

Agilent
220 离子阱 GC/MS

硬件操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2011

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

G3930-97001

版本

2011 年 5 月，第一版

美国印刷

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

担保

本文档内容按 " 原样 " 提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

技术许可证

本文档中描述的硬件和 / 或软件根据许可证规定提供，只能根据此类许可证的条款进行使用或复制。

有限权利说明

美国政府有限权利。授予联邦政府的软件和技术数据权限仅包括通常提供给最终用户客户的权限。 Agilent 根据 FAR 12.211（技术数据）和 12.212（计算机软件）授予软件和技术数据的通用商业许可证；对于国防部，则根据 DFARS 252.227-7015（技术数据 - 商品）和 DFARS 227.7202-3（商业计算机软件或计算机软件文档中的权利）授予通用商业许可证。

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

本手册内容

本手册包含有关操作和维护 Agilent 220 离子阱气相色谱仪 / 质谱仪 (GC/MS) 系统的信息。

1 概述

提供质谱仪 (MS) 的功能说明、仪器子系统的详细信息和一般安全警告。

2 安装 GC 色谱柱

介绍如何准备毛细管色谱柱以用于 MS，将其安装在 GC 柱箱中，穿过离子阱 GC 加热接口，将其连接到 MS 传输线。

3 MS 维护

介绍一些基本任务，如温度设置、压力监控、调谐、放空和抽真空等。

4 化学电离

介绍化学电离源的安装和操作。

5 故障排除

介绍故障排除步骤。

6 部件和消耗品

提供有关仪器部件的信息和 Agilent Technologies, Inc. 的联系方式。

在哪里可以获得信息

除了本文档外， Agilent 还提供多种学习产品，介绍如何安装、操作、维护 220 GC/MS 以及如何排除故障。这些信息可在仪器附带的 Agilent Technologies GC 和 GC/MS 硬件用户信息和实用程序 DVD 上找到。



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

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

目录

1 简介 11

概述 12

气相色谱仪 (GC) 15

质谱仪 (MS) 16

冷却风扇 16

真空系统 17

GC 加热接口和 MS 传输线 20

离子阱组件 23

电子组件 29

电源输入子系统和涡轮分子泵控制器 31

主电源电路 31

电源板 32

RF 发生器组件 33

真空腔电子组件 34

前级泵 37

数据系统 37

计算机 / 仪器接口 37

计算机硬件和软件要求 38

自动进样器 38

重要安全警告 39

安全与规范认证 42

仪器的清洁 / 回收利用 45

液体溅落 45

移动或存放 MS 45

2 安装 GC 色谱柱 47

色谱柱 48

拆下毛细管色谱柱 49
从真空腔真空系统回拉 MS 传输线 50
从 GC 进样口中拆下毛细管色谱柱 51

准备安装毛细管色谱柱 52

将毛细管色谱柱安装到分流 / 不分流进样口 54

老化毛细管色谱柱 56

安装毛细管色谱柱 57
将色谱柱连接到 MS 传输线 59

3 MS 维护 61

前级泵 62
检查前级泵油 62
净化前级泵油 63
更换前级泵油 64
冲洗泵油 66

更换油雾滤筒 67
拆卸油雾净化器 67
重新组装油雾净化器 67

检查冷却风扇 69
检查风扇运行 69
识别有故障的风扇 69

更换涡轮分子泵 71
断开涡轮分子泵连接 71
松开涡轮分子泵 72
更换并固定涡轮分子泵 72
将涡轮分子泵重新连接到其他组件 73
完成安装涡轮分子泵 73

维修离子阱 74
关闭 MS 75
将 MS 与 GC 分离 76
收回传输线 77
从离子阱拆下传输线 78
拆下质量分析器组件 79
更换电子倍增器 80
拆下电子倍增器： 80
安装电子倍增器： 80
更换灯丝 82
拆下离子阱阱温箱 84
清洗离子阱组件 85
拆卸离子阱组件 86
清洗离子阱组件 87
清洁硅涂层的电极 88
清洁石英或硅涂层的垫片 89
重新组装离子阱 90
重新装上离子阱阱温箱组件 91
重新定位电子倍增器 92
重新安装质量分析器组件 93
将 MS 移至 GC 所在的位置 94
将传输线安装在真空腔中 94
关闭放空阀 95
打开 MS 95
烘烤离子阱 96
检查离子阱操作 96

灌注校正化合物样品瓶 96
移动 MS 97

4 化学电离 99

简介 100

安装 CI 反应气 101
CI 反应气要求 101
检查反应气管道是否泄漏 104
设置 CI 反应气流 105
标准 CI 试剂的离子强度 106

液体 CI 试剂 108
灌注和重新灌注液体 CI 储液瓶 111
将液体存储在储液瓶中 112
设置液体 CI 试剂的蒸汽流速 113
切换到气体 CI 试剂 114

5 故障排除 115

找出问题 116
检查数据系统 116
检查 GC 116
检查 MS 116

解决质谱图问题 118
无质谱图 118
检查灯丝是否断开 118
检查涡轮分子泵 119
检查 RF 调整 119
检查方法参数 119
检查离子阱组件 120
检查电子设备 121
高质量峰丢失 122

部分质谱图丢失 123

检查 RF 调整 123
检查 RF 存储水平 123
检查离子阱温度 124
空气、水分强度正常，但分辨率差 125
检查离子阱的离子容量 125
检查轴向调制设置 125
高质量范围的基线高 127
识别校正离子后离子阱校正失败 128
检查电子倍增器电压 128
检查校正气体压力 128
检查是否有泄漏 129
设置泄漏检查 129
去除高水分 137
使用检漏气 138
解决大型空气泄漏问题 140
解决中小型空气泄漏问题 141
检查 GC 连接 141
排除 GC 故障 142
运行 COLTEST 样品 143
设置进样口条件 143
设置柱温条件 143
设置传输线和离子阱温度条件 143
设置 MS 采集方法 144
排除色谱故障 146
6 部件和消耗品 151
文档 152
部件和消耗品 153

Agilent 维修 158

1 简介

概述 12
气相色谱仪 (GC) 15
质谱仪 (MS) 16
电子组件 29
前级泵 37
数据系统 37
计算机 / 仪器接口 37
计算机硬件和软件要求 38
自动进样器 38
重要安全警告 39
安全与规范认证 42
仪器的清洁 / 回收利用 45
液体溅落 45
移动或存放 MS 45

概述

220 离子阱 GC/MS 系统有 4 个主要部件：

- 气相色谱仪 (GC)
- 质谱仪 (MS)
- 数据系统 (DS)
- 自动进样器（可选）



图 1 220 离子阱 GC/MS ，带 7890 GC 和 7693 自动进样器

下图中的 220 离子阱的顶盖已拆下，前面板已打开，便于标识各个部件。

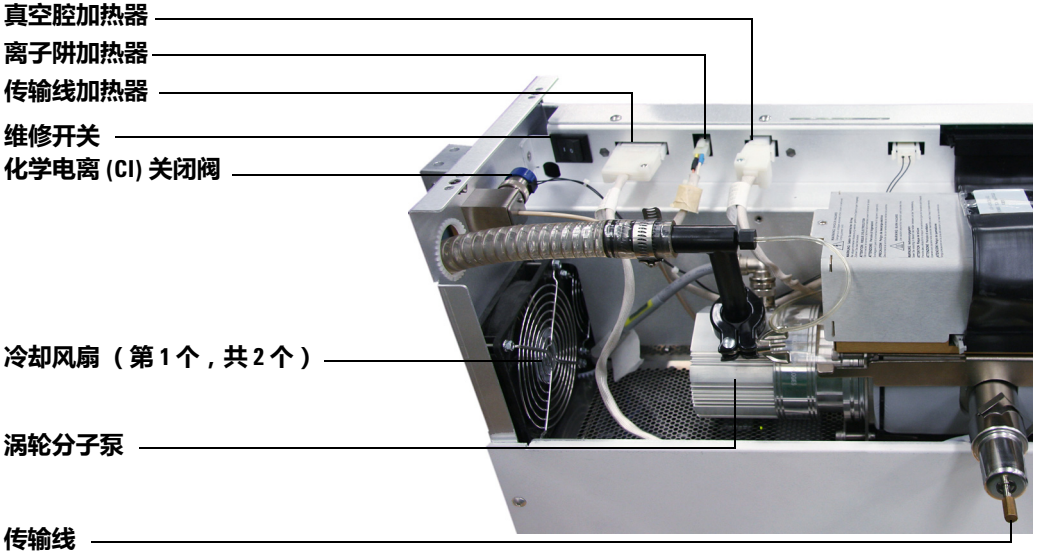


图 2 220 MS 俯视图

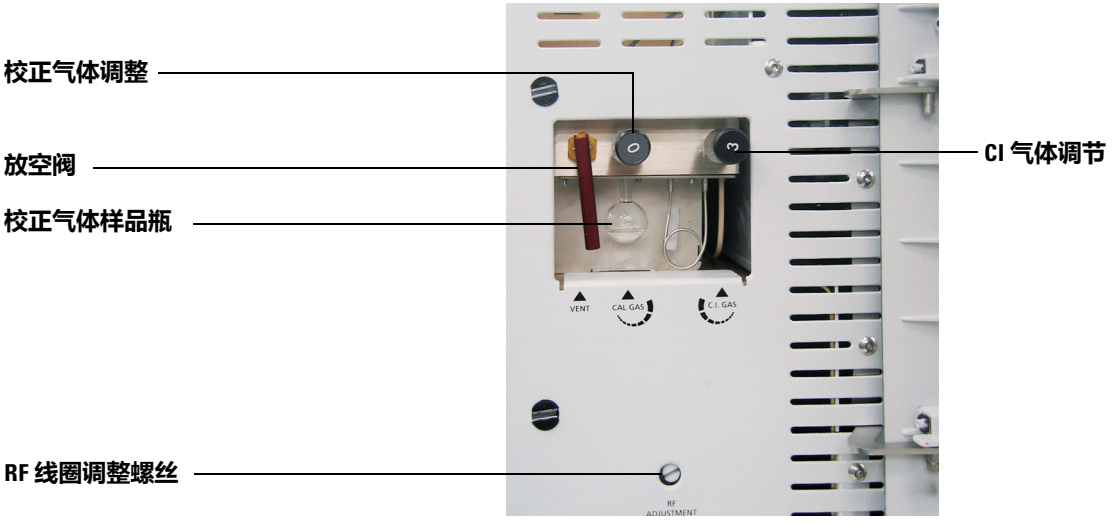


图 3 220 MS 前面板

图 4 是 220 离子阱 GC/MS 的功能块示意图。一个加热接口和传输线连接 GC 和 MS。可选的自动进样器安装在 GC 顶部。

样品可以通过手动进样或经由自动进样器通过 GC 进样口进入毛细管色谱柱。气相色谱仪可分离样品分子。由 GC 色谱柱分离的气相流出物经过 GC 加热接口的一段熔融石英毛细管柱进入 MS 传输线，然后再进入离子阱。样品分子经过电子电离或化学电离之后，按照它们的质荷比进行分析。

离子由电子倍增器检测，它产生与检测到的离子数成正比的信号。电子倍增器将离子流信号传递到系统电路，电路接着放大信号，将结果数字化，然后将其传递到数据系统以便进一步处理和显示。请参见下图。

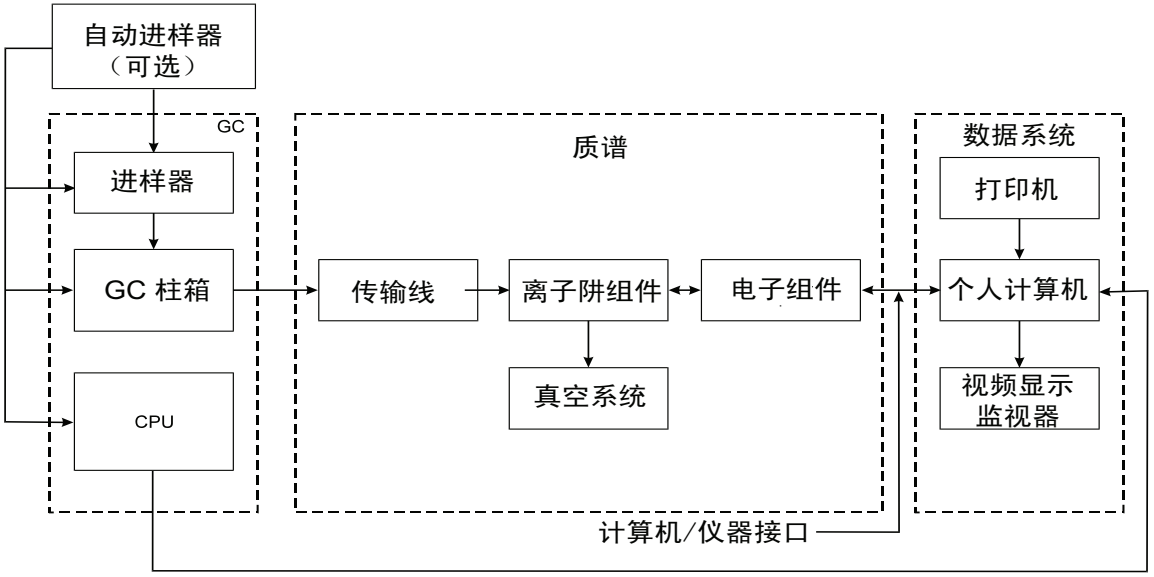


图 4 220 离子阱 GC/MS 系统的功能块示意图

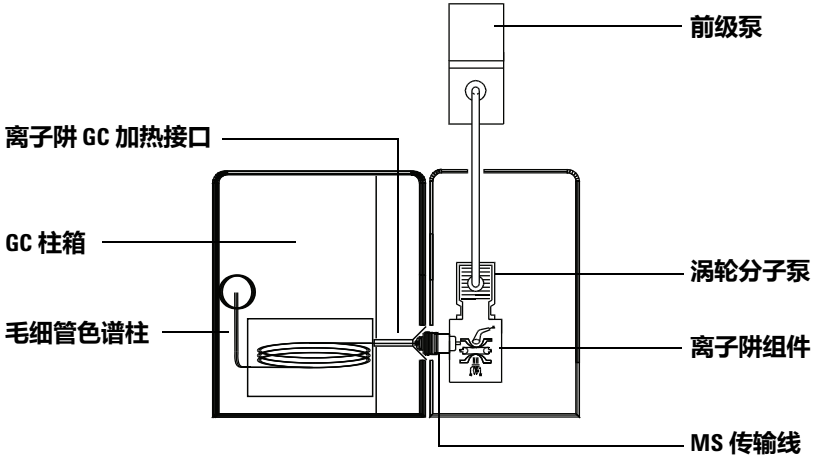


图 5 220 离子阱 GC/MS 系统的主要部件

气相色谱仪 (GC)

Agilent 7890 GC 是 GC/MS 系统的一部分。有关此仪器的详细信息，请参见相应的 Agilent 手册。

质谱仪 (MS)

仪器内部由电子箱和质量分析器箱两个部分组成。

电子箱包括：

- 控制器板
- 电源板
- 冷却风扇

质量分析器箱包括：

- 传输线
- 真空腔真空系统，包括离子阱
- 真空泵、控制器和涡轮电源
- RF 线圈和发生器
- 气路真空腔
- 真空腔板
- 冷却风扇

冷却风扇

质谱仪后面板上装有两个风扇，用于冷却设备。质量分析器箱的风扇从背后吸入空气，直接吹到质量分析器箱中的涡轮分子泵的轴承端上。然后，空气经过真空腔电路，从仪器前面排出。

电路部分的风扇从背后吸入空气，然后吹到电子箱中的控制器和电源板上。

为了防止 GC 柱箱热空气影响 MS，应确保 220 离子阱 GC/MS 系统距离墙壁至少 15.3 厘米（6 英寸），定向柱箱排气隔板应将热柱箱废气向上排出。

涡轮分子泵控制器向质量分析器箱的风扇提供电源。电源板向电子箱风扇提供电源。

小心 为防止过热，请不要堵住冷却风扇的空气吸入口。

真空系统

真空系统可以排出 MS 离子阱组件中的水蒸汽、空气和载气。真空系统的主要部件包括：

- 真空腔真空系统
- 涡轮分子泵
- 前级泵
- 放空阀
- 校正气体阀
- 化学电离 (CI) 反应气阀

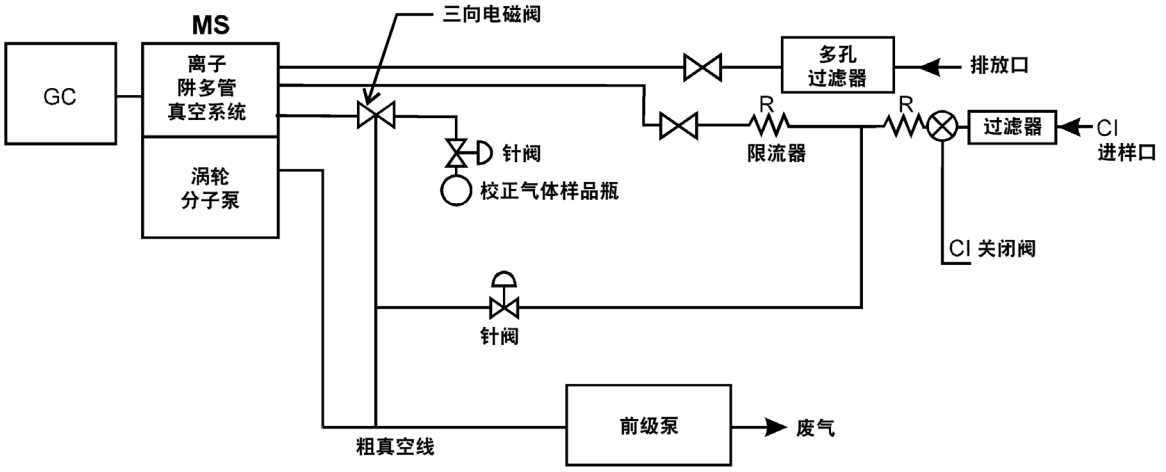


图 6 220 离子阱 GC/MS 真空系统示意图

真空腔真空系统

真空腔真空系统内部装有离子阱组件。真空腔真空系统是一个不锈钢腔体，其中装有质量分析器。涡轮分子真空泵可将真空腔抽成真空状态，将气体排放到前级泵。

真空腔真空系统安装在 RF 线圈外壳顶上。涡轮分子泵与真空腔通过 Viton® O 形圈密封在一起。离子阱组件悬挂在质量分析器法兰上，伸进真空腔中。真空腔和质量分析器法兰使用另一个 Viton® O 形圈密封在一起。在没有真空的状态下，通过快卸卡销可以很容易地取下离子阱。

有八根电引线穿过质量分析器法兰：

- 一根给电子门供电
- 三根给灯丝组件供电
- 两根用于为离子阱组件的灯丝和倍增器端盖电极提供轴向调制电压
- 一根为电子倍增器阴极提供高压
- 一根从电子倍增器阳极获得离子流信号

另外一条引线穿过真空腔下侧，为环形电极提供射频 (RF) 电压。

一个离子规通过产生和收集来自任何气体的离子来监视真空腔中的压力。离子规也通过质量分析器法兰。

另外四个真空腔真空系统功能包括：

- 传输线
- CI 反应气
- 引入校正气体
- 放空

涡轮分子真空泵

涡轮分子真空泵为 MS 提供高真空环境。在正常操作条件下，在离子阱组件外部的真空腔区域内，此泵提供的真空大约为 10^{-5} Torr。真空泵的标称速度为 80 公升 / 秒，可在 60 公升 / 秒的条件下工作。它通过空气冷却，并有热保护功能。如果泵外壳的接近轴承部分的温度超过 60 °C，泵将自动关闭。

涡轮分子真空控制器可对泵进行调节并提供电源。关闭 MS 前面板上的主电源开关就会关闭涡轮分子泵控制器和前级泵的电源。

电路维修开关不能控制真空泵。

涡轮分子泵控制器可监视转速，并可从软件查看速度。

如果涡轮分子泵的速度等于或大于最大工作速度的 92%，从控制台发出的信号将提示电源控制板向控制器板发送 TURBOMOLECULAR SPEED OK 信号。控制器板使用此信号启用或禁用灯丝、电子倍增器电压、 RF 发生器、化学电离 (CI) 反应气阀和校正气体阀。

如果泵的速度下降到其最大速度的 92% 以下，则发送到控制器板的 TURBOMOLECULAR SPEED OK 信号将关闭。灯丝、电子倍增器、 RF 发生器、CI 反应气阀和校正气体阀将自动关闭。这表明存在严重的空气泄漏或泵太热。

气路真空腔

气路真空腔是安装在真空腔真空系统前面的铝功能块。它有两个电磁阀和两个针阀，用于校正气体和 CI 气体，还有校正气体样品瓶和放空阀。

放空阀是一个手动控制的阀门，通过气路真空腔与外界大气相通。通过仪器前面的肘节臂拉杆打开和关闭放空阀。

校正气体阀组件由定量针阀、控制开 / 关的电磁阀和装有校正液体的玻璃样品瓶组成。该组件直接安装在仪器门的后面。针阀可控制通过电磁阀进入真空腔真空系统的校正气体的流量。

校正化合物是全氟三丁胺 (PFTBA) 或 $C_{12}F_{27}N$，也称为氟碳 -43 (FC-43)。化合物装在小玻璃样品瓶中，小玻璃样品瓶与阀组件连接在一起。可以使用针阀手动设置进入真空腔的校正气体的流量。数据系统控制电磁阀的开关。

两个电磁阀都可控制 CI 反应气进入真空腔的流量。后面板附近的关闭阀可打开，使反应气流可以进入仪器。前级泵可排出部分 CI 气体，防止 CI 气体涌出（压力脉冲）。气体通过关闭阀后，经过定量阀和电磁阀，然后进入真空腔真空系统。CI 针阀可决定真空腔和前级泵之间的反应气流的分流比。

可使用 “ 系统控制 (System Control)” 或 “ 采集 (Acquisition)” 打开和关闭 CI 反应气阀。可通过定量阀调节反应气的流速。

GC 加热接口和 MS 传输线

两个加热部件将 GC 和质谱连接， GC 加热接口 （GCHI）(图 7) 和 MS 传输线 (图 8)。这些加热部件可防止样品冷凝而导致拖尾。第一个部件是 GCHI. GC 柱箱中的 色谱柱通过这段加热的部件 （该部件从 GC 柱箱内壁伸出），到达 GC 外部。一段加热电缆线连接 GC 同步线和电源板到达 GCHI 的筒形加热器。它插在将其插入辅助加热区 1 或辅助加热区 2 的接头上，该接头位于 GC 电子部件腔的阀支架上。

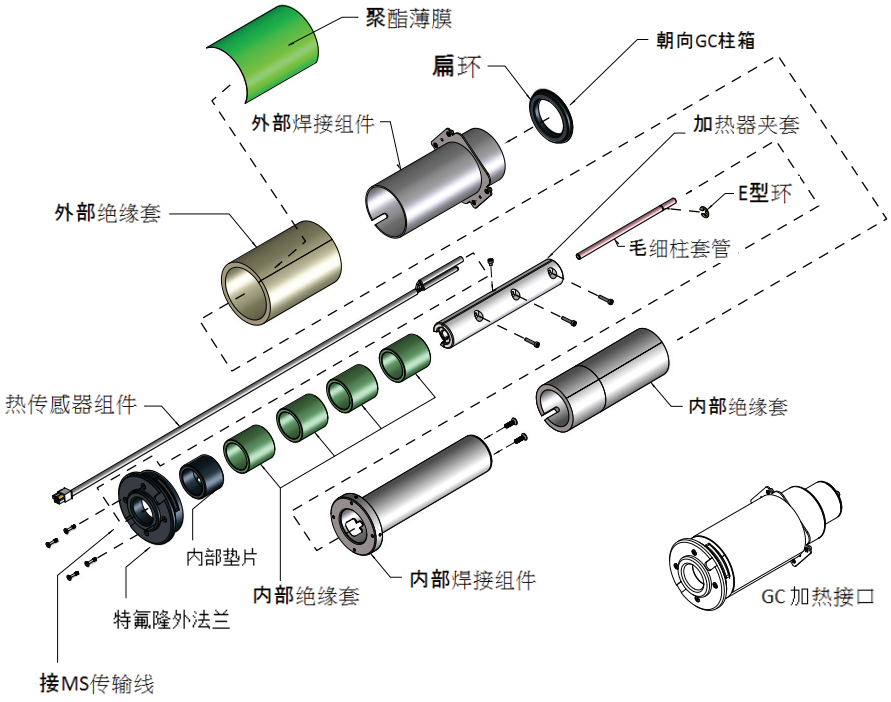


图 7 GC 加热接口

MS 传输线交联到位于 GC 外壁的的 GCHI 上。在 GC 末端和 MS 传输线上的色谱柱带有一个真空密封垫圈。该段色谱柱经过 MS 传输线进入 MS 真空腔。

MS 传输线是一个不锈钢焊接件，带有中心管和热交换器。

警告 **传输线温度较高。冷却之后才能接触它，或使用防护手套。**

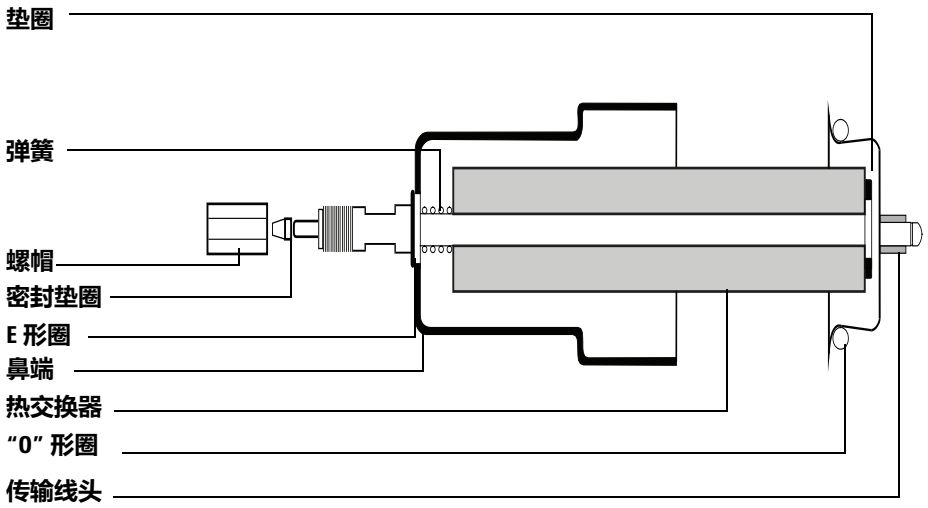


图 8 MS 传输线

卡口固定架将 MS 传输线固定到离子阱真空腔真空系统。要从固定架拆下 MS 传输线，可将 MS 传输线轻轻推到其固定架中，然后逆时针旋转，再将其拉出。

小心 如果在从真空腔真空系统拆下离子阱之前没有从固定架拆下 MS 传输线，则可能会损坏离子阱加热器柱、石英环、传输线头或全部都损坏。

MS 中的电源板通过加热器电缆向传输线筒形加热器提供电源。加热器电缆从传输线的一端引出。然后插入电源板顶部的接头。

可从 “ 系统控制 (System Control)” 中的 “ 温度 (Temperature)” 视图设置 MS 传输线温度。传输线的最高温度是 350 °C ；最低温度取决于 GC 柱箱和离子阱温度。一般情况下，可以将传输线温度值设定在比柱箱最高操作温度低 30 ℃，这样不会对色谱有不良影响，例如，保留时间改变或峰变宽。

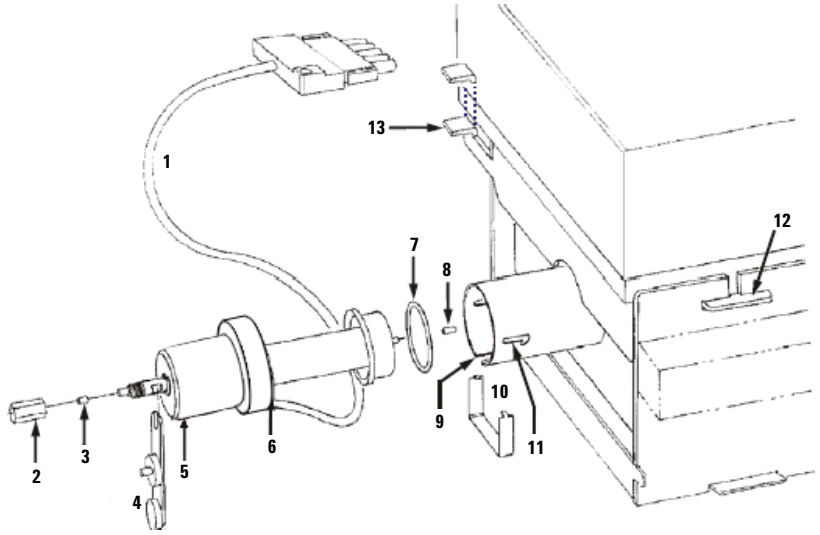


图 9 MS 传输线组件

表 1 MS 传输线组件 （ 图 9 ）

1	加热电缆	8	传输线头
2	螺帽	9	加热电缆槽
3	密封垫圈	10	鼻端夹
4	传输线 / 对准工具	11	卡口固定架
5	鼻端	12	质量分析器组件凸板
6	鼻端孔	13	质量分析器组件锁定片 注意：锁定片可长可短
7	“0” 形圈		

离子阱组件

离子阱组件包括：

- 离子阱阱温箱
- 灯丝组件

- 电子门
- 离子阱电极（3 个）
- 石英环（2 个）
- 电子倍增器组件

图 10 是离子阱组件，包括三个电极、电子门和灯丝透镜。

有硅涂层的垫片的内表面有一层光亮的涂层。

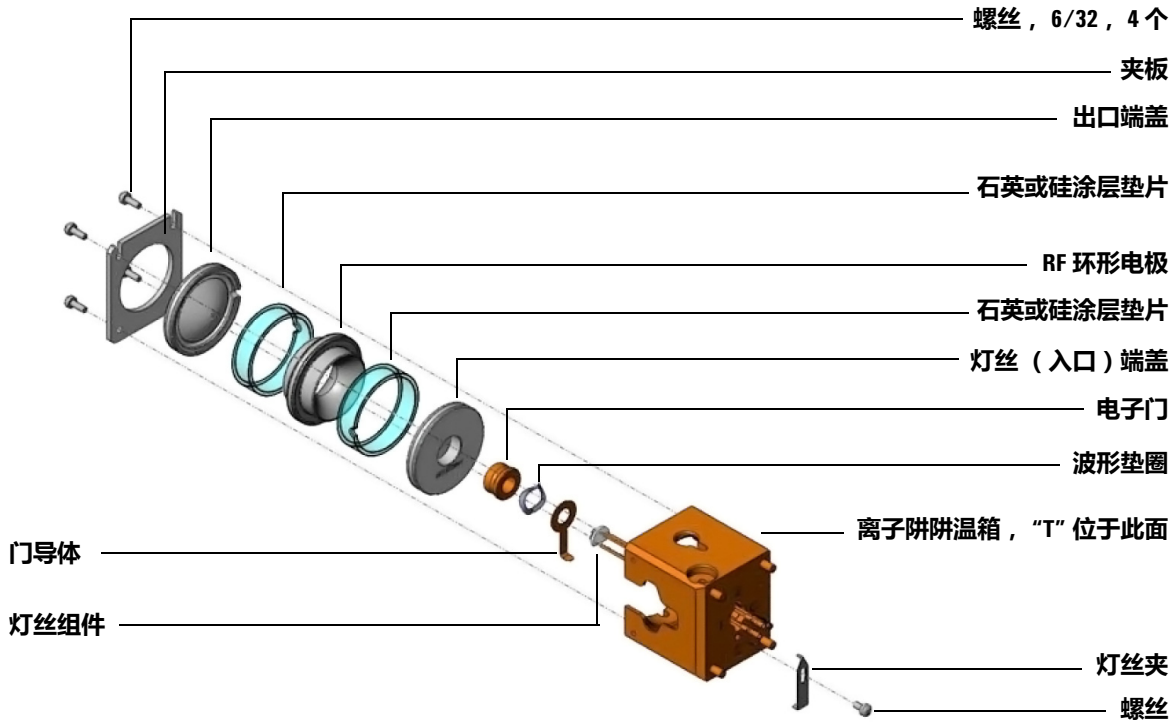


图 10 离子阱组件

离子阱阱温箱

离子阱阱温箱是阳极化的加热铝块，可以使离子阱电极温度保持恒定。真空腔法兰上的加热器可产生热量。热阱可测量阱温箱温度。阱温箱可固定电离灯丝，在电离电子进入离子阱之前充当透镜使电子聚集起来。

灯丝组件

灯丝组件安装在离子阱阱温箱中。它连接到真空腔法兰上的三根引线。

灯丝组件由两个灯丝和一个排斥板组成。灯丝是并排安装的，每个灯丝与阱温箱电子聚焦透镜的入口孔保持大致相等的距离。 MS 一次只使用一个灯丝；另外一个灯丝是备用的，在一个烧坏时进行更换。

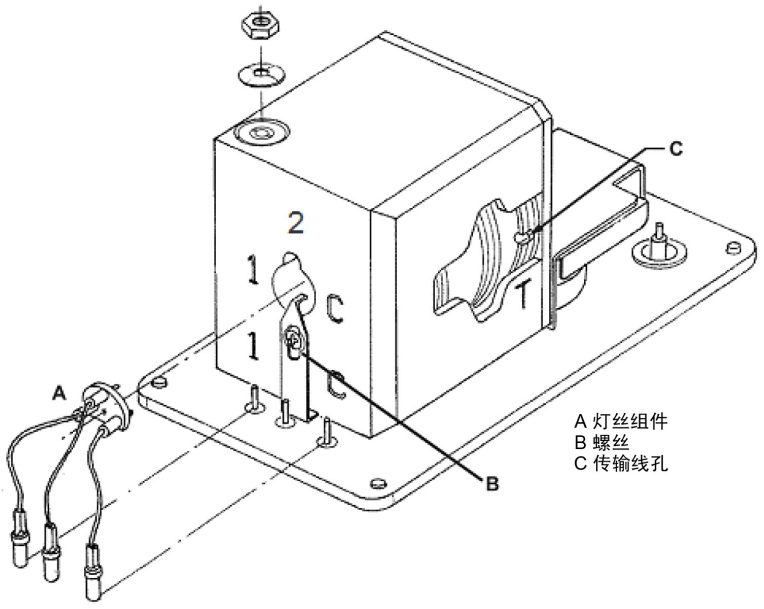


图 11 带离子阱的灯丝组件

每根灯丝都是铼丝制成的。当被电流加热时，灯丝会通过热电子发射产生电子。灯丝发射电流是指从灯丝发射的电子流。灯丝发射电流值在 “ 仪器控制 (Instrument Control)” 中设置，电流设置范围从 5 至 100 µA。

两个灯丝不可能产生完全相同的电子流进入离子阱。因此，从两个不同灯丝产生的信号强度是不一样的。一般的差别是 2:1，但也可能高达 5:1。

电子门

电子门是一个圆柱形电极，控制进入离子阱腔体的电子。当电子从加热灯丝发射出来，但不需要离子化时，电子门保持在 –150V dc 的电位。电子门安装在离子阱阱温箱内，在透镜前面，入口端盖电极后面。一个阳极化层将其与灯丝端盖（入口）绝缘。

当离子阱需要电子时，电子门的电位从 –150 变为 + 150V dc。门电位可以在一段时间内保持为正，例如，从 10 微秒到 65 毫秒这段时间。在此期间，电子被聚焦，以足够的能量进入离子阱腔体，通常是 50 至 80 eV 的能量，使样品分子被电子电离，或在化学电离下，使反应气分子电离。

离子阱电极

离子阱组件包括 3 个不锈钢电极：

- 灯丝端盖（入口）电极
- 出口端盖电极
- RF 环形电极

灯丝端盖、出口端盖和 RF 环形电极具有双曲线内表面。这些电极共同形成一个腔体，在此进行电离、裂解、存储和质量分析。

带能量的电子通过电子门，从灯丝端盖进入离子阱腔体。

在出口端盖电极的中心有 7 个孔。在离子阱内生产的样品离子通过这些孔从离子阱内被抛出进入电子倍增器。

两个相同的石英或硅涂层垫片将中央环电极与灯丝端盖电极和出口端盖电极隔离开来。离子阱阱温箱及其夹板将电极和垫片固定在里面。在石英垫片和出口端盖中有一个缺口，使传输线可以进入离子阱。

RF 发生器组件提供高压 RF，可施加到 RF 环形电极上。

在合适的 RF 电压下，离子阱电极可产生一个三维双曲线电场。这个电场能够将离子捕集在稳定的非周期性的轨道内。然而，当 RF 电压增大时，离子的运行轨道按照质核比增加的顺序变得不稳定。离子阱抛出离子，并将它们发送到电子倍增器进行检测。

在质量分析期间，会有一个 485 kHz 的 RF 补充电压施加到灯丝和出口端盖上。这个电压被称为轴向调制电压，可以提高质谱分辨率和分析灵敏度。其他电压可施加于两个端盖，以执行诸如 CI 和 MS/MS 之类的选件功能。

电子倍增器

电子倍增器安装在出口端盖电极上。它安装在一个预先定位好的保护性金属夹上，可以很容易地更换。当离子阱通过出口端盖电极上的小孔抛出正离子时，电子倍增器就会检测它们。连续打拿极电子倍增器由氧化铅 / 玻璃漏斗状的电阻器组成。一个 –800V 至 –3000V 的负电压施加到电子倍增器前端，这是阴极。打拿极 的后端保持接地电位，这是阳极。

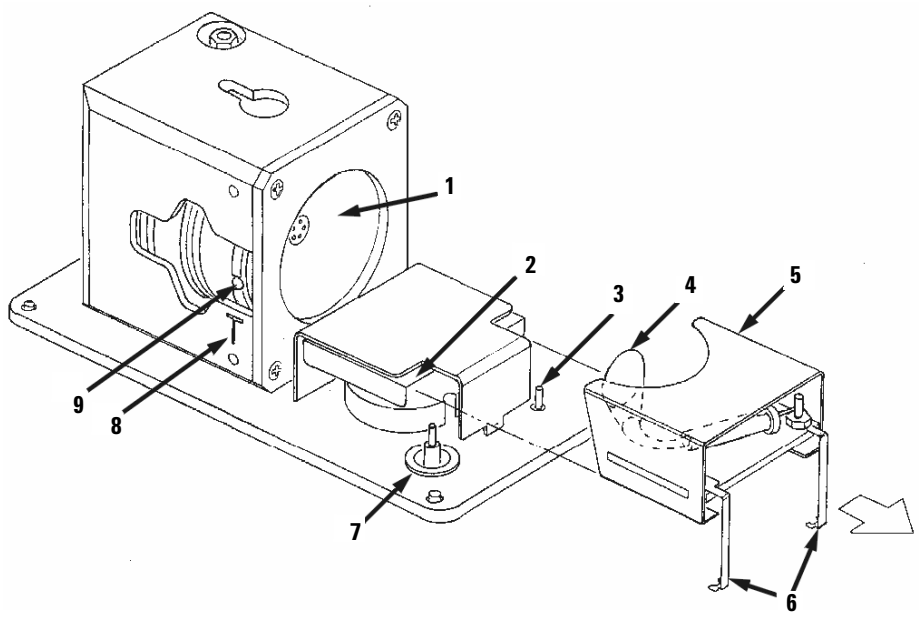


图 12 电子倍增器相对于离子阱的位置

表 2 相对于离子阱部件的电子倍增器（图 12）

1	出口端盖	6	倍增器触脚
2	电子倍增器轨道	7	倍增器高压针脚
3	倍增器信号针脚	8	传输线对准标记
4	EM 栅格	9	传输线进口孔
5	电子倍增器外壳		

施加于阴极的负电压可将从离子阱真空腔体中抛出的正离子吸引过来。这些离子以足够的速度冲向打拿极，在打拿内弯曲的表面撞击出电子。逐渐增加的正电位电场将抛出的电子吸入电子倍增器，进一步将其加速。因为电子倍增器是曲面形的，因此，被抛出的电子会再次撞击倍增器的内表面，导致产生更多电子。此配置产生级联电子效应，它们在打拿极的出口端加速，冲向接地电位方向。

阳极收集电子，然后将产生的离子流信号传递到真空腔板下方的积分器电路上。离子流信号与离子阱抛出的离子总数成正比。通常，将调整施加到电子倍增器上的电压，直到增益值大约为 10^5。因此，每个进入电子倍增器的离子可以产生大约 10^5 个电子。

电子组件

电子组件由以下部件组成：

- 电源输入子系统和涡轮分子泵控制器
- 电源板
- MS 控制器板
- 真空腔电子组件
- RF 发生器板和 RF 线圈

电子组件的分布可使重要部件之间的电缆长度减到最小。 MS 控制器和电源板在电子箱内，由一个金属板壁与质量分析器部分隔开。真空腔电子组件封闭在质量分析器上方。 RF 发生器连接到 RF 线圈组件的后面。

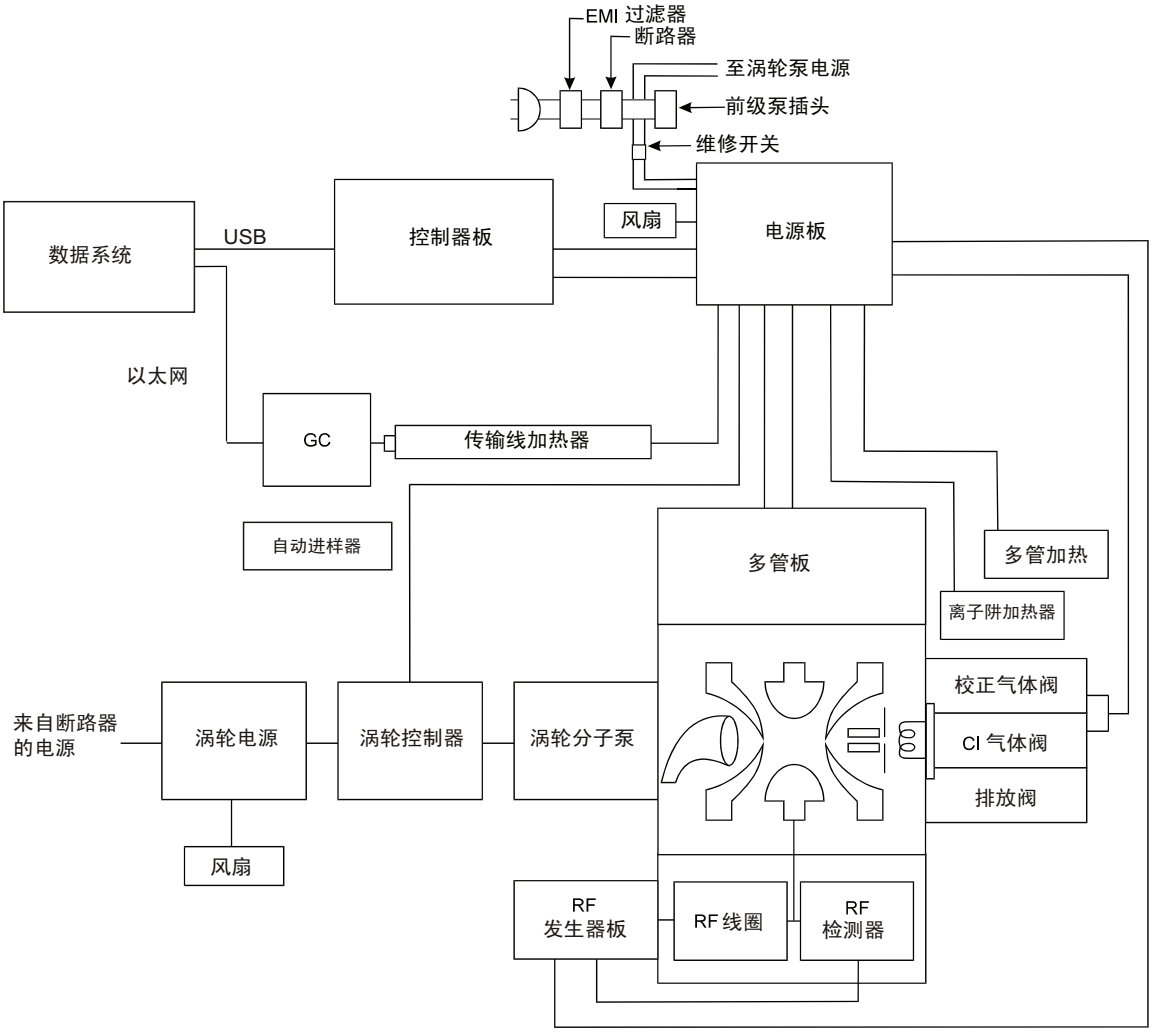


图 13 220 离子阱 GC/MS 系统电子组件

电源输入子系统和涡轮分子泵控制器

电源输入子系统包含下列电路和开关：

- 主电源开关
- 继电器板
- 断路器
- 维修开关
- 线电压选择器开关

主电源电路

电源线进入 MS 的后面板，通过线路滤波器和由前面板开关控制的继电器板，然后通过断路器。在断路器之后，电源分为两路。一路通过涡轮分子泵控制器、电源控制器和前级泵。第二路通过电路维修开关，它可控制传到电源板的电源。电路维修开关在电路需要维修时使系统保持真空状态。

电源板控制器有用于线路电压的选择器开关，此开关在出厂时就已经设置好了。

要使 MS 能够从 115V 切换到 220V，必须同时更改传输线和真空腔加热器。

涡轮控制器可调节涡轮泵的速度。控制器向电源板提供涡轮速度和启动电源。+24V DC 电源向电磁阀、电子箱风扇和电子倍增器提供电源。

警告 **在紧急情况下，可将主电源开关转到 OFF，以切断 MS 的所有电源。**

电源板

电源控制板可向除涡轮分子泵控制器以外的所有电子部件提供电源。它可控制加热器、离子阱和电磁阀。

开关电源由一个 5A 无时间延迟的保险丝保护。

电源板上有以下开关电源：

- + 5V DC 电源，向所有数字电路提供电压。
- –15V 和 +15V DC 电源向电源板和真空腔电子组件上的模拟电路提供电压。
- +20V 和 –20V DC 电源向控制器和 RF 发生器板的模拟电路提供电压。
- +60V DC 电源向 RF 发生器板和离子阱加热器提供未调节的 +60V DC 电压。
- +180V 和 -180V DC 电源向离子阱电子门电路提供电压。

电源板上有下列电路：

- 离子阱灯丝控制电路，该电路提供电流以加热灯丝并调整灯丝发射的电子流。离子阱灯丝发射电流可设置为在 5 和 100 µA 之间。
- 三个加热器控制电路，为真空腔、离子阱和传输线加热器提供反馈控制。离子阱加热器使用比例积分 (PI) 控制电路。
- 三个电磁阀控制电路，可打开或关闭校正气体、CI 反应气和 CI 关闭阀电磁阀。
- 电子能量控制电路，该电路控制离子阱灯丝的直流偏压 .
- 诊断多路复用器电路，可将电源控制板上的各个部件和电路的电压输出导向控制器板。

在电源板顶部边缘有 12 个监视 LED。当它们点亮时，表示在电源板上的各个电路的电压是正常的，没有故障。在空闲模式中，除了 +180V、 –180V 以及离子阱灯丝以外的所有 LED 都是点亮的。 +180V、 –180V 和离子阱灯丝的 LED 只有在灯丝打开时才会点亮。

RF 发生器组件

RF 发生器组件由一个 RF 发生器电路板、一块 RF 检测器电路板和 RF 线圈组成。在真空腔真空系统的下方，有屏蔽罩将线圈和 RF 检测器电路板保护起来。RF 发生器电路板附在屏蔽盒的背后。

RF 发生器电路板从控制器板收到模拟信号，这个信号与扫描中的当前质量位置是成比例的，它又与施加到离子阱的 RF 电压成比例。RF 检测器电路板将信号发送到 RF 发生器；此信号与施加到离子阱的实际 RF 电压成比例。 RF 发生器板将所需的和实际的 RF 电压进行比较，根据此反馈调整增益，使施加的 RF 电压等于所需的 RF 电压值。由于离子阱所需的高电压超过常规电子放大器的能力，因此使用一个由 RF 线圈和离子阱电容组成的共振 LC（电感器 - 电容器）电路。在共振状态下，线圈的离子阱端的 RF 电压是线圈的 RF 发生器端的电压的大约 100 倍。

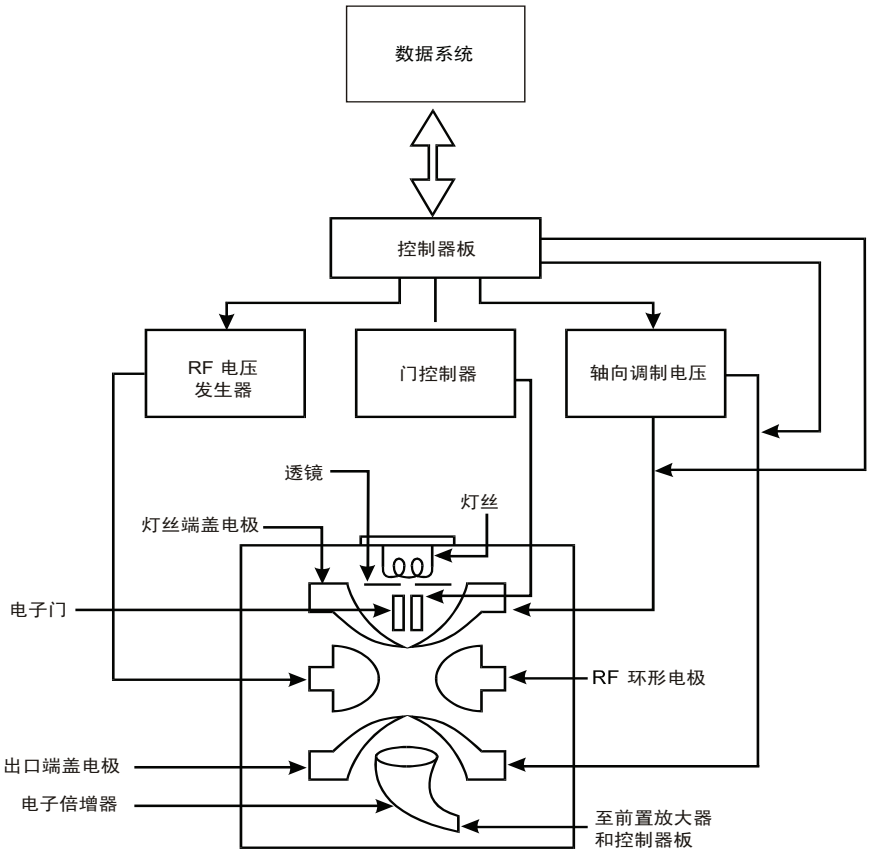


图 14 离子阱组件

真空腔电子组件

两块电路板安装在质量分析器法兰顶部。这些电路板包括以下电路，这些对于离子阱的正常运行很重要：

- 电子倍增器电源可向电子倍增器的阴极提供高电压（ –800 至 –3000V DC ）。

- 积分器电路，它从电子倍增器的阳极接收放大的离子流信号，将电流信号转换为电压信号，例如 10^{-7}A 转换为 1.0V，然后将电压传送到控制器。
- 离子阱灯丝选择继电器。
- 电子门控制器，控制门的极性。
- 轴向调制高、低频变压器和放大器。

MS 控制器板

控制器板使用数据系统计算机的 USB 接口与数据系统进行通讯。 MS 控制器可执行以下功能：

- 解释来自数据系统的仪器命令，产生模拟和数字信号序列，这些信号可控制其他 MS 板上的电路的操作
- 收集来自其他子系统的模拟和数字诊断数据，并将这些信息传送到数据系统
- 对离子流信号进行过滤、积分和数字化，并将质谱图传送到数据系统
- 生成轴向调制波形，包括由 CI、 MS/MS 和 SIS 选件使用的波形

打开电源后，控制器的处理器将运行 ROM 驻留程序以初始化该板。该程序允许处理器通过 USB 接口接收信息。数据系统启动后，操作信息将下载到控制器板的 RAM 内存中。然后，控制器板会对通过 USB 接口发送的命令进行响应。

控制器板通过仪器后面板上的两个接头进行连接。

- J42 是一个 USB 连接，连接到数据系统。
- J43 是一个 D 型外壳接头，标有 “Remote Option” 字样，用于特殊的研究应用和 GC 启动信号。

在采集质谱图时，数据系统将下载诸如电子倍增器电压、扫描范围、时间和电离模式等参数。这些信息用于建立目标质量范围的扫描。在扫描结束时，数据将发送到数据系统以便进一步处理和显示。

波形发生器可在较宽的频率和幅度范围内创建波形。波形发生器具有以下特征：

- 双端口 RAM (256 KB)，可为单个或多个数字化波形提供内存。
- 可选的频率发生时钟（625 KHz、 1.25 MHz 或 2.5 MHz）及一个 15 位可变长度的计数器，用于控制计时。
- 12 位 DAC、低通滤波器和放大器，可重建波形。
- 可变工作频率范围，使用高频变压器（12 至 500 KHz）或低频变压器（200 Hz 至 1.25 KHz）。
- 两个变压器，可将波形输出应用于端盖电极。

波形选件，例如 CI 或 MS/MS，需要波形密钥。这些密钥可由工厂或 Agilent 客户支持代表安装。

前级泵

前级泵有两个作用。第一个作用是将真空系统压力降到一定程度，使高真空涡轮分子泵能够工作。第二个作用是通过排除高真空泵排放的气体以维持真空系统压力。

前级泵通过真空管连接到涡轮分子泵。泵插入 MS 后面标有 “J2 - LINE VOLTAGE - PUMP ONLY” 字样的后面板插座上。电源通过这个插座供应，并由前面板上的电源开关控制。前级泵是两级旋叶泵，抽速为 45 L/min。

警告 **如果使用 220 离子阱 GC/MS 系统分析有害物质，必须为前级泵安装符合适用的安全和环境法规的排气系统。**

数据系统

数据系统 (DS) 包含硬件和软件组件。

硬件包括计算机 / 仪器接口、个人计算机、视频显示监视器和可选的打印机。

系统中安装的软件包括控制 MS 和 GC 的程序、自动设置系统参数的程序以及监视扫描控制、数据采集和数据处理的程序。

有关软件的完整说明，请参考 《MS 工作站软件参考手册》。

计算机 / 仪器接口

MS 使用通用串行总线 (USB) 接口连接到计算机数据系统。 GC 使用 LAN 连接到计算机数据系统。连接 GC 和 MS 的远程启动 / 停止电缆在仪器之间传输运行状态信息。

计算机硬件和软件要求

Agilent 网站 http://www.Agilent.com/chem 列出了兼容的硬件和软件。

自动进样器

可用的自动进样器包括 Agilent 7683、7693A 和 CombiPAL 自动进样器。有关完整的安装和操作说明，请参考自动进样器手册。

重要安全警告

在使用此仪器时应时刻注意以下几个重要的安全注意事项。

MS 的多个内部部件均带有危险电压

如果 MS 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：

- 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。
- 任何加热器（真空腔、离子阱阱温箱或 MS 传输线）的线路。

警告 **所有这些部件都带有屏蔽外壳。当这些屏蔽外壳安装到位时，很难意外接触到这些危险电压。除非明确指出，否则切勿在检测器、进样口或柱箱工作时卸下外壳。**

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

静电释放可能会损坏 MS 的电子设备

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/MS 许多部件的工作温度都很高，足以严重烫伤操作人员。这些部件包括但不限于：

- 进样口
- 柱箱及其内部元件
- 离子阱阱温箱
- MS 真空腔
- MS 传输线
- 离子阱 GC 加热接口
- 连接色谱柱与进样口或检测器的色谱柱螺帽
- 阀箱
- 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，请使用扳手并配戴手套。在开始对仪器的部件进行维护前，请尽可能待其冷却。

警告 **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；穿着长袖服装、配戴手套、护目镜和一次性防尘雾口罩；将隔热材料放入密封的塑料袋中；处理隔热材料后使用中性肥皂和冷水洗手。**

标准前级泵下的油盘可能会是一个火灾隐患。

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

警告 **前级（粗真空）泵下面、上面或附近的易燃物（或易燃 / 非易燃的灯芯材料）构成一个火灾隐患。保持油盘清洁，但是不能将纸巾之类的吸收材料留在里面。**

安全与规范认证

220 离子阱 GC/MS 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

220 离子阱 GC/MS 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.

220 离子阱 GC/MS 是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 220 离子阱 GC/MS 符合以下 IEC （国际电工委员会）分类：设备类 I，实验室设备，安装类别 II，污染程度 2。

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



表示高温表面。



表示危险电压。



表示接地终端。



表示存在潜在爆炸危险。

或



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并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 规范，声压 Lp <70 dB。

仪器的清洁 / 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。

液体溅落

请不要将液体溅落到 MS 上。

移动或存放 MS

保持 MS 正常运行的最佳方法是使它在具有载气流的情况下保持开机和较高温度。如果打算移动或存放 MSD，需要采取一些预防措施。MS 必须始终保持竖直向上，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。请参见第 97 页上的 “ 移动 MS”。

1 简介

2
安装 GC 色谱柱

色谱柱 48
拆下毛细管色谱柱 49
准备安装毛细管色谱柱 52
将毛细管色谱柱安装到分流 / 不分流进样口 54
老化毛细管色谱柱 56
安装毛细管色谱柱 57

在操作 GC/MS 系统之前，必须选择、安装并老化 GC 色谱柱。本章介绍了如何安装和老化色谱柱。

色谱柱

老化色谱柱

在将色谱柱与 GC/MS 传输线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积在离子源中。这样会降低 MS 的灵敏度，因此有必要清洗离子源。

在新的或交联状况欠佳的色谱柱中，色谱柱流失现象极为普遍。如果加热色谱柱时载气中含有微量的氧，则色谱柱流失会更加严重。为了最大程度地减少色谱柱流失，在将毛细管色谱柱安装到 GC/MS 传输线*之前*，应先行老化好。

老化密封垫圈

在安装密封垫圈之前，将其加热到预计的最高操作温度数次，这样可以减少从密封垫圈处发生的化学流失。

技巧与提示

- 您可使用普通按钉将旧的密封垫圈从色谱柱螺帽上卸下来。
- 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 传输线的一端时，请务必戴上干净的手套。

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。**

拆下毛细管色谱柱

所需材料

- 干净的手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)
- 呆扳手， 5/16 英寸
- 不含棉绒的布
- 铝箔
- 隔垫

过程

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。**

1 应严格按照第 76 页上的 “ 将 MS 与 GC 分离 ”中的所有步骤操作，以防止折断色谱柱或给您带来安全风险。

为避免污染传输线、进样口和毛细管色谱柱，请使用干净的工具并戴上干净的不含棉绒的尼龙手套。在拆下零件时，应将其放在一个干净的、不含棉绒的、未涂漆的台面上。

2 使用 3/16 英寸和 5/16 英寸扳手松开传输线一端的接口螺帽。

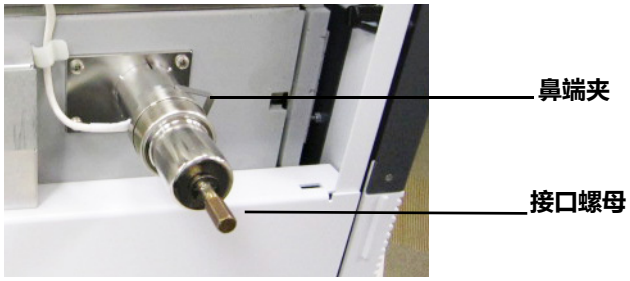


图 15 MS 传输线色谱柱连接

3 MS 传输线色谱柱连接
4 从色谱柱上拆下色谱柱接口螺帽和密封垫圈。
5 从螺帽中拆下密封垫圈，丢弃密封垫圈，或使用新的接口螺帽 (394955100)。
6 在 GC 柱箱中，将色谱柱的传输线端从 GC 加热接口拉到柱箱中。
7 使用隔垫封住色谱柱的开口端，将色谱柱绕在色谱柱支撑架上。

从真空腔真空系统回拉 MS 传输线

1 拔下传输线加热电缆。

警告 **存在危险高电压。拔下 MS 电源线。**

2 握住传输线的鼻端，然后，在轻轻推向真空腔真空系统时逆时针旋转它。轻轻将传输线从真空腔真空系统中滑出。
3 移掉鼻端夹，将传输线从分析器推开，参照图 15
4 用干净的铝箔包裹传输线，将其放在干净的干燥台面上。
5 用铝箔盖住质量分析器的敞口。

从 GC 进样口中拆下毛细管色谱柱

1. 使用 5/16 英寸扳手松开将毛细管色谱柱固定到进样口的螺帽。
2. 小心地从进样口中拆下螺帽、密封垫圈和色谱柱。
3. 将色谱柱螺帽和密封垫圈从色谱柱端滑出。
4. 从色谱柱螺帽中拆下密封垫圈。丢弃密封垫圈。
5. 小心地将色谱柱支撑架连同色谱柱一起从色谱柱悬挂支架上提起。然后，从柱箱中拆下支撑架和色谱柱。
6. 使用隔垫密封色谱柱的末端。
7. 存放好色谱柱和支撑架。

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（5181-8830，用于 Agilent 7890）
- 放大镜
- 隔垫（可以是旧的、使用过的进样口隔垫）
- 不含棉绒的布
- 甲醇

过程

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。**

1 将隔垫、色谱柱螺帽和已老化的密封垫圈滑入色谱柱的开口端（图 16）。垫圈的锥形端必须朝向远离色谱柱螺帽的一端。

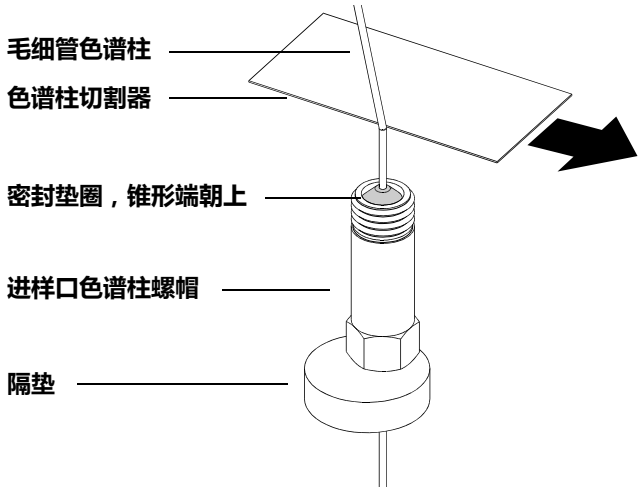


图 16 准备安装毛细管色谱柱

2 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。

3 将色谱柱的端部切割下来。用拇指摁住色谱柱，使其对着色谱柱切割器。用色谱柱切割器的刀刃切割色谱柱。

4 检查锯齿边缘或毛口的末端。如果断口不整洁或不平整，则请重复步骤 2 和 3。

5 使用不含棉绒并沾有甲醇的湿布擦拭色谱柱的开口端外侧。

将毛细管色谱柱安装到分流 / 不分流进样口

所需材料

- 干净的手套
  - 大号 (8650-0030)
  - 小号 (8650-0029)
- 色谱柱测量工具 (393180501)
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)
- 异丙醇

要在其他类型的进样口上安装色谱柱，请参考 《气相色谱仪用户信息》。

过程

1 从 GC 中的支撑架将色谱柱 MS 端解下 60 厘米（24 英寸）。
2 将色谱柱放在 GC 柱箱中的架子上。
3 准备安装色谱柱的进样口端（第 52 页上的 “ 准备安装毛细管色谱柱 ”）。

4 调整色谱柱，使其比密封垫圈末端高出 4 至 6 毫米（图 17）。

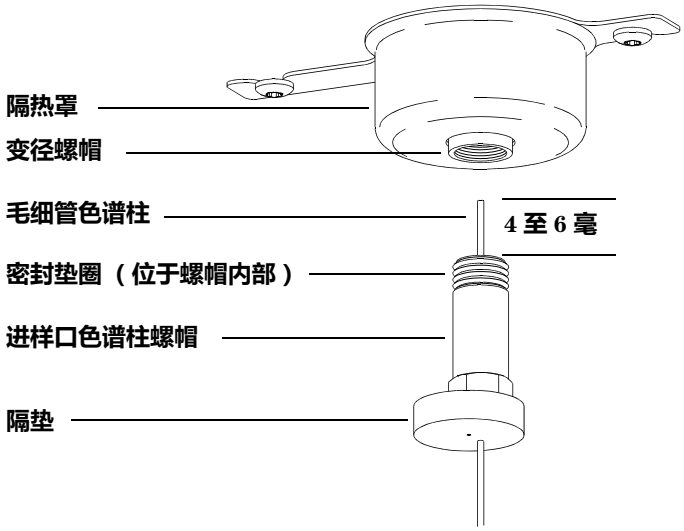


图 17 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱

5 滑动隔垫以正确定位螺帽和密封垫圈。
6 将色谱柱插入进样口。
7 将螺帽沿色谱柱向上插入进样口底部并用手指拧紧螺帽。
8 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺帽的底部对齐。
9 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。
10 打开载气气流。
11 将色谱柱的开口端浸入异丙醇中，检验是否有载气气流。查看气泡。

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 英寸呆扳手 (8710-0510)
- 装有甲醇的样品瓶

过程

1 将色谱柱安装在 GC 进样口中（第 54 页上的“将毛细管色谱柱安装到分流 / 不分流进样口”）。

2 不加热 GC 柱箱的情况下，让色谱柱中通载气 15 分钟。

3 将柱箱温度以每分钟 5 °C 的速度升温，使其比最高分析温度高出 10 °C。

4 一旦柱箱温度超过 80 °C，立即将 5 µL 甲醇注入 GC 中。然后每隔 5 分钟注入一次，重复两次。这样做有助于在将色谱柱安装到 GC/MS 接口之前去掉色谱柱上的残留物。

小心 无论是在 GC/MS 接口、GC 柱箱还是进样口中，温度都绝对不得超过色谱柱最高温度。

5 通载气，在该高温下保持几个小时或通宵。

6 将 GC 柱箱温度降至一个较低的待机温度。

安装毛细管色谱柱

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 (394955100)
- 护目镜
- 1/4 英寸和 5/16 英寸呆扳手 (8710-0510)
- 呆扳手， 3/16 英寸
- 不含棉绒的布

过程

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。**

1 将色谱柱连接到 GC 进样口并老化色谱柱。请参见第 54 页上的 “ 将毛细管色谱柱安装到分流 / 不分流进样口 ” 和第 56 页上的 “ 老化毛细管色谱柱 ”。

2 将柱箱温度、进样口温度、GC 加热接口温度和 MS 传输线温度设置为 35 °C，使 GC 加热表面冷却下来。不要关闭 GC 而以物理方式使柱箱冷却。色谱柱冷却后才能停止载气气流，以避免损坏色谱柱固定相。

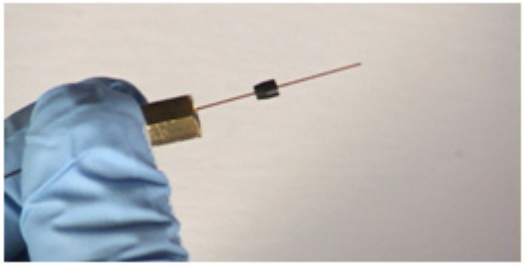
3 从 MS 拆下 MS 传输线，并将其放在仪器工作台顶部的不含棉绒的布上。请参见第 77 页上的 “ 收回传输线 ”。

4 打开 GC 柱箱门，从支撑架将色谱柱的 MS 端解下 60 厘米（24 英寸）。

5 从 GC 右侧的 GC 加热接口开口端插入色谱柱。使色谱柱伸出 GC 加热接口足够的长度，以准备连接到 MS 传输线。

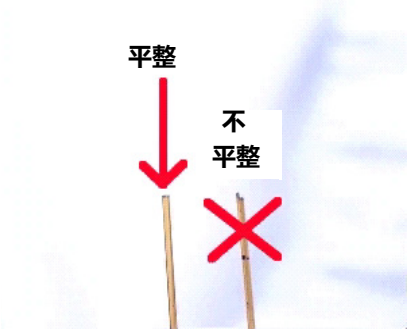
6 滑动接口螺帽，螺帽的有螺纹的开口端应面向色谱柱末端。将螺帽滑动到离色谱柱端几英寸的位置。

7 将新的老化过的石墨 / 聚酰亚胺密封垫圈安装在 GC 色谱柱的开口端上，锥形端面向接口螺帽。将密封垫圈和螺帽一起滑动到离色谱柱端大约 30 厘米（12 英寸）的位置。



8 小心将色谱柱头插入传输线的鼻端头中，将色谱柱通过传输线一直插入，直到色谱柱头从传输线头中伸出 8 或 9 英寸。

9 使用陶瓷割片将色谱柱的端头切掉大约 2 厘米（1 英寸），切割要一次完成。



10 将无尘纸在甲醇中蘸湿，小心地擦拭至少 15 厘米（6.0 英寸）的色谱柱末端。确保擦拭的方向朝向色谱柱末端，避免纸巾纤维进入色谱柱开口端。

将色谱柱连接到 MS 传输线

1 将接口色谱柱螺帽拧在传输线端头上，但是不要完全旋紧。

2 调整色谱柱位置，使色谱柱伸出传输线头 0.5 和 1 毫米之间。

注意 旋紧螺帽时，色谱柱在传输线上的位置可能会变化。如果发生了变化，请松开螺帽，重新调整色谱柱位置，直到色谱柱从传输线端头伸出合适的距离。

3 使用 3/16 英寸扳手牢牢夹住传输线，然后使用 5/16 英寸扳手拧紧接口螺帽。将螺帽拧紧 1/4 到 1/2 圈。

4 使用甲醇清洁 MS 传输线端头。

接下来请参见第 94 页上的 “ 将 MS 移至 GC 所在的位置 ”。

3
MS 维护

前级泵 62
更换油雾滤筒 67
检查冷却风扇 69
更换涡轮分子泵 71
维修离子阱 74
关闭 MS 75
收回传输线 77
拆下质量分析器组件 79
更换电子倍增器 80
更换灯丝 82
拆下离子阱阱温箱 84
清洗离子阱组件 85
重新组装离子阱 90
重新定位电子倍增器 92
重新安装质量分析器组件 93
将 MS 移至 GC 所在的位置 94
关闭放空阀 95
打开 MS 95
烘烤离子阱 96
检查离子阱操作 96
灌注校正化合物样品瓶 96
移动 MS 97

本节介绍《快速参考》中列出的 MS 日常维护步骤。

前级泵

检查前级泵油

如果使用旋叶泵，请每 2 至 3 个月检查一次泵油的液位和状况。应关闭泵，但是仍保持余热。

1 确保泵油液位在检查窗的最高液位和最低液位之间。如果泵油液位下降到最低液位以下，需要通过注油口缓缓地添加一些泵油（部件号 8829953800），直到油位在最高液位和最低液位之间。采用漏斗会使操作更容易进行。

2 确保泵油是清亮、淡琥珀色的。

- 如果油变得混浊，则按照第 63 页上的“净化前级泵油”的步骤对其进行净化。
- 如果油变得粘稠，颜色变黑，有烧糊的味道，则按照第 64 页上的“更换前级泵油”中的步骤进行更换。

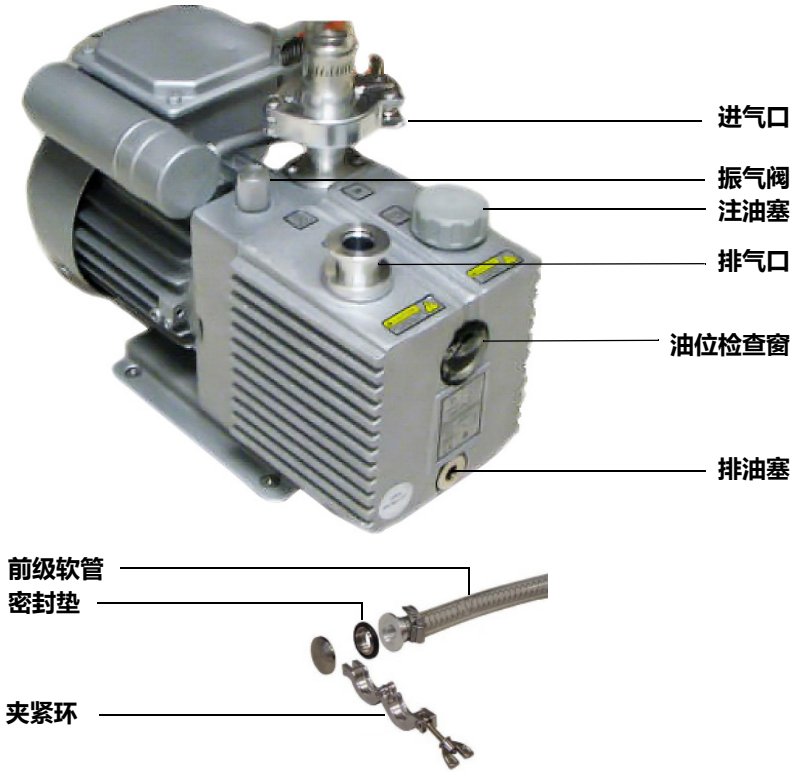


图 18 DS-42 前级泵

净化前级泵油

样品蒸汽的冷凝物会积累在前级泵油中。这些冷凝物会降低泵的工作效率，缩短油的寿命。然而，泵油可以通过每周一次的净化来还原。

不要在 MS 正在采集数据、灯丝打开或电子倍增器打开时进行净化。

1 在排放口放置一个排放管道。

2 在前级泵运行时，沿逆时针方向旋转振气阀，将其转到打开位置。泵将发出较大噪声并喷射出油蒸汽。

3 10 分钟后，将振气阀转回到关闭位置。

4 拆下排放管道。

更换前级泵油

为保证泵的性能并延长泵的寿命，至少每年更换一次泵油和油雾滤筒；或只要油变得粘稠，颜色变黑，有烧糊的味道，就要进行更换。更换泵油必须在油热的时候进行。

1 关闭 MS 并卸真空。

2 从 MS 后面断开泵的电源线。

3 拆下夹紧环，将真空管从前级泵断开。

4 拉出真空管，并将密封圈放在干净的、不含棉绒的台面上。

警告 **泵的重量为 25 千克（55 磅）。为了避免受到人身伤害，请使用合适的搬动和抬升工具。**

5 小心地将前级泵放在一个较高的台面上。当泵向前倾斜时，台面的高度应该足够在排油口下面放置一个 0.5 升（0.5 夸脱）或更大的容器。容器开口的直径至少 6 英寸，这样操作起来会更容易。

6 将盛放废油的盘子放在排油口下方以便接住溅出的油。

警告 **可能存在危险的化学物质。避免与皮肤接触。使用适当的眼睛和皮肤保护器具。**

7 拆下塑料罩并拆下泵顶部的注油塞。

8 将容器放在能够接住油的位置上，慢慢拆下泵前面的排油塞。

警告 **MS 样品产生的有毒残余物会积聚在使用过的泵油中。应按照适用的法规处理所有使用过的泵油。如果必要，在容器上贴一个危险警告标签。**

9 使泵向前倾斜，直到无油流出。

10 将泵放回至水平位置，并将塞子旋上拧紧。

11 在入口打开的情况下，使泵运行大约 10 秒。这样将会从泵模块中排出所有残余油。

警告 **可能存在危险的化学物质。避免吸入从排放口出来的油雾。**

12 拆下塞子，倾斜泵，然后排出油。

13 将泵放回至水平位置。

14 擦去排油口的残余泵油，并将排油塞旋上拧紧。

如果泵油特别脏，请先跳过下一步并参见第 66 页上的“冲洗泵油”，然后再注入新油。

15 将新的泵油（部件号 8829953800）从注油口加入泵，直到油位达到观察窗中的最高液位。采用漏斗会使操作更容易进行。

冲洗泵油

如果泵油特别脏，应该冲洗泵。

将泵油倒空后（请参见前面步骤 1 至 14）：

1. 使用 4 毫米六角扳手拆下入口固定螺丝来拆下入口过滤器；使用 30 毫米呆扳手松开入口；用镊子或尖嘴钳向上拉出过滤器。
2. 用温热的肥皂水清洗过滤器。冲洗并用空气或氮气吹干。
3. 装回过滤器。
4. 将入口装回泵上，并旋紧固定螺丝，使之锁定到位。
5. 将 0.33 升（0.35 夸脱）新泵油通过入口倒入，然后运行泵。

警告 **可能存在危险的化学物质。避免吸入从排放口出来的油雾。**

6. 停止泵，排出冲洗泵油，并按照之前描述的步骤更换泵油。

更换油雾滤筒

下面介绍如何更换 DS-42 油雾净化器的滤筒。滤筒饱和时，多余的油雾将会喷出。这说明必须更换滤筒。

在更换泵油时，可更换泵排放口上的油雾净化器的滤筒。

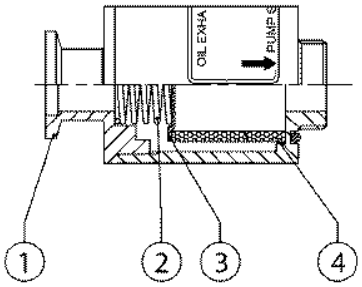


图 19 DS-42 油雾滤筒

拆卸油雾净化器

1. 拧下螺丝，拆下上部外壳 (1)。
2. 拆下弹簧 (2)。
3. 拆下阀 (3)。
4. 拆下滤筒 (4)。
5. 使用干布将部件擦干净。
6. 使用肥皂水洗去油污。
7. 使用干净水冲干净并晾干。

重新组装油雾净化器

1. 安装新滤筒 (4)。
2. 轻轻按下，以检查它是否已固定到位。

3 安装阀 (3)，使抬起的中心部分可伸入滤筒内部。
4 将弹簧 (2) 放在阀 (3) 的中间位置。
5 使用上部外壳 (1) 覆盖整个组件，确保 O 形圈垫圈与外壳齐平。
6 固定上部和下部外壳。

注意 多次更换滤筒后，可能需要更换 0 形垫圈。

检查冷却风扇

小心 为防止过热，请不要堵住冷却风扇的空气吸入口。

冷却风扇可以使涡轮分子泵和其它电子设备模块维持最佳的温度环境。没有冷却风扇，涡轮分子泵和温敏电子设备组件的寿命都将缩短。为了保证冷却系统正常工作，操作 MS 时要盖好外壳。至少每星期检查一次 220 MS 后面板上的两个风扇。

检查风扇运行

1. 确保 MS 前面板开关、断路器和维修开关处于打开状态。有关 MS 前面板开关的位置，请参见第 12 页上的图 1。有关维修开关的位置，请参见第 13 页上的图 2。
2. 将一大张纸放在其中一个风扇罩上。如果纸没有被吸入风扇入口，则表明风扇坏了。请与 Agilent 客户服务代表联系，安排更换。
3. 用同样的方式检查第二个风扇。

识别有故障的风扇

如果风扇噪声特别大，那么它可能坏了，应该更换。

1. 拆下 MS 的顶盖。关闭维修开关以停止电子箱风扇，然后重装顶盖。有关维修开关的位置，请参见第 13 页上的图 2。
   - 如果电路部分风扇关闭后风扇仍有噪声，则表明涡轮分子泵冷却风扇有故障。
   - 如果停止风扇后噪声也停止，则表明电子箱风扇有故障。

2 可通过打开维修开关来启动电子箱风扇。有关维修开关的位置，请参见第 13 页上的图 2。

3 如果风扇无法使用，请与 Agilent 客户支持代表联系将其更换。

更换涡轮分子泵

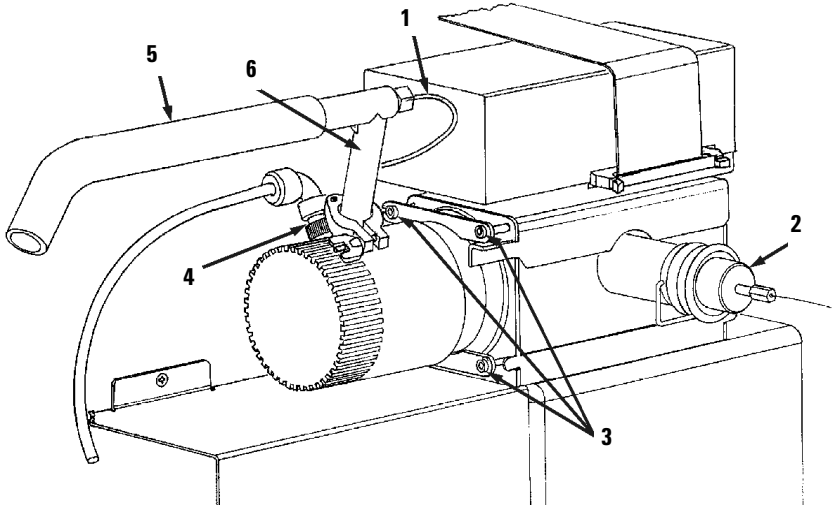
断开涡轮分子泵连接

1 关闭 MS。请参见第 75 页上的 “ 关闭 MS”。

2 确认主电源开关已关闭，真空系统已放空，电源线已拔下。

3 小心不要损坏 GC 色谱柱，将 MS 从 GC 搬开大约 12 至 18 英寸。请参见第 76 页上的 “ 将 MS 与 GC 分离 ”。

4 同时抓住 MS 顶盖的两侧并向上提，拆下顶盖。



1 气路排放管
2 传输线
3 卡夹螺丝（4 个）
4 涡轮分子泵电缆
5 真空管
6 真空管弯头

图 20 涡轮分子泵连接

5 从真空管弯头 (6) 处断开 1/8 英寸的气路排放管 (1)。

6 拆下夹紧环，并从涡轮分子泵拉出真空管弯头 (6)，断开真空管弯头与涡轮分子泵的连接。

7 将真空管 (5) 尽量向仪器后面拉。

8 将涡轮分子泵出口端的密封圈取下，并将其放在干净、不含棉绒的台面上，以便以后使用。

9 逆时针旋转接头处的环，从涡轮分子泵拔下涡轮分子泵电缆 (4)。继续旋转直到可以拖出接头。

松开涡轮分子泵

1 使用 3/16 英寸球头六角螺丝刀松开 4 个卡夹螺丝 (3)，松开大约 2 圈。

不要完全松开两个内部卡夹螺丝。（如果要将其松开，请在从 MS 拆下涡轮分子泵后要装回这些螺丝。）

2 拆下外面底部的卡夹螺丝。

3 拆下底部卡夹时，还要托住涡轮分子泵。

4 拆下外面顶部卡夹螺丝（离传输线最近的螺丝）。

5 拆下顶部卡夹时，还要托住涡轮分子泵。

更换并固定涡轮分子泵

1 将涡轮分子泵向后拉并提起，使其从 MS 脱离。

2 从涡轮分子泵的入口拆下大的密封圈，将其放在新的涡轮分子泵（部件号 393076401）的入口上。密封圈的方向不重要。

- 请先不要将新涡轮分子泵出口上的红盖拆下来。

3 小心地将新涡轮分子泵和密封圈安放在真空腔末端。

- 确保电路连接（涡轮分子泵电缆）朝向舱壁，例如，从 MS 的后面看朝向左边。

- 小心不要刮破涡轮分子泵前面的真空腔上的密封表面。

4 插入顶部卡夹，并较松地旋上螺丝。

5 插入底部卡夹，并较松地旋上螺丝。

6 旋紧所有 4 个卡夹螺丝。

将涡轮分子泵重新连接到其他组件

1 重新连接涡轮分子泵电缆。顺时针旋转电缆接口的固定环，同时向下压，将电缆锁定到位。

2 将涡轮分子泵出口上的红盖拆下来。

3 将密封圈放在涡轮分子泵出口上。

4 重新连接真空管弯头和卡夹。

5 重新连接气路出口管。

完成安装涡轮分子泵

1 确保已关闭放空阀。

2 插上电源线。

3 打开前面板上的主电源开关。

4 旋紧上下卡夹螺丝。

5 使用 Vacuum System Status（真空系统状态）下的 Diagnostics（诊断）监视涡轮分子泵速度。

6 一旦泵的运行达到正常状态，请重新装上顶盖。

7 将 GC 和 MS 放回原来的位置。请参见第 94 页上的 “ 将 MS 移至 GC 所在的位置 ”。

8 丢弃旧的涡轮分子泵。确保遵循所有适用的健康和安全法规。

维修离子阱

如果需要清洗离子阱、更换灯丝或倍增器，则需要对离子阱进行维护。下列流程图描述了离子阱常规维护的操作步骤。每一步都有详细的描述。

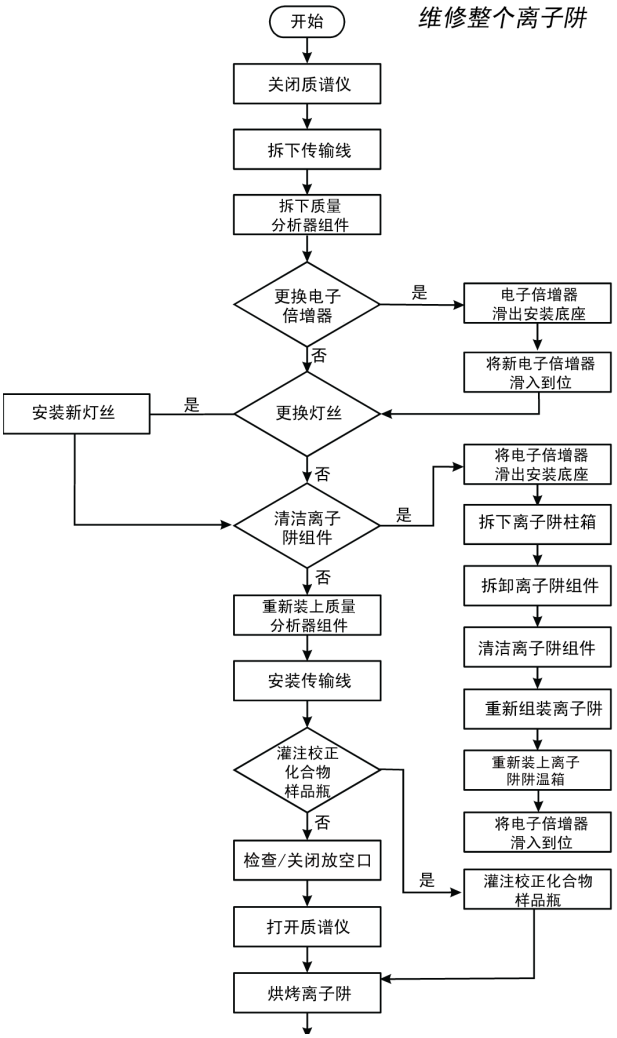


图 21 维修整个离子阱

关闭 MS

警告 **在拆卸前要等待加热区冷却。**

关闭冷却的 MS：

1. 关闭前面板上的主电源开关，即可关闭涡轮分子泵、前级泵和所有电子设备。
2. 断开 MS 电源线连接。
3. 打开前面板门，抬起切换放空阀 1 秒钟，以降低涡轮分子泵的转速。
4. 在泵转速下降停止后，打开放空阀。使放空阀处于打开状态，直到系统完全放空，例如，打开大约 5 至 10 分钟。

将 MS 与 GC 分离

1 将柱箱温度、进样口温度、GC 加热接口温度和 MS 传输线温度设置为 35 °C，使 GC 加热表面冷却下来。不要关闭 GC 而以物理方式使柱箱冷却。色谱柱冷却后才能停止载气气流，以避免损坏色谱柱固定相。

2 按下 GC 前面的 **Power** 按钮来关闭 GC。

3 关闭 MS 并将电源线拔出。请参见第 75 页上的 “ 关闭 MS”。

警告 **存在危险高电压。请将电源线拔下。**

4 打开 GC 柱箱的门。使毛细管色谱柱的 MS 端有大约 30 厘米（12 英寸）留在外面。确认色谱柱松松地挂在外面，而不是勾在色谱柱架或支架上。

5 确认连接在仪器后面的任何管线有足够的长度，以便于将 MS 移离 GC 9 英寸。

小心 将 MS 与 GC 分离时必须十分小心，不要使色谱柱缠绕或纽绞。如果色谱柱轴与 GC 加热接口轴和 MS 传输线轴未对准，则可能导致色谱柱断裂。

6 轻轻将 MS 与 GC 分离，同时使传输线与 GCHI 孔对齐，每分离开几英寸就停下来，检查色谱柱是否挂在柱箱上。 MS 与 GC 分开的距离不能超过 23 厘米（9 英寸）。

7 要从离子阱拆下 MS 传输线，请参见第 77 页上的 “ 收回传输线 ”。

收回传输线

1 在收回或拆下传输线之前，应将质量分析器组件完全放空。有真空会使传输线的收回操作较为困难。请参见第 75 页上的 “ 关闭 MS”

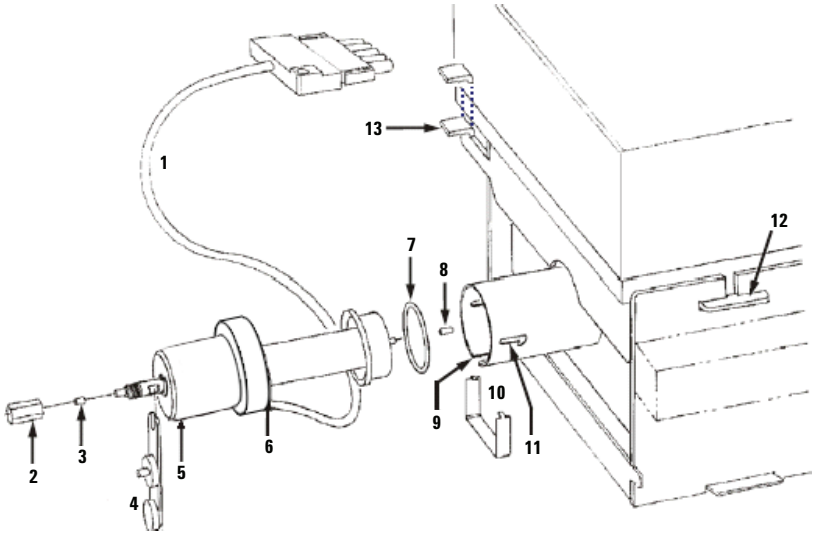
2 握紧传输线的鼻端，在推动传输线鼻端的同时逆时针旋转。

3 将传输线从质量分析器中拉出。

在大多数情况下，仅仅需要收回传输线，以便拆下质量分析器。如果需要拆下传输线（例如，检查或更换 O 形圈），请参见第 78 页上的 “ 从离子阱拆下传输线 ”。

从离子阱拆下传输线

1 轻轻将鼻端夹 (10) 两侧从卡口固定架中的卡口固定架槽 (11) 拉出，拆下鼻端夹。



2 将鼻端从质量分析器中拉出，直到整个组件离开传输线卡口固定架。如果色谱柱连接在传输线上，操作时一定要小心。

警告 **存在危险高电压。拔下 MS 电源线。**

3 确认 MS 电源线已拔下。

4 同时抓住 MS 顶盖的两侧并向上提，拆下顶盖。

5 拔下靠近仪器顶部的离子阱加热器电缆插头。

拆下质量分析器组件

1 如果已连接，则收回 MS 传输线。请参见第 77 页上的 “ 收回传输线 ”。

小心 在拆下质量分析器组件之前，必须收回传输线。

警告 **存在危险高电压。拔下 MS 电源线。**

2 确认 MS 电源线已拔下。

3 同时抓住 MS 顶盖的两侧并向上提，拆下顶盖。

4 拔下靠近仪器顶部的离子阱加热器电缆插头。

5 在质量分析器组件侧面（靠近传输线），将带状电缆上的锁定片向外推。这样可以松开电缆。

6 将带状电缆拉出，将其从质量分析器中拆下。

小心 为了防止污染，在接触部件时应戴上乳胶或丁晴手套。

7 向下压，并扳开质量分析器上的两个卡销。

某些 MS 系统有挡住锁定片的传输线拆卸盖。如果有此类盖，请在操作过程中将其取下，重装质量分析器后将其放回原始位置。

8 小心地从后面倾斜，拆下质量分析器。

9 向后面移动质量分析器组件，以释放前面的锁定片。

10 使质量分析器底面朝上，放在平整的台面上。

更换电子倍增器

电子倍增器应当尽可能地靠近离子阱。但电子倍增器的栅格网不能与离子阱接触。有关部件的参考，请参见第 81 页上的图 22。

拆下电子倍增器：

1. 将电子倍增器外壳 (5) 沿着其轨道 (2) 向后滑动，直到它卡定到位。
2. 继续滑动电子倍增器外壳，但力量稍微小些，直到倍增器外壳从轨道脱离出来。
3. 为保护电子倍增器，将它的一侧放在平整的台面上。不要将倍增器的玻璃栅格 (4) 碰到任何物体。

安装电子倍增器：

1. 将电子倍增器 (5) 沿着其轨道滑动。
2. 将倍增器外壳向前推，直到它尽可能地靠近离子阱。此组件应卡入到位。
3. 确保高压 (7) 和信号 (3) 穿通插针与倍增器触脚 (6) 接触良好。

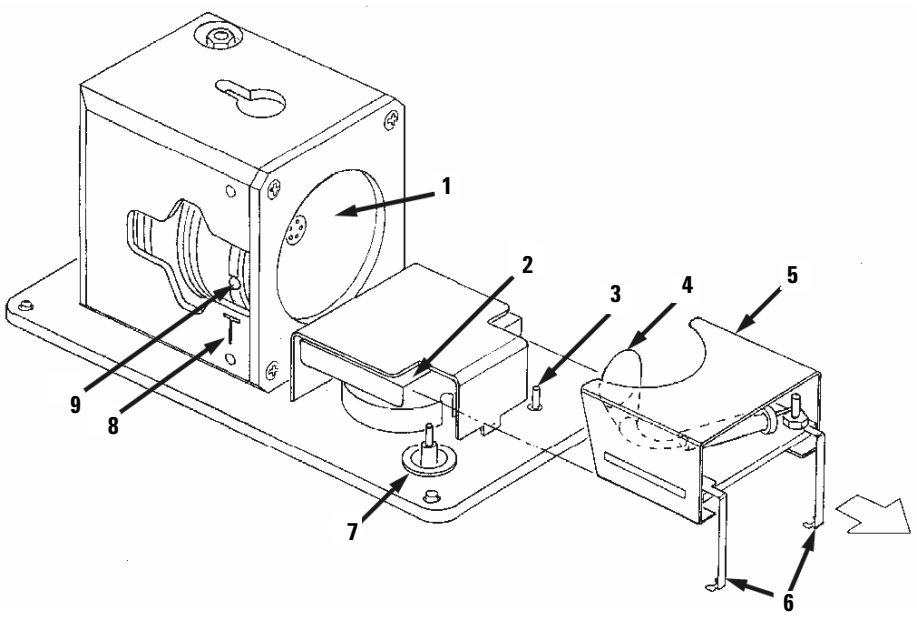


图 22 电子倍增器

表 3 电子倍增器部件（图 22）

1	出口端盖	6	倍增器触脚
2	电子倍增器轨道	7	倍增器高压针脚
3	倍增器信号针脚	8	传输线对准标记
4	EM 栅格	9	传输线进口孔
5	电子倍增器外壳		

更换灯丝

1. 旋转离子阱，使灯丝组件正对着您自己。
2. 轻轻将每个法兰穿通针脚接头向上拉，直到将引线从针脚拉出，使灯丝接头与法兰穿通针脚脱离。
3. 用十字螺丝刀松开灯丝固定器上的螺丝。
4. 将灯丝夹向下滑动，脱离陶瓷灯丝盘。
5. 拆下灯丝组件。

   检查灯丝入口孔附近区域有无积碳。如果碳在此区域中积聚，则会导致灵敏度降低和 / 或灯丝寿命缩短。在更换灯丝组件之前，应清洗该区域。
6. 将新的灯丝组件放入离子阱阱温箱，平面向下（朝着质量分析器板 7），并对准 1、 2 和 C 位置上的接线柱。
7. 将灯丝夹滑动到灯丝盘上，旋紧螺丝。确保灯丝夹不与灯丝接头有任何接触。
8. 将灯丝接头连接到法兰柱接头。

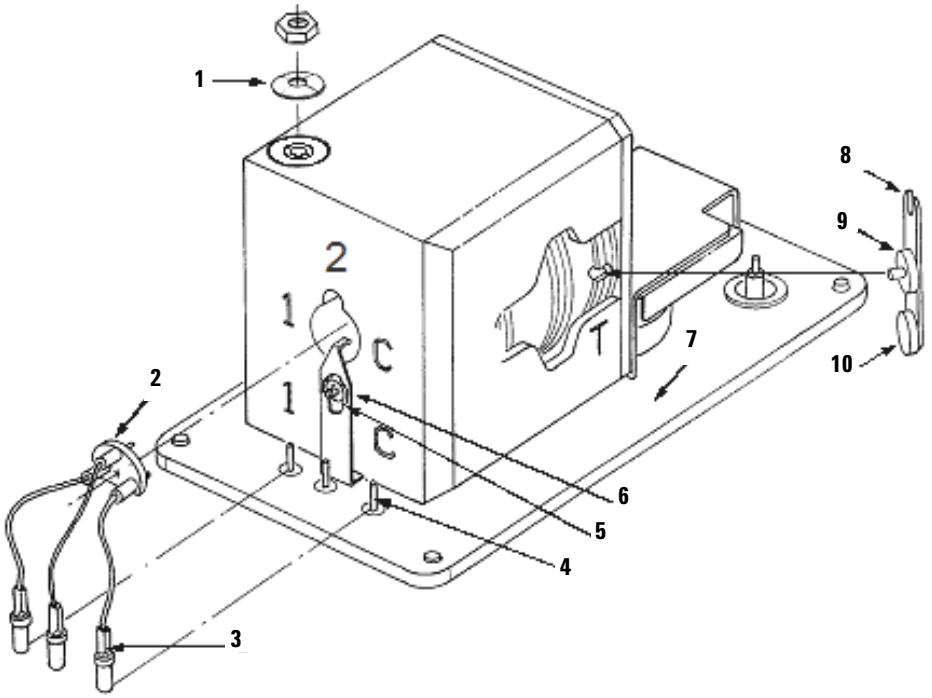


图 23 灯丝组件

表 4 灯丝组件（图 23）

1	贝勒维尔垫圈	6	灯丝固定器
2	陶瓷灯丝组件	7	质量分析器法兰
3	灯丝接头	8	传输线对准工具
4	灯丝柱接头	9	中心盘
5	螺丝	10	接触盘

拆下离子阱阱温箱

拆下离子阱阱温箱时要戴上手套。

1. 拆下电子倍增器并将其侧面朝上放好。
2. 轻轻将每个法兰穿通针脚接头向上拉，直到将所有引线从法兰拉出，使灯丝引线与法兰穿通针脚（标记为 1、2 和 C）脱离。
3. 使用附带的 11/32 英寸螺帽旋具拆下螺帽。
4. 将离子阱阱温箱组件轻轻提起，脱离加热器柱和热井。

小心 不要旋转组件超过 2 度。否则会损坏接触弹簧。

5. 翻转质量分析器组件，卸下贝勒维尔垫圈。

清洗离子阱组件

按照以下步骤清洗离子阱组件：

1 第 86 页上的 “ 拆卸离子阱组件 ”。

2 第 87 页上的 “ 清洗离子阱组件 ”。

3 第 90 页上的 “ 重新组装离子阱 ”。

拆卸离子阱组件

1 将阱温箱有灯丝的一面向下放在其支脚上，保护灯丝引线不被损坏。

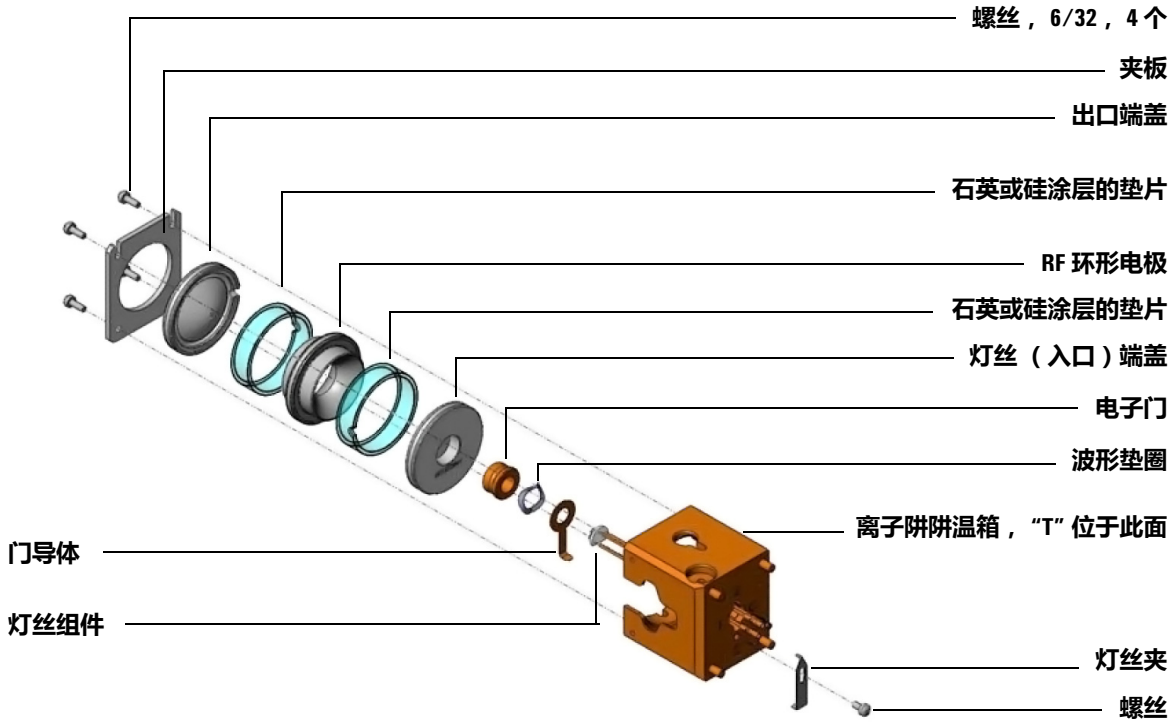


图 24 离子阱组件

2 松开两个有槽孔的螺丝 3 到 4 圈。不要拆下螺丝。

3 完全拆下无槽孔中的两个螺丝。

4 滑动夹板，使其脱离离子阱阱温箱。

5 将整个电极取出，或一个一个地单独拆下。注意不要损坏石英垫片。

6 如果仅清洁电极，可将门部件保留在阱温箱内。否则，将阱温箱下面朝上，拆下门、波形弹簧垫圈和门导体。

硅涂层的垫片的内表面有一层像镜子一样光亮的涂层。

清洗离子阱组件

按照以下步骤清洁离子阱部件：

- 清洁镀铬或硅涂层的部件
- 清洁石英垫片

对于硅涂层的电极，不要使用氧化铝。

清洁镀铬部件

清洁灯丝端盖、 RF 电极和出口端盖：

1 用水（或丙三醇）将 600 目的氧化铝粉调制成浆，用棉签沾调制成的浆擦拭离子阱不锈钢部件上的沉积物。
   - 将棉签木棒端切削出一个角度，用该端清洁角落处，例如端盖内的孔。
   - 污染物有时为黑色或有其他颜色，但也可能是看不见的。请彻底清洗每个部件，即使没有看见明显的污染物。
   - 清洗完一个部件以后，用流水冲洗它，并用干净的棉签清除任何可见的氧化铝。

2 立即将清洁好的部件放入含有洗涤剂和热水的烧杯中。不要让氧化铝浆干在金属上。干的氧化铝很难被去除。

3 清洗完所有部件后，将烧杯放在超声波清洗机中，将烧杯及其中的物品用超声波清洗大约 1 分钟。

4 用清水冲洗每个部件。

5 用干净的工具将部件放入烧杯中，加入去离子水，将烧杯及其中的物品用超声波清洗大约 1 分钟。

- 如果水变浑浊，请更换去离子水，并重复上述步骤。

6 用甲醇冲洗部件。

7 将部件放入盛有新鲜甲醇的烧杯中。将烧杯及其中的物品用超声波清洗大约 1 分钟。

离子阱部件清洗干净之后，需要戴上不含棉绒的手套来进行下面的操作，以防止污染。不要用乙烯手套。

8 从烧杯中取出离子阱部件，放在干净、没有棉绒的台面上。

- 在空气中将部件晾干。

9 检查每个部件，确认所有污点和颗粒物均被去除了。

- 如果还有任何污染，按照上述步骤再次清洗该部件。

您可以清洗任何小部件，例如电子门导体、电子门和波形弹簧垫圈，将它们与其他部件一同放入盛有甲醇的烧杯中，用超声波清洗 1 分钟。

检查灯丝入口孔附近的离子阱有无积碳。碳的积聚会导致灵敏度降低，使灯丝寿命缩短。碳污点只能用棉签和甲醇擦除。清洁以后，检查灯丝入口孔有无颗粒和纤维残留。该区域必须在重新组装以前清洁干净。

清洁硅涂层的电极

硅涂层离子阱电极的涂层很薄（大约只有 1 μm），但结合力很强。

小心

不能使用氧化铝或其他粉末研磨，因为这样会破坏离子阱的硅涂层！

不能使用腐蚀性很强的实验室清洁剂，因为这样会破坏离子阱的硅涂层！只能使用中性清洁剂（pH 值在 6 和 7.5 之间）。

要对硅涂层的电极进行日常清洗，可将离子阱电极放入二氯甲烷或甲醇中，用超声波清洗 10 分钟。每个电极使用一个烧杯，以免刮破离子阱表面。离子阱拆卸和重新组装的步骤与 MS 维护部分中的步骤相同。

如果重基质（脏）样品经常在仪器中运行，并且在色谱柱进入离子阱的倍增器端盖处的电极有显著的变色情况发生，则可以用一个牙刷和液体肥皂或清洁剂（pH 值在 6 和 7.5 之间）轻轻地擦洗离子阱部件。用水冲洗离子阱，然后再用水用超声清洗，接着用二氯甲烷或甲醇清洗两次。

有涂层的离子阱的最初碳氢化合物背景比标准离子阱高。为了加快烘烤过程，可以在 220 °C 通宵烘烤离子阱。在烘烤模式中，真空腔温度设置为 120 °C。

清洁石英或硅涂层的垫片

硅涂层的垫片的内表面有一层像镜子一样光亮的涂层。

1. 用干净、柔软、不含棉绒的布沾试剂级丙酮擦拭石英垫片的所有表面。
2. 将石英垫片放置到丙酮中用超声波清洗 5 分钟。
3. 用去离子水冲洗每个石英垫片。
4. 将石英垫片放置到甲醇中用超声波清洗 5 分钟。
5. 在空气中晾干垫片，或放到烘箱中烘干，温度大约为 120 °C，烘烤 30 分钟。

重新组装离子阱

要重新组装离子阱，请按以下步骤操作，并参考离子阱组件图：

离子阱组件的方向很重要。确保所有组件没有颗粒物、棉绒等。

1 重装门导体，锁定片向下放入。
2 将波形垫圈重新装在门导体上。垫圈的方向不重要。
3 重装电子门，使平坦、光亮的一面朝向垫圈。
4 将灯丝（单孔）电极重新装入阱温箱。
5 重装其中一个石英垫片，有槽口的一面朝向灯丝（单孔）电极。
6 重装 RF 电极，接着安装一个石英垫片。石英垫片的槽口应当向上，朝向出口（7 孔）电极。

   确保石英垫片的槽口与出口端盖的槽口对齐。
7 重装出口（7 孔）电极，此电极的槽口朝向离子阱上标有 T 字样的一面。
8 将夹板滑到离子阱阱温箱组件顶部的螺丝下面。
9 检查传输线孔，确保石英垫片和出口端盖电极上的槽口对齐，并在离子阱阱温箱的中央。
10 旋紧螺丝。

重新装上离子阱阱温箱组件

重新装上离子阱阱温箱组件：

1 轻轻地将离子阱组件滑到加热器柱和热井上，注意不要弯曲端盖接触弹簧。

小心 不要旋转组件超过 2 度，否则会损坏接触弹簧。

2 将传输线孔高度调整为质量分析器法兰的高度，方法是将中心盘的一端放入到石英垫片和出口（7 个孔）端盖电极槽口之间形成的孔。

3 旋转对准工具，使接触盘接触或几乎可以接触到质量分析器法兰。正确对准后，接触盘接触到质量分析器法兰，对准工具与法兰是垂直的。

4 重装贝勒维尔垫圈，使凸边朝上。

5 重装并旋紧螺帽，直到贝勒维尔垫圈变成扁平的。

6 将灯丝引线 1、 2 和 C 连接到法兰穿通针脚。

重新定位电子倍增器

安装电子倍增器：

1 将电子倍增器沿着其轨道滑动。

2 将倍增器支架向前推，直到它尽可能地靠近离子阱。此组件应卡入到位。

3 确保高压和信号触脚与穿通针脚接触良好。

重新安装质量分析器组件

1. 确保真空腔 O 形圈干净，且没有颗粒物和纤维。
2. 确认传输线已收回或拆下。
3. 将质量分析器的卡销朝向仪器后面。小心不要将质量分析器组件与不锈钢真空腔法兰刮碰或撞击。
4. 将组件稍微向前向下倾斜；检查所有电缆和软管不会阻碍安装。慢慢地将前凸板插入槽口。
5. 扳开卡销并轻轻向下按，使质量分析器后部降低。
6. 将质量分析器组件安装在真空腔内不需要使用太大力量。
7. 向内扳卡销，确保卡销牢牢地固定在槽口内。
8. 连接带状电缆，并将其锁定到位。确保电缆连接牢固，并且锁定卡口完全卡紧。

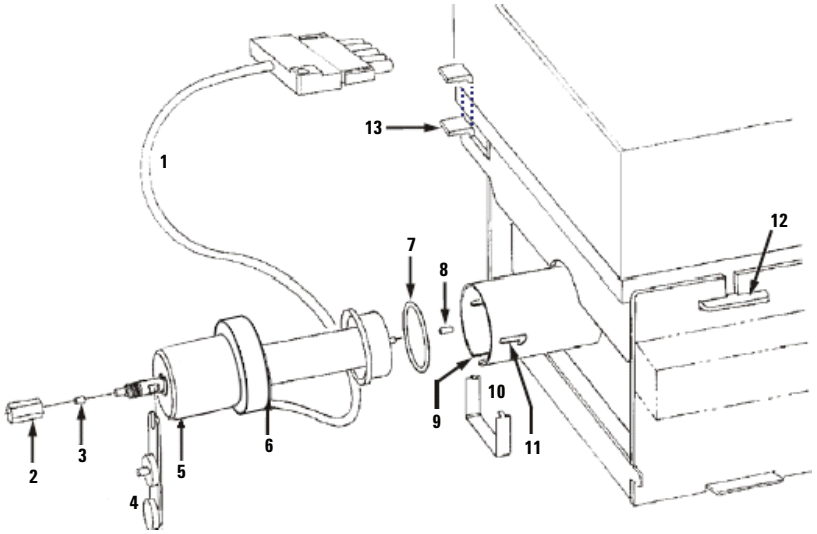
将 MS 移至 GC 所在的位置

执行此步骤时要求 GC 已关闭并冷却，色谱柱已安装在 MS 传输线中。MS 传输线未插入离子阱卡口固定架。

将传输线安装在真空腔中

1 使离子阱左侧远离 GC 右侧大约 12 英寸，将 GC 加热接口的轴与离子阱中卡口固定架的轴对齐。

2 检查 O 形圈 (7) 干净且没有颗粒物。



3 用一只手拿住安装了色谱柱的 MS 传输线时，轻轻地将色谱柱绕回到 GC 加热接口中，直到 MS 传输线轴与 GC 加热接口轴水平对齐。

4 调整组件的方向，使加热器电缆 (1) 可以卡在外壳的槽口 (9) 内，将传输线组件插入传输线外壳。

5 旋转鼻端 (5)，使鼻端孔 (6) 对准外壳中的卡口固定架槽 (11)。
6 安装鼻端夹 (10)。
7 将鼻端向里推，顺时针旋转，以将其锁定到位。
8 将传输线加热器电缆 (1) 连接到 MS 上的电缆接头 J63。
9 重新装上 MS 的顶盖。
10 轻轻地将 MS 朝着 GC 方向推，确保 MS 传输线接口螺帽与 GC 右侧面板上的 GCHI 孔轴向对齐。继续推，直到 MS 传输线紧紧卡在 GCHI 中。不要损坏后面的气路接线。
11 如果 MS 安装正确，质谱仪左侧的阻尼器应与 GC 右侧完全接触。
12 将多余的色谱柱绕在色谱柱架上，检查色谱柱没有碰到柱箱壁。

关闭放空阀

要关闭放空阀，请向下旋转放空阀杆。

打开 MS

1 确保 MS 前面的电源开关处于关闭位置。
2 拆下 MS 系统顶盖，确认所有加热器电缆已经插好。
3 将 MS 电源线插入室内电源。
4 打开 MS 电源开关。

  如果真空泵和风扇没有启动，确认仪器后面板上的断路器处于 **ON**（打开）位置。
5 打开计算机上的**系统控制 (System Control)**。
  - 最近设置的仪器参数将加载到 MS 中。
  - 软件将停留在关机页面，直到 MS 完全重启。

6 快速按一下质量分析器组件，确保真空密封良好。
7 重新装上 MS 系统顶盖。

烘烤离子阱

在软件中输入以下烘烤条件：

- 时间：2 至 6 小时
- 离子阱温度：220 °C 至 250 °C
- 真空腔温度：120 °C。

检查离子阱操作

1 烘烤完成之后，回到离子阱的分析温度，等待至少 2 小时，使温度达到平衡。真空腔温度应在 50 °C 以下。
2 运行**诊断 (Diagnostics)**。
3 运行**自动调谐 (Auto Tune)** 或手动调谐 MS。

灌注校正化合物样品瓶

校正化合物是全氟三丁胺（PFTBA；$C_{12}F_{27}N$），也称为氟碳 -43 (FC-43)。

用校正化合物灌注校正气体样品瓶之前，不需要放空真空系统，前提是校正气体针阀已关闭。要关闭校正气体针阀，请顺时针旋转它。

1 找到气路真空腔顶部的 4 个螺丝。
2 使用十字螺丝刀松开 4 个固定螺丝大约 3 圈。
3 轻轻地将校正气体样品瓶向下拉，同时稍微转动，直到它脱离气路真空腔。
4 使用巴氏移液管重新灌注样品瓶，直到样品瓶的大约 1/3 充满 PFTBA 化合物（部件号 392035300）。

5 使用无尘纸擦除瓶颈残留的任何液体。

6 保持样品瓶垂直，小心地将样品瓶推入真空腔上的校正气体端口，推入的同时稍微转动一下。

7 将样品瓶尽量推入到底之后，旋紧 4 个固定螺丝。

8 逆时针打开校正气体针阀 10 圈。保持针阀打开至少 30 分钟，将任何多余的校正气体和水蒸汽抽出。

9 打开计算机上的**系统控制 (System Control)**，然后单击**手动控制 (Manual Control)** 按钮。

10 在**调整 (Adjust)** 选项卡下，选择**调整校正气体 (Adjust Cal Gas)**。

11 按照屏幕上的说明调整校正气体压力。

移动 MS

1 关闭 GC 和 MS。

2 关闭 GC 和计算机。拔下 GC、 MS 和所有其他电源线。

3 打开 MS 前面的放空阀杆 10 分钟。

4 轻轻地将 MS 与 GC 分离，同时观察 GC 内部的毛细管色谱柱。不要使毛细管色谱柱弯曲或纽绞。

5 在松开将色谱柱连接到传输线的黄铜毛细管螺帽时，使用对准工具防止传输线转动。

6 使用毛细管螺帽和无孔密封垫圈封住传输线。

7 将毛细管色谱柱和螺帽放在 GC 柱箱中，以防止其损坏。

8 关闭载气，然后断开连接到 GC 过滤器的氦气管线。

9 使用 Swagelok 塞子或盖子盖上过滤器。

10 将 MS 移到新位置。确保新位置符合在《Agilent 现场准备说明》中说明的电源和环境要求。

4
化学电离

简介 100
安装 CI 反应气 101
CI 反应气要求 101
检查反应气管道是否泄漏 104
设置 CI 反应气流 105
标准 CI 试剂的离子强度 106
液体 CI 试剂 108
灌注和重新灌注液体 CI 储液瓶 111
将液体存储在储液瓶中 112
设置液体 CI 试剂的蒸汽流速 113
切换到气体 CI 试剂 114

简介

CI 模式是一个 MS 选项。如果您的系统没有该选项，则无法执行 CI 分析。

复杂化合物分析时，化学电离可提供电子电离（EI）数据的补充质谱数据。在标准的 CI 操作模式下，CI 反应气从外部供气瓶进入离子阱质量分析器。反应气由 EI 电离以形成反应离子。这些反应离子随后对样品分子进行电离，这些样品分子会随着氦载气从毛细管色谱柱一起进入离子阱。本节第一部分介绍用于标准 CI 选项的反应气的操作和调整。

液体 CI 进样口（LCI 进样口）选项用于将选定的液体作为 CI 试剂源。本章介绍如何安装和操作 LCI 进样口。

安装 CI 反应气

在排放之前，新的气体管线会吸附大量水蒸汽。气体管线越长，吸附的水分就越多，从管线排除水分所需的抽吸时间就越长。要使抽吸时间达到最短，管线必须尽可能的短。但是，要确保气体管线有足够的长度，使之能够达到 MS 后面，并且使 MS 能够向右移动 9 英寸 (23 厘米) (以便能够连接传输线和涡轮分子泵)。

不能将供气瓶或气阀瓶放在可能损坏电缆或气体管线的地方，并且应按照标准安全做法将其固定。气阀瓶的底部是圆形的，需要使用支架 (例如，Matheson 505 型无尖支架)。

在安装 CI 反应气气源之前，应完成以下步骤：

- 在 EI 模式下调谐仪器
- 检查整个系统是否有泄漏

CI 反应气要求

此处列出了使用甲烷、异丁烷和氨作为 CI 反应气的要求。也可以使用其他 CI 反应气。

使用高纯度的反应气可以获得最大的灵敏度和高质量的质谱图。反应气中的杂质可能会限制样品离子形成的数量，这样就会降低质谱图的灵敏度。另外，杂质可能与样品离子产生反应，从而使质谱数据变得混乱。

在 CI 操作过程中消耗的反应气量是很低的，通常是 1 至 2 mL / 分钟。可对选定的反应气使用 K 尺寸的气瓶。

建议的气体，甲烷、异丁烷和氨的纯度必须达到 99.99% 或以上。使用有不锈钢隔膜的两级压力调节器的气瓶，最大进样口压力为 15 psi (1 bar)。氨必须是无水等级的。

要获得选择和使用其他反应气的帮助，请与 Agilent 客户支持代表联系。

CI 反应气的含水量必须低于 1 ppm。 CI 反应气中的水可能会干扰 CI 操作。

对甲烷或异丁烷使用铜或不锈钢气体管线。对氨使用不锈钢管线。所有气体管线必须是无油（及其他污染物）的，最好是直火烘干。如果可能，使用 GC 启动工具包中的预清洁铜管。

警告 **存在 CI 反应气时，不要对反应气管线进行直火烘干。**

安装 CI 反应气气源

警告 **CI 反应气可能有危险。安装反应气时应采取适当的保护措施。**

1 打开“系统控制 (System Control)”并单击“手动控制 (Manual Control)”。

2 确保电子倍增器、灯丝和 RF 电压处于关闭状态。倍增器、灯丝和 RF 文本应是红色或黑色的。

两个电磁阀控制的阀控制着 CI 反应气进入真空腔的流量。单击“仪器控制 (Instrument Control)”中的“CI”按钮可打开和关闭这两个阀。针阀可控制进入真空腔的反应气的流量。可使用标记为 CI GAS 的旋钮手动调整位于 MS 门后面的针阀。顺时针转动旋钮可增大反应气的流速。请参见真空系统的功能模块示意图（第 17 页上的图 6）。

3 确认 CI 气体电磁阀已关闭。这些阀关闭时，离子阱符号左侧的“CI 气体 (CI gas)”图标不是绿色的。（如果 CI 图标是绿色的，单击该图标可使其变为红色或黑色。）

4 在反应气瓶或气阀瓶上安装一个两级压力调节器。将其牢固地连接起来。

两级压力调节器通常由以下部件组成：二级阀、压力调节阀、供气压力表和排气压力表。

5 使用主阀打开或关闭气体。压力调节器上的二级阀用于对从气瓶到压力调节阀的气体流速进行粗控。供气压力表用于监视气瓶中的气体压力。压力调节阀用于设定供给 MS 的气体的柱头压力。

6 将外径为 1/8 英寸的供气管线的一端连接到压力调节器。

7 在 MS 后面，将固定 CI 关闭真空腔中的塞子的两个螺丝松开 2 至 3 圈。

8 平直地拉动塞子并扭转可将其拆下。

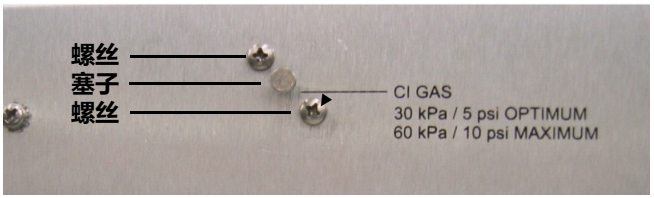


图 25 MS 后面的塞子和螺丝

9 在气瓶和 CI 关闭真空腔之间使用外径为 1/8 英寸的管线。在此管线的 MS 端不需要使用密封垫圈，而是使用一个有弹性的 O 形圈作为密封圈。检查管线的端头，确保表面是光滑的。如果有擦痕，则切掉损坏的部分，或使用 200 至 600 目的砂纸修整管线的密封端。

10 小心地将管线插入 CI 关闭真空腔孔中（从中拔出塞子的地方），直到插牢为止。小心不要刮破管线。

11 旋紧两个螺丝。

12 确认气瓶上的调节器的二级阀是关闭的。

13 打开气阀瓶上的主控制阀。接下来，打开二级阀，将压力调节阀调节到大约 5 psi (34kPa)，以便反应气以中等流速通过气体管线。

14 打开 MS 门。确认 CI GAS 针阀被逆时针方向旋到底。

15 冲洗气体管线中的空气和水蒸汽：

a 按顺时针方向转动调节阀，以减小压力。

b 单击 “ 系统控制 (System Control)” 中 “ 手动控制 (Manual Control)” 选项卡对话框的 “ 控制和状态 (Control and Status)” 字段中的 CI 图标，打开 CI 气体电磁阀。阀打开后， CI 按钮是绿色的。

c 排放 CI 反应气供气管线大约 30 分钟。

检查反应气管道是否泄漏

第 5 节，" 故障排除 " 部分包含检查反应气管线连接中是否有空气泄漏以及检查气体管线中的水蒸汽的步骤。

可能需要对这些步骤进行以下修改。

如果空气大量泄漏

1 检查仪器后面的 CI GAS 接口以及压力调节器的接口是否紧密。

2 再次检查空气 / 水质谱图。

高比率 19/18 表明存在过量的水蒸汽，气体管线中可能存在水，或反应气管线中有空气泄漏。

检查是否存在水：

1 关闭 CI 电磁阀，以切断进入真空腔的反应气流。如有必要，单击 “ 系统控制 (System Control)” 的 “ 手动控制 (Manual Control)” 选项卡对话框的 “ 控制和状态 (Control and Status)” 字段中的 CI 图标。阀关闭后， CI 按钮是黑色或红色的，不是绿色。

2 再次检查空气 / 水质谱图。如果位于质量 19 （ 水) 处的峰减小，则表明气体管线中存在水。在这种情况下，转到步骤 3。如果位于质量 19 处的峰没有显著减小，则表明气体管线中存在少量水。在这种情况下，可能存在空气泄漏。在这种情况下，可能存在空气泄漏。按 第 5 节， " 故障排除 " 中的说明解决泄漏问题。检查以下组件周围是否有泄漏情况：

- MS 后面的 CI GAS 端口。
- 将反应气管线连接到压力调节器的接口。

从气体管线吹掉过量水分：

1 确保电子倍增器、灯丝和 RF 电压处于关闭状态。

2 打开气阀瓶上的主阀。（压力调节器上的二级阀应为打开状态。）

3 按逆时针方向将 CI 针阀转到底。

4 打开 CI 气体电磁阀，使系统抽真空大约 1 小时。

5 关闭气瓶上的主阀，但使 CI GAS 电磁阀处于打开状态。使系统抽真空大约 15 分钟。

6 再次检查空气 / 水质谱图。如果不再出现过量的水，则继续进行下一步骤：设置 CI 反应气流。

设置 CI 反应气流

解决了泄漏问题后，可设置 CI 反应气的排气压力：

1 确认 CI 气体电磁阀已关闭。如有必要，单击“系统控制 (System Control)”的“手动控制 (Manual Control)”选项卡对话框的“系统控制 (System Control)”字段中的 CI 图标。阀关闭后， CI 按钮是黑色或红色的，不是绿色。

2 打开气阀瓶上的主阀。

3 调整调节器上的压力阀，将排出压力设置为大约 5 psi (34 kPa)。

系统准备就绪，可在 CI 模式下操作。

表 5 气体 CI 试剂的缺省参数

反应气	甲烷	异丁烷	氨气
CI 存储水平 (m/z)	12	19	13
抛出电压 (v)	9	15	9
背景质量 (m/z)	45	65	45
目标 TIC	5000	5000	5000
最大离子化时间（秒）	2000	2000	2000
最大反应时间（微秒）	60	60	60
预扫描离子化时间（微秒）	100	100	100

如果有液体 CI 进样口，则使用以下参数：

表 6 液体 CI 试剂的缺省参数

试剂液体	乙腈	d3- 乙腈	甲醇
CI 存储水平 (m/z)	19	19	19
抛出电压 (v)	15	15	15
背景质量 (m/z)	65	65	55
目标 TIC	5000	5000	5000
最大离子化时间（秒）	2000	2000	2000
最大反应时间（微秒）	40	20	* 40
预扫描离子化时间（微秒）	100	100	100

* 对氘代试剂使用较短的反应时间。反应时间越长，与背景水进行的 H/D 交换就越多，所产生的质谱图将显示较多的 $[M+H]^+$ 和较少的 $[M+D]^+$。

标准 CI 试剂的离子强度

CI 调整功能提供 CI 试剂离子的可接受的建议水平。一般原则是：

表 7 CI 反应离子的可接受水平

甲烷	调整反应气压力，使在 m/z 17 (CH_5^+) 和 29 ($C_2H_5^+$) 处的峰高大致相等。m/z 17 与 m/z 16 的离子比率大约为 10:1。在 m/z 41 ($C_3H_5^+$) 处的离子应该可见。
异丁烷	调整反应气压力，使在 m/z 57 [$(CH_3)_3C^+$] 和 m/z 43 [$(CH_3)_2CH^+$] 处的峰高大致相等。在 m/z 41 ($C_3H_5^+$) 处也有大量的试剂离子。
氨气	调整气体压力，使 m/z 18 [$(NH_3)H+$] 与 m/z 17 (NH_3^+) 的峰高比率大约为 10:1。
乙腈	调整反应气压力，使在 m/z 42 [CH_3CNH^+] 处的离子比 m/z 41 处的离子大约高 10 倍。 41/42 离子之间的峰谷的高度至少小于 m/z 41 离子峰高的一半。 m/z 54 离子 [CH_3CHCNH^+] 的峰高是 m/z 42 离子峰高的 10–15%。离子阱中过多的乙腈可能引起灯丝较快地损坏。
d3- 乙腈	调整反应气压力，使在 m/z 46 [CD_3CND^+] 处的离子比 m/z 44 处的离子大约高 10 倍。 m/z 58 离子 [CD_3CDCND^+] 的峰高是 m/z 46 离子峰高的 10–15%。
甲醇	在 m/z 33 [$(CH_3OH)H^+$] 处的离子将在质谱图中占主要地位。在 m/z 32 处没有观察到离子，但在 m/z 31 和 m/z 47 处观察到一个小峰。

离子阱中的反应气压力大约为 1 至 2×10^{-5} Torr。 CI 试剂分子约为离子阱中气体压力的 1%。来自色谱柱流中的氦原子是此压力的 100 倍。

液体 CI 试剂

要使用 CI 模式，必须安装液体 CI 进样口组件。使用以下说明安装液体 CI 进样口组件，如有必要，可切换回使用气体 CI 试剂。

安装液体 CI 进样口

1 开始之前，关闭 MS 并放空。如果不拆卸离子阱，则不需要等待离子阱电极冷却就可以安装液体 CI 进样口组件。

2 拆下顶盖，然后按照以下说明将液体 CI 进样口组件连接到 MS 后面。请参考下面两幅图。

   a 从 MS 后面拆下两个用于固定 CI 关闭模块的螺丝中的一个。使用工具包中提供的长螺丝（部件号 1222200625）代替它，重新将其装上，并保持较松状态。

   b 拆下其他螺丝。

   c 轻轻地将液体 CI 限流器管（部件号 393002401）的活动端从连接到 MS 后面的 L 型安装架中拉出，同时将限流器管的另一端与液体 CI 进样口模块保持连接。

   d 使用刚拆下来的螺丝将液体 CI 进样口组件较松地固定到 MS 后面的 L 型安装架上。

   e 旋转液体 CI 进样口组件以将其拔出，以便拆下其余的螺丝。

   f 将液体 CI 进样口组件旋转回原来的位置，使用其余的长螺丝（部件号 1222200625）较松地固定液体 CI 进样口组件。

   g 将液体 CI 限流器管通过 L 型安装架重新插入 MS 后面。限流器管必须插入足够深，以便与 CI 关闭模块中的 O 形圈密封。

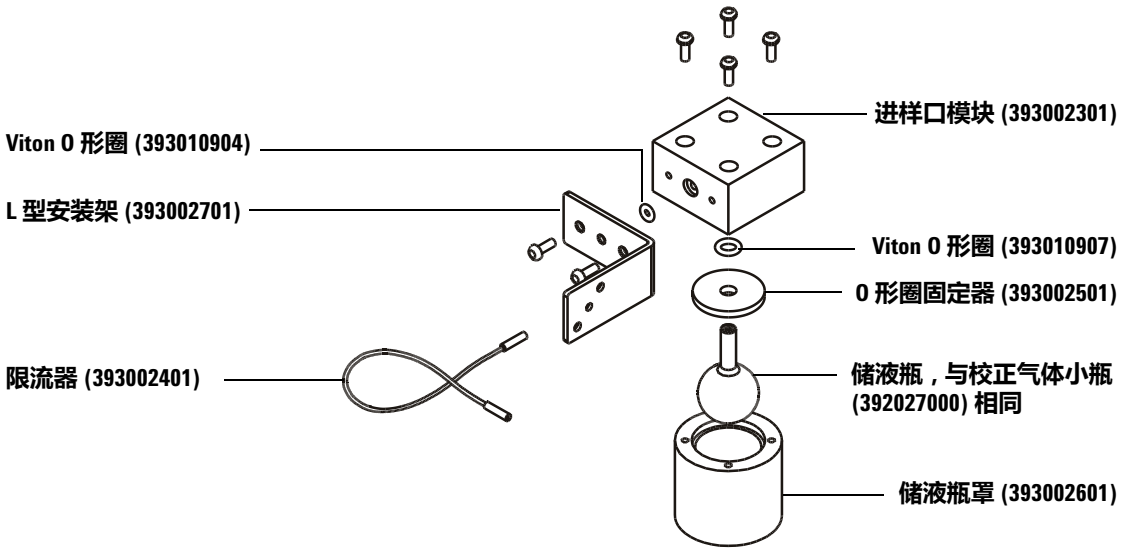

进样口模块 (393002301)
Viton O 形圈 (393010904)
L 型安装架 (393002701)
Viton O 形圈 (393010907)
O 形圈固定器 (393002501)
限流器 (393002401)
储液瓶，与校正气体小瓶 (392027000) 相同
储液瓶罩 (393002601)

图 26 液体 CI 进样口

3 用外径为 1/8 英寸的 PEEK 管（部件号 393003701）代替长限流器（部件号 393059701）。

a 液体 CI 进样口安装螺丝仍然保持松开，从 CI 关闭模块将长限流器管拉出。

b 松开气路真空腔（MS 前面）顶部的 4 个螺丝。

c 从气路真空腔底部拉出长限流器管。小心地将管子从 MS 前面拉出。保存这个长限流器管以便用于加压气体，如甲烷。

d 从 MS 前面开始，将 PEEK 管（部件号 393003701）装入到位（占据与长限流器管大约一样的空间）。

e 轻轻地将 PEEK 管的一端安装在气路真空腔中，小心不要让固定板刮破管子。

f 不要重新旋紧气路真空腔上的 4 个螺丝。

g 将 PEEK 管的另一端插入 CI 关闭模块，并从 MS 后面旋紧 2 个螺丝。

4 更换前限流器。

a 从气路真空腔底部拆下短的气体限流器（部件号 393059601）。

b 将前液体 CI 限流器（部件号 393059602）安装在气路真空腔中相同的位置上。不要让固定板刮破限流器管端。

c 旋紧气路真空腔上的 4 个螺丝。

5 重新装上顶盖。

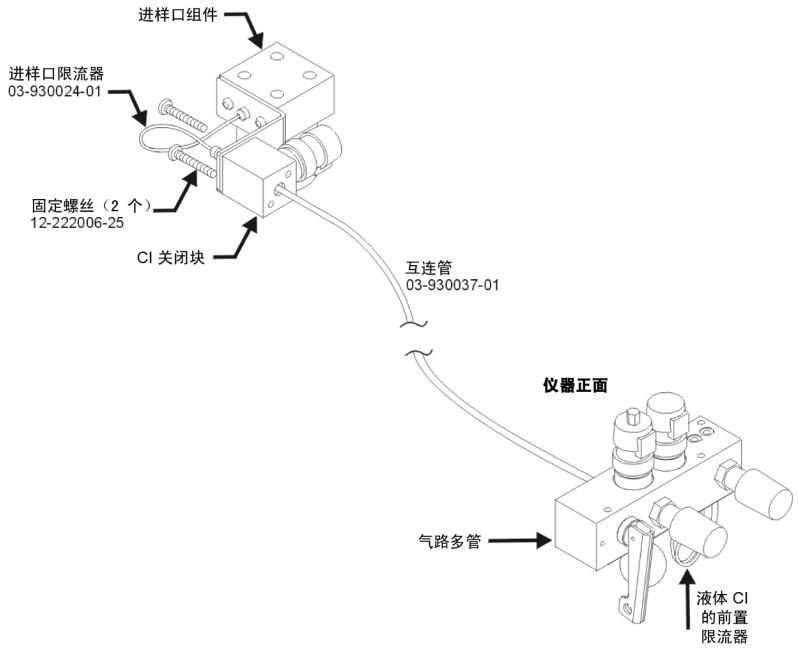


图 27 液体 CI 系统

6 重启系统。

灌注和重新灌注液体 CI 储液瓶

1 确认 CI 阀已关闭。松开固定液体 CI 储液瓶罩的 4 个螺丝。这些螺丝可以留在此模块上。

2 拆下储液瓶罩。

3 轻轻地将储液瓶向下拉，从此模块中拆下它。O 形圈和 O 形圈固定器可以保留固定在储液瓶上。

溶剂不能碰到 O 形圈。

4 用储液瓶罩作为灌注支架；将储液瓶放入储液瓶罩中。

5 将 O 形圈固定器套在储液瓶颈上。将 O 形圈套在储液瓶颈上。

6 使用移液管或进样针将液体 CI 试剂灌满储液瓶的一半。需要大约 3 mL 试剂。

7 将装有储液瓶的储液瓶罩、固定器和 O 形圈一起拿起，将储液瓶颈插入此模块中。

8 调整罩的方向，使 4 个螺丝能够旋进罩中。旋紧 4 个螺丝，小心不要损坏塑料罩的螺纹。

安装液体 CI 和每次重新灌注储液瓶后，首先打开 CI 阀时要小心。从 “ 仪器 (Instrument)” 页面打开 CI 阀之后大约 2 至 3 分钟之内，不要打开灯丝或倍增器。

将液体存储在储液瓶中

当液体 CI 试剂的储液瓶不在仪器上时，可使用提供的黄色聚丙烯盖将其盖上。

小心 不要用力将盖子盖在玻璃储液瓶颈上，以免将其损坏。

警告 **请戴上防护眼镜和手套，特别是在尝试从装满试剂的储液瓶取下盖子时。**

- 轻轻地旋转 / 按压，将塑料盖装在储液瓶颈上。
- 轻轻地旋转 / 提拉，从储液瓶颈上取下塑料盖。

警告 **小心不要使任何液体洒出，特别注意瓶颈上的液滴。**

设置液体 CI 试剂的蒸汽流速

1 将装有所需液体的储液瓶连接到液体试剂进样口模块中。

2 逆时针方向旋转 6 或 7 圈打开 CI 针阀。

3 单击 “ 手动控制 (Manual Control)” 页面中的 “CI” 按钮打开 CI 电磁阀，使蒸汽从储液瓶中流出以达到平衡状态。如果在几分钟后没有足够的 CI 气体进入离子阱，可按顺时针方向旋转针阀，增加流量。

4 使用 “ 调整 CI 气体 (Adjust CI Gas)” 观察质谱图时，旋转 CI 针阀，以增加或减少进入离子阱的试剂量，直到 M 和 M+1 之间的分离度刚刚开始降低为止。在使用乙腈时，如果要获得最佳结果，可使用至少为 20 µA 的灯丝发射电流，并在 m/z 41 和 m/z 42 之间保持至少 50% 的峰谷。检验峰谷的简便方法是，在 m/z 41 峰顶上单击，然后使用游标将其拖到显示屏的顶端。下面显示的是正确调整的乙腈质谱图以及正确调整的甲醇质谱图。

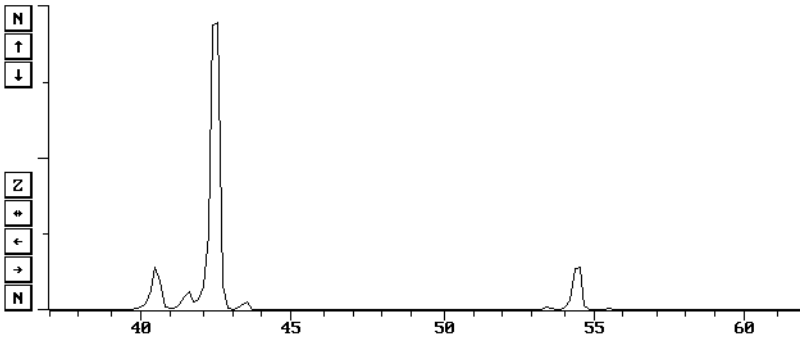


图 28 正确调整的乙睛试剂质谱图

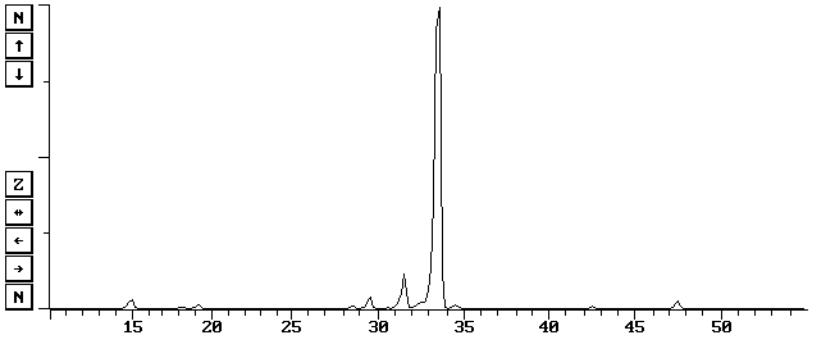


图 29 正确调整的甲醇试剂

切换到气体 CI 试剂

要从液体 CI 进样口切换回加压 CI 气体（如甲烷），可以重新安装 CI 气体管线而不用拆下液体 CI 进样口组件。

1. 松开将液体 CI 进样口 L 型安装架安装到仪器后面的 2 个螺丝。同时，松开将 L 型安装架固定到液体 CI 进样口模块的 2 个螺丝。
2. 拆下插入到仪器后面的液体 CI 限流器端；旋转拔出限流器。
3. 通过 L 型安装架将长 CI 气体限流器（部件号 393059701）安装在供气管和 CI 关闭模块之间。
4. 旋紧所有螺丝。
5. 不必使用短的气体限流器 （部件号 393059601）代替前面的液体 CI 限流器（部件号 393059602）。
6. 将供气管的气体压力减小到 5 psi (34kPa)，使之回到正常的气体 CI 操作条件。

5
故障排除

找出问题 116
解决质谱图问题 118
部分质谱图丢失 123
空气、水分强度正常，但分辨率差 125
高质量范围的基线高 127
识别校正离子后离子阱校正失败 128
检查是否有泄漏 129
去除高水分 137
使用检漏气 138
解决大型空气泄漏问题 140
解决中小型空气泄漏问题 141
排除 GC 故障 142
运行 COLTEST 样品 143

找出问题

按下列顺序检查系统：

1 数据系统

2 GC

3 MS

检查数据系统

请参考软件发行说明以了解相关的软件故障排除步骤。

检查 GC

运行测试样品以检查操作和性能等方面的问题，包括载气供应、色谱特性和样品相关的问题。

最常运行的测试样品是 COLTEST 混合物。该多组分混合物非常适合用来诊断进样口和色谱柱的问题。请参见第 143 页上的 “ 运行 COLTEST 样品 ”。请参见 GC 手册以了解 GC 安全相关的问题和有关解决 GC 问题的信息。

要识别 GC 问题的原因，请按 GC 键盘上的 **Logs**（日志）键并查看事件或运行日志。 GC 运行日志灯将指示是否发生错误。

检查 MS

如果数据系统和 GC 运行正常，问题则可能是由于 MS 或它与数据系统之间的通讯通道所产生的。离子阱典型的问题包括无响应（无质谱图）、响应值低、分辨率差和质量分配不正确。

可通过两个步骤来找出与 MS 相关的问题：

- 自动调谐提供有关系统性能的信息。
- 诊断程序可测试硬件并帮助找出简单的离子阱问题，例如，空气泄漏、灯丝烧毁和高污染度。

如果诊断失败，在更正问题之后，请单击 “ 重置 (Reset)” 按钮，然后再进行进一步测试。

有时您可能需要将 GC 和 MS 分开以找出离子阱问题。在这些情况下，可以将色谱柱从进样口上拆下来，并用一个隔垫将末端堵上。这可以最大限度减少空气进入量。将色谱柱和传输线保持在室温状态，以防止固定相降解。在此过程中不需要放空 MS 真空系统。

如果要进一步隔离 MS，将色谱柱从离子阱上拆下来，用无孔密封垫圈封住传输线。

解决质谱图问题

无质谱图

在排除故障之前，烘烤 MS 至少 2 小时。

如果单击 “ 仪器控制 (Instrument Control)” 页面中的离子阱图标时，无论在哪个质量范围，质谱图都没有显示，

1 运行诊断程序以检测硬件问题。

如果已执行了此操作，解决了所有硬件问题，但缺少质谱图的问题仍然存在，则继续执行以下步骤。如果缺少空气 / 水或校正气体峰，则以下步骤适用。

2 检查以下问题：

- 方法片段是 FIL/MUL Delay，电离处于 EI （ AUTO 或 FIXED ）模式。在 FIL/MUL Delay 期间，离子阱为红色。
- 灯丝断开。
- 涡轮分子泵已停止。
- 需要进行 RF 调整。
- 仪器参数不合适。
- 离子阱组装不正确。
- 电子设备有问题。
- 系统未完成烘烤。

检查灯丝是否断开

诊断能够确定是一个还是两个灯丝断开。

1 如果一个灯丝断开：

a 打开**系统控制 (System Control)**，并单击**设定值 (SetPoints)**。

b 在**灯丝选择 (Filament Selection)** 中，选择其他灯丝。

2 如果两个灯丝断开：
   a 关闭仪器。
   b 将离子阱组件从真空腔中拆下来之后，检查灯丝通断性和线路连接。
   c 如果需要，更换灯丝。

检查涡轮分子泵

诊断真空测试可确定涡轮分子泵速度读数是否至少是 100 ± 2%。

确保泵速度读数至少为 100 ± 2%。如果不是，则检查冷却风扇是否正常工作。

检查 RF 调整

检查是否需要调整 RF （特别是在更改离子阱温度之后）：

1 打开**系统控制 (System Control)**，然后单击**手动控制 (Manual Control)** 按钮。
2 单击**调整 (Adjust)** 选项卡，然后单击**调整 RF 调谐 (Adjust RF Tuning)**。
3 通过调整 RF 调谐螺丝来调整 RF 阶升。
4 调整 RF 阶升，直到最高值降至最低为止。
5 单击**保存结果 (Save Results)**。

检查方法参数

1 打开**系统控制 (System Control)**，然后单击**自动调谐 (Auto Tune)**。
2 选择**电子倍增器调谐 (Electron Multiplier Tune)**，然后单击**启动自动调谐 (Start Auto Tune)**。
3 选择**空气 / 水检查 (Air/Water Check)**，然后单击**启动自动调谐 (Start Auto Tune)**。
   - 如果空气和 / 或水强度超出范围，则转到空气 / 水泄漏部分。
   - 如果显示质谱图，则进入 “ 方法编辑器 (Method Editor)” 并检查是否

- 指定了 EI 电离模式。
- 设置合适的离子化存储水平，保证扫描范围内选定的离子能有效的存储在离子阱中。

4 如果不确定什么是合适的存储水平，可通过单击每个部分中的**缺省值 (Default values)** 按钮来重置参数。

a 将方法文件保存为 “Default” 缺省方法。

b 激活 “Default” 缺省方法，打开离子阱和校正气体。检查是否有校正气体质谱图。

5 如果出现质谱图，则注意是哪个参数导致这个问题。如果不出现质谱图，并且最近拆卸过离子阱，则检查离子阱。

检查离子阱组件

检查阱温箱组件的安装：

1 检查**波形系统 (Waveform System)** 框中的**轴向调制 (Axial Modulation)** 回读值。

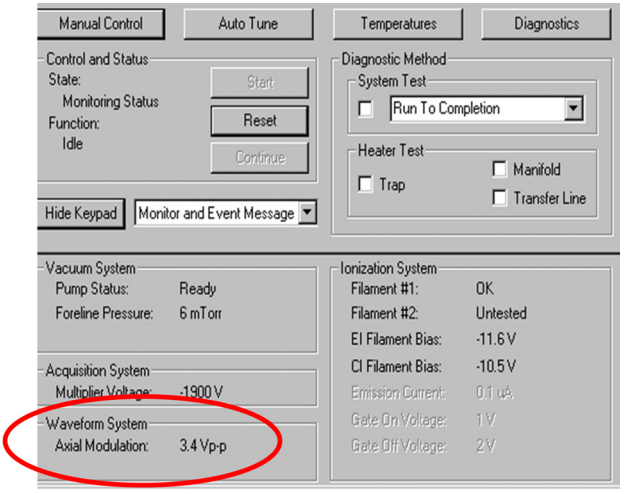


图 30 轴向调制回读

2 如果轴向调制回读值接近零，则表明离子阱阱温箱可能被刮破，并与其中一个端盖电极短路。关闭系统，拆下离子阱阱温箱，使用欧姆表检查电极和接地端之间的导通性。使用固定夹板的螺丝作为接地端。如果在没有从电子设备组件拆下离子阱的情况下完成此测试，则表明与接地端导通。

3 检查电子倍增器是否有问题：

a 在 “ 监视状态 (Monitor States)” 下，选择 “ 倍增器 (Multiplier)”。

b 在**采集系统 (Acquisition System)** 下，检查电子倍增器电压是否与**自动调谐 (Auto Tune)** 部分中的**设定值 (SetPoints)** 选项卡上显示的值相同或接近。

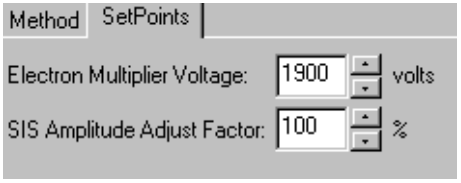


图 31 检查电子倍增器电压

c 如果诊断中的电子倍增器电压只有几伏特，则表明倍增器与接地端短路。关闭系统，更换电子倍增器或打电话给 Agilent 客户支持代表。

检查电子设备

1 在**手动控制 (Manual Control)** 中，单击**诊断 (Diagnostics)**。

2 单击**运行测试到完成 (Run Tests to Completion)**，以找出问题的原因。注意失败的测试。如果在执行这些测试之后仍找不到问题的原因，请与 Agilent 客户支持代表联系。

高质量峰丢失

高质量峰可能由于以下原因丢失：

- RF 阶升需要调整。
- 低质量离子太多（例如，空气或水泄漏）。
- 离子化存储水平不合适（例如，设置太低）。
- 离子阱温度较高可能会导致高质量校正气体峰丢失。

在排除故障之前，烘烤 MS 至少 2 小时。

如果问题仍然存在：

1. 在**自动调谐 (Auto Tune)** 部分中检查空气是否泄漏。
2. 检查 RF 阶升调整。
3. 将离子阱温度降至 150 °C。
4. 进入**方法编辑器 (Method Builder)**，然后检查方法是否包含 EI AGC（自动增益控制）电离模式以及其他参数的缺省值。

如果在执行这些测试之后仍无法找出问题的原因，请与 Agilent 客户支持代表联系。

部分质谱图丢失

如果在 “ 系统控制 (System Control)” 中未观察到高或低质量离子，但质谱图的中间范围离子显示正常，则检查以下情况：

- 可能需要调整 RF，特别是在更改了离子阱温度后。
- 离子化 RF 水平可能与扫描范围不兼容。
- 离子阱温度过高，可能观察不到所有校正气体离子。请将离子阱阱温箱温度降至 150 °C，等待 2 小时以达到热平衡。

检查 RF 调整

检查是否需要进行 RF 阶升调整：

1. 打开**系统控制 (System Control)**，然后单击**手动控制 (Manual Control)** 按钮。
2. 单击**调整 (Adjust)** 选项卡，然后单击**调整 RF 调谐 (Adjust RF Tuning)**。
3. 通过调谐前面板上的 RF 调谐螺丝来调整 RF 阶升。调整以最大限度地降低最高读数。

检查 RF 存储水平

检查 RF 存储水平是否与扫描范围不兼容：

1. 打开**方法编辑器 (Method Builder)**。
2. 选择 EI-AGC 段，然后单击**电离模式 (Ionization Mode)**。注意离子化存储水平。确认设定值适合质量范围。

检查离子阱温度

如果离子阱温度过高，质量为 614 的峰的高度可能会降低，质量为 502 的峰可能完全消失（200 °C 以上）。请将离子阱阱温箱温度降至 150 °C，然后等待 2 小时以达到热平衡。

如果在执行这些测试之后仍无法找出问题的原因，请与 Agilent 客户支持代表联系。

空气、水分强度正常，但分辨率差

如果峰比预期的宽，则检查以下情况：

- 离子阱内的离子数太多（例如，污染，或者色谱柱流失高）。
- 轴向调制值太高或太低。
- 轴向调制工作不正常。

注意 在排除故障之前，烘烤 MS 至少 2 小时。

检查离子阱的离子容量

打开离子阱后，注意 TIC（总离子流）值。如果 TIC 值在全扫描模式下超过 20,000 counts，或在 MS/MS 中达到几千 counts，则减少存储的离子数。

要减少离子阱中的离子数，请执行下列一项或多项操作：

1 确保电子倍增器的增益设置为 10^5。在**方法编辑器 (Method Builder)** 中，检查倍增器补偿是否等于 0。

2 降低离子阱灯丝电流和 / 或离子化时间设置 (AGC OFF)。

3 将 AGC 目标值降至 10,000 (AGC ON)。

检查轴向调制设置

要检查轴向调制设置，请执行以下操作：

1 单击**手动控制 (Manual Control)** 中的**设定值 (SetPoints)**。确保将轴向调制设置在 2.5 和 5 伏之间。如果要调整轴向调制，则检查多个校正气体离子的分辨率（例如， m/z = 131 和 414）。

2 通过执行以下操作，检查轴向调制是否正常工作：

3 打开**系统控制 (System Control)**；打开离子阱和校正气体。在 m/z 131 附近单击，以展开 m/z 131 ± 5 范围内的质量。

4 单击**设定值 (SetPoints)**，然后将**轴向调制 (Axial Modulation)** 更改几伏。单击**应用 (Apply)**。确认质量 131 的偏移量。

5 将轴向调制返回其初始值。

6 单击**系统控制 (System Control)** 中的**诊断 (Diagnostics)** 按钮，然后选择**运行测试到完成 (Run Tests to Completion)**。确认轴向调制工作正常。

7 确保轴向调制回读值在设定值的 20% 范围内。如果轴向调制回读值超出此范围，则原因可能是离子阱阱温箱的安装不正确，从而导致端盖短路。

8 如果阱温箱装配正确，而轴向调制超出范围，请与 Agilent 客户支持代表联系。

高质量范围的基线高

如果仪器页面中的基线在质量 400 和 650 范围内急剧增长，则检查电极表面是否有颗粒物。

检查离子阱电极表面是否有颗粒物：

1 在质量范围 400 至 650，以 EI/AGC ON 开发一个方法。打开**系统控制 (System Control)**，激活此方法。

2 打开 RF 和电子倍增器（灯丝为 “ 关闭 (Close)” 状态)。

3 检查质谱图，注意基线是否在高质量范围内呈指数增长。

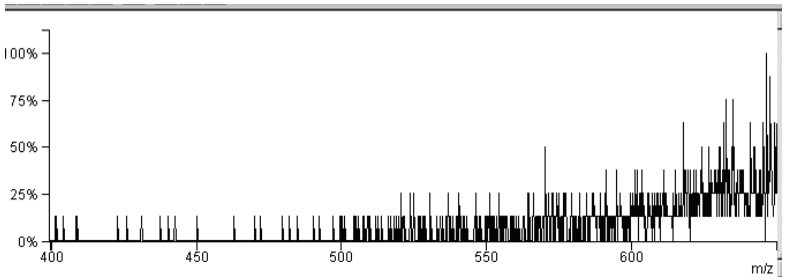


图 32 高基线

如果基线上升，则关闭 MS，然后使用不含棉绒的布仔细清洁电极表面。

识别校正离子后离子阱校正失败

如果在正确识别校正离子后离子阱功能校正失败，则检查以下情况：

- 电子倍增器电压过低。
- 校正气体压力过低。

检查电子倍增器电压

1. 打开**系统控制 (System Control)**。
2. 选择**自动调谐 (Auto Tune)**，然后单击**电子倍增器调谐 (Electron Multiplier Tune)**。
3. 单击**启动自动调谐 (Start Auto Tune)**。

检查校正气体压力

1. 打开**系统控制 (System Control)**。
2. 选择**手动控制 (Manual Control)**，然后单击 “ 调整 (Adjust)” 选项卡。
3. 单击**调整校正气体 (Adjust Cal Gas)**，然后将校正气体压力设置为标尺的中间到高位置之间上的某个值。

检查是否有泄漏

质谱仪的一个主要难题是保持系统尽可能地密封，不泄漏。空气泄漏会导致灵敏度降低、调谐出问题、分辨率下降等等。还可能会导致毛细管色谱柱、灯丝和电子倍增器的寿命缩短。运行样品之前，请每天检查系统是否有空气和水泄漏。

注意以下示例，了解质谱图中空气和水的背景。熟悉这些示例可帮助您尽快排除系统故障。

设置泄漏检查

1 确认 GC 上的载气压力设置正确。在使用 30 m × 0.25 mm， DB-5 熔融石英毛细管色谱柱的情况下，载气压力应该在 10 至 12 psi (83 kPa) 之间。

2 设置离子阱温度：
   - 将离子阱加热器温度设置为 150 °C。
   - 将传输线温度设置为 270 °C。
   - 将真空腔温度设置为 35 °C。

3 将色谱柱柱箱和进样口温度设置为 100 °C。

小心 通常，严重的空气泄漏会伴随着一种嘶嘶的声音。这些泄漏可能是因为接口特别松、密封 O 形圈有问题或阀门被打开等因素所造成。如果怀疑有严重泄漏，请不要打开电子倍增器、RF 电压或灯丝。使用 " 诊断 (Diagnostics)" 部分，确认涡轮分子泵以 100% 的速度工作。如果不是，就可以肯定有严重的空气泄漏。

4 打开**系统控制 (System Control)**，然后单击**自动调谐 (Start Auto Tune)** 按钮。

5 选择**空气 / 水检查 (Air/Water Check)**。

6 单击**启动自动调谐 (Start Auto Tune)**。

7 将所得到的空气 / 水质谱图与下面的图进行对比：

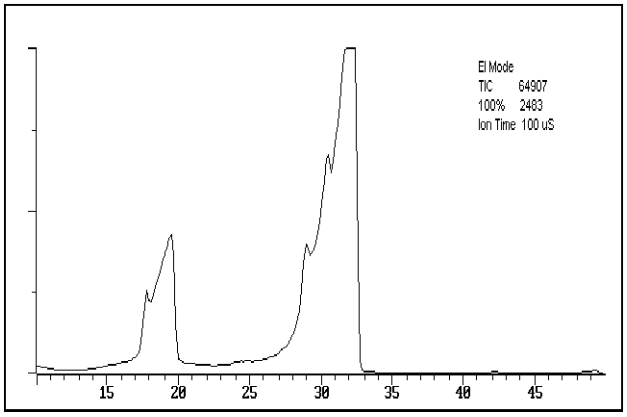


图 33 从有严重的空气泄漏的仪器获得的空气 / 水质谱图

- 如果质量 32 (O_2^+) 处、 28 (N_2^+) 处和 18 (H_2O^+) 处的峰严重变宽或无法区分，则表明系统存在严重的空气泄漏。应立即关闭水 / 空气检查程序。

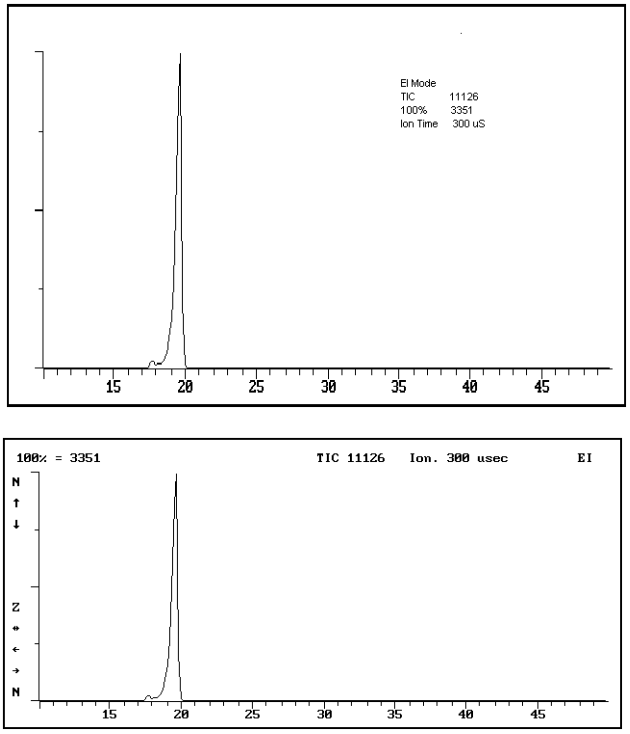


图 34 从具有很高的水蒸汽背景的系统获得的空气 / 水质谱图

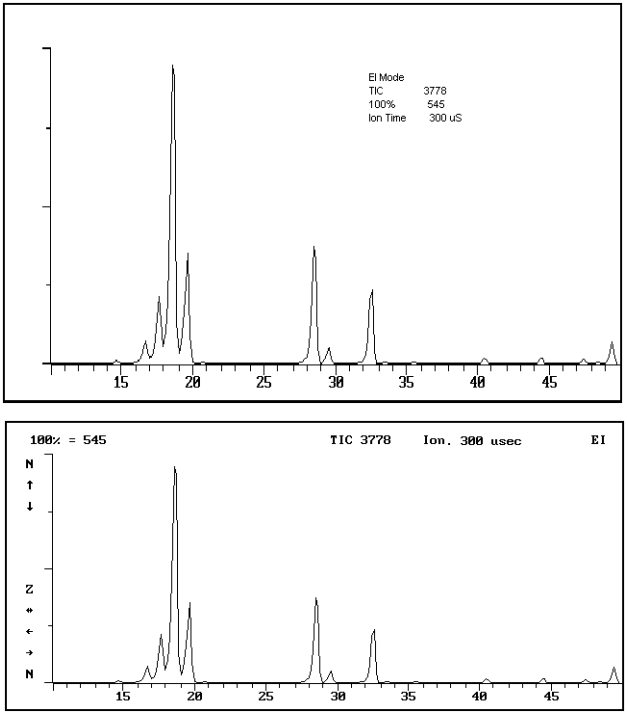


图 35 从有过量水蒸汽，但空气泄漏较小的仪器获得的空气 / 水质谱图

- 如果质量 18 (H_2O^+) 处与质量 19 (H_3O^+) 处的峰高的比率大约是 10:1，则表明系统中有少量水蒸汽。
- 如果质量 18 处与质量 19 处的峰高的比率小于 10:1，但是大于 5:1，则有必要进行再次烘烤。如果不将水蒸汽排除，系统的灵敏度和性能可能不会达到最佳状态。
- 如果质量 18 处与质量 19 处的峰高的比率小于 10:1，则表明系统中含过量水蒸汽。

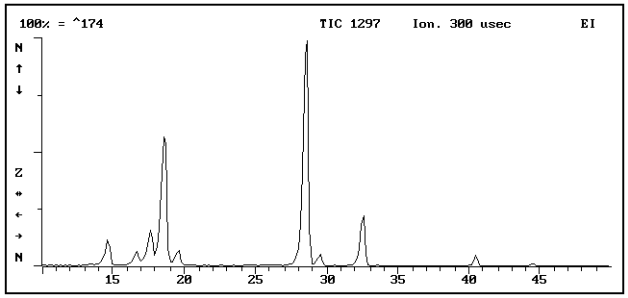


图 36 从没有显著空气泄漏，并且水蒸汽较少的系统获得的空气 / 水质谱图

此质谱图的特征是：

- 质量 18 (H_2O^+) 处的峰可能是基峰（最高的峰）。这取决于水蒸汽的水平。
- 质量 18 (H_2O^+) 处与质量 19 (H_3O^+) 处的峰高的比率大于或等于 10:1。
- 100% counts 值明显低于 500。
- 质量 28 处与质量 32 (O_2^+) 处的峰高的比率大约是 4:1。

8 如果系统没有空气或水泄漏，检测结果应当近似于下列数值。请注意，这些值因系统的不同而异。

100% 值	**TIC**	**18:28 比率**	**19:18 比率**	**28 宽度**
< 100	< 1000	~ 1:1	10 至 15%	< 1m/z

9 有空气泄漏时观察得到的质谱图。

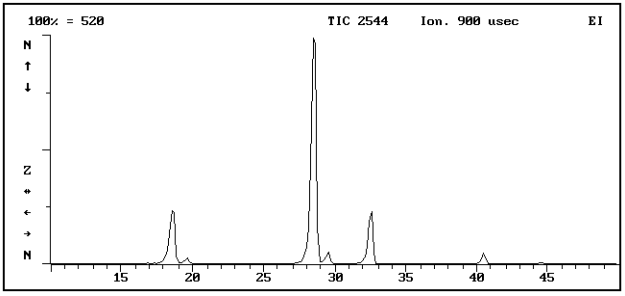


图 37 从有少量空气泄漏和少量水蒸汽的系统获得的空气 / 水质谱图

此质谱图的特征是：

- 质量 28 处的峰高比质量 18 处的峰高明显高许多。
- 质量 28 处与质量 32 处的峰高的比率大于 4:1。
- 100% counts 值增加到大于 500。
- 质量 18 处与质量 19 处的峰高的比率大于或等于 10:1。

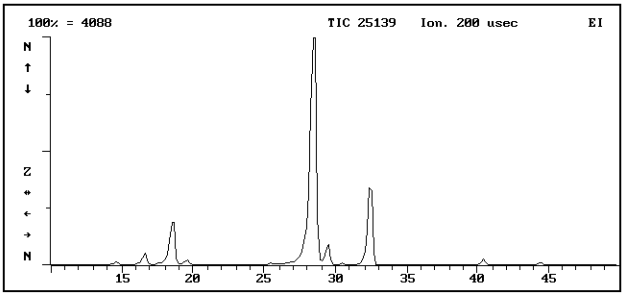


图 38 从有中度空气泄漏和少量水蒸汽的系统获得的空气 / 水质谱图

此质谱图的特征是：

- 质量 28 处的峰开始过载。
- 100% counts 值可能是数千个 counts。
- 质量 18 处的峰高比质量 19 处的峰高更高大。

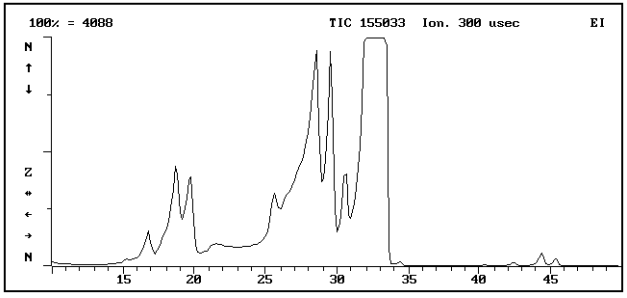


图 39 从有大量空气泄漏和少量水蒸汽的系统获得的空气 / 水质谱图

此质谱图的特征是：

- 质量 32 处的峰是基峰（最高的峰）。

- 质量 18、19 和 28 处的峰变宽了。当泄漏增大时，所有峰都将变宽，最终变得难以区分。

去除高水分

导致过高水分的原因包括：

- 抽真空时间不够长（如果系统已放空，则至少 2 个小时）。
- 清洗离子阱时水蒸汽进入。
- 更换毛细管色谱柱时水蒸汽进入。
- 载气罐中有水蒸汽。
- 空气。通常是由于相对湿度较高导致的。

放空系统后，会观察到较高的水背景，特别是在清洗离子阱之后。需要若干小时的烘烤才能使水蒸汽从真空系统表面释放出来，之后水分将下降到一个稳定的水平。如果质量 18 和 19 处的峰高相同（或如果空气 / 水检查结果显示“否 (NO)”），则不要使用 MS。在系统经过充分烘烤后（例如，通宵），如果在系统中仍然检测到水蒸汽，则可能是由于载气罐有污染或空气泄漏导致的。

GC 上的饱和过滤器可能会增加空气 / 水背景。要定期更换过滤器，或者当潮湿或 GC 的其他背景污染造成问题时，也要及时更换过滤器。

使用检漏气

可以使用氟利昂或氩气作为检漏气来确定泄漏点。

- 传输线上的泄漏（高真空一侧）会立即产生反应。
- 如果泄漏点在 GC 进样口处，那么需要大约 90 秒才会看到反应。（这是气体分子通过毛细管色谱柱所需的时间。）

如果进样口有泄漏，则不需要放空系统。先等待所有 GC 加热区冷却。如果泄漏点在传输线连接处，则要关机并放空系统，然后再修复。

如果使用氩气作为检漏气，则将质量范围设置为 35 至 50。如果使用氟利昂作为检漏气，则将质量范围设置为 80 至 110。

使用氩气作为检漏气排除泄漏故障。氩气的质谱峰位于质量 40 处。

为避免损坏灯丝或倍增器，可使用以下参数开发一个方法文件：

1 将电子倍增器设置为比 10^5 设置低 100 V。

2 关闭 AGC 并将离子化时间设置为 100 微秒。

3 将灯丝发射电流设置为 10 µA。

4 将扫描范围设置为从 m/z 35 到 50（或 80 到 110）。

5 打开**系统控制 (System Control)**，然后激活用于排除故障的氩气方法，并打开离子阱。

不要将氩气随意喷在接口附近。氩气将很快从所测试的接口向真正泄漏的地方扩散。这会导致错误地将被测试的接口当作泄漏源。

检查是否有泄漏：

- 在传输线上靠近质量分析器的地方喷射非常细的氩气流。
- 检查监视器，观察信号响应。如果质量 40 处没有峰出现，则该处没有泄漏。
- 如果在质量 40 处有峰出现，则该处有泄漏。传输线 O 形圈表面可能有颗粒物。关闭系统，然后检查 O 形圈。

检查下列垫圈和接头有无泄漏，按以下顺序一次检查一项。如果需要，旋紧接头和 / 或法兰。每次使用氩气检测泄漏之后，等待几秒钟。

1 气路真空腔上的校正气体管接头

2 真空腔上的放空阀接头

3 真空腔真空系统顶部法兰

解决大型空气泄漏问题

造成空气大型泄漏的原因通常是：

- 真空腔法兰 O 形密封圈上有棉绒或被损坏
- 传输线 O 形密封圈上有棉绒或被损坏
- 传输线铜螺帽
- 涡轮分子泵和真空腔之间的 O 形密封圈
- 质量分析器的卡销可能没有锁定到位。

如果传输线上的铜螺帽没有旋紧，则将螺帽旋紧，但不要将接头旋得过紧。否则，可能导致更大的泄漏。然后，重新检查系统。

如果不能消除泄漏，则放空系统，检查真空腔上的 O 形圈以及传输线是否有颗粒物。使用无尘纸擦拭 O 形圈。

如果涡轮分子泵 / 真空腔接口处有泄漏或密封不好，涡轮分子泵可能无法达到 100% 的转速。决不要尝试在这些条件下操作系统。

解决中小型空气泄漏问题

相对于大型泄漏，中小型空气泄漏更难定位和处理。中小型空气泄漏会出现下列现象：

- 质量 28 处的峰增大，明显比质量 18 处的峰大。
- 空气泄漏可能会使水背景增大，特别是在潮湿的环境中。随着水蒸汽的增加，质量 19 和 18 处的峰高比会增大 20% 或更大。

检查 GC 连接

请参考 GC 维护部分以获得解决泄漏问题的其他信息。

要确定并处理毛细管色谱柱和进样口或者传输线之间的连接有无泄漏，请执行以下操作：

- 确认密封垫圈的尺寸正确，例如， 0.4 毫米用于内径为 0.25 毫米的色谱柱，0.5 毫米用于内径为 0.32 毫米的色谱柱。
- 确保传输线上的密封垫圈是石墨 / 聚酰亚胺混合型的。传输线连接处的泄漏大多发生在高真空一侧，即在传输线 O 形圈附近。
  - 石墨 / 聚酰亚胺密封垫圈：用手指旋紧后，每个密封垫圈再旋紧半圈。
  - 石墨密封垫圈：用手指旋紧后，每个密封垫圈再旋紧四分之三圈。
  - 隔垫泄漏可能是由于隔垫螺帽松动或隔垫过度使用所致。更换新的隔垫，作为 GC 预防性日常维护计划的一部分。为减少进入系统的空气量以及来自隔垫材料的背景污染，请使用质量好、低流失的隔垫。
  - 因为使用检测气体来检查 GC 气路的泄漏不是特别有效，所以 GC 气路中的空气泄漏最难检测和消除。旋紧所有接头，然后使用甲醇等溶剂来检查泄漏。

- GC 上的饱和过滤器可能会增加空气 / 水背景。要定期更换过滤器，或者当潮湿或 GC 的其他背景材料造成问题时，也要及时更换过滤器。

排除 GC 故障

请参考 《GC 操作员手册》，了解本节未介绍的有关排除 GC 故障和诊断步骤的信息。

本节介绍如何排除色谱故障。通过运行 COLTEST 混合物（部件号 392027300），可以解决本节中说明的大多数问题。

以下步骤说明使用 30-m DB-5 色谱柱（内径为 0.25 毫米，膜厚为 0.25 微米）运行 COLTEST 样品时的色谱条件和预期结果。

运行 COLTEST 样品

从 MSWS 程序驱动器中的 *\AgilentWS\Service* 目录调用 COLTEST 方法。

设置进样口条件

1 从**编辑 GC 参数 (Edit GC Parameters)** 窗口中选择**进样口 (Inlets)** 图标。
2 将**模式 (Mode)** 设置为**不分流 (Splitless)**。
3 将 " 进样口温度 (Inlet Temperature)" 设置为 260 °C。
4 从 0.5 分钟开始，将**分流出口的吹扫流量 (Purge Flow to Split Vent)** 设为 100 毫升 / 分钟。

设置柱温条件

1 从**编辑 GC 参数 (Edit GC Parameters)** 窗口中选择**柱箱 (Oven)** 图标。
2 设置 **(初始 (initial))** 温度**值 (Value)** 为 40°C，**保持时间 (Hold Time)** 为 2 分钟。
3 设置**阶升 1 (Ramp 1)** 加热**速率 (Rate)**，以 10 °C / 分钟的速率上升到 140 °C，**保持时间 (Hold Time)** 为 0 分钟。
4 设置**阶升 2 (Ramp 2)** 加热**速率 (Rate)**，以 20 °C / 分钟的速率上升到 280 °C，**保持时间 (Hold Time)** 为 2 分钟。

将显示总运行时间 21 分钟。

设置传输线和离子阱温度条件

1 将 MS 传输线温度和离子阱 GC 加热接口温度设置为 260 °C。
2 将离子阱温度设置为 150 °C。
3 将真空腔温度设置为 35 °C。

设置 MS 采集方法

1 将质量范围设置为 40 至 350，扫描速率为 1 次扫描 / 秒。
2 将背景质量设置为 39。
3 将灯丝 / 倍增器延迟设置为 180 秒。
4 将峰阈值设置为 1 counts。
5 将质量补偿值设置为 0。
6 指定电子电离（EI Auto）。
7 关闭校正气体。

表 8 COLTEST 测试混合物包含以下混合物，浓度为 1 至 5 ng/L

编号	化合物	分子式	整数权重	定量质量
1	癸烷	$C_{10}H_{22}$	142	57
2	1- 辛醇	$C_8H_{18}O$	130	69
3	十一烷	$C_{11}H_{24}$	156	71
4	壬醛	$C_9H_{18}O$	142	67
5	2,6- 二甲基苯酚	$C_8H_{10}O$	122	107
6	2- 乙基己酸	$C_8H_{16}O_2$	144	73
7	2,6- 二甲基苯胺	$C_8H_{11}N$	121	106
8	癸酸甲酯	$C_{11}H_{22}O_2$	186	74
9	十一酸甲酯	$C_{12}H_{24}O_2$	200	87
10	二环己 (基) 胺	$C_{12}H_{23}N$	181	138
11	十二烷酸甲酯	$C_{13}H_{26}O_2$	214	143
12	六氯苯	C_6C_{l6}	282	284

下面是此测试混合物的典型色谱图。请注意，2，6- 二甲基苯酚和 2- 乙基己酸通常会在 DB-5 色谱柱上出现共洗脱情况，这取决于色谱柱和进样口。

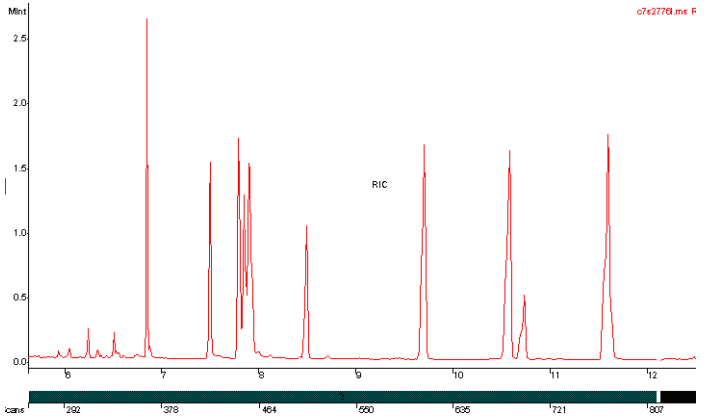


图 40 COLTEST 测试混合物的典型色谱图

下图显示共洗脱化合物的分离度。

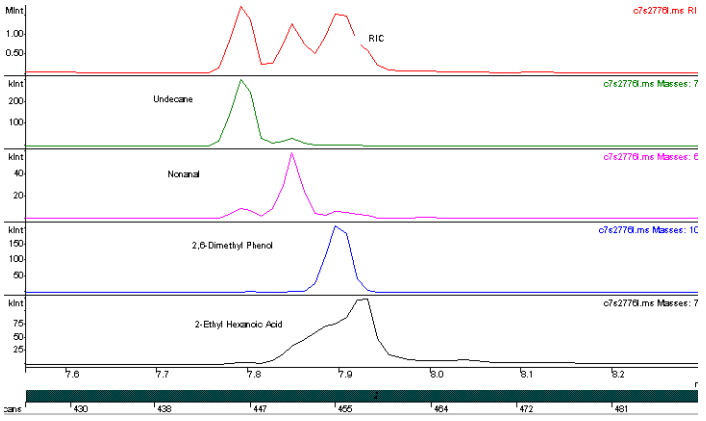


图 41 共洗脱化合物的 MS 分离度

随后，可以通过数据处理（如谱库检索和定量）有效地将混合物中的各个组分分离出来。对于抽取单个化合物的特定离子的单离子色谱图的相关操作，请参考联机帮助或《软件参考》手册中的有关部分。

排除色谱故障

COLTEST 混合物中包括一些极性或活性化合物，如 1- 辛醇、2, 6- 二甲基苯酚和 2, 6- 二甲基苯胺。还有一些非极性化合物，如癸烷和十二烷，含量大约为 1 ppm（己烷中）。对该混合物的分析可以得出许多信息，例如溶剂拖尾、柱效、死体积、进样口 / 色谱柱中的活性点等等。使用分析结果可以解决常见的色谱问题。下表列出了许多问题并提供了解决方案。

表 9 症状 - 溶剂拖尾或变宽

原因	解决方案
色谱柱安装不好导致进样口中出现死体积	在进样口中重新安装色谱柱。 使用放大镜检查色谱柱，确保色谱柱上的切口是整齐的。 检查进样口，确保色谱柱插入深度合适。
溶剂在热进样口中闪蒸	降低热进样口的进样速度。 如果可能，降低进样口温度。如果使用夹层进样，则将溶剂塞减少到 0.5 L。
使用可编程的进样口温度控制不正确	SPI 的典型设置是低于溶剂沸点 20 °C。色谱柱温度设定为溶剂沸点。将色谱柱保持在此温度上，直到 SPI 完成加热（通常大约 2 分钟）。
隔垫吹扫管线堵塞	检查以确认隔垫吹扫流速为 2 毫升 / 分钟。
不分流进样后，进样口没有正确吹扫	对于不分流进样，放空流速至少为 70 毫升 / 分钟。进样之后，进样口应切换到分流模式 30 至 90 秒。

表 10 症状 - 活性组分的拖尾样品峰

原因	解决方案
活性点在进样口衬管中	更换或清洗进样口衬管。 如有必要，使用脱活衬管。
活性点或色谱柱固定相降解	将色谱柱前面截去 15 厘米并重新安装它。 如果保留时间发生变化，或截去色谱柱不解决问题，请更换色谱柱。

表 11 症状 - 高沸点化合物响应低且拖尾严重

原因	解决方案
进样口温度不够高，不足以汽化高沸点的物质	提高进样口的温度。
色谱柱流失高，掩盖了组分的峰	在低于色谱柱最高操作温度（对于 DB-5，为 320 °C） 30 °C 时老化色谱柱。 如果老化没有帮助，请切换到高温色谱柱（例如， SGE HT5）。
大量硅酮或其他污染物覆在离子阱表面	按维护部分中介绍的方法清洗离子阱。 查看污染表，检查列出的潜在污染物。
更高沸点的组分汽化不够充分	降低进样速度 检查以确认进样口的色谱柱螺帽中的石墨密封垫圈没有裂缝，隔垫螺帽已旋紧。
离子阱温度太低	按 20 °C 的增量升高离子阱温度。
色谱柱由于注入过量组分而过载	稀释样品，或采用分流进样。
固定相降解	更换色谱柱。
载气速度太低	增加载气流速。

表 12 症状 - 峰分离不好

原因	解决方案
没有优化色谱柱温度或程序升温	修改方法（例如，降低色谱柱阶升速率）以提高分离度。
没有优化载气流速	降低载气线速度以提高分离度。
色谱柱不能分离特定种类（例如，具有类似沸点的种类）	使用极性更强的色谱柱。
色谱柱固定相降解，导致柱效低	更换色谱柱。

表 13 症状 - 峰面积重现性

原因	解决方案
进样针泄漏或部分堵塞	肉眼观察进样针的抽样过程。 检查隔垫螺帽已旋紧。使用溶剂冲洗进样针。 如果进样针堵塞，在热进样口中加热溶剂可能会有所帮助；否则，请更换进样针。
隔垫泄漏	定期更换隔垫，确保隔垫螺帽已旋紧。
色谱柱在进样口中的安装不正确	检查色谱柱在进样口中的安装情况。 旋紧毛细管色谱柱螺帽。
样品被进样口或色谱柱中的活性表面吸附	更换进样口衬管。 截去色谱柱前段 15 厘米，或更换色谱柱。
样品在进样口中汽化不完全	提高进样口温度。或增加程序升温进样口的最高温度。
分流太快	确认切换时间已通过色谱方式进行了优化。

表 14 症状 - 峰裂分（低沸点组分）

原因	解决方案
样品在进样口中闪蒸，就像进行了两次进样	降低进样口温度，或使用程序升温进样。
色谱柱升温程序在 1079 完成程序升温之前就开始了	增加色谱柱初始保持时间，直到进样口达到它的最高温度（例如，通常在 2 分钟内）。
色谱柱破碎	重新切割并安装色谱柱。
隔垫的碎片粘在进样口衬管上	更换衬管和隔垫。

表 15 症状 - 出现额外或意外的峰

原因	解决方案
隔垫流失，特别是在程序升温期间	使用耐高温、低流失的隔垫。确保隔垫吹扫流速设置为 2 毫升 / 分钟。
来自样品瓶的杂质（例如，存在增塑剂）	使用新进样针运行溶剂空白，以确认存在杂质。使用经认证的样品瓶，并冷藏样品。检查污染物表。
载气中有杂质	安装或更换载气过滤器。
进样口或 GC 气路被污染	从进样口拆下色谱柱，提高温度烘烤进样口（例如 350 °C），使用至少 20 毫升 / 分钟的气流吹扫。
样品中有杂质	运行空白或标样来验证这种情况。
溶剂萃取了隔垫上的杂质	更换新隔垫类型，降低进样口温度，或减少进样量。
洗针溶剂中有杂质	使用高纯度的溶剂。

表 16 症状 - 运行之间的保留时间有差异

原因	解决方案
载气流速控制器 / 调节器不稳定	检查气路是否泄漏。如有必要，更换流速控制器 / 调节器。
色谱柱污染或降解	老化或更换色谱柱。
进样口泄漏	定期更换隔垫。检查以确认隔垫螺帽和毛细管色谱柱螺帽已旋紧。

6
部件和消耗品

文档 152
部件和消耗品 153
Agilent 维修 158

文档

下列文档包含有关 MS 的详细信息：

- 软件操作手册，部件号 395414500。
- 软件参考，部件号 391496300。
- MS 工作站教程手册，部件号 391498800。
- Agilent 7890 GC 现场准备手册
- 发行说明，部件号 391496201。

部件和消耗品

以下是部件号和说明。除非另外指定，否则项目的数量为一 (1) 个。

表 17 工具包、组件、电源板和电缆

部件号	说明
393141103	USB 电缆
393080001	PWA，电源板
393085001	PWA， RF 发生器
393074401	电缆，用于连接控制器和 PWR 26 针 （ 带状 ）
393074501	电缆，用于连接控制器和 PWR 64 针 （ 带状 ）
393011392	更换备件包
393001001	组件，质量分析器法兰
393000593 393000592	组件，传输线 (115V) 组件，传输线 (230V)
393033493 393033492	电缆，传输线加热器 (115V) 电缆，传输线加热器 (230V)
393000891 393000892	组件，真空腔真空系统 (115V) 组件，真空腔真空系统 (230V)
393076991	组件，离子规
393074101	电缆，离子阱加热器 (60V)
393081001	PWA，控制器
393083001	PWA，下真空腔
393022001	PWA，上真空腔
G3930-60009	GC/MS 触发线

表 18 离子阱组件

部件号	说明
393055201	门导体
393055101	电子门
1492000900	波形垫圈
393031501	组件，倍增器
393053501	垫片，石英
393010801	传输线扳手 / 质量分析器对准工具
393060191	组件，带引线的灯丝盘
393054901	灯丝夹
393059191	保护头。传输线（超净）
393050001	离子阱阱温箱
393052401	夹板
393053502	石英垫片，硅涂层
1312200800	螺帽， 8-32 × 11/32"
393050292	出口端盖电极，铬合金
393050293	出口端盖电极，硅涂层铬合金
393050392	灯丝端盖电极，铬合金
393050393	393050393 灯丝端盖电极，硅涂层铬合金
393050492	RF 电极，铬合金
393050493	RF 电极，硅涂层铬合金
1499822800	贝勒维尔垫圈，大号
393053901	热电偶井
393010904	热电偶井 o 形圈
1222200606	离子阱阱温箱螺丝 6-32 X 3/8
393010903	O 形圈， 1.112 id 传输线

表 18 离子阱组件 (continued)

部件号	说明
393010914	方形圈， viton 真空腔
393010918	方形圈， viton 传输线

注意 硅涂层的垫片的内表面有一层像镜子一样光亮的涂层。

表 19 泵备件、泵、泵转换备件

部件号	说明
393077001	DS-42 旋叶泵， 120V
393077002	DS-42 旋叶泵， 240V
392035800	筛网，涡轮泵 (V-81)
393031601	电缆，用于连接涡轮泵控制器和涡轮泵
27320681-00	涡轮泵控制器
392051800	7’ 长的聚乙烯管
393076401	涡轮分子泵 (V-81)
8829953800	优质前级泵油 (DS-42)
393847701	DS-42 油雾净化器部件 （每包两个）
2820043800	O 形圈，用于隔离涡轮泵和真空腔

表 20 GC 备件

部件号	说明
G3930-60010	GC 加热接口 (GCHI)
G3430-60553	GC 右面板
G3430-00186	离子阱挡板

表 20 GC 备件 (continued)

部件号	说明
9310-4828	不起毛防尘擦布 (数量 300)
5180-4110	Swagelok 垫圈 , 前 , 1/8- 英寸 , 10/ 包
5180-4116	Swagelok 垫圈 , 后 , 1/8- 英寸 , 10/ 包
5180-4104	Swagelok 螺帽 , 1/8- 英寸 , 10/ 包
5080-8751	Swagelok 螺帽和垫圈 , 10 套 / 包
8710-1709	不锈钢管路切割器
8710-1710	管路切割器刀片

表 21 工具、测试样品和其他消耗品

部件号	说明
392027000	FC-43，储液罐 （ 校正气体小瓶 ）
392027300	COLTEST 样品
393065201	OFN 测试样品
392027600	氧化铝， 600 目
392035300	GC/MS 校正化合物， FC-43
5550034600	保险丝， 5 × 20 毫米， 0.5A
8899999000	敷抹器，棉签，每包 100
393010702	电磁阀，三向，校正气体
393010001	针阀，校正气体

表 22 CI 部件 / 备件

部件号	说明
393010202	电磁阀，双向， CI
393059701	限流器，长， CI

表 22 CI 部件 / 备件 (continued)

部件号	说明
393059601	限流器，短， CI
393010101	针阀， CI 气体
393002291	液体 CI 进样口套件
393010601	CI 电磁阀，双向， chemrez

Agilent 维修

如果您无法解决 MS 的问题，请与 Agilent 客户支持代表联系。在打电话时，必须提供以下信息：

- MS 序列号，位于前面板右下方。
- 安装的选件。
- 诊断测试结果。

如果您的气相色谱仪有问题，请提供以下信息：

- GC 型号。
- 自动进样器型号（如果有）
- 所使用的进样口类型。
- 冷却剂（如果适用）。
- 有关 GC 色谱柱的信息（例如，制造商、键合相、膜厚和 ID 及长度）。

如果您的计算机或软件有问题，请提供以下信息：

- 计算机制造商和型号。
- Windows 版本。
- 鼠标驱动程序版本。
- 打印机制造商和型号。
- 网络配置。
- 打印出的 autoexec.bat 和 config.sys 文件。
- MS Workstation 软件版本。

在向客户支持代表描述问题时，请遵守以下原则：

- 告诉服务代表，当问题发生时，您正在使用的软件部分。
- 告诉支持代表您进行了哪些故障排除操作。

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2011

美国
2011 年 5 月，第一版

G3930-97001

Agilent Technologies