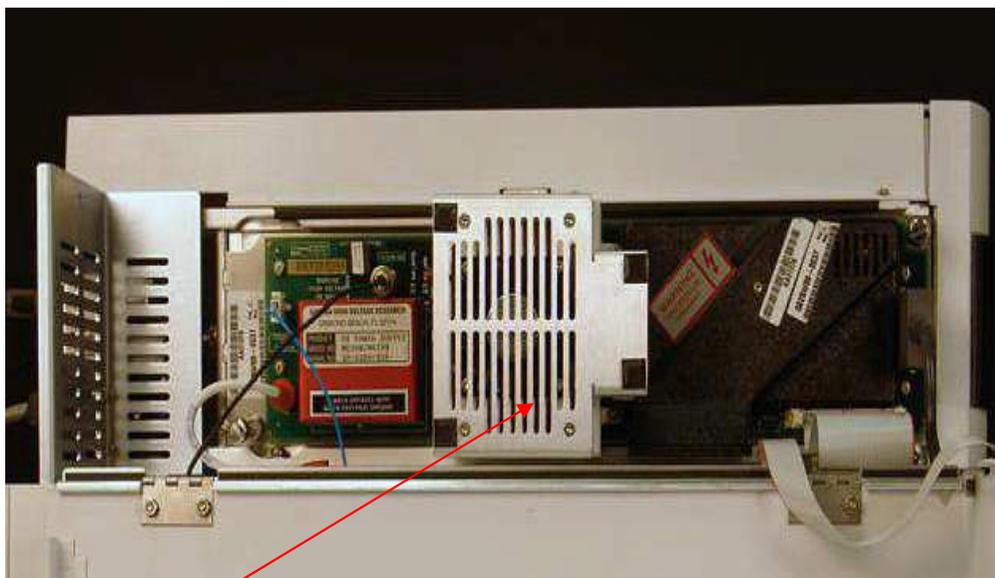


# MSD真空/漏气问题

1, 开机后, 真空上不去, 几分钟后前极泵自动关闭, 这种情况一般是大量漏气造成的, 需要检查侧板是否紧闭、放空阀是否关闭、柱子是否接好。



如果在侧板没有合紧的情况下开启质谱, 大量空气进入, 会造成分子涡轮泵转速上不去或者扩散泵不加热, 启动质谱时紧推侧板, 等自动吸紧再松手。



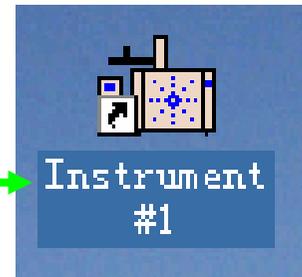
检查放空阀处于关闭状态

# MSD真空/漏气问题

## 正确的MSD开机操作

- 1、打开载气（He）控制阀，设置分压阀压力至0.5MPa；
- 2、打开计算机，进入Windows操作系统；
- 3、打开6890NGC、5975MSD电源，等待仪器自检完毕；
- 4、在计算机桌面双击“Instrument #1”，进入MSD化学工作站；
- 5、在 Instrument Control菜单中，观察真空泵状态；
- 6、20分钟后，观察离子源、四极杆温度；
- 7、1-2小时后，观察空气、水的状态；

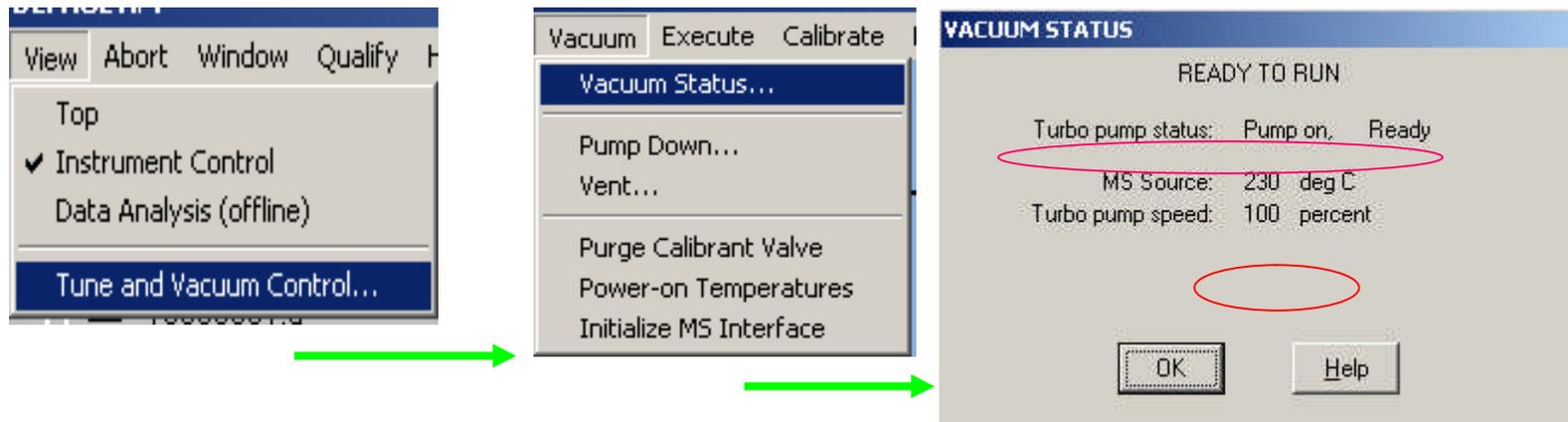
PC桌面的图标



# MSD真空/漏气问题

## 观察真空泵状态

- 1、在 Instrument Control界面中，单击View菜单，选择Tune and Vacuum Control进入调谐与真空控制界面；
- 2、在Vacuum菜单中选择Vacuum Status，观察真空泵运行状态；

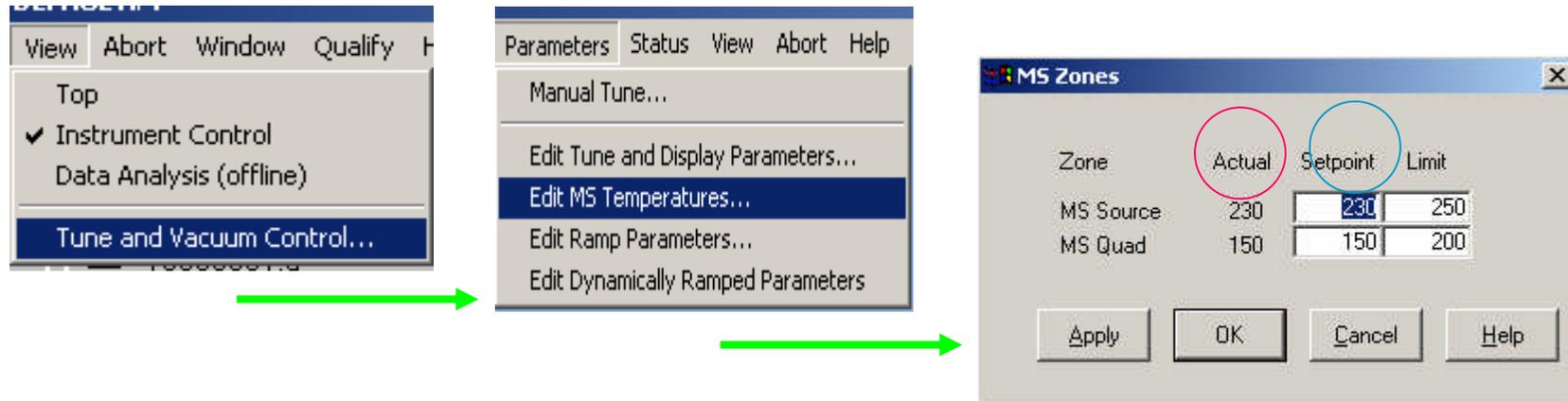


如果仪器真空泵配置为分子涡轮泵，状态显示涡轮泵转速Turbo Pump Speed应很快达到100Percent，否则，说明系统有漏气，应检查侧板是否压正、放空阀是否拧紧、柱子是否接好；如果仪器真空泵配置为扩散泵，状态显示压力Pressure应很快达到100mTorr左右，否则，说明系统有漏气，应进行上述检查。

# MSD真空/漏气问题

## 观察离子源、四极杆温度

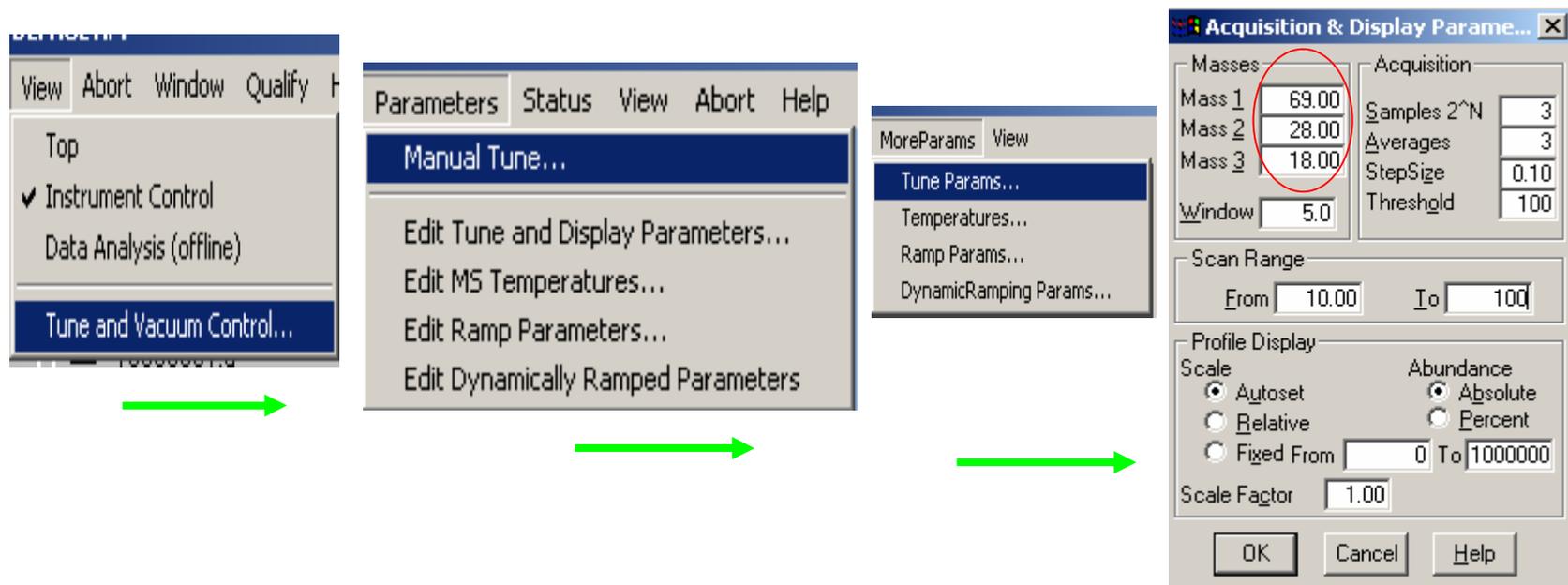
- 1、在 Instrument Control 界面中，单击View菜单，选择Tune and Vacuum Control进入调谐与真空控制界面；
- 2、在Parameter菜单中选择Edit MS Temperatures...，观察离子源、四极杆温度；
- 3、观察离子源MS Source、四极杆MS Quad温度的实际值Actual达到设定值Setpoint，说明质谱温度已经准备好。



# MSD真空/漏气问题

## 观察空气、水的状态（一）

- 1、在 Instrument Control 菜单中，单击 View 菜单，选择 Tune and Vacuum Control 进入诊断与真空控制界面；
- 2、在 Parameters 菜单中单击 Manual Tune...，进入编辑质谱参数；
- 3、在更多参数 MoreParams 单击采集参数 TuneParams...；
- 4、在采集参数中，将 Mass 1 设为 69、Mass 2 设为 28、Mass 3 设为 18，单击“OK”。

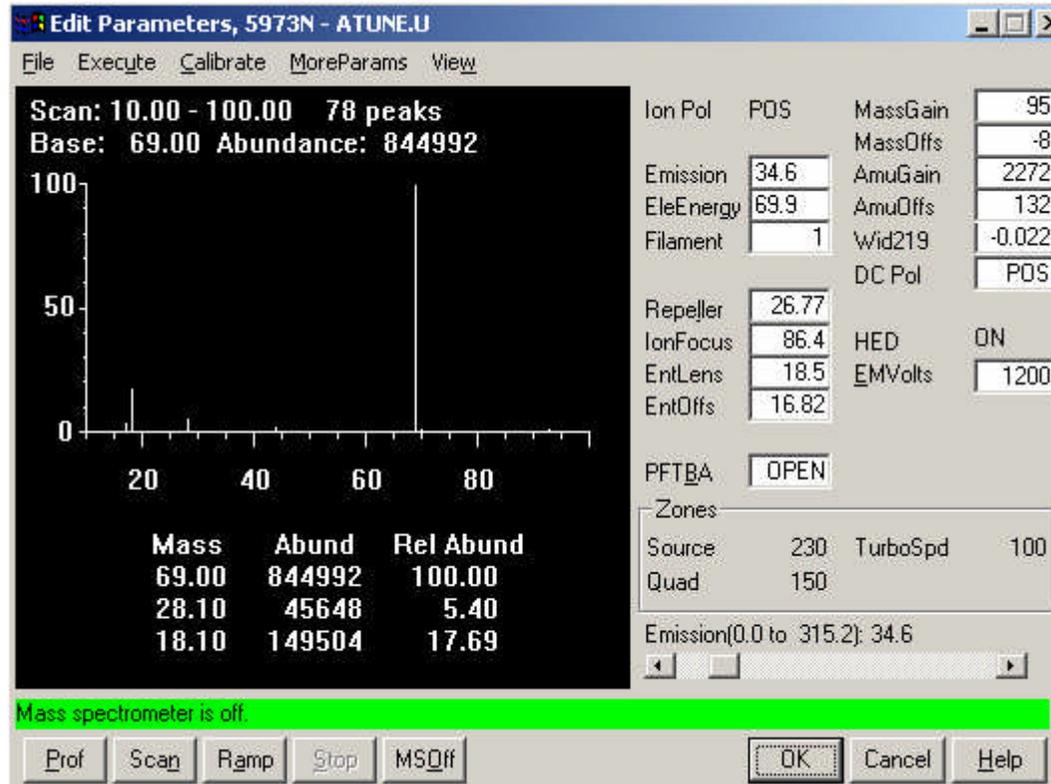


# MSD真空/漏气问题

## 观察空气、水的状态（二）

单击扫描Scan，质谱进行扫描分析，完毕后单击Stop、MSOff，停止扫描操作。

观察28、18对69的相对丰度Rel Abund，如果氮气28/69<10%，水18/69<20%说明质谱真空状态已经准备好。



# MSD真空/漏气问题

## 2, MSD漏气诊断;

MSD的漏气点有：进样口、柱子接头（进样口和质谱两个接头）、放空阀、以及侧板漏气等。

1), 观察氮气与69的相对丰度, 如果 $28/69 > 10\%$ , 说明系统里氮气过高, 仪器稳定两个小时以上还高于 $10\%$ , 应当观察氧气, 在第五张幻灯里把Mass3改为32, Scan, 如果28/69很高, 而32/69很低, 说明质谱状态很好, 氮气来自载气。载气上的净化管很容易吸附氮气, 尤其是更换新的载气气源后, 解决此类问题的方法是打开GC进气管, 放空5分钟左右, 问题即可解决; 如果放空后情况依然, 则一定是载气气源的问题, 应及时更换气源。

如果氮气、氧气的丰度较高而且比例接近3-4:1, 说明系统有漏气。

## 2), 漏气诊断过程:

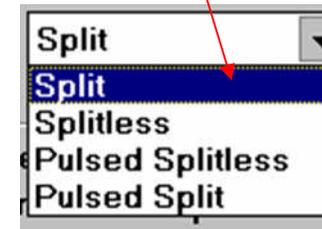
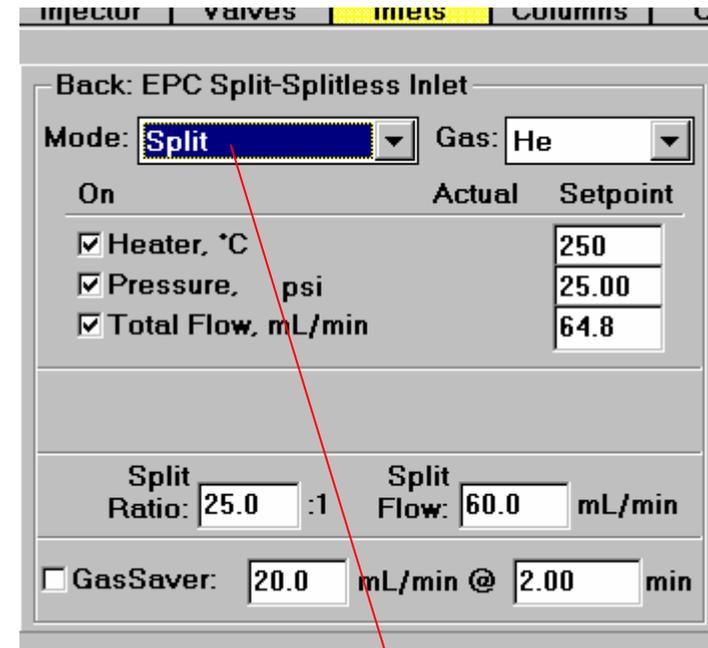
拧紧柱子接头（进样口和质谱两个接头），稳定一段时间观察。问题依然存在，进入下一步；

# MSD真空/漏气问题

设置进样口操作模式为分流，设置分流比为100:1，柱子流量为1ml/min, 节约载气（去掉Gassaver前的“√”），稳定仪器一段时间，观察氮气、氧气的情况，如果28/69，32/69都有

所降低，说明漏气点在进样口，更换进样垫、O型圈，拧紧分流平板连接处。经过进样口漏气诊断，问题依然存在，进入下面诊断。

检查侧板、关紧放空阀。必要时更换放空阀的O型圈，用无纺布擦拭侧板密封垫。



## MSD真空/漏气问题

### 3) ， 丙酮试漏：

在第五张幻灯里描述的界面，把Mass2改为43，Scan丙酮的特征离子，用棉签蘸少量丙酮擦拭漏气点，如侧板、放空阀、柱子接头、进样口等处，注意，毛细管柱子也有可能漏气。如果发现43/69异常增高，则说明相应的部件漏气。

