左侧面板。
- 2 从后部外壳上取下最顶部的螺丝。
- 3 将外壳的底板拉出 MS 背面的凹槽，使外壳松动。

警告

切勿取下任何其他外壳。其他外壳下存在危险电压。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

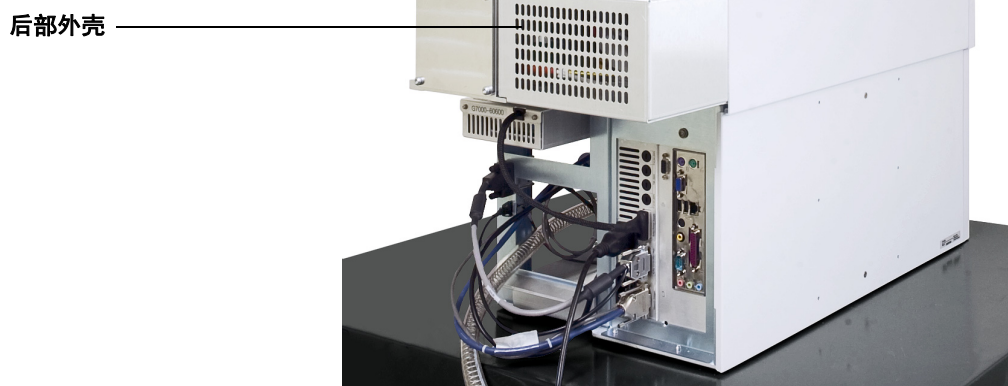
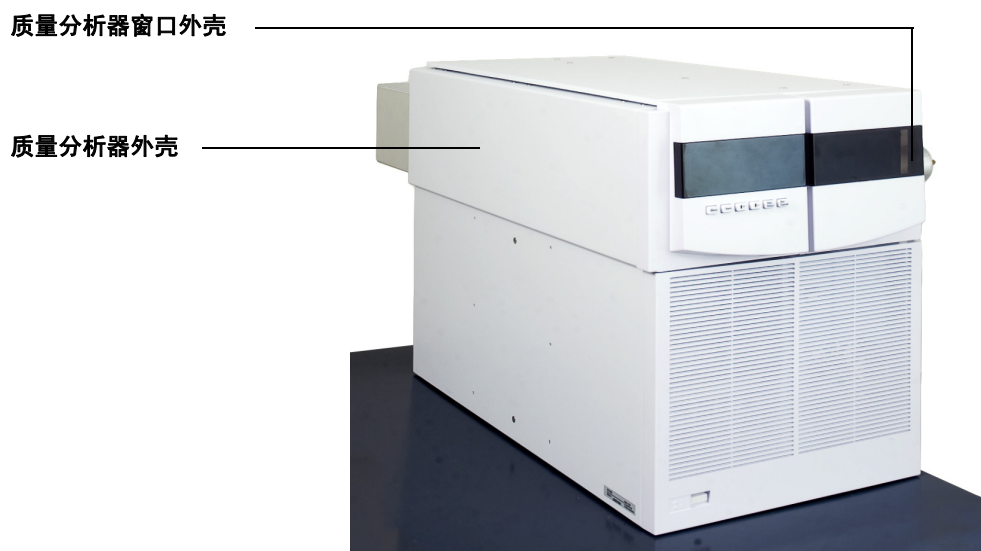


图 13 拆下外壳

对 MS 抽真空

警告

首先，请确保您的 MS 符合本章（第 43 页）简介中所列的全部条件，然后再开始对 MS 抽真空，否则，可能会导致人员受伤。

警告

如果使用氢气作为载气，在 MS 未完成抽真空前请勿打开载气流速。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“[氢气安全](#)”。

过程

- 1 取下前部质量分析器窗口，并打开左侧质量分析器面板，以接触到放空阀和质量分析器四极杆驱动板。请参见第 62 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”。
- 2 沿顺时针方向拧紧放空阀。
- 3 将 MS 电源线插入接地的电源插座。
- 4 从**仪器控制**面板上，选择**调谐**图标。
- 5 从**手动调谐**菜单中，选择**抽真空**。
- 6 出现提示时，按 MS 上的电源开关（[图 1](#)）。
- 7 轻按前端和后端的质量分析器四极杆驱动板，以确保密封正常。（请参阅[图 17](#)。）按四极杆驱动板上的金属盒。

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，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。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

8 与 PC 建立通信后，单击**确定**。

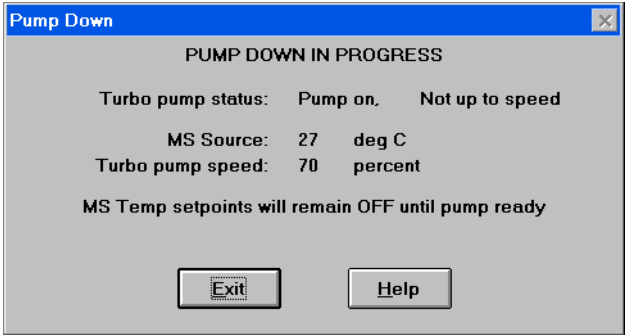


图 14 抽真空

小心

在 10 到 15 分钟内，涡轮分子泵的转速应上升至正常转速的 80%（图 14）。泵转速最终应达到正常转速的 95%。如果未满足这些条件，MS 电子部件会关闭前级泵。为了从此状况中恢复，必须关闭 MS 然后再打开。如果 MS 能正常抽真空，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。

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

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

10 在消息**可以运行**出现后，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。

放空 MS

过程



- 1 从软件的**手动调谐**菜单中选择**放空**。按照提供的说明进行操作。
- 2 将 GC/MS 接口加热器和 GC 柱箱温度设置为环境温度（室温）。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MSD 电源之前必须关闭载气流速。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。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“**氢气安全**”。

小心

确保在关闭载气流速时 GC 柱箱和 GC/MS 接口已冷却。

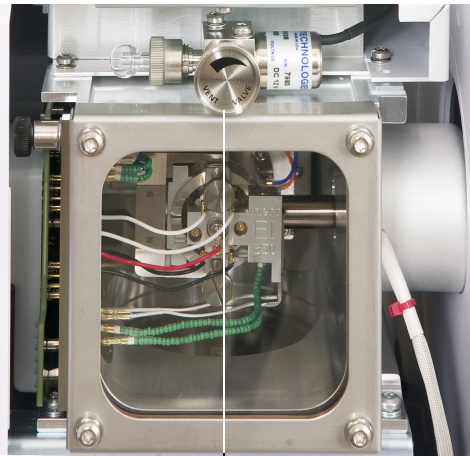
- 3 如果收到提示，请按电源开关，关闭 MS。（图 1）
- 4 拔下 MS 电源线。

警告

放空 MS 时，切勿将 WorkStation 置于“仪器控制”视图中。否则会打开接口加热器。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

5 拆下质量分析器窗口外壳（第 62 页的“打开左侧面板进入质量分析器腔体”）。



放空阀旋钮

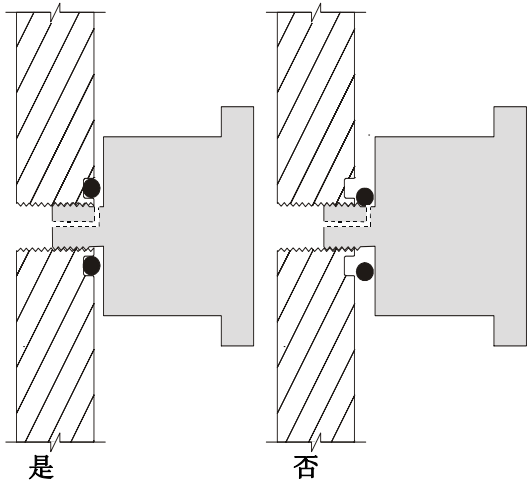


图 15 MS 放空阀旋钮

6 逆时针旋转放空阀旋钮（图 15）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 形环会从凹槽中掉出。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

在触及质量分析器腔体中的任何部件时，请始终戴上干净的手套。

警告

放空 MS 时，切勿将 WorkStation 置于“仪器控制”视图中。否则会打开接口加热器。

移动或存放 MS

所需材料

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

过程

- 1 放空 MS（第 67 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 上拔下 GC/MS 接口加热器缆线。
- 5 安装接口螺帽与无孔垫圈。
- 6 从前端质量分析器窗口取下并打开质量分析器侧面外壳（第 62 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”）。
- 7 手动拧紧两个质量分析器的侧板指旋螺钉。（图 16）。

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。

- 8 插上 MS 电源线。
- 9 打开 MS，以产生低真空。当听到泵有声音时，关闭放空阀。然后等待约 2 到 3 分钟。
- 10 关闭 MS。
- 11 合上质量分析器外壳，并更换前端质量分析器窗口。
- 12 断开 LAN、远程连接和电源缆线。

3 在电子冲击 (EI) 模式下操作

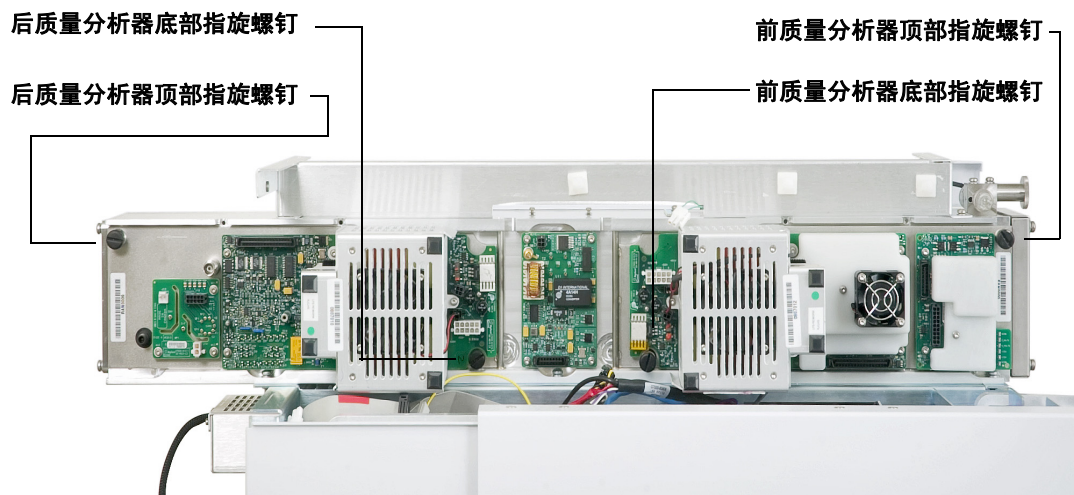


图 16 侧板指旋螺钉

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

小心

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

从 GC 设置接口温度

可直接在 GC 上设置接口温度。对于 Agilent 7890A GC，这通常是第 2 辅助加热区的温度。有关详细信息，请参阅 7890A GC 高级用户指南。

小心

绝对不要超过色谱柱的最高温度。

小心

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

过程

- 1 按 [**辅助温度 #**]，滚动到接口温度。按 [**输入**]。
- 2 滚动到 **温度**。输入值，并按 [**输入**]。
- 3 滚动到 **初始时间**。输入值，并按 [**输入**]。
- 4 滚动到 **速率 1**。输入 **0**，终止此处的程序；输入正数值，可创建程序升温。

如果要使用在 GC 中存储的方法来保存新的设定值，请按 **确定** 来保存方法。您也可以将 GC 方法上传到 MassHunter WorkStation，以保存在 GC 键盘新设置的设定值。调用新方法时，新方法中的所有设定值都将覆盖 GC 中当前存在的值。

将方法保存到 GC

过程

- 1 按 **[方法]**，并滚动到特定的方法编号。
- 2 按**[存储]**和**[打开/是]**，使用所选编号存储新的方法。此外，也可以按**[关闭/否]**，返回到所存储的方法列表，但不保存方法。

如果已存在带有您所选编号的方法，则将显示一条消息。

- 按**[打开/是]**，替换现有方法，或按**[关闭/否]**，返回到所存储的方法列表，但不保存方法。



4 常规维护

开始之前	74
维护真空系统	79
维护质量分析器	80
打开前质量分析器腔体	82
卸下 EI 离子源	85
拆卸 EI 离子源	88
清洁 EI 离子源	90
卸下灯丝	93
重新安装灯丝	95
重新组装 EI 离子源	97
重新安装 EI 离子源	100
连接离子源和侧板之间的线缆	102
关闭前质量分析器腔体	105
打开后质量分析器腔体	106
更换电子倍增器打拿极	109
关闭后质量分析器腔体	111



开始之前

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

计划维护

表 7 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 7 维护计划

任务	每周	每 6 个月	每年	根据需要
调谐 MS				X
检查前级泵油位	X			
检查校准样品瓶		X		
更换前级泵油 [*]		X		
检查前级泵				X
清洁离子源				X
检查 GC 和 MS 上的载气净化器				X
更换老化的部件				X
对侧板或排放阀的 O 形环进行润滑 [†]				X
更换 GC 气罐				X

^{*} 或者根据需要进行更换。

[†] 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。

工具、备用部件和耗材

GC 运输工具包、MS 运输工具包以及 MS 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所需材料的列表。

高电压预防措施

只要将 MS 接入电源，即使电源开关关闭，以下位置处仍可能存在潜在的危险电压（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，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 MS 后面板上的连接器之间的线缆
- 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 MS 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 MS 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，细心遵守各个步骤。

危险温度

MS 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/MS 接口
- 质量分析器部件
- 真空泵

警告

MS 工作时绝对不要触摸这些部件。关闭 MS 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/MS 接口加热器由 GC 上的加热区提供电源。即使关闭了 MS，接口加热器仍可以工作，因而可带有危险的高温。GC/MS 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。它上面有一个可选安全护罩，可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。请安装一条软管将废气从前级泵排出室外，或排入通橱中再排出室外。这需要卸下集油器。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。

前级泵中的液体也会含有少量的分析样品。所有使用过的泵油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

更换泵油时，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

MS 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 ESD 传导至与它们相连的电路板。对于质量过滤器（四极杆）和碰撞池接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至四极杆驱动板上的灵敏组件。ESD 损坏可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低 MS 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。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 MS 中卸下的组件或装配件，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 7 所列，您必须定期执行真空系统的一些维护任务。这包括：

- 检查前级泵泵油（每周）
- 检查校准样品瓶（每 6 个月）
- 更换前级泵泵油（每 6 个月或根据需要）
- 拧紧前级泵油箱上的螺钉（安装后第一次换油时）
- 更换前级泵（通常是每 3 年）

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

只能在需要时执行类似更换离子真空规之类的任务。请参阅《7000A 系列 MS 维护和故障排除》手册，并参阅 MassHunter WorkStation 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《7000A 系列 MS 维护和故障排除》手册。

在“Agilent GC/GCMS 硬件用户信息和仪器使用”以及“7000A 系列 MS 用户信息”光盘中，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

质量分析器组件不需要定期维护。但是，当 MS 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
- 更换电子倍增器打拿极

《7000A 系列三重四极杆故障排除和维护》手册提供了有关指示需要进行质量分析器维护的征兆。MS WorkStation 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卸下部件。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，维护质量分析器后可能会将污染物带入 MS。

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（四极杆）和碰撞池接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至四极杆驱动板上的灵敏组件。ESD 损害可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低仪器的性能和稳定性。有关详细信息，请参阅第 77 页的“[静电释放](#)”。

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。佩戴接地的抗静电腕带（请参阅第 77 页的“[静电释放](#)”）并在打开质量分析器腔体之前采取其他抗静电预防措施。

有些质量分析器部件不需维护

质量过滤器（四极杆）和碰撞池不需要定期维护。一般而言，永远不要维护质量过滤器。如果质量过滤器被严重污染，可以对其进行清洁，但应由经过培训的 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

如果需要有关真空系统组件的位置或功能的更多信息，请参阅《7000A 系列三重四极杆质谱仪维护和故障排除》手册。

已使用视频剪辑对本章中的大多数操作过程进行了说明。

打开前质量分析器腔体



只能在清理离子源或灯丝时打开前质量分析器腔体。

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（请参阅第 77 页的“[静电释放](#)”）。

过程

- 1 放空 MSD（见第 46 页）。
- 2 打开左侧面板。

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 如果前质量分析器侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们（见图 17）。

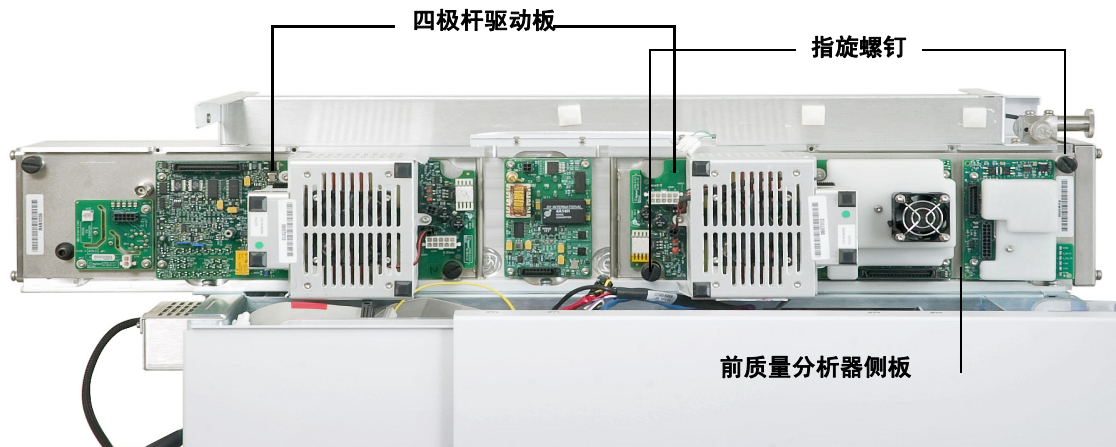
在正常使用中，应当松开前质量分析器侧板上的底部指旋螺钉。只有在运输过程中才会拧紧该螺钉。只有在将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气时，应拧紧前侧板上的顶部指旋螺钉。

小心

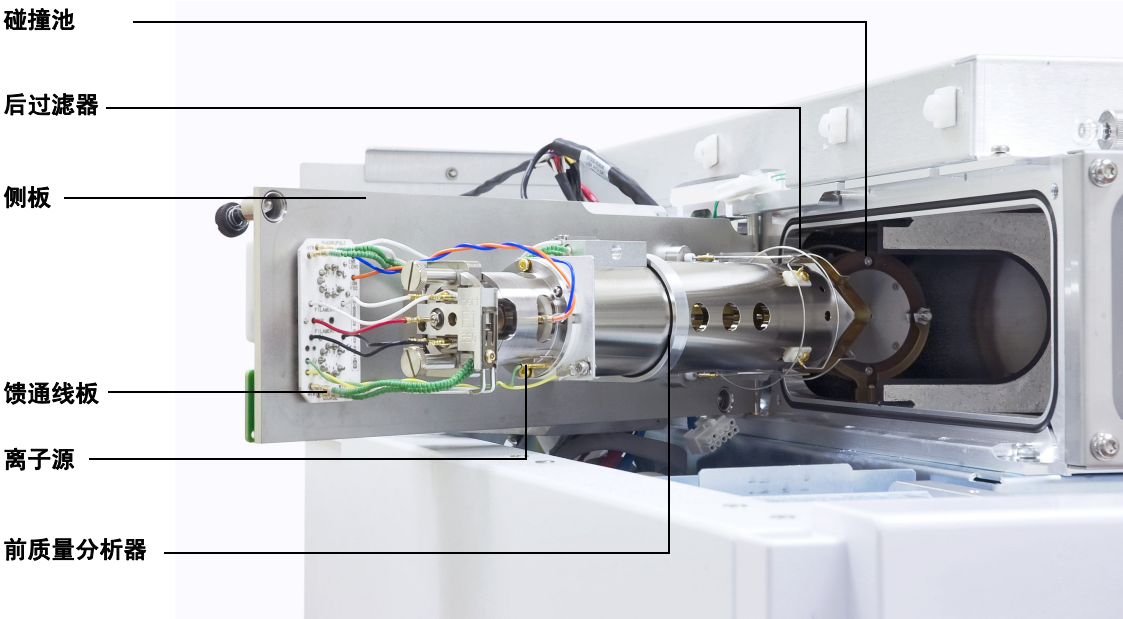
在下一步中，如果感觉到有阻力，请**停止操作**。请勿尝试强行打开侧板。确认 MS 已放空。确认前后侧板螺钉都已完全松开。

- 4 轻轻地 将侧板旋转下来。

4 常规维护



质量分析器腔体关闭（为清晰起见，已卸下电缆）



质量分析器腔体打开

图 17 前质量分析器腔体

卸下 EI 离子源



所需材料

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

过程

- 1 放空 MS。请参阅第 46 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。

- 2 打开前质量分析器腔体。请参阅第 82 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 从离子源上断开连接线。不要过分弯折这些连接线（见图 18 和表 8）。

4 找出从离子源加热器和温度传感器到馈通板的连接线。将其断开。（见图 8）

表 8 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	排斥极	1
黑色	灯丝 2（底部灯丝）	2
绿色珠串状	馈通板（左下）	2
白色	馈通板（下中）	2

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。

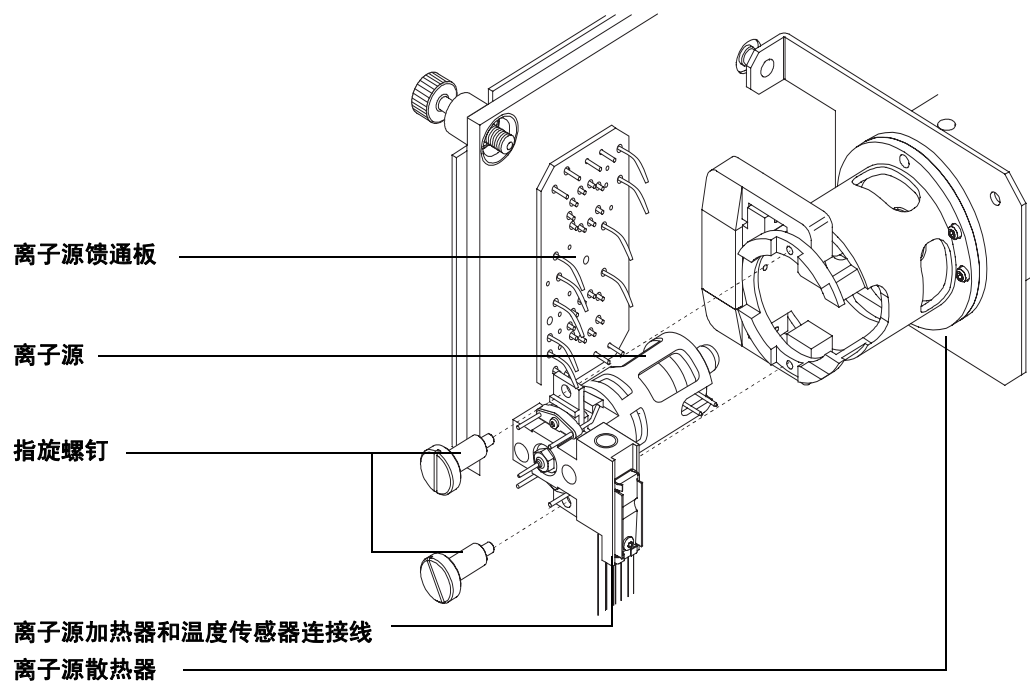


图 18 卸下离子源

拆卸 EI 离子源



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺钉刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺钉刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 活扳手， 10 毫米 (8710-2353)
- 螺母螺钉刀， 5.5 毫米 (8710-1220)
- 镊子 (8710-2460)

过程

- 1 卸下离子源。请参阅第 85 页的“卸下 EI 离子源”。
- 2 卸下灯丝。请参阅第 93 页的“卸下灯丝”。
- 3 通过卸下两个螺钉，将离子源加热器组件从离子源体分离。离子源加热器组件包括离子源加热器、推斥极和相关部件。请参阅第 89 页的图 19。
- 4 通过卸下推斥极螺母、垫圈、陶瓷绝热体和推斥极来拆卸推斥极组件。（图 19）
- 5 从离子源体上旋下接口固定螺丝。一个 10 毫米活扳手可适合接口固定螺丝上的平面。
- 6 卸下将透镜固定到离子源体上的定位螺钉。
- 7 将透镜推出离子源体，并分离透镜绝热器、离子聚焦透镜、抽出汽缸、抽出板和入口透镜。（请参阅图 19。）

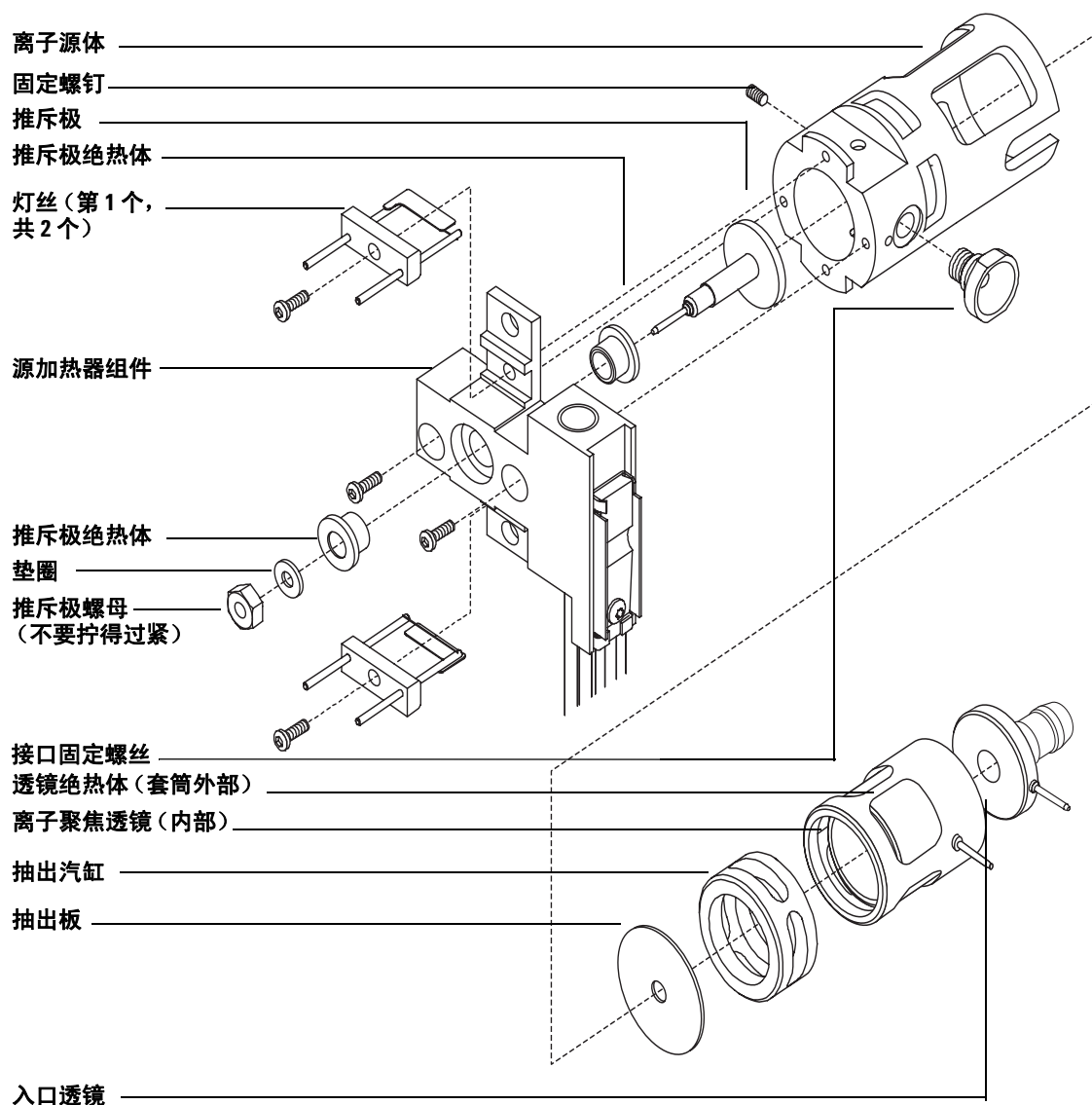


图 19 拆卸离子源

清洁 EI 离子源



所需材料

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

准备

- 1 拆卸离子源。请参阅第 88 页的“拆卸 EI 离子源”。
- 2 收集以下要清洁的部件：（图 20）
 - 排斥极
 - 离子源体
 - 抽出板
 - 抽出汽缸
 - 离子聚焦透镜
 - 入口透镜

这些是与样品或离子束接触的部件。其他部件一般不需要清洁。

小心

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

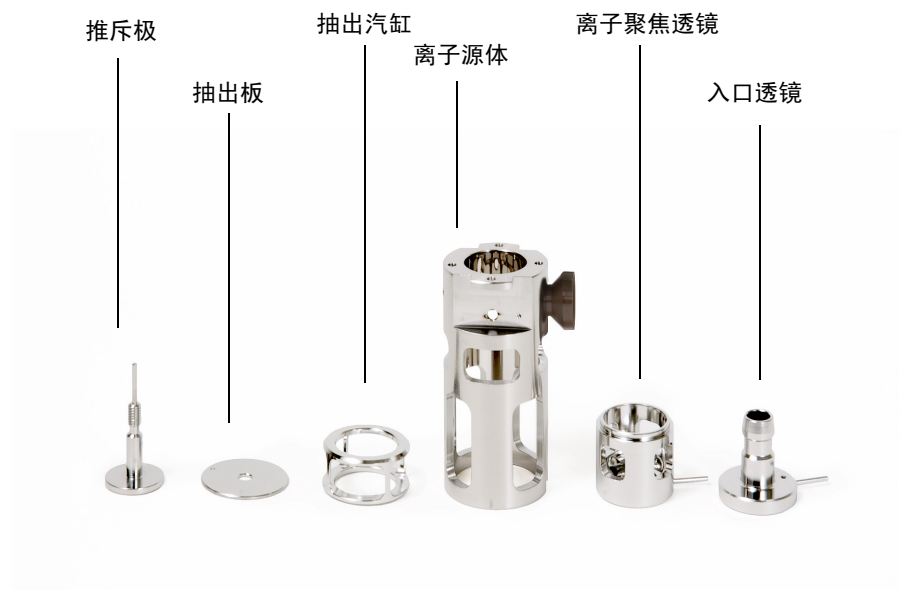


图 20 要清洁的部件

小心

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

- 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。

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。另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 在以下每种溶剂中各使用超声波清洗部件 15 分钟（各组分开）：

- 二氯甲烷（试剂级别）
- 丙酮（试剂级别）
- 甲醇（试剂级别）

警告

所有这些溶剂均是有毒溶剂。请在通风橱中操作并采取适当的预防措施。

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烤箱，以 100 °C 的温度烘烤 5 - 6 分钟。

卸下灯丝



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺钉刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 镊子 (8710-2460)

过程

- 1 放空 MS。

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 打开前质量分析器腔体。请参阅第 82 页的“[打开前质量分析器腔体](#)”。
- 3 卸下离子源。请参阅第 85 页的“[卸下 EI 离子源](#)”。
- 4 卸下将灯丝固定到离子源体的螺钉。（请参阅[图 21](#)。）
- 5 将灯丝滑出离子源组件。（请参阅[图 21](#)。）

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。

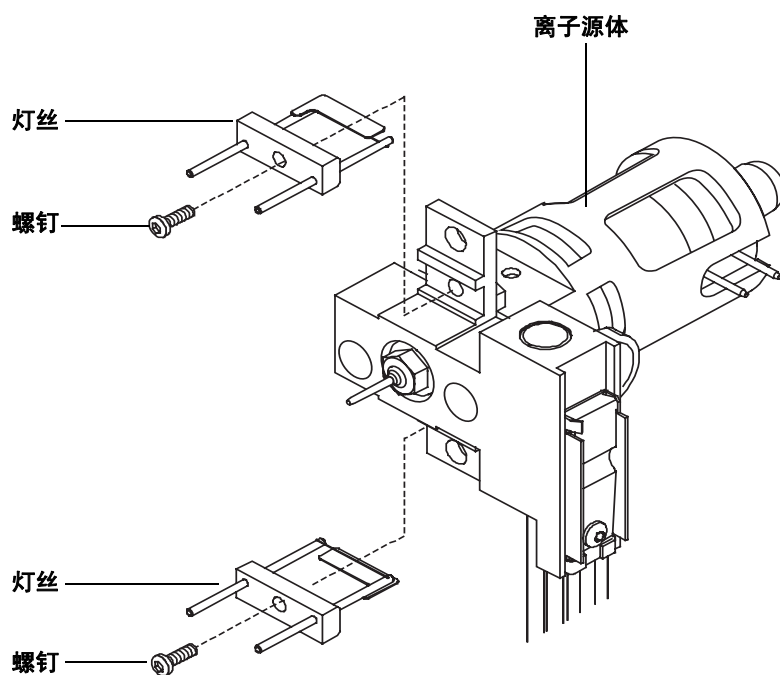


图 21 更换灯丝

重新安装灯丝



所需材料

- 灯丝组件 (G2590-60053)
- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 镊子 (8710-2460)

过程

- 1 卸下旧灯丝（请参见第 93 页的“卸下灯丝”）。
- 2 在离子源体中将新灯丝装入到位。（请参阅图 21。）
- 3 使用螺钉将灯丝固定到离子源体上。
- 4 在安装好灯丝之后，验证它没有接地到源体上。
- 5 重新安装离子源。请参阅第 100 页的“重新安装 EI 离子源”。
- 6 关闭前质量分析器腔体。
- 7 对 MSD 抽真空。请参阅第 65 页的“对 MS 抽真空”。
- 8 自动调谐 MSD。

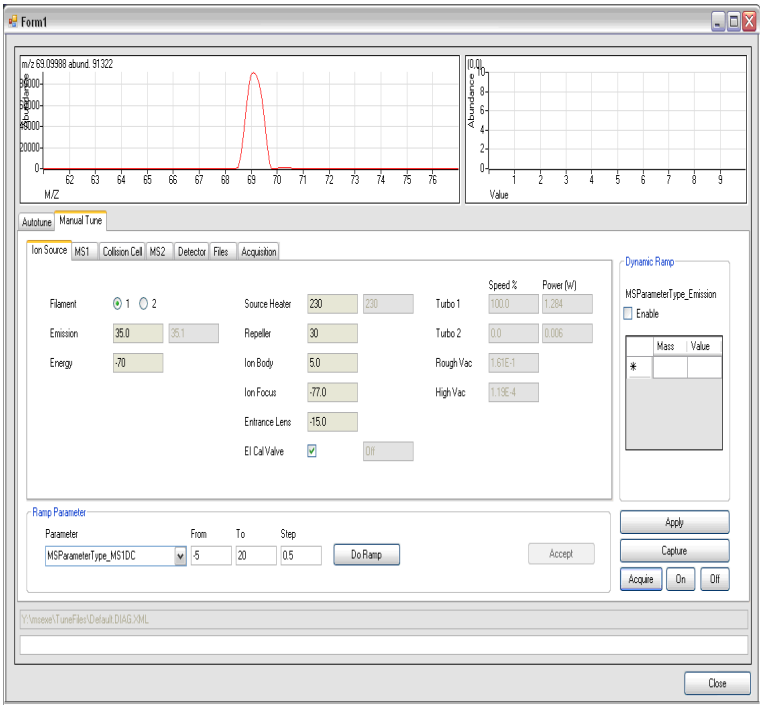


图 22 选择灯丝

9 单击仪器控制面板上的**编辑调谐参数**，以显示**调谐参数**对话框。

10 单击**手动调谐**选项卡。

11 选择**离子源**选项卡，然后选择其他灯丝。

12 再次自动调谐 MSD。

13 选择并使用给出最佳结果的灯丝。

如果决定使用第一个灯丝，请再次运行自动调谐以确认调谐参数与该灯丝兼容。

14 单击**应用**按钮保存调谐参数。

重新组装 EI 离子源



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 六角球形螺钉刀， 1.5 毫米 (8710-1570)
- 六角球形螺钉刀， 2.0 毫米 (8710-1804)
- 活扳手， 10 毫米 (8710-2353)

过程

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 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体（见图 23）。
- 2 将抽出板和抽出汽缸滑入离子源体中（见图 23）。
- 3 将在步骤 1 中组装好的部件滑入离子源体。
- 4 安装固定透镜的定位螺钉。

小心

在安装接口固定螺丝时，不要拧得过紧。过紧将导致螺纹破损。

- 5 重新安装接口固定螺丝。

小心

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

4 常规维护

- 6 通过将推斥极、推斥极绝热体、垫圈和推斥极螺母连接到离子源加热器组件来组装推斥极组件。
- 7 使用定位螺钉重新连接推斥极组件和离子源体。
- 8 重新安装灯丝。

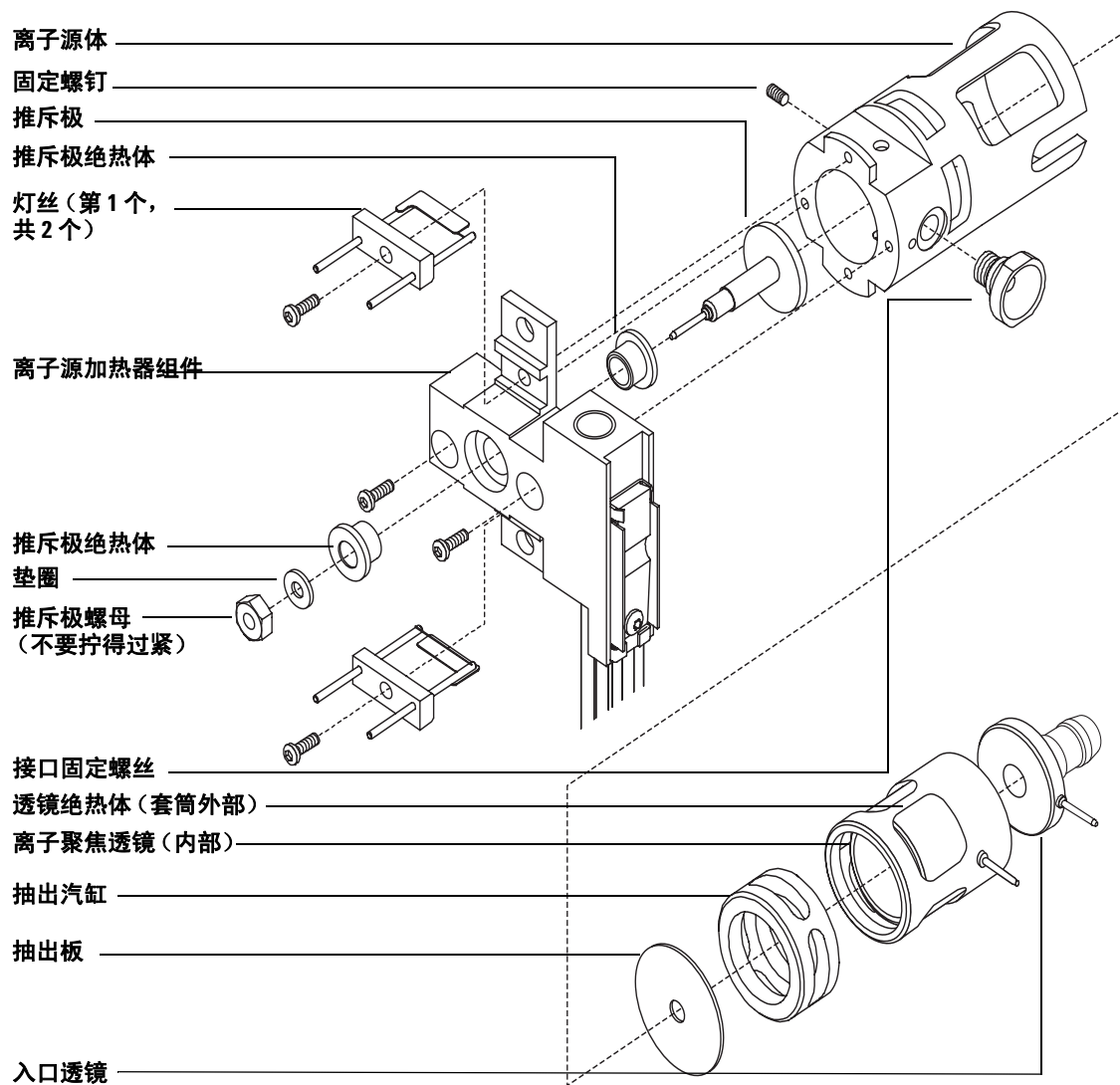


图 23 组装离子源

重新安装 EI 离子源



所需材料

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

过程

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 将离子源滑入离子源散热器（见[图 24](#)）。
- 2 连接离子源接线，如第 102 页的“[连接离子源和侧板之间的线缆](#)”所示。
- 3 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。
- 4 关闭前质量分析器腔体。
- 5 对 MS 进行抽真空。请参阅[第 65 页](#)。

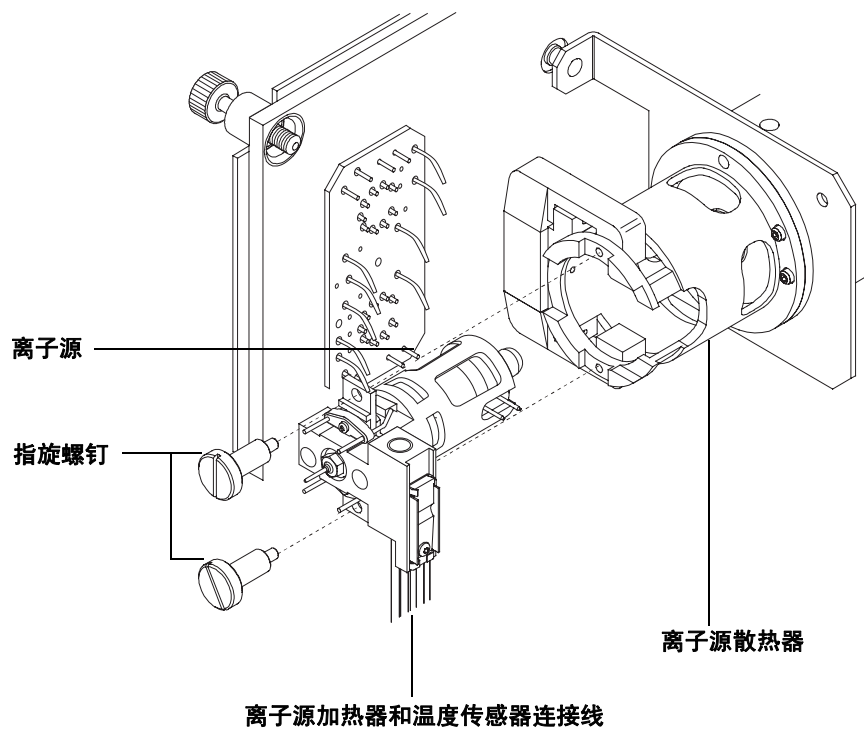


图 24 安装 EI 离子源

连接离子源和侧板之间的线缆



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 将前质量分析器内部电气接头连接到侧板上。

接线在表 9 中作了介绍，并且图 25 和图 26 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 9 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 (1) 加热器	板，左上 (HTR)
白色编织外层 (2)	四极杆 (1) 传感器	板，顶部 (RTD)
白色 (2)	板，中间 (FILAMENT-1)	灯丝 1 （顶部）
红色 (1)	板，左中 (REP)	推斥极
黑色 (2)	板，中间 (FILAMENT-2)	灯丝 2 （底部）
橙色 (1)	板，右上 (ION FOC)	离子聚焦透镜
蓝色 (1)	板，右上 (ENT LENS)	入口透镜
绿色珠串状 (2)	离子源加热器	板，左下 (HTR)
白色 (2)	离子源传感器	板，底部 (RTD)
绿色	板，左下	离子源散热器
黄色	板，左下	前四极杆

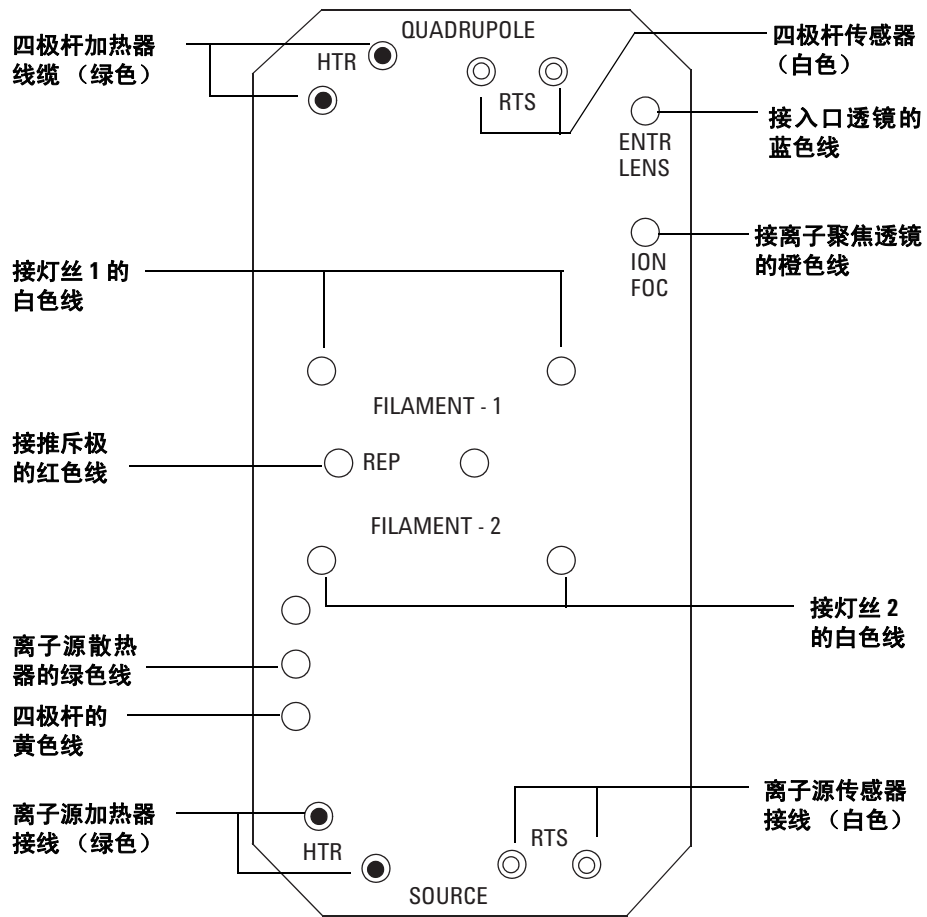


图 25 馈通板接线

FB = 馈通板

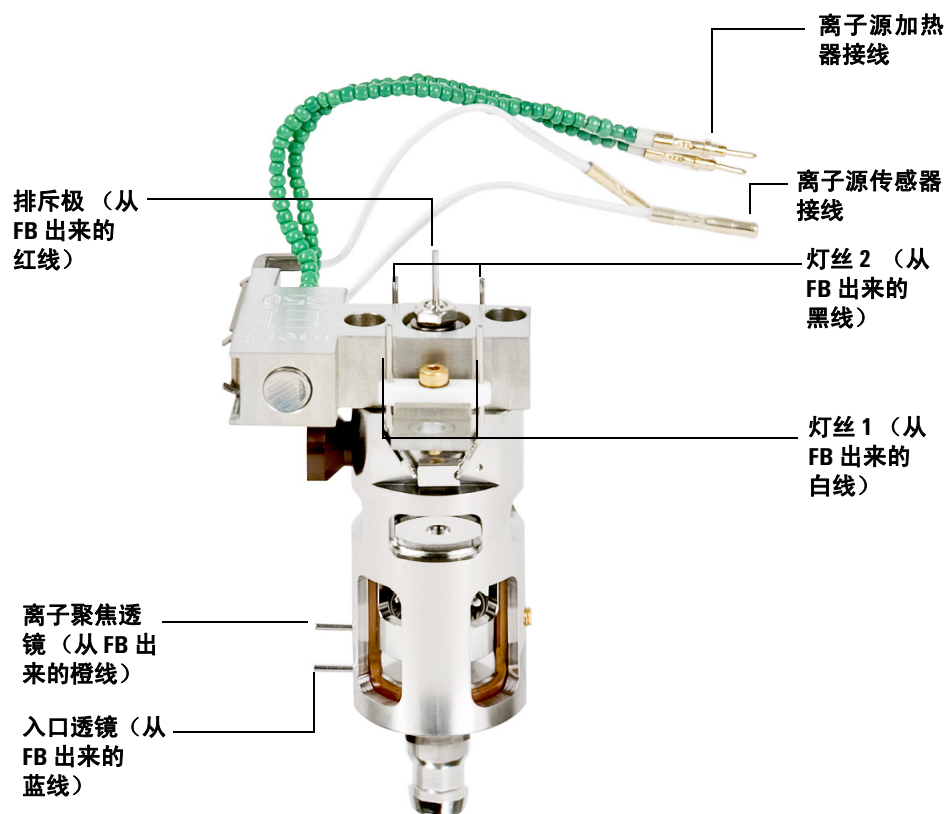


图 26 离子源接线

关闭前质量分析器腔体

过程



1 检查侧板 O 形环。

确保 O 形环上涂有 **非常** 薄的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果 O 形环非常干燥，则可能无法良好密封。如果 O 形环看起来很发亮，则表明润滑脂涂抹过多。（关于润滑说明请参考《7000A 系列 MS 维护和故障排除》手册。）

小心

在关闭时不要对质量分析器门用力过猛，否则可能损坏碰撞池或四极杆。

2 将前质量分析器侧板旋转至关闭位置。

在关闭质量分析器门后，四极杆的退出端上的后过滤器可帮助定位碰撞池。当四极杆复位碰撞池时，如果关闭质量分析器门，此门的阻力应该非常小。只要很小的压力，质量分析器就可滑入到位。

3 确保后质量分析器门已关闭。

4 确保已关闭放空阀。

5 对 MS 进行抽真空（见第 65 页）。

6 将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气，请 **轻轻地** 手动拧紧前质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉。

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钉，否则会引起漏气或妨碍抽真空。切勿使用螺钉刀拧紧指旋螺钉。

7 对 MS 抽真空完成后，关闭左质量分析器盖板，并更换窗盖。

打开后质量分析器腔体

只能在更换电子倍增器打拿极时打开后质量分析器腔体。

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（请参阅第 77 页的“[静电释放](#)”）。

过程

- 1 放空 MSD（见第 67 页）。
- 2 卸下质量分析器窗盖，然后打开左侧面板。卸下后盖。请参阅第 63 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 如果后质量分析器侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们（见图 17）。

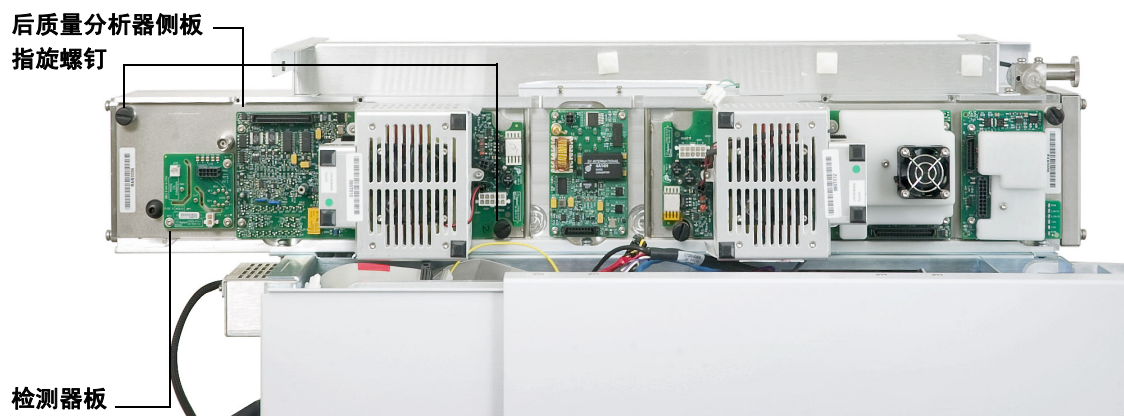
在正常使用中，应当松开后质量分析器侧板上的底部指旋螺钉。只有在运输过程中才会拧紧该螺钉。只有在将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气时，应拧紧后侧板上的顶部指旋螺钉。

小心

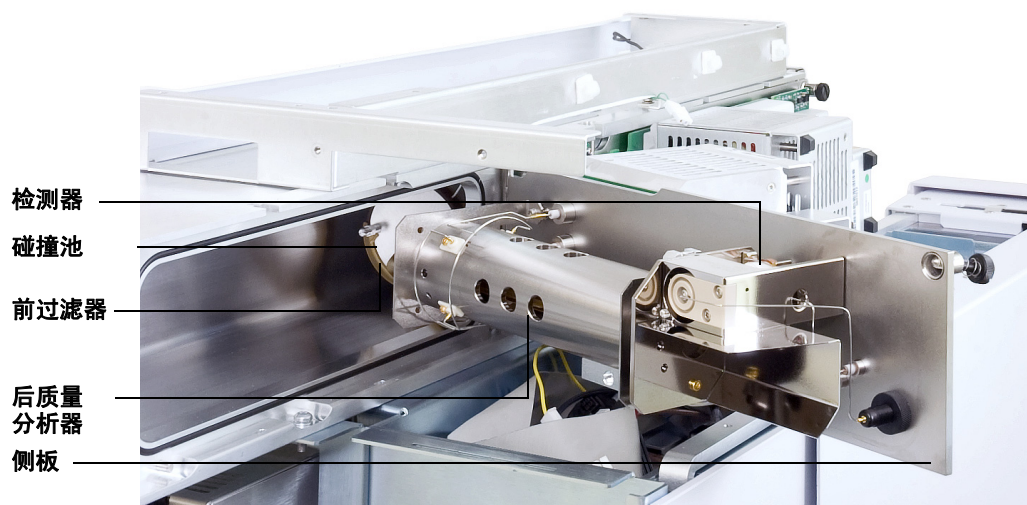
在下一步中，如果感觉到有阻力，请**停止操作**。请勿尝试强行打开侧板。确认 MS 已放空。确认前后侧板螺钉都已完全松开。

- 4 轻轻地 将侧板旋转下来。

4 常规维护



质量分析器腔体关闭（为清晰起见，已卸下电缆）



质量分析器腔体打开

图 27 后质量分析器腔体

更换电子倍增器打拿极



所需材料

- 电子倍增器打拿极 (61370-80103)
- 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 MS。（请参阅第 67 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。

- 2 打开后质量分析器腔体。（请参阅第 106 页。）
- 3 打开固定夹（见图 28）。提起固定夹把手，旋转固定夹，使其脱离电子倍增器打拿极。
- 4 将红色信号线从连接器滑入侧板。
- 5 卸下电子倍增器打拿极。
- 6 抓住新的打拿极，使红色信号线一端向下，然后将红色信号线重新连接到侧板的对应连接器上。
- 7 将电子倍增器打拿极滑入到位。
- 8 合上固定夹。
- 9 关闭后质量分析器腔体。（请参阅第 111 页。）

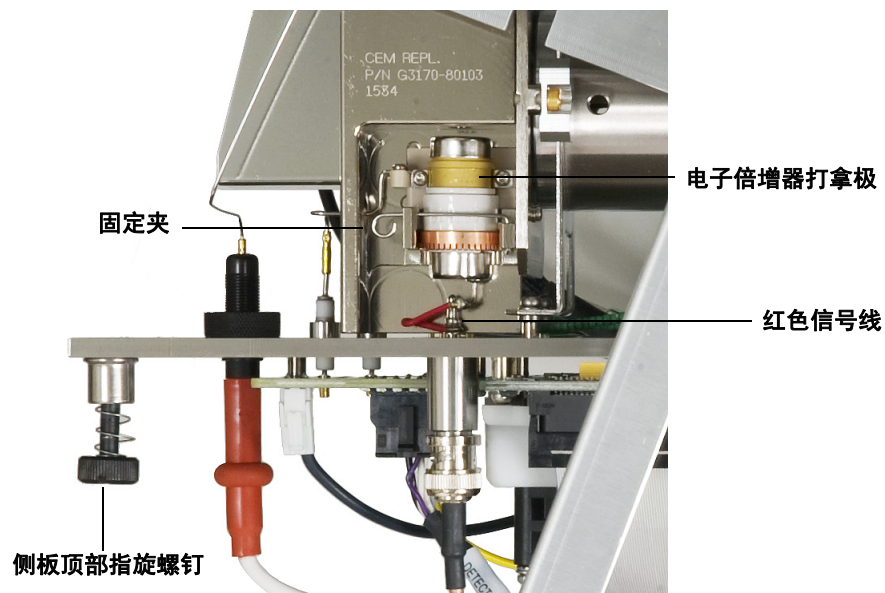


图 28 更换电子倍增器打拿极

关闭后质量分析器腔体



所需材料

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

过程

- 1 检查侧板 O 形环。

确保 O 形环上涂有非常薄的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果 O 形环非常干燥，则可能无法良好密封。如果 O 形环看起来很发亮，则表明润滑脂涂抹过多。（关于润滑说明，请参考《7000A 系列 MS 维护和故障排除》手册。）

- 2 关闭后质量分析器侧板。在关闭质量分析器门后，四极杆的入口端上的前过滤器可帮助定位碰撞池。当四极杆复位碰撞池时，如果关闭质量分析器门，门的阻力应该非常小。只要很小的压力，质量分析器就可滑入到位。

小心

在关闭时不要对质量分析器门用力过猛，否则可能损坏碰撞池或四极杆。

- 3 确保前质量分析器门已关闭。
- 4 确保已关闭放空阀。
- 5 对 MS 进行抽真空（见第 65 页）。

警告

如果将氢气（或其他危险气体）用作 GC 载气时，必须拧上质量分析器板上的顶部指旋螺钉，不要拧得过紧。万一发生爆炸，这样可防止侧板打开。

小心

在下一步骤中，请勿过度拧紧指旋螺钉，否则会引起漏气或妨碍抽真空。切勿使用螺钉刀拧紧指旋螺钉。

4 常规维护

- 6 如果将氢气或其他易燃气体用作载气，请轻轻地拧紧后质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉。
- 7 对 MS 抽真空完成后，关闭左质量分析器盖板，更换窗盖，并更换质量分析器窗盖。



© Agilent Technologies, Inc.

2009 年，美国印刷



G3170-97030