

Agilent 7890 / 5975C -GC/MSD

(For 1701EA 系列工作站)

现场培训教材



安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

培训目的

- 初步了解 Agilent 7890A 气相色谱仪和 5973C 质谱仪的操作。
- 正确地执行仪器的开机、关机；初步掌握软件中有关仪器参数设定、分析方法的编辑、谱库检索及报告的打印。

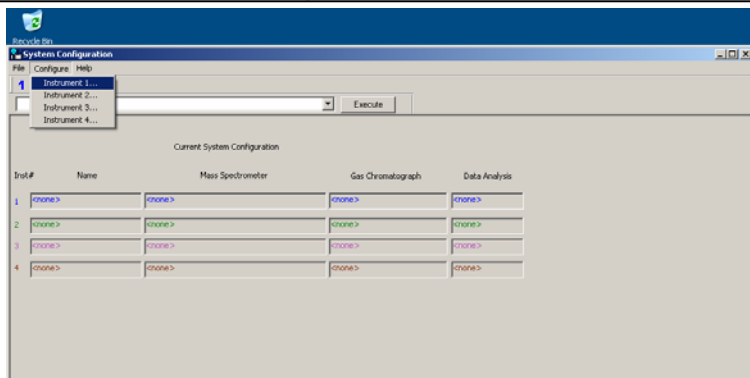
注意事项：

1. 老化柱子
分段老化。按温度从低到高分段，程序升温老化。这是最好的老化方法。如 HP-5 柱，5-6℃/min 至 250℃，反复数次；再升至 280℃，反复数次；接到 MS 上看基线情况。270℃以后基线提高为正常。再老化到 300℃半小时。无论何种方式，载气必须充足。
2. 进样口用灰色隔垫，减少隔垫流失。
3. GC/MS 接口处必须用 vesper 垫圈(5062-3508)。注意安装方向(大的一端朝向质谱)。
4. 新柱子安装时无方向性，但一旦使用过，再不要改变方向。

保存柱子时注意将两端密封好,避免水和空气破坏柱子内涂层

仪器配置：

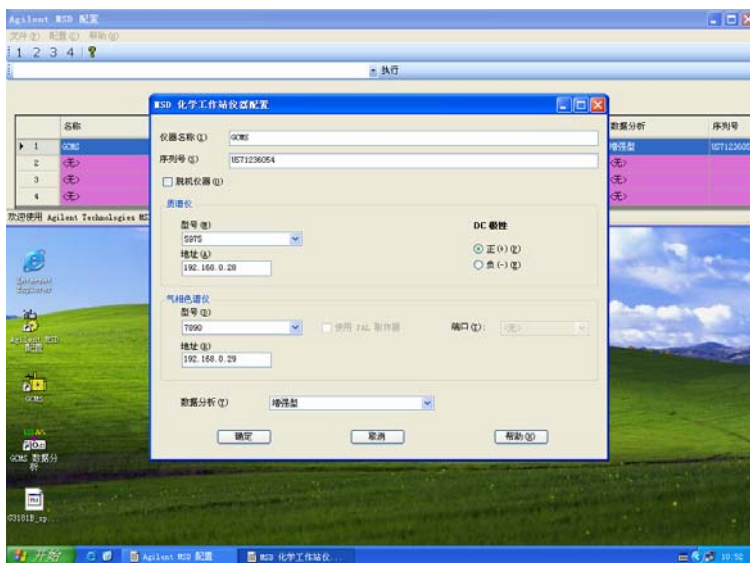
1. 在操作系统桌面双击 [Config/配置](#)图标进入仪器配置界面
2. 如下图所示点击所要配置的仪器



配置MSD及GC:

- 以下采用中文工作站界面，英文工作站请参考相应位置及图标

在出现的画面中输入仪器名称、序列号等信息后，在质谱仪一栏中选择MSD的型号，并输入MSD的IP地址，选择DC极性（标注于MSD侧板的中部金属上部）；同样配置GC后点击确定退出。

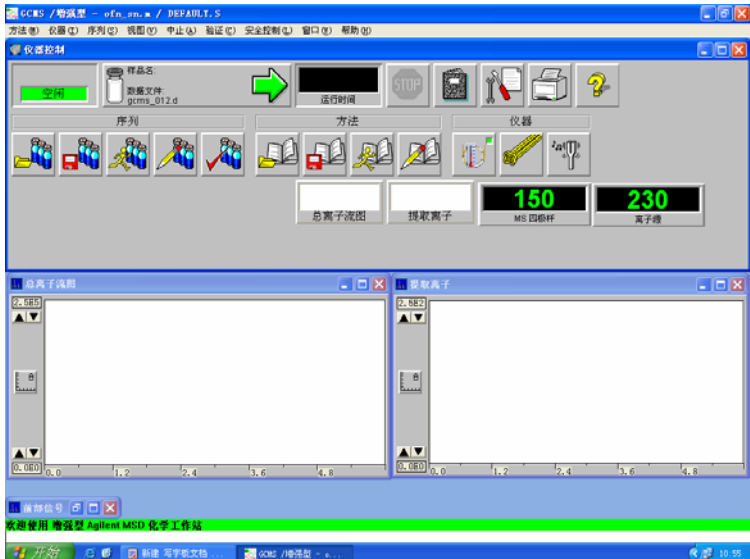


配置完成后桌面上应出现“Instrument #1”和“Instrument #1 Data Analysis”的图标（名称由配置时输入的仪器名称决定）。如下图所示：

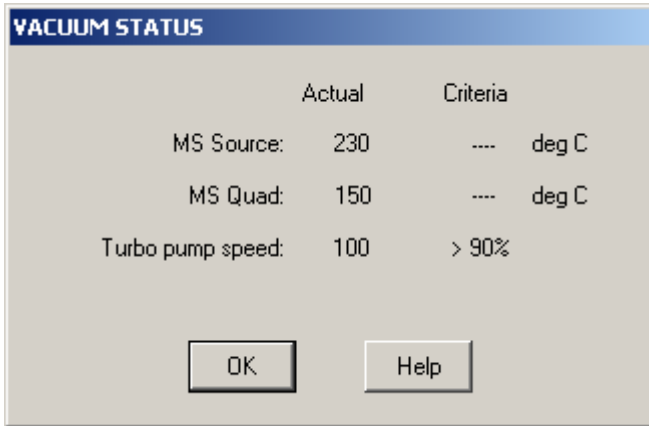


开机

1. 打开载气钢瓶（He）控制阀，设置分压阀压力至0.5Mpa
2. 打开计算机，登录进入Windows XP (SP2)系统，初次开机时建议使用5975的小键盘LCP输入IP地址和子网掩码，并使用新地址重起，否则安装并运行Bootp Service
3. 打开7890GC、5975MSD电源（若MSD真空腔内已无负压则应在打开MSD电源的同时用手向右侧推真空腔的侧板直至侧面板被紧固地吸牢），等待仪器自检完毕
4. 在桌面双击“Instrument #1”图标，进入MSD化学工作站



5. 在上图Instrument Control/仪器控制界面下，单击View/视图菜单，选择Tune and Vacuum Control/调谐及真空控制进入调谐与真空控制界面，在Vacuum/真空菜单中选择Vacuum Status/真空状态，观察真空泵运行状态



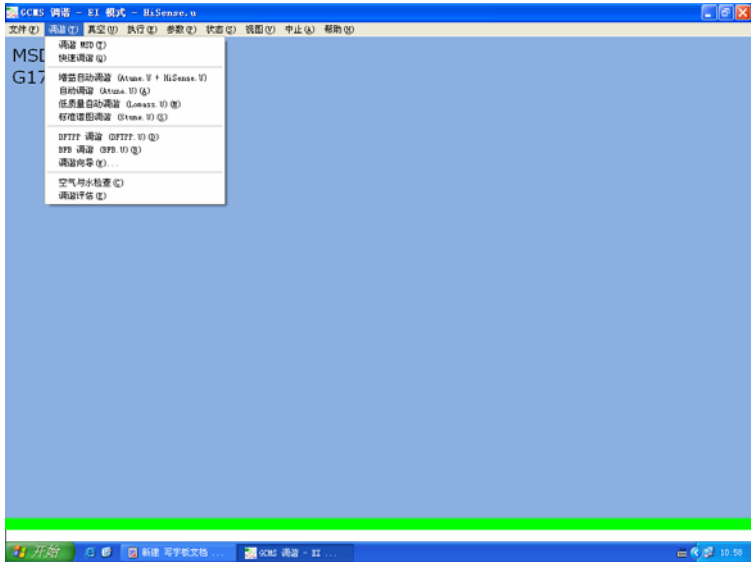
如果仪器真空泵配置为分子涡轮泵，状态显示涡轮泵转速 Turbo Pump Speed/涡轮泵转速应很快达到 100 Percent，否则，说明系统有漏气，应检查侧板是否压正、放空阀是否拧紧、柱子是否接好；（如果仪器为 5973N 扩散泵配置，请咨询现场工程师的讲解. 状态显示压力 Pressure 应很快达到 100mToor 左右，否则，说明系统有漏气，应进行上述检查）。

调谐

调谐应在仪器至少开机 2 个小时后方可进行，若仪器长时间未开机或仪器为 5975 扩散泵配置，为得到好的调谐结果建议将此时间延长至 4 小时。

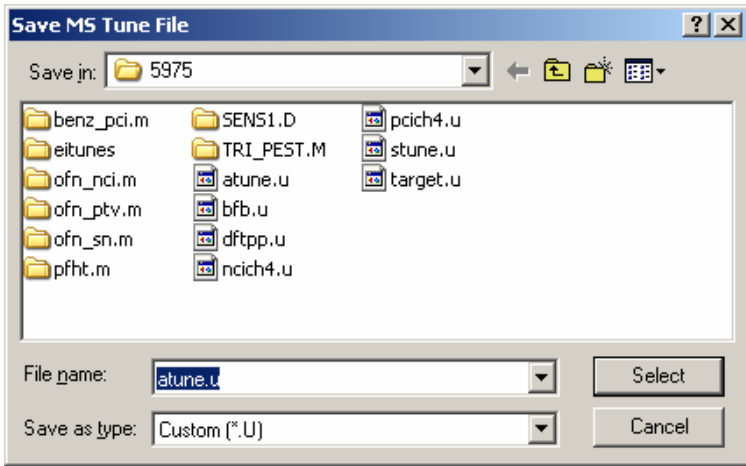
1. 首先确认打印机已连好并处于联机状态。

2. 在操作系统桌面双击 **Instrument #1** 图标进入工作站系统。
3. 在上图 **Instrument Control/仪器控制** 界面下, 单击 **View/视图** 菜单, 选择 **Tune and Vacuum Control/调谐及真空控制** 进入调谐与真空控制界面。
4. 单击 **Tune/调谐** 菜单, 选择 **Autotune/自动调谐** 或 **Tune MSD/调谐 MSD**, 进行自动调谐, 调谐结果自动打印。



一般根据需要进行所要进行的调谐, **Autotune/自动调谐** 为最大灵敏度调谐, 而 **Standard spectra tune/标准谱图调谐** 为标准谱图调谐, 其与 **Autotune/自动调谐** 相比灵敏度稍低, 但与谱库中标准谱图的匹配度更高, 适合于谱库检索与定性。此时仪器将自动完成整个调谐过程 (约 3~5 分钟) 并将调谐结果由打印机输出。调谐文件会自动保存并覆盖相应文件。如果要保存手动调谐中的参数如: 修改灯丝 1 为灯丝 2 时注意要先将调谐文件保存。

要手动保存或另存调谐参数, 从 **file/文件** 中执行以下操作:



然后点击 **view/视图** 然后选择 **instrument control/仪器控制** 返回到仪器控制界面。

注意:

自动调谐文件名为 **ATUNE.U**

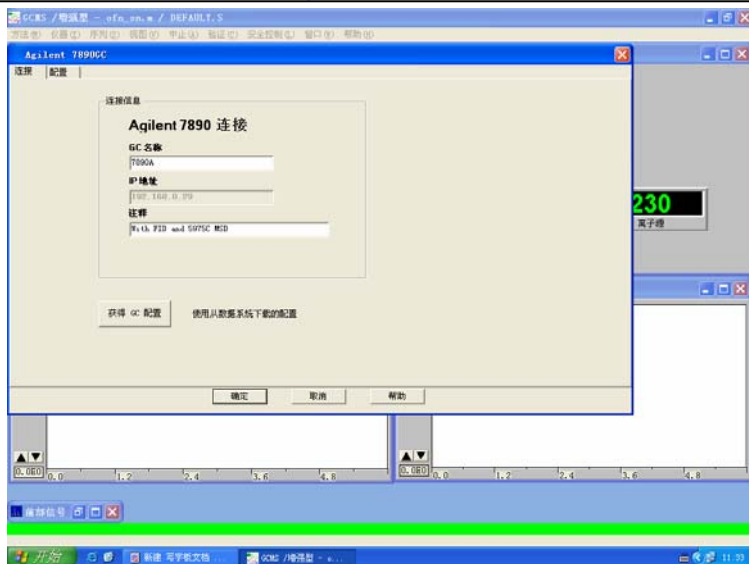
标准谱图调谐文件名为 **STUNE.U**

其余调谐方式有各自的文件名。

每次调谐之后会自动覆盖上次相同方式的调谐文件。

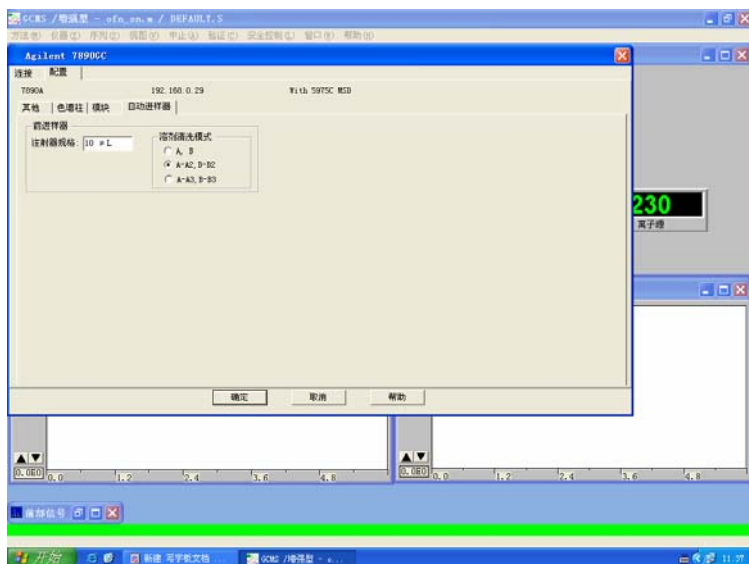
7890A 配置编辑:

点击“**Instrument/仪器**”菜单,选择“**GC Configuration.../编辑 GC 软配置**”进入如图所示画面。在“**Connection/连接**”画面下,输入 GC Name: 如“GC 7890”;可在 Notes 处输入 7890A 的配置,如“**7890GC with 5975C MSD**”。点击“**Get GC Configuration/获得 GC 配置**”按钮获取 7890A 的配置。

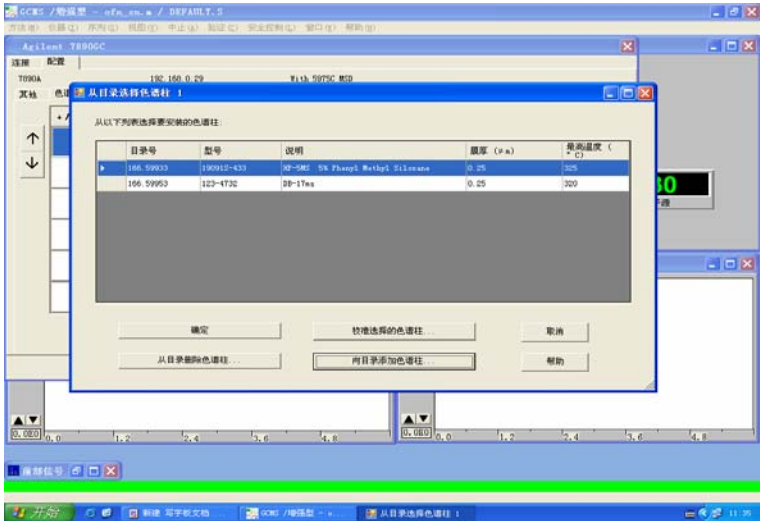


ALS 配置设定:

点击“[Configuration/配置](#)”按钮,点击“ALS”子按钮进入如下图所示画面, 输入注射器的体积, 如“10ul”; 选择溶剂清洗模式: 如 A, B. ---若无 ALS,则无此内容。

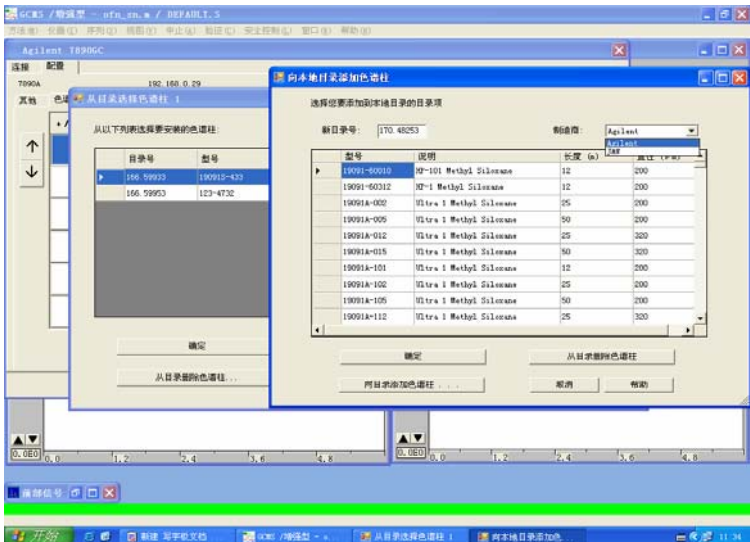


在“+/-”下方第一行空白按钮处，双击进入“Install Column 1/
从目录中选择色谱柱 1”画面。



如果要安装的色谱柱已在目录中，则选中点击确定；否则点击“Add Column to Local Inventory/向目录中添加色谱柱”按钮进入柱库，从柱子库中选择您安装的柱子，如 19091S-433。

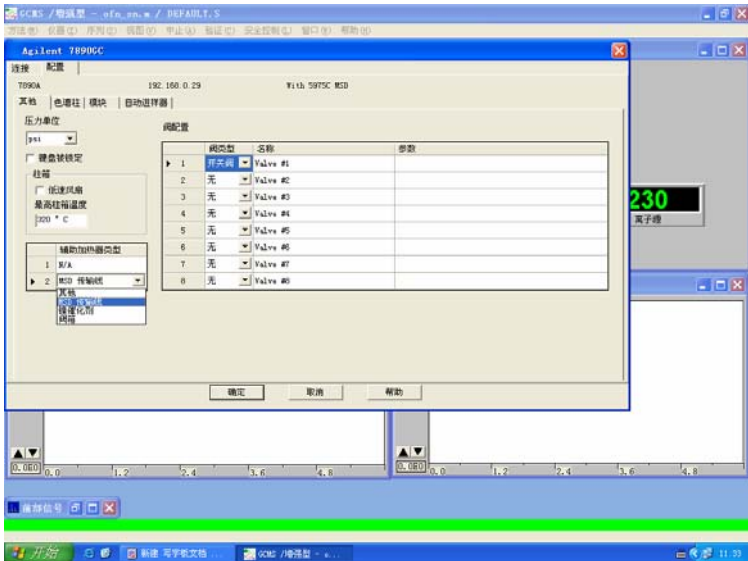
注：DB 系列的柱子在制造商为 J&W 的目录中选取。



然后点击“Add Selected Column to Inventory/向目录中添加色谱柱”钮，则该柱被加到目录中，并选中它，点击“Install Selected Column/安装选定的色谱柱”。点击该柱对应下拉式箭头选择连接的进样口、检测器及加热类型。如：Front Inlet/前进样口、Front Detector/前检测器、MSD/真空、Oven/柱箱。同样方法添加其它柱子。

其它项设定

点击“Miscellaneous/其他”进入其他项设定，如：
选择压力单位：psi；输入柱子的最大耐高温：如：325℃（19091S-433柱）。将辅助加热器类型配置为 MSD Transfer line/MSD 传输线；若阀用于进样或 DEAN SWITCH 切割，在 Valve Type/阀类型区域选择阀号，并选择类型为“Switching Valve/开关阀”，（仪器上有几个阀就选几个，与 Time Table 配合使用进行阀进样/切换）。点击“Ok”退出配置画面。



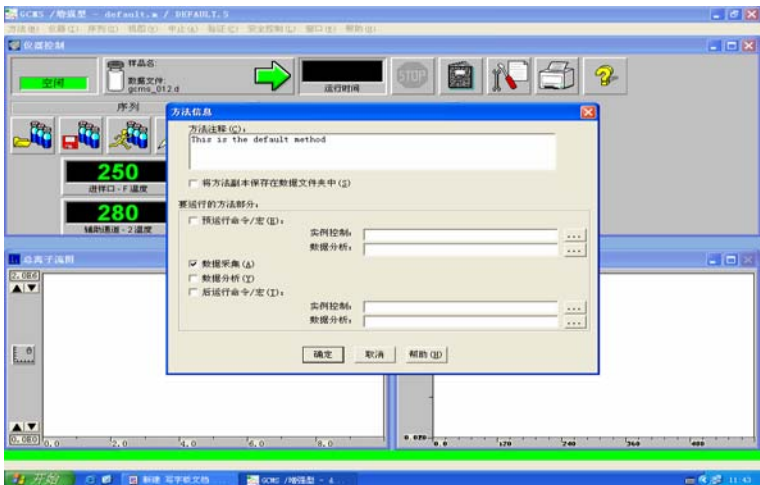
数据采集方法编辑:

开始编辑完整方法

从“Method/方法”菜单中选择“Edit Entire Method/编辑完整方法”项，如下图所示，选中除“Data Analysis/数据分析”外的三项，点击“OK/确定”，进入下一画面。

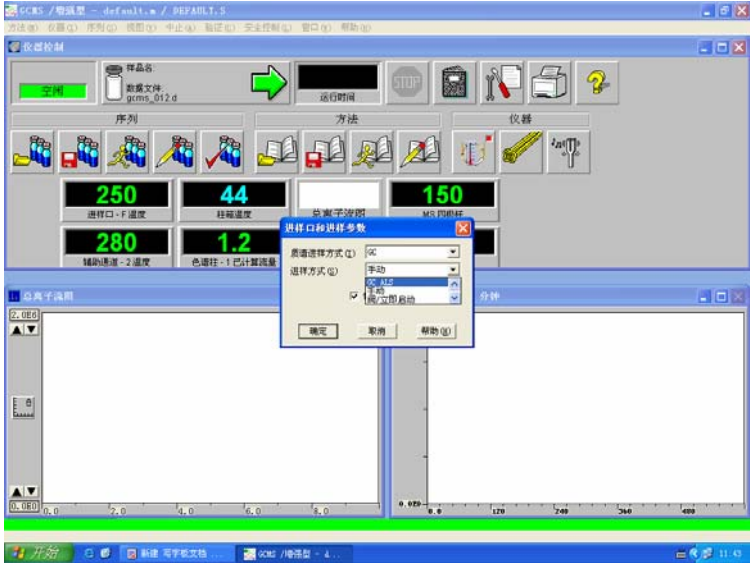


编辑关于该方法的注释：然后点击“OK/确定”



进样器选择

如果未使用自动液体进样器 7683B，则在“**Select Injection Source/Location/进样方式**”画面中选择“**Manual/手动**”，使用则选择“**GC ALS**”。

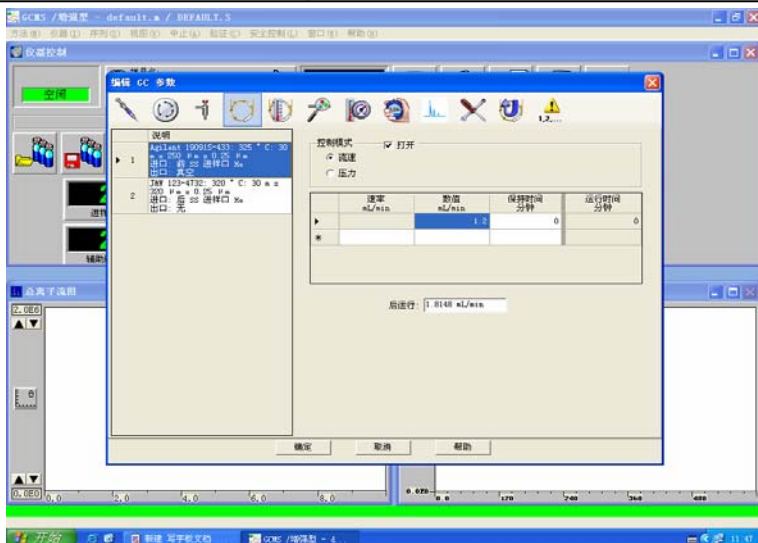


点击“**Ok/确定**”，进入下一画面。

柱模式设定

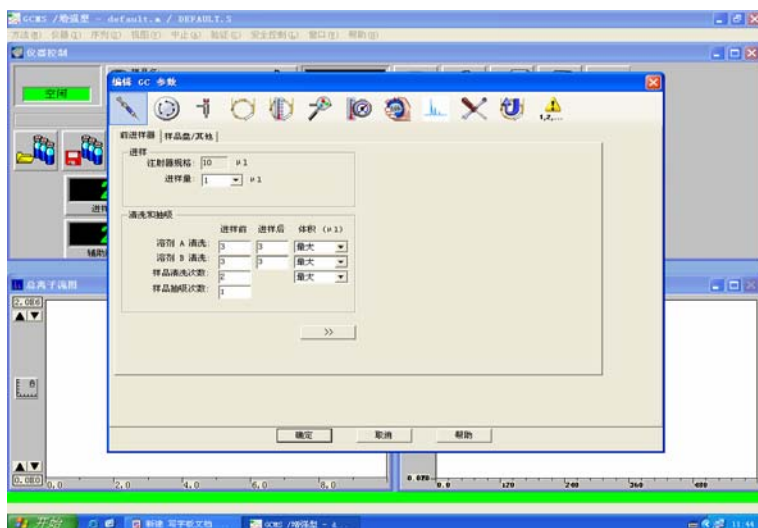


如下图，点击“”图标，进入柱模式设定画面，在画面中，点击鼠标右键，选择“**Download method to GC/从 GC 下载方法**”，再用同样的方法选择“**Upload method from GC/从 GC 上传方法**”；点击“**1**”处进行柱 1 设定，然后选中“**On**”左边方框；选择控制模式，“**flow/流速**”或“**pressure/压力**”。如：选择 **flow/流速**，输入 1.2



进样器参数设定

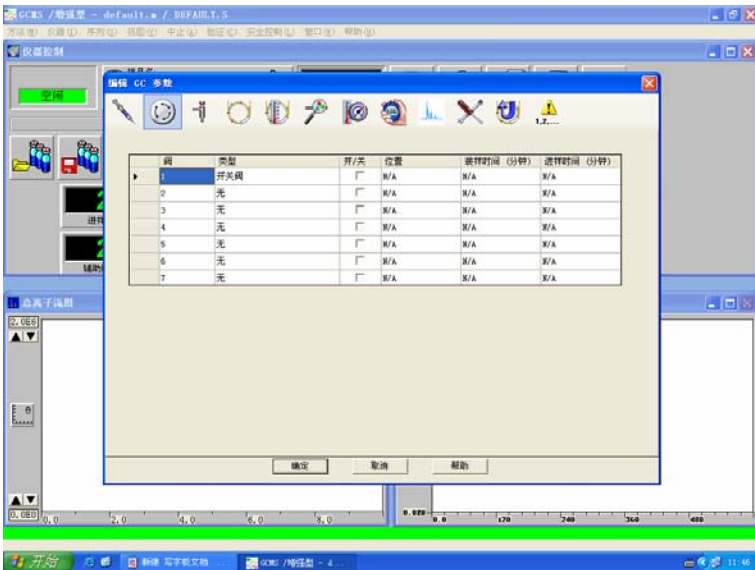
点击“”图标，进入进样器参数设定画面。点击“**Front Injector/前进样器**”或“**Back Injector/后进样器**”按钮，进入参数设定画面。选中进样体积（如 1ul）



PreInj—进样前, **PostInj**—进样后; **Volume (ul)** —清洗的体积 ;
Sample Wash—用样品洗针次数; **Solvent A Wash**—溶剂 A 洗针的次数;
Solvent B Wash—溶剂 B 洗针的次数; **Pumps**—赶气泡抽吸的次数,
 5-6 次左右即可。

阀参数设定

点击 “” 图标, 进入阀设定画面。



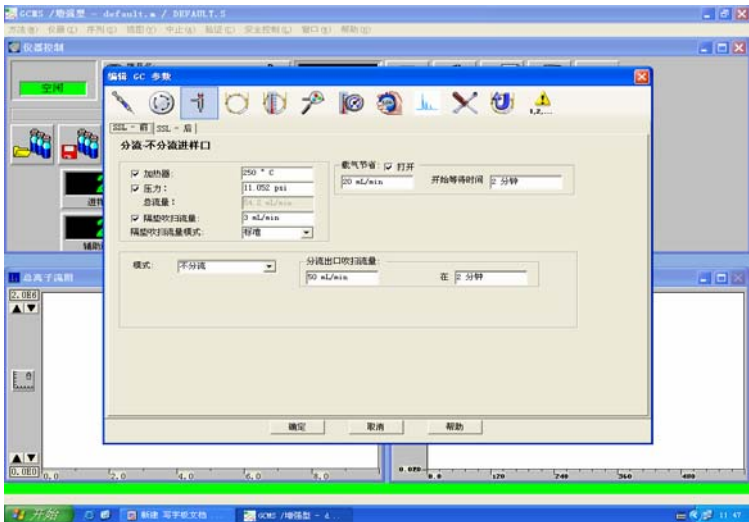
若阀用于进样或 dean switch 切换, 在 Type 区域选择类型为 “Switching Valve”, 初始状态: **Off**。(仪器上有几个阀就选几个, 与 Time Table 配合使用进行阀进样)。

分流不分流进样口参数设定

- 点击 “” 图标, 进入进样口设定画面。点击 “**SSL-Front/ SSL-前**” 或 “**SSL-Back/SSL-后**” 按钮进入毛细柱进样口设定画面。
- 点击 “**Mode/模式**” 右方的下拉式箭头, 选择进样方式为不分流方式

“Splitless/不分流”或“Split/分流”。

- 在空白框内输入进样口的温度（如 250℃），然后选中左边的所有方框；
- 选择“**Septum Purge Flow Mode/隔垫吹扫流量模式**”为“**Standard/标准**”，并输入隔垫吹扫流量：如：3ml/min。对于特殊应用亦可选择“**Switched/可切换的**”，进行关闭。
- 在“**Purge Flow to Split Vent/分流出口吹扫流量**”下边的空白框内输入吹扫流量（如 0.75min 后 60ml/min）；如图所示，选择分流方式，则要输入分流比或分流流量。

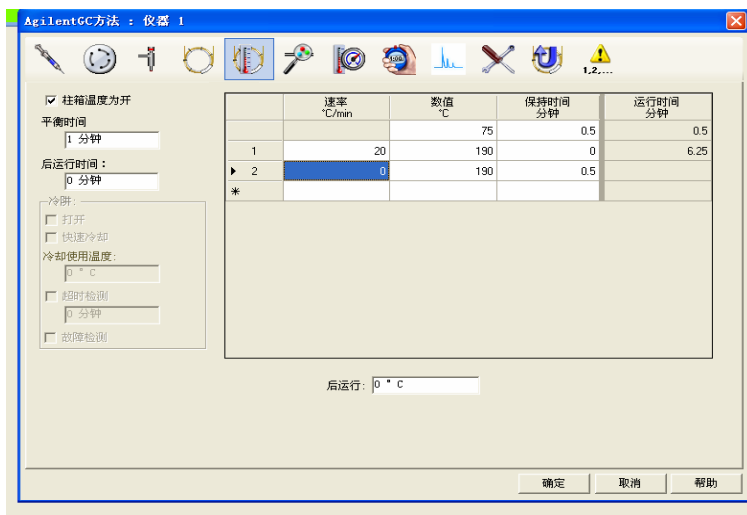


柱温箱温度参数设定

点击“ ”图标，进入柱温参数设定。在空白表框内输入温度，选中“**Oven Temp On/柱箱温度为开**”左边的方框；Ramp---升温阶次；℃ /min—升温速率；Hold min—保持的时间；输入柱子的平衡时间（如 1min）；

下图为一程序升温的例子：

75℃(0.5min)---20℃/min---190℃(3min)



AUX 参数设定

点击 “” 图标，进行辅助参数设定。

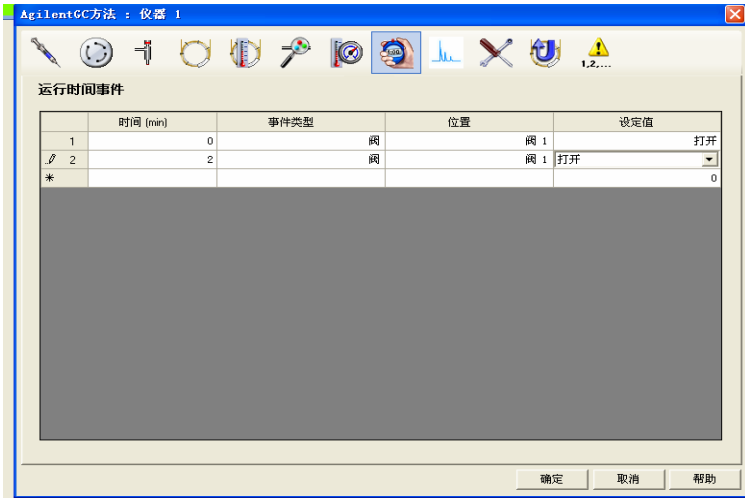
在辅组加热区设定质谱的接口温度如 280°C

时间表设定

点击 “” 图标，进入时间表参数设定，在 “**Time/时间**” 下方的空白处输入时间（如 0.01min），点击 “**Event type/事件类型**” 下方的下拉式箭头，选中事件（如，阀）；

点击 “**Position/位置**” 下方的下拉式箭头，选中事件的位号（如阀 1）；点击 “**Set point/设定值**” 下方的下拉式箭头，选中事件的状态（如打开）。

输入完一行，依此输入多行。点击 “**OK/确定**” 钮。



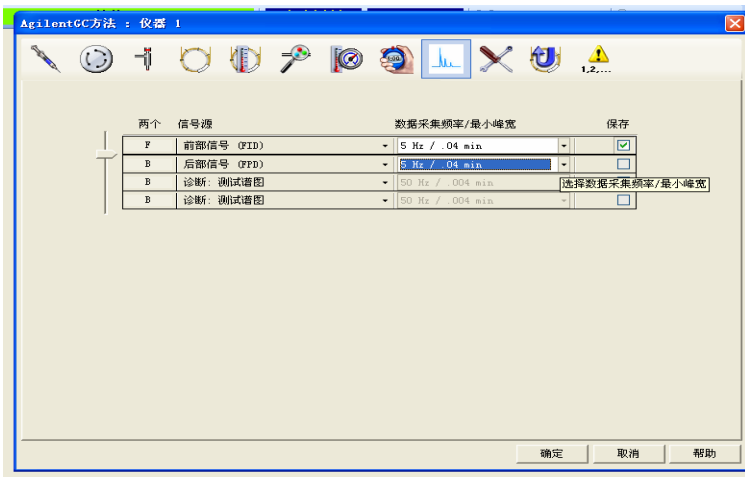
19、信号参数设定:

点击“”图标，进入信号参数设定画面。

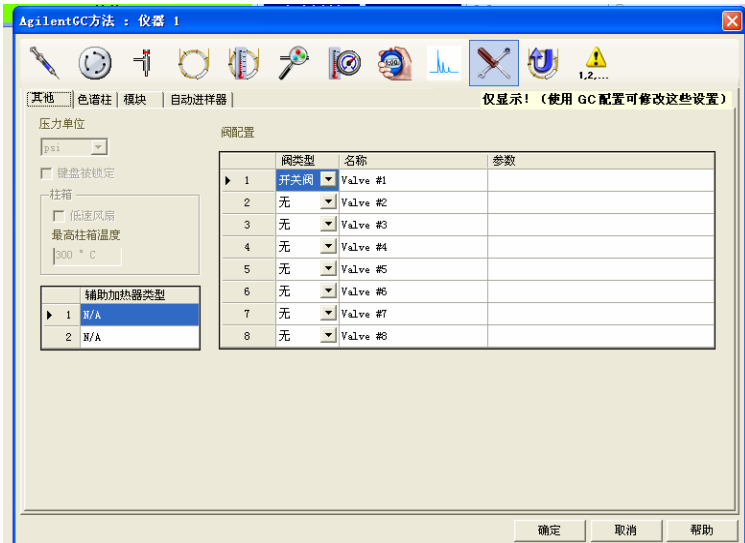
点击“**Signal Source/信号源**”下方下拉式箭头，选择“**Front Signal/前部信号**”，本例中为 **FID**；

点击“**Data Rate/Min Peak Width/数据采集频率/最小峰宽**”下方的下拉式箭头，选择数据采集数率（如 5HZ），

选择“**Save Data/保存**”，存储所有的数据。



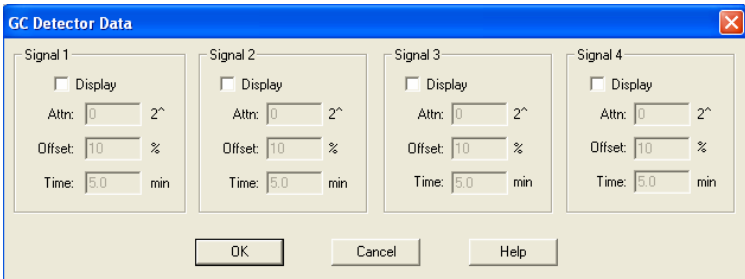
点击 “”，进行配置浏览。



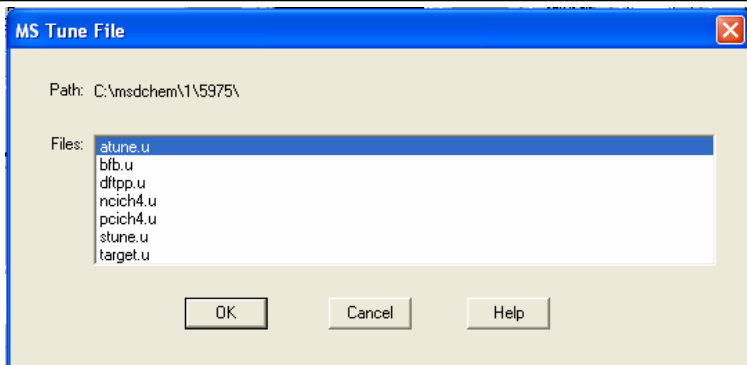
点击 “OK/确定”，进入下一画面。

- 以下采用英文工作站界面，中文工作站请参考相应位置及图标

若 GC 包含有其他检测器且正在使用,在是否需要实时绘图所使用的信号“Display/显示”前打钩,然后点击“OK/确定”,如果没有 GC 检测器,直接按“OK/确定”跳过此画面。

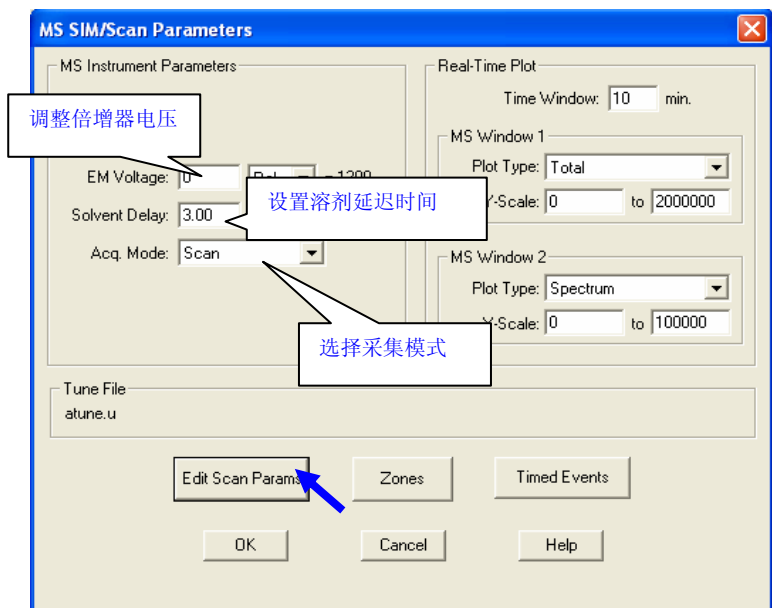


选择所需的质谱调谐文件，然后点击“OK/确定”



编辑扫描方式质谱参数

点击“Edit Scan Params/编辑扫描参数”编辑扫描参数



根据分析需要设置扫描质量范围。如果对样品不很熟悉不必分组：

Edit Scan Parameters

Scanning Mass Range | **Threshold and Sampling Rates** | Plotting

	Start Time (minutes)	Start at Mass... (amu)	End at Mass... (amu)
Scan Group 1 ☒	3.00	50.00	550.00
Scan Group 2 ☐			
Scan Group 3 ☐			

Summary of Settings

Group	Start Time	Low Mass	High Mass	Threshold	Samples	S
1	3.00	50.00	550.00	150	2	2

Low to High mass range must be in ascending order from 1.60 - 800.00.

Close Help

根据分析需要设置阈值和采样速率

Edit Scan Parameters

Scanning Mass Range | **Threshold and Sampling Rates** | Plotting

	Threshold (counts)	Sampling Rate (2 ⁿ)
Scan Group 1	150	2
Scan Group 2		
Scan Group 3		

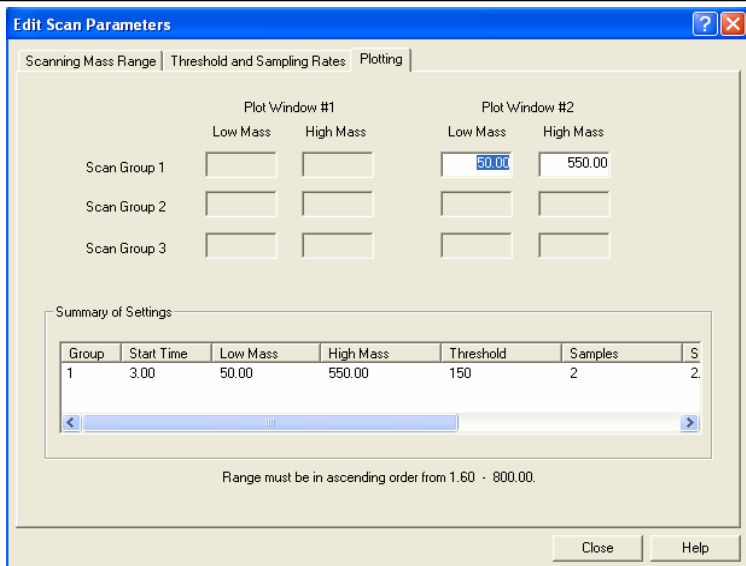
Summary of Settings

Group	Start Time	Low Mass	High Mass	Threshold	Samples	S
1	3.00	50.00	550.00	150	2	2

Any mass abundances falling below this value will be ignored... valid values are 0 - 99999.

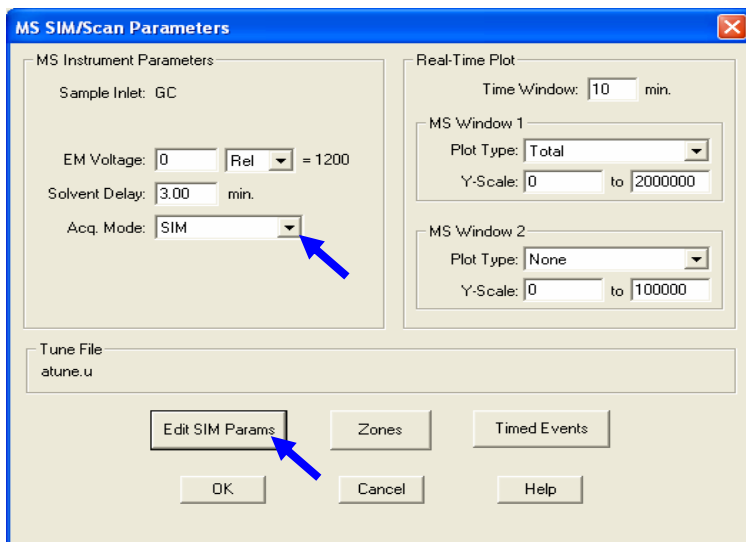
Close Help

设置实时绘图参数：然后点击“Close/关闭”完成扫描参数设定。



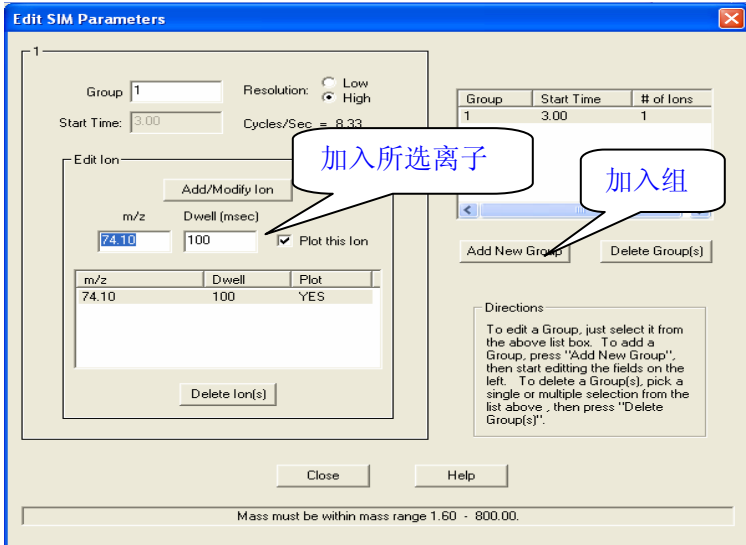
编辑 SIM 质谱参数

编辑 SIM 方式参数点击“Edit SIM Params/编辑 SIM 参数”编辑选择离子参数

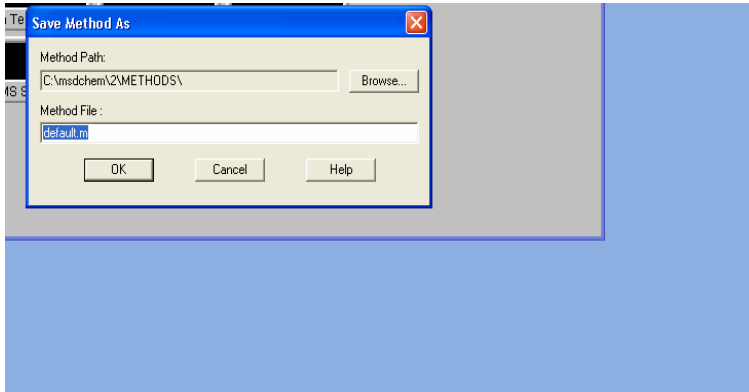


编辑 SIM 参数:

停留时间 (dwell time) 和分辨率参数适用于组里的每一个离子。在 Dwell 列中输入的时间是消耗在选择离子的采样时间。它的缺省值是 100 毫秒。它适用于在一般毛细管 GC 峰中选择 2-3 个离子的情况。如果多于 3 个离子, 使用短一点的时间 (如 30 或 50 毫秒),

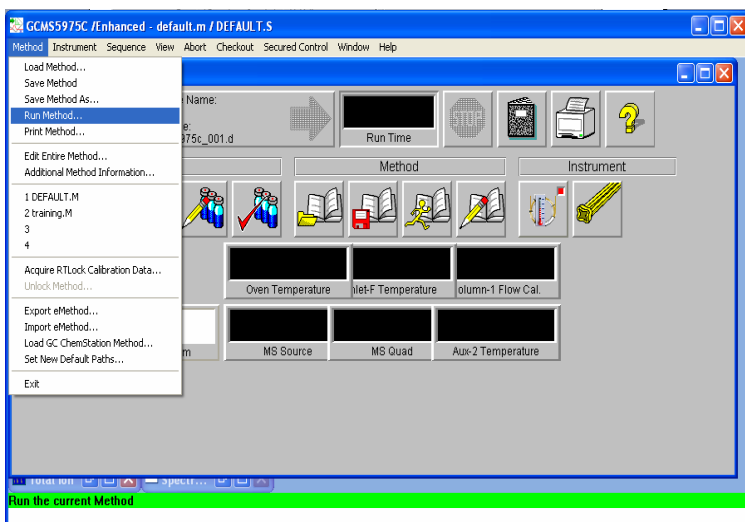


编辑完 SIM 参数后, 在 “Edit SIM Params” 画面点击 “OK”



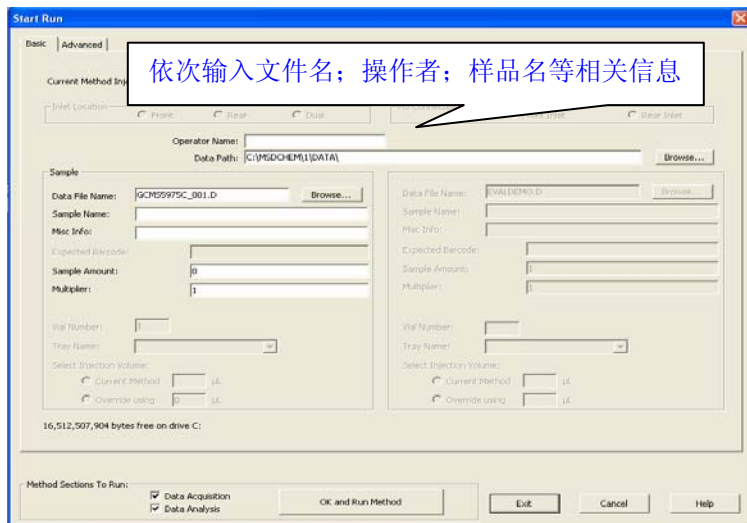
采集数据

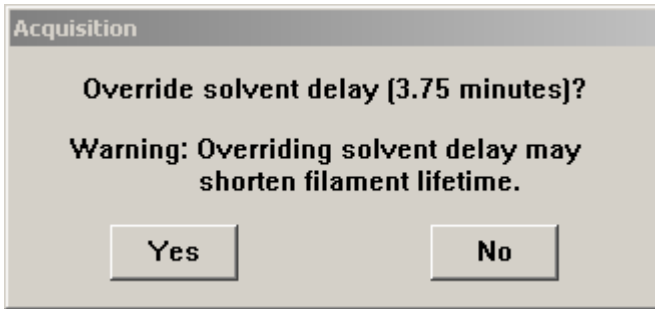
从 **Method/方法** 菜单下点击 **Run Method/运行方法** 来运行一个方法。



若仪器配有自动进样器则将自动完成数据的采集

若为手动进样则依提示在 GC 面板上先按“**PreRun**”键，待仪器准备好后进样的同时按 GC 面板上的“**Start**”键，以完成数据的采集。





注意：

当工作站询问是否取消溶剂延迟时,回答 NO 或不选择。如果回答 YES 则质谱开始采集, 容易损坏灯丝。

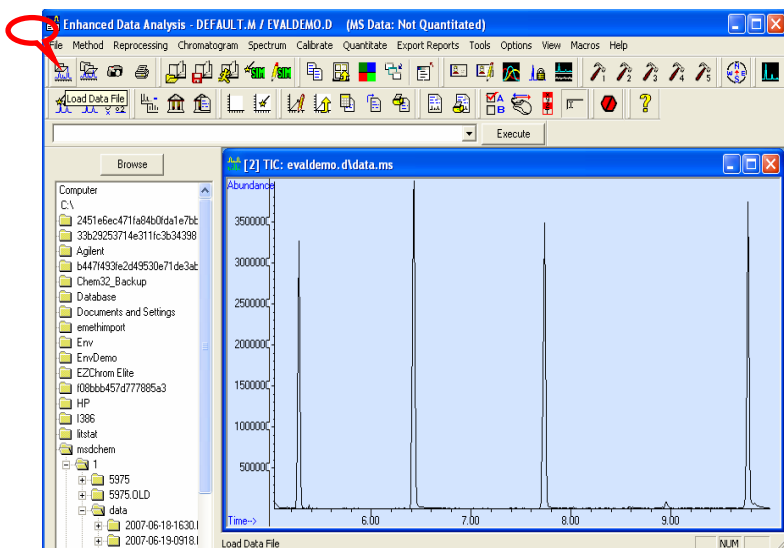
数据分析

要想进行谱库检索您首先要购买并安装好商业谱库(如 NIST 05 谱库)或已建立好自己的用户谱库。

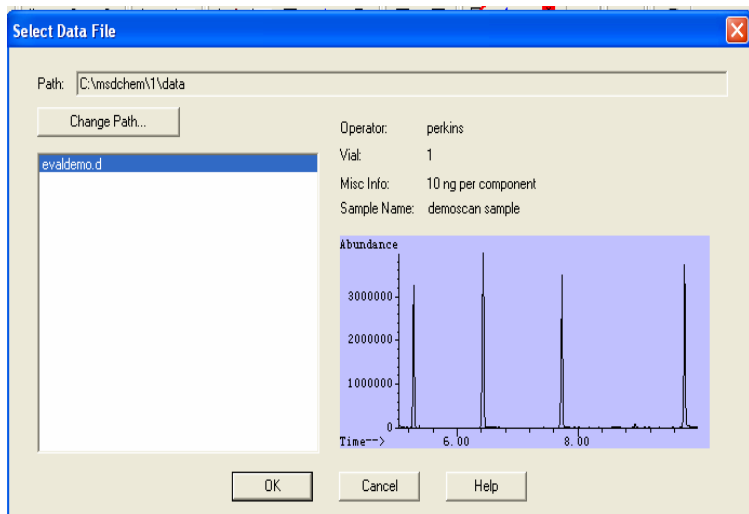
双击桌面上的“Instrument #1 Data Analysis”图标，
打开 MSD 的 Data Analysis



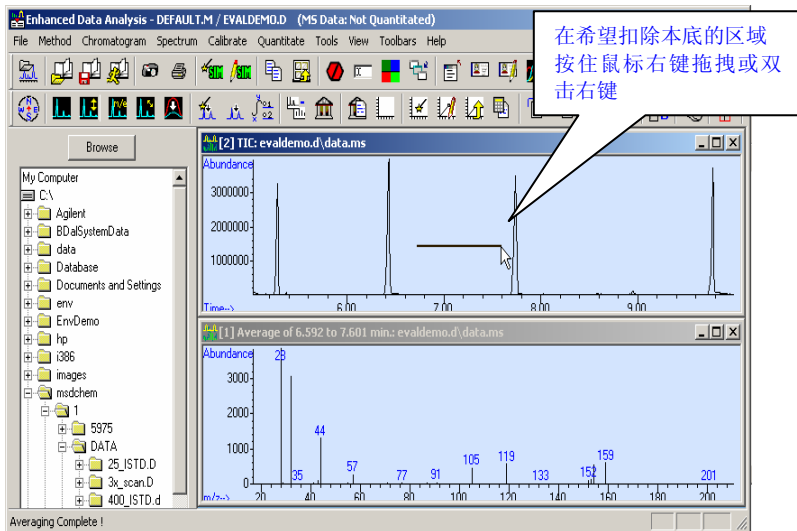
点击下图中圆圈中图标调入数据文件。



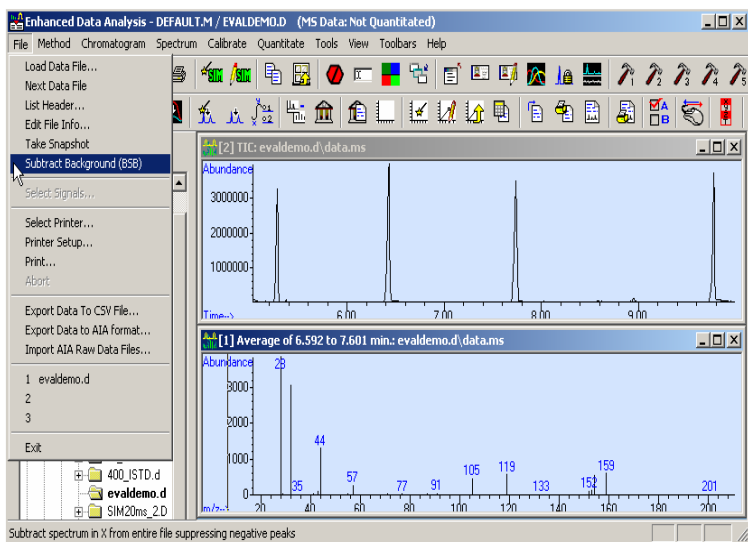
选择所要处理的数据文件，然后点击“OK/确定”



按下图所示本底扣除。



执行本底扣除操作。

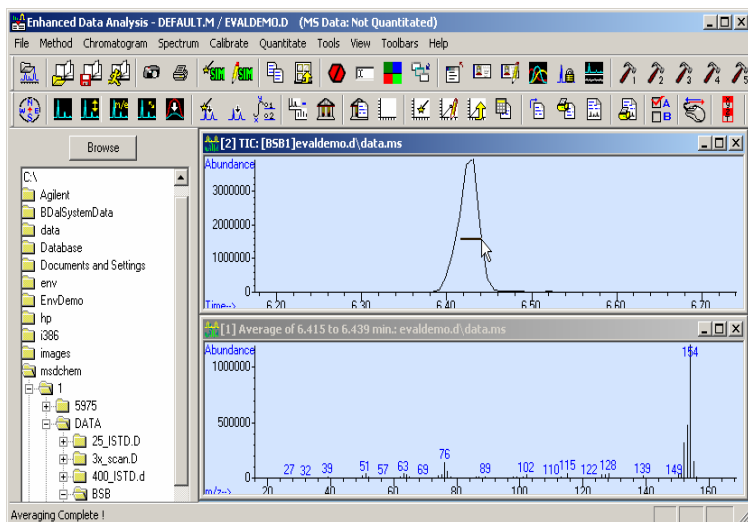


经过扣除本底的文件以原文件名保存在 DATA/BSB 文件夹中。

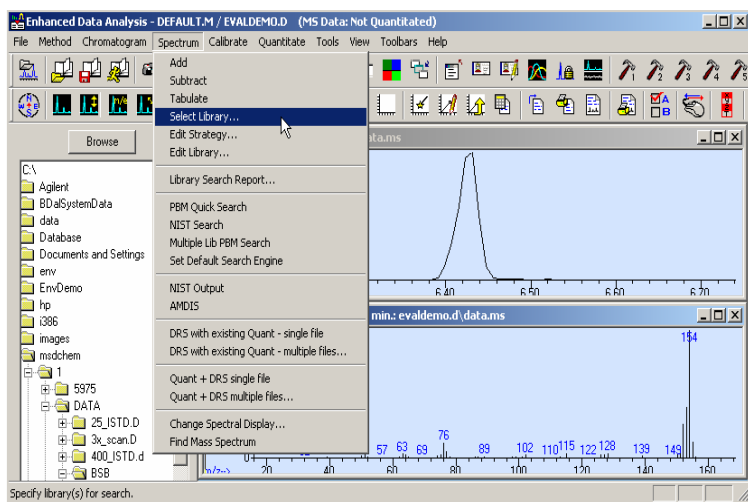
得到目标化合物的质谱。

用右键双击化合物 TIC 谱图得到该化合物的质谱图

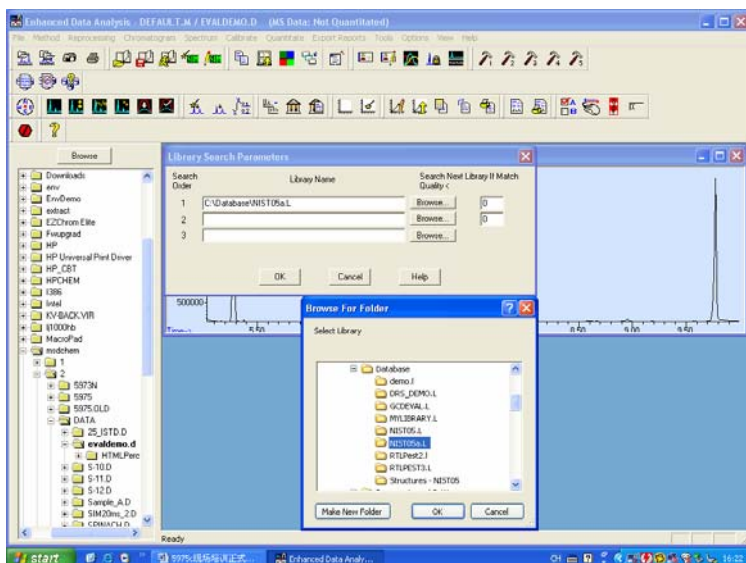
用鼠标右键在目标化合物 TIC 谱图区域内拖拽可得到该化合物在所选时间范围内的平均质谱图，右键双击则得到单点的质谱图。



选择谱库

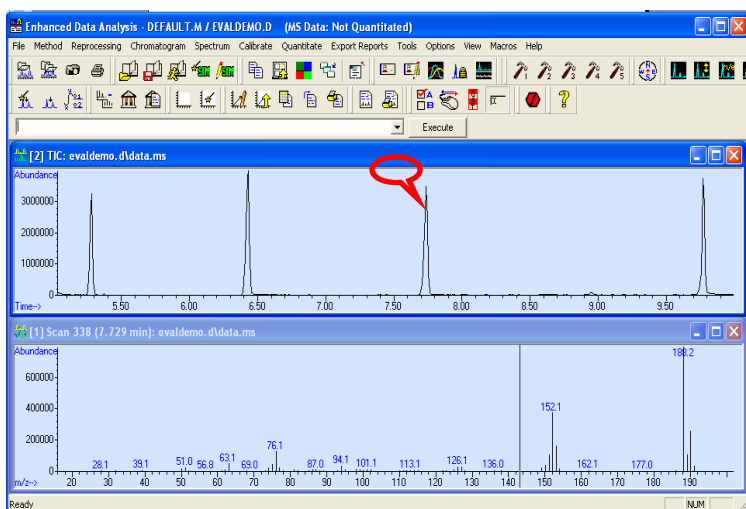


按“Browse/浏览”在 Database 目录下选择所需的谱库



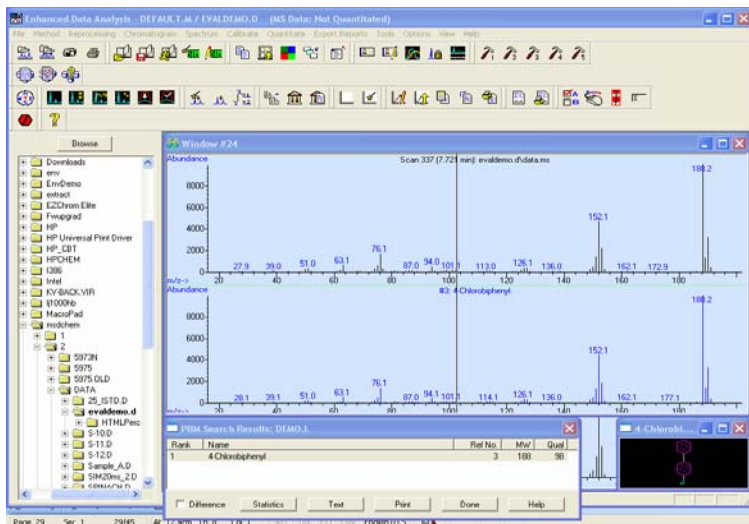
选中谱库名后点击“OK/确定”

在如图所示的总离子流图的峰位置双击右键得到该保留时间的质谱图；



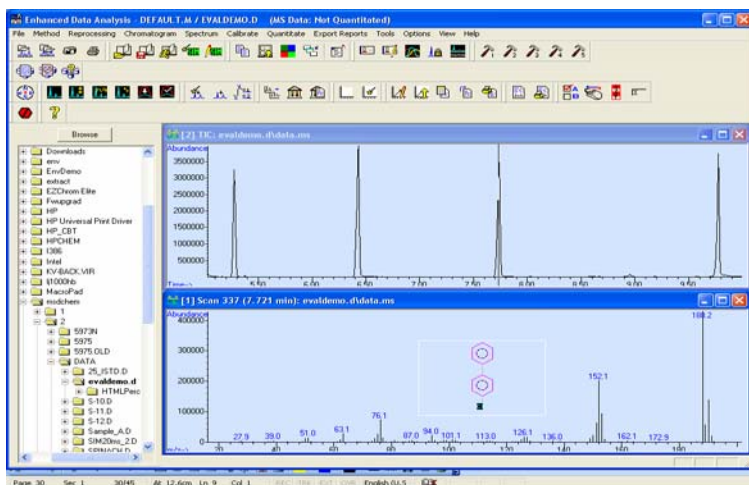
在得到的质谱图区域任意位置双击鼠标右键，即可得到该谱图在所

选谱库中的检索结果



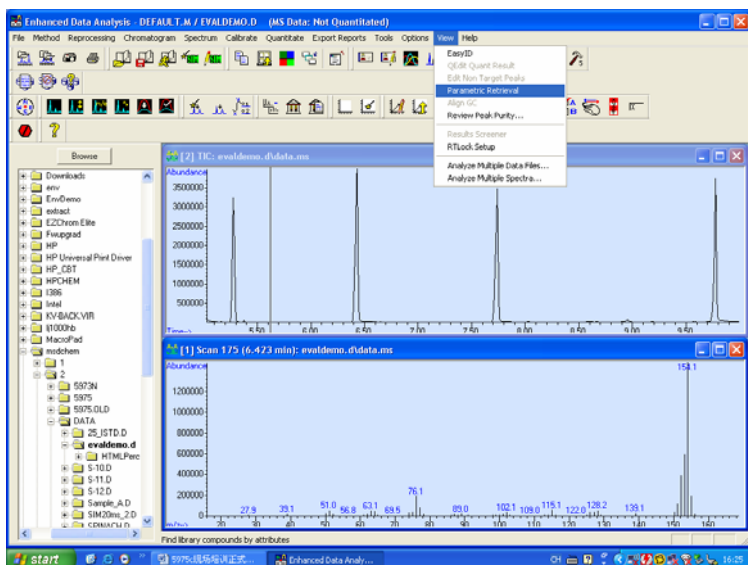
将结构式加注在质谱图上

在上图选择合适的检索结果，单击“Done/完成”，然后在质谱图的目标位置按住鼠标右键拖拽一个矩形即可将该化合物的结构式加注到谱图上。



如果您购买了NIST05谱库, 若在谱库检索过程中没有结构式, 使用如下步骤解决:

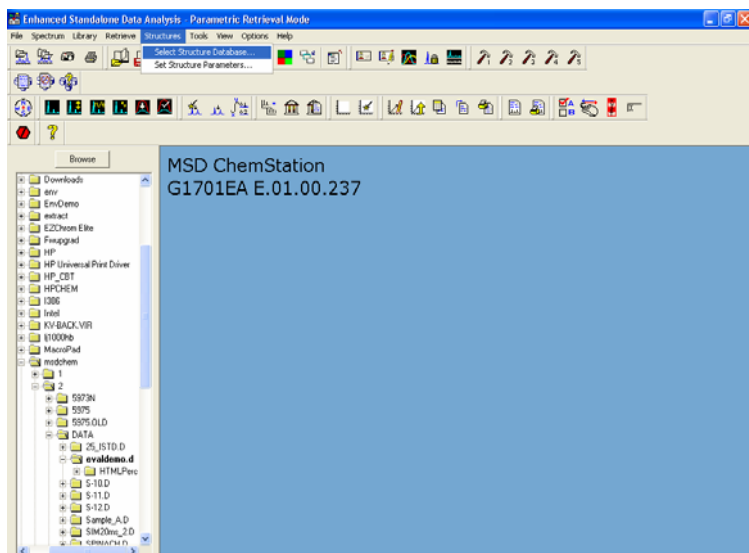
点击“**View/视图**”菜单, 选择“**Parametric Retrieval/参数反检索**”



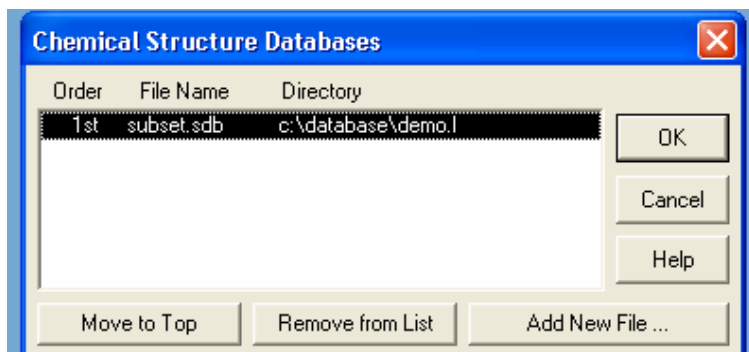
出现如下画面后选择“**Cancel/取消**”

点击“**Structure/结构**”菜单, 选择“**Select structure database/**

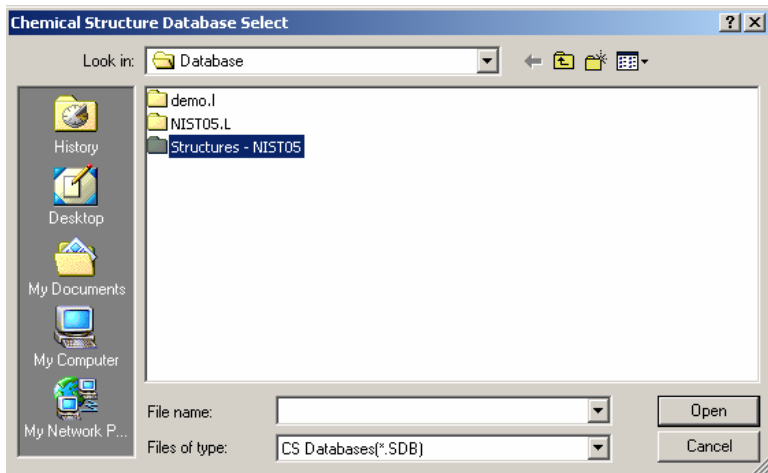
选择结构库”



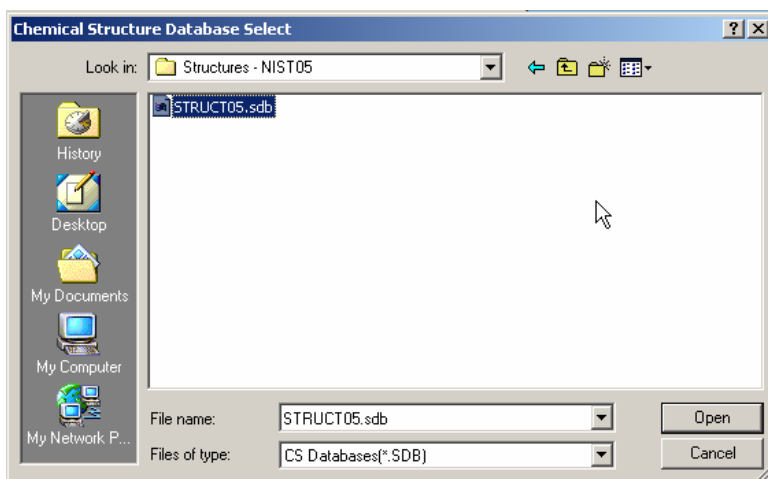
出现如下画面



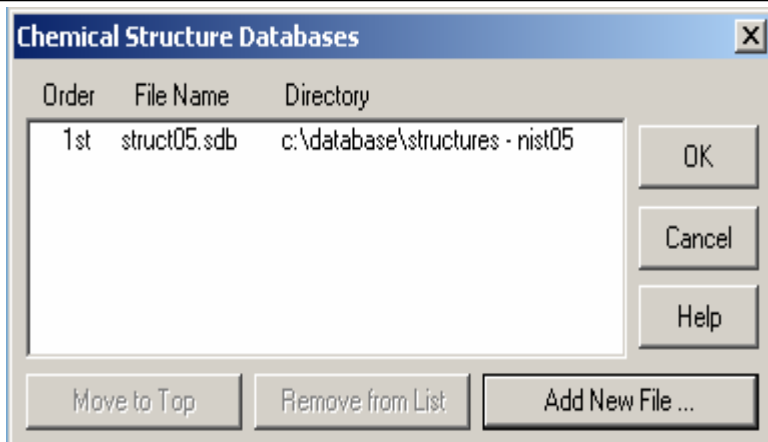
如果原先的文件为Demo谱库中的结构式库，选中该文件然后点击
“Remove from List/从列表中删除”，接下来点击 “Add New File/
添加新文件”



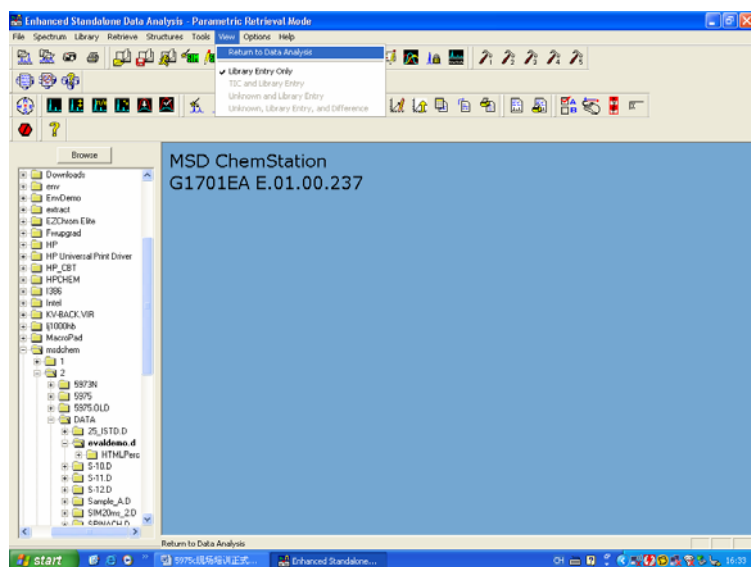
选中Database文件夹下的Structures-NIST05文件夹，如下图在Structures-NIST05文件夹下选中STRUCT05.sdb文件，然后点击“Open/打开”



出现下图后，单击“OK/确定”，如果使用NIST 02, 请选择Molestruc文件夹并做相应选择。

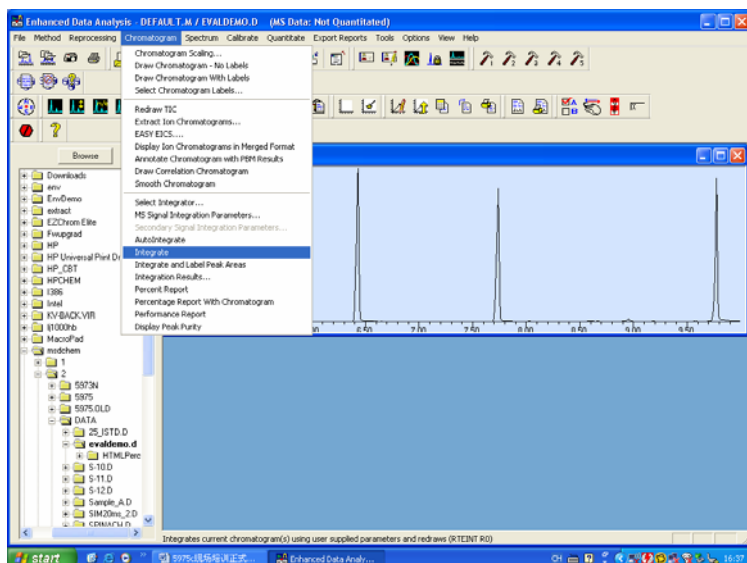


由于目前数据分析仍处于Parametric Retrieval/参数反检索模式下，点击“View/视图”菜单然后选择“Return to Data Analysis/返回到数据分析”返回到正常的数据分析模式。

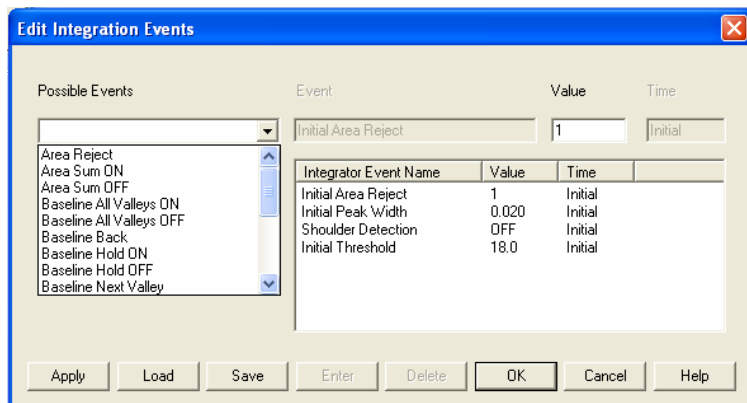


百分比报告

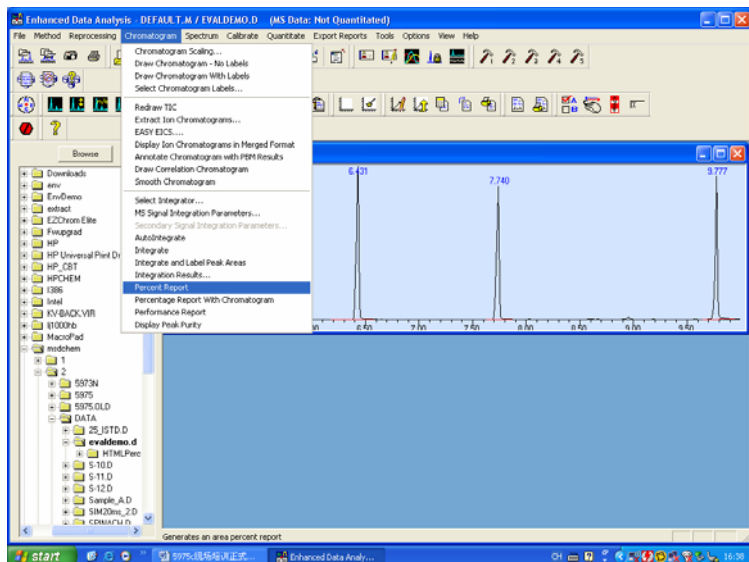
在 Method/方法下调入采集此数据的方法,然后积分。



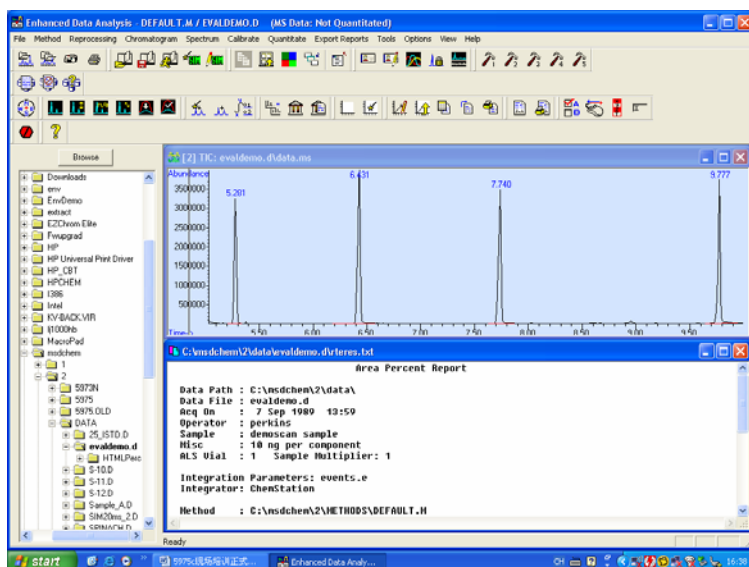
通过点击“Auto Integrate/自动积分”或“Integrate/积分”得到积分结果，如果对自动积分的结果不满意，可以到 Chromatogram/ 色谱图 菜单选择“Ms Signal Integration Parameters/质谱信号积分参数”更改积分参数，然后选择“Integrate/积分”，直到得到满意的积分结果。



选择百分比报告



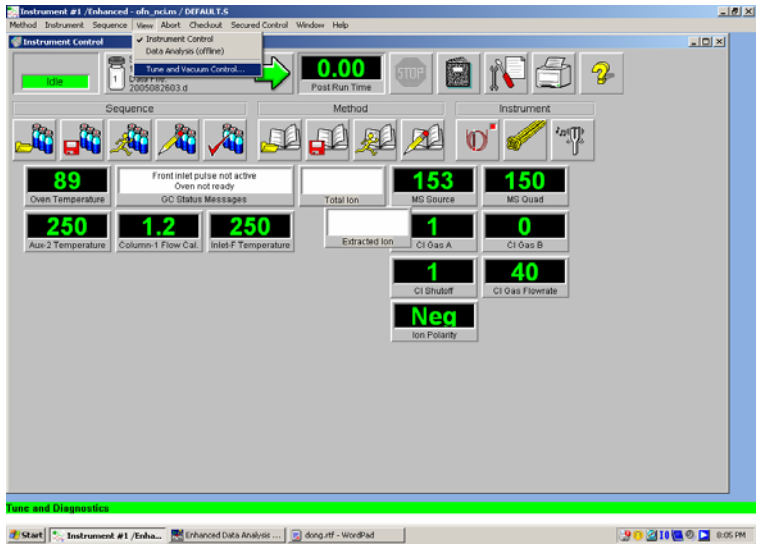
结果显示如下:



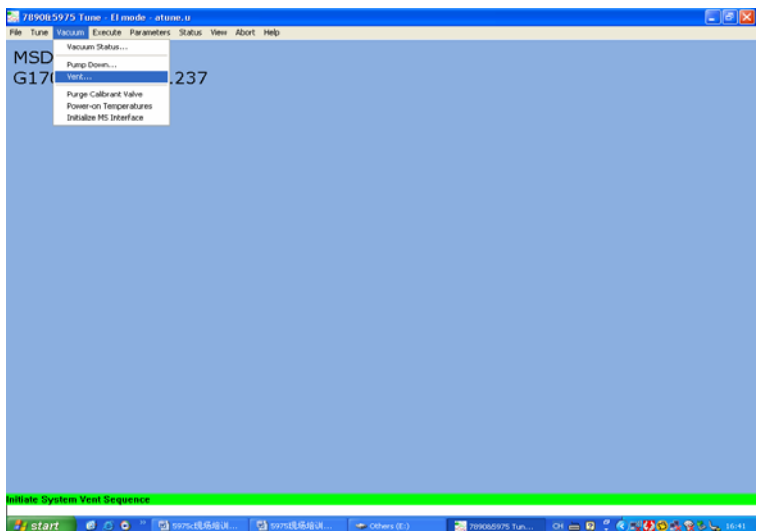
*到安捷伦培训部参加培训培训了解更多定量方式……

关机

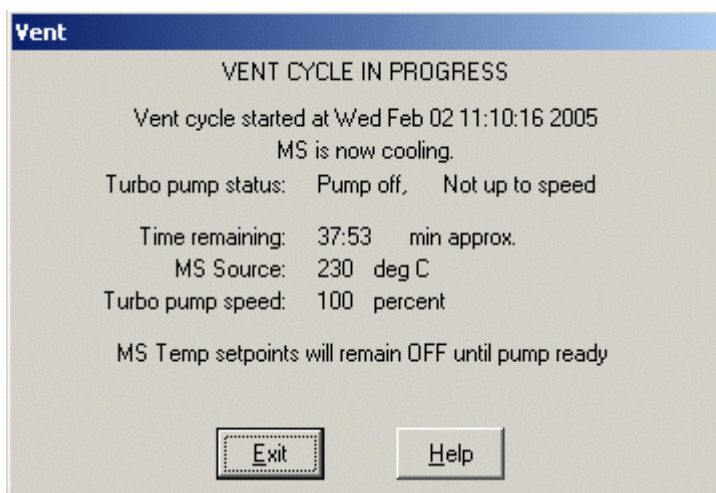
在操作系统桌面双击 Instrument #1 图标进入工作站系统进入 Tune and Vacuum Control/调谐和真空控制界面



选择“Vent/放空”



在跳出的画面中点击“OK/确定”进入放空程序。



- MSD 的接口温度由 7890 控制，请手动降温，或在放空前调用一个预先编好的 GC 关机程序，避免烫伤!

如果是涡轮泵系统，需要等到涡轮泵转速降至 0 percent 左右，同时离子源和四极杆温度降至 100℃ 以下，大概 40 分钟后退出工作站软件，并依次关闭 GC、MSD 电源，最后关掉载气。

GC及MSD的维护与保养

有关GC及MSD的维护与保养请参阅Agilent出版物：

- 1、《Agilent GC 系统的维护》出版号：5988-5847CHCN
- 2、《GC/MS系统的维护与保养》出版号：5988-3960CHCN
- 3、《Maintaining your Agilent GC and GC/MS Systems》出版号：5989-1925EN

如需以上资料请致电Agilent 化学分析部用户服务中心免费专线：800-8203278或访问我们的网站：www.agilent.com/chem

附：GC-MS 化学电离源（CI）操作

1. 注意事项

- 使用纯度高于 99.999%的反应气
- 将甲烷反应气接在 A 通道；甲烷钢瓶减压阀输出调至 20psi（或 0.14Mpa）
- 软件自动流量控制显示的为总流量的百分比（甲烷反应气总流量为 5ml/min）
- 当关闭 A 或 B 路反应气而打开 B 或 A 路反应气时，系统设置了 6min 的延迟时间
- CI 电离源可以在不放空的情况下当作 EI 电离源使用，请存为单独的 EI-CI 调谐文件
- 当从 EI 源换成 CI 源时，建议首先将系统设定为 PCI 模式。

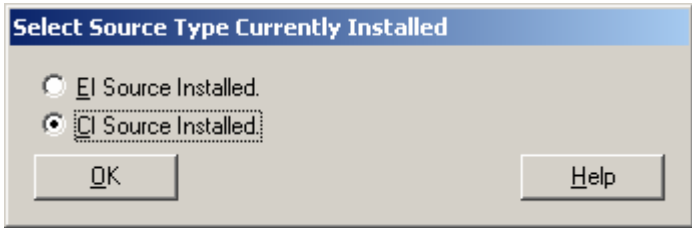
2. 化学电离源的安装

- 放空质谱真空系统，关闭仪器电源和化学工作站
- 待质谱系统温度降到接近室温（放空设置为离子源 100℃）后，向左侧翻转质谱仪顶盖，用 VENT 阀放空系统，断开连接线，打开分析器的侧板
- 用干净的镊子断开各种连接线，小心取出 EI 电离源，放置在电离源专用盒中
- 从电离源专用盒中取出化学电离源，小心装在分析器上，用专用螺丝固定好离子源，正确连接各种连接线，安装化学电离源锥形密封帽到毛细管出口的接口上
- 检查各种连接线是否正确，关闭 VENT 阀和分析器侧板

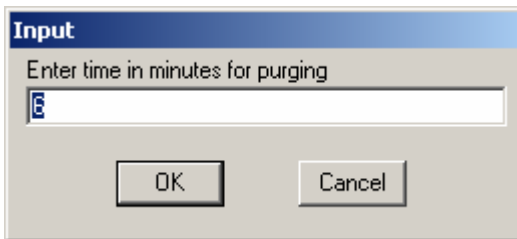
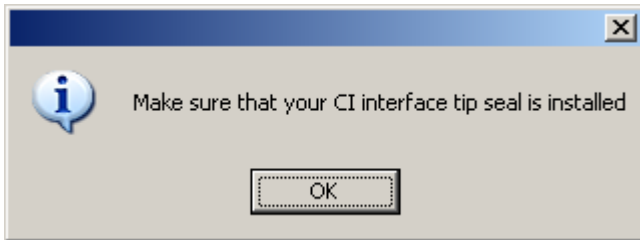
打开侧板后的所有操作均要戴干净的手套进行，换下来的电离源应放置在专用盒中，避免污染。

3. 化学电离源的操作

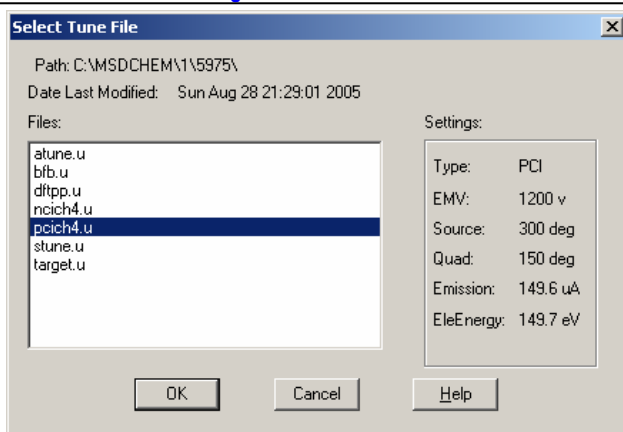
- 打开载气、反应气开关，确保各个接口不漏气；
- 打开 GC、MSD 电源开关，（将真空腔侧板向里推，防止侧板漏气）；
- 打开 MS 化学工作站，进入调谐和真空控制系统，PUMP DOWN 质谱系统，依照以下步骤进行。



- 确认 CI 接口处的弹簧已经放入，确认管线已经连接，确认 Purge 的时间。



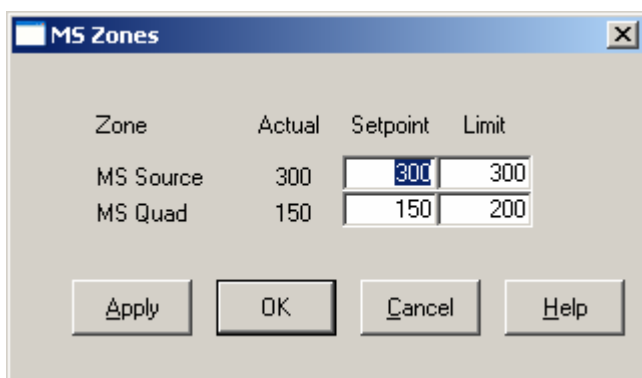
- 选择调谐文件。



4. 调谐

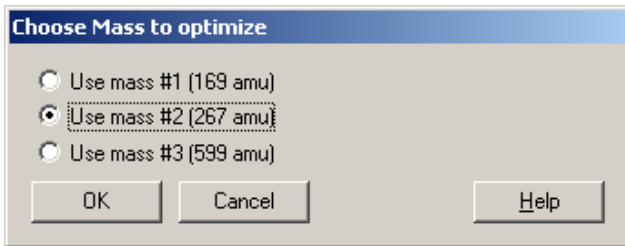
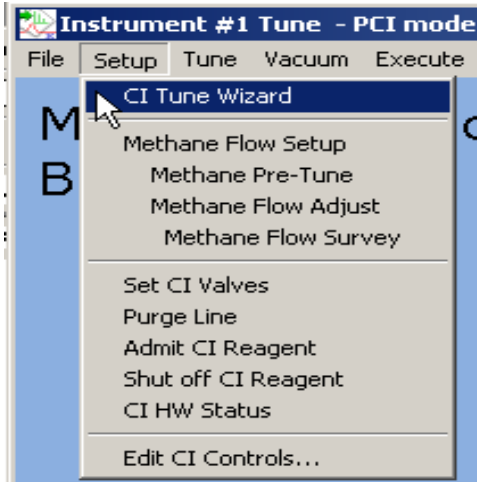
- 调谐前烘烤整个系统至少两小时，对 NCI，为获得最好灵敏度，需要 24 小时；

	PCI	NCI
离子源	300°C;	150°C
四极杆	150°C	150°C



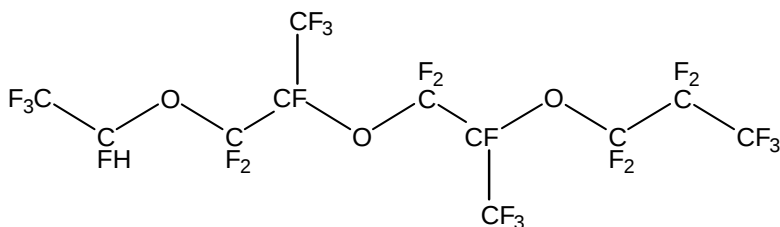
- 调谐设置：如用甲烷做反应气，调用 PCICH4.U 调谐文件，待系统达到稳定状态后，进入 **Tune and Vacuum Control** 界面，在 **SETUP** 画面依次进行各步骤，在 **CI Tune Wizard** 接受各步骤的缺省值，依据您要分析的化合物的 m/z 选择要

优化的质量数，以提高其灵敏度。

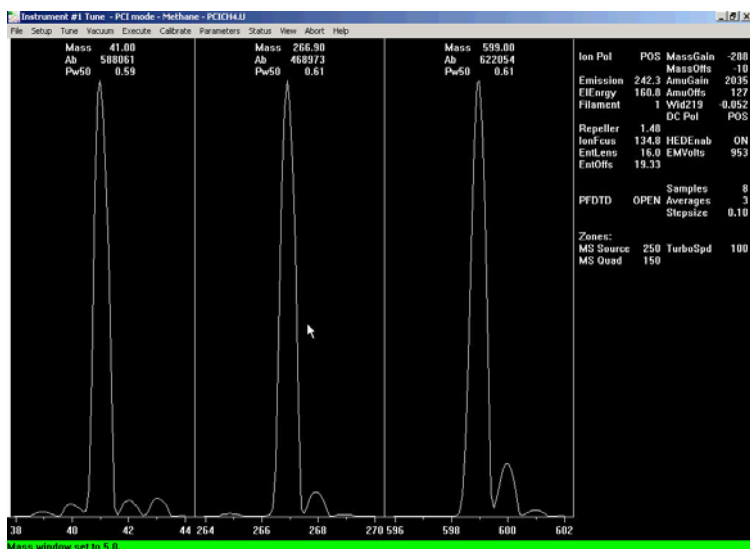
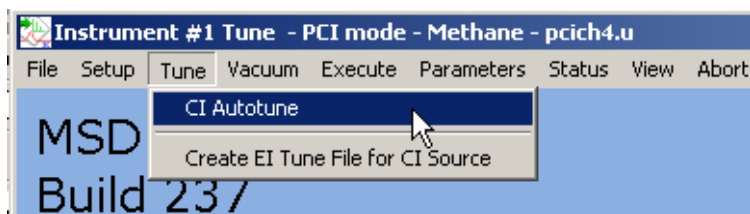


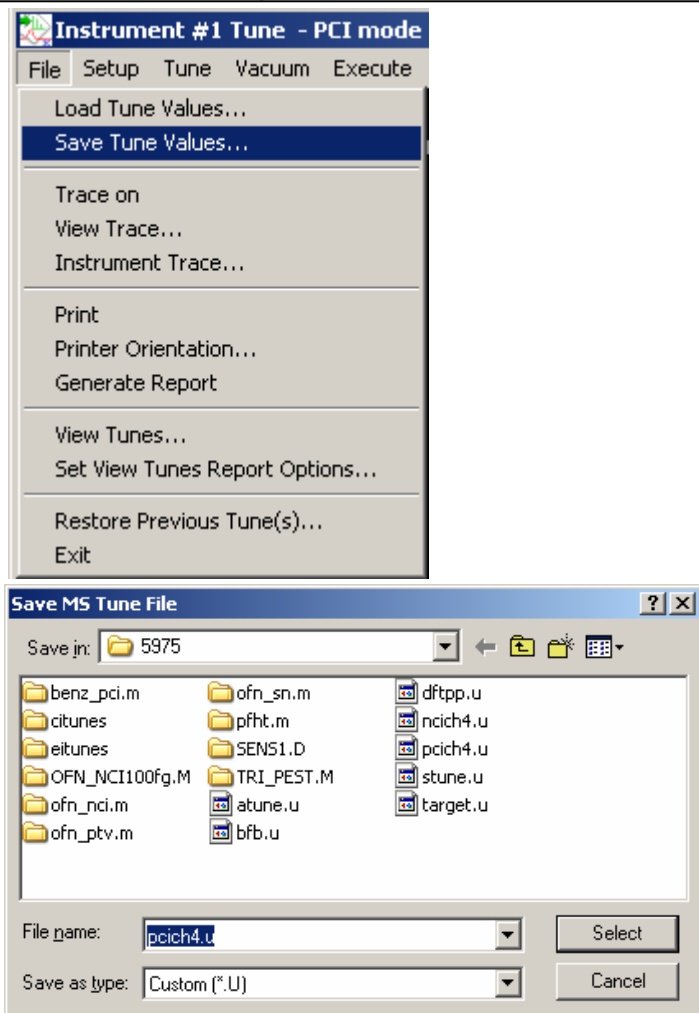
- 甲烷流量设置：在 **Setup** 画面, 选择 **Methane Flow Setup**, 此步会调谐仪器以优化甲烷试剂气离子 m/z 28/27 的比例, 接下来进行甲烷流量调节, 逐步增加甲烷流量并记录 m/z 28/27 的比例在 1.5-5.0 之间, 然后软件进行 **Methane Flow Survey**, 选择合适的甲烷流量。
- 调谐: 待系统达到稳定状态后, 进入 **Tune and Vacuum control** 画面, 如用甲烷做反应气, 调用 **PCICH4.U**, 在 **Tune** 菜单下选择 **CI AUTOTUNE** 进行自动调谐, 保存调谐文件。CI 源调谐标样为:

PFDTD (2H-perfluoro-5, 8-dimethyl-3, 6, 9-trioxadodecane)



分子式: $C_{11}HF_{23}O_3$ 分子量: 618.12





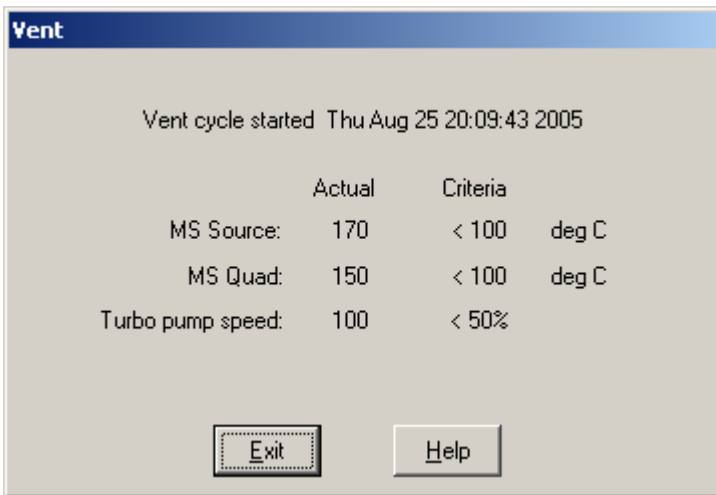
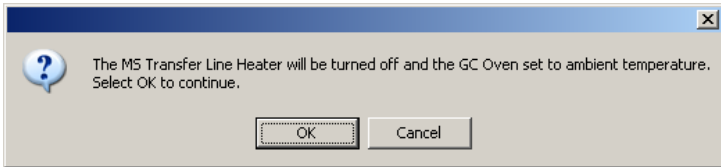
如果化学电离源自动调谐通过，表示系统已达到工作状态。

- 进入仪器控制界面，先在 MS 图标下选择 pcich4.u 或 ncich4.u 调谐文件，然后再设置 GC 和 MS 参数，保存方法并进行样品分析。否则离子源和四极杆的温度会按照当前方法中设置。

- 用 CI 方式采集数据时，可以将阈值适当降低些。扫描范围适当减小，（低质量端可以从较高质量数开始）。

5. 放空系统

- 进入调谐和真空控制系统，从真空控制菜单下选择 **VENT**，根据提示逐步放空系统。



****注意:

安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任，我们会适时推出新版本的培训教材，恕不另行通知。