

Agilent 7000 系列 三重四极杆 GC/MS

操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2008, 2009

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

G7000-97038

版本

第 1 版，2009 年 9 月

美国印刷

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

担保

本文档包含的内容均按“原版”提供，若有更改，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。

安全声明

小心

小心提示表示危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会损坏产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

“警告”提示表示危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会导致人身伤害或死亡。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视“警告”提示而继续进行操作。

1 简介

- 所使用的缩写 10
- 7000 系列三重四极杆 GC/MS 12
- 三重四极杆 GC/MS 硬件说明 14
- 重要安全警告 15
- 氢气安全 17
- 安全与规范认证 21
- 使用方法 24
- 仪器的清洗 / 回收利用 24
- 液体洒落 24
- 移动或存放 MS 24

2 安装 GC 色谱柱

- 色谱柱 26
- 准备安装毛细管色谱柱 28
- 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 30
- 老化毛细管色谱柱 32
- 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 33

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 从数据系统操作 MS 38
- 从本地控制面板 (LCP) 监测 MS 38
- LCP 菜单 40
- EI GC/MS 接口 41
- 打开 MS 之前 43
- 抽真空 44

控制温度 44
控制色谱柱流速 44
控制碰撞池流速 44
放空 MS 45
EI 模式下的高真空压力 46
设置 MS 温度和真空状态参数显示窗口 47
设置 MS 质量分析器温度 49
从 MassHunter Workstation 中设置 GC/MS 接口温度 51
校正色谱柱 52
配置 CC 气体 54
设置碰撞池气体流速 55
对 EI 模式自动调谐 MS 56
打开左侧面板进入质量分析器腔体 57
对 MS 抽真空 58
放空 MS 60
从 CI 源切换到 EI 源 62
移动或存放 MS 63
从 GC 设置接口温度 65
将方法保存到 GC 66

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

设置 MS 以在 CI 模式下操作 68
CI GC/MS 接口 69
操作 CI MS 71
CI 模式下的高真空压力 72

其他反应气 73
CI 自动调谐 75
流量控制模块 77
从 EI 源切换到 CI 源 79
操作反应气流量控制模块 81
设置反应气流量 83
执行 CI 自动调谐 84

5 常规维护

开始之前 88
维护真空系统 92
维护质量分析器 93
打开前质量分析器腔体 95
拆卸 EI 离子源 97
拆卸标准 EI 离子源 100
拆卸 EI 提取器离子源 102
清洁 EI 离子源 104
组装标准 EI 离子源 107
组装 EI 提取器离子源 108
安装 EI 离子源 110
卸下 CI 离子源 112
拆卸 CI 离子源 115
清洁 CI 离子源 117
组装 CI 离子源 119
安装 CI 离子源 121

- 安装 CI 接口顶部密封垫 122
- 卸下灯丝 124
- 安装灯丝 126
- 连接离子源和侧板之间的线缆 127
- 关闭前质量分析器腔体 131
- 取下左后方外壳进入后质量分析器腔体 132
- 打开后质量分析器腔体 134
- 更换电子倍增器打拿极 136
- 关闭后质量分析器腔体 138

A 化学电离理论

- 化学电离概述 140
- 正极 CI 理论 141
- 负极 CI 理论 147

本手册内容

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

1 “简介”

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

2 “安装 GC 色谱柱”

第 2 章介绍了如何准备与 MS 一起使用毛细管色谱柱，如何将毛细管色谱柱安装在 GC 柱箱中，以及如何使用 GC/MS 接口将毛细管色谱柱与 MS 连接。

3 “在电子轰击 (EI) 模式下操作”

第 3 章介绍了诸如设置温度、监测压力、调谐、放空和抽真空等 EI 模式下的日常操作。

4 “在化学电离 (CI) 模式下操作”

第 4 章介绍了在 CI 模式下运行所需执行的其他任务。

5 “常规维护”

第 5 章介绍了 7000 系列三重四极杆 GC/MS 的一般维护过程。

硬件用户信息

现在，您可以随手获得您的 Agilent 仪器文档了。



随仪器提供的硬件用户信息 DVD 搜集了大量的信息，有 Agilent 7890A GC、7000 系列 MS、7693 ALS 和 7683B ALS 的联机帮助、视频和手册。还包括您最需要信息的本地化版本，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

1 简介

| | |
|--------------------|----|
| 所使用的缩写 | 10 |
| 7000 系列三重四极杆 GC/MS | 12 |
| 三重四极杆 GC/MS 硬件说明 | 14 |
| 重要安全警告 | 15 |
| 氢气安全 | 17 |
| 安全与规范认证 | 21 |
| 使用方法 | 24 |
| 仪器的清洗 / 回收利用 | 24 |
| 液体洒落 | 24 |
| 移动或存放 MS | 24 |

本部分提供有关 7000 系列三重四极杆气相色谱仪 (GC) / 质谱仪 (MS) 的常规信息，包括硬件说明、常规安全警告和氢气安全操作信息。



所使用的缩写

在讨论本产品时使用了表 1 中列出的缩写。为了方便您阅读，已将这些缩写收集在此表中。

表 1 缩写

| 缩写 | 定义 |
|-------|-------------------|
| AC | 交流电 |
| ALS | 自动液体进样器 |
| BFB | 溴氟苯（校正剂） |
| CC | 碰撞池 |
| CI | 化学电离 |
| CID | 碰撞诱导解离 |
| DC | 直流电 |
| DFTPP | 十氟三苯磷（校正剂） |
| DIP | 直接插入探头 |
| EI | 电子轰击 |
| EM | 电子倍增器（检测器） |
| EMV | 电子倍增器电压 |
| EPC | 电子压力控制 |
| eV | 电子伏特 |
| GC | 气相色谱仪 |
| HED | 高能倍增器（请参考检测器及其电源） |
| id | 内径 |
| LAN | 局域网 |
| LCP | 本地控制面板 |
| m/z | 质荷比 |
| MFC | 质流控制器 |

表 1 缩写 (续)

| 缩写 | 定义 |
|-------|------------------|
| MRM | 多反应监测 |
| MS | 质谱仪 |
| MS1 | 前四极杆 |
| MS2 | 后四极杆 |
| NCI | 负化学电离 |
| OFN | 八氟萘 (校正剂) |
| PCI | 正化学电离 |
| PFDTD | 全氟二甲基三氧十二烷 (校正剂) |
| PFTBA | 全氟三丁胺 (校正剂) |
| QQQ | 三重四极杆 |
| Quad | 四极杆质量过滤器 |
| RF | 射频 |
| RFPA | 射频功率放大器 |
| Torr | 压力单位, 1 毫米汞柱 |
| Turbo | 分流分子涡轮真空泵 |

7000 系列三重四极杆 GC/MS

7000 系列三重四极杆 GC/MS 是一种独立的毛细管 GC 检测器，可与 Agilent 7890A 系列气相色谱仪一起使用。三重四极杆 MS 具有以下特色：

- 一个分流涡轮分子真空泵
- 旋片式前级泵
- MS 单独加热的离子源
- 可用的化学和电子电离模式 (PCI/NCI/EI)
- 两个 MS 单独加热的双曲四极杆质量过滤器
- 一个六极杆碰撞池
- 高能倍增器电极 (HED) 电子倍增检测器
- GC 单独加热的 GC/MS 接口
- GC 单独控制的碰撞池气流
- 可用的 EI 源和 HED 的高灵敏度电子设备升级
- 用于对 MS 进行本地监测的本地控制面板 (LCP)

物理特征

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

此仪器的基本组件包括：框架 / 盖装配件、真空系统、GC/MS 接口、离子源、电子设备、碰撞池、检测器和前后质量分析器。

本地控制面板

可使用本地控制面板对 MS 仪器状态进行本地监测。

真空规

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

在本手册中，术语“CI MS”是指 7000 系列三重四极杆 GC/MS CI 源系统。除非另外说明，否则它也适用于这些仪器的流量模块。

7000 系列三重四极杆 GC/MS CI 源系统升级工具包向 7000 三重四极杆 MS 中添加了以下内容：

- EI/CI GC/MS 接口
- 高灵敏度 EI 源
- CI 离子源和接口顶部密封垫
- 反应气流量控制模块
- 具有高灵敏度电子部件的 HED
- 用于进行 PCI 和 NCI 操作的双极 HED 电源

提供且需要甲烷 / 异丁烷气体净化器。它可滤掉氧、水、碳氢化合物和硫化物。

已对 MS CI 系统进行了优化，可获取 CI 所需的相对较高的离子源压力，同时在碰撞池、四极杆和检测器中保持了高真空。沿着反应气的流向路径布置了特殊密封垫，而且离子源的开口非常小，这些条件可使离子源气体在电离体中保留足够长时间，以便于发生适当的反应。

CI 接口有用于反应气的特殊管道。在接口顶部安装了弹簧加压密封垫。

在 CI 源和 EI 源之间来回切换所需时间不到 1 小时，但需要等待 1 至 2 小时，以便清洗反应气管线并将水和其他污染物烘干。从 PCI 切换到 NCI 大约需要 2 小时，以使离子源冷却。

三重四极杆 GC/MS 硬件说明

图 1 是典型 7000 三重四极杆 GC/MS 系统的概览图。



图 1 7000 三重四极杆 MS

重要安全警告

在使用 MS 时，应时刻牢记以下几项重要的安全注意事项。

MS 的许多内部部件带有危险电压

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

- MS 电源线与交流电源之间的接线
- 交流电源本身
- 交流电源与电源开关之间的接线

打开电源开关后，以下部件上也可能存在潜在的危险电压：

- 仪器内的所有电子线路板
- 与这些线路板相连的内部线缆
- 与任何加热器相连的连接线（柱箱、检测器、进样口或阀箱）

警告

所有这些部件都带有屏蔽外壳。当这些屏蔽外壳安装到位时，很难意外接触到这些危险电压。除非明确指出，否则切勿在检测器、进样口和柱箱未关闭情况下卸下屏蔽外壳。

警告

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

静电释放可能会损坏 MS 电子设备

静电释放可能会损坏 MS 中的印刷线路板。除非绝对必要，否则请勿触摸任何线路板。如果必须拿取这些线路板，则请配戴接地腕带，并采取其他防静电预防措施。

许多部件都带有危险的高温

GC/MS 中的许多部件的工作温度都很高，足以严重烫伤操作人员。不仅限于这些部件：

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

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

在仪器后部操作时要小心。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；穿着长服装、配戴手套、护目镜和一次性防尘雾口罩；按照当地法规将隔热材料放入密封的塑料袋中；处理隔热材料后使用中性肥皂和冷水洗手。

标准前级泵下的滑油盘可能会是一个火灾隐患。

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

警告

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

氢气安全

警告

使用氢气作为 GC 载气存在潜在的危险。

警告

使用氢气 (H₂) 作为载气或燃料气时，应了解氢气可能流入 GC 柱箱，并具有爆炸的危险。因此，应确保在所有连接均设置好之后再打开氢气的供气阀门，还应确保仪器输送氢气时，进样口和检测器的色谱柱接头始终与一个色谱柱相连，或始终配有封盖。

氢气是易燃气体。如果泄漏的氢气被限制在一个封闭的空间内，可能会有燃烧或爆炸的危险。任何情况下用到氢气时，都应在操作仪器前检查所有连、管线和阀门是否有泄漏现象。维护仪器前务必始终关闭氢气的供气阀门。

氢气是一种常用的 GC 载气。氢气有潜在的爆炸危险，并具有其他的危险特性。

- 氢气在很大的浓度范围内都是易燃的。在大气压力下，氢气的体积浓度在 4% 到 74.2% 之间时是易燃的。
- 氢气的燃烧速度是所有气体中最高的。
- 氢气的点火能非常低。
- 氢气在脱离高压作用迅速膨胀时可以自燃。
- 亮光下不可见的非明火会引燃氢气。

操作 GC/MS 时的特有危险

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

- 泄漏的氢气燃烧
- 高压汽缸中的氢气迅速膨胀时燃烧
- GC 柱箱中积聚了氢气并由此燃烧（请参见 GC 文档和 GC 柱箱盖的顶部边缘上的标签。）
- MS 中积聚了氢气并由此燃烧

MS 中积聚了氢气

警告

MS 无法检测进样口和 / 或检测器气流管道是否漏气。鉴于此原因，色谱柱接头务必与色谱柱相连，或安装有盖子或塞子，这一点是至关重要的。

所有用户都应知道造成氢气积聚的各种途径（表 2），并应知道在确信或怀疑有氢气积聚时采取何种预防措施。请注意，这些途径适用于所有质谱仪。

表 2 氢气积聚途径

| 途径 | 结果 |
|----------------|--|
| 关闭质谱仪 | 可以是有意关闭质谱仪。也可能因内部或外部故障造成意外关闭质谱仪。质谱仪关闭时并不会切断载气流速。因此，质谱仪中会逐渐积聚氢气。 |
| 质谱仪自动关闭 阀关闭 | 质谱仪为校正样品瓶和反应气配备了自动关闭阀。操作人员的有意操作或多种不同故障都会导致关闭阀关闭。关闭阀关闭时并不会关闭载气流速。因，质谱仪中会逐渐积聚氢气。 |
| GC 关闭 | 可以有意关闭 GC。也可能因内部或外部故障造成意外关闭质谱仪。不同的 GC 作用方式也不同。如果关闭配有电子压力控制 (EPC) 的 7890A GC，则 EPC 会停止载气流速。如果载气流速不受 EPC 控制，则载气流速会增加到其最大值。有些质谱仪无法抽走所有载气流速，从而导致质谱仪中积聚氢气。如果同时关闭质谱仪，则积聚速度会常快。 |
| 电源故障 | 如果电源出现故障，则 GC 和质谱仪会同时关闭。但载气流速不一定会切断。如上所述，在有些 GC 中，电源故障可能导致载气流速达到最大值。因此质谱仪中会积聚氢气。 |

警告

一旦质谱仪中积聚了氢气，排除时必须格外小心。错误启动充满氢气的质谱仪可能会引起爆炸。

警告

电源出现故障后，质谱仪可以自行启动并开始执行抽气操作。但这并不保证会排除系统中的所有氢气，也不保证不再有爆炸的危险。

预防措施

操作使用氢气载气的 GC/MS 系统时采取以下预防措施。

设备预防措施

警告

请务必确保前质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉和后质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉被牢固拧紧。请勿过度拧紧指旋螺钉，否则会引起泄漏。

请务必确保碰撞池室顶部板运输支架被拧紧。正常作业时请勿从顶部板移除运输支架，运输支架能够牢固固定顶部板防止发生泄露事故。

必须取下质量分析器前面玻璃窗口上的塑料盖。万一发生爆炸，此盖会脱落。

警告

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

常规实验室预防措施

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

操作预防措施

- 每次关闭 GC 或 MS 时都要关闭氢气源。
- 请勿将氢气作为碰撞池气体。
- 每次放空 MS 时都要关闭氢气源（没有载气流速时，请勿加热毛细管色谱柱）。
- 每次关闭 MS 中的关闭阀时都要关闭氢气源（没有载气流速时，请勿加热毛细管色谱柱）。
- 电源出现故障时，关闭氢气源。
- 如果在 GC/MS 系统无人值守的情况下，电源出现故障，则即使系统自己重新启动了，仍要执行以下操作：
 - 1 立即关闭氢气源。
 - 2 关闭 GC。
 - 3 关闭 MS 并让其冷却 1 个小时。

1 简介

- 4 清除室内*所有*潜在点火源。
- 5 打开 MS 多真空系统使其暴露在外。
- 6 至少等待 10 分钟以散去所有氢气。
- 7 正常启动 GC 和 MS。


使用氢气时，请参照您当地的环境健康与安全 (EHS) 标准对系统进行检查，判断是否有漏气现象，以避免出现燃烧或爆炸的危险。更换储气罐或对供气管线进行维护后务必检查是否存在泄漏现象。务必确保排气管道与通风橱相连。

安全与规范认证

7000 系列三重四极杆 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 610101-1
- 国际电工委员会 (IEC)：61010-1
- 欧洲标准 (EN)：61010-1

7000 三重四极杆 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.



7000 系列三重四极杆 GC/MS 是根据 ISO 9001 认证的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 7000 系列三重四极杆 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。

此设备经过符合国际公认的安全标准的设计与检测，并设计为供室内使用。使用本仪器时，如果不遵守制造商提供的操作规范，可能会削弱仪器的防护功能。一旦 MS 的安全保护装置受损，请切断设备的所有电源，并保护设备避免意外操作。

请联系合适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。



或者



表示存在放射性危险。



表示存在静电释放危险。



表明您绝不能将该电产品 / 电子产品扔进家用的普通垃圾桶。



电磁兼容性

本设备符合 CISPR 11 的要求。该设备的操作应符合以下两个条件：

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

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

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

如果未经 Agilent Technologies 明确许可而擅自变动或改装该设备，用户可能会失去操作该设备的权利。

噪音发射声明

声压

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

最高噪音水平

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

使用方法

必须按照 Agilent 产品用户指南中说明的方式使用 Agilent 产品。任何其他使用方法均可能会造成产品损坏或人身伤害。对于由于对产品的错误使用，对产品进行未经授权的改动、调整或改装，未遵守 Agilent 产品用户指南中的过程或对产品的使用违反适用的法律、规定或法规而导致的整个产品或部分产损坏，Agilent 概不负责。

仪器的清洗 / 回收利用

清洗仪器时，请断开电源并使用不含棉绒的湿布进行擦拭。有关仪器的回收利用信息，请联系您所在地区的 Agilent 销售代表处。

液体洒落

不要将液体溅洒到 MS 上。

移动或存放 MS

保持 MS 正常运行的最佳方法是让其保持真空和温度（必须通载气）。如果打算移动或存放 MS，需要采取一些预防措施。MS 必须始终保持竖直向上，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。有关更多信息，请参见第 63 页的“[移动或存放 MS](#)”。



2 安装 GC 色谱柱

色谱柱 26

准备安装毛细管色谱柱 28

在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱 30

老化毛细管色谱柱 32

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中 33

在您操作 GC/MS 系统之前，您必须选择、安装并老化 GC 色谱柱。本章介绍了如何安装和老化色谱柱。为了选择正确的色谱柱和流速，您必须了解您 MS 所使用的真空系统类型。左侧面板前下角的序列号标签中标明了型号。



色谱柱

MS 可使用的 GC 色谱柱有很多种，但是有些限制。

在调谐或数据采集时，流入 MS 的色谱柱流速不应超过建议的最大流速。因此，对色谱柱的长度和流速均有限制。超过建议的流速会导致质谱图性能和灵敏度降低。

请记住，色谱柱流速会随柱箱温度的变化而发生较大浮动。有关如何测量色谱柱实际流速的说明，请参见第 52 页的“校正色谱柱”。使用 Agilent Instrument Utilities 软件中的流速计算器以及表 3 确定可接受的色谱柱流速。要获得预期的色谱柱出口流速压力，请对 EI 模式使用表 7 中显示的值，对 CI 模式使用表 10 中的值。

表 3 气体流速

| 功能 | G7000 |
|---------------------------|----------------|
| 高真空泵 | 分流涡轮分子泵 |
| 最佳 HE 色谱柱气体流速，毫升 / 分钟（载气） | 1 到 2 |
| 反应气流速，毫升 / 分钟 | 1 到 2 |
| 碰撞池气体流速 | 3 到 4 |
| 建议使用的最大气体流速，毫升 / 分钟* | 4 |
| 最大气体流速，毫升 / 分钟† | 6.5 |
| 最大色谱柱内径 | 0.53 毫米（30 米长） |

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

† 谱图性能和灵敏度有可能降低。

老化色谱柱

在将色谱柱与 GC/MS 接口连接之前必须先老化色谱柱。

载气通常会带走一小部分毛细管色谱柱固定相。这称为色谱柱流失。色谱柱流失会将微量的固定相沉淀在 MS 离子源中。这样会降低 MS 的灵敏度，而需要清洗离子源。

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

老化密封垫圈

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

技巧与提示

- 请注意，7000 系列三重四极杆 GC/MS 的色谱柱安装过程与以前 MS 的安装过程不同。使用其他仪器的安装过程进行安装将不起作用，并且可能损坏色谱柱或 MS。
- 您可使用普通螺钉将旧的密封垫圈从色谱柱螺母上卸下来。
- 始终使用纯度高于或等于 99.9995% 的载气。
- 因为热膨胀的缘故，在数次受热与冷却后，新的密封垫圈会松动。经过两到三轮的加热循后检查密封性。
- 处理色谱柱时，尤其是接触即将插入 GC/MS 接口的一端时，请务必带上干净的手套。

警告

如果您使用氢气作为载气，应在将色谱柱装入 MS 中并将 MS 抽空后，再打开载气气流。如果关闭真空泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸请参见“[氢气安全](#)”。

警告

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

准备安装毛细管色谱柱

所需材料

- 毛细管色谱柱
- 色谱柱切割器，陶瓷 (5181-8836) 或钻石 (5183-4620)
- 密封垫圈
 - 内径为 0.27 毫米，用于内径为 0.10 毫米的色谱柱 (5062-3518)
 - 内径为 0.37 毫米，用于内径为 0.20 毫米的色谱柱 (5062-3516)
 - 内径为 0.40 毫米，用于内径为 0.25 毫米的色谱柱 (5181-3323)
 - 内径为 0.5 毫米，用于内径为 0.32 毫米的色谱柱 (5062-3514)
 - 内径为 0.8 毫米，用于内径为 0.53 毫米的色谱柱 (5062-3512)
- 干净的手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 进样口色谱柱螺帽（对于 Agilent 7890A，是 5181-8830）
- 放大镜
- 隔垫（可以是旧的，使用过的进样口隔垫）

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

过程

小心

在处理任何将置入 GC 或质量分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

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

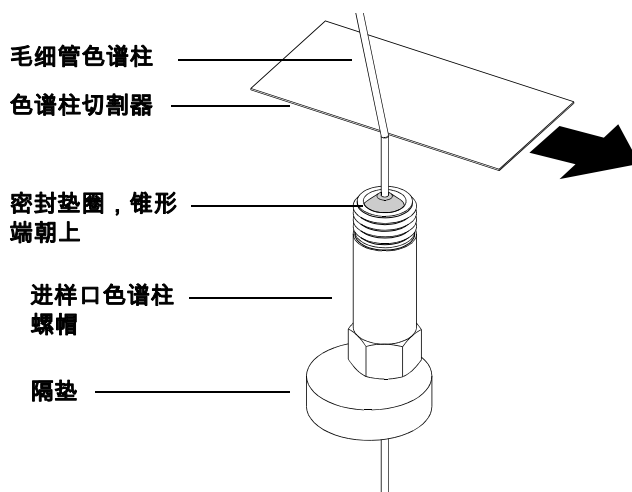


图 2 准备安装毛细管色谱柱

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

在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱



所需材料

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

要在其他类型的进样口中安装色谱柱，请参考气相色谱仪用户信息。

过程

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 准备安装色谱柱。(请参见第 28 页的“准备安装毛细管色谱柱”。)
- 2 在色谱柱螺母下面放置隔垫，使其比密封垫圈端部高出 4 至 6 毫米 (图 3)。
- 3 将色谱柱插入进样口。
- 4 将螺帽沿色谱柱向上插入进样口底部并用手指拧紧螺帽。
- 5 调整色谱柱位置以使隔垫与色谱柱螺帽的底部对齐。
- 6 将色谱柱螺帽再拧紧 1/4 到 1/2 圈。轻轻地拉一下色谱柱，它应该不会滑脱。
- 7 打开载气流速。
- 8 将色谱柱的自由端浸入异丙醇中，检验是否有载气流速。查看气泡。

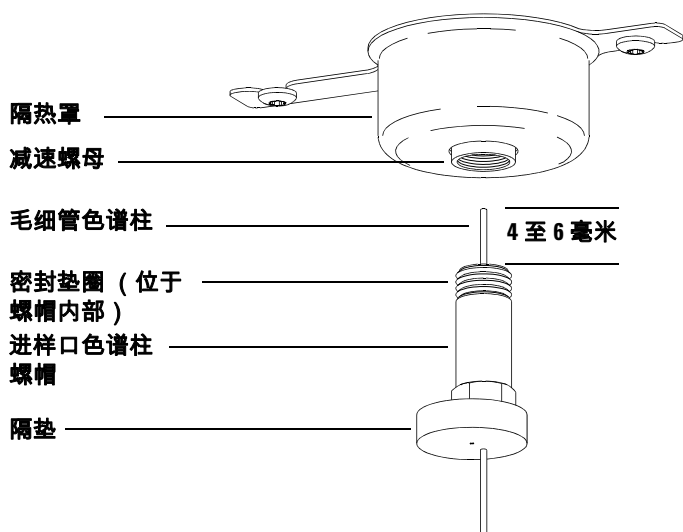


图 3 在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱

老化毛细管色谱柱



所需材料

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

警告

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

过程

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤，在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 1 将色谱柱安装在 GC 进样口中。（请参见第 30 页的“在分流 / 不分流进样口中安装毛细管色谱柱”。）
- 2 设置最低流速 (30 cm/s) 或使用色谱柱制造商建议的流速。在室温下通载气 15 到 30 分钟除去色谱柱中的空气。
- 3 设置柱箱程序升温：从室温到色谱柱的最高使用温度。
- 4 升温速率为 10 到 15 °C/min。
- 5 在最高温度保持 30 分钟。

小心

在 GC/MS 的接口、GC 柱箱或进样口中，温度都不得超过色谱柱最高温度。

- 6 将 GC 柱箱温度设置为 30 °C，并等待 GC 进入就绪状态。
- 7 将色谱柱与检测器连接。

另请参见

有关安装毛细管色谱柱的详细信息，请参考为获得高性能 MS 分析，在 GC 中优化不分流进样，Agilent Technologies 刊号 5988-9944EN。

将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中



此过程适用于将毛细管色谱柱直接安装到质量分析器中。如果您正在使用 Agilent 毛细管流速技术 Quick Swap 附件或任何其他 CFT 设备，请参阅相应的文档。

Agilent 7890A GC

所需材料

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

小心

在处理任何将置入 GC 或质量分析器腔体中的部件时，请始终戴上干净的手套。

2 安装 GC 色谱柱

过程

- 1 老化色谱柱。(请参见第 32 页的“老化毛细管色谱柱”。)

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

- 2 放空 MS (请参见第 60 页的“放空 MS”)并打开前质量分析器腔体(请参见第 95 页的“打开前质量分析器腔体”)。确保您可以看到 GC/MS 接口的末端。

警告

GC 工作时温度很高。为了避免灼伤,在确定 GC 部件已冷却之前切勿接触任何部件。

- 3 将接口螺帽和已老化的密封垫圈插入 GC 色谱柱的自由端。密封垫圈的锥形端必须朝向螺帽。
- 4 使用色谱柱切割器在距离色谱柱端部 2 厘米的位置刻线。
- 5 在用大拇指将色谱柱靠紧色谱柱切割器时,用色谱柱切割器的刀刃将色谱柱切断。
- 6 检查锯齿状刀刃或毛口的端部。如果断口不整洁或不平整,则请重复步骤 4 和 5。
- 7 将色谱柱滑入 GC/MS 接口(图 4)。调整色谱柱使其超出接口末端 1 到 2 毫米。如有必要,请使用手电筒和放大镜查看质量分析器腔体内部色谱柱的端部。不要用手指触摸色谱柱的端部。
- 8 用手拧紧螺帽。拧紧螺帽时要确保色谱柱的位置没有发生变化。
- 9 检查 GC 柱箱以确保色谱柱没有碰到柱箱壁。
- 10 将螺帽拧紧 1/4 到 1/2 圈。
- 11 经过一到两轮的加热循环后检查螺帽的密封性;根据需要重新拧紧。

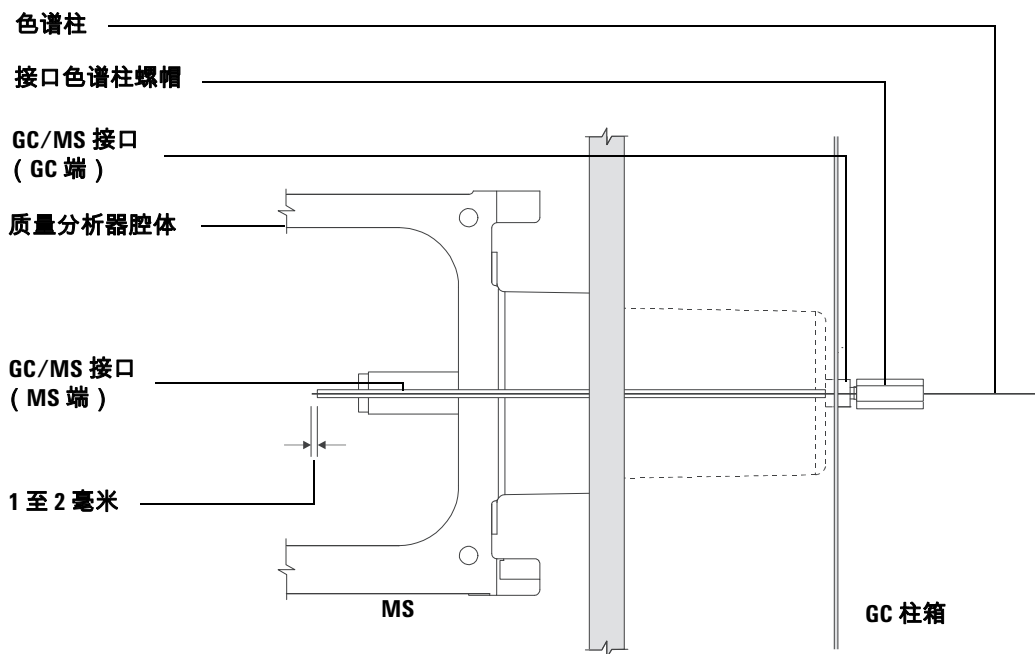
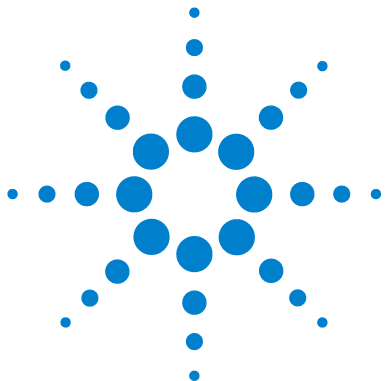


图 4 将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中

2 安装 GC 色谱柱



3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 从数据系统操作 MS 38
- 从本地控制面板 (LCP) 监测 MS 38
- LCP 菜单 40
- EI GC/MS 接口 41
- 打开 MS 之前 43
- 抽真空 44
- 控制温度 44
- 控制色谱柱流速 44
- 控制碰撞池流速 44
- 放空 MS 45
- EI 模式下的高真空压力 46
- 设置 MS 温度和真空状态参数显示窗口 47
- 设置 MS 质量分析器温度 49
- 从 MassHunter Workstation 中设置 GC/MS 接口温度 51
- 校正色谱柱 52
- 配置 CC 气体 54
- 设置碰撞池气体流速 55
- 对 EI 模式自动调谐 MS 56
- 打开左侧面板进入质量分析器腔体 57
- 对 MS 抽真空 58
- 放空 MS 60
- 从 CI 源切换到 EI 源 62
- 移动或存放 MS 63
- 从 GC 设置接口温度 65
- 将方法保存到 GC 66



3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

本章介绍如何在 EI 模式下执行 7000 系列三重四极杆 GC/MS 的一些日常操作过程。

小心

软件和固件会定期修改。如果这些过程中的步骤与您的 MassHunter Workstation 软件不一致，请参见随软件提供的手册和联机帮助，以了解详细信息。

从数据系统操作 MS

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

7000 三重四极杆能够在 EI 模式下运行，并有两种 EI 源可供选择。标准 EI 源 (G7008A) 包括一个抽出式透镜部件。高灵敏度提取器 EI 源 (G7008B) 是标准离子源的升级，它用提取器透镜代替了抽出板和抽出圆筒。在对样品进行电离时，此离子源可以提供更高的灵敏度。必须在采集方法所使用的采集软件调谐文件中指定要使用的 EI 源的类型。

从本地控制面板 (LCP) 监测 MS

本地控制面板 (LCP) 无需使用 Agilent MassHunter Workstation 即可显示 MS 的状态。

MassHunter Workstation 可以位于站点局域网 (LAN) 中的任何位置，因此，MassHunter Workstation 可能并不靠近设备。由于 LCP 可与 MassHunter Workstation 交互，因此您可以直接从 MS 访问 MassHunter Workstation 参数显示窗口。

注意

但是，通过 LCP 只能使用一部分功能，GC/MS MassHunter Data Acquisition Workstation 才是带有完整功能且能对大多数仪器进行可控操作的控制器。

操作 LCP

LCP 使用“菜单”按钮查询 GC/MS 各个方面的情况。

访问菜单中的某一项：

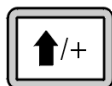


请重复按 [菜单] 直到您想要的菜单出现。

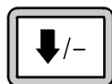


请重复按 [选项]，直到您想要的选项出现。

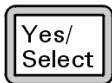
使用下列按钮对弹出的问题进行回答或进行选项选择：



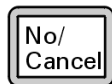
请使用 [上移] 增加显示值或向上滚动屏幕（比如在出现消息列表时）。



请使用 [下移] 减少显示值或向下滚动屏幕（比如在出现消息列表时）。



请使用 [是 / 选择] 以接受当前值。



使用 [否 / 取消] 更改当前值或返回到上一级菜单。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

LCP 菜单

要访问某菜单选项，请重复按 [菜单] 直到您想要的菜单出现，然后按 [选项] 直到您想要的选项出现。表 4 至表 6 将列出菜单和选项。

表 4 MS 参数菜单

| 操作 | 描述 |
|-----------------|--------------------|
| 高真空压力 | 显示质量分析器压力。 |
| 离子源温度， °C。 | 显示实际离子源温度和设定值。 |
| 四极杆 1 温度， °C。 | 显示实际前端质量过滤器温度和设定值。 |
| 四极杆 2 温度， °C。 | 显示实际后端质量过滤器温度和设定值。 |
| 以全速百分比形式表示的涡轮速度 | 显示分子涡轮泵的转速。 |

注意

不能从 LCP 设置 MS 参数。必须通过与 MS 连接的联机 GC/MS MassHunter Workstation 设置这些参数。

表 5 网络菜单

| 操作 | 描述 |
|-----------|---------------------------------------|
| IP 地址 | 显示 MS 的 IP 地址。 |
| 子网掩码 | 显示 MS 的子网掩码。 |
| 网关 | 显示“未找到” |
| MAC 地址 | 显示 MS 中智能卡的 MAC 地址。 |
| 安装标准网络配置 | 选择“是”，将配置重新设置为出厂缺省值 |
| 安装自定义网络配置 | 选择“是”，使用 Telnet 网络配置命令安装自定义配置。这是服务修改。 |

表 6 LCP 测试菜单

| 操作 | 描述 |
|--------------|----------------------------|
| 测试 LCP 按钮？ | 按照显示的指令操作，可对每个 LCP 按钮进行测试。 |
| 测试 LCP 显示屏？ | 选择“是”可测试 LCP 显示屏是否有坏点。 |
| LCP 显示屏流控制测试 | 允许您检查 LCP 显示屏中是否有不规则图案。 |
| 测试 LCP 嘟嘟声？ | 在 3 秒钟后显示屏发出嘟嘟声。 |

EI GC/MS 接口

GC/MS 接口 (图 5) 是插入到 MS 中用于毛细管色谱柱的加热管道。该接口由螺栓固定于前面的质量分析器腔体的右侧，并带有 O 形环密封垫。GC/MS 接口还具有一个保壳，此壳应保留在原来的位置。

GC/MS 接口的一端穿过气相色谱仪的一侧并延伸进入 GC 柱箱。这一端上带有螺纹，可使用螺帽和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端插入到离子源。毛细管色谱柱末端超出接口导管 1 到 2 毫米进入到电离室。

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

GC/MS 接口应在 250 至 350 °C 的温度范围内运行。基于此限制，接口温度应稍微高于 GC 柱箱的最高温度，但是**绝对不能**高于色谱柱最高温度。

EI GC/MS 接口只能与 EI 离子源结合使用。但 CI GC/MS 接口可与任一源结合使用。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

另请参见

第 33 页的“将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中”。

警告

GC/MS 接口运行于高温下。如果当 GC/MS 很热时触摸它，会被灼伤。

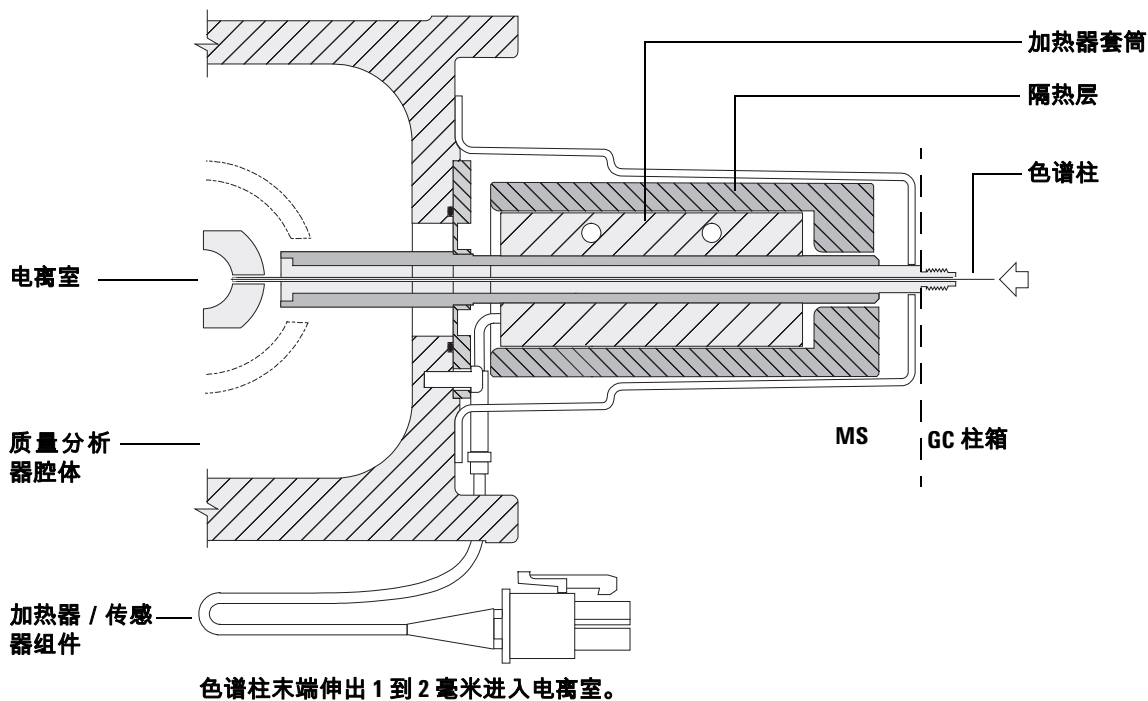


图 5 EI GC/MS 接口

打开 MS 之前

打开或尝试操作 MS 之前，请确认以下事项。

- 放空阀必须关闭（旋钮已顺时针完全拧至一侧）。请参见第 60 页的“放空 MS”。
- 所有其他真空密封件和接头均已到位并正确紧固。所有质量分析器面板指旋螺钉都必须打开，但正在使用危险的载气或反应气时除外。
- MS 已连接到接地电源。
- GC/MS 接口延伸入 GC 柱箱。
- GC 入口和 GC/MS 接口中安装了老化过的毛细管色谱柱。
- GC 已打开，但 GC/MS 接口的加热区、GC 入口和柱箱处于关闭状态。
- 已使用推荐的净化器将纯度最低为 99.9995% 的载气用管道连接至 GC。
- 如果使用氢气作为载气，则载气流速关闭，且前质量分析器侧板以及后质量分析器侧板顶部的指旋螺钉不能拧得太紧。
- 前级泵废气必须正确排出。

警告

前级泵的废气中包含所分析的溶剂和化学物质。如果使用标准前级泵，则还会有泵油残留。如果您正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请取下集油器（标准泵）并安装一根软管（11 - 毫米）以便将前级泵废气排放到室外或排入通风（废气）橱内。请遵守当地法规。与标准泵配套的集油器只收集泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。

警告

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

小心

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

抽真空

数据系统可帮助您对 MS 进行抽真空。此过程大部分都是自动完成的。一旦关闭放空阀并打开主电源开关（同时按质量分析器的两个侧板），MS 就会自动进行抽真空。数据系统软件监测并显示抽真空过程中的系统状态。当压力足够低时，程序会打开离子源和质量过滤器加热器，并提示打开 GC/MS 接口加热器。如果 MS 不能正确抽真空就会关闭。

使用 MS 参数显示窗口，数据系统可显示：

- 分子涡轮泵 MS 的发动机转速
- 质量分析器腔体压力（真空）

LCP 也能显示这些数据。

控制温度

MS 温度是通过数据系统进行控制的。MS 具有独立的加热器和温度传感器，可用于离子源、前端四极杆质量过滤器以及后端四极杆质量过滤器。您可以从数据系统中调整设定值和查看这些温度，或直接从本地控制面板进行查看。

一般来说，GC/MS 接口加热器由 GC 上的第 2 辅助加热区提供能量并进行控制。可通过数据系统或 GC 设置和监测 GC/MS 接口温度。

控制色谱柱流速

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

MS 可用于测量实际的色谱柱流速。可以注入少量的空气或其他无保留的化学物质，并测量它到达 MS 所需的时间。通过这种时间测量，可计算出色谱柱流速。请参见第 52 页的“校正色谱柱”。

控制碰撞池流速

碰撞池气体流速由位于 GC 中的 EPC 模块控制。碰撞池气体是两种气流的组合，它们是在 EPC 出样口进行混合的，随后通过单个管线传送到 MS。通常，两种气体为氮气和氦气。混合前 EPC 出样口的气压可控制每种气体的流速。这些压力由 MassHunter Data Acquisition Workstation 控制，或者直接在 GC 面板进行控制。请参见第 55 页的“设置碰撞池气体流速”。

放空 MS

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

如果放空不正确，则会损坏 MS。如果在分子涡轮泵以正常转速的 50% 以上运转时进行放空，则会损坏涡轮泵。

LCP 也能显示这些数据。

警告

首先确保 GC/MS 接口和质量分析器区域的温度较低（低于 100 °C），然后再放空 MS。温度为 100 °C 时足以灼伤皮肤。处理质量分析器部件时请始终戴上手套。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MS 电源之前必须关闭载气流速。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“氢气安全”。

小心

绝对不能通过将空气通入前级软管的任何一端来放空 MS。请使用放空阀或卸下色谱柱螺帽和色谱柱。

请勿在分子涡轮泵以正常转速的 50% 以上运转时进行放空。

请勿超过推荐的最高总气体流速。请参见表 3。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

EI 模式下的高真空压力

在 EI 模式下对操作压力影响最大的是载气 (色谱柱) 和碰撞池气体流速。表 7 列出了各种氦气和氮气碰撞池气体流速下的典型压力。这些压力是近似值。根据仪器的不同, 这些压力可能相差 30%。

表 7 载气和碰撞池气体流速对离子真空规读数的影响

| 色谱柱流速 (毫升 / 分钟) | CC 气体打开 N2 = 1.5 , He = 2.25 | | CC 气体关闭 | | CC 气体打开 N2 = 1.5 , He 关闭 | |
|--------------------|---------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------------|-----------------------|
| | 粗真空 | 高真空 | 粗真空 | 高真空 | 粗真空 | 高真空 |
| 0.5 | 1.58×10^{-1} | 1.11×10^{-4} | 8.82×10^{-2} | 6.05×10^{-7} | 1.36×10^{-1} | 1.31×10^{-4} |
| 0.7 | 1.61×10^{-1} | 1.10×10^{-4} | 9.92×10^{-2} | 7.75×10^{-7} | 1.39×10^{-1} | 1.31×10^{-4} |
| 1 | 1.66×10^{-1} | 1.10×10^{-4} | 1.00×10^{-1} | 8.38×10^{-7} | 1.44×10^{-1} | 1.31×10^{-4} |
| 1.2 | 1.69×10^{-1} | 1.10×10^{-4} | 1.05×10^{-1} | 9.38×10^{-7} | 1.47×10^{-1} | 1.31×10^{-4} |
| 2 | 1.80×10^{-1} | 1.11×10^{-4} | 1.22×10^{-1} | 1.36×10^{-6} | 1.60×10^{-1} | 1.32×10^{-4} |
| 3 | 1.95×10^{-1} | 1.12×10^{-4} | 1.41×10^{-1} | 1.82×10^{-6} | 1.75×10^{-1} | 1.32×10^{-4} |
| 4 | 2.10×10^{-1} | 1.12×10^{-4} | 1.57×10^{-1} | 2.33×10^{-6} | 1.90×10^{-1} | 1.31×10^{-4} |
| 6 | 2.37×10^{-1} | 1.13×10^{-4} | 1.89×10^{-1} | 3.29×10^{-6} | 2.18×10^{-1} | 1.34×10^{-4} |

如果压力持续高于列出的值, 请参考 MassHunter Workstation 软件中的联机帮助, 了解有关对漏气和其他真空问题进行故障排除的信息。

设置 MS 温度和真空状态参数显示窗口

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

过程

- 1 选择方法 > 编辑参数显示窗口，以显示选择参数显示窗口对话框。请参见图 6。

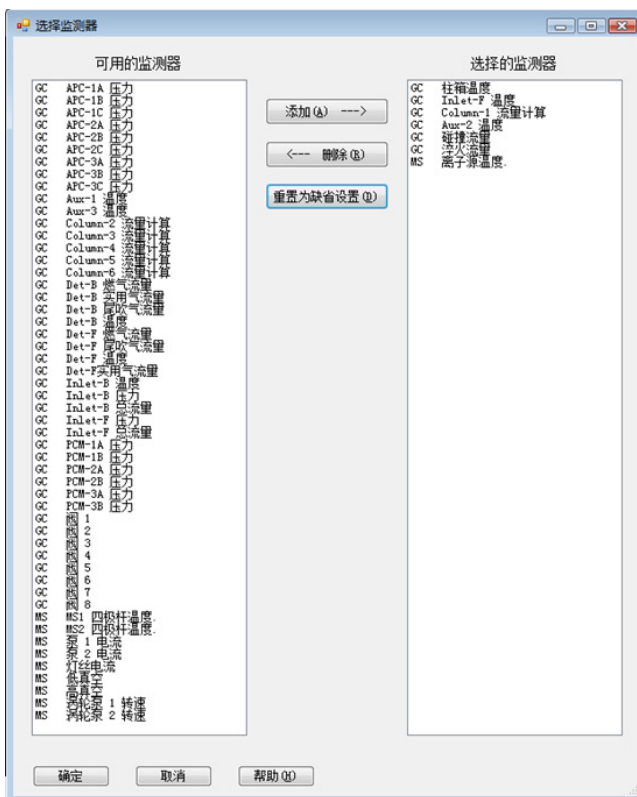


图 6 “选择参数显示窗口”对话框

- 2 在可用参数显示窗口列中，选择 MS High Vac (MS 高真空)，并单击添加按钮，将选项移动到选定的参数显示窗口列。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

- 3 在可用参数显示窗口列中，选择 MS 1 加热器 (MS1 Heater)，并单击添加按钮，将选项移动到选定的参数显示窗口列。
- 4 在可用参数显示窗口列中，选择 MS 2 加热器 (MS2 Heater)，并单击添加按钮，将选项移动到选定的参数显示窗口列。
- 5 在可用参数显示窗口列中，选择 MS 1 涡轮转速 (MS Turbe Speed)，并单击添加按钮，将选项移动到选定的参数显示窗口列。
- 6 在可用参数显示窗口列中，选择 MS 1 离子源温度 (MS Source Temp)，并单击添加按钮，将选项移动到选定的参数显示窗口列。
- 7 选择所需的任何其他监视器，并将其添加到选定的参数显示窗口列。
- 8 单击确定。新的监视器将在仪器控制窗口的右下角上下相邻显示。
- 9 选择窗口>排列绘图和参数显示窗口，或单击每个监视器并将它们拖动到所需位置。请参见图 7，该图提供了一种排列监视器的方式。

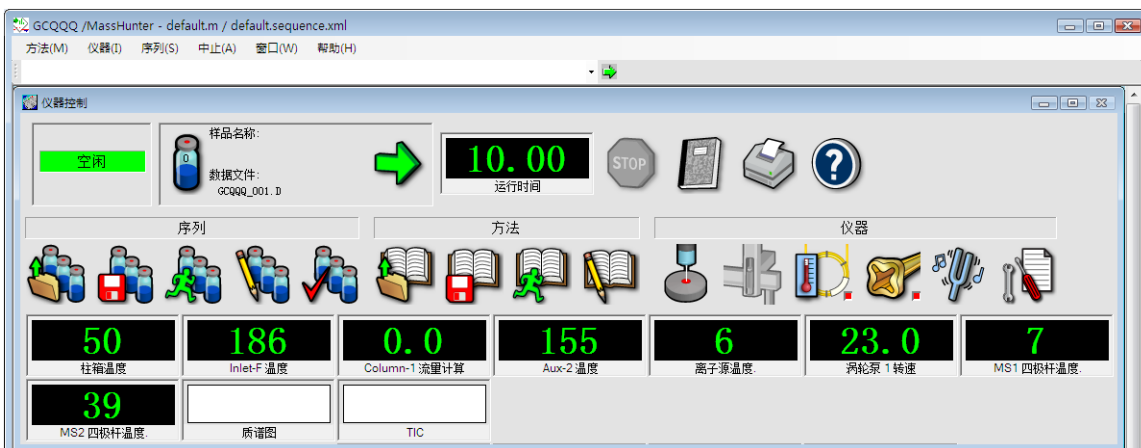


图 7 排列参数显示窗口

- 10 要使新设置成为方法的一部分，请从方法菜单中选择保存。

设置 MS 质量分析器温度

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

过程

- 1 在仪器控制面板中，选择 **MS 调谐** 图标，将显示 **调谐** 对话框。选择 **手动调谐** 选项卡，然后选择 **离子源** 选项卡，显示离子源参数。
- 2 在 **离子源温度** 字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参见 [表 8](#)。
- 3 选择 **MS1** 选项卡，显示 MS1 参数。
- 4 在 **MS1 四极杆温度** 字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参见 [表 8](#)。
- 5 选择 **MS2** 选项卡，显示 MS2 参数。
- 6 在 **MS2 四极杆温度** 字段内输入温度设定值。有关推荐的设定值，请参见 [表 8](#)。
- 7 选择 **文件和报告** 选项卡，然后单击 **保存** 按钮将这些更改保存到调谐文件中。

表 8 推荐的温度设置

| 区域 | EI 操作 |
|----------|--------|
| MS 离子源 | 230 °C |
| MS 四极杆 1 | 150 °C |
| MS 四极杆 2 | 150 °C |

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

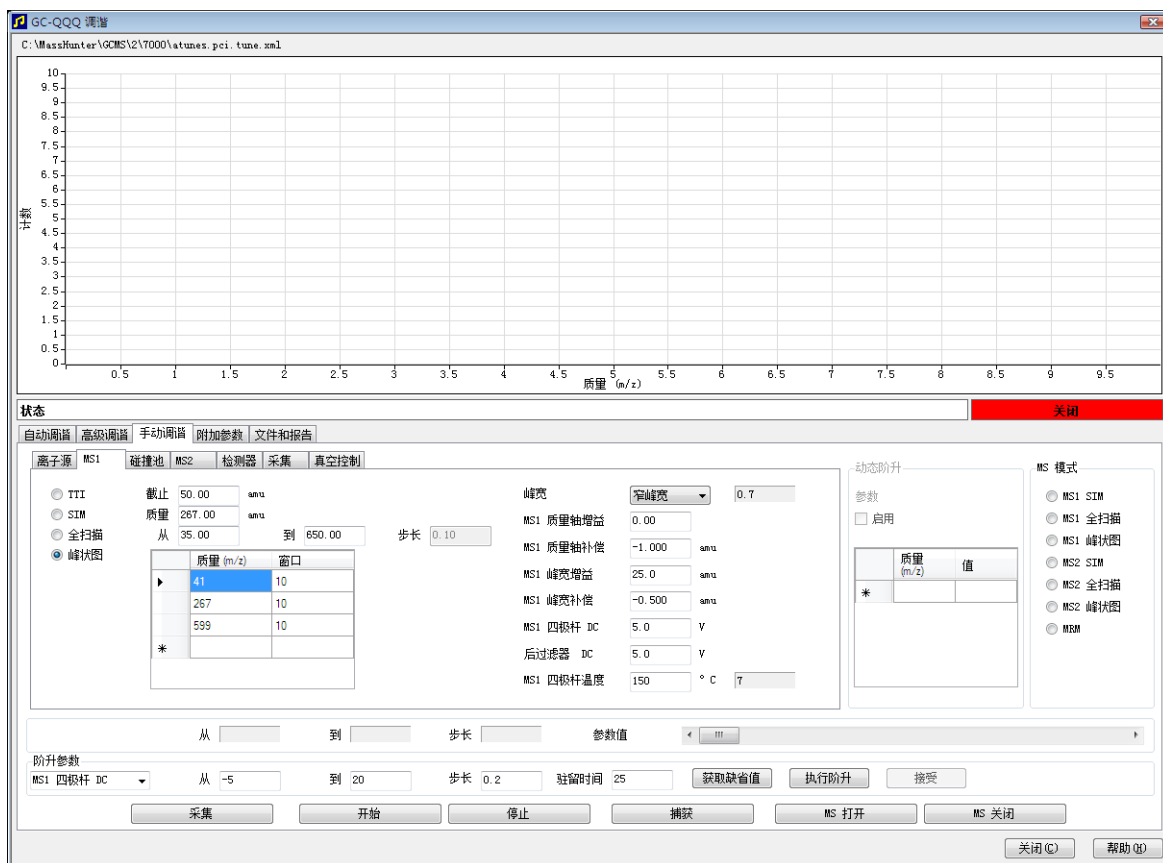


图 8 设置温度

GC/MS 接口、离子源和 MS1 四极杆加热区是相互影响的。如果一个区域的设定值与相邻区域的设定值差异太大，则质量分析器加热器可能无法准确地控温度。

警告

软件不允许四极杆超过 200 °C 或离子源超过 350 °C。

从 MassHunter Workstation 中设置 GC/MS 接口温度

还可使用 GC 控制面板执行此任务。

过程

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

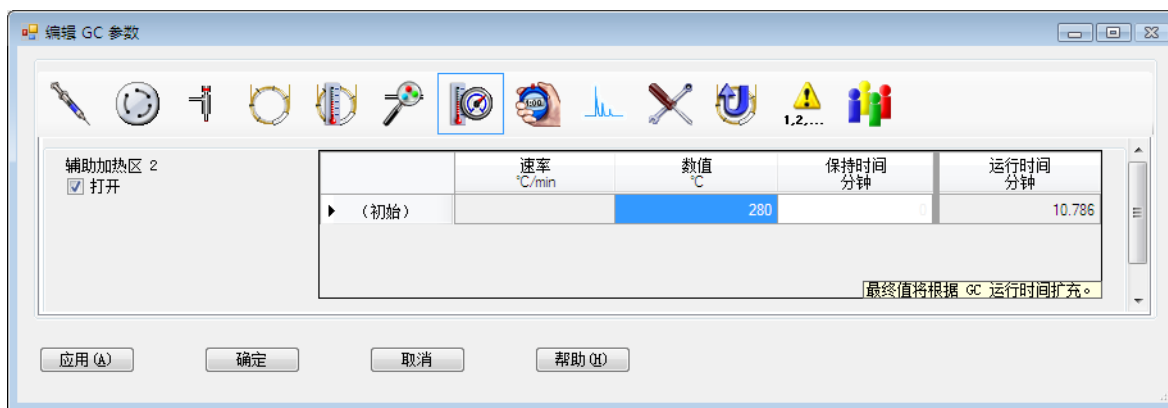


图 9 设置接口温度

小心

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

小心

设置 GC/MS 接口温度时，不要超过色谱柱的最大值。

- 3 打开加热器，然后在温度值列中键入设定值。典型的设定值为 280 °C。范围是 0 °C 到 400 °C。如果设定值低于环境温度，则会使接口加热器关闭。
- 4 单击应用以下载设定值，或单击确定下载设定值并关闭窗口。
- 5 要使新设置成为方法的一部分，请从方法菜单中选择保存。

校正色谱柱

必须在使用 MS 之前校正毛细管色谱柱。

过程

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

计算色谱柱长度

GC 条件

此测量必须在调用方法的柱温箱温度和柱流量条件下进行。

温度: 70 °C

色谱柱内的压力: 1.1739 psi

色谱柱外的压力: 0 psi

真空

气体类型: He

未保留峰的保留时间: 2.0125 分钟

| | 当前 | 计算值 |
|------|-----------|-----------|
| ▶ 长度 | 30 m | 30 m |
| 直径 | 250 μm | 250 μm |
| 保留时间 | 2.0125 分钟 | 2.0125 分钟 |

确定 取消

图 10 “计算色谱柱长度”对话框

- 11 显示新的色谱柱长度时，单击**确定**保存更改。
- 12 单击**校正色谱柱**屏幕上的**确定**，保存校准。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

配置 CC 气体

- 1 从 **MassHunter Data Acquisition Workstation 仪器控制面板** 中，选择 **仪器 > 配置**。
- 2 选择 **模块** 选项卡，以显示屏幕。请参见图 11。



图 11 配置碰撞池气体

- 3 从 **QQQ 碰撞池 EPC** 下拉菜单中，选择碰撞池气体。
- 4 单击 **确定** 保存该配置。

设置碰撞池气体流速

- 1 从 MassHunter Data Acquisition Workstation 仪器控制面板中，选择仪器 > GC 参数。
- 2 单击 CFT 图标，以显示 CFT 屏幕。请参见图 12。
- 3 从说明列表中选择 QQQ 碰撞池 EPC。
- 4 在相应的字段输入所需的气体流速。

注意

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

- 5 单击打开抑制性气体 He 复选框，允许抑制性气体 He 流动。单击打开碰撞气体 N2 复选框，允许碰撞气体 N2 流动。
- 6 单击应用以下载设定值，或单击确定下载设定值并关闭窗口。
- 7 要使新设置成为方法的一部分，请从方法菜单中选择保存。



图 12 设置碰撞池气体流速

对 EI 模式自动调谐 MS

可使用 MassHunter Workstation 软件调谐 MS。

过程

- 1 请将系统设置为相同的条件 (GC 柱箱温度和色谱柱流速及 MS 质量分析器温度) , 以用于采集数据。
- 2 在**仪器控制面板**中, 单击 **MS 调谐**图标以显示 **GC-QQQ 调谐**对话框。
- 3 当前的调谐文件将显示在 **GC-QQQ 调谐**对话框的左上角。确保调用正确的调谐文件。
- 4 如有必要, 单击**文件和报告**选项卡, 然后单击**调谐文件**区域中的**调用**, 可调用新的调谐文件。选择调谐文件并单击**确定**按钮。

调谐文件必须与质量分析器中离子源的类型匹配。如果使用 EI 离子源, 请选择为 EI 离子源创建的调谐文件。

- 5 单击**自动调谐**选项卡, 对标准 EI 离子源选择 **EI 源**; 如果使用包含可变电压提取器的高灵敏度 EI 离子源, 则选择**具有提取器的 EI 源**。
- 6 如果在系统放空、进行重大维修或停电后重新启动系统, 请选中**从缺省设置调谐**复选框。如果清除**从缺省设置调谐**框, 将使用以前的调谐值开始自动调谐过程。
- 7 选中**完成时保存调谐文件**复选框, 以保存由自动调谐生成的新调谐参数。如果要在保存新生成的调谐参数之前检查自动调谐报告, 则不要选择该项。
- 8 选中**打印自动调谐报告**复选框, 以自动打印调谐报告。
- 9 单击**自动调谐**按钮启动自动调谐。**状态行**显示自动调谐过程中当前的步骤, 该步骤的调谐参数的绘图显示在顶部图形中。如果在上面指定, 自动调谐完成后, 将打印调谐报告。

要在自动调谐完成自动参数选择之前将其停止, 请单击**中止自动调谐**按钮。将使用上次成功完成的自动调谐的参数。

- 10 检查调谐报告。如果结果可接受, 并且没有选中**完成时保存调谐文件**复选框, 则可通过单击**文件和报告**选项卡, 然后单击**保存**按钮来保存自动调谐。

有关调谐的其他信息, 请参见 MassHunter 数据采集工作站软件附带的手册或联机帮助。

打开左侧面板进入质量分析器腔体



打开左侧面板的目的只是为了进入前和后质量分析器腔体或者质量分析器侧板。这是抽真空、清洁或更换离子源、更换灯丝或更换电子倍增器打拿极所必须进行的操作。如果需要打开左侧面板（图 37），请执行下列过程：

过程

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

对 MS 抽真空

警告

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

警告

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



过程

- 1 取下前部质量分析器窗口，并打开左侧质量分析器面板，以接触到放空阀和质量分析器四极杆驱动板。请参见第 57 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”。
- 2 部分关闭放空阀，顺时针旋转它，使它稍微打开一些。
- 3 将电源线插入接地的电源插座。
- 4 打开三重四极杆电源开关，等待本地控制面板中显示“Agilent”字样。
- 5 轻按前端和后端的质量分析器四极杆驱动板，以确保密封正常。按四极杆驱动板上的金属盒。

小心

在按质量分析器板时，不要推动灯丝板安全屏蔽盖。此屏蔽盖的设计不足以承受这种压力。

前级泵会产生汩汩声。此声音会在一分钟内停止。如果此声音继续，则表明系统中存在严重的漏气现象，可能位于侧板密封垫、接口色谱柱螺帽或放空阀处。

- 6 启动 MassHunter 数据采集程序。如果针对 EI 和 CI 离子源分别对三重四极杆进行了配置，则会提示您选择当前安装的离子源类型。出现提示时，请单击 EI 或 CI 离子源类型。
- 7 从仪器控制面板中选择 **MS 调谐** 图标。
- 8 选择 **手动调谐** 选项卡。
- 9 选择 **真空控制** 选项卡。

- 10 单击**抽真空**按钮。
- 11 与 PC 建立通信后，单击**确定**。

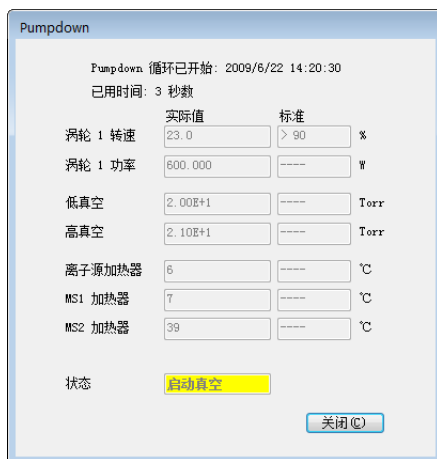


图 13 抽真空

小心

在 10 到 15 分钟内，分子涡轮泵的转速应上升至正常转速的 80% (图 13)。泵转速最终应达到正常转速的 95%。如果未满足这些条件，MS 电子部件会关闭前级泵。为了从此状况中恢复，必须关闭 MS 然后再打开。如果 MS 不正常抽真空，请参见手册或联机帮助，了解有关对漏气或其他真空问题进行故障排除的信息。

小心

切勿在载气流速打开前打开任何 GC 加热区。在未通载气的情况下加热色谱柱会对其造成损坏。

- 12 在听到放空阀发出嘶嘶声时，将手从侧板移开，关闭放空阀。
- 13 出现提示时，打开 GC/MS 接口加热器和 GC 柱箱。完成后单击**确定**。软件会打开离子源和质量过滤器（四极杆）加热器。温度设定值存储在当前的自动调谐文件中。
- 14 在消息**可以运行**出现后，等待 2 小时，以便 MS 达到热平衡。在 MS 达到热平衡前采集的数据可能无法重现。
- 15 调谐 MS。(请参见第 56 页的“对 EI 模式自动调谐 MS”或第 84 页的“执行 CI 自动调谐”。)

放空 MS



过程

- 1 从仪器控制面板中单击 **MS 调谐** 图标。
- 2 选择 **手动调谐** 选项卡。
- 3 选择 **真空控制** 选项卡。
- 4 单击 **放空** 按钮。
- 5 将 GC/MS 接口加热器和 GC 柱箱温度设置为环境温度 (室温)。

警告

如果使用氢气作为载气，则关闭 MS 电源之前必须关闭载气流速。如果关闭前级泵，则氢气将积聚在 MS 中，因而有可能发生爆炸。在使用氢气载气对 MS 进行操作之前，请阅读“[氢气安全](#)”。

小心

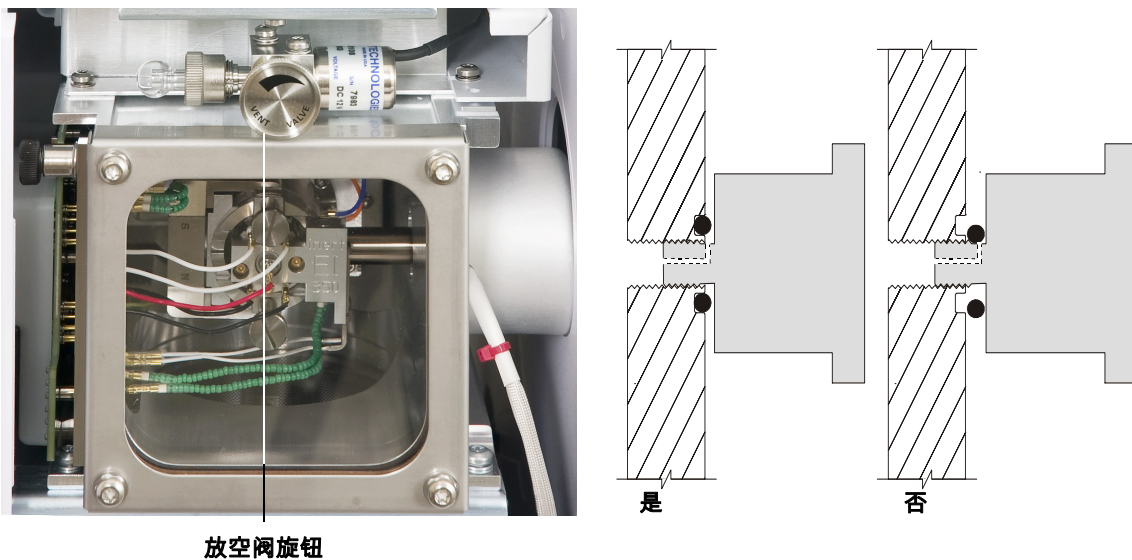
确保在关闭载气流速时 GC 柱箱和 GC/MS 接口已冷却。

- 6 按电源开关，关闭 MS。(请参见[图 1](#)。)
- 7 拔下 MS 电源线。

警告

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

- 8 拆下质量分析器窗口外壳(请参见第 57 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”)。



放空阀旋钮

图 14 MS 放空阀旋钮

- 9 逆时针旋转放空阀旋钮 (图 14) 仅 3/4 圈, 或直到听到空气流入质量分析器腔体时发出的嘶嘶声。

切勿过度旋转旋钮, 否则 O 形环会从凹槽中掉出。确保在抽真空前重新拧紧旋钮。

警告

在接触质量分析器前请将其冷却至接近室温。

小心

在触及质量分析器腔体中的任何部件时, 请始终戴上干净的手套。

从 CI 源切换到 EI 源

过程

- 1 放空 MS。请参见第 60 页的“[放空 MS](#)”。软件将提示您执行适当的操作。
- 2 打开左侧进入面板。请参见第 57 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”。
- 3 打开前质量分析器腔体。请参见第 95 页的“[打开前质量分析器腔体](#)”。
- 4 卸下 CI 接口顶部密封垫。请参见第 122 页的“[安装 CI 接口顶部密封垫](#)”。
- 5 卸下 CI 离子源。请参见第 112 页的“[卸下 CI 离子源](#)”。
- 6 安装 EI 离子源。请参见第 110 页的“[安装 EI 离子源](#)”。
- 7 将 CI 离子源和接口顶部密封垫放在离子源存放箱中。

小心

在接触质量分析器或将置入质量分析器腔体中的任何其他部件时，请始终戴上干净的手套。

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到侧板，这可能会损坏灵敏组件。打开质量分析器腔体之前，请佩戴接地的抗静电腕带并采取其他抗静电预防措施。请参见第 15 页的“[静电释放可能会损坏 MS 电子设备](#)”。

- 8 如有必要，可启动 MassHunter 数据采集程序，对 MS 进行抽真空。（请参见第 58 页的“[对 MS 抽真空](#)”）
- 9 在抽真空时，对于同时配置了 EI 和 CI 源的系统，将要求用户确认 MS 中的离子源。请选择 EI 源。
- 10 根据您所使用的 EI 源的类型，调用适用于标准 EI 源或高灵敏度 EI 源的合适方法。
- 11 单击仪器控制面板中的 **MS 调谐** 图标，以显示 **GC-000 调谐** 对话框，并选择 **自动调谐** 选项卡。
该方法将选择正确的 EI 源。
- 12 因为更改了离子源，所以请选中 **从缺省设置调谐** 复选框。
- 13 选中 **打印自动调谐报告** 复选框，以自动打印调谐报告。
- 14 单击 **自动调谐** 按钮启动自动调谐。在自动调谐完成后将打印调谐报告。
- 15 检查调谐报告。如果结果可接受，则可通过单击 **文件和报告** 选项卡，然后单击 **保存** 按钮来保存自动调谐。

移动或存放 MS

所需材料

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

过程

- 1 放空 MS。(请参见第 60 页的“[放空 MS](#)”。)
- 2 拆下色谱柱，安装无孔垫圈和接口螺帽。
- 3 从 GC 上取走 MS (请参见《[Agilent 7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册](#)》)。
- 4 从 GC 上拔下 GC/MS 接口加热器缆线。
- 5 安装接口螺帽与无孔垫圈。
- 6 取下前质量分析器窗口并打开质量分析器侧面外壳(请参见第 57 页的“[打开左侧面板进入质量分析器腔体](#)”)。
- 7 手动拧紧两个质量分析器的侧板指旋螺钉。(请参见[图 15](#))。

小心

切勿将侧板指旋螺钉拧得太紧。过度拧紧会剥落质量分析器腔体中的螺纹，还会使侧板扭曲而导致漏气。

- 8 插上 MS 电源线。
- 9 打开 MS，以产生低真空。在听到泵发出嘶嘶声时，关闭放空阀。等待大约 2 至 3 分钟。
- 10 关闭 MS。
- 11 合上质量分析器外壳，并更换前质量分析器窗口。
- 12 断开 LAN、远程连接和电源缆线。

3 在电子轰击 (EI) 模式下操作

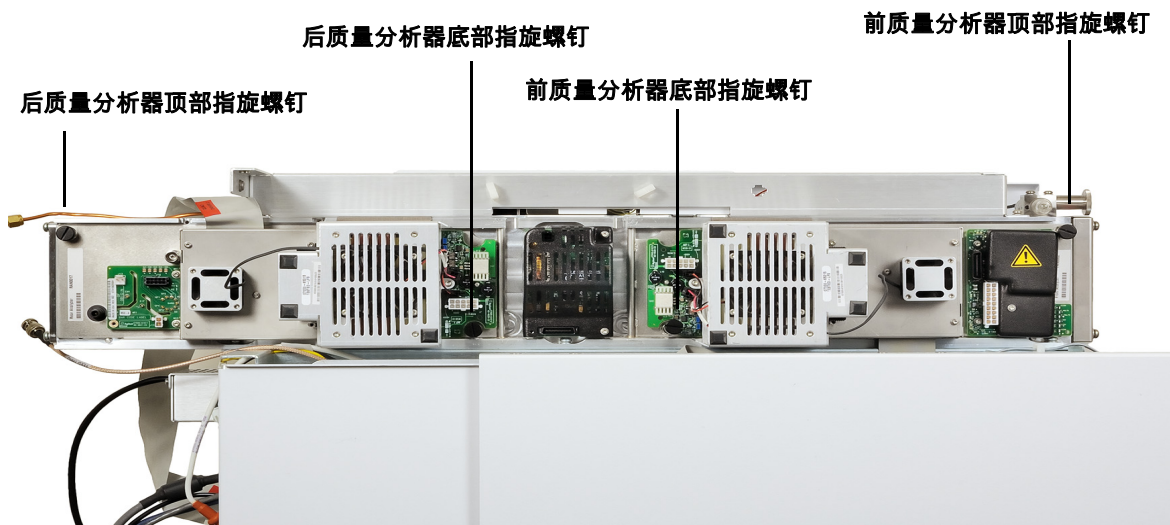


图 15 侧板指旋螺钉

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

小心

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

从 GC 设置接口温度

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

小心

绝对不要超过色谱柱的最高温度。

小心

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

过程

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

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

将方法保存到 GC

过程

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

如果已存在带有您所选编号的方法，则将显示一条消息。

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

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

- 设置 MS 以在 CI 模式下操作 68
- CI GC/MS 接口 69
- 操作 CI MS 71
- CI 模式下的高真空压力 72
- 其他反应气 73
- CI 自动调谐 75
- 流量控制模块 77
- 从 EI 源切换到 CI 源 79
- 操作反应气流量控制模块 81
- 设置反应气流量 83
- 执行 CI 自动调谐 84

本章提供在化学电离 (CI) 模式下操作 7000 系列三重四极杆 GC/MS 系统的信息和说明。上一章中的大部分信息也与此模式下的操作相关。

大多数材料与甲烷化学电离相关，但有一节介绍其他反应气的使用。

软件中包含设置反应气流速和执行 CI 自动调谐的说明。将对包含甲烷反应气的正 CI (PCI) 和包含任何反应气的负 CI (NCI) 提供自动调谐。



设置 MS 以在 CI 模式下操作

为了在 CI 模式下操作而设置 MS 时，一定要注意避免发生污染和漏气。

- 始终使用最高纯度的甲烷（以及其他反应气，如果适用）。甲烷的纯度至少需达到 99.9995%。
- 在切换到 CI 之前，始终确保 MS 能够在 EI 模式下正常运行。
- 确保安装了 CI 离子源和 GC/MS 接口顶部密封垫。
- 确保反应气管线没有漏气。在 PCI 模式下进行确定，在甲烷预调谐之后检查是否为 m/z 32。
- 确保反应气进样口线配备了气体净化器（不适用于氨气）。

CI GC/MS 接口

CI GC/MS 接口 (图 16) 是插入到 MS 中用于毛细管色谱柱的加热管道。它由螺栓固定于质量分析器腔体的右侧，该接口带有 O 形环密封垫和一个保护壳，此壳应保留在原来的位置。

接口的一端穿过 GC 的一侧并延伸进入柱箱。这一端上带有螺纹，可使用螺帽和密封垫圈与色谱柱相连。接口的另一端插入到离子源。毛细管色谱柱末端超出接口导管 1 到 2 毫米进入到电离室。

反应气将通过管道进入接口。接口组件的端部将延伸进入电离室。弹簧加压密封垫可防止反应气在端部泄漏。反应气将进入接口体，并与离子源中的气和样品混合。

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

也可将此接口用于进行 EI 操作。

接口应运行于 250 ° 至 350 °C 范围内。基于此限制，接口温度应稍微高于 GC 柱箱的最高温度，但是**绝对不能**高于色谱柱最高温度。

另请参见

“将毛细管色谱柱安装在 GC/MS 接口中”。

小心

在 GC/MS 的接口、GC 柱箱或进样口中，温度都不得超过色谱柱最高温度。

警告

GC/MS 接口运行于高温下。如果当 GC/MS 很热时触摸它，会被灼伤。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

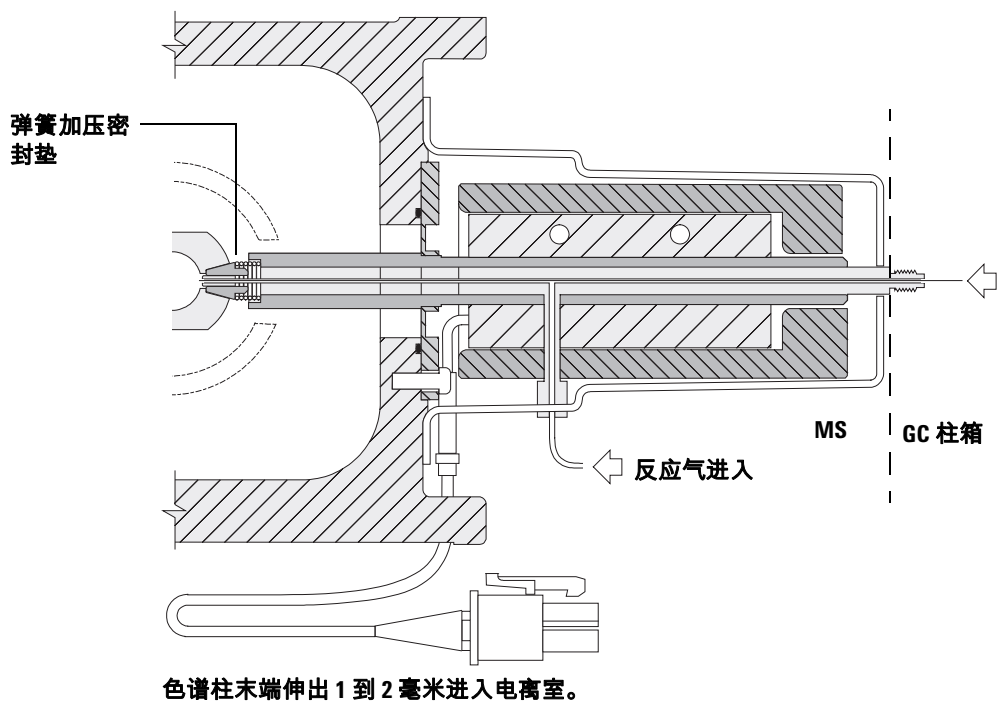


图 16 CI GC/MS 接口

操作 CI MS

在 CI 模式下操作 GC/MS 比在 EI 模式下操作稍微复杂一些。在调谐后，可能需要针对具体分析物对气流、离子源（表 9）和电子能量进行优化。

表 9 CI 操作的温度

| | 离子源 | 前质量分析器 | 后质量分析器 | GC/MS 接口 |
|-----|--------|--------|--------|----------|
| PCI | 300 °C | 150 °C | 150 °C | 280 °C |
| NCI | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 280 °C |

在 CI 模式下启动系统

启动系统时，可在 PCI 模式或 NCI 模式下开始。根据应用情况，可在系统启动过程中使用以下反应气流速：

- PCI 模式将反应气流速设置为 20（1 毫升 / 分钟）
- NCI 模式将反应气流速设置为 40（2 毫升 / 分钟）

CI 模式下的高真空压力

在 CI 模式下对操作压力影响最大的是反应气和碰撞池气体流速。表 10 根据碰撞池气体流速列出了不同反应气流速下的典型压力。应了解您的系统在操作条件下的测量值，并观察可能表示真空或气流问题的变化。在 MS 和其他仪器之间，这些测量值最多相差 30%。

具有反应气流动的质量分析器真空

请注意，将针对甲烷校正质流控制器 (MFC)，针对氮气校正真空规，因此这些测量值并不准确，但可用作典型观察读数的指南 (表 10)。这些测量值是在下列条件下测得的。请注意，以下是典型的 PCI 温度：

| | |
|--------|-----------------|
| 离子源 | 300 °C |
| 前四极杆温度 | 150 °C |
| 后四极杆温度 | 150 °C |
| 接口温度 | 280 °C 至 320 °C |
| 氦气载气流速 | 1 毫升 / 分钟 |

表 10 具有反应气流速的典型质量分析器真空

| MFC (%) | 打开碰撞池气体流速 N ₂ = 1.5, He = 2.25 | | 关闭碰撞池气体流速 | |
|---------|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | 粗真空 | 高真空 | 粗真空 | 高真空 |
| 10 | 1.77×10^{-1} | 7.15×10^{-5} | 1.33×10^{-1} | 2.56×10^{-6} |
| 15 | 1.86×10^{-1} | 7.19×10^{-5} | 1.43×10^{-1} | 3.00×10^{-6} |
| 20 | 1.94×10^{-1} | 7.23×10^{-5} | 1.53×10^{-1} | 3.45×10^{-6} |
| 25 | 2.02×10^{-1} | 7.27×10^{-5} | 1.63×10^{-1} | 3.86×10^{-6} |
| 30 | 2.10×10^{-1} | 7.31×10^{-5} | 1.71×10^{-1} | 4.30×10^{-6} |
| 35 | 2.18×10^{-1} | 7.39×10^{-5} | 1.80×10^{-1} | 4.76×10^{-6} |
| 40 | 2.25×10^{-1} | 7.43×10^{-5} | 1.88×10^{-1} | 5.18×10^{-6} |

其他反应气

本节介绍异丁烷或氨气作为反应气时的用法。在尝试使用其他反应气之前，应了解使用甲烷反应气时如何操作配备了 CI 的 7000 系列三重四极杆 GC/MS。

小心

不要使用一氧化二氮作为反应气。否则会极大地缩短灯丝的使用寿命。

将反应气由甲烷更改为异丁烷或氨气会改变电离过程的化学特性，并产生不同的离子。[附录 A](#)，“化学电离理论”中对遇到的主要化学电离反应进行了一般性介绍。如果您不了解化学电离，建议在继续之前先阅读该材料。

异丁烷 CI

当化学电离质谱图中期望较少的解离碎片时，通常将异丁烷 (C_4H_{10}) 用于化学电离。这是因为异丁烷的质子亲合力比甲烷的质子亲合力高；因此在电离反应中传输的能量较少。

加成和质子传输是常与异丁烷相关的电离途径。样品本身会影响哪种途径占主导地位。

氨气 CI

当化学电离质谱图中期望较少的解离碎片时，通常将氨气 (NH_3) 用于化学电离。这是因为氨气的质子亲合力比甲烷的质子亲合力高；因此在电离反应中传输的能量较少。

由于许多相关化合物的质子亲合力都不足，因此经常通过 NH_4^+ 的加成，然后在某些情况下再通过水分损失来产生氨气化学电离质谱图。氨气反应离子质谱图具有 m/z 为 18、35 和 52 的主要离子，它们分别对应于 NH_4^+ 、 $NH_4(NH_3)^+$ 和 $NH_4(NH_3)_2^+$ 。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

小心

使用氨气会影响 MS 的维护要求。有关详细信息，请参见第 5 章，“常规维护”。

小心

氨气供给的压力必须小于 5 psig。较高的压力会导致氨气由气体凝结为液体。氨气储气罐要始终保持直立位置，并在流量模块水平以下。将氨气供给管线在罐子或瓶子上纵向缠绕数圈。这样有助于防止液态氨进入流量模块。

氨气会分解真空泵液体和密封垫。如果使用氨气 CI，将需要更频繁地维护真空系统。（请参见《7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册》。）

小心

如果一天运行氨气 5 小时以上，则一天中至少要对前级泵压载（用空气冲洗）1 小时，以尽量减少对泵密封垫的损坏。在使用氨气后，一般使用甲烷对 MS 进行吹扫。

通常使用 5% 氨气和 95% 氮气或 5% 氨气和 95% 甲烷的混合气体作为 CI 反应气。上述比例的氨气足以获得良好的化学电离效果，同时可尽量降低其负面影响。

二氧化碳 CI

二氧化碳通常用作 CI 的反应气。它在可用性和安全性方面的优点非常突出。

CI 自动调谐

设置反应气流速后，应对 MS 的透镜和电子部件进行调谐（表 11）。全氟二甲基三氧十二烷 (PFDTD) 可用作校正试剂。PFDTD 不是注入整个真空箱，而是通过气体流量控制模块经 GC/MS 接口直接引入电离室。

小心

在离子源由 EI 更改为 CI 或由于任何其他原因放空后，必须对 MS 进行吹扫并至少烘干 2 小时，然后才能进行调谐。在运行要求最佳灵敏度的样品之前，建进行更长时间的烘干。

没有调谐性能标准。如果 CI 自动调谐完成，则表明它已通过调谐。

但是，如果 EMVolts（电子倍增器电压）达到或高于 2600 V，则表明存在问题。如果您的方法要求将 EMVolts 设置为 +400，则数据采集的灵敏度可能不够。

小心

在切换到 CI 操作之前，始终要验证 EI 模式下的 MS 性能。

表 11 反应气设置

| 反应气 | 甲烷 | | 异丁烷 | | 氨气 | | EI |
|------|-------------|------------|-------------|------------|-------------|------------|------------|
| | 正 | 负 | 正 | 负 | 正 | 负 | |
| 离子极性 | 正 | 负 | 正 | 负 | 正 | 负 | N/A |
| 发射电流 | 150 μ A | 50 μ A | 150 μ A | 50 μ A | 150 μ A | 50 μ A | 35 μ A |
| 电子能量 | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 150 eV | 70 eV |
| 灯丝 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 或 2 |
| 排斥极 | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 3 V | 30 V |
| 离子聚焦 | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 130 V | 90 V |

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

表 11 反应气设置 (续)

| 反应气 | 甲烷 | 异丁烷 | 氨气 | EI |
|------------|--------|--------|--------|--------|
| 入口透镜 偏移 | 20 V | 20 V | 20 V | 25 V |
| EM 伏特 | 1200 | 1400 | 1200 | 1300 |
| 关闭阀 | 打开 | 打开 | 打开 | 关闭 |
| 气体选择 | A | B | B | 无 |
| 建议的流速 | 20% | 40% | 20% | N/A |
| 离子源 | 250 °C | 150 °C | 250 °C | 230 °C |
| 前四极杆 温度 | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C |
| 后四极杆 温度 | 150 °C | 150 °C | 150 °C | 150 °C |
| 接口温度 | 280 °C | 280 °C | 280 °C | 280 °C |
| 自动调谐 | 是 | 否 | 是 | 是 |

N/A 不可用

流量控制模块

CI 反应气流量控制模块 (图 17 和表 12) 可调节流入 CI GC/MS 接口的反应气流量。流量模块由质流控制器 (MFC)、气体选择阀、CI 校正阀、关闭阀、控制电路和管线组成。

后面板提供用于甲烷 (CH₄) 和一种其他反应气的 Swagelok (接头套管) 进样口接头。软件将其分别称为**气体 A** 和**气体 B**。如果未使用第二种反应气, 请盖上**其他**接头, 防止空气意外进入分析器。反应气的供给压力为 25 至 30 psi (170 至 205 kPa)。

关闭阀可防止流量控制模块在放空 MS 时被空气污染, 或在 EI 操作过程中被 PFTBA 污染。MS 参数显示窗口将开显示为 **1**, 将关显示为 **0** (请参见表 12)。

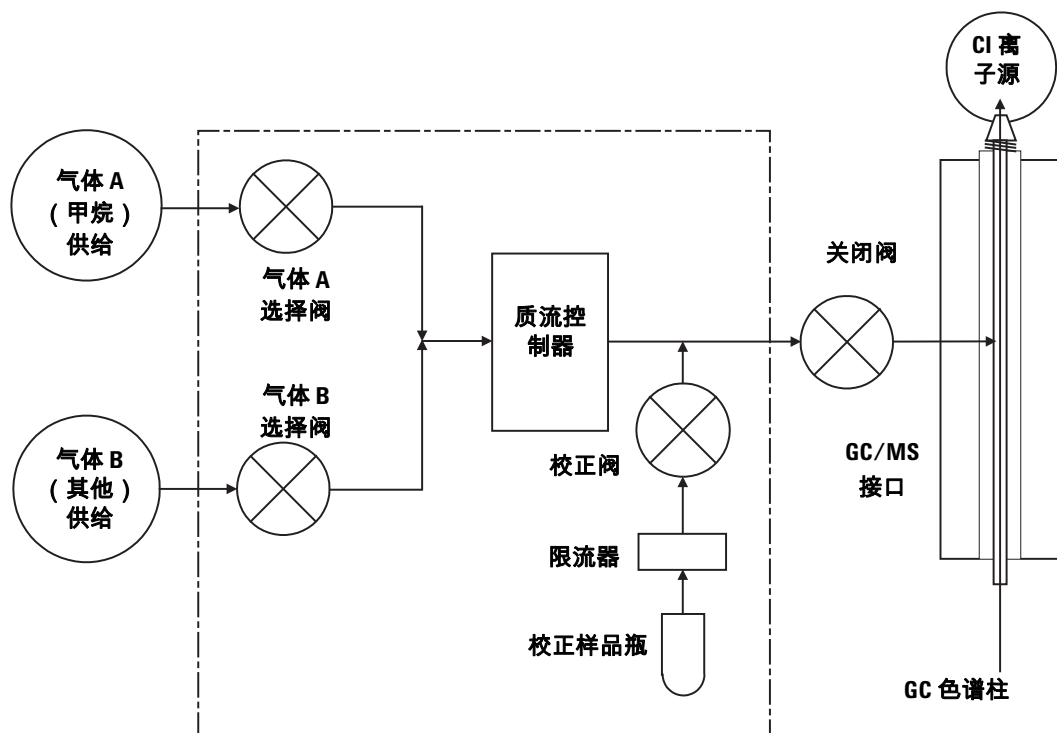


图 17 反应气流量控制模块示意图

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

表 12 流量控制模块状态图

| 结果 | 气体 A 流量 | 气体 B 流量 | 使用气体 A 吹扫 | 使用气体 B 吹扫 | 抽空流量模块 | 待机、已放空或 EI 模式 |
|------|---------|---------|-----------|-----------|----------|---------------|
| 气体 A | 打开 | 关闭 | 打开 | 关闭 | 关闭 | 关闭 |
| 气体 B | 关闭 | 打开 | 关闭 | 打开 | 关闭 | 关闭 |
| MFC | 开 → 设定值 | 开 → 设定值 | 开 → 100% | 开 → 100% | 开 → 100% | 关 → 0% |
| 关闭阀 | 打开 | 打开 | 打开 | 打开 | 打开 | 关闭 |

打开和关闭状态在参数显示窗口中分别显示为 **1** 和 **0**。

从 EI 源切换到 CI 源

小心

在切换到 CI 操作之前，始终要验证 EI 模式下的 GC/MS 性能。

过程

- 1 放空 MS。请参见第 60 页的“[放空 MS](#)”。
- 2 打开前质量分析器腔体。请参见第 95 页的“[打开前质量分析器腔体](#)”。
- 3 卸下 EI 离子源。请参见第 97 页的“[拆卸 EI 离子源](#)”。

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到侧板，这可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的防静电腕带。请参见“[静电释放可能会损坏 MS 电子设备](#)”。在打开质量分析器腔体之前，应采取防静电预防措施。

- 4 安装 CI 离子源。请参见第 121 页的“[安装 CI 离子源](#)”。
- 5 安装接口顶部密封垫。请参见第 122 页的“[安装 CI 接口顶部密封垫](#)”。
- 6 关闭质量分析器。
- 7 对 MS 进行抽真空。请参见第 58 页的“[对 MS 抽真空](#)”。在抽真空时，对于同时配置了 EI 和 CI 源的系统，将要求用户确认 MS 中的离子源。请选择 CI 源。
- 8 调用要用于 CI 源的适当 PCI 或 NCI 方法。
- 9 单击仪器控制面板中的 **MS 调谐** 图标，以显示 **GC-QQQ 调谐** 对话框，并选择 **自动调谐** 选项卡。
该方法将选择正确的 PCI 或 NCI 源以及反应气设置。
- 10 因为更改了离子源，所以请选中 **从缺省设置调谐** 复选框。
- 11 选中 **打印自动调谐报告** 复选框，以自动打印调谐报告。
- 12 单击 **自动调谐** 按钮启动自动调谐。在自动调谐完成后将打印调谐报告。
- 13 检查调谐报告。如果结果可接受，则可通过单击 **文件和报告** 选项卡，然后单击 **保存** 按钮来保存自动调谐。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

表 13 缺省调谐控制限制，仅供 CI 自动调谐使用

| 反应气 | 甲烷 | | 氮气 | |
|-----------------------|-------------------|-------------------|-----|-------------------|
| 离子极性 | 正 | 负 | 正 | 负 |
| 丰度目标 | 1x10 ⁶ | 1x10 ⁶ | N/A | 1x10 ⁶ |
| 峰宽目标 | 0.7 | 0.7 | N/A | 0.7 |
| 最大排斥极 | 4 | 4 | N/A | 4 |
| 最大发射电流， μA | 240 | 50 | N/A | 50 |
| 最大电子能量，eV | 240 | 240 | N/A | 240 |

表 13 注释：

- N/A 不可用。
- **丰度目标** 通过调高或调低可获得所需的信号丰度。信号丰度越高，噪音丰度也就越高。可通过设置方法中的 EMV 为数据采集调整丰度目标。
- **峰宽目标** 峰宽值越高，灵敏度就越好；值越低，分辨率就越好。
- **最大发射电流** NCI 的最佳发射电流最大值与化合物的关系非常密切，必须凭经验选择。例如，农药的最佳发射电流约为 200 μA 。

操作反应气流量控制模块

过程

- 1 在仪器控制面板中，选择 **MS 调谐** 图标，以显示 **GC-QQQ 调谐** 对话框。选择 **手动调谐** 选项卡，然后选择 **离子源** 选项卡，以显示离子源参数。

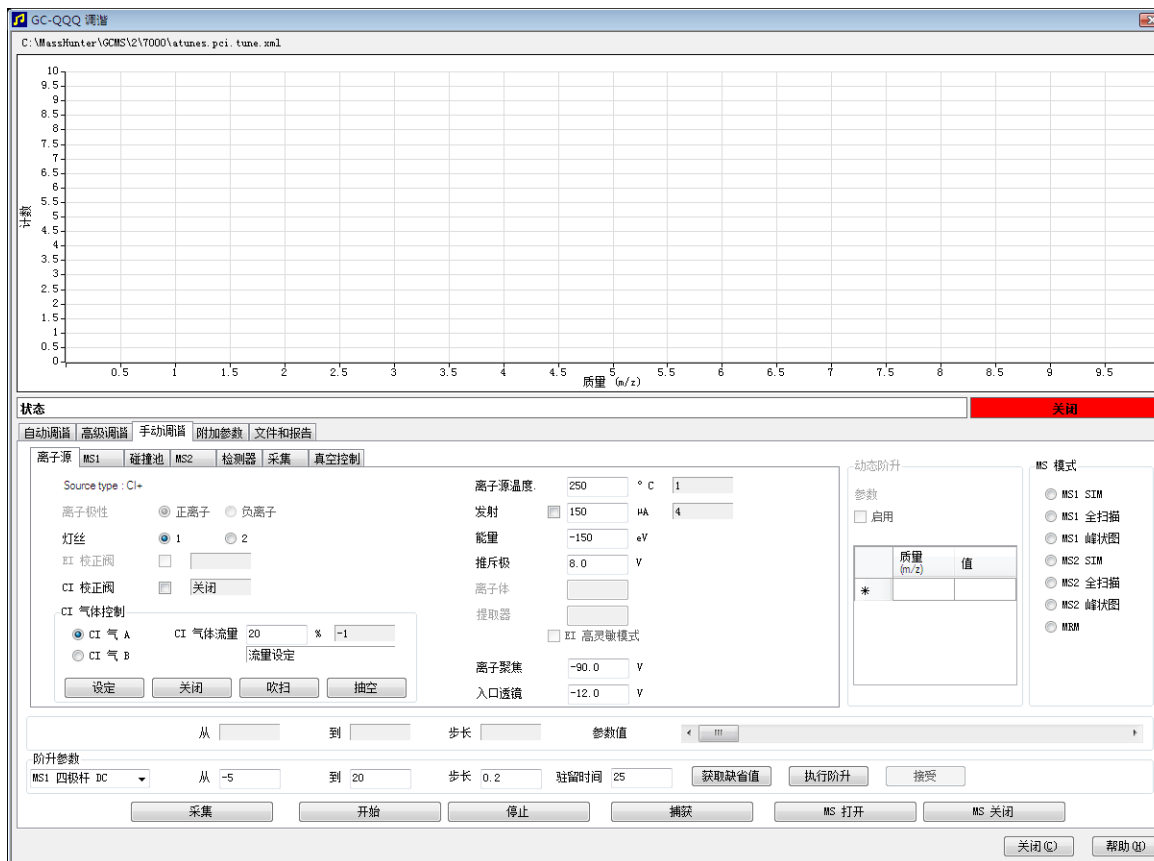


图 18 CI 流量控制

4 在化学电离 (CI) 模式下操作

2 使用 CI 反应气控制区域中的参数控制反应气流量。

CI 气体 A - 选择甲烷作为反应气。

CI 气体 B - 选择连接到气体流量控制器上的 B 进样口的气体作为反应气。

CI 气体流量 - 输入选定反应气的最大体积流量的百分比。由流量控制器传输的实际 % 显示在此条目旁边。20% 非常适用于 PCI，40% 非常适用于 NCI。

设置按钮 - 打开选定的反应气供给阀门，将反应气流量控制到输入的设定值。

关闭按钮 - 关闭反应气流量。

吹扫按钮 - 将选定的反应气阀打开 6 分钟，以清除系统中不需要的化合物。

抽空按钮 - 将两个反应气阀都关闭 4 分钟，排空系统中的反应气。在抽空时间结束时，选定的反应气阀将打开。

设置反应气流量

小心

在系统从 EI 切换为 CI 模式或由于任何其他原因放空后，至少须对 MS 烘干 2 小时，然后才能进行调谐。

小心

如果 MS 漏气或有大量水，继续使用 CI 自动调谐会导致**严重的**离子源污染。如果发生这种情况，您需要**放空 MS 并清洁离子源**。

过程

- 1 在**仪器控制面板**中，选择 **MS 调谐**图标，以显示 **GC-000 调谐**对话框。选择**手动调谐**选项卡，然后选择**离子源**选项卡，以显示离子源参数。
- 2 在 **CI 反应气控制**区域中，如果要使用甲烷作为反应气，则选择 **CI 气体 A**；如果要使用连接到 CI 反应气控制器的 B 气体进样口的反应气作为反应气，则选择 **CI 气体 B**。
- 3 在 **CI 气体流量**字段中输入反应气流量设定值。采用最大流速百分比的形式输入此值。对于 PCI 源，建议的流量为 20%；对于 NCI 源，建议的流量为 40%。
- 4 单击**设置**按钮。将显示**流量设置**指示符。
反应气将以设定值旁边显示的速率流入离子源。
- 5 单击**文件和报告**选项卡，然后单击**保存**按钮，将更改保存到当前调用的调谐文件。

执行 CI 自动调谐

小心

在切换到 CI 操作之前，始终要验证 EI 模式下的 MS 性能。

过程

小心

除非绝对必要，否则应避免经常进行调谐；这样可使 PFDTD 背景噪音降至最低，并有助于防止离子源污染。

- 1 首先确保 MS 可在 EI 模式下正确操作。
- 2 在仪器控制面板中，单击 **MS 调谐** 图标，以显示 **GC-QQQ 调谐** 对话框。
- 3 如有必要，单击 **文件和报告** 选项卡，然后单击 **调谐文件** 区域中的 **调用**，可调用新的调谐文件。选择调谐文件并单击 **确定** 按钮。

调谐文件必须与质量分析器中离子源的类型匹配。对于 CI 离子源，请选择为正或负 CI 源创建的调谐文件。

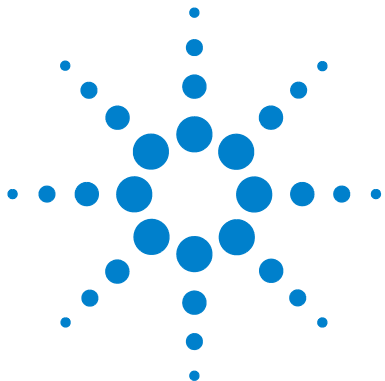
- 4 单击 **自动调谐** 选项卡，对正 CI 源选择 **PCI 源**，对负 CI 源选择 **NCI 源**。
- 5 如果要使用甲烷作为反应气，则单击 **甲烷**；如果要使用连接到反应气控制器 B 端口的的气体作为反应气，则单击 **氨气**。
- 6 如果需要调谐的日志文件和关联的数据文件，请单击 **文件和报告** 选项卡，然后在 **日志文件** 部分中单击 **浏览** 按钮，以创建日志的目录和文件。单击所需的日志和数据文件复选框。
- 7 单击 **手动调谐** 选项卡并选择 **离子源** 选项卡。在 **CI 反应气** 部分中，选择 **CI 气体 A** 或 **CI 气体 B** 作为反应气，然后对 PCI 源输入 20% 的 **CI 气体流量**，对 NCI 源输入 40%。单击 **自动调谐** 选项卡以返回到自动调谐。
- 8 如果在系统放空、进行重大维修或停电后重新启动系统，请选中 **从缺省设置调谐** 复选框。如果清除 **从缺省设置调谐** 框，将使用以前的调谐值开始自动调谐过程。
- 9 选中 **完成时保存调谐文件** 复选框，以保存由自动调谐生成的新调谐参数。如果要在保存新生成的调谐参数之前检查自动调谐报告，则不要选择该项。
- 10 选中 **打印自动调谐报告** 复选框，以自动打印调谐报告。

- 11 单击**自动调谐**按钮启动自动调谐。状态行显示自动调谐过程中当前的步骤，该步骤的调谐参数的绘图显示在顶部图形中。如果在上面指定，自动调谐完成后，将打印调谐报告。

要在自动调谐完成自动参数选择之前将其停止，请单击**中止自动调谐**按钮。将使用上次成功完成的自动调谐的参数。

- 12 检查调谐报告。如果结果可接受，并且没有选中**完成时保存调谐文件**复选框，则可通过单击**文件和报告**选项卡，然后单击**保存**按钮来保存自动调谐。

4 在化学电离 (CI) 模式下操作



5 常规维护

- 开始之前 88
- 维护真空系统 92
- 维护质量分析器 93
- 打开前质量分析器腔体 95
- 拆卸 EI 离子源 97
- 拆卸标准 EI 离子源 100
- 拆卸 EI 提取器离子源 102
- 清洁 EI 离子源 104
- 组装标准 EI 离子源 107
- 组装 EI 提取器离子源 108
- 安装 EI 离子源 110
- 卸下 CI 离子源 112
- 拆卸 CI 离子源 115
- 清洁 CI 离子源 117
- 组装 CI 离子源 119
- 安装 CI 离子源 121
- 安装 CI 接口顶部密封垫 122
- 卸下灯丝 124
- 安装灯丝 126
- 连接离子源和侧板之间的线缆 127
- 关闭前质量分析器腔体 131
- 取下左后方外壳进入后质量分析器腔体 132
- 打开后质量分析器腔体 134
- 更换电子倍增器打拿极 136
- 关闭后质量分析器腔体 138



开始之前

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

计划维护

表 14 列出了常见的维护任务。定期执行这些计划任务可以减少操作问题、延长系统寿命并降低总体运行成本。

请对系统性能（调谐报告）和执行的维护操作进行记录。这使您可以更容易地找出当前操作与正常操作的差异，从而采取纠正措施。

表 14 维护计划

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

* 或者根据需要进行更换。

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

工具、备用部件和耗材

GC 运输工具包、MS 运输工具包以及 MS 工具包中提供了一些必要的工具、备用部件和耗材。您必须自行准备其他物品。每个维护步骤都包含一个该步骤所需材料的列表。

高电压预防措施

只要将 MS 接入电源，即使电源开关关闭，以下位置处仍可能存在潜在的危险电压（120 VAC 或 200/240 VAC）：进入仪器内部的电源线与电源开关之间的接线和保险丝。

打开电源开关时，以下部件上可能存在危险电压：

- 电路板
- 环形线圈变压器
- 这些电路板之间的线缆
- 这些电路板与 MS 后面板上的连接器之间的线缆
- 后面板上的一些连接器（例如前级电源插孔）

正常情况下，这些部件都带有安全屏蔽盖。只要这些安全屏蔽盖安装到位，意外接触到这些危险电压的可能性就非常小。

警告

不要在打开 MS 电源或未拔下其电源插头的情况下执行维护操作，除非本章中的某个维护步骤明确要求您这样做。

本章中的某些维护步骤要求在打开 MS 电源开关的情况下维护仪器的内部。在任何维护步骤中均不要卸下任何电子安全屏蔽盖。为减少触电的风险，请细心遵守各个步骤。

危险温度

MS 中的许多部件工作时达到或接近的温度都很高，足以严重烫伤操作人员。不仅限于这些部件：

- GC/MS 接口
- 质量分析器部件
- 真空泵

警告

MS 工作时绝对不要触摸这些部件。关闭 MS 后，留出足够的时间待这些部件冷却，然后才可对其进行维护。

警告

GC/MS 接口加热器由 GC 上的加热区提供电源。即使关闭了 MS，接口加热器仍可以工作，因而可带有危险的高温。GC/MS 接口的隔热性能很好。即使关闭后，它的冷却过程也很缓慢。

警告

如果操作时触摸前级泵，可能会被灼伤。它上面有一个可选安全护罩，可用来防止用户触摸前级泵。

GC 进样口和 GC 柱箱的工作温度也很高。维护这些部件时也应小心。有关更多信息，请参考 GC 附带的文档。

化学残留物

离子源只能电离很少一部分样品。任何样品通过离子源时，其中的大部分都没有被电离。这部分随即被真空系统抽走。因此，前级泵排出的废气中将有少量载气和样品。标准前级泵排出的废气也含有前级泵油的微小油滴。

标准前级泵上配有一个集油器。该集油器只能阻挡泵的微小油滴。它不能阻挡任何其他化学物质。如果正在使用有毒溶剂或分析有毒的化学物质，请不要使用集油器。请安装一条软管将废气从前级泵排出室外，或排入通风橱中再排出室外。这需要卸下集油器。请遵守当地空气质量法规。

警告

与标准前级泵配套的集油器只收集前级泵油。它不收集或过滤有毒的化学物质。如果正在使用有毒溶剂或正在分析有毒的化学物质，请卸下集油器。

前级泵中的液体也会含有少量的分析样品。所有使用过的泵液都应视作为有害物质并作相应的处理。请按照当地法规处理使用过的液体。

警告

更换泵液时，请佩戴合适的防化学腐蚀的手套以及护目镜。避免接触到这些液体。

离子源清洁

以 CI 模式操作质谱仪的主要影响是需要更频繁地清洁离子源。由于 CI 需要更高的离子源压力，因此在 CI 操作中，离子源腔体受到污染的速度比在 EI 操作中快。

警告

使用有毒溶剂的任何维护过程均应在通风橱下执行。确保在通风良好的室内操作质谱仪。

氨气

在使用氨气作为反应气时，需要对前级泵进行更多维护。氨气可导致前级泵油分解的速度加快。因此，必须更频繁地检查和更换标准前级真空泵中的泵油。

在使用氨气后，应使用甲烷对 MS 进行吹扫。

确保在装入氨气时，储气罐处于直立位置。这样有助于防止液态氨进入流量模块。

静电释放

MS 中所有印制电路板包含的组件均有可能被静电释放 (ESD) 损坏。除非绝对必要，否则请不要拿取或触摸这些电路板。此外，接线、触点和缆线可以将 ESD 传导至与它们相连的电路板。对于质量过滤器 (四极杆) 和碰撞池接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至四极驱动板上的灵敏组件。ESD 损害可能会直接导致仪器故障，但将逐渐降低 MS 的性能和稳定性。

当维护印制电路板或附近组件以及维护其接线、触点或缆线与印制电路板相连的组件时，请始终佩戴防静电接地腕带，并采取其他防静电预防措施。防静电接地腕带应与已知的可靠接地端相连。如果办不到，则应将腕带与所维护设备的传导 (金属) 部件相连，而不应连接至电子组件、裸露的线路以及连接器上的针脚。

如果必须维护从 MS 中卸下的组件或组装配件，请采取额外的预防措施，如使用接地的防静电垫。这包括质量分析器。

小心

为使防静电腕带发挥作用，佩戴时需将其贴近腕部 (无需过紧)。松弛的腕带将无法提供防静电保护。

防静电预防措施并不是百分之百有效。尽可能减少拿取电路板的次数并只接触板的边缘。请不要触摸组件、裸露的线路、连接器中的针脚以及缆线。

维护真空系统

定期维护

如 [Table 14 on page 88](#) 中所列，您必须定期执行真空系统的一些维护任务。这包括：

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

如果不按计划执行这些任务将导致仪器性能的降低。而且还可能损坏仪器。

其他步骤

只能在需要时执行类似更换离子真空规之类的任务。请参见 [《Agilent 7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册》](#)，并参见 MassHunter WorkStation 软件的联机帮助，了解出现何种征兆时需要进行此类型的维护。

更多可用信息

如果需要有关真空系统组件的位置或功能的详细信息，请参见 [《Agilent 7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册》](#)。

在“Agilent GC/GCMS 硬件用户信息和仪器使用”以及“7000 系列 GC/MS 用户信息”磁盘中，使用视频剪辑对本章中的大多数操作过程进行了说明。

维护质量分析器

计划

质量分析器组件不需要定期维护。但是，当 MS 的工作状态表明需要执行某些维护任务时，您必须对其进行维护。这些任务包括：

- 清洁离子源
- 更换灯丝
- 更换电子倍增器打拿极

《Agilent 7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册》提供了有关指示需要进行质量分析器维护的征兆。MassHunter WorkStation 软件联机帮助中的故障排除材料提供了更全面的信息。

预防措施

洁净

维护质量分析器时请保持组件的洁净。维护质量分析器时需要打开质量分析器腔体并从质量分析器中卸下部件。执行质量分析器的维护步骤时，注意要污染质量分析器或质量分析器腔体的内部。维护质量分析器时应始终带上干净的手套。清洁后，必须将部件完全烘干，之后才可重新安装。清洁，应将质量分析器部件放在干净无棉绒的布面上。

小心

如果操作不当，维护质量分析器后可能会将污染物带入 MS。

警告

质量分析器工作时温度很高。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

静电释放

与质量分析器组件相连的接线、触点和缆线可能会释放静电 (ESD)，从而损坏与其相连的电路板。对于质量过滤器（四极杆）和碰撞池接触线尤其如此，它可以将 ESD 传导至四极驱动板上的灵敏组件。ESD 损害可能不会直接导致仪器故障，但将逐渐降低仪器的性能和稳定性。有关详细信息，请参见第 91 页的“静电释放”。

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到四极驱动板，这可能会损坏灵敏组件。打开质量分析器腔体之前，请佩戴接地的抗静电腕带（请参见第 91 页的“静电释放”）并采取其他抗静电预防措施。

不需维护的质量分析器部件

质量过滤器（四极杆）和碰撞池不需要定期维护。一般而言，永远不要维护质量过滤器。如果质量过滤器被严重污染，可以对其进行清洁，但只应由过培训的 Agilent Technologies 服务代表来完成。绝对不要触摸 HED 陶瓷绝热体。

小心

不正确的操作和清洁将损坏质量过滤器，并将给仪器性能带来严重的负面影响。不要触摸 HED 陶瓷绝热体。

更多可用信息

如果需要有关质量分析器组件的位置或功能的详细信息，请参见《Agilent 7000 系列三重四极杆 GC/MS 故障排除和维护手册》。

打开前质量分析器腔体



只能在清理或更换离子源或更换灯丝时打开前质量分析器腔体。

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 抗静电腕带
 - 小号 (9300-0969)
 - 中号 (9300-1257)
 - 大号 (9300-0970)

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到四极驱动板，这可能会损坏灵敏组件。打开质量分析器腔体之前，请佩戴接地的抗静电腕带并采取其他抗静电防护措施（请参见第 91 页的“静电释放”）。

过程

- 1 放空 MS。（请参见第 45 页的“放空 MS”。）
- 2 打开左侧面板。（请参见第 57 页的“打开左侧面板进入质量分析器腔体”。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 3 如果前质量分析器侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们（图 19）。

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

小心

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

- 4 *轻轻地*将侧板旋转下来。

5 常规维护

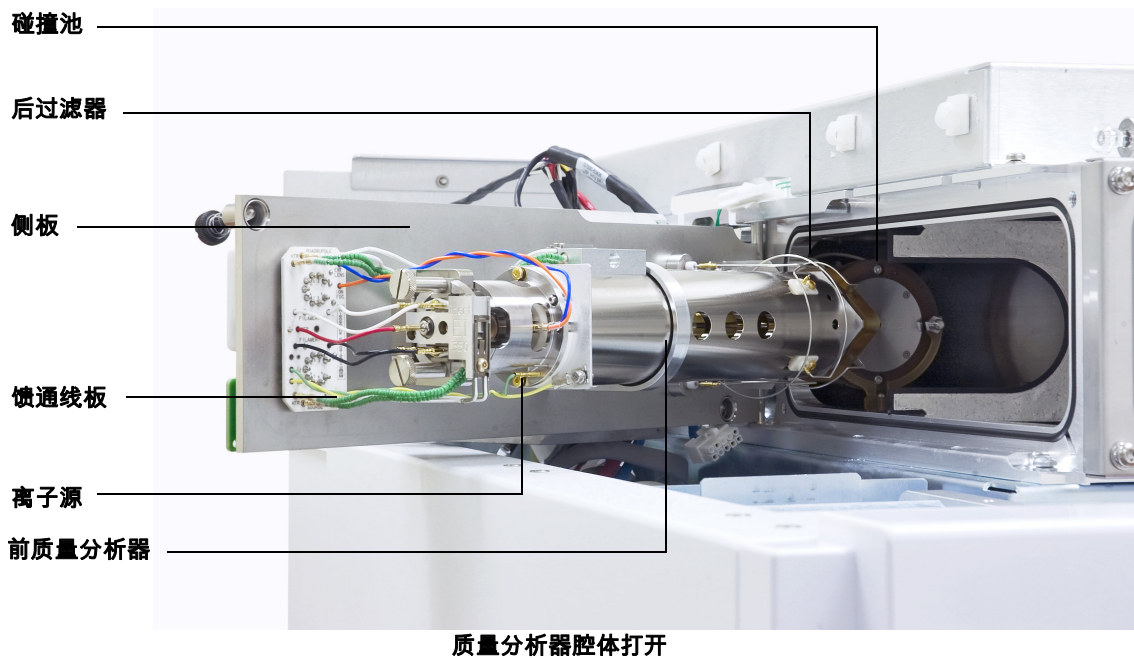
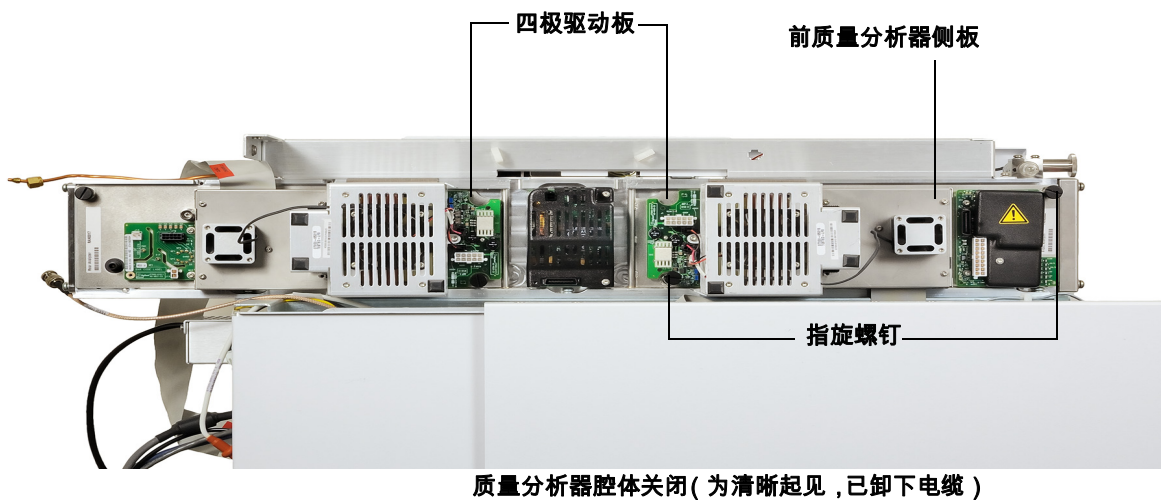


图 19 前质量分析器腔体

拆卸 EI 离子源



所需材料

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

过程

- 1 放空 MS。(请参见第 60 页的“放空 MS”。)

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 2 打开前质量分析器腔体。(请参见第 95 页的“打开前质量分析器腔体”。)

小心

接触质量分析器组件前务必使用防静电腕带并采取其他防静电预防措施。

小心

断开接头连接后，拔出连接器，而不是拔出连接线。

- 3 从离子源上断开连接线。不要过分弯折这些连接线 (图 20 和表 15)。
- 4 找出从离子源加热器和温度传感器到馈通板的连接线。将其断开 (图 20)。

表 15 EI 离子源连接线

| 连接线颜色 | 连接至 | 接头数量 | |
|-------|---------------------|------|-------|
| | | 提取器 | 抽出式组件 |
| 蓝色 | 入口透镜 | 1 | 1 |
| 橙色 | 离子聚焦 | 1 | 1 |
| 棕色 | 提取器透镜 (高灵敏度 EI 源) | 1 | n/a |
| 白色 | 灯丝 1 (顶部灯丝) | 2 | 2 |
| 红色 | 排斥极 | 1 | 1 |
| 黑色 | 灯丝 2 (底部灯丝) | 2 | 2 |
| 绿色珠串状 | 馈通板 (左下) | 2 | 2 |
| 白色 | 馈通板 (下中) | 2 | 2 |

- 5 卸下固定离子源的指旋螺钉。
- 6 将离子源从离子源散热器中拉出。

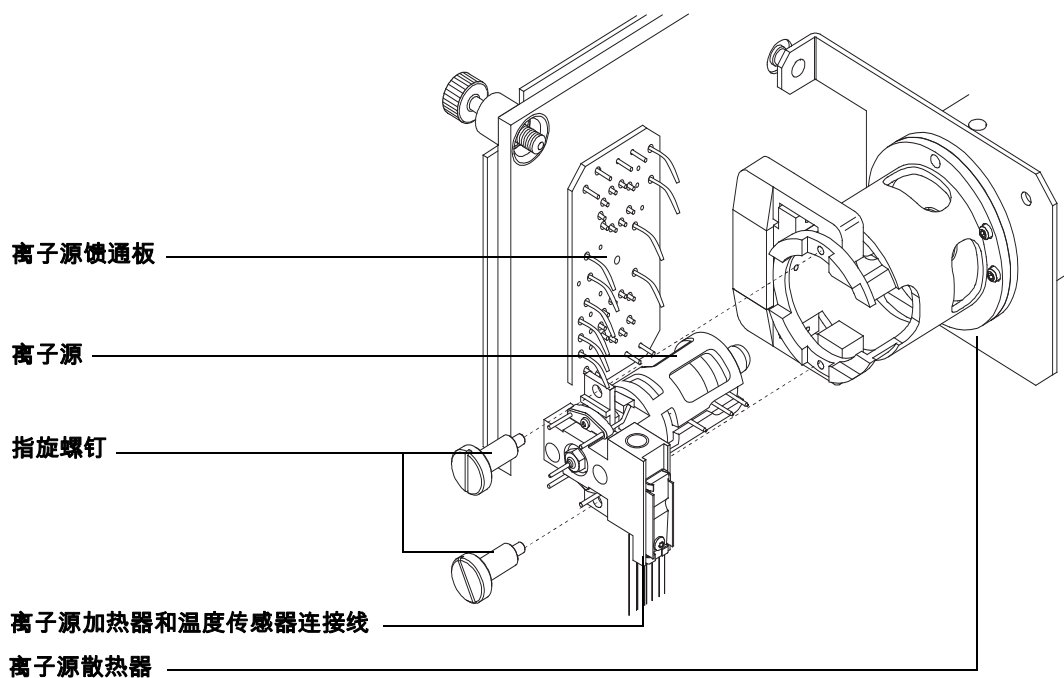


图 20 卸下 EI 离子源

拆卸标准 EI 离子源



所需材料

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

过程

- 1 卸下离子源。请参见第 97 页的“拆卸 EI 离子源”。
- 2 卸下灯丝。请参见第 124 页的“卸下灯丝”。
- 3 通过卸下两个螺钉，将离子源加热器组件从离子源体分离。离子源加热器组件包括离子源加热器、推斥极和相关部件。(请参见图 21。)
- 4 通过卸下推斥极螺母、垫圈、陶瓷绝热体和推斥极来拆卸推斥极组件。(请参见图 21。)
- 5 从离子源体上旋下接口固定螺丝。一个 10 毫米活扳手可适合接口固定螺丝上的平面。
- 6 卸下将透镜固定到离子源体上的定位螺钉。
- 7 将透镜拉出离子源体，并分离透镜绝热器、离子聚焦透镜、抽出板、抽出汽缸和入口透镜。(请参见图 21。)

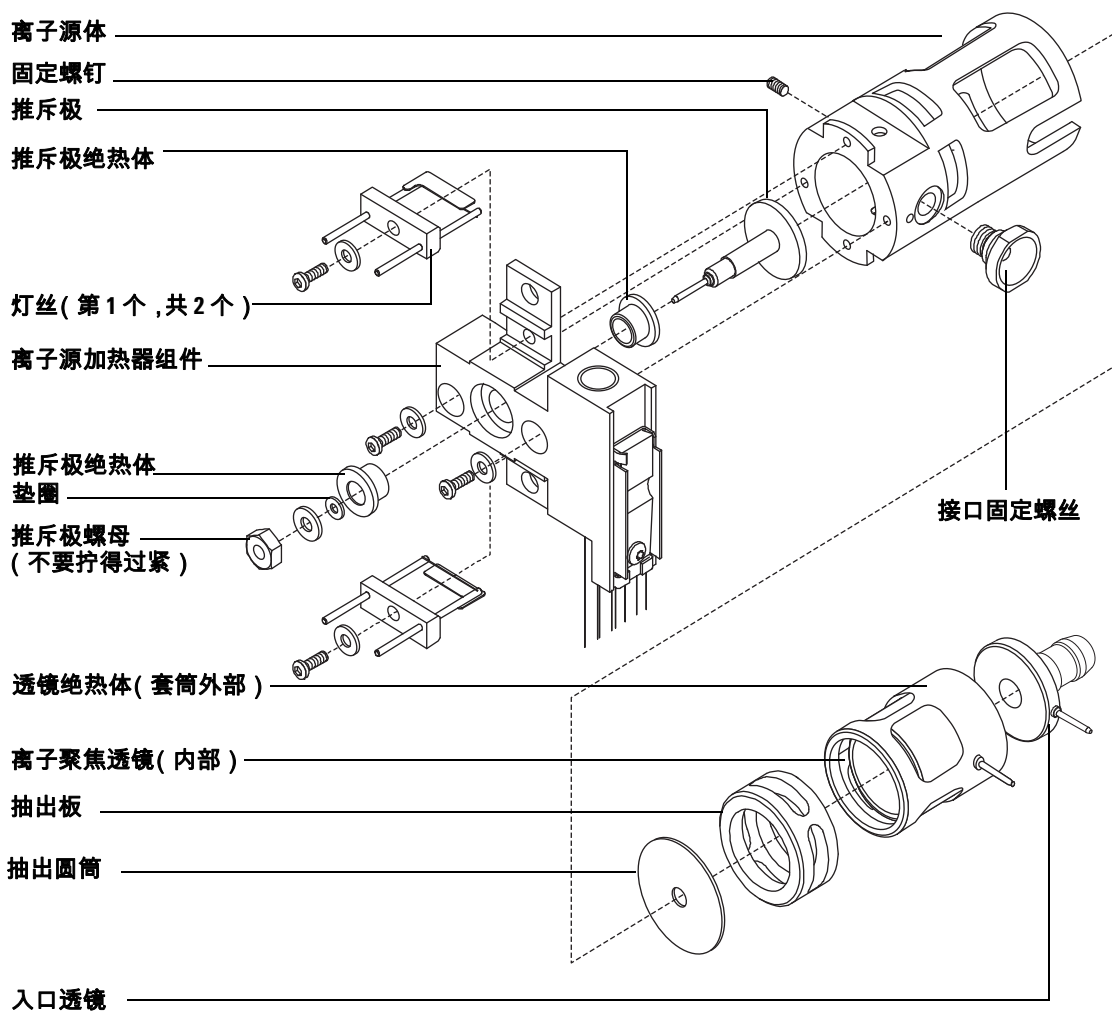


图 21 拆卸标准 EI 离子源

拆卸 EI 提取器离子源



所需材料

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

过程

- 1 卸下离子源。请参见第 97 页的“拆卸 EI 离子源”。
- 2 卸下灯丝。请参见第 124 页的“卸下灯丝”。
- 3 通过卸下两个螺钉，将离子源加热器组件从离子源体分离。离子源加热器组件包括离子源加热器、推斥极和相关部件。(请参见图 22。)
- 4 通过卸下推斥极螺母、垫圈、陶瓷绝热体和推斥极来拆卸推斥极组件。(请参见图 22。)
- 5 从离子源体上旋下接口固定螺丝。一个 10 毫米活扳手可适合接口固定螺丝上的平面。
- 6 卸下将透镜固定到离子源体上的定位螺钉。
- 7 将透镜拉出离子源体，并分离透镜绝热器、离子聚焦透镜、提取器透镜、提取器透镜绝热器和入口透镜。(请参见图 22。)

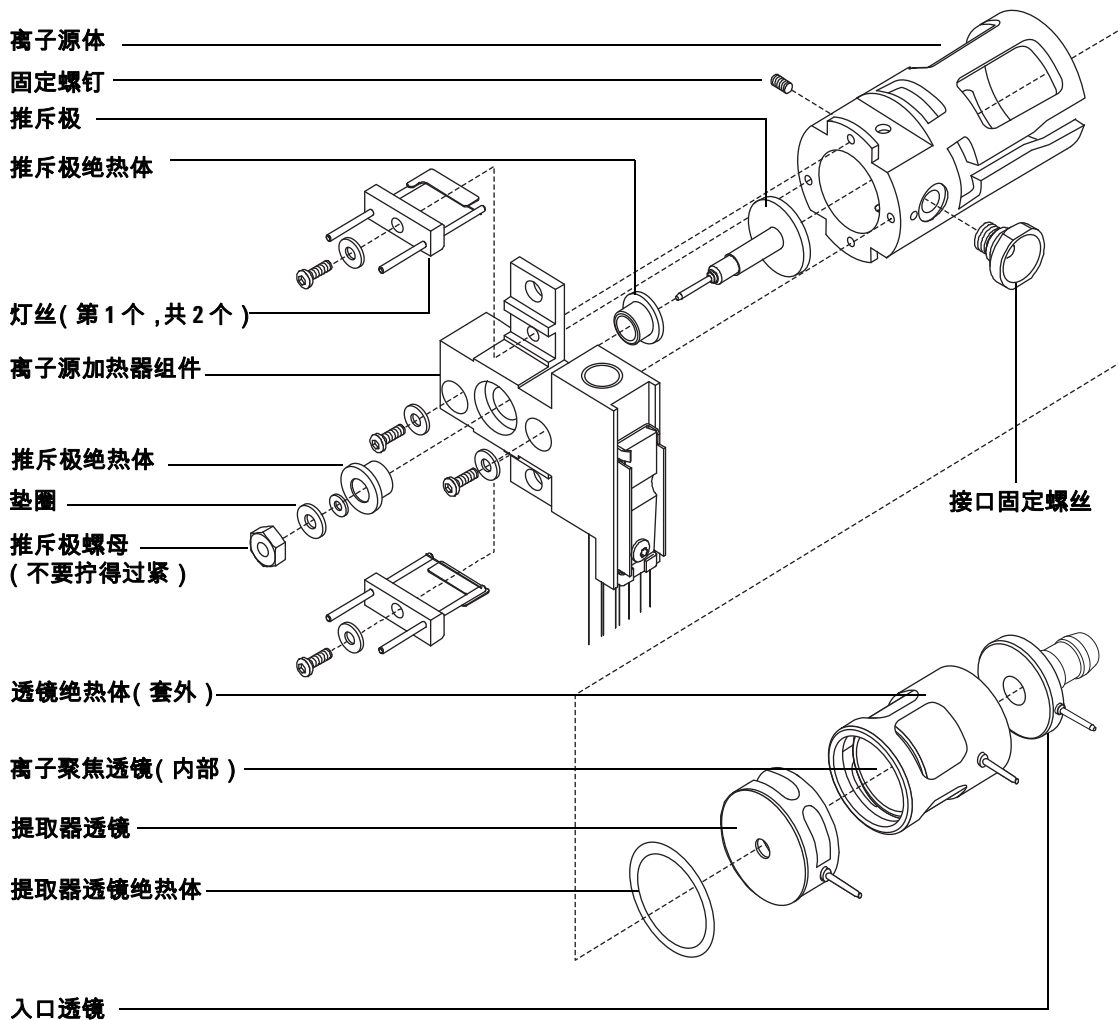


图 22 拆卸 EI 提取器离子源

清洁 EI 离子源



所需材料

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

准备

- 1 拆卸离子源。请参见第 102 页的“拆卸 EI 提取器离子源”或第 100 页的“拆卸标准 EI 离子源”。
- 2 如果要清洁高灵敏度提取器 EI 离子源, 请收集以下要清洁的部件: (图 23)
 - 推斥极
 - 离子源体
 - 提取器透镜
 - 离子聚焦透镜
 - 入口透镜
- 3 如果要清洁标准 EI 离子源, 请收集以下要清洁的部件: (图 24)
 - 推斥极
 - 离子源体
 - 抽出板
 - 抽出圆筒
 - 离子聚焦透镜
 - 入口透镜

这些是与样品或离子束接触的部件。其他部件一般不需要清洁。

小心

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

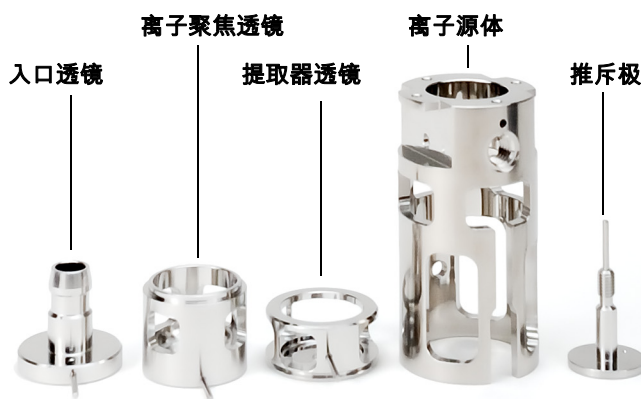


图 23 要清洁的提取器 EI 源部件

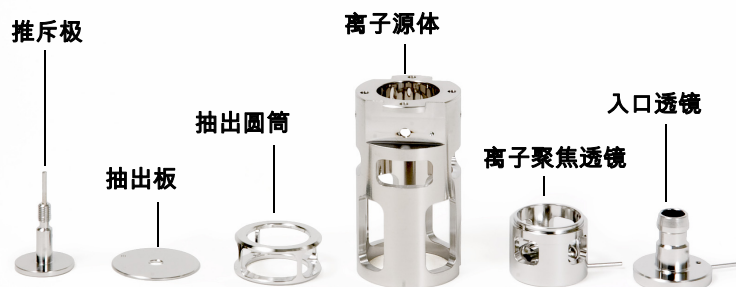


图 24 要清洁的标准 EI 离子源部件

小心

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

4 如果污染很严重，例如泵油回流进入质量分析器，则应认真判断是否需要更换污染的部件。

5 用砂纸或磨料清洁接触样品或离子束的部件表面。

使用蘸有氧化铝磨粉浆和试剂级别甲醇的棉签。用足够的力去掉所有污渍。没有必要将部件擦得很光；局部的刮擦不会影响性能。用砂纸或磨料清洁子从灯丝进入离子源体部分的污渍。

6 使用试剂级别甲醇冲洗掉所有残留磨料。

在使用超声波清洗之前，确保所有残留磨料已被冲洗掉。如果甲醇变混浊或含有可见的微粒，请再次冲洗。

7 将已使用砂纸或磨料清洁的部件与那些没有清洁过的部件分开。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

8 在以下每种溶剂中各使用超声波清洗部件 15 分钟（各组分分开）：

- 二氯甲烷（试剂级别）
- 丙酮（试剂级别）
- 甲醇（试剂级别）

警告

所有这些溶剂均是有毒溶剂。请在通风橱中操作并采取适当的预防措施。

9 将部件放入干净的烧杯中。将干净的铝箔（无光泽的一面朝下）轻轻盖在烧杯上。

10 将清洁过的部件放入烤箱，以 100 °C 的温度烘烤 5 - 6 分钟。

组装标准 EI 离子源



所需材料

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

过程

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 1 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体 (图 21)。
- 2 将抽出板和抽出圆筒滑入离子源体中 (图 21)。
- 3 将在步骤 1 中组装好的部件滑入离子源体。
- 4 安装固定透镜的定位螺钉。

小心

在安装接口固定螺丝时，不要拧得过紧。过紧将导致螺纹破损。

- 5 重新安装接口固定螺丝。

小心

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

- 6 通过将推斥极、推斥极绝热体、垫圈和推斥极螺母连接到离子源加热器组件来组装推斥极组件。
- 7 使用两个螺钉和垫圈将推斥极组件连接到离子源体。
- 8 安装灯丝。请参见第 126 页的“[安装灯丝](#)”。

组装 EI 提取器离子源



所需材料

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

过程

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 1 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体 (图 25)。
- 2 将提取器透镜绝热体连接到提取器透镜，再将这些透镜滑入离子源体 (图 25)。
- 3 将在步骤 1 中组装好的部件滑入离子源体。
- 4 安装固定透镜的定位螺钉。

小心

在安装接口固定螺丝时，不要拧得过紧。过紧将导致螺纹破损。

- 5 安装接口固定螺丝。

小心

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

- 6 通过将推斥极、推斥极绝热体、垫圈和推斥极螺母连接到离子源加热器组件来组装推斥极组件。
- 7 使用两个螺钉和垫圈将推斥极组件连接到离子源体。
- 8 安装灯丝。请参见第 126 页的“[安装灯丝](#)”。

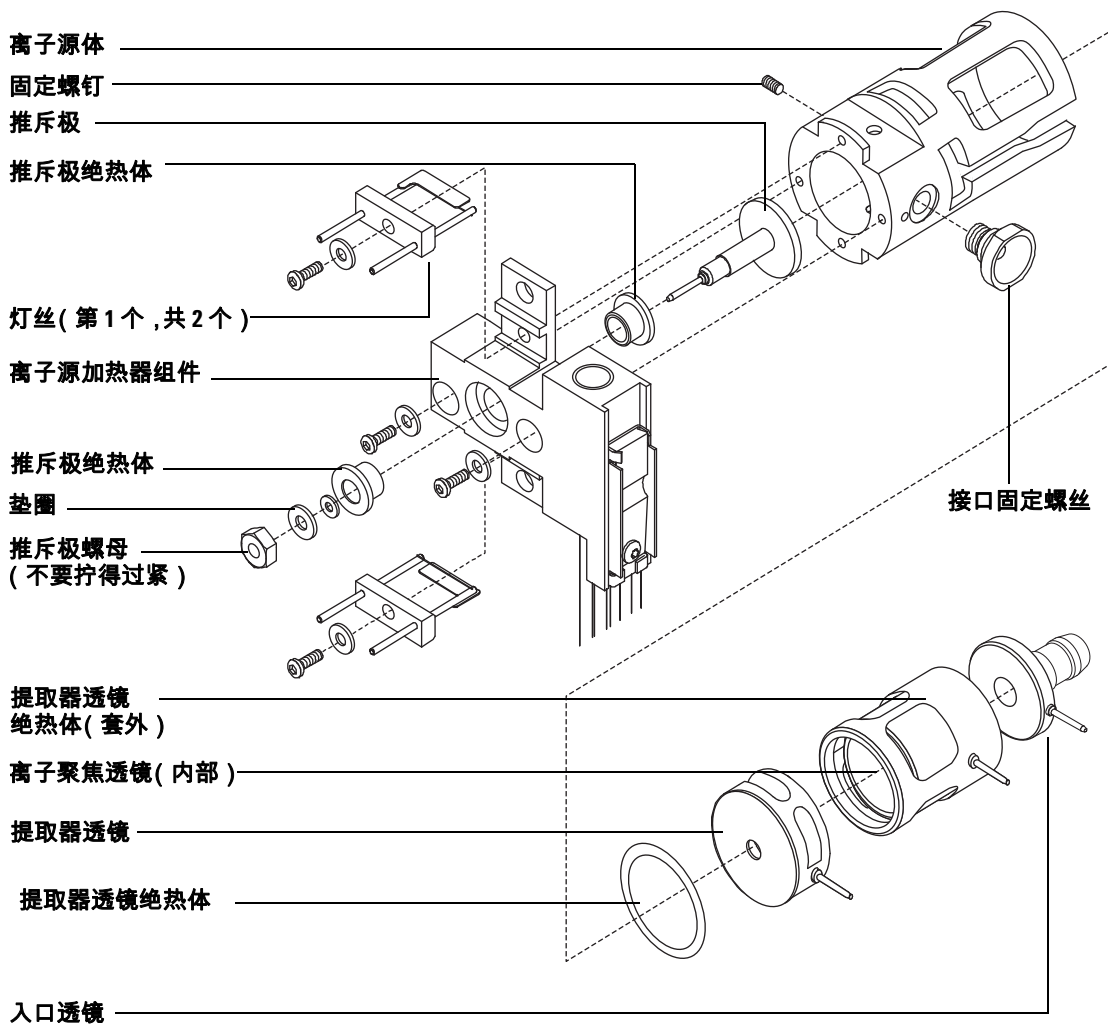


图 25 组装 EI 提取器离子源

安装 EI 离子源



所需材料

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

过程

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 1 将离子源滑入离子源散热器 (图 26)。
- 2 连接离子源接线，如第 127 页的“连接离子源和侧板之间的线缆”所示。
- 3 安装并用手拧紧离子源指旋螺钉。不要将指旋螺钉拧得过紧。
- 4 关闭前质量分析器腔体。请参见第 131 页的“关闭前质量分析器腔体”。
- 5 对 MS 进行抽真空。(请参见第 58 页的“对 MS 抽真空”。)
- 6 调谐 MS。(请参见第 56 页的“对 EI 模式自动调谐 MS”。)

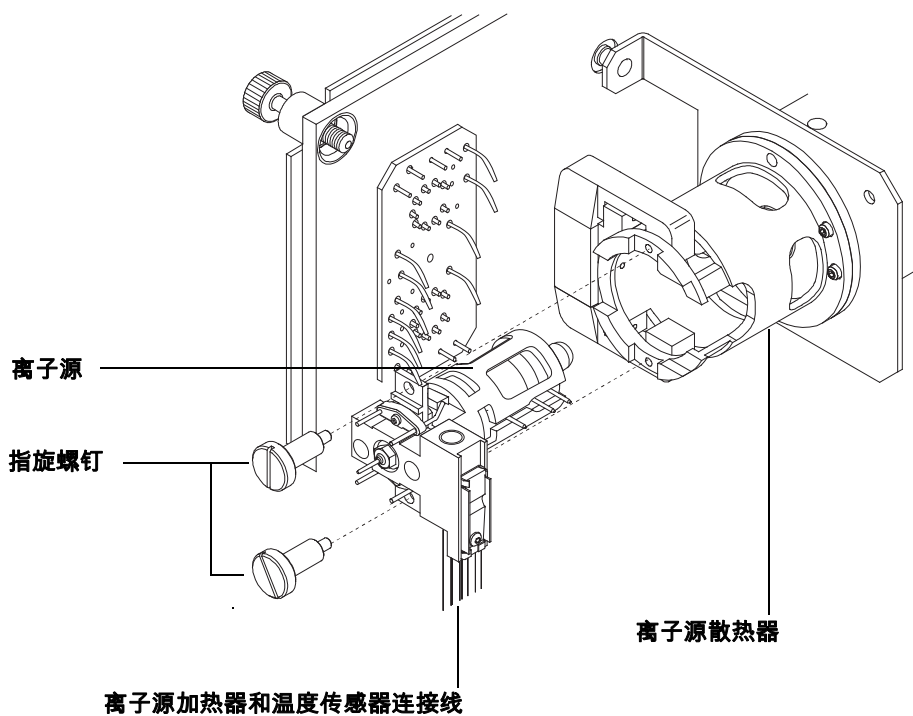


图 26 安装 EI 离子源

卸下 CI 离子源



所需材料

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

过程

- 1 放空 MS。(请参见第 60 页的“放空 MS”。)

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 2 打开前质量分析器腔体。(请参见第 95 页的“打开前质量分析器腔体”。)

小心

接触质量分析器组件前务必使用防静电腕带并采取其他防静电预防措施。

小心

断开接头连接后，拔出连接器，而不是拔出连接线。

- 3 从离子源上断开连接线。不要过分弯折这些连接线 (表 16、图 36)。
- 4 找出从离子源加热器和温度传感器到馈通板的连接线。将其断开 (图 34)。

表 16 CI 离子源连接线

| 连接线颜色 | 连接至 | 接头数量 |
|-------|---------------|------|
| 蓝色 | 入口透镜 | 1 |
| 橙色 | 离子聚焦 | 1 |
| 白色 | 灯丝 1 (顶部灯丝) | 2 |
| 红色 | 排斥极 | 1 |
| 黑色 | 灯丝 2 (底部灯丝) | 2 |
| 绿色珠串状 | 馈通板 (左下) | 2 |
| 白色 | 馈通板 (下中) | 2 |
| 棕色 | 此处未使用 | n/a |

- 5 卸下固定离子源的指旋螺钉。
- 6 将离子源从源散热器中拉出。

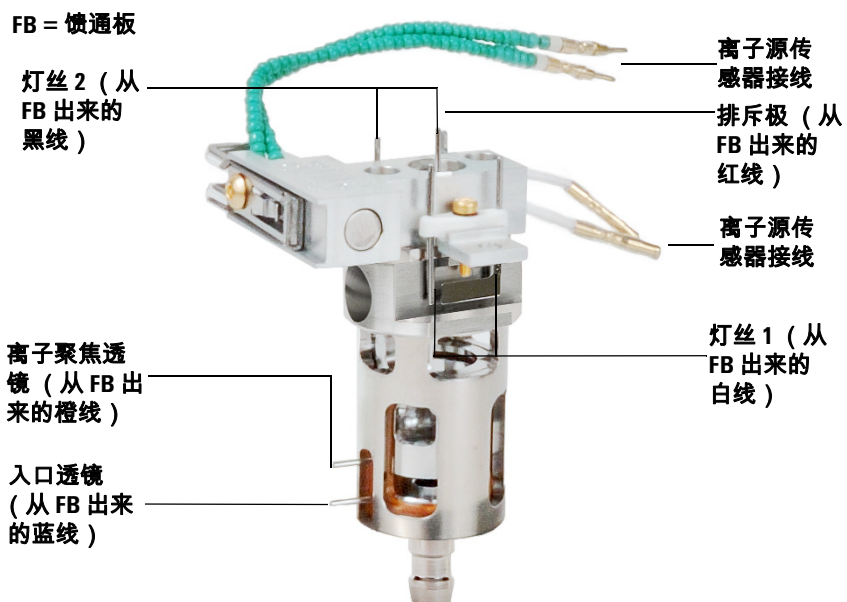


图 27 CI 离子源连接线

拆卸 CI 离子源



所需材料

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

过程

- 1 卸下 CI 离子源。请参见第 112 页的“卸下 CI 离子源”。
- 2 卸下灯丝。请参见第 124 页的“卸下灯丝”。
- 3 将离子源加热器组件与离子源体分离。离子源加热器组件包括离子源加热器、推斥极和相关部件。(请参见图 28。)
- 4 通过从推斥极卸下陶瓷绝热体来拆卸推斥极组件。(请参见图 28。)
- 5 卸下将透镜固定到离子源体上的定位螺钉。
- 6 将透镜拉出离子源体，并分离透镜绝热器、离子聚焦透镜、抽出圆筒、抽出透镜和入口透镜。(请参见图 28。)

5 常规维护

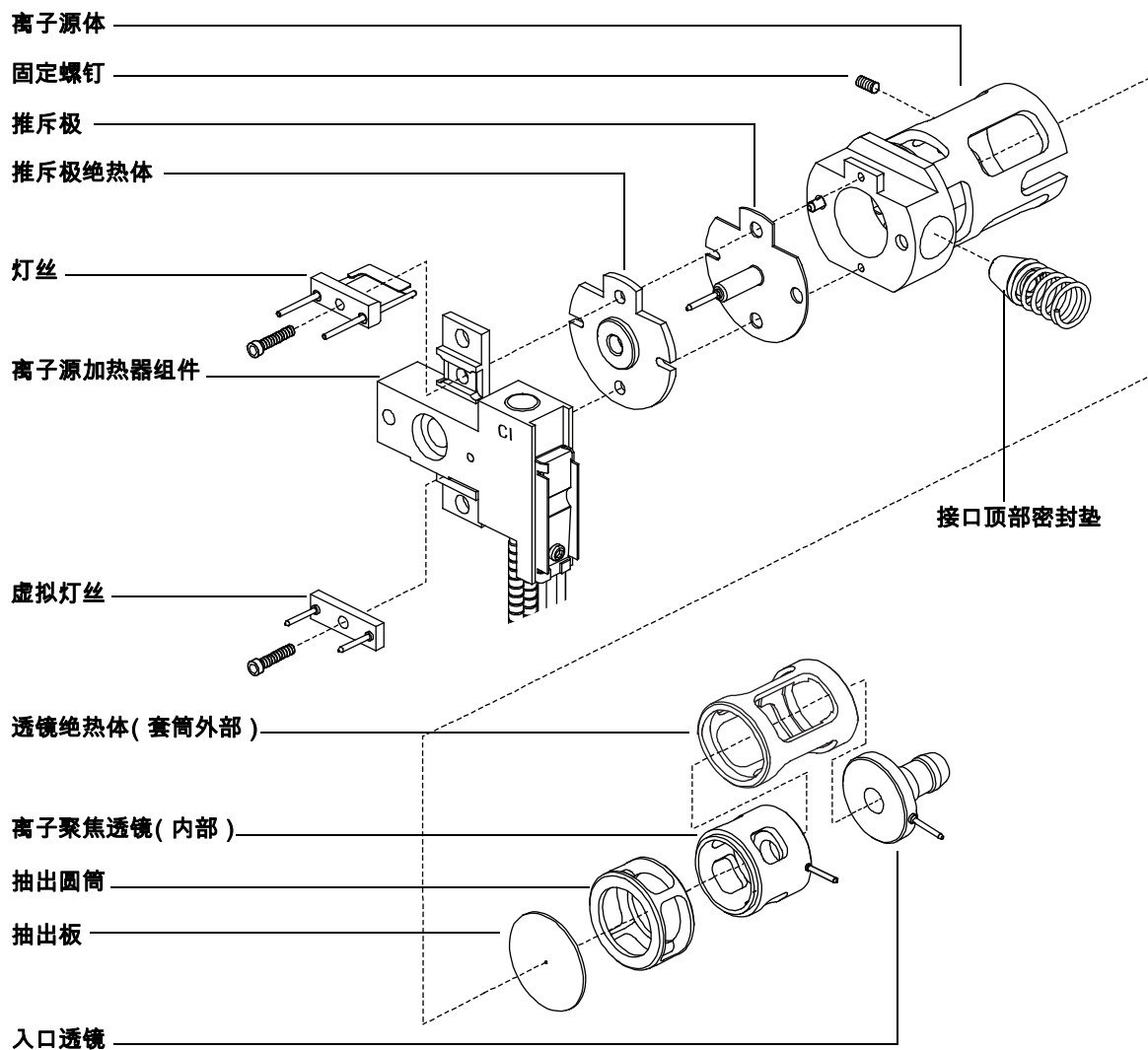


图 28 拆卸 CI 离子源

清洁 CI 离子源

清洁频率

由于 CI 离子源的操作压力比 EI 离子源高得多，因此所需的清洁频率比 EI 离子源高。离子源清洁不是计划的维护过程。只要出现与离子源污染相关的性能异常，就应清洁离子源。请参见《7000 系列三重四极杆 GCMC 故障排除和维护过程》，了解表示离子源污染的征兆。

从外观上并不能准确说明 CI 离子源的洁净程度。CI 离子源可能有很少污渍或没有污渍，但仍需要清洁。应以分析性能作为指导。

所需材料

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

准备

- 1 拆卸 CI 离子源。请参见第 115 页的“拆卸 CI 离子源”。
- 2 收集以下要清洁的部件：(图 29)
 - 推斥极
 - 离子源体
 - 抽出透镜
 - 抽出圆筒
 - 离子聚焦透镜
 - 入口透镜

这些是与样品或离子束接触的部件。其他部件一般不需要清洁。



图 29 要清洁的 CI 离子源部件



过程

清洁 CI 离子源与清洁 EI 离子源非常相似。可使用“清洁 EI 离子源”中的清洁过程，但下列情况除外：

- CI 离子源可能看上去没有被污染，但化学电离留下的沉淀物很难清除。彻底清洁 CI 离子源。
- 使用圆形的木制牙签轻轻地清理离子源体中的电子入口孔以及抽出板中的离子出口孔。
- 不要使用卤化溶剂。请使用己烷进行最后冲洗。

小心

不要使用卤化溶剂清洁 CI 离子源。

组装 CI 离子源



所需材料

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

过程

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 1 组装离子聚焦透镜、入口透镜和透镜绝热体 (图 30)。
- 2 将抽出板和抽出圆筒滑入离子源体中 (图 30)。
- 3 将在步骤 1 中组装好的部件滑入离子源体。
- 4 安装固定透镜的定位螺钉。
- 5 将陶瓷盘连接到推斥极，并放在离子源体的顶部。

小心

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

- 6 将加热器块组件放在离子源体顶部。
- 7 重新安装虚拟灯丝以及灯丝，并使用固定螺钉固定。

5 常规维护

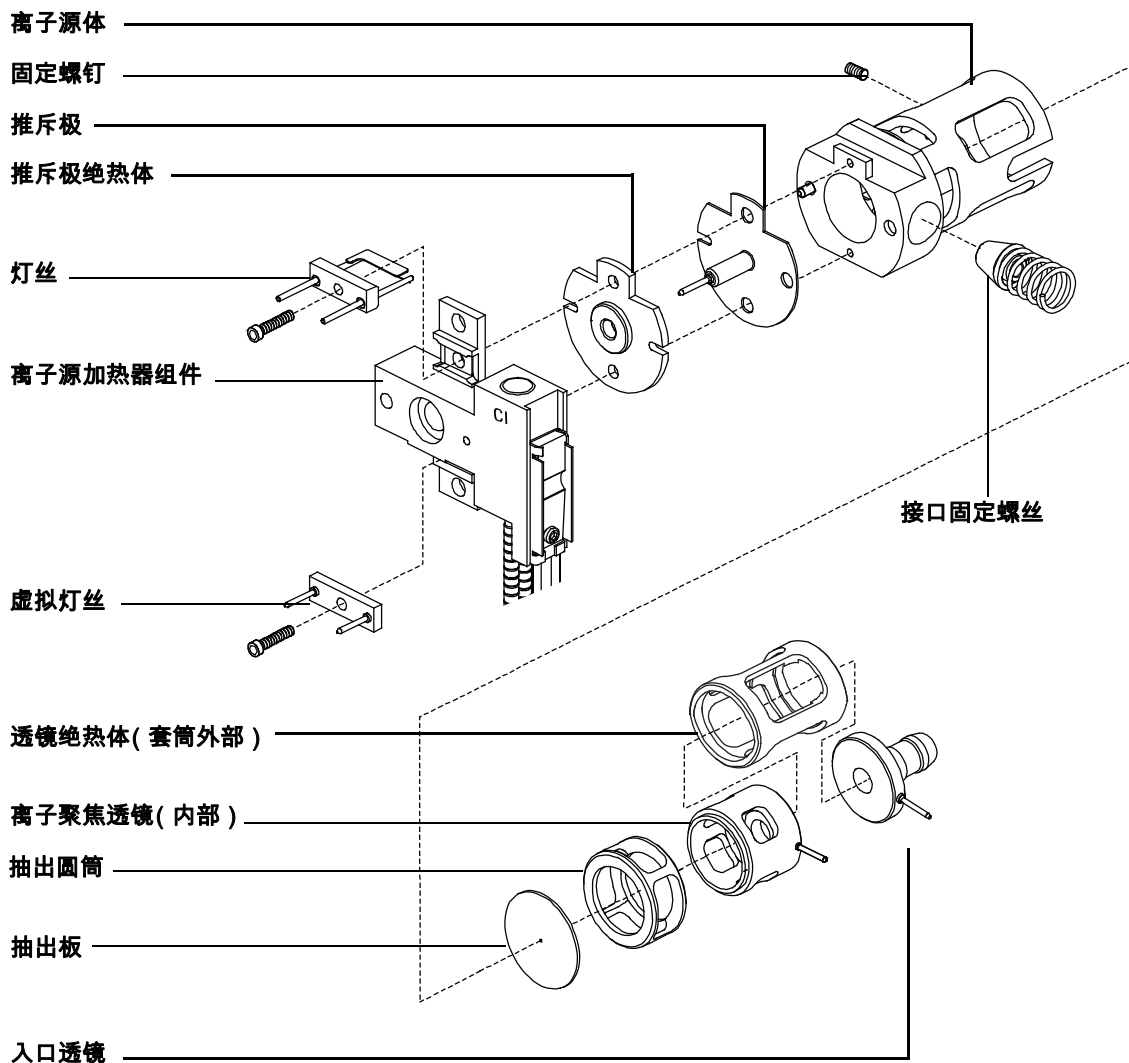


图 30 组装 CI 离子源

安装 CI 离子源

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到侧板，这可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的抗静电腕带并在打开质量分析器腔体**之前**采取其他抗静电预防措施。



过程

- 1 放空 MS。请参见 [page 60](#)。
- 2 打开前质量分析器腔体。请参见第 95 页的“[打开前质量分析器腔体](#)”。
- 3 将 CI 离子源滑入散热器。
- 4 安装指旋螺钉（[图 31](#)）。
- 5 如“[连接离子源和侧板之间的线缆](#)”所述连接接线。

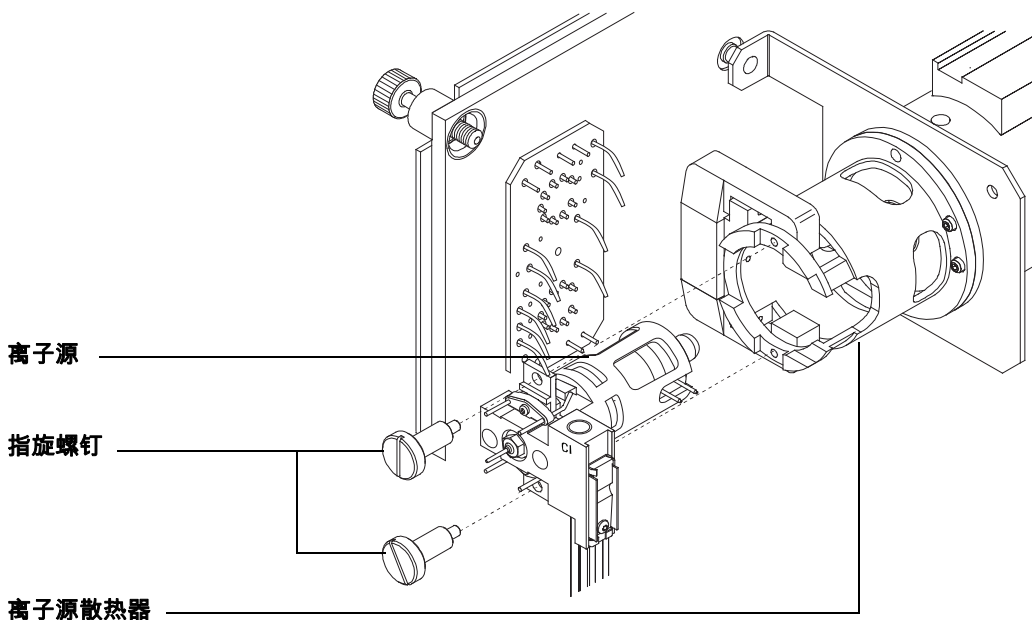


图 31 安装 CI 离子源

- 6 关闭前质量分析器腔体。（请参见第 131 页的“[关闭前质量分析器腔体](#)”。）
- 7 对 MS 进行抽真空。（请参见第 58 页的“[对 MS 抽真空](#)”。）
- 8 调谐 MS。（请参见第 84 页的“[执行 CI 自动调谐](#)”。）

安装 CI 接口顶部密封垫

所需材料

- 接口顶部密封垫 (G1099-60412)

接口顶部密封垫必须安装到位才能进行 CI 操作。需要达到用于 CI 的充足离子源压力。

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到侧板，这可能会损坏灵敏组件。佩戴接地的防静电腕带并在打开质量分析器腔体之前采取其他防静电预防措施。

过程



- 1 从离子源存放箱拆下密封垫。
- 2 确认安装了 CI 离子源。
- 3 将密封垫放在接口末端上。要拆下密封垫，请按照相反顺序执行上述步骤。
- 4 **仔细** 检查质量分析器和接口的对准情况。

当质量分析器正确对准时，可完全关闭前质量分析器腔体，除了接口顶部密封垫的弹簧张力外，没有其他阻力。

小心

如果这些部件没有对准，强制质量分析器关闭会损坏密封垫、接口或离子源，或导致侧板不能密封。

- 5 可通过在侧板铰链上摆动侧板来对准前质量分析器腔体和接口。如果质量分析器仍然无法关闭，请联系 Agilent Technologies 服务代表。
- 6 关闭前质量分析器腔体。（请参见第 131 页的“[关闭前质量分析器腔体](#)”。）

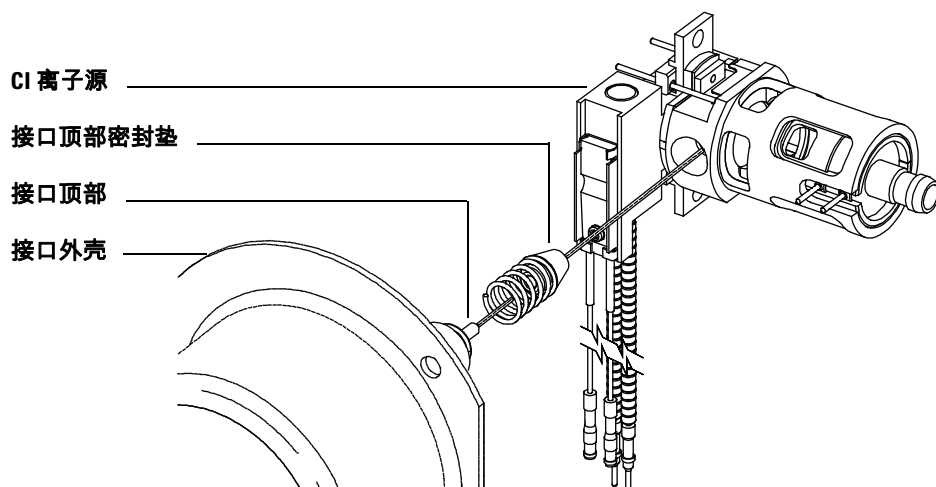


图 32 CI 离子源端密封垫

卸下灯丝



所需材料

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

过程

- 1 放空 MS。(请参见第 45 页的“放空 MS”。)

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 2 打开前质量分析器腔体。请参见第 95 页的“打开前质量分析器腔体”。
- 3 卸下离子源。请参见第 97 页的“拆卸 EI 离子源”或第 112 页的“卸下 CI 离子源”。
- 4 卸下将灯丝固定到离子源体的螺钉。(请参见图 33。)
- 5 将灯丝滑出离子源组件。(请参见图 33。)

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

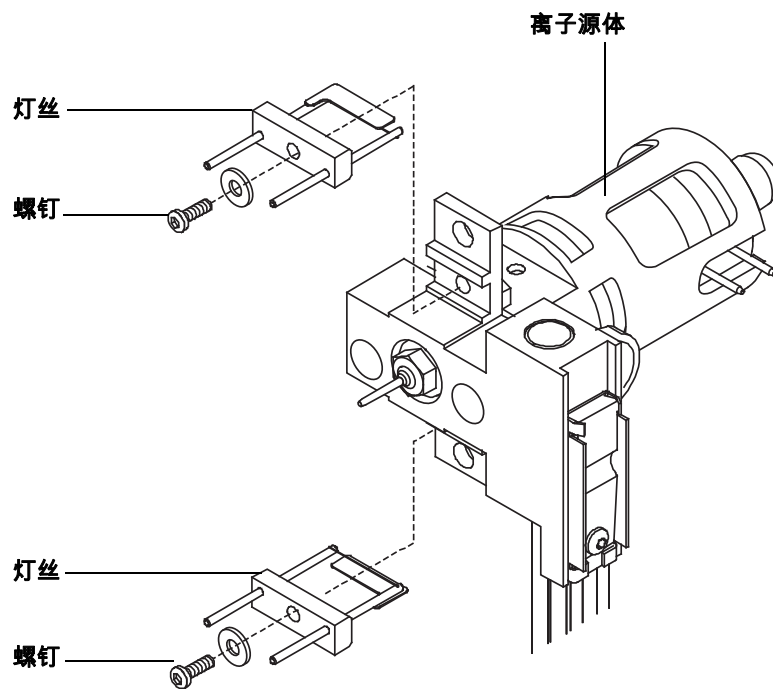


图 33 更换灯丝

安装灯丝



所需材料

- 灯丝组件，EI (G3170-60050)
- 灯丝组件，CI (G1099-80053)
- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 镊子 (8710-2460)

过程

- 1 卸下旧灯丝。(请参见第 124 页的“[卸下灯丝](#)”。)
- 2 在离子源体中将新灯丝装入到位。(请参见图 33。)
- 3 使用螺钉将灯丝固定到离子源体上。
- 4 在安装好灯丝之后，验证它没有接地到离子源体上。
- 5 重新安装离子源。(请参见第 110 页的“[安装 EI 离子源](#)”或第 121 页的“[安装 CI 离子源](#)”。)
- 6 关闭前质量分析器腔体。(请参见第 131 页的“[关闭前质量分析器腔体](#)”。)
- 7 对 MS 进行抽真空。(请参见第 58 页的“[对 MS 抽真空](#)”。)
- 8 自动调谐 MS。

连接离子源和侧板之间的线缆



所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 尖嘴钳子 (8710-1094)

过程

- 1 将前质量分析器内部电气接头连接到表 17 中指定的针脚。

接线在表 17 中作了介绍，并且图 34、图 35 和图 36 中也有说明。表中的术语“板”是指位于离子源旁边的馈通板。

表 17 质量分析器接线

| 接线说明 | 已连接 | 连接到连接器 |
|------------|-------------------|-----------------------|
| 绿色珠串状 (2) | 四极 (1) 加热器 | 板，左上 (HTR) |
| 白色编织外层 (2) | 四极 (1) 传感器 | 板，顶部 (RTD) |
| 棕色 / 黑色 | 板，左中 | 提取器透镜 (仅限高灵敏度 EI 离子源) |
| 白色 (2) | 板，中间 (FILAMENT-1) | 灯丝 1 (顶部) |
| 红色 (1) | 板，左中 (REP) | 排斥极 |
| 黑色 (2) | 板，中间 (FILAMENT-2) | 灯丝 2 (底部) |
| 橙色 (1) | 板，右上 (ION FOC) | 离子聚焦透镜 |
| 蓝色 (1) | 板，右上 (ENT LENS) | 入口透镜 |
| 绿色珠串状 (2) | 离子源加热器 | 板，左下 (HTR) |
| 白色 (2) | 离子源传感器 | 板，底部 (RTD) |
| 绿色 | 板，左下 | 离子源散热器 |
| 黄色 | 板，左下 | 前四极杆 |

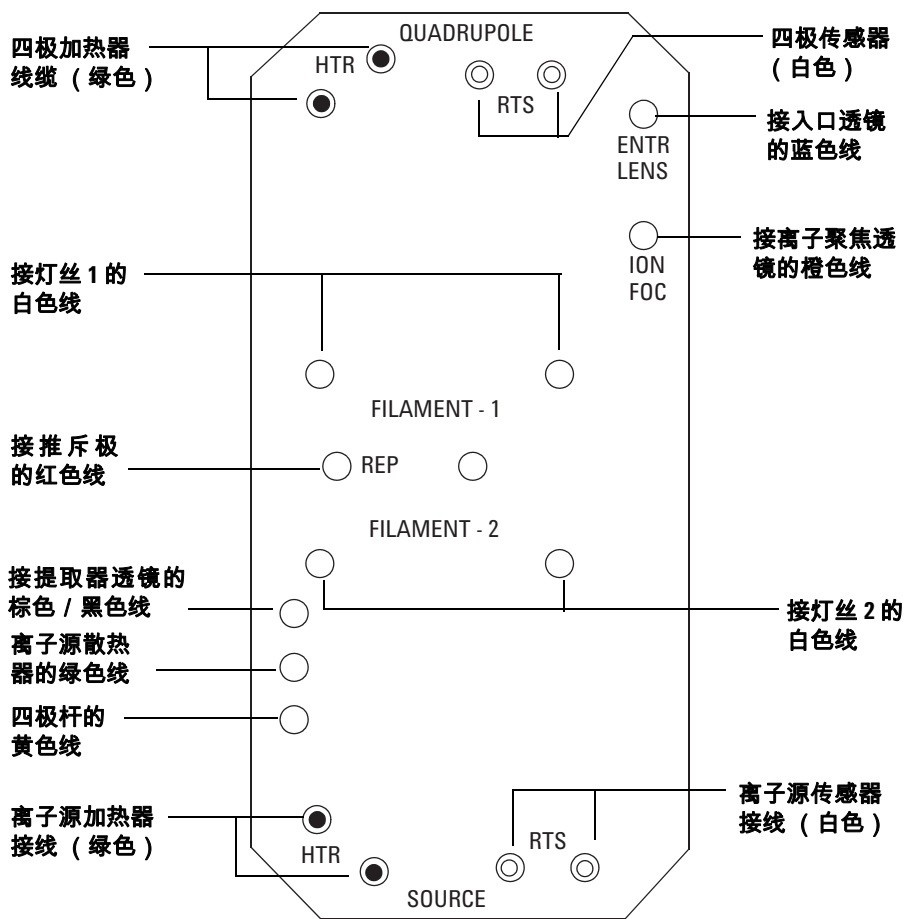


图 34 馈通板接线

FB = 馈通板

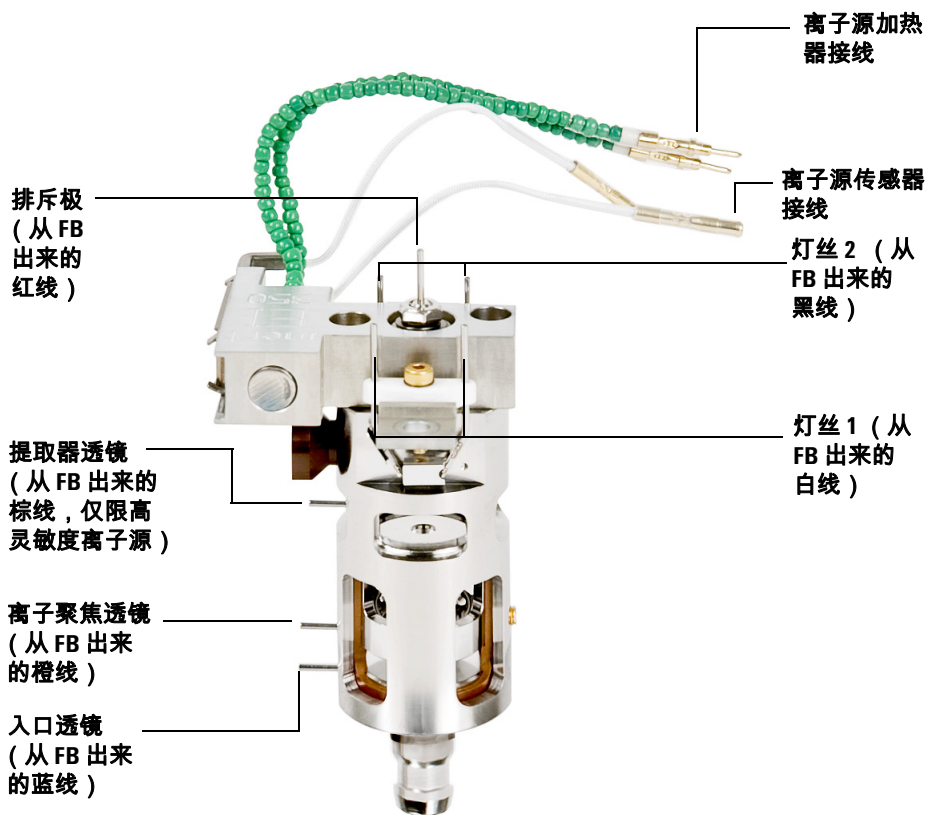


图 35 EI 离子源接线 - 显示高灵敏度离子源

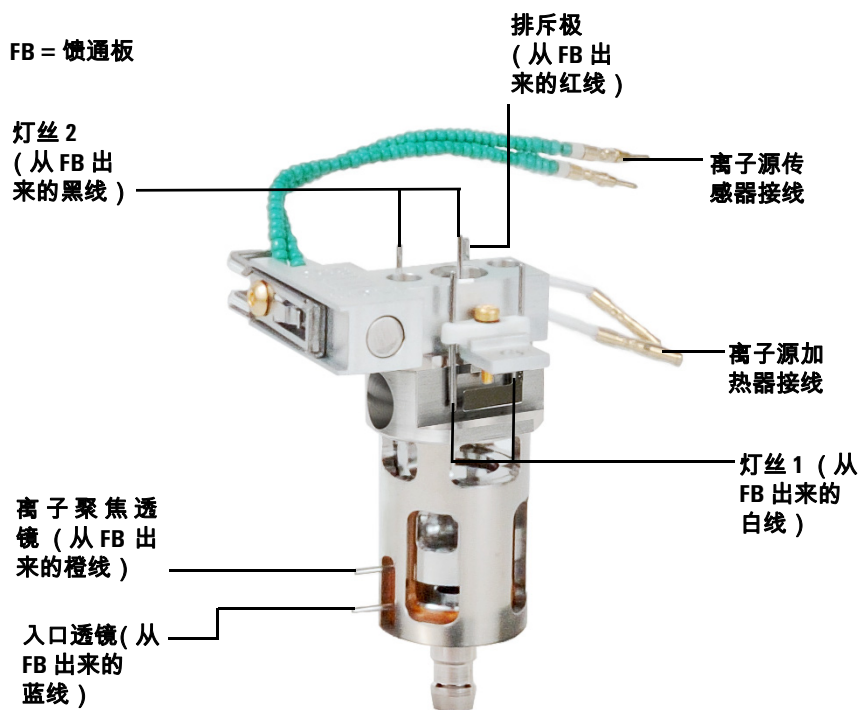


图 36 CI 离子源接线

关闭前质量分析器腔体

过程



- 1 检查侧板 O 形环。

确保 O 形环上涂有 *非常薄* 的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果 O 形环非常干燥，则可能无法良好密封。如果 O 形环看起来很发亮，则表明润滑脂涂抹过多。（关于润滑说明，参考《7000 系列质谱仪故障排除和维护手册》。）

小心

在关闭时不要对质量分析器门用力过猛，否则可能损坏碰撞池或四极杆。

- 2 将前质量分析器侧板旋转到关闭位置。

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

- 3 确保后质量分析器门已关闭。
- 4 确保已关闭放空阀。
- 5 将氢气或其他易燃或有毒物质用作载气，请 *轻轻地* 手动拧紧前质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉。
- 6 对 MS 进行抽真空。（请参见第 58 页的“对 MS 抽真空”。）

警告

如果将氢气（或其他危险气体）用作 GC 载气时，必须拧紧顶部指旋螺钉。万一发生爆炸，这样可防止侧板打开。

小心

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

- 7 对 MS 抽真空完成后，关闭左质量分析器盖板，并更换窗盖。
- 8 调谐 MS。

取下左后方外壳进入后质量分析器腔体



要打开后质量分析器侧板，应先取下后端外壳。在更换电子倍增器打拿极时，这是必须进行的操作。如果要进入后质量分析器腔体，请执行这些过程取下后部外壳（图 37）。

所需材料

- 螺丝刀，Torx T-15 (8710-1622)

过程

- 1 根据过程，打开左侧面板。（请参见第 132 页的“取下左后方外壳进入后质量分析器腔体”。）
- 2 从后部外壳上取下最顶部的螺丝。
- 3 将外壳的底板拉出 MS 背面的凹槽，使外壳松动。

警告

切勿取下任何其他外壳。其他外壳下存在危险电压。

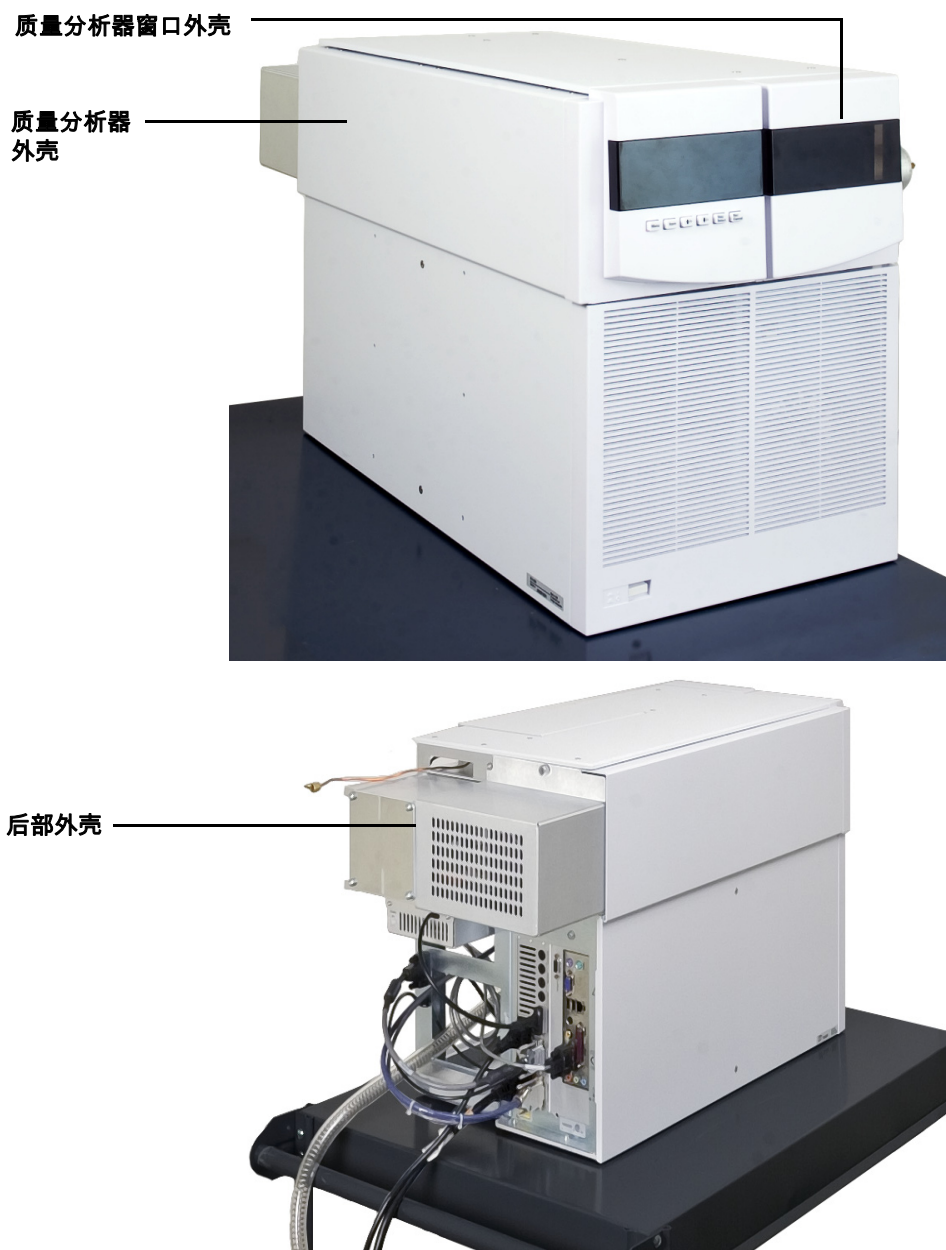


图 37 拆下外壳

打开后质量分析器腔体

只能在更换电子倍增器打拿极时打开后质量分析器腔体。

所需材料

- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 抗静电腕带
 - 小号 (9300-0969)
 - 中号 (9300-1257)
 - 大号 (9300-0970)

小心

释放到质量分析器组件的静电会传导到四极驱动板，这可能会损坏灵敏组件。打开质量分析器腔体之前，请佩戴接地的抗静电腕带并采取其他抗静电防护措施（请参见第 91 页的“静电释放”）。

过程

- 1 放空 MS。（请参见第 60 页的“放空 MS”。）
- 2 卸下质量分析器窗盖，然后打开左侧面板。卸下后盖。（请参见第 132 页的“取下左后方外壳进入后质量分析器腔体”。）

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 3 如果后质量分析器侧板指旋螺钉已拧紧，请松开它们（图 19）。

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

小心

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

- 4 轻轻地~~将~~侧板旋转下来。

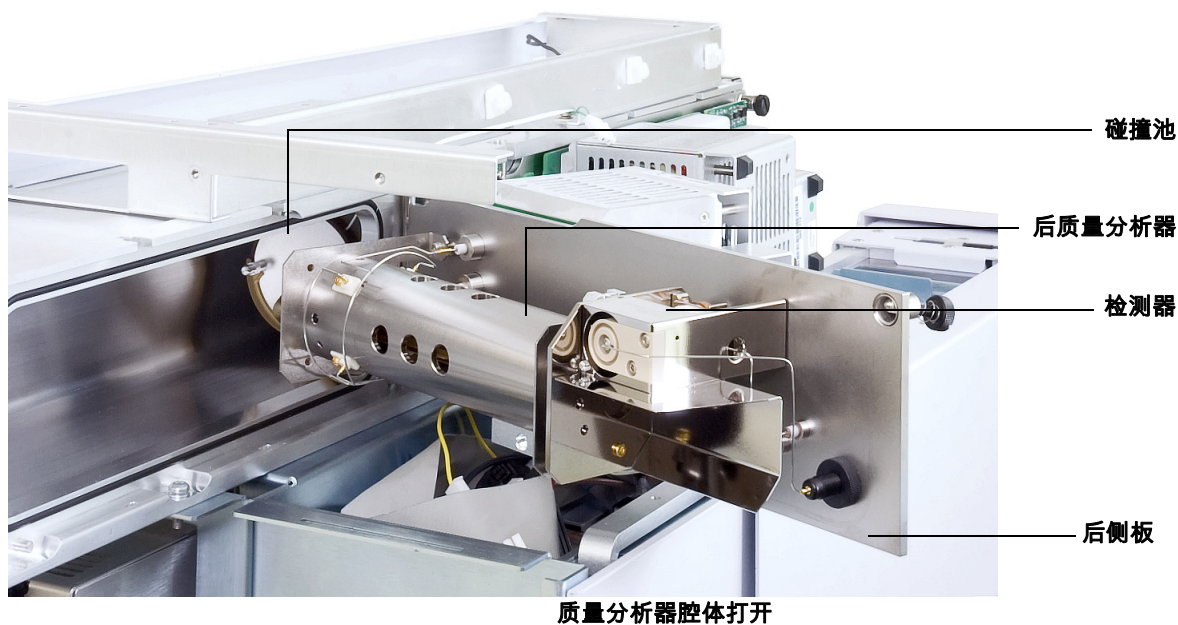
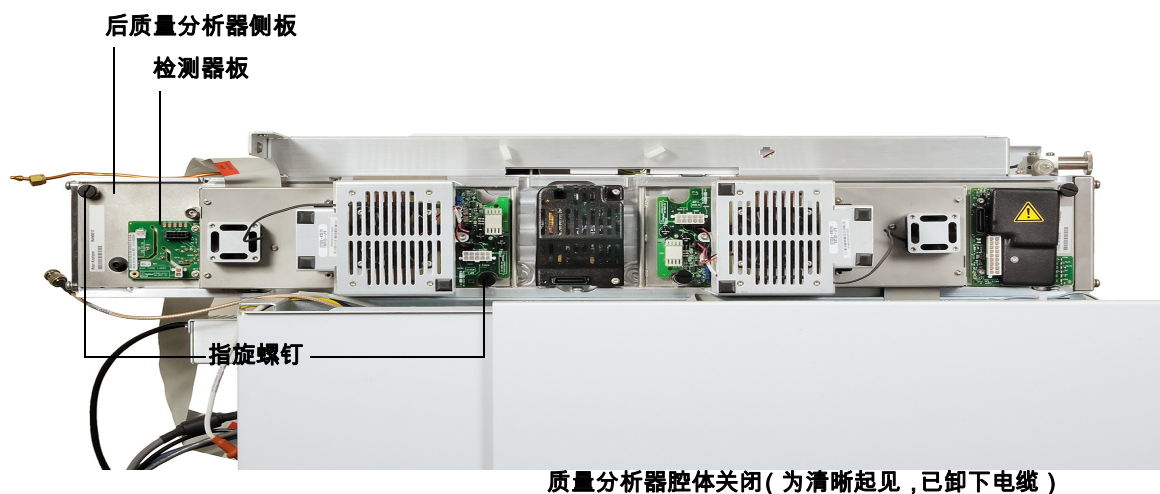


图 38 后质量分析器腔体

更换电子倍增器打拿极



所需材料

- 电子倍增器打拿极 (61370-80103)
- 干净的无棉绒手套
 - 大号 (8650-0030)
 - 小号 (8650-0029)
- 尖嘴钳子 (8710-1094)

过程

- 1 放空 MS。(请参见第 60 页的“放空 MS”。)

警告

质量分析器、GC/MS 接口和质量分析器腔体中的其他部件都运行于非常高的温度下。在确定已冷却之前切勿接触任何部件。

小心

在质量分析器腔体中操作时，请始终戴上干净的手套，以防止造成污染。

- 2 打开后质量分析器腔体。(请参见第 134 页的“打开后质量分析器腔体”。)
- 3 打开固定夹 (图 39)。提起固定夹把手，旋转固定夹，使其脱离电子倍增器打拿极。
- 4 将红色信号线从连接器滑入侧板。
- 5 卸下电子倍增器打拿极。
- 6 抓住新的打拿极，使红色信号线一端向下，然后将红色信号线重新连接到侧板的对应连接器上。
- 7 将电子倍增器打拿极滑入到位。
- 8 合上固定夹。
- 9 关闭后质量分析器腔体。(请参见第 138 页的“关闭后质量分析器腔体”。)

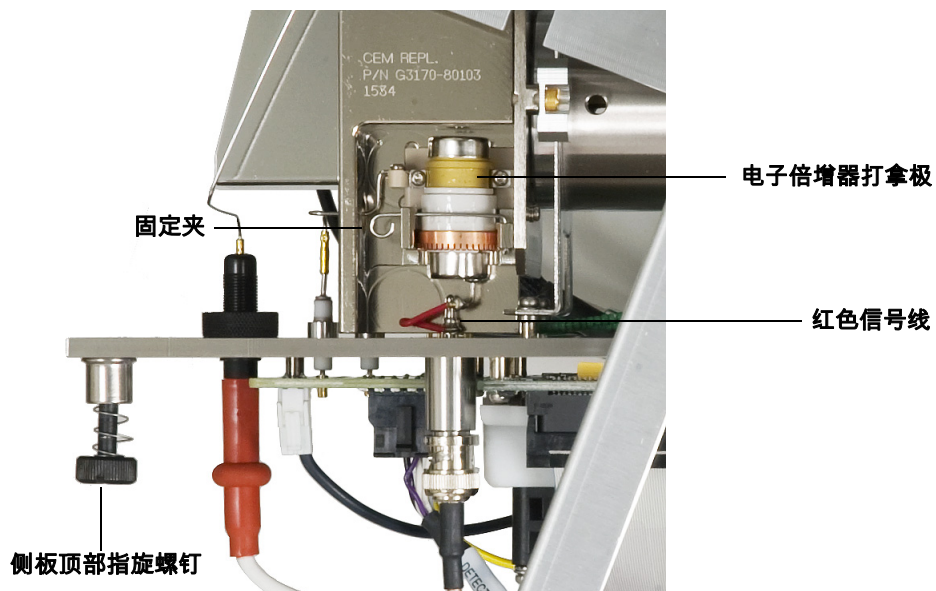


图 39 更换电子倍增器打拿极

关闭后质量分析器腔体

所需材料

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

过程

- 1 检查侧板 O 形环。

确保 O 形环上涂有非常薄的 Apiezon L 高真空润滑脂层。如果 O 形环非常干燥,则可能无法良好密封。如果 O 形环看起来很光亮,则表明润滑脂涂抹过。(关于润滑说明,请参考《7000 系列质谱仪故障排除和维护手册》。)

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

小心

在关闭时不要对质量分析器门用力过猛,否则可能损坏碰撞池或四极杆。

- 3 确保前质量分析器门已关闭。
- 4 确保已关闭放空阀。
- 5 对 MS 进行抽真空。(请参见第 58 页的“对 MS 抽真空”。)

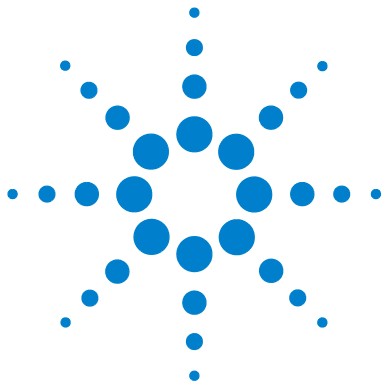
警告

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

小心

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

- 6 如果将氢气或任何其他易燃材料用作载气,请轻轻地用手拧紧后质量分析器侧板上的顶部指旋螺钉。
- 7 对 MS 抽真空完成后,关闭左质量分析器盖板,更换窗盖,并更换质量分析器窗盖。
- 8 调谐 MS。



A 化学电离理论

| | |
|----------|-----|
| 化学电离概述 | 140 |
| 正极 CI 理论 | 141 |
| 负极 CI 理论 | 147 |



化学电离概述

化学电离 (CI) 是一种生成质谱分析所用离子的技术。化学电离和电子电离 (EI) 之间存在着显著的差异。本节介绍了最常用的化学电离途径。

在 EI 模式下, 相对高能电子 (70 eV) 与待分析的样品分子进行碰撞。这些碰撞将 (主要) 产生阳离子。电离发生后, 给定物质的分子一般会以预知的形式碎裂。EI 是一个直接过程; 能量通过碰撞从电子传递到样品分子。

对于 CI 而言, 除了样品和载气外, 还会将大量的反应气引进电离室。由于反应气的量远大于样品量, 因此大多数释放的电子将与反应气分子发生碰撞, 形成反应气离子。这些反应气离子在主反应和次反应过程中相互反应, 以建立达到平衡。它们还以各种不同方式与样品分子发生反应, 形成样品离子。CI 离子的形成所需的能量远低于电子电离所需的能量, 并且比电子电离更为“缓和”。由于 CI 产生的碎片非常少, 因此 CI 谱图通常会显示具有高丰度值的分子离子。因此, CI 通常用来确定样品化合物的分子量。

甲烷是最常用的 CI 反应气。它会产生某些特有的电离模式。其他反应气会产生不同的模式, 可能提高某些样品的灵敏度。常用的备用反应气是异丁烷和氨气。二氧化碳通常用于负极 CI 中。二氧化碳、氢气、氟利昂、三甲基硅烷、一氧化氮和甲胺是不太常用的反应气。每种反应气发生的电离反应均不相同。

警告

氨气有毒并且具有腐蚀性。使用氨气时需要采取特殊的维护和安全预防措施。

反应气中的水污染会显著降低 CI 的灵敏度。正极 CI 中在 m/z 19 (H_3O^+) 处出现的较大峰是水污染的诊断征兆。如果浓度足够高, 特别是在与校正剂进行混合时, 水污染会导致严重的离子源污染。在连接新的反应气管道反应气缸后, 经常会立即发生水污染。如果让反应气流通几小时 (吹扫系统), 则污染通常可以减少。

有关化学电离的参考资料

A. G. Harrison, *Chemical Ionization Mass Spectrometry*, 第 2 版, CRC 出版社, INC. Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6。

W. B. Knighton, L. J. Sears, E. P. Grimsrud, “High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry”, *Mass Spectrometry Reviews* (1996), 14, 327-343。

E. A. Stemmler, R. A. Hites, *Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds*, VCH 出版社, New York, NY (1988) ISBN 0-89573-708-6。

正极 CI 理论

正极 CI (PCI) 与 EI 产生相同的分析器电压极性。对于 PCI 而言，反应气是通过与释放的电子进行碰撞而被电离的。反应气离子与样品分子（作为质子提供者）进行化学反应，形成样品离子。PCI 离子的形成比电子电离更为“缓和”，产生的碎片也更少。由于此反应通常会产生高丰度的分子离子，因此经常使用它来测定样品的分子量。

最常用的反应气是甲烷。甲烷 PCI 几乎可以生成所有样品分子的离子。也可选择其他反应气，如异丁烷或氨气，它们产生的碎片更少。由于反应气离子的背景较高，因此 PCI 不是特别灵敏，并且检测限制通常较高。

在离子源压力为 0.8 至 2.0 Torr 的范围内进行正极化学电离时，会经过四个基本的电离过程。这些过程是：

- 质子传递
- 氢化物提取
- 加成
- 电荷交换

根据使用的反应气不同，可以使用上述四个过程中的一个或多个过程来解释在生成的质谱图中观察到的电离产物。

图 40 中显示了硬脂酸甲酯的 EI、甲烷 PCI 和氨气 PCI 谱图。简单的碎裂模式、大量 $[MH]^+$ 离子以及存在两种加合离子，这些是使用甲烷作为反应气的正极化学电离的特征。

系统中存在的空气或水，尤其是 PFDTD 校正剂中存在的空气或水，会迅速污染离子源。

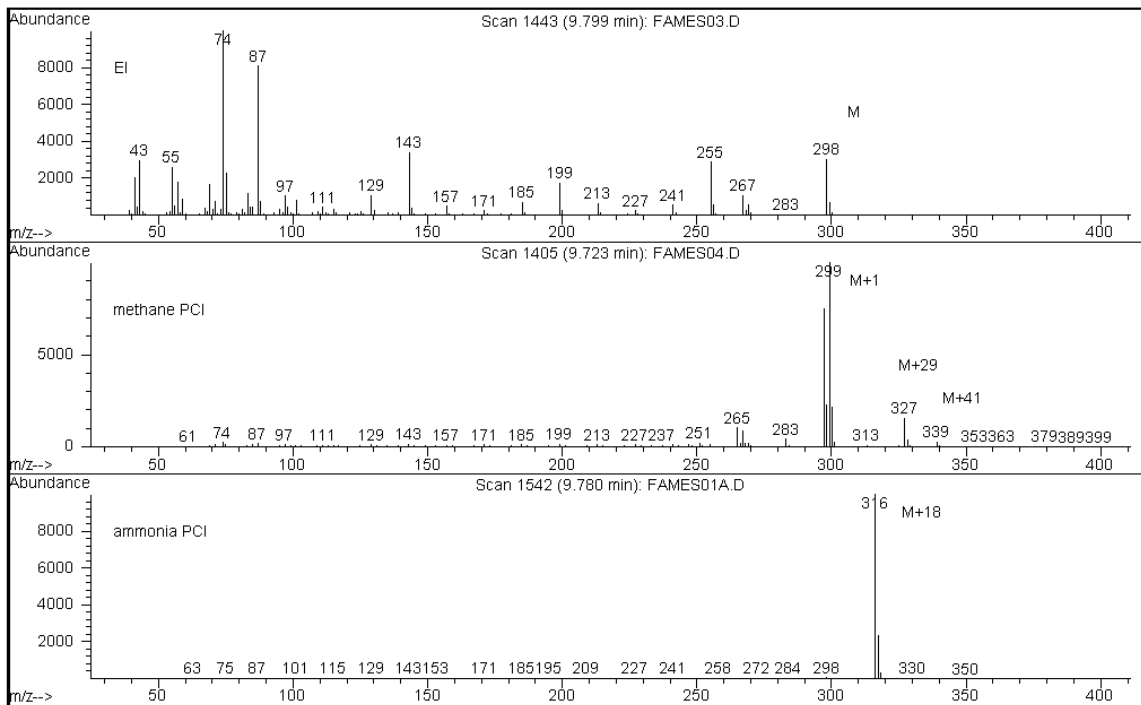
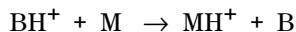


图 40 硬脂酸甲酯 (MW = 298) : EI、甲烷 PCI 和氨气 PCI

质子传递

质子传递可表示为

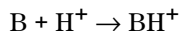


其中，反应气 B 已经过电离，被质子化。如果分析物（样品）M 的质子亲合力比反应气的大，则已质子化的反应气会将其质子传递给分析物，同时形带正电荷的分析物离子。

最常用的例子是从 CH_5^+ 向分子分析物传递质子，这一过程将产生质子化的分子离子 MH^+ 。

反应气和分析物的相对质子亲合力将决定质子传递反应。如果分析物的质子亲合力大于反应气的质子亲合力，则会发生质子传递。由于甲烷 (CH_4) 的质子亲合力非常低，因此它是最常用的反应气。

根据该反应，质子亲合力可定义为：



其中，质子亲和力的单位以千卡 / 摩尔表示。甲烷的质子亲合力为 127 千卡 / 摩尔。表 18 和 19 列出了几种可能的反应气的质子亲合力以及几种具有不同官能团的小型有机化合物的质子亲合力。

由质子传递反应生成的质谱图取决于多个标准。如果质子亲和力的差异很大（如与甲烷相比），则质子化的分子离子中可能存在大量过剩能量。这会致发生碎裂反应。因此，对于某些分析而言，质子亲合力为 195 千卡 / 摩尔的异丁烷比甲烷好。氨气的质子亲合力为 207 千卡 / 摩尔，这使得它无法将多数分析物质子化。质子传递化学电离通常被认为是“软”电离，但是其软度取决于分析物和反应气的质子亲合力以及包括离子源温度在内的其他因素。

表 18 反应气质子亲合力

| 种类 | 质子亲合力 千卡 / 摩尔 | 形成的反应物 离子 |
|----------------------------------|------------------|---|
| H ₂ | 100 | H ₃ ⁺ (<i>m/z</i> 3) |
| CH ₄ | 127 | CH ₅ ⁺ (<i>m/z</i> 17) |
| C ₂ H ₄ | 160 | C ₂ H ₅ ⁺ (<i>m/z</i> 29) |
| H ₂ O | 165 | H ₃ O ⁺ (<i>m/z</i> 19) |
| H ₂ S | 170 | H ₃ S ⁺ (<i>m/z</i> 35) |
| CH ₃ OH | 182 | CH ₃ OH ₂ ⁺ (<i>m/z</i> 33) |
| t-C ₄ H ₁₀ | 195 | t-C ₄ H ₉ ⁺ (<i>m/z</i> 57) |
| NH ₃ | 207 | NH ₄ ⁺ (<i>m/z</i> 18) |

表 19 选定用于 PCI 的有机化合物的质子亲合力

| 分子 | 质子亲合力 (千卡 / 摩尔) | 分子 | 质子亲合力 (千卡 / 摩尔) |
|------|--------------------|--------|--------------------|
| 乙醛 | 185 | 甲胺 | 211 |
| 乙酸 | 188 | 氯甲烷 | 165 |
| 丙酮 | 202 | 甲基氰 | 186 |
| 苯 | 178 | 二甲硫醚 | 185 |
| 2-丁醇 | 197 | 甲基环丙烷 | 180 |
| 环丙烷 | 179 | 硝基乙烷 | 185 |
| 二甲醚 | 190 | 硝基甲烷 | 180 |
| 乙烷 | 121 | 乙酸丙酯 | 207 |
| 甲酸乙酯 | 198 | 丙烯 | 179 |
| 蚁酸 | 175 | 甲苯 | 187 |
| 氢溴酸 | 140 | 反-2-丁烯 | 180 |
| 盐酸 | 141 | 三氟醋酸 | 167 |

表 19 选定用于 PCI 的有机化合物的质子亲和力 (续)

| 分子 | 质子亲和力 (千卡/摩尔) | 分子 | 质子亲和力 (千卡/摩尔) |
|-----|------------------|-----|------------------|
| 异丙醇 | 190 | 二甲苯 | 187 |
| 甲醇 | 182 | | |

氢化物提取

在反应气离子的形成过程中,可形成具有高氢阴离子 (H^-) 亲和力的不同反应物离子。如果反应物离子的氢阴离子亲和力大于分析物失去 H^- 时形成离子的氢阴离子亲和力,则此热力学过程有利于化学电离过程的进行。以甲烷化学电离过程中烷烃的氢化物提取为例。在甲烷 CI 中, CH_5^+ 和 $C_2H_5^+$ 都可以进行氢化物提取。由于这些物质的氢阴离子亲和力都很大,因此根据总反应,长链烷烃将失去 H^-



对于甲烷而言, R^+ 表示 CH_5^+ 和 $C_2H_5^+$, M 表示长链烷烃。对于 CH_5^+ 而言,将继续进行反应以形成 $[M-H]^+$ 、 CH_4 和 H_2 。氢化物提取得到的谱图会显示因失去 H^- 而得到的 $M-1$ m/z 峰。该反应是放热反应,因此经常可观测到 $[M-H]^+$ 离子的碎裂反应。

通常,在样品谱图中氢化物提取和质子传递电离都很明显。以长链甲酯的甲烷 CI 谱图为例,其中,既有从碳氢化合物链进行的氢化物提取,又有向酯官能团进行的质子转移。例如,在硬脂酸甲酯的甲烷 PCI 谱图中, m/z 为 299 的 MH^+ 峰是由质子传递形成的,而 m/z 为 297 的 $[M-1]^+$ 峰是由氢化物提取形成的。

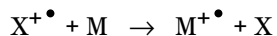
加成

对于很多分析物而言,热力学现象对质子传递和氢化物提取的化学电离反应没有促进作用。在这些情况下,反应气离子的活性通常足以通过冷凝或缔合(加成反应)而与分析物分子结合。由此生成的离子称为加合离子。在甲烷化学电离中可以观察到加合离子,它以 $[M+C_2H_5]^+$ 和 $[M+C_3H_5]^+$ 离子的形式存在,并且会导致出现 $M+29$ 和 $M+41$ m/z 质量峰。

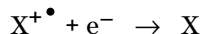
在氨气的化学电离中,加合反应尤其重要。由于 NH_3 质子亲和力很高,因此几乎没有有机化合物会与氨气反应气进行质子传递。在氨气 CI 中,会发生一系列的离子分子反应,并导致形成 NH_4^+ 、 $[NH_4NH_3]^+$ 和 $[NH_4(NH_3)_2]^+$ 。值得注意的是,氨离子 NH_4^+ 通过冷凝或缔合的方式,会在 $M+18$ m/z 处出现剧烈运动的 $[M+NH_4]^+$ 离子。如果由此而生的离子是不稳定的,则会发生碎裂反应。还会经常观察到失去中性分子 H_2O 或 NH_3 , 即失去 18 或 17 m/z 处的峰。

电荷交换

电荷交换电离可用以下反应来表示：



其中， X^+ 为电离的反应气， M 为相关分析物。用于电荷交换电离的反应气包括惰性气体（氦气、氖气、氩气、氪气、氙气和氡气）、氮气、二氧化碳、一氧化碳、氢气和其他不与分析物发生“化学”反应的气体。一旦被电离，所有这些反应气都将具有复合能，如下式所示：



或者，仅仅是电离的反应气与电子复合形成中性物质。如果此能量大于从分析物中移走一个电子所需的能量，则上面的第一个反应为放热反应并且是力学所允许的。

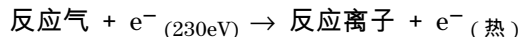
电荷交换化学电离未广泛用于一般的分析应用中。但是，电荷交换化学电离可以用于其他不受热力学过程影响的化学电离过程。

负极 CI 理论

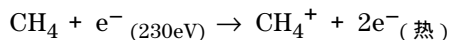
负极化学电离 (NCI) 将互换分析器电压极性，以选择阴离子。有几种 NCI 化学途径。并非所有使灵敏度剧增的途径都与 NCI 有关。四种最常用的途径 (应) 为：

- 电子捕获
- 游离电子捕获
- 离子对形成
- 离子分子反应

除离子分子反应以外，反应气在所有反应中所起的作用均与其在 PCI 中所起的作用不同。在 NCI 中，反应气通常称为缓冲气体。使用从灯丝发出的高能电子轰击反应气时，会发生以下反应：



如果反应气是甲烷 (图 41)，则反应是：



热电子的能级比从灯丝发出的电子的能级低。与样品分子进行反应的就是这些热电子。

未形成任何负极反应气离子。这将避免在 PCI 模式下看到的背景类型，也使得 NCI 的检测限大幅度降低。仅当 MS 在阴离子模式下进行操作时，才能检测到 NCI 产物。此操作模式会互换所有质量分析器电压的极性。

在 NCI 中，二氧化碳经常用作缓冲气体。与其他气体相比，它在成本、可用性和安全性方面具有明显的优势。

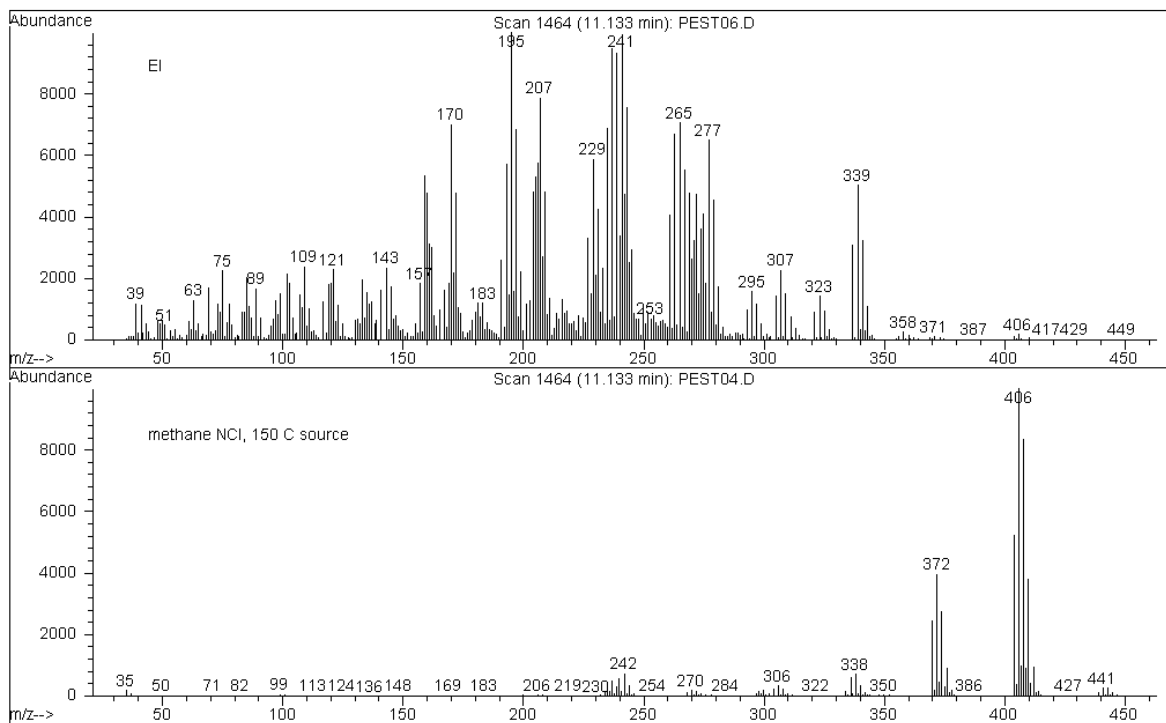


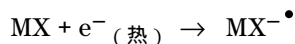
图 41 磺丹 I (MW = 404) : EI 和甲烷 NCI

电子捕获

在 NCI 中，电子捕获是最主要的途径。电子捕获（通常称为高压电子捕获质谱或 HPECMS）可为已知 NCI 提供较高的灵敏度。对于一些在理想条件下的样品而言，电子捕获提供的灵敏度比正极电离提供的灵敏度要高 10 至 1000 倍。

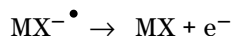
请注意，在 NCI 模式下，还会发生所有与正极 CI 相关的反应，通常会产生污染物。由于透镜电压已反向的缘故，形成的阳离子不会离开离子源，并且些阳离子的存在可抑制电子捕获反应。

电子捕获反应可用下列反应式来表示：



其中 MX 为样品分子，而电子为高能电子和反应气相互作用而产生的热（慢速）电子。

有时， $\text{MX}^{-\bullet}$ 自由基阴离子不稳定。在这些情况下可能会发生逆反应：



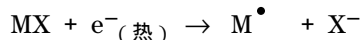
逆反应有时称为自动脱附。通常，这种逆反应发生的速度很快。因此，不稳定的阴离子来不及通过碰撞或其他反应而稳定下来。

电子捕获对于那些具有杂原子的分子最有利。例如：氮气、氧气、磷、硫、硅，对卤素（氟、氯、溴和碘）的效果尤其明显。

氧气、水，或任何污染物的存在都会干扰电子捕获反应。通过慢速离子分子反应，污染物会导致形成阴离子。这样通常会降低灵敏度。必须尽量消除有潜在污染源，尤其是氧气（空气）和水源。

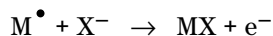
游离电子捕获

游离电子捕获也称为游离共振捕获。它是一个与电子捕获类似的过程。差别在于：在反应期间，样品分子是以碎片形式存在，还是以游离形式存在。果通常是阴离子和中性基。游离电子捕获可用下列反应式来说明：



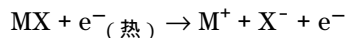
反应产生的灵敏度与电子捕获不同，并且形成质谱的分子离子丰度也通常比较低。

就电子捕获而言，游离电子捕获的产品有时不稳定。有时会发生逆反应。这种逆反应有时称为联合脱附反应。逆反应的方程式为：



离子对形成

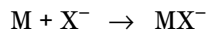
离子对的形成表面上与游离电子捕获类似。离子对形成反应可用以下反应式表示：



对于游离电子捕获而言，样品分子会发生碎裂。但是，与游离电子捕获不同，该电子不会被碎片捕获。相反，样品分子以电子不均匀分布的方式碎裂生成阳离子和阴离子。

离子分子反应

在 CI 离子源中存在氧气、水和其他污染物时，会发生离子分子反应。离子分子反应比电子附着反应的速度慢 2 - 4 倍，并且不提供与电子捕获反应关的高灵敏度。离子分子反应可用以下通用反应式表示：



其中 X^- 通常为灯丝发出的电子引起的污染物电离而产生的卤素官能团或羟基。离子分子反应与电子捕获反应对抗。发生的离子分子反应越多，则发生的电子捕获反应就越少。



© Agilent Technologies, Inc.

2009 年 9 月 , 美国印刷



G7000-97038