

Agilent 6890N/5975B GC/MSD

操作规程

目录:

一、在EI模式下操作	- 1 -
1. 更换离子源（CI源→EI源）	- 1 -
2. 开机和调谐质谱	- 2 -
3. 编辑方法	- 4 -
4. 运行方法	- 11 -
5. 编辑并运行序列（Sequence）	- 11 -
6. 关机程序	- 13 -
二、在CI模式下操作	- 13 -
1. 更换离子源（EI源→CI源）	- 14 -
2. 开机程序	- 14 -
3. 编辑方法、运行方法、编辑序列、关机程序	- 15 -
三、数据分析	- 19 -
1. 数据分析工作站简介	- 19 -
2. 数据分析	- 20 -
四、维护和保养	30
1. 软件的安装	30
2. 气体及其漏气检查	31
3. 进样口的维护	34
4. 色谱柱的维护	35
5. MSD的维护	37
6. GC/MS维护计划	38
7. GC/MS常用易耗品及其订购指南	38
8. GC/MS常见问题	38

2007 年 10 月 15 日第一次更新

2008 年 8 月 18 日第二次更新

一、在 EI 模式下操作

1. 更换离子源 (CI 源→EI 源)

- 确保机器已处于正常关闭状态



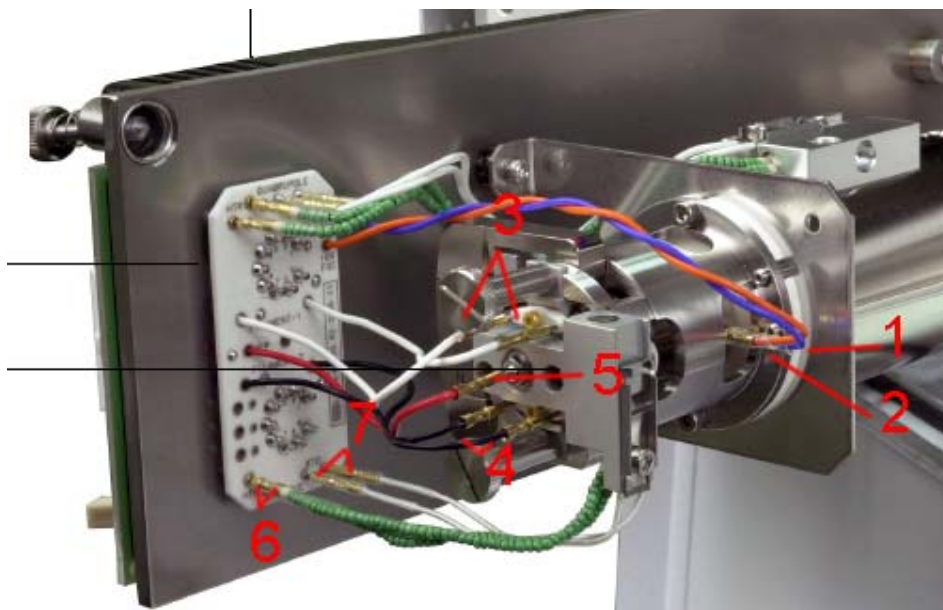
- 取下前面板，轻轻旋转前面板的放空阀，如图，使外界空气进入真空箱，能够听到滋滋的声音，要慢慢放空，不要太快，完毕后立即旋紧放空阀
- 打开顶盖，轻轻按住铝合金板，取下数据线和电源线，拉开侧板，如图



- 戴上棉手套或一次性薄膜手套



- 取下 MS 入口处弹簧式陶瓷密封垫圈，如图，放于离子源贮存盒中
- 用镊子依次取下 CI 离子源的各接线头：①入口棱镜的蓝线、②离子聚焦透镜的橙线、③两根灯丝 1 出来的白线、④两根灯丝 2 出来的黑线、⑤排斥极出来的红线、⑥两根绿色念珠状的离子源加热线、⑦两根白色离子源传感线，如下图，然后将两根离子源固定螺丝拧下来，放在侧板上，轻轻取下 CI 源，放在工具包里的那个白色圆金属块上



- 换上 EI 源，首先拧上离子源固定螺丝，然后按相反的顺序接好线头，并将 CI 源重新放到离子源储存盒

中，注意接线时不要太用力，以免碰坏一些易碎的部件。

- 查看真空箱中是否有可见的污染物，有的话以棉签将其蘸出，然后用布擦拭真空箱里和边缘壁，盖上侧



板，接好数据线和电源线，固定面板的螺丝不要拧紧，如图，或者不拧

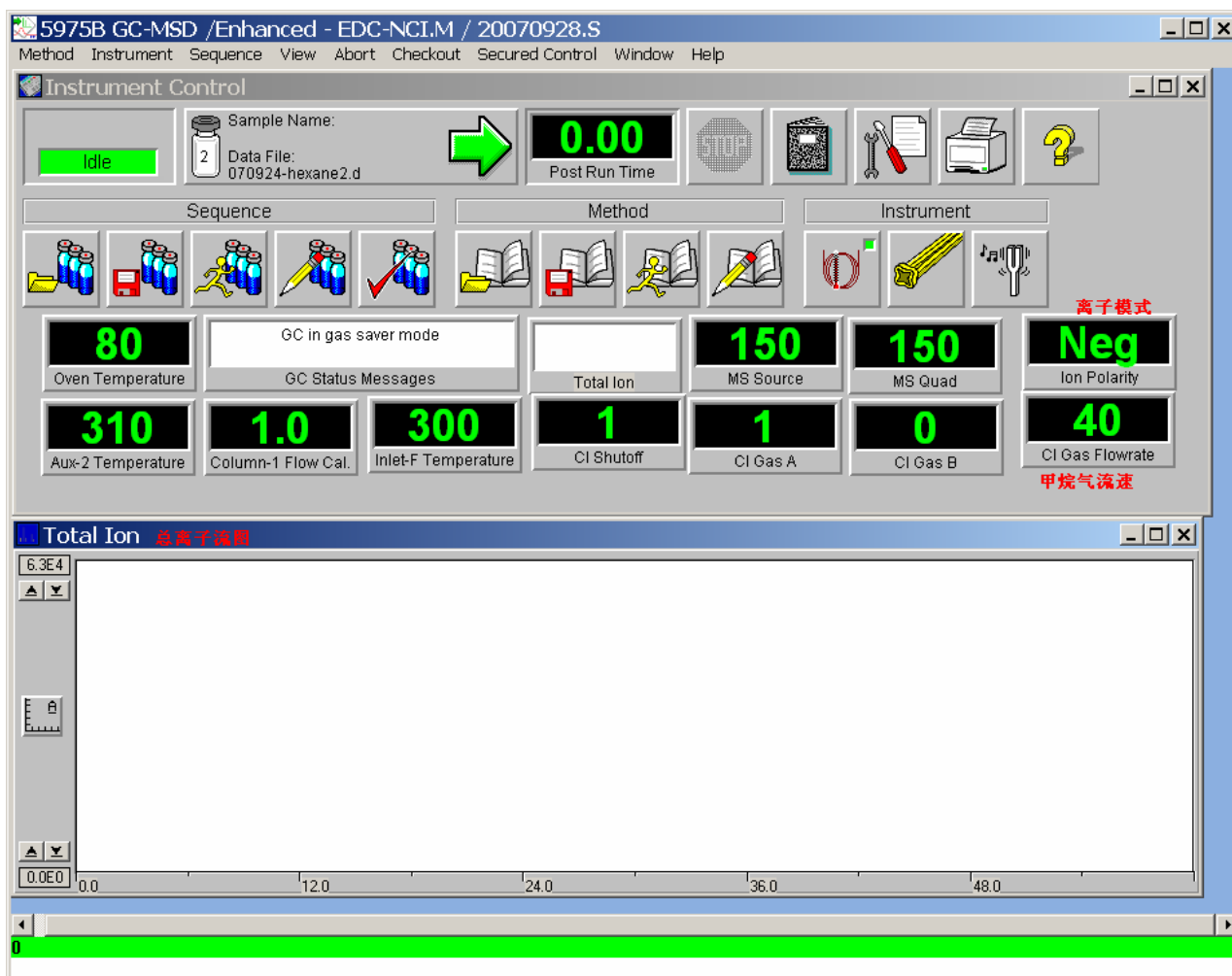
- **注意：**更换离子源时一定要戴上无棉手套，以免指纹留在离子源上，带来污染；尽量较少接触真空箱内壁、四级杆等部件，以免带来污染

2. 开机和调谐质谱

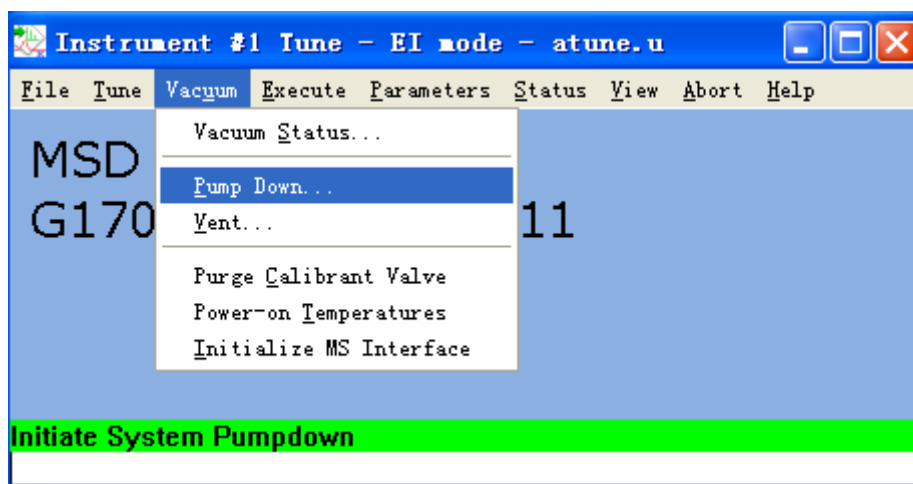
- 氦气纯度 $\geq 99.999\%$ ，更换新的气瓶后要以肥皂检漏
- 完全打开氦气瓶的总阀（全开），减压阀调至为 0.5MPa，**注意：**总阀逆时针为开，减压阀顺时针为开
- 确认质谱前面的放空阀处于关闭状态
- 质谱放空后再开机，需要先用力按住侧板，再打开电源开关，至 MSD 出现“嘀”的一声，并且显示面板上显示“pump down...”，时间大约 20 秒，然后松手，以不能拉开侧板为准。若是打开电源时听到前级泵发出“汩汩”的声音，可能是没有按紧侧板或侧板密封不好，此时侧板可以拉开，应立即关闭电源，重新按正确的方法开机。
- 然后依次开启气相色谱、电脑和打印机



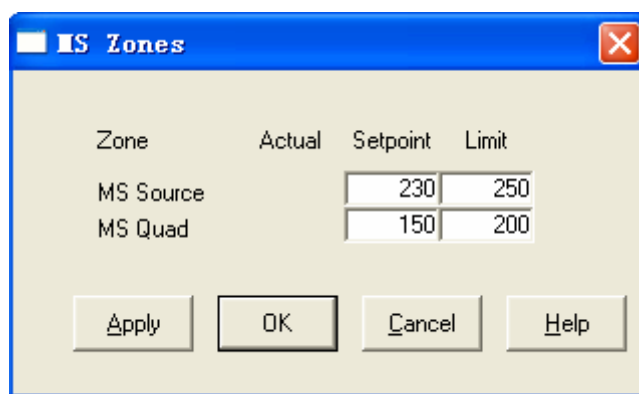
- 开启电脑后双击进入工作站图标进行联机，联机后色谱仪上“Romote”灯应当变亮，联机时会调用最近一次运行的方法，进入 MSD 化学工作站，如下图



- 进入工作站之后，选 View→Tune and Vacuum control，进入 Tune 面板，如下图



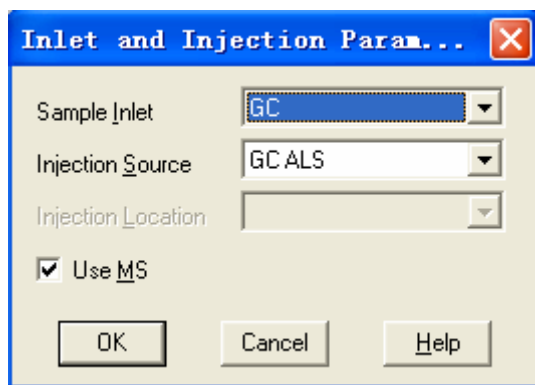
- 若是**刚刚更换了离子源需要选**Vacuum→Pump down，在弹出的对话框中选“EI source installed”，然后在每个弹出的对话框中点选OK，在出现MS zone对话框时如下图，**先点Apply，再点OK**（每次出现此框一般均是如此，EI源下MS Source温度一般设在 230°C，MS Quad150°C），出现Select Tune File对话框，选 atune.u 文件，点OK，EI源设置完毕。



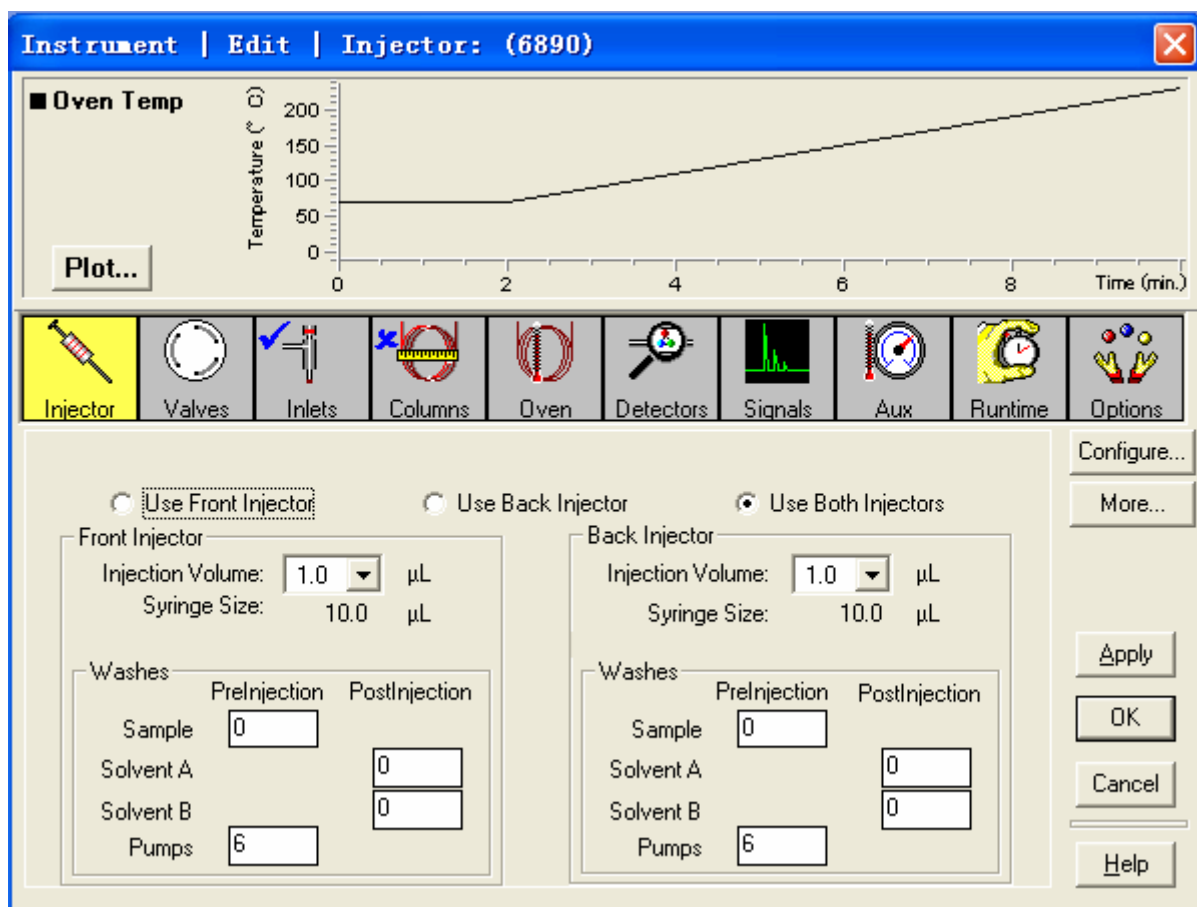
- 等待质谱抽真空至少 2 小时以上，才可作调谐
- 调谐：选 Tune→Autotune (Atune.u)，质谱开始做调谐，tune 完毕后打印机会自动打印一份调谐报告，可根据报告进行评估，也可等待 Tune 完毕后，选 Tune→Tune Evaluation，进行评估（一般不必用）。
- EI 源的 Tune 评估标准：
 - ✧ 为 69、219、502 三个峰，峰不能分叉（分叉则说明离子源脏了，需清洗）
 - ✧ 半高峰宽 $Pw_{50}=0.45\sim0.65$
 - ✧ EMVolts 越小越好，不能>1800，若>1800，则需清洗离子源，**具体视情况而定**
 - ✧ 杂峰（peaks）<200 个，基峰（Base）是 69 或 219，丰度（Abundance）>200000
 - ✧ 219 的丰度>69 的丰度的 40%，502 的丰度>69 的丰度的 5%
 - ✧ 丰度比率 Ratio 为 1：4：10 左右
 - ✧ $H_2O<20\%$ ， $N_2<10\%$ ，如果 $N_2>10\%$ ，看 N_2/O_2 比例是否在 4：1 之间，在这之间是漏气
 - ✧ 或者查看计算机给出的 Tune Evaluation 报告，全部 OK 即可
- **Tune 完毕并通过之后，一定要保存调谐文件**，选 File→save tune parameters...，覆盖原来的 Atune.u 文件即可。
- 选菜单 View→Instrument control，重新进入仪器控制界面

3. 编辑方法

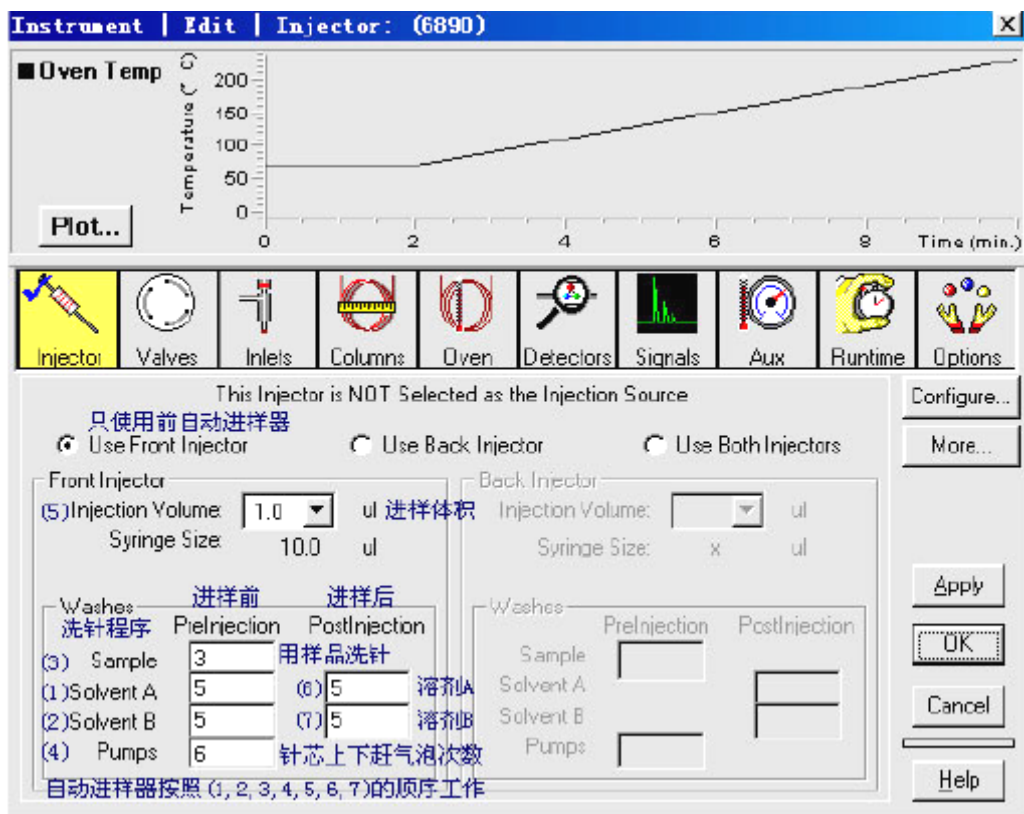
- 在进行测试样品时，首先要编辑一个合适的运行方法，或者调用原有的方法，选 Method→load Method...，即可调用原有的方法
- 编辑新的方法，先选 Method→Edit Entire Method
- 在 Check Method Section to Edit 对话框中，选前两项，Data Analysis 不选，→OK
- Method Comments 对话框中输入注释，在 Method Section to Run 对话框中，Data Acquisition 必选，→OK
- 在随后弹出的“Inlet and Injection parameters...”对话框中，如下图，选 GC ALS（自动进样器），并在 Use MS 前打钩，点 OK



- 进入 Edit GC 页面，如下图



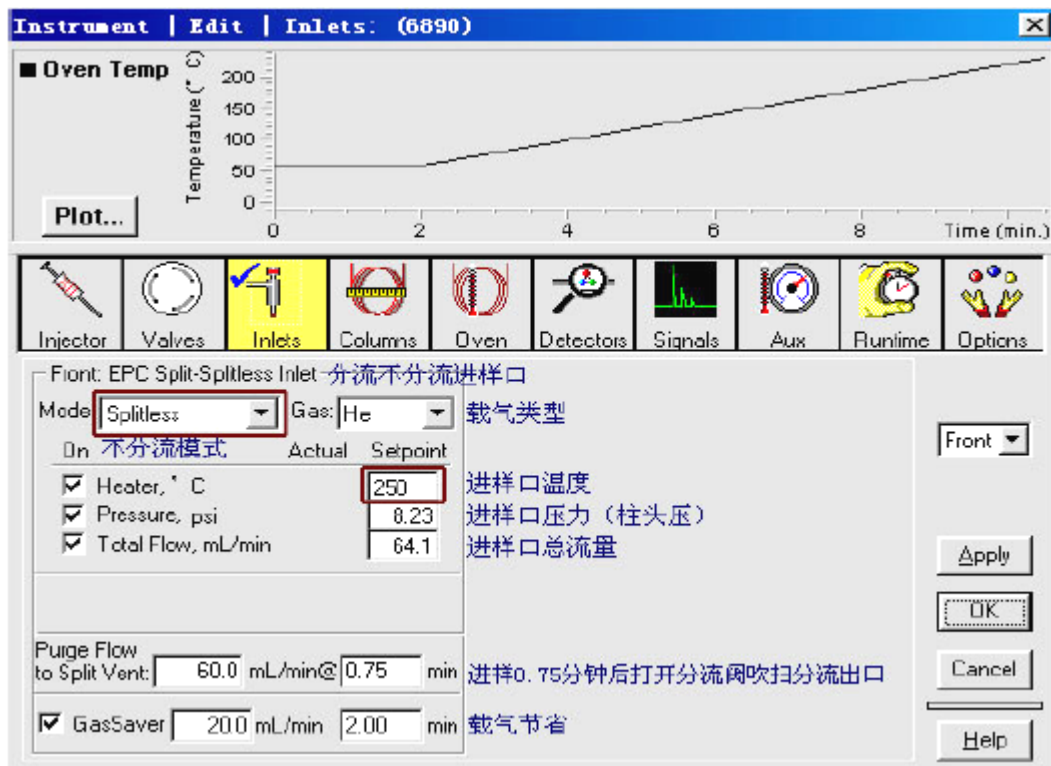
- ✧ Injector 自动进样器设置，一般进样体积不超过 2 µL，样品洗针次数视样品情况而定，样品量太少可不用样品洗针，但不用样品洗针会损失灵敏度。溶剂 A 和溶剂 B 的洗针次数尽量多，总共要 ≥10 次，赶气泡次数要大于 6 次



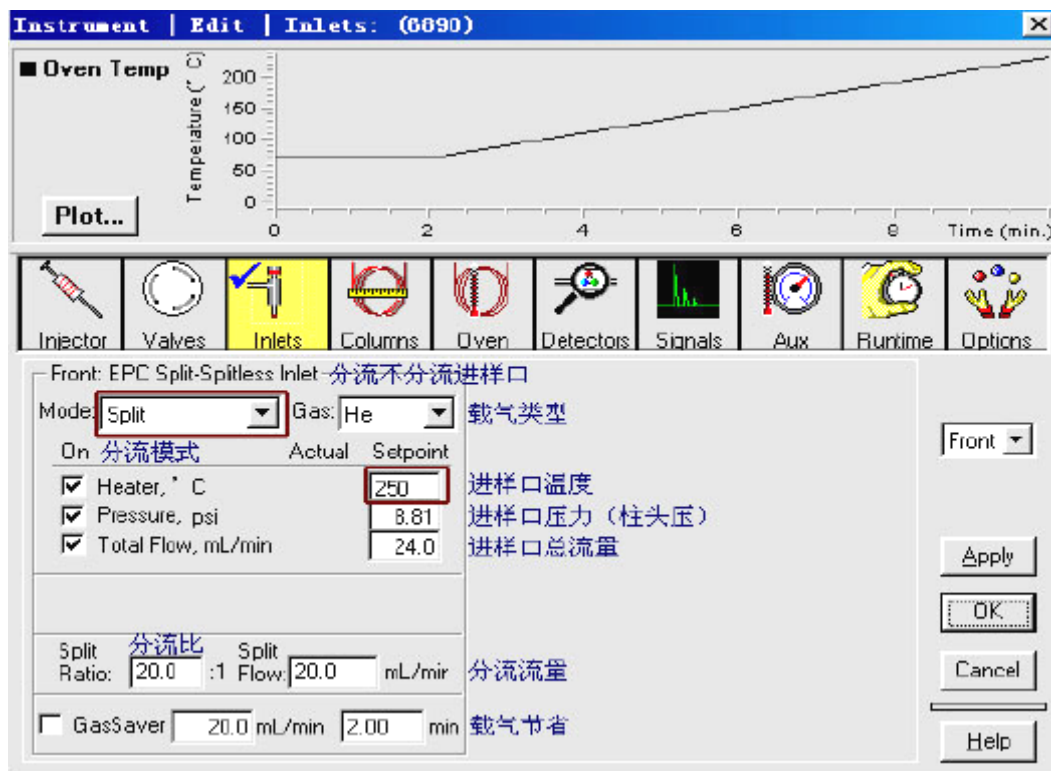
✧ Valves 气动阀设置：因为此气象色谱没有配置气动阀，按默认的设置即可

✧ Inlets 进样口设置，分不分流模式和分流模式，载气节省（Gas Saver）一定要选上，进样口温度视样品而定，总流速 $\geq 60\text{mL/min}$

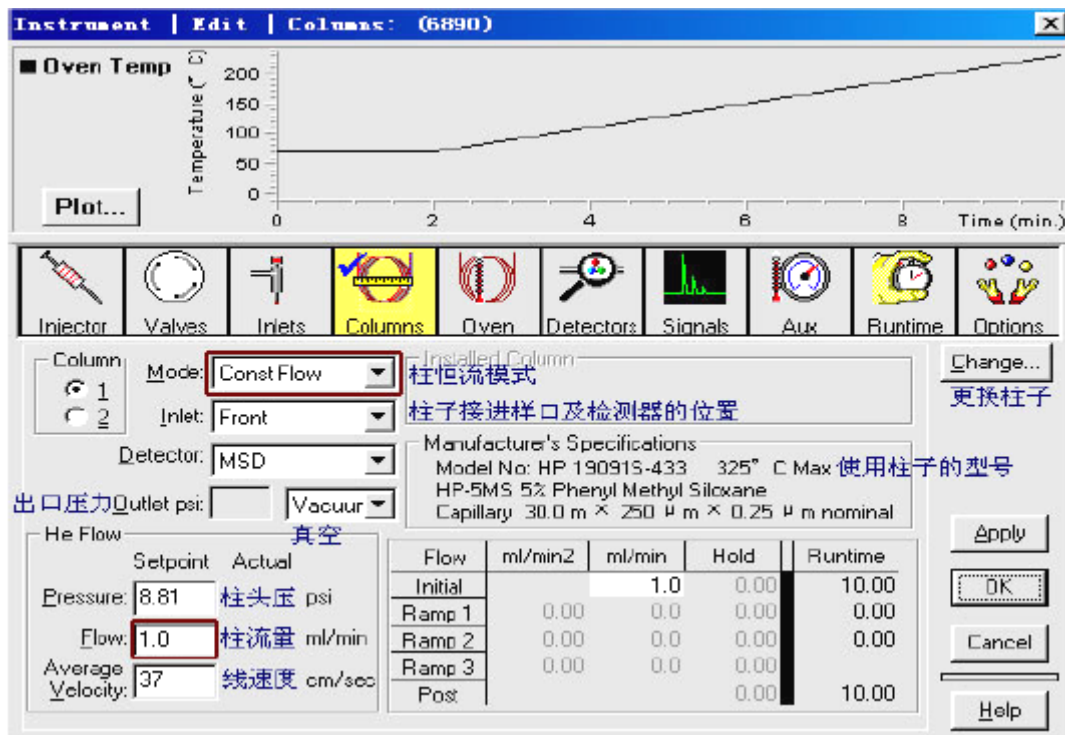
不分流模式



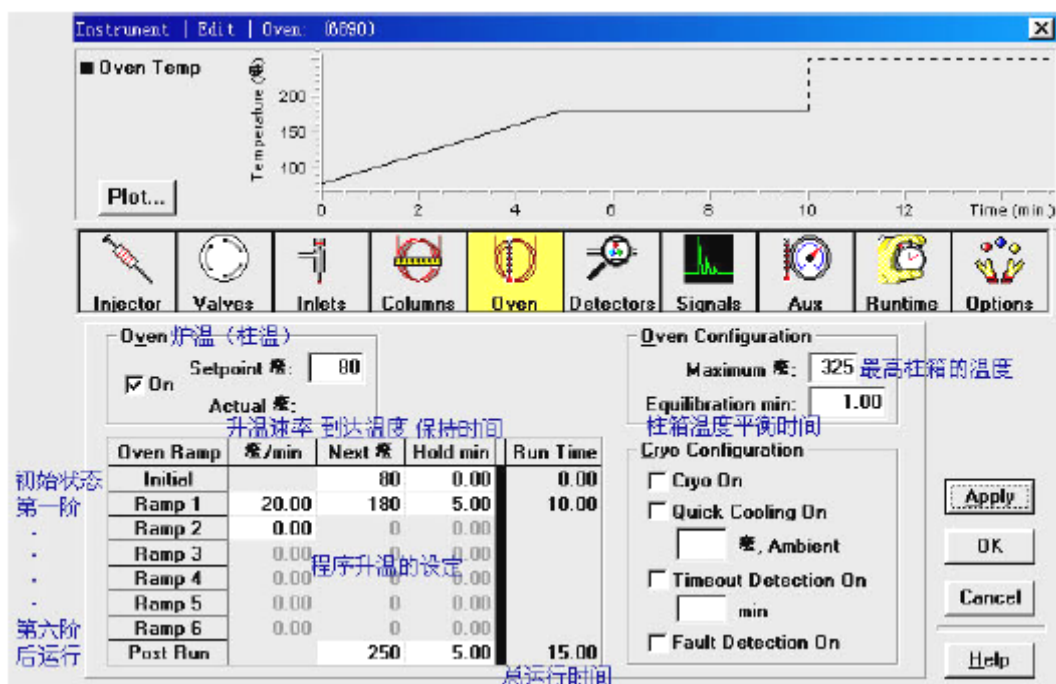
分流模式



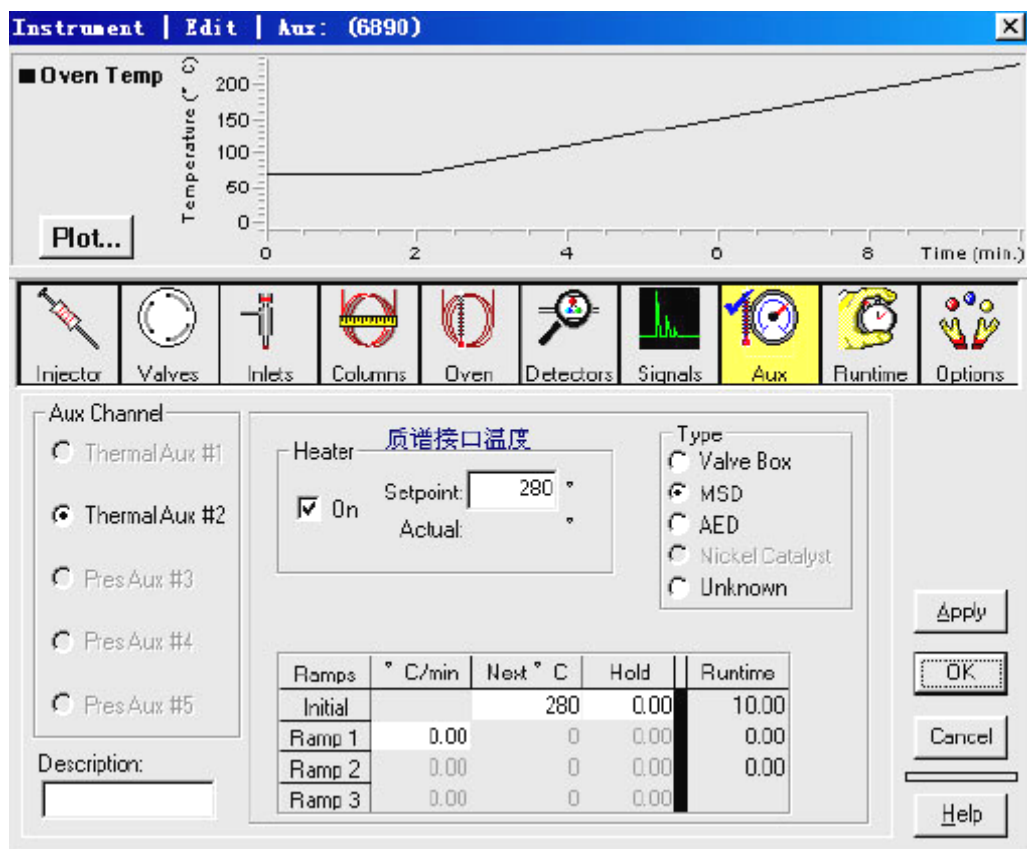
- Columns 色谱柱设置：对于毛细管色谱柱（0.25 or 0.32 mm 直径）载气流速一般为 1.0 mL/min，不要超过 1.2 mL/min



- ✧ Oven 炉温设置：升温程序视样品而定，最高温不能超过色谱柱的最高耐受温度，一般要低于其最高耐受温度 10 度以下使用

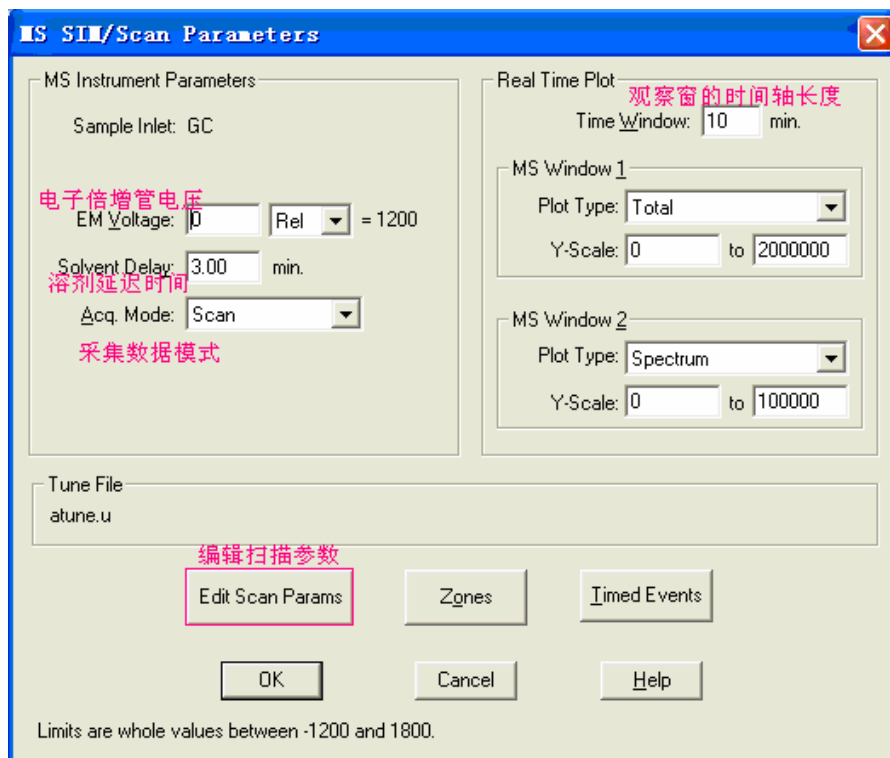


- ✧ Detectors 检测器设置，检测器是指除 MSD 之外的其他检测器，未安装不用设置
- ✧ Signals 气相信号：一般按默认设置即可
- ✧ Aux 辅助装置：温度设置为 GC-MSD 的连接线（interface, transferline）温度，视样品而定



- ✧ Runtime 运行时间表：按默认设置即可
- ✧ Options 选项：默认即可，即压力单位 psi，键盘锁定选 No
- ✧ 逐个编辑各项，完毕后先点 Apply，再点 OK
- 进入 GC real time plot（GC 实时绘图）对话框，因没有其他检测器，直接点 OK 即可

- 进入 MS Tune File 对话框，选 atune.u 文件，再点 OK
- 进入 MS SIM/Scan Parameters 界面，如下图，电子倍增电压为调谐得到的电压，可以手动相对(Rel)或绝对(Abs)加减，但增加电压可能会缩短电子倍增器的使用寿命；溶剂在柱子停留时间短，一般要设溶剂延迟时间（SCAN 不小于 4 秒，SIM 尽量大，视样品而定），使溶剂进入质谱时不采集数据，这样可以延长灯丝的寿命；采集数据模式主要有 Scan 和 SIM 两种模式；观察窗的时间轴长度一般比整个升温过程的总时间稍长即可



- ✧ 在 scan 扫描模式下，点选 Edit Scan Params，进入 scan 参数编辑界面如下图
 - 质量扫描范围和分组情况视样品而定，一般不必分组，质量数从 50 开始，门槛值一般设在 100，采样频率设为 2 或 3，绘图（plotting）里面质量范围从最高到最低，完毕后点 close 即可

Edit Scan Parameters

Scanning Mass Range | Threshold and Sampling Rates | Plotting

质谱扫描范围 | 阈值和采样频率 | 绘图

Start Time (minutes) | Start at Mass... (amu) | End at Mass... (amu)

分组扫描1 Scan Group 1 ☒ 3.00 50.00 200.00

分组扫描2 Scan Group 2 ☒ 20.00 200.00 500.00

Scan Group 3 ☐

从何时开始，质量范围从多少到多少

Summary of Settings

状态栏

Group	Start Time	Low Mass	High Mass	Threshold	Samples	S
1	3.00	50.00	200.00	150	2	8.
2	20.00	200.00	500.00	150	2	4.

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

Close 帮助

✧ 在 SIM(选择离子模式)模式下，采集模式选 SIM 之后，点选 Edit SIM Params，进入 SIM 参数编辑界面如下图，

- 首先确定是否需要需要分组采集数据，分组可以增加灵敏度，但是会使基线出现跳跃
- 组名称可自行修改，每组开始时间视样品而定
- 分辨率 Resolution 选 Low 即可
- 选定组，在下面添加离子，驻留时间 (Dwell) 根据组中离子数量确定，离子数越多，每个离子 Dwell 时间设的越小，应使上面的循环数 (cycles) 越大越好
- 输入质荷比和驻留时间之后，点 Add/ModifyIon 添加或修改离子，点 delete Ion 删除离子
- 是否绘图 (plot this ion) 点选，则离子的色谱图出现在观察窗中
- 完毕后点 close 即可

Edit SIM Parameters

组 2

组名称: 2 分辨率: ☒ Low ☐ High

Start Time: 20.00 Cycles/Sec = 8.27

组开始时间 循环数

Edit Ion

Add/Modify Ion

m/z: 88.00 Dwell (msec): 50 ☒ Plot this Ion

质荷比 驻留时间 是否绘图

m/z	Dwell	Plot
88.00	50	YES
99.00	50	YES

Delete Ion(s)

Group	Start Time	# of Ions
1	3.00	1
2	20.00	2

Add New Group Delete Group(s)

添加组 删除组

Directions

To edit a Group, just select it from the above list box. To add a Group, press "Add New Group", then start editing the fields on the left. To delete a Group(s), pick a single or multiple selection from the list above, then press "Delete Group(s)".

Close Help

Lists the defined groups of ions that will be monitored at each specified group time. [Max 100 Min 1]

- 编辑好以上方法之后，点 OK，弹出保存方法的对话框，选择路径和修改方法名称之后，点 OK 即可

Save Method As

Method Path: 方法保存的路径，点Browse可修改路径

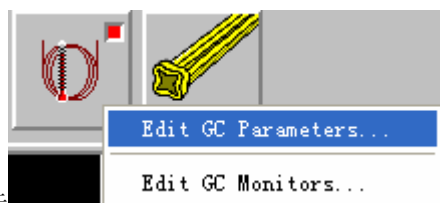
C:\msdchem\1\METHODS\ Browse...

Method File: 方法名称

default.m

OK Cancel Help

- 方法编辑好之后，还可随时修改



- ◇ 修改色谱部分：左键单击  图标，选 Edit GC Parameters，即可重新进入仪器编辑界面，修改完毕点 Apply→OK 即可，并重新保存方法



- ◇ 修改质谱部分：左键单击  图标，选 Edit MS SIM/Scan Parameters，即可进入质谱编辑界面，

修改完毕后重新保存方法

4. 运行方法



- 编辑好的方法，选菜单中 Method→Run Method，或点选

Start Run

Data Path: C:\MSDCHEM\1\DATA\ Browse... 数据保存路径，可修改

Data File Name: INSTRUMENT #1_001.D Browse... 数据名称

Disk Space: 11,123,851,264 bytes free on drive C:

Operator Name: Zhao Jianliang Exp Barcode:

Sample Name: EDCs 样品名称 Sample Amt: 0.

Misc Info: 样品描述 Multiplier: 1.

Vial Number: 1 样品在样品盘的位置

Tray Name: Agilent ALS 选择自动器进样

Select Injection Volume:

☒ Current Method 1 uL

☐ Override using 0 uL

Method Sections To Run:

☒ Data Acquisition 数据采集一定要选

☐ Data Analysis 数据分析可先不选

运行方法

Run Method OK Cancel Help More>>

Misc Info: Enter comments 确认

◇ 设置数据保存的路径及数据的文件名，设置瓶的位置，瓶号，自动进样器进样，输入操作者，样品名称和描述，设置完毕后，点 OK 保存设置，点 Run Method 则运行方法

- 运行方法前确认洗针溶剂 A 和 B 的用量足够，且废液瓶中无废液
- 方法运行完毕后，仪器会自动恢复到方法的初始状态，并使仪器处于节约气体模式（GC in Gas Saver mode），数据则保存到指定的目录下

5. 编辑并运行序列（Sequence）



- 点 Sequence → Edit Sequence...，或者点击

Sample Log Table

Data Path: C:\MSDCHEM\1\DATA Browse... Method Path: C:\msdchem\1\METHODS Browse...

数据保存的路径 (目录) 方法所在的目录

	样品类型 Type	小瓶位置 Vial	样品名称 Sample	方法 Method / Keyword	数据 名称 Data File	Comment / KeywordString	Mult
1	Sample	1	S 1	DEFAULT	Test-1		
2	Sample	2	S 2	DEFAULT	Test-2		
3	Sample	3	S 3	DEFAULT	Test-3		
4							
5	Sample			DEFAULT	?		
6	Blank						
7	Calibration						
8	QC						
9	Keyword						
10	RearSamp						
11	RearCal						
12							
13							
14							

可点选问号，在弹出的对话框中选择方法

Sheet1

OK Cancel Help

- 首先选择数据要保存的路径以及方法所在的目录，预运行的方法一定要与程序正调用的方法在同一目录。
- 在 Type 栏选择样品类型：Sample、Blank 等，在 vial 栏输入小瓶位置，务必确认每个小瓶都放在正确的位置，在 Sample 栏输入样品的名称，在 Method 栏选择方法，在 Datafile 栏输入数据的名称
- 完毕点 OK 即可



- 点 Sequence → run Sequence...，或者单击图标，则弹出如下对话框

Start Sequence DEFAULT.S Last Modified: Wed Sep 20 13:48:26 2006

Method Sections To Run

☒ Full Method

☐ Reprocessing Only

☐ Overwrite Existing Data Files

On A Barcode Mismatch

☒ Inject Anyway

☐ Don't Inject

Sequence Comment:

Operator Name:

Data File Directory: C:\MSDCHEM\1\DATA\ Browse...

数据保存目录

Run Sequence OK Cancel Help More>>

- 运行方法前确认洗针溶剂的用量足够
- 选择好数据保存目录之后，Run Sequence，即开始运行 Sequence
- 数据将保存到指定的目录下

6. 关机程序

- 首先进入调谐界面，View→Tune and Vacuum Control，OK
- 选 Vacuum View→**Vent**，OK，吹扫管线 6min 之后，离子源开始降温，真空度开始下降
- Vent 放空操作的作用是：
 - ✧ 把 GC OVEN 设为 30℃
 - ✧ 把 GC AUX2(质谱接口)温度 off
 - ✧ 把 MSD 的分子涡轮泵的转速降下来
 - ✧ 把离子源及四极杆的温度降下来(<100℃)。
- **把 GC 的前进样口(Front inlet)的温度 OFF**
- 约等 1 小时后，放空完成，此时屏幕会有提示放空完毕，退出 MSD 化学工作站，关掉 GC 和 MSD 的电源。
- 退出电脑 Windows 系统，关掉电脑电源
- 关掉 He 气总阀，但如果不是长久关机，气瓶可不关闭
- **备注：**放空关机后，一般不必打开正前方的 Vent Valve 阀，让真空腔保持真空状态

7. 样品仪器分析的一般方法

- 对于一组待分析化合物，配好单标，稀释到小瓶浓度 1-5ppm 左右
- 需要衍生的，则要先进行衍生，最终衍生后的化合物的浓度在 1-5ppm 左右
- 根据文献选择色谱柱、进样口温度、连接线温度和升温程序
- 先进行 SCAN，质量范围视化合物而定，一般大于 600，SCAN 的样品包括一个混标和各个化合物的单标
- 确定各峰所对应的化合物，EI 源下可利用 **NIST 数据库软件 (MS search V2.0)** 帮助寻找化合物。
- 最好峰能完全分开，对于不能完全分开的，只要离子不干扰也可，如果不能分开，离子又有干扰，则调解升温程序和气体流速，使达到分开为止。
- 根据 scan 的结果，编辑 SIM 的方法

二、在 CI 模式下操作

1. 更换离子源 (EI 源→CI 源)

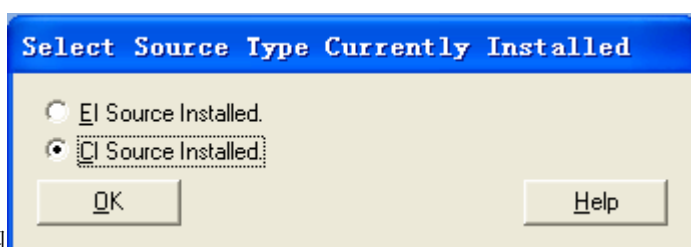
- 拆装同 EI 源



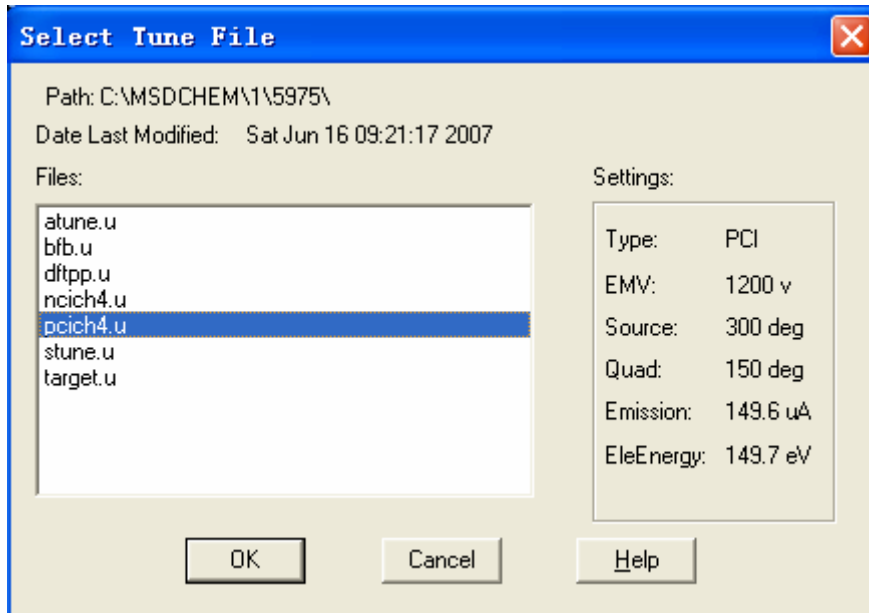
- CI 源需安装弹簧式密封垫，如图，安装时要慢慢将弹簧旋入

2. 开机程序

- 完全打开高氦气气瓶的总阀（全开），减压阀调至为 0.5 MPa
- 完全打开甲烷气总阀，把减压阀调至 **0.2 MPa**
- 开机程序同 EI 源
- 刚刚更换了 CI 源，进入工作站之后，选 View→Tune and Vacuum control，进入 Tune 面板，选 Vacuum→



Pump down，如图，选 CI 源，遇到 MS zone 对话框，先点 Apply，然后点 OK（每次出现此框均是如此），出现 Select Tune File 对话框，如下图选 pcich4.u，设置完毕 OK。**注意：**刚从 EI 源更换为 CI 源才需要这样设置。



- PCI 调谐：
 - ✧ CI 源下需要先进行 PCI 调谐，再进行 NCI 调谐
 - ✧ 选择 pcich4.u 文件
 - ✧ **PCI 默认离子源温度 300℃，四级杆温度 150℃，**
 - ✧ **MS 要烘烤至少 8 小时以上**
 - ✧ 待烘烤时间达到之后，首先调节甲烷气流速，选 Setup→Methane Flow Setup，则 MS 自动进行调谐
 - ✧ 完毕后，选 Tune→CI tune，进行 PCI 下的自动调谐

✧ 调谐通过后保存调谐参数，覆盖原来的 **pcich4.u** 文件

✧ **PCI 调谐标准**：PCI 下没有通用的调谐标准，但还是有一些参考，如下：

- 一般情况下 PCI 调谐通过，会自动打印出调谐报告
- PCI 下的调谐样品为 **PFDTD** (perfluorodimethyltrioxadodecane)，出现质荷比 41、267、599 三个峰，峰不能分叉（分叉则说明离子源脏了，需清洗）
- 半高峰宽 $Pw_{50}=0.45\sim0.65$
- EM Volt 不超过 2000，电压太高说明离子源被污染，一般情况下视情况看是否需要清洗离子源
- 32/29 的比率应为 0.00，否则说明漏气

● NCI 调谐：

✧ 进行 PCI 调谐之后，再进行 NCI 调谐，进行 NCI 调谐之前，MS 最好烘烤过夜，或至少等待 PCI 调谐之后 2 小时再做

✧ 点 File→load tune values，选 ncich4.u 文件

✧ **NCI 默认离子源温度 150℃，四级杆温度 150℃**，等待温度平衡后和烘烤时间达到之后

✧ 点 Tune→CI tuneile，进行 NCI 下的自动调谐，自动打印出报告，表示调谐通过

✧ 调谐通过后保存调谐参数，覆盖原来的 **ncich4.u** 文件

✧ **NCI 调谐标准**：NCI 下没有通用的调谐标准，但还是有一些参考，如下：

- 一般情况下 NCI 调谐通过，自动打印出报告即可
- NCI 下的调谐样品亦为 **PFDTD**，出现质荷比 185、351、449 三个峰，峰不能分叉
- 半高峰宽 $Pw_{50}=0.45\sim0.65$
- EM Volt 不超过 2000

● **Tune 完毕并通过之后，一定要保存调谐文件**

● 选菜单 View→Instrument control，重新进入仪器控制界面，即可在 NCI 模式下操作

3. 编辑方法

● 编辑方法基本同 EI 模式下的方法

● **只是注意**：进入 MS Tune File 对话框后，选 Pcich4.u（若是在 PCI 模式下操作）或 Ncich4.u（若是在 NCI 模式下操作）文件，再点 OK

● **SCAN 时间不小于 4 秒，SIM 尽量大，视样品而定**

4. 运行方法



● 编辑好的方法，选菜单中 Method→Run Method，或点选  图标，则弹出如下对话框

Start Run

Data Path: C:\MSDCHEM\1\DATA\ Browse... 数据保存路径，可修改

Data File Name: INSTRUMENT #1_001.D Browse... 数据名称

Disk Space: 11,123,851,264 bytes free on drive C:

Operator Name: Zhao Jianliang Exp Barcode:

Sample Name: EDCs 样品名称

Misc Info: 样品描述

Sample Amt: 0. Multiplier: 1.

Vial Number: 1 样品在样品盘的位置

Tray Name: Agilent ALS 选择自动器进样

Select Injection Volume:

☒ Current Method 1 uL

☐ Override using 0 uL

Method Sections To Run:

☒ Data Acquisition 数据采集一定要选

☐ Data Analysis 数据分析可先不选

运行方法

Run Method OK Cancel Help More>>

Misc Info: Enter comments 确认

✧ 设置数据保存的路径及数据的文件名，设置瓶的位置，瓶号，自动进样器进样，输入操作者，样品名称和描述，设置完毕后，点 OK 保存设置，点 Run Method 则运行方法

- 运行方法前确认洗针溶剂 A 和 B 的用量足够，且废液瓶中无废液
- 方法运行完毕后，仪器会自动恢复到方法的初始状态，并使仪器处于节约气体模式（GC in Gas Saver mode），数据则保存到指定的目录下

5. 编辑并运行序列（Sequence）



- 点 Sequence → Edit Sequence..., 或者点击  图标，进入 Sequence 编辑界面，如下图

Sample Log Table

Data Path: C:\MSDCHEM\1\DATA Browse... Method Path: C:\msdchem\1\METHODS Browse...

数据保存的路径 (目录) 方法所在的目录

	样品类型 Type	小瓶位置 Vial	样品名称 Sample	方法 Method / Keyword	数据名称 Data File	Comment / KeywordString	Mult
1	Sample	1	S 1	DEFAULT	Test-1		
2	Sample	2	S 2	DEFAULT	Test-2		
3	Sample	3	S 3	DEFAULT	Test-3		
4							
5	Sample			DEFAULT	?		
6	Blank						
7	Calibration						
8	QC						
9	Keyword						
10	RearSamp						
11	RearCal						
12							
13							
14							

可点选问号，在弹出的对话框中选择方法

Sheet1

OK Cancel Help

- 首先选择数据要保存的路径以及方法所在的目录，预运行的方法一定要与程序正调用的方法在同一目录。
- 在 Type 栏选择样品类型：Sample、Blank 等，在 vial 栏输入小瓶位置，务必确认每个小瓶都放在正确的位置，在 Sample 栏输入样品的名称，在 Method 栏选择方法，在 Datafile 栏输入数据的名称
- 完毕点 OK 即可



- 点 Sequence → run Sequence...，或者单击图标，则弹出如下对话框

Start Sequence DEFAULT.S Last Modified: Wed Sep 20 13:48:26 2006

Method Sections To Run

☒ Full Method

☐ Reprocessing Only

☐ Overwrite Existing Data Files

On A Barcode Mismatch

☒ Inject Anyway

☐ Don't Inject

Sequence Comment:

Operator Name:

Data File Directory: C:\MSDCHEM\1\DATA\ Browse...

数据保存目录

Run Sequence OK Cancel Help More>>

- 运行方法前确认洗针溶剂的用量足够
- 选择好数据保存目录之后，Run Sequence，即开始运行 Sequence
- 数据将保存到指定的目录下

6. 关机程序

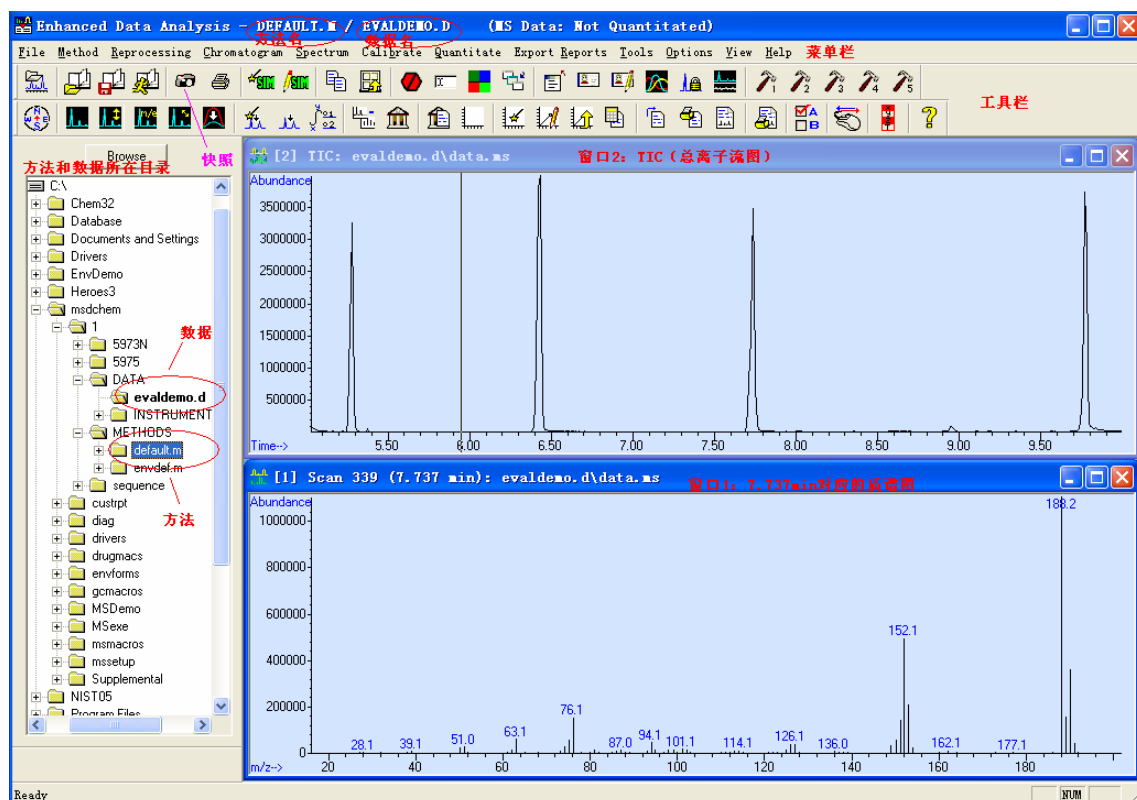
- 首先进入调谐界面，View→Tune and Vacuum Control，OK
- 选 Vacuum View→**Vent**，OK，吹扫管线 6min 之后，离子源开始降温，真空度开始下降
- 把 GC 的前进样口(Front inlet)的温度 OFF
- 约等 1 小时后，放空完成，此时屏幕会有提示放空完毕，退出 MSD 化学工作站，关掉 GC 和 MSD 的电源。
- 退出电脑 Windows 系统，关掉电脑电源
- 关掉 He 气总阀和甲烷气总阀，但如果不是长久关机，气瓶阀门可不动

三、数据分析

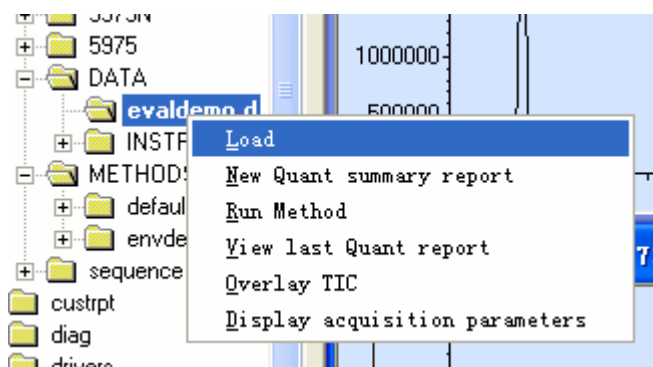
1. 数据分析工作站简介



- 双击桌面上的 Instrument #1 Data Analysis 图标，运行数据分析软件，即进入 Enhanced Data Analysis 界面，软件自动打开最近一次调用的方法和处理的数据，如下图



- ◇ 主体窗口上方的“窗口[2]显示的是 Scan 或 SIM 模式下的总离子流（TIC）图，横坐标为时间，纵坐标为丰度
- ◇ 在窗体左边的目录里面找到对应的数据，对着数据点右键，load 对应的数据，则其总离子流图出现在窗口[2]中，如下图所示

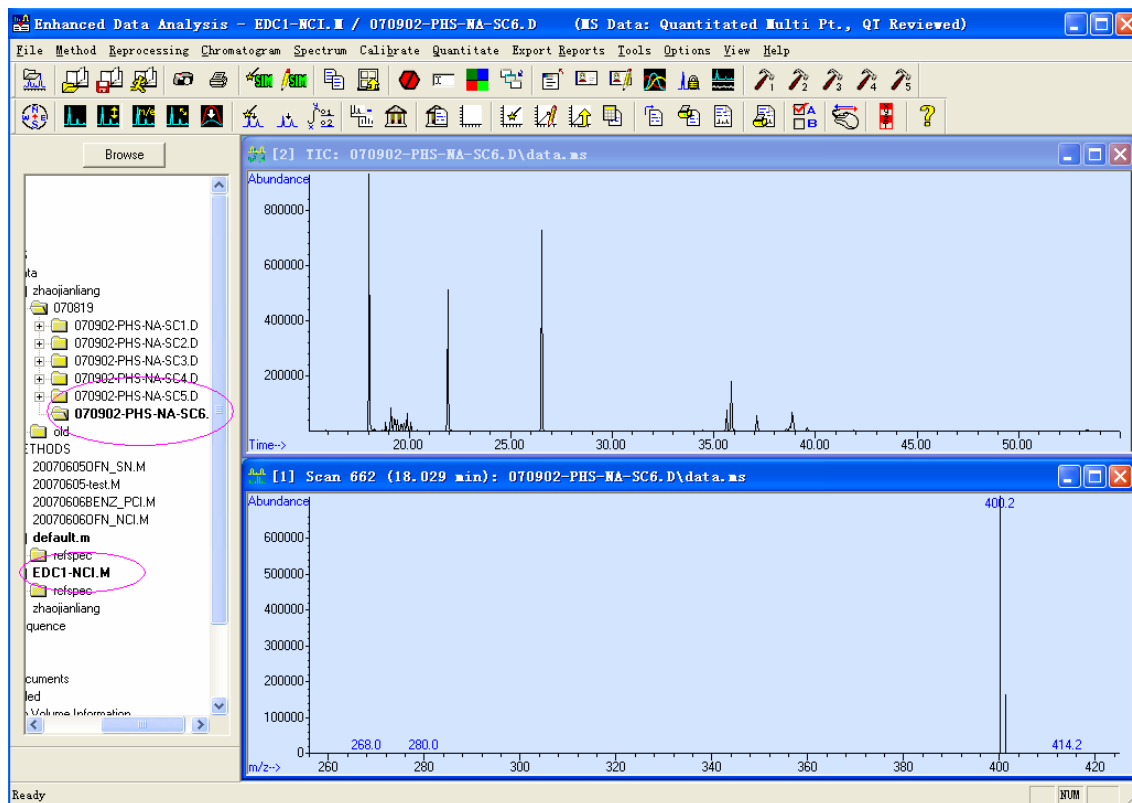


- ◇ 在窗口[2]中，左键按住不放拖动鼠标画出一个方框，松开左键，则将方框内的图形放大至整个窗口，左键双击任意处，则有缩小至原先的大小
- ◇ 对着窗口[2]中的某个峰，将竖线移至峰的丰度最大处，双击右键，则在下面的窗口[1]中显示该时间点对应的质谱图，横坐标为质荷比（m/z, amu），纵坐标为丰度

- ✧ 若是 EI 源下采集的数据，可在 NIST 谱图库寻找和此质谱图对应的物质，对着窗口[1]中任意处双击右键，则自动弹出 NIST MS search 2.0 软件，给出可能的相对应的物质
- ✧ CI 源采集的数据，不能在 NIST 图库中找到对应的物质，因 NIST 图库中只有 EI 源下的数据库
- 对于工作站中正在运行的方法，可将采集未完的数据通过快照，照到窗口[2]中，点击快照图标即可

2. 数据分析

- 建立标准曲线
 - ✧ 首先 load 方法，将数据分析的方式保存在此方法中：Method → load method，如 Load E:\...\Methods\...\EDC1-NCI.M，打开测试样品所采集的数据（最好高浓度下数据），如 load E:\...\Data\...\070902-PHS-NA-SC6.D，如下图所示



- ✧ Calibrate → Set up quantitation..., 弹出如下对话框

Quantitation Database Globals

Calibration Title **标曲标题、描述**
 ECDs and TCS calibration

Locating Peaks
 Reference Window 2.000 Minutes
 Non-Reference Window 1.000 Minutes
 Correlation Window 0.100 minutes
 (signal-to-signal retention time match) ☒ Use RTEINT

New Compound Info **积分参数文件**
 Integration Parameter File RTEINT.P Browse... Measure Area **定量方法**
 Default +/- 0.500 **停留时间偏差** min around exp RT Units of concentration ng **浓度单位**
 Curve Fit Linear Regression **曲线拟合方式** ISTD concentration 100.000000 **内标浓度**
 Data point weight for linear regressions Equal weighting

OK Cancel Help

- 输入标曲标题，积分参数文件选为 RTEINT.P，停留时间偏差设为 0.500
- 曲线拟合方式一般选 Linear Regression 定量方法一般用面积（Area）
- 输入浓度单位和内标浓度，完毕后点 OK

✧ 弹出如下对话框：

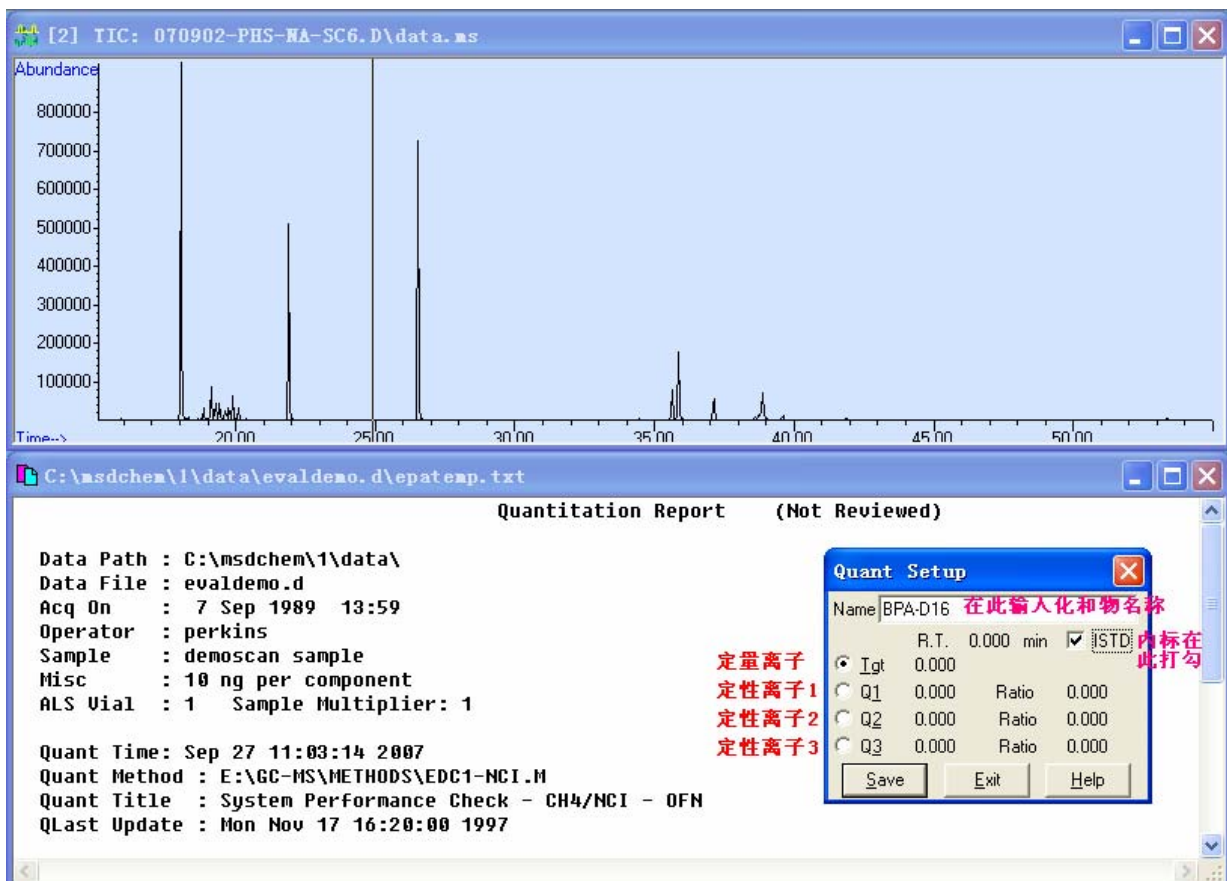
Edit Compounds

Index	Ret. Time	Signal	Compound Name
[END OF COMPOUND LIST]			

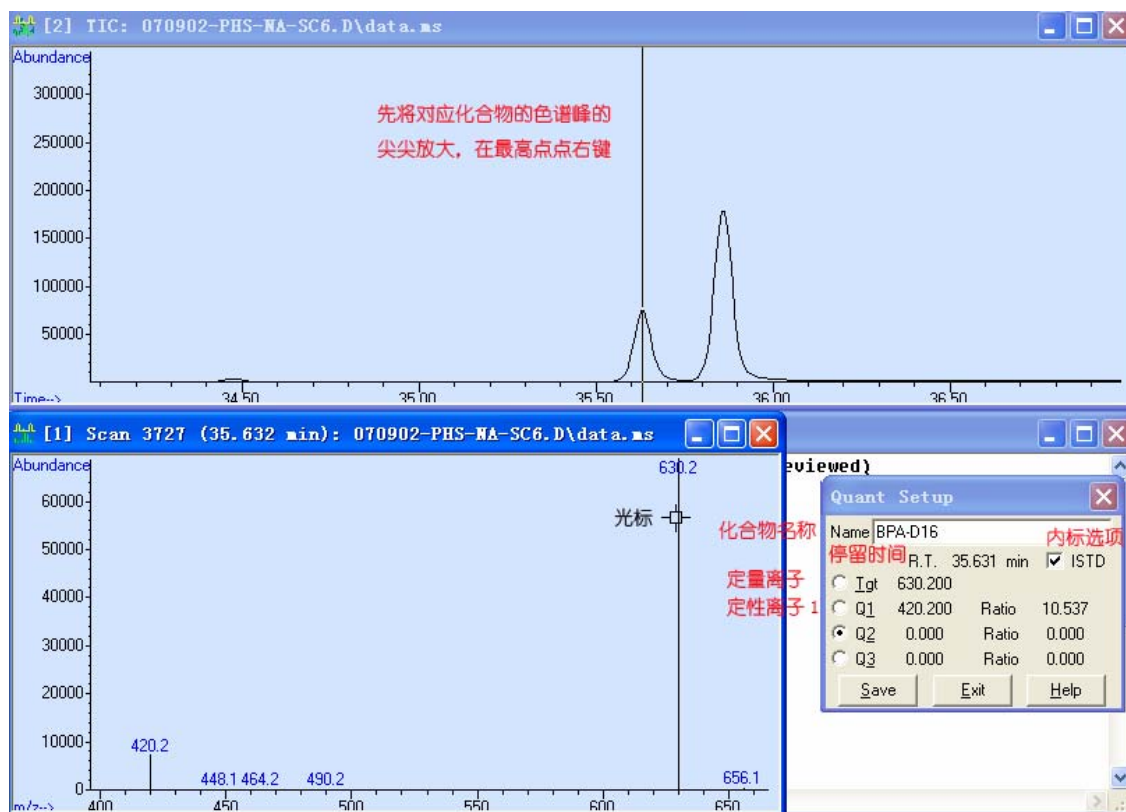
* before Compound Name denotes ISTD

Insert Above Exit Help

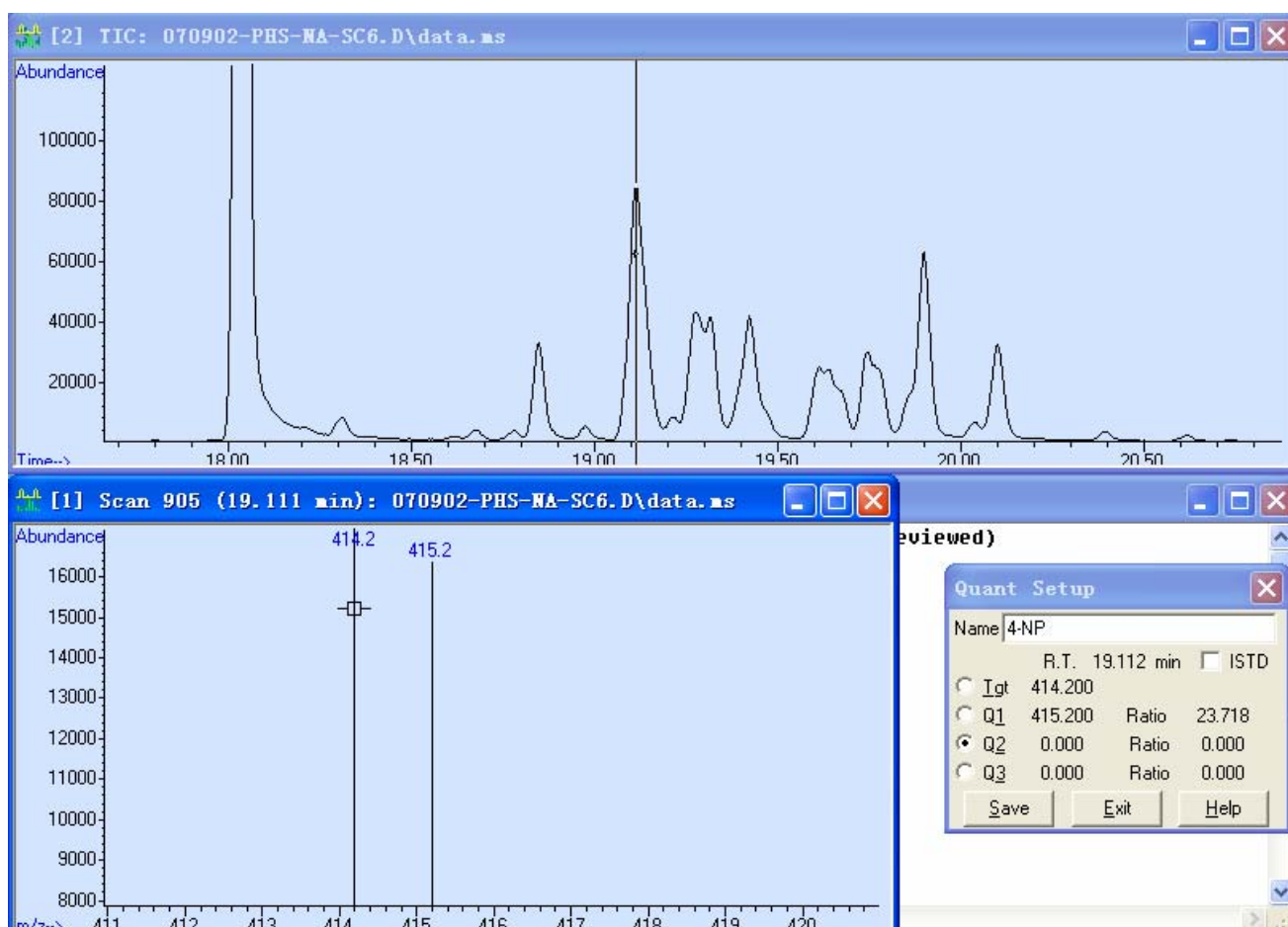
- 单击 Insert Above，弹出如下对话框



- 先输入第一个内标化合物名称，并在 ISTD 前打勾，如下图，BPA-D16 为其停留时间，将相应化合物的色谱峰放大，在最高点双击右键，下面弹出对应的质谱图，将光标移至定量离子(630.20)的棒图中间，同时按下鼠标左右键，则 Tgt 离子变为 630.20，同样的方法将 420.2 定为定性离子 1，若定量错误，则可将鼠标重新点到对应相上，重复上面的操作，若没有其他的离子，点 Save



- 则进入下一个化合物，然后按照时间顺序，依次输入以第一个内标化合物为内标的物质，有 4-t-OP、4-NP、4-n-NP、BPA；**注意**：4-NP 为混合物，有多个峰，选丰度最大的那个峰即可，如下图



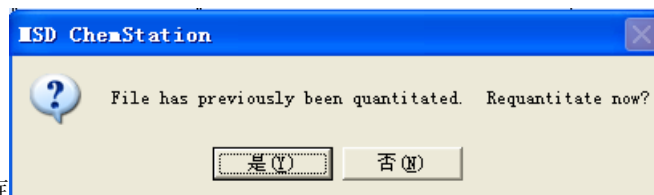
- 完毕后输入**第二个**内标化合物 E1-D4，并标记内标，然后按停留时间依次输入以此内标化合物为内标的物质：DES、E2(1OH)、E1、EE2 和 E2(2OH)
- 完毕后输入第三个内标化合物 13C12-TCS，并输入对应的物质，完毕后点 **Exit**，弹出如下对话框，如果需要添加化合物，选中一个化合物，点 **Insert Above**，在此化合物之前可添加一个新的化合物，完毕后，单击 **Exit**

Edit Compounds

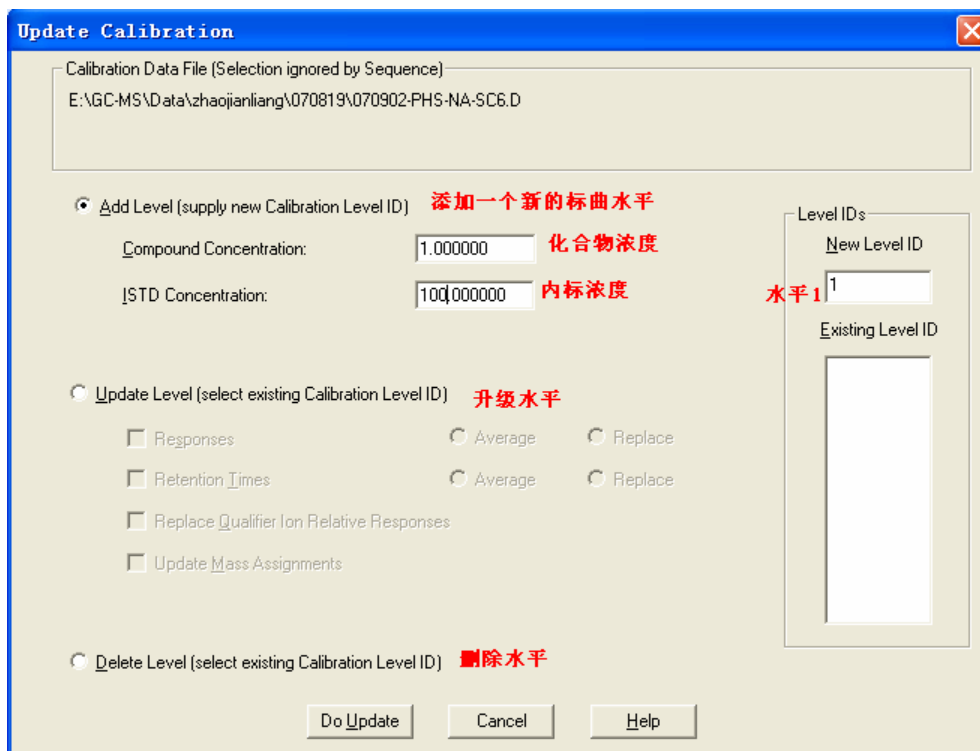
Index	Ret. Time	Signal	Compound Name
1	35.639	630.20	* BPA-d16 内标
2	18.038	400.20	4-t-OP
3	19.115	414.20	4-NP
4	21.910	414.20	4-n-NP(SA)
5	35.857	616.10	BPA
6	38.762	468.20	* E1-d4 内标
7	34.478	656.10	DES
8	38.523	466.20	E2(1OH)
9	38.889	464.20	E1
10	39.606	490.20	EE2
11	53.292	660.00	E2(2OH)
12	52.446	676.10	E3

* before Compound Name denotes ISTD

Buttons: **Insert Above**, **Exit**, **Help**



- ✧ 若出现此对话框，选 No，因为已经积分了，不必重新定量，则出现如下对话框：选 Add Level，输入标曲第一个点样品和内标的浓度，并在 Level IDs 栏输入 1，点下面的 Do Update 按钮，在随后弹出的对话框中选 No



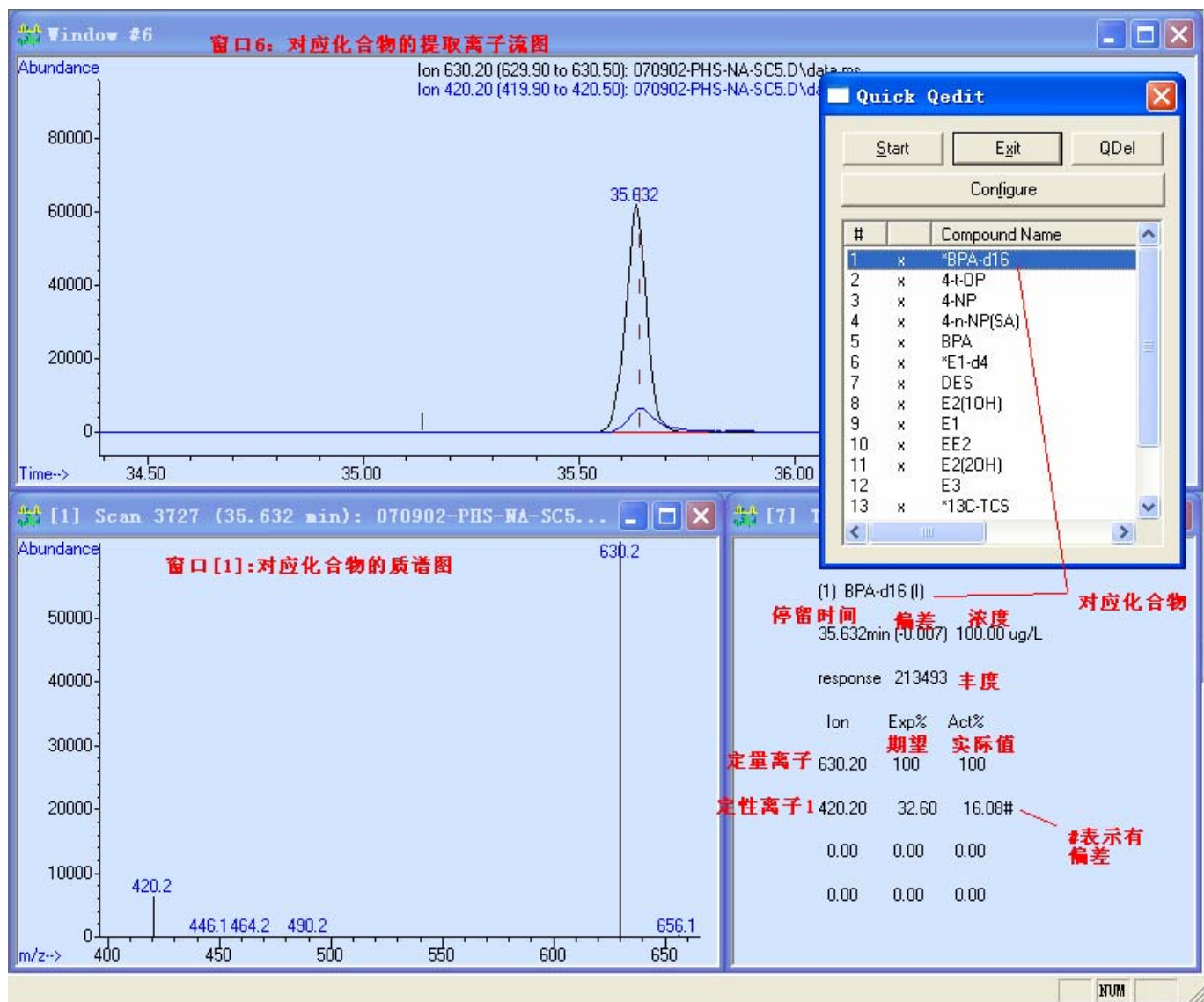
- 再添加一个水平：Calibrate→Update...，在随后弹出的对话框中选“Update one level”，添加水平 2、3、4、5、6，包括水平 1，化合物浓度分别为 1、5、10、50、100、200 $\mu\text{g/L}$ （小瓶中的浓度）
- ✧ 对六个因次水平的数据进行积分
 - Quantitate→Calculate，计算完毕后，则在下面的窗口中弹出格式为.txt 的 Quantitation Report，如下图

Data Path : E:\GC-MS\Data\zhaojianliang\070819\
 Data File : 070902-PHS-NA-SC5.D
 Acq On : 3 Sep 2007 1:37
 Operator : Zhaojianliang
 Sample : 10ppb EDCs+TCS0
 Misc :
 ALS Vial : 3 Sample Multiplier: 1

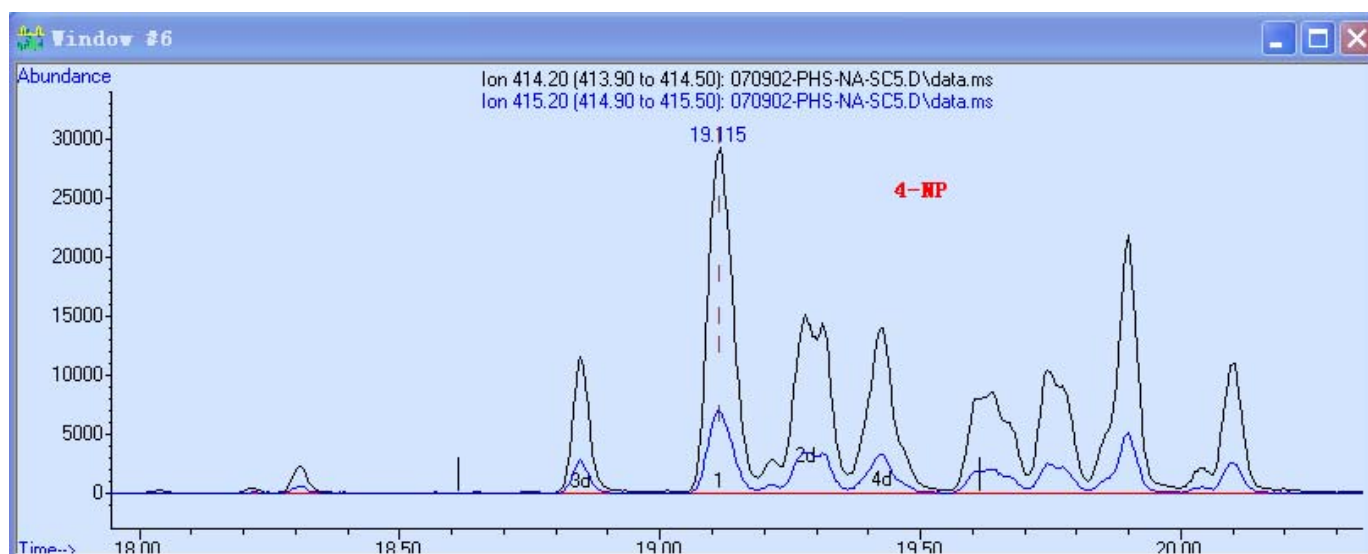
Quant Time: Sep 27 21:36:00 2007
 Quant Method : E:\GC-MS\METHODS\zhaojianliang\EDC-NCI.M
 Quant Title : EDC +TCS+MTCS
 QLast Update : Fri Aug 31 23:25:44 2007
 Response via : Initial Calibration

Compound	R.T.	QIon	Response	Conc	Units	Dev(Min)
Internal Standards 内标	停留时间	定量离子	丰度值	浓度		偏差
1) BPA-d16	35.632	630	213493	100.00	ug/L	0.00
6) E1-d4	38.755	468	56483	100.00	ug/L	0.00
13) 13C-TCS	26.520	494	170619	100.00	ug/L	0.00
15) 13C-MTCS	16.956	278	10	100.00	ug/L	0.21
Target Compounds 目标化合物						Qvalue
2) 4-t-OP	18.034	400	631127	73.23	ug/L	100
3) 4-NP	19.115	414	96343	13.19	ug/L	97
4) 4-n-NP(SA)	21.897	414	430766	91.86	ug/L	100
5) BPA	35.857	616	227471	99.90	ug/L #	78
7) DES	34.472	656	3329	2.19	ug/L #	61
8) E2(10H)	38.580	466	13943	76.72	ug/L	84
9) E1	38.868	464	95764	81.07	ug/L #	87
10) EE2	39.599	490	18381	89.81	ug/L #	72

➤ 在计算完之后，要手动进行检查：View→QEdit Quant Result，则弹出如下对话框

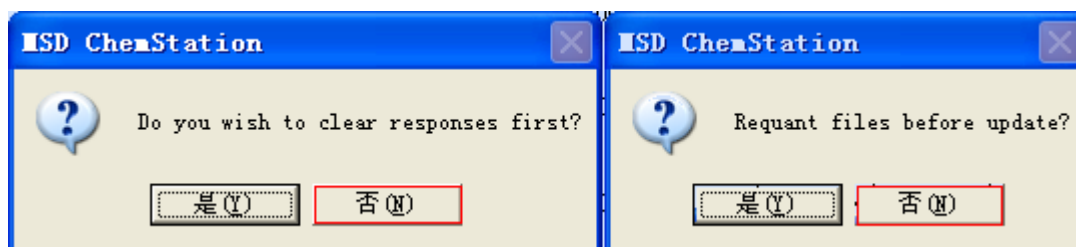


- 对每个化合物挨个进行手动检查，发现积分不准确或定性离子偏差较大的积分，要确认是否积分正确，特别注意对 4-NP 的积分，因其为混合物，要手动进行积分，积分方法：右键按住积分起始点不放，拉出一条黑线至积分结束点，如下图

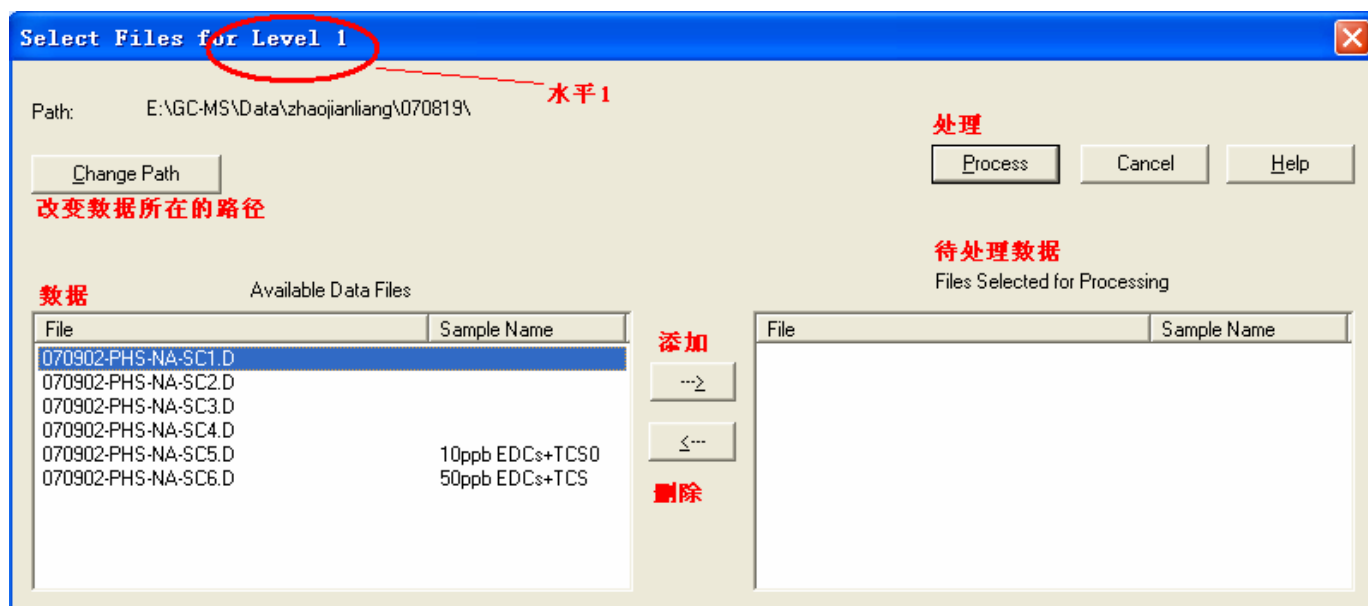


- 挨个积分检查完毕，点 Exit，在随后弹出的对话框中选 Yes，保存手动积分的结果
- 队六组数据挨个积分并检查，保存手动积分结果
- ◇ 绘制标准曲线

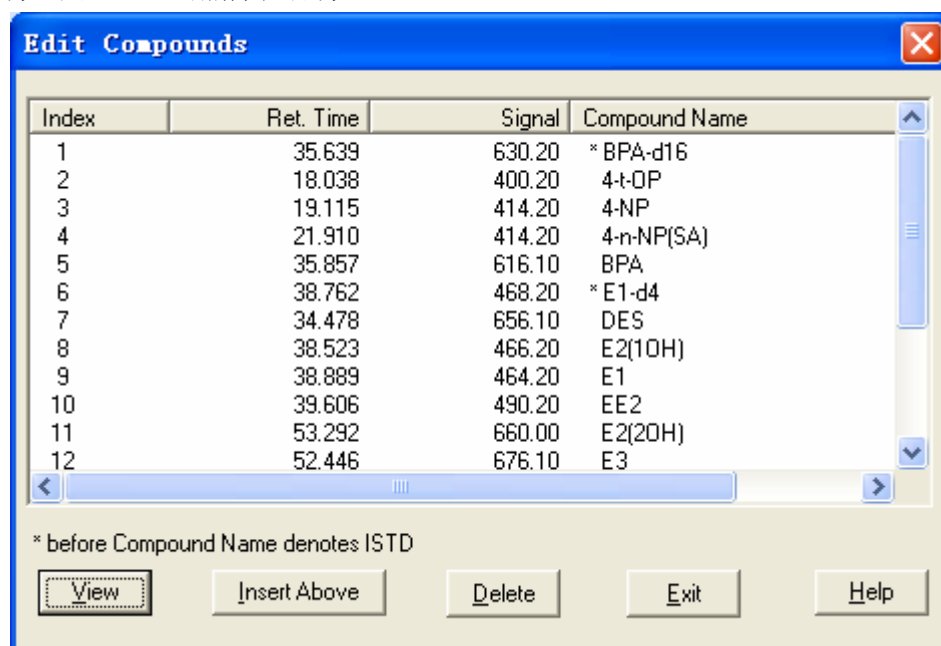
- Calibrate→Update..., 在随后弹出的对话框中选择 “Quick Levels Update” →OK, 则又随后弹出两个小对话框, 皆选 No, 如下图



- 在随后弹出的对话框中选 “Multiple Data Files/Level” →OK, 则弹出如下对话框, 选中左边水平 1 对应的数据 (070902-PHS-NA-SC1.D), 按 “添加 (...>)” 按钮, 添加到右边的待处理数据中, 然后单击 Process, 然后依次弹出水平 2、3、4、5、6 对话框, 同样方法选择对应的数据并处理, 处理完毕后, 自动退出上面的对话框



- 察看标准曲线: Calibrate→Edit Compounds, 则弹出如下对话框, 单击 Insert/Above 可插入化合物, 点 Delete 可删除化合物



- 点 View 则进入察看页面 1 (Page1), 如下图:

Compound #3 -- Page 1 页面 1

Name **4-NP 化合物** Concentration Units ug/L

Retention Time Information
 Ret Time 19.115 RRT 0.536 停留时间
 Extract signals from
 - 0.500 + 0.500 ☒ Min ☐ %
 This is 18.615 to 19.615 min
 Ref Spec Name

Quantitation Parameters
 Quant type Target compound
 Measure response by Area
 Ident by Meets qualifiers, Best RT
 Maximum number of hits 9
 Subtraction Meth. Extend Area Quant

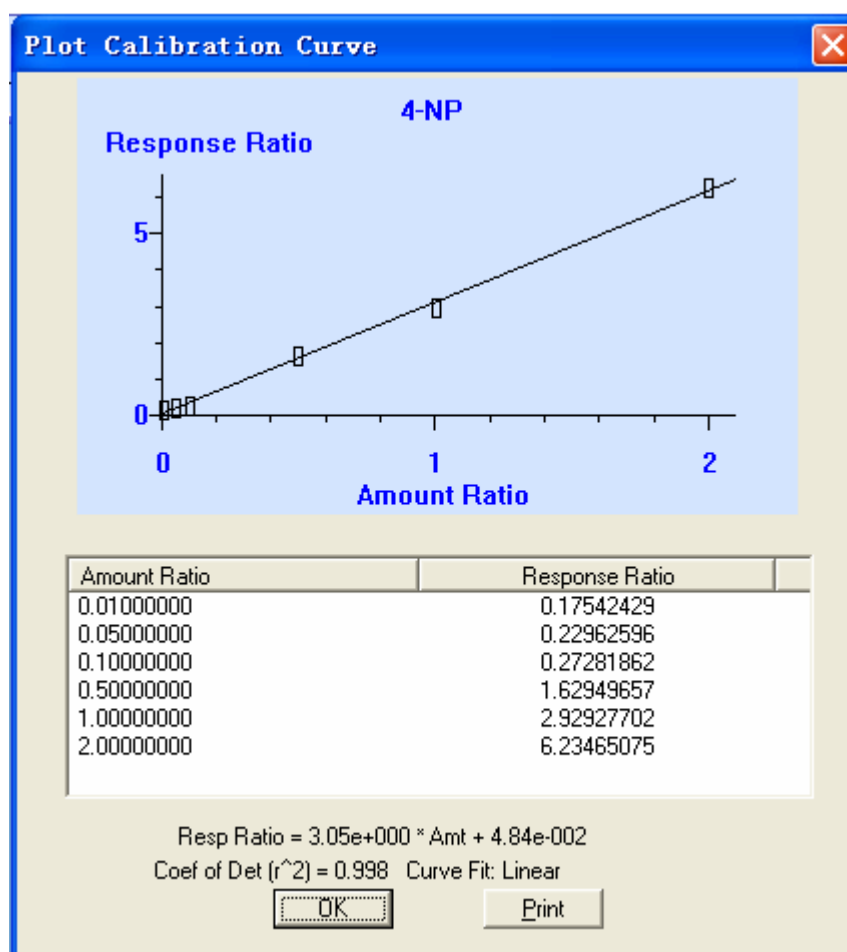
Signals to Be Used for Quantitation
 Quant signal Target Ion
 m/z Relative Response % Uncertainty
 Rel
 Tgt 414.20 100.0
 Q1 415.20 25.60 20.00
 Q2
 Q3

Calibration Information 拟合方式
 Curve Fit Linear Regression
 Weight Equal weighting
 Linear term: 3.05e+000
 Constant term: 4.84e-002
 Coef of Det (r²): 0.998034

前一个 化合物 后一个 曲线 相关系数 页面 2 页面 3

Prev Next Plot Page 2 Page 3 OK Cancel Help

- 单击 Plot（曲线）则弹出标曲的直观图，如下图



- 点 Page2 和 Page3 可一察看另外一些信息，点 Prev 或 Next，可查看前面或后面的化合物，完毕

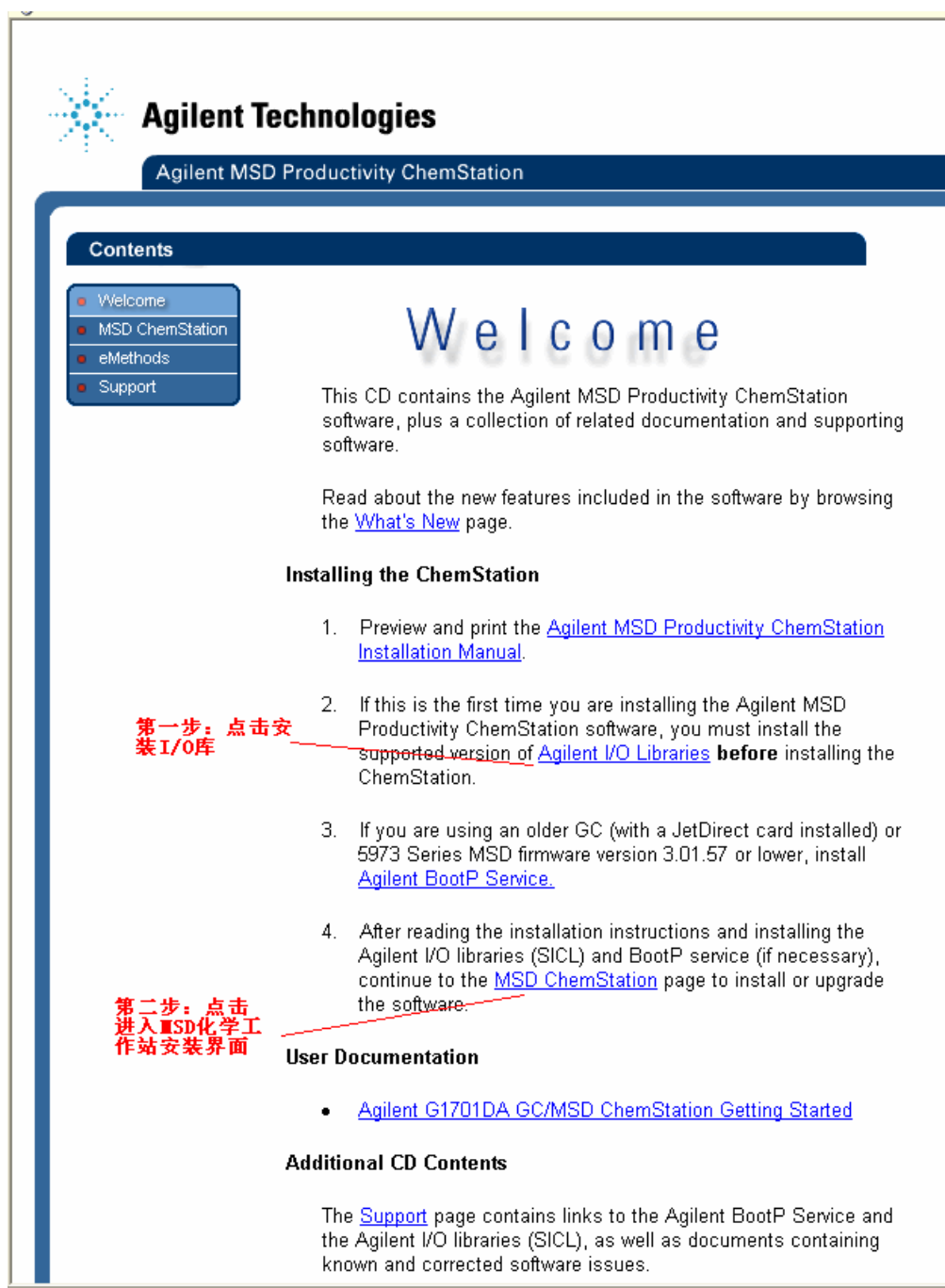
后保存方法

- 以标准曲线计算待计算的未知浓度的化合物
 - ✧ Load 未知浓度的化合物数据
 - ✧ Quantitate→Calculate, 然后 View→QEdit Quant Result, 手动检查积分, 并保存结果
 - ✧ Quantitate→Generate Report..., 在随后弹出的对话框中选“Summary 和 Screen”在电脑上输出计算的结果

四、维护和保养

1. 软件的安装

- 首次运行质谱或按了质谱的 Reset 键后要设置质谱的 IP 地址，为 **10.1.1.100**，方法：连续按质谱前面板的 Item，出现 Net Work，再按 Menu，输入 IP 地址 **10.1.1.100**，按 **Yes** 键即可
- 确定将工作站安装在 C 盘，C 盘的格式应为 NTFS，若 C 盘为 FAT32 格式，应首先转换 C 盘的格式
 - ✧ Fat32 转 NTFS: 开始→运行，输入 CMD，在弹出的 cmd.exe 中键入 **convert C: /fs:ntfs** 即可，convert [driver] /fs:ntfs 之间有空格，其中 driver 是想转换的盘符，**转换不会丢 C 盘的数据**
- 将第一张光盘 **GC-MS1** 放到驱动器上，自动运行，或者运行根目录下的 Index.htm 文件，如下图



- ✧ 第一步：安装 [Agilent I/O Libraries](#)，完毕后，第二步：点击 [MSD ChemStation](#)，进入如下界面，第三步：点击运行 [G1701DA D.03.00 SP1 MSD Productivity ChemStation](#)，Key: [UMDY8-UTTEH-LTM4P-N82NB](#)

安装完毕，退出光盘



Agilent Technologies

Agilent MSD Productivity ChemStation

Contents

- Welcome
- MSD ChemStation
- eMethods
- Support

MSD ChemStation

To install or upgrade the ChemStation software, select the installation link below.

- You must have a valid registration number
- You must have Windows 2000 Professional SP4 or XP Professional SP2
- If you have a previous version of the MSD ChemStation software installed you will be prompted to remove it. After it has been removed the installation will continue.

第三步：按此安装工作站 SP1

[G1701DA D.03.00 SP1 MSD Productivity ChemStation](#)



© 2006 Agilent Technologies, Inc.

- 将第二张光盘（GC-MS2）放进驱动器，自动运行，安装 G1033A，Key=GJKFZ-EECBX-MBM47-362JK，安装完毕后，退出光盘，重起计算机即可

2. 气体及其漏气检查

- 气体的检查及更换

- 高纯氮和甲烷气的纯度要求 $\geq 99.999\%$ ，新换的气要检查纯度是否达到纯度要求，并以肥皂水检漏，特别是刚刚动过的接口处
- 气体的在减压阀的总指针小于 1MPa 时，需要更换气体；更换气体前要关闭仪器，并关闭铜管上离减压阀很近的开关，然后以活口扳手换下气瓶，注意要拧紧螺丝，旋开铜管上端开关，并放松进入仪器前的铜管螺丝，打开总阀放气 10min，然后拧紧松开的螺丝，并检漏各处



- 定期更换气体捕集阱，一般使用组合捕集阱，如图，一年更换一次；若是发现漏气，氧气分子（ $m/z=32$ ）的丰度较高，在排除是其他方面漏气的情况下可能是捕

集阱饱和，需更换

- 漏气的一些表现现象：

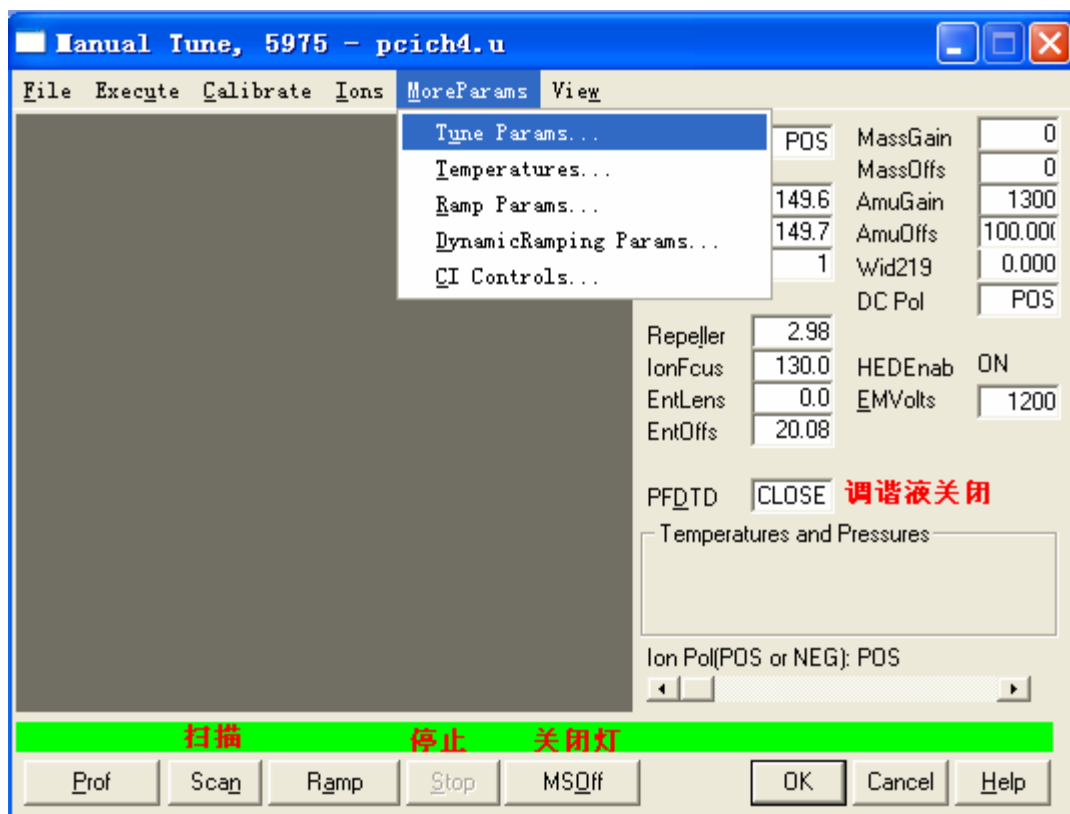
- ✧ 响应值降低（丰度）明显降低，可能是进样口漏气、或色谱柱前端石墨垫圈密封不严、或质谱借口密封不严，使样品损失
- ✧ 载气流路密封不严，我刚刚动过的地方没有密封好，用肥皂水检查会有气泡吹出
- ✧ 真空度比平时（刚调谐后）明显的升高
- ✧ 在EI源调谐文件里，可以通过察看 N_2/O_2 的比值是否接近 4:1，来查看是否有漏气，若 N_2/O_2 的比值接近 4:1，则可能是漏气

- 漏气的危害：

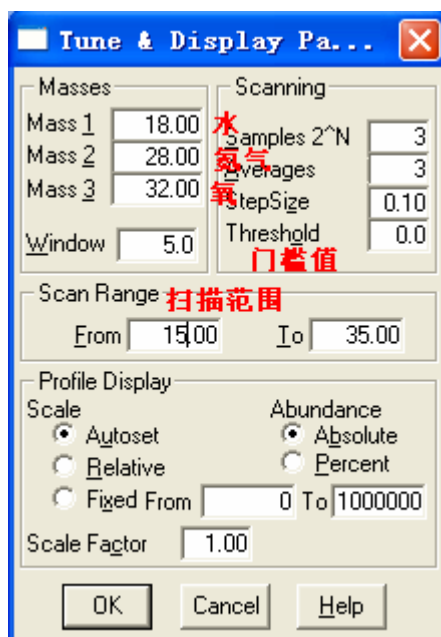
- ✧ 氧是许多毛细管 GC 柱的大敌，随着色谱柱的加热，会很快地损坏固定相，这样会造成色谱柱的过度流失，活性组分形成拖尾，降低柱效（分离度），其征兆与热损坏相似
- ✧ 在室温或近于室温的温度下，不会损坏色谱柱，但随柱温的升高色谱柱将被严重损坏；通常，对于极性固定相，在较低的温度和氧浓度条件下，就可发生严重损坏
- ✧ 长时间暴露在氧气中会出现氧损坏的问题；短时间暴露在氧中（如注射空气或快速取下隔垫螺母）不会有什么问题
- ✧ 在不太严重的情况下，色谱柱仍可使用，但性能有所下降，在严重的情况下，色谱柱将完全不能使用

- 避免和氧接触和避免泄漏是不受到氧损坏最有效的方法

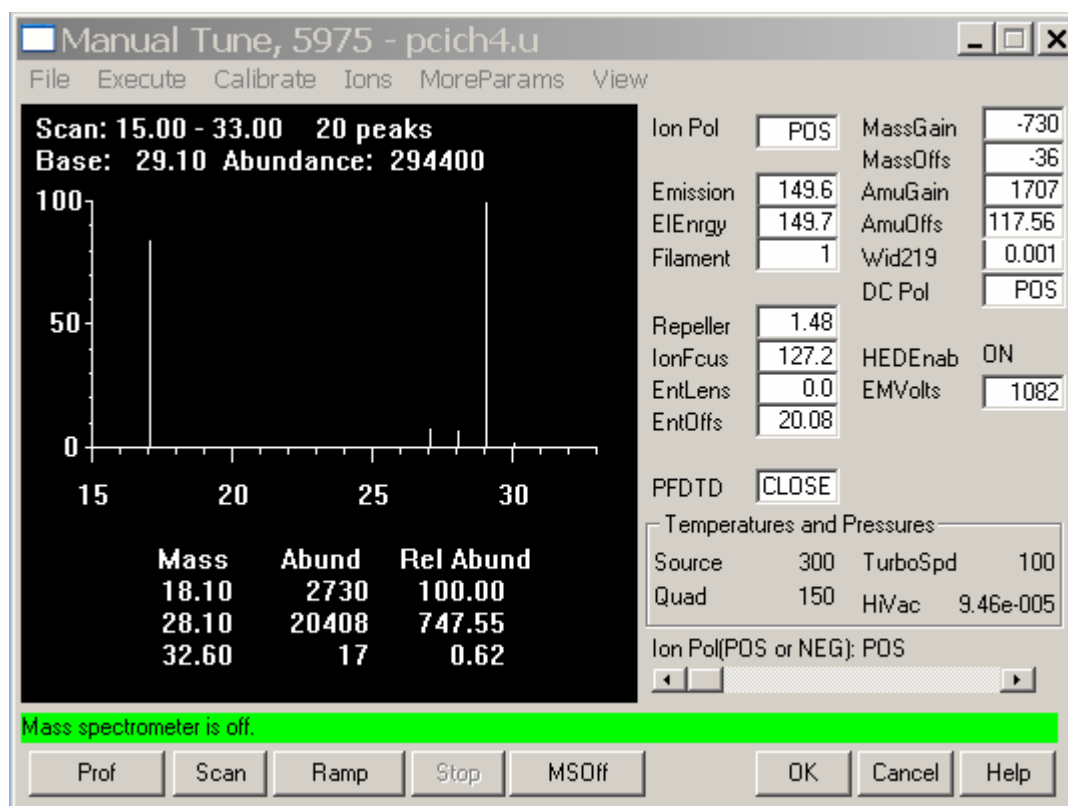
- ✧ 良好的维护 GC 系统：定期检查气路和压力表的泄漏、定期更换隔垫、使用高质量的载气、安装和更换氧捕集阱、在气体钢瓶完全用完之前就更换。
- ✧ 色谱柱安装之后，经过 1~2 个加热循环，石墨垫因加热循环变松，要重新拧紧柱子进样口和质谱端的固定螺帽
- ✧ 手动调谐检查是否漏气：在 EI 源下调用 Autotune.u 或 CI 源 PCI 模式下调用 pcich4.u 调谐文件之后，待系统稳定，进入 Tune 界面，进行手动调谐
 - Parameters→Manual Tune...，进入如下图界面



- 选 MoreParams→Tune Params..., 进入如下界面, Mass1 改为 18 (水), Mass2 改为 28 (氮气), Mass3 改为 32 (氧气)→OK, 调谐液处于 CLOSE 状态, 点击上图 Scan 按钮开始扫描, 若 $m/z=32$ 有相当强的丰度的话, 说明有氧的存在



- 下图为CI源下, PCI下调谐的水、 N_2 和 O_2 的图, 图中丰度最强的为 29.10, 为甲烷气分子碰撞产生的离子, 17.10 位甲烷气分子失去 1 和H的离子; 18 的丰度为 2730 可能是甲烷气分子的峰, 28.10 可能也是甲烷气分子碰撞产生的峰, 32.60 页不是氧, 可能是个杂峰; 在PCI模式下, 因有甲烷气的存在, 因此调谐的结果只能做参考, 只要 32.00 的峰不强, 就说明没有氧的存在



3. 进样口的维护

● 进样针 (Syringe) 的维护

✧ 维护色谱柱、进样口、MSD 时要戴上无棉手套



✧ 进样针的类型：主要分手动进样针和自动进样针，上面的为手动进样针，注射器尾端为平的，下面的为自动进样针，注射器尾端为圆的

✧ 进样针的规格主要有 5 μ L 和 10 μ L 两种：5 μ L 可用于注射 0.5~2 μ L 样品，易弯曲；10 μ L 可用于注射 1~5 μ L 样品，不易弯曲

✧ 进样针的安装：打开自动进样器的塑料侧盖，左手拿针尽量垂直将进样针针尖插入针托架底部的小孔中，将针放入针槽，带刻度的面朝外，上面的平板平行向外，然后将固定片扳过来固定，将上端的卡扣拉下来，轻轻旋紧，稍微旋不动为止，用手指拖住最下端的针尖托板，轻轻向上托，针尖应很容易从下面探出，盖上侧板则自动进样器开始自检，完毕后 Ready 灯亮，取针按相反的顺序即可

✧ 进样针的清洗：进样针定期（每个月）取下来以丙酮、二氯甲烷和正己烷清洗多次，并重新装上

● 洗针小瓶的维护

✧ 在自动进样器的下方旋转托盘中除有一个样品槽以外，还有 10 个放置洗针溶剂的 4mL 小瓶，其中 3 个为溶剂 A，3 个为溶剂 B，4 个为废液瓶

✧ 溶剂 A 和溶剂 B 的小瓶在量低于中间的刻度线以下时要重新加满，废液瓶在溶剂高于中间的刻度线以上时要倒掉

✧ 洗针小瓶洗针顺序的设置：在 GC 的前控制面板上，按 “Config”，按 “” 选择 “Front Injector”，按 “Enter”，然后按 “” 选择 “Wash Mode A-A3 B-B3”，按 “ $\frac{\text{Mode}}{\text{Type}}$ ”，按 “” 选择相应的模式后按 “Enter” 键即可

● 进样隔垫的维护

✧ 进样隔垫要定期更换，一般扎针在 100~200 次之间时，要更换隔垫

✧ 隔垫漏气表现为进样口压力下降，仪器报警 “吡” 的声音，若没有及时发现，仪器自动将炉温降到 30 度，此时要把进样口温度降到 30 $^{\circ}$ C，确认炉温在 30 度以下，重新用手拧紧螺帽，不要用手扳螺帽，不要太用力，太紧会使进样针折断，若是还漏气，需更换新的隔垫

进样口漏气，会在工作站上显示如下字样：

“front inlet pressure shut down”

✧ 重新拧紧或更换隔垫后不要立即升温，在室温下吹扫 30min 再升温测试样品

● 衬管或玻璃棉的更换

✧ 衬管的更换：

➢ 注意：更换衬管可不关机，但要把进样口温度和柱温降到 30 $^{\circ}$ C 以下才可更换衬管

➢ 用卡口扳手松开进样口上端的大螺丝，然后用手将其完全拧松，然后将进样垫和螺帽的部分垂直向上提，用镊子夹住衬管的外壁连同 O 形圈一起提出，放到干净的无棉布上，将新的衬管套上新的 O 形圈，按有字的方向边旋转边向下放入衬管，直至轻按按不动为止，垂直旋上大螺丝，用扳手稍稍用力拧紧，不要太用力，以免压碎衬管

➢ 进样口压力按到 “On” 上，注意：待气体吹扫整个进样口和色谱柱 30min 之后，才可升高炉温，

测试样品

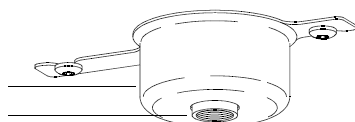
- ◇ 衬管的清洗：铬酸洗液先泡一段时间，然后用二氯二甲基硅烷浸泡 24 小时，然后用甲醇浸泡两个小时
- ◇ 一般情况下，只更换玻璃棉（去活）即可
- ◇ 将玻璃棉用柱子从另一端慢慢捅出，取新的一小团玻璃棉，团紧，用铁丝捅进衬管底端，注意铁丝不要触碰衬管内壁，以免造成活性位点。

● 分流平板的维护

- ◇ 分流平板的更换：



- **注意：**更换分流平板前最好关机，若不关机要把炉温降到 30℃ 以下，取下色谱柱前端并以废的进样垫堵死，进样口降温，关闭气相
- **一定要先拆下衬管，放到干净的布上，才可取下分流平板**
- 用 T20 型六角螺丝刀将柱温箱中左上端固定保温棉的隔热罩（如下图）的螺丝拧松，**不要拧下来**，取下铝盖，用扳手**用力**将卡住分流平板的螺丝拧下来，取出分流平板



- 换上新的垫片和分流平板，注意，不要让东西触到分流平板的表面，特别是金属的东西，以免出现划痕，可以以棉签蘸丙酮轻轻擦拭，然后晾干
- 重新装好分流平板、隔热罩和衬管，用实芯的石墨垫将进样口的下端堵死，打开气相，将气体流速设到 100mL/min，进样口温度设到 350℃，烘烤分流平板 8 个小时以上，然后降温至室温，装好色谱柱

- ◇ 分流平板的清洗

- ◇ 建议不要经常清洗和更换分流平板

4. 色谱柱的维护

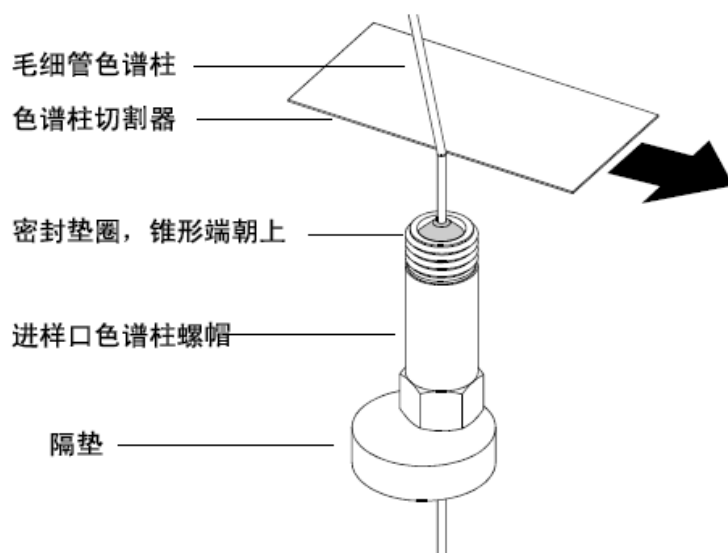
● 色谱柱的安装

- ◇ 用六角螺丝刀将固定色谱柱的下面两个螺丝拧松，取下旧的色谱柱，旧色谱柱的两端以进样隔垫堵住，放到包装盒中，并换上新的色谱柱，拧紧螺丝固定色谱柱
- ◇ 进样口端色谱柱的安装：
 - 一般情况下，色谱柱靠近铭牌缠绕的一端（里端）为进样口，外面的一端为 MSD 端出口
 - 首先留出足够长的色谱柱，将柱子穿过半片隔垫，以起到定位的作用，然后套上前端螺帽，和**短型石墨垫圈**，如下图

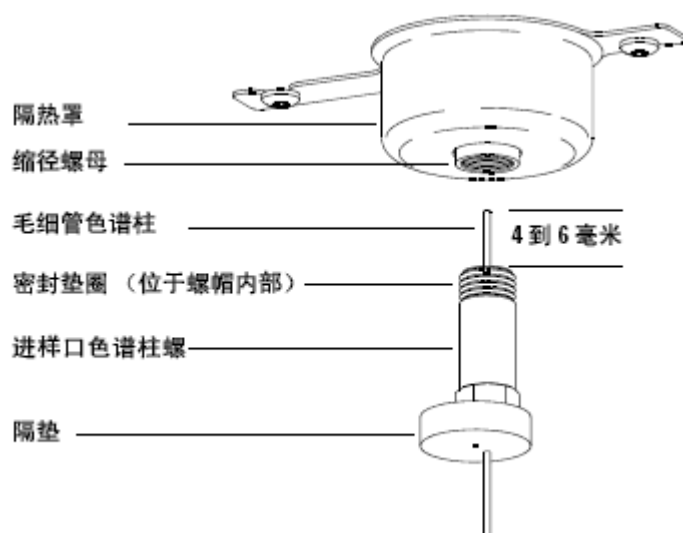


- 切割色谱柱：用陶瓷刀片带字的一面与柱子垂直，陶瓷面与柱子成 45 度角，轻轻划一下，然后

用镊子镊住前端，将柱子掰断，用 20 倍方大镜查看柱子切口，若切割不整齐，重新切割



- 调整柱子出口长度为 **4~6mm**（根据经验，4-5mm 之间最好），装到进样口底端，安装时左手顶住半片隔垫，右手拧紧螺帽，手拧不动时，用小扳手拧上 1/4~1/2 圈，轻轻地拉一下色谱柱，它应该不会滑脱



- 打开载气气流，将色谱柱的自由端浸入异丙醇或丙酮中，检验是否有气泡流出

◇ 老化色谱柱

- 新的色谱柱需要老化才能使用，用过的色谱柱视情况可能需要重新老化
- 在不加热 GC 柱箱的情况下，色谱柱中通载气 5 分钟以上，以赶走残留的空气
- 再 GC 控制面板上，将柱箱温度以 5°C/min 的速度提升，使其比最高分析温度高出 10°C，保留此温度 2 小时，设置好后，按 Start 开始
- 完毕后，在通载气流的情况下降温至 30°C，然后将色谱柱接到 MSD 端

◇ MSD 端色谱柱的安装：

- 同样的方法穿过半片隔垫，穿过 MSD 端的螺帽（MS interface column nut），穿上**长型石墨垫**，**注意穿过的方向和短型的正好相反**
- 然后切割色谱柱，将柱子从连接线穿过，在 MSD 真空箱的出口处留 1~2mm
- 然后用手拧紧螺帽，用扳手拧 1/4~1/2 圈，轻轻地拉一下色谱柱，它应该不会拉出

● 色谱柱的保养

- ◇ 高温下，氧气极易破坏色谱柱，因此在更换气瓶时要检查气路是否漏气，重新切割安装了色谱柱在

1~2 个加热循环之后，要重新拧紧进样口和 MSD 端的固定螺帽

- ✧ 定期更换隔垫，并且密切注意进样口端的漏气现象
- ✧ 避免酸、碱等强极性的物质进入色谱柱，在测试样品时，要以多以溶剂来空白进样
- ✧ 出现拖尾等问题，可切割一断色谱柱前端

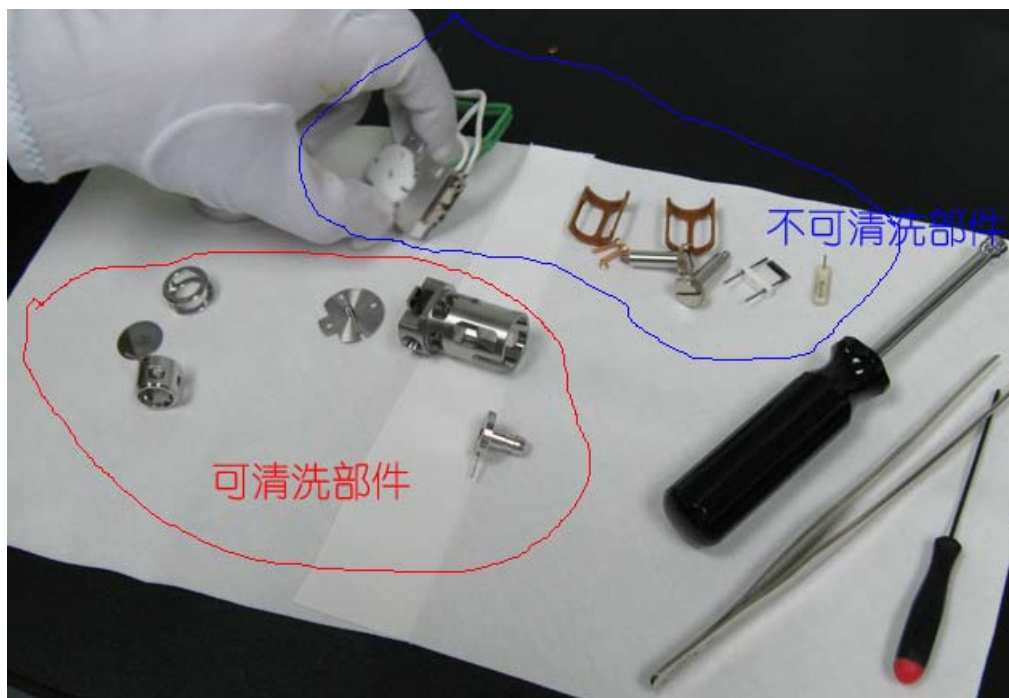
5. MSD 的维护

● 调谐

- ✧ 什么时候需要调谐：
 - 过渡调谐，则调谐液会污染离子源，特别是 CI 源调谐液，黏度大，对离子源的污染比较严重
 - 重新更换了气体，待烘烤 MSD 一段 8 小时以上以后做调谐
 - 重新更换了新的色谱柱需要做调谐
 - 出现峰形不好、峰分叉时需要做调谐，以检验 MSD 是否需要清洗
 - 出现未知的原因，往往调谐可以发现原因的所在
- ✧ 如何调谐：
 - 在一些情况下，我们只是想知道气路、柱子和真空箱中是否有水、氧的存在，因此可以手动调谐，检验这些物质在真空箱中的本底值
 - 自动调谐

● 离子源的清洗

- ✧ 在平整的桌上铺上干净的无棉纱布
- ✧ 拆开离子源
- ✧ 在干净的小烧杯中倒上氧化铝，加入一定量的甲醇，使成糊状
- ✧ 用棉签蘸氧化铝糊糊擦洗离子源可擦洗的部件，如下图



- ✧ 对于排斥极，因为太脏，可用砂纸蘸上氧化铝打磨
- ✧ 完毕后，以纯净水冲洗氧化铝
- ✧ 用甲醇超声 3 次，再用丙酮超声 3 次
- ✧ 对于离子源不可超声的部件，可用棉签蘸丙酮擦洗数次，在室温下自然晾干

◇ 超声后的部件在 50℃ 炉温箱中烘 30 min

◇ 重新装好离子源，注意不要使入口棱镜和离子聚焦的两个接头触到外面的金属壳

- 真空箱的维护

◇ 一般情况下，将真空箱保持在真空状态下

6. GC/MS 维护计划

- GC/MSD 的维护计划，如下表

任务	每周	每6个月	每年	根据需要
调谐 MSD				◆
检查前级泵油位	◆			
检查校准样品瓶		◆		
更换前级泵油*		◆		
更换扩散泵液			◆	
更换干的前级泵			◆	
清洁离子源				◆
检查 GC 和MSD 上的载气净化器				◆
更换老化的部件				◆
对侧板或放空阀的 O 形环进行润滑†				◆
更换 CI 反应气供气罐				◆
更换 GC 气罐				◆

* 对于使用氨气反应气的CI MSD，每3个月更换一次；

† 与侧板O形环和放空阀O形环不同，真空密封不需要润滑，对其他密封进行润滑可能会影响其正常工作

7. GC/MS 常用易耗品及其订购指南

- 常用的 Agilent 的易耗品一般从安谱订购，其部件号如下表

No.	Names	Description	Part Number
1	Column	DB-35MS, 30m×0.25mm×0.25μm	
2	Column	HP-5MSi, 30m×0.25mm×0.25μm	
3	Column nut		
4	Column nut		
5	Ferrule		
6	Ferrule		
7	Ferrule		

8. GC/MS 常见问题

- 第一点：GC/MS 出现的问题常常是发生在刚刚更换部件的部位，因此任何有关 GC/MS 的维护一定要做详细的记录，写在记录本上。

包括：更换玻璃棉、进样垫片、切割柱子、开关机等

- 峰形异常：常见的有下面几种

◇ 峰拖尾

- **进样口有活性点：**衬管内有活性点、一般出现在衬管或者分流平分流平板（Gold Seal）有污染，板刚刚更换或清洗之后，这样用一段时间之后，拖尾会大大改善
- 刚更换了玻璃棉，玻璃棉有吸附，用一段时间之后会改善，或者重新更换玻璃棉
- 进样口的色谱柱未切割好，用放大镜可以看到不整齐，重新切割会改善
- 进样体积太大或进样口温度过低
- 柱流失严重
- GC/MSD 连接线的温度太低
- 离子源温度太低
- ✧ 前伸峰
 - 色谱柱过载（进样量过大）
 - 初始炉温太低
 - 进样口有活性点
 - 柱流失严重
- ✧ 峰形不好，分叉
 - 这种情况一般是离子源脏了，需重新调谐或者清洗离子源
- 灵敏度差
 - ✧ 调谐不正确
 - ✧ 调谐文件和分析类型不匹配
 - ✧ 排斥极（repeller）电压太低
 - ✧ 温度设置不正确（炉温、GC/MSD 连接线、离子源）
 - ✧ 进样口泄漏
 - ✧ GC 进样口脏了
 - ✧ 分流比不正确
 - ✧ 不分流模式下吹扫时间太短
 - ✧ 离子源污染、漏气
 - ✧ 灯丝有问题
- 重复性差
 - ✧ 进样针脏了
 - ✧ 进样口脏了
 - ✧ 进样口泄漏
 - ✧ 进样体积太大
 - ✧ 柱子的连接处变松
 - ✧ 离子源变脏
- 一组样品，出峰时间靠前的样品有峰，出峰时间靠后的样品丰度变弱，或者根本没有
 - ✧ 这种情况，最有可能是由于色谱柱进样口端，预留的尺寸太长，超过 6cm，检查色谱柱进样口端的长度
 - ✧ 也可能是玻璃棉吸附的问题
- Sequence 在运行过程中自动停止了
 - ✧ 第一种情况：因为进样口压力不够，进样口关闭了，最有可能是进样垫，拧紧或者更换即可，也有可能是进样口色谱柱端的螺帽松了，拧紧即可。

进样口漏气，会在工作站上显示如下字样：

“front inlet pressure shut down”

- ✧ 第二种情况：Sequence 中断，前一个样品无任何异常，进样口压力正常，仪器正常
察看 Sequence 里每一项，看看是否数据文件在停止的地方是否多了回车，删去即可

可能会在工作站最底下一栏显示如下字样：

“ZI P=0”

- 数据文件上没有任何峰出现，完全就是基线

- ✧ 这种情况可能是没有进上样：

察看进样小瓶是否为空；

察看进样针是否松动，固定进样针的螺丝松了，则不会吸上任何样品

- ✧ 离子源等丝坏了

等丝在正常进样过程中不亮