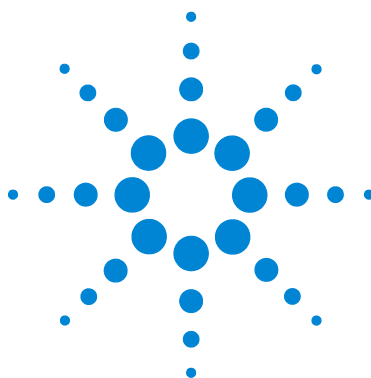




Agilent OpenLAB 智氢 洁离子源

操作手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2017

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式、任何方式（包括存储为电子版、修改或翻译成外文）复制本手册的任何部分。

手册部件号

G7077-97118

版本

第一版，2017 年 9 月

美国印刷

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

担保说明

本文档内容按“原样”提供，在未来的版本中如有更改，恕不另行通知。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失，Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，其中涉及本文档内容的担保条款与这些条款冲突，则以协议中的担保条款为准。

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”声明表示存在危险。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”声明而继续进行操作。

目录

1 简介

一般概念	6
两种操作模式	7
您应该使用哪个模式？	8
在 OpenLAB 中配置 MS	9
配置带智氢洁离子源的 CI 离子源	12
配置带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源	13
配置不带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源	14

2 “仅清洁”模式

概念	16
运行一批样品后运行仅清洁模式 - 概念	19
运行每个样品后运行仅清洁模式 - 概念	20
优化参数（设定值）	20
创建和运行智氢洁离子源仅清洁方法	27

3 “采集和清洁”模式

概念	34
以“采集和清洁”模式运行智氢洁离子源	35
创建和运行智氢洁离子源采集和清洁方法	36

4 故障排除

常规故障排除	42
智氢洁离子源故障排除	43

5 硬件

预期用途	46
支持的系统	46
系统操作和维护	47
一般警告	47
氢气供应管道	48
设备注意事项	49
操作预防措施	50
氢气管线	51
一般建议	51
氢气供气管线	51
氢气供应系统	52
压力调节器气体输送管线连接	52
更换氢气供应过滤器	53
手动清洁离子源	54
常规实验室预防措施	54

1 简介

一般概念	6
两种操作模式	7
您应该使用哪个模式？	8
在 OpenLAB 中配置 MS	9
配置带智氢洁离子源的 CI 离子源	12
配置带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源	13
配置不带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源	14

Agilent 智氢洁离子源系统能让您在需要手动清洁离子源前，大幅增加可以处理的样品数量。本章提供了智氢洁离子源系统工作方式的概述。



一般概念

智氢洁离子源系统处理期间，会将少量氢气引入离子源的离子体，与此同时灯丝会发射电子：会生成可反应的含氢物质。每次运行此过程时，会根据污染的情况和性质清除离子源中的污染物。因此：

- 背景将降低（化学噪音）
- “丢失的”化合物检出限可以恢复
- 需要进行手动清洁的次数变少

尽管采用的是智氢洁离子源流程，但随着时间的推移，会在离子源离子光学器件上堆积少量活性污染物，所以需要手动清洁离子源。小心应用智氢洁离子源流程并使用相应参数，该手动清洁的频率可能会降低很多。

两种操作模式

智氢洁离子源应用程序适用于以下两个模式之一：

- **仅清洁**模式 – 在该模式下，会在处理样品后将氢气引入系统。使用该模式时，会创建用于智氢洁离子源流程的新方法，与此同时，您现有的样品处理方法将保持不变。
- **采集和清洁**模式 -- 在该模式下，将通过 GC/MS EI 对样品进行分析，与此同时，会将少量氢气引入离子体以清除和减少污染物。使用该模式时，将修改现有的采集方法，以便添加适用于您的应用的低流速氢气。

每个模式都有优点和缺点，这取决于您系统的变量，例如：

- 您处理的样品及其净化度、污染和基质
- 您的目标分析物
- 您现有的标准操作程序
- 您当前的工作流程或样品批次

您了解智氢洁离子源后将会明确的其他问题。

您应该使用哪个模式？

如要确定适用的智氢洁离子源模式（“仅清洁”或“采集和清洁”），您必须考虑系统的特定变量（例如样品类型和清洁效率、分析物化学成分），并对每个模式的工作流程所产生的影响进行评估。

尽管情况有所不同，但我们列出了一些要考虑的主要问题。

1 您分析的化合物是什么？

极性化合物，含有氧气、氮气、硫或磷的化合物可能会与智氢洁离子源产生的微量（滴流）氢气流产生反应，从而影响检测限或谱图匹配。在这种情况下，不能使用“采集和清洁”模式。“仅清洁”模式可能是更好的解决方案。

非极性化合物和其他高度稳定的化合物（PAH、PCB 等）在氢气中的反应性有限，因此采用“采集和清洁”模式更加理想。

2 是否需要修改标准操作程序？

使用“采集和清洁”模式时，需要修改 GC/MS 分析方法，在样品分析期间引入氢气。如果您的方法包含在经过验证的 SOP 中，则需要修改 SOP 并进行重新认证。

此外，“仅清洁”模式不需要新的采集方法，可能只是系统维护 SOP 的补充（取决于您的内部操作）。但是，现有采集方法和 SOP 将保持不变，无需进行重新认证。

在 OpenLAB 中配置 MS

要配置 MS 仪器，请执行以下操作：

- 1 将 MS 添加到控制面板。
- 2 确保仪器已经打开并连接到与 OpenLAB 控制面板相同的网络。
- 3 在控制面板中，选中仪器（图 1 中的 GCMS 12），单击**配置仪器**。



图 1 OpenLAB 控制面板

- 4 双击 **Agilent 597x MSD**，然后双击 **Agilent 597x MSD（未配置）**。（请参见图 2。）随即显示配置框。（请参见图 3（第 10 页）。）

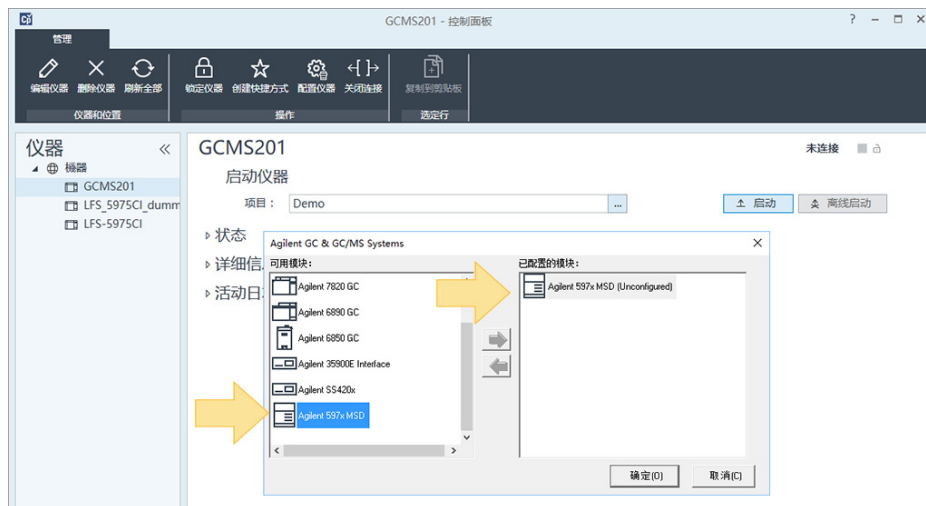


图 2 配置仪器控制面板

5 在突出显示的框中输入仪器的 IP 地址。

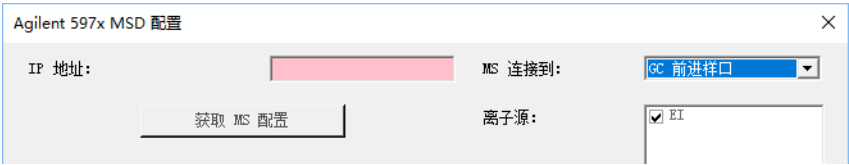


图 3 配置框

6 单击**获取 MS 配置**。

7 检查将色谱柱配置到正确的进样口。如果您的 MS 未配置 GC，请确保该框选择**其他**。

8 选择仪器上当前安装的**离子源** (EI, CI, HES)。

9 验证此离子源的**四极杆 DC 极性**是否正确，您可以从分析仪侧门上获取。

10 请单击**反应气控制配置**来定义控制器类型和气体配置。（请参见图 4。）



图 4 气体控制配置

11 “气体控制配置”对话框取决于指定的离子源。

有关配置特定离子源的详细信息，请参阅以下其中一项：

- “配置带智氢洁离子源的 CI 离子源”（第 12 页）
- “配置带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源”（第 13 页）
- “配置不带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源”（第 14 页）

12 完成反应气控制配置后，将再次返回此处。单击**确定**以完成配置。

配置带智氢洁离子源的 CI 离子源

对于 CI 离子源，您可看到与图 5 中所示的类似对话框。如要将仪器配置为使用智氢洁离子源功能：

- 1 将会自动选择**智氢洁离子源 - EI/CI 系统**。**无**和**智氢洁离子源 - 仅 EI 系统**不可用。
- 2 对于**通道 A**，请选择 CI 反应气。
- 3 对于**通道 B**，请选择：
 - **氢气**（如果您使用**智氢洁离子源系统**）。
 - **备用 CI 反应气**（如果您不使用**智氢洁离子源系统**）。
- 4 如果您为通道 B 选择了**氢气**，请输入闲置时应该关闭氢气的时间（分钟）。（本例显示 10 分钟。）
- 5 如果您在通道 A 或 B 中选择**其他**，请在提供的位置输入相应气体的名称。
- 6 单击**确定**返回 597xMSD 配置对话框。

气体控制配置

控制器类型

☐ 无

☐ 智氢洁离子源 - 仅 EI 系统

☒ CI/智氢洁离子源- EI/CI 系统

气体配置

通道 A 气体

甲烷

其他

通道 B 气体

其他

其他

氢

如果闲置时间超过... (min) , 关闭氢气

确定

取消

帮助

图 5 控制器类型 - CI/ 智氢洁离子源 - EI/CI 系统

配置带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源

对于 EI 或 HES 离子源，您可看到如下所示的类似对话框。配置仪器**使用智氢洁离子源功能**：

- 1 选择 **智氢洁离子源 - 仅 EI 系统**。气体配置将自动更改，以便将通道 A 配置为**无**，将通道 B 配置为**氢气**。这些配置不能更改。（请参见图 6。）
- 2 请输入闲置时应该关闭氢气的时间（分钟）。（本例显示 10 分钟。）
- 3 单击**确定**返回 597xMSD 配置对话框。

气体控制配置

控制器类型

☐ 无

☒ 智氢洁离子源 - 仅 EI 系统

☐ CI/智氢洁离子源- EI/CI 系统

气体配置

通道 A 气体 无 其他

通道 B 气体 氢气 其他

如果闲置时间超过... (min)，关闭氢气 10

确定 取消 帮助

图 6 控制器类型 - 仅智氢洁离子源 EI 系统

配置不带智氢洁离子源的 HES 或 EI 离子源

对于 EI 或 HES 离子源，您可看到如下所示的类似对话框如要将仪器配置为**不使用智氢洁离子源功能工作**：

- 1 选择**无**。通道 A 和通道 B 配置选项将设置为**无**且无法更改。（请参见图 7。）
- 2 单击**确定**返回 597xMSD 配置对话框。

气体控制配置

控制器类型

☒ 无

☐ 智氢洁离子源 - 仅 EI 系统

☐ CI/智氢洁离子源- EI/CI 系统

气体配置

通道 A 气体

无

其他

通道 B 气体

无

其他

如果闲置时间超过... (min)，关闭氢气

确定

取消

帮助

图 7 控制器类型 - 无



2

“ 仅清洁 ” 模式

概念	16
运行一批样品后运行仅清洁模式 - 概念	19
运行每个样品后运行仅清洁模式 - 概念	20
优化参数 （设定值）	20
创建和运行智氢洁离子源仅清洁方法	27



概念

智氢洁离子源的**仅清洁**模式与您的标准样品采集无关，使用的是与样品采集方法完全不同的方法。您完全不需要修改现有的样品采集方法。

智氢洁离子源的**仅清洁**模式需要进行研究来确定运行智氢洁离子源**仅清洁**方法前可以处理的样品数量，以及在智氢洁离子源方法中应用的参数。一般来说，所有分析人员遇到的总体趋势基本相同。如果系统是清洁且密封的，则运行样品时，化合物响应和检出限仍然适用。在某些情况下，检出限开始受到影响，需要进行维护。这可能会需要更换隔垫和衬管、剪短色谱柱、拧紧密封垫圈并恢复检出限。仔细检查自动调谐文件可以发现泄漏以外的离子源特定问题或 GC 相关问题。通常来说，此时需要对离子源进行烘烤，更新增益因子或进行手动清洁。系统达到此阶段前，分析人员可根据自身经验采用较短、简单的智氢洁离子源**仅清洁**方法防止离子源性能降低。实际上，可以将智氢洁离子源的**仅清洁**方法视为用于烘烤离子源以去除污染物的额外工具。智氢洁离子源的**仅清洁**方法比只使用烘烤的效果好得多。图 8（第 16 页）中显示了这种情况的图示。

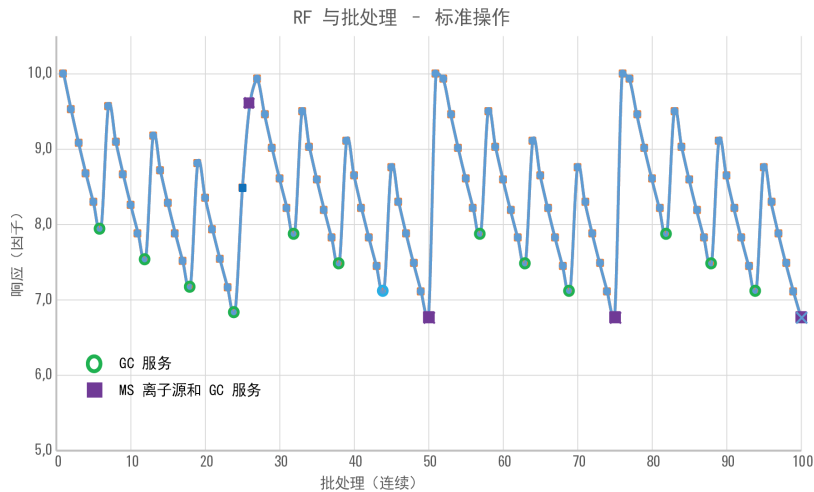


图 8 响应因子与批处理 – 标准操作条件

图 8 显示的是处理连续的样品批次时标准响应结果的分析情况。从左至右是采集的样品批次数量，从起始响应（位于 0）开始，一直到第 6 组有非常明显的响应（因子）衰减。从第 6 组开始，响应下降了 > ~20%，表明需要进行 GC 维护，在图中用（绿色）圆圈进行了标记（可能不使用色谱柱中的快速反吹）。

GC 维护后，响应恢复，但并不是之前的值（批处理 0 的 10）。这表示离子源响应出现了（或导致）下降。

采集另外 6 组后，将继续进行其他 GC 维护（批处理 12），在批处理 18 和 24 中将会继续。

但是在完成批处理 24 的维护后，第 25 个批处理显示响应下限比初始响应 $>15\%$ ，这是无法接受的，因此需要放空 MS 和清洁离子源（在批处理 26 处用正方形标记指明）。

在连续进样“进入”离子源后，响应接近恢复，将恢复为批处理 0 的初始响应。

批处理序列将继续进行 GC 维护，每 6 个批处理为一组，与响应损失保持一致，直至必须对批处理 50、75 等进行 GC 维护和 MS 离子源清洁。

图 9 显示的是之前的情况，但是每个批处理后使用的是智氢洁离子源**仅清洁**模式。

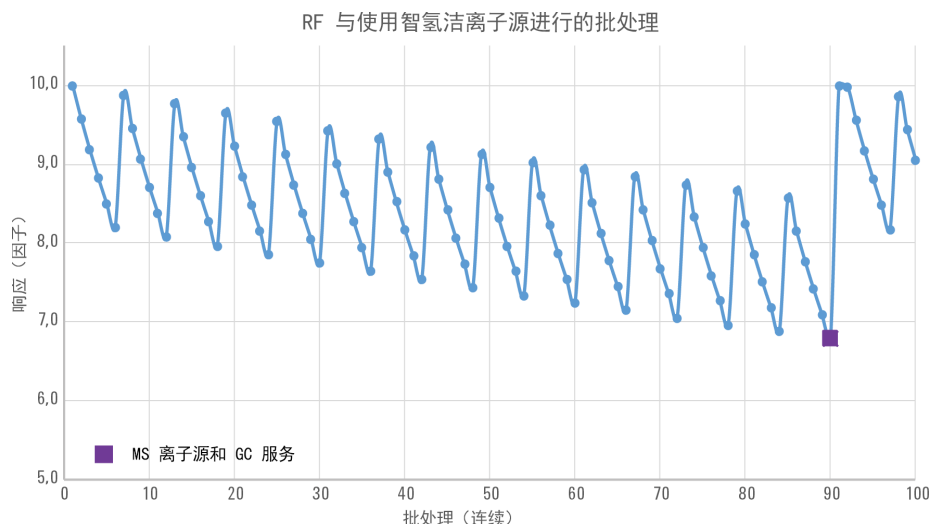


图 9 每个批处理后智氢洁离子源仅清洁模式的响应因子与批处理

仍需要每 6 个批处理进行一次 GC 维护（之前并未指明，但可以看到），但是现在无需在批处理 90 后进行 GC 和 MS 维护；从每 25 个批处理到每 90 个批处理 – MS 维护明显减少。这表明了智氢洁离子源可以实现的功能。

务必要注意一点，尽管该控制图方法使用范围很广，但并不绝对正确，可能会造成误导。同样，信噪比也不是理想的指标，应使用注重方法检测限的方法替换该方法。

根据样品调查结果和所需的维护频率，可实施智氢洁离子源的**仅清洁**模式：

- 运行一批样品后
- 运行单个样品后（采集此类样品后马上发现性能降低）

2 “仅清洁”模式

下一部分详细介绍了此概念。调查测试将帮助您确定最为合适的解决方案，以便将其用于在运行特定样品类型后延长离子源手动清洁周期。

务必注意，智氢洁离子源并不能替代某些事项（例如适当的样品准备）或 GC 问题的维护（例如泄漏），用户应考虑实施（快速，柱中）反吹（**Agilent G1472A 通用 GC/MS PCT 反吹套件**），经证明，其稳定性很高，能够阻止与离子源相关的化合物检出限下降。

运行一批样品后运行仅清洁模式 - 概念

下文介绍了您要遵守的一般程序，以便在运行一批样品后采用智氢洁离子源的**仅清洁**模式。

- 1 创建标准的智氢洁离子源**仅清洁**采集方法。
下文将从最简单的老化方法开始进行介绍。
- 2 使用标准样品采集方法正常运行样品。
- 3 发现信号消失或背景噪声后，执行标准故障排除例行程序（GC 衬管和色谱柱维护、泄漏测试、增益因子更新、分析器烘烤、自动调谐等）。
（请参见“**故障排除**”（第 41 页）。）
 - a 例行故障排除和维护后，如果信号恢复或背景噪声消失，请照常继续处理样品。
 - b 如果故障排除后结果并未改善，请运行智氢洁离子源的**仅清洁**方法。
- 4 运行智氢洁离子源的**仅清洁**方法后，运行样品来查看智氢洁离子源的应用效果。
 - a 如果结果得到改善，令人满意，请照常继续处理样品。
 - b 如果结果得到改善，但并不令人满意，请略微调整智氢洁离子源的**仅清洁**方法，然后重新运行智氢洁离子源方法。（例如，增大添加的氢气量或曝露时间。）
 - c 如果结果变得更糟，则可能需要进行手动清洁。经过清洁的离子源可能还有其他问题，我们将在下文进行讨论。

务必要注意，“结果”指的是系统检测目标化合物（并非只有信号或 S:N！），质谱图保真度、系统背景等的的能力。

运行每个样品后运行仅清洁模式 - 概念

一般来说，如要在运行每个样品后运行智氢洁离子源的**仅清洁**模式，需要进行以下操作：

- 1 创建运行时间很短的智氢洁离子源**仅清洁**方法，用于在每次运行样品后运行。
- 2 使用正常的样品采集方法照常运行样品 1。
- 3 运行智氢洁离子源方法。
- 4 照常运行样品 2。
- 5 运行智氢洁离子源方法。
- 6 继续交替运行智氢洁离子源方法和正常样品，直至发现检出限上升。
- 7 发现这种情况时，执行标准故障排除和维护例行程序（泄漏测试、增益因子更新、烘烤、自动调谐）。（请参见“**故障排除**”（第 41 页）。）
 - **如果结果得到改善**，请继续按上文方式交替处理样品和运行智氢洁离子源方法。
 - **如果结果并未得到改善**，则可能需要手动清洁离子源，或降低 / 提高智氢洁离子源方法的强度。

优化参数（设定值）

氢气对灯丝有损伤，所以智氢洁离子源**仅清洁**方法将使用二号灯丝，分析灯丝仍为一号灯丝。（CI 运行中仅有一个灯丝可用。）

为了在尽量不损伤离子源的情况下获得最好的样品通量，在开发智氢洁离子源**仅清洁**方法时，您可以调整、测试多个参数，并进行重新调整以获取最佳结果。这些参数包括：

- 时间
- 氢气流量
- 放射
- 离子源温度
- 智氢洁离子源应用之间的样品数量
- 样品的类型
- 等等

务必要获取尽可能低的氢气流量，同时获得良好的结果。如要开始，请使用您认为有效的最低设置开始。如果结果无法令人满意，请增大流量，然后重新测试。

- **氢气过少**会导致离子源清洁不充分。
- **氢气过多**会使离子源“过度老化”- 我们之后会讨论这个主题。

采用**仅清洁**流程后（无论是手动，还是作为序列中的方法），创建老化过程的扫描数据文件。该数据文件中包含宝贵的信息，通过这些信息了解老化程度。

注意

应将方法配置为收集适用于仪器的一定范围的扫描数据 - 下文中将会描述。

2 “仅清洁”模式

图 10 显示的是 EIC 示例，是从 5977B（装有 HES 离子源）上收集到的智氢洁离子源**仅清洁**数据文件。提取的离子 55、57、91 是表明存在背景污染的离子示例；55 和 57 反应的是碳氢化合物，91 反应的是芳烃等。

请注意，离子表明，并非所有物质均与动力学或初始或最终丰度完全相同。您可以确定适合化合物和分析的处理程度。

请注意，快速轻度处理可能约为 1.5 分钟，再长约为 3.5 分钟，甚至是更长时间。使用参数进行短期处理以去除不同程度的污染。

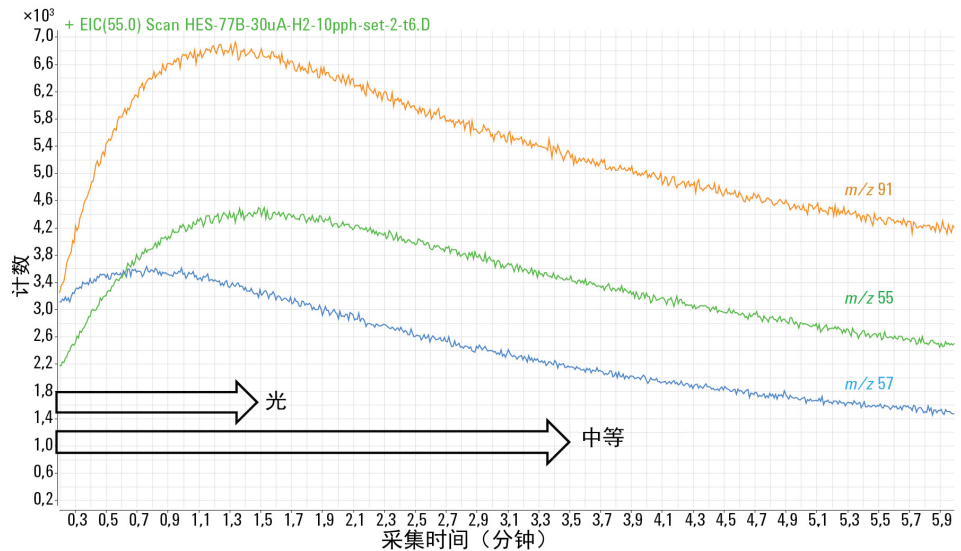


图 10 5977B SQ-HES 的智氢洁离子源仅清洁模式的 EIC，范围为 0 至 6 分钟

按照以下逻辑顺序探寻该方法。

以默认参数开始，处理受污染的离子源，然后继续操作。如果判断不充分，请首先延长处理时间，然后继续将运行时间增加至 10 分钟。在这个阶段，处理时间将会太长，所以请将时间缩短 1 或 2 分钟，然后将氢气流量增加一倍或两倍。继续此流程，直至氢气流量设定值接近该离子源类型建议的最大流量的一半。之后，缩短时间，减少流量，增加发射电流。

最后一个要实施的参数是提高离子源温度。这对于去除顽固的沉积物很有帮助，但是会增加额外的处理时间，因为离子源必须降低操作温度，因此这通常是最后的手段。

与标准手动清洁一样，分析器必须稳定一段时间。手动清洁后的流程为烘烤和重新调谐，但是对于智氢洁离子源**仅清洁**模式，还有其他方式，最成功的方式是“向分析器注入”。通过多次标准进样或基质或分析物防护剂进样（如农药应用）构成稳定系统的短时间设置，并不使用稳定时间很长的设置。该流程结束后和提交样品批次前应再次进行重新调谐。

可能会出现对离子源“过度老化”的情况，这可能会产生与 GC 问题无关的拖尾峰。注意这些情况和智氢洁离子源**仅清洁**参数，避免以后出现这些问题。

表 1（第 24 页）、表 2（第 24 页）和表 3（第 25 页）给出了重要参数的默认值和范围。开发自己的智氢洁离子源“仅清洁”方法时，请参见这些表格。

2 “仅清洁”模式

表 1 5975、5977A/B 和 7000A/B/C/D 智氢洁离子源参数的范围

参数 / 起始设定值	下限	上限	注释
氢气流量： “仅清洁”模式 0.67 mL/min	0.13 mL/min	3.52	流量步长为 0.069 sccm 单位。无论使用什么“仅清洁”模式设定值，标准 3 mm 拉出透镜配置都不会要求超过 ~3.5 mL/min。
发射电流 (μA) 10 μA	10	35	发射电流和流量增加对离子源加速清洁的影响最大。为了缩短时间，请增大这两个参数。
持续时间 (min) 1 min	1 min	120	尽管上限很高，但智氢洁离子源的一大优点就是节约时间，所以应探索更有效的参数。
离子源温度 使用操作调谐文件 设置。	150 °C	350 °C	从采集方法的调谐文件离子源温度开始来节约时间。 与四极杆温度相同。
氢气流量：“采集和 清洁”模式 0.13	0.13 mL/min	0.49 mL/min	大多数应用都会使用非常低的“采集和清洁”模式设置 (<0.5 mL/min)，然后以很小的增量提高该参数。

表 2 5977B HES 和 7010 HES 智氢洁离子源参数的范围

参数 / 起始设定值	下限	上限	注释
氢气流量： “仅清洁”模式 0.67 mL/min	0.13 mL/min	3.52	流量步长为 0.069 sccm 单位。无论使用什么“仅清洁”方法设定值，设定值都不应超过 ~3.5 mL/min。
发射电流 (μA) 10 μA	10	100	建议的最大值为 50 μA；设定值较低将需要一定的稳定时间。
持续时间 (min) 1 min	1 min	120	尽管上限很高，但智氢洁离子源的一大优点就是节约时间，所以应探索更有效的参数。
离子源温度。使用操作 调谐文件设置。	150 °C	350 °C	从采集方法的调谐文件离子源温度开始来节约时间。与四极杆温度相同。

表 2 5977B HES 和 7010 HES 智氢洁离子源参数的范围（续）

参数 / 起始设定值	下限	上限	注释
氢气流量： “采集和清洁”模式	0.13 mL/min	0.53 mL/min	

表 3 每个仪器和离子源类型的智氢洁离子源“仅清洁”模式扫描参数

参数	5975 5977A/B	5977B HES 7000A/B/C/D	7010A HES 7010B HES
• eV	70 eV	70 eV	70 eV
• 增益因子*	1	0.2	0.2
• 模式	扫描	扫描 / MS1 扫描	MS1 扫描
• 扫描起点†	29	29 / 45	29 / 45
• 扫描终点	300	300	300
• 时间 / 采样速度	2^5	2^5 / 250 msec (5)	250 msec (5)
• 阈值	25	25	25

* 应根据参数调整增益因子，以确保任一离子电流的总数 $< 10^5$ （应该打开 EM 保护器）。随着电流和 H_2 流量上升，离子数将会增加。

† 扫描起点为 29 将显示存在 N_2H^+ ，这表示 H_2 已经打开，流程正在进行中。该流程结束后，较低的质量将包含目标范围，可能是 50 及更高，但此处采用了下限 45（高于 CO_2 ）。

2 “仅清洁”模式

表 4 “仅清洁”模式 - 默认方法参数

方法	类型	H2 流量	放射	灯丝	离子源	质量分 析器	时间	稳定
CleanOnly.atune.m	“仅清洁” 模式	0.7	20	2	230	150	1.3	10
CleanOnly.etine.m	“仅清洁” 模式	0.7	20	2	230	150	1.3	10
CleanOnly.HES_Atune.m	“仅清洁” 模式	0.7	10	2	230	150	1.3	10
CleanOnly.El-Clsource.m	“仅清洁” 模式	0.7	20	1	230	150	1.3	10

您可以更改方法中指定的调谐文件。

所有方法均有六个 MS 参数显示窗口。参数显示窗口有：

- MS 离子源
- MS 四极杆
- 清洁操作
- H₂ 流量 (mL/min)
- 发射电流 (μA)
- 灯丝

因为 GC 并不参与方法，所以所有 GC 监视窗都将关闭。

在“进样口和进样参数”中配置 GC 方法，“进样口”设置为“其他 / 无”，“进样源”设置为“阀 / 立即启动”。柱流量和其他 GC 参数（如传输线、进样口温度等）可以保持不变。如要为现有 GC-MS 方法创建“仅清洁”方法，请确保依上述内容对进样口和进样参数进行更改，确认更改，然后保存方法。如果 GC 试图在某“仅清洁”方法执行期间进样，则需要检查这些配置参数。

调用方法后，监视窗将反映仪器的当前状态。运行方法时，表 4 中的参数将生效。**清洁和稳定**时间（后运行时间）可通过查看**保留时间时钟**来监控。

创建和运行智氢洁离子源仅清洁方法

要创建和运行智氢洁离子源方法，MSD 必须配备和配置智氢洁离子源或 CI 流量气体控制器，且氢气必须连接到端口 B。

- 1 单击**方法** ，然后打开  一个将用于正常色谱运行的方法。
- 2 将当前采集保存为新文件 。
- 3 单击**智氢洁离子源**，然后从**操作**下拉菜单中选择**仅清洁**。如果 MSD 未配置智氢洁离子源气体控制器，则无法使用此选项。（请参见图 11。）

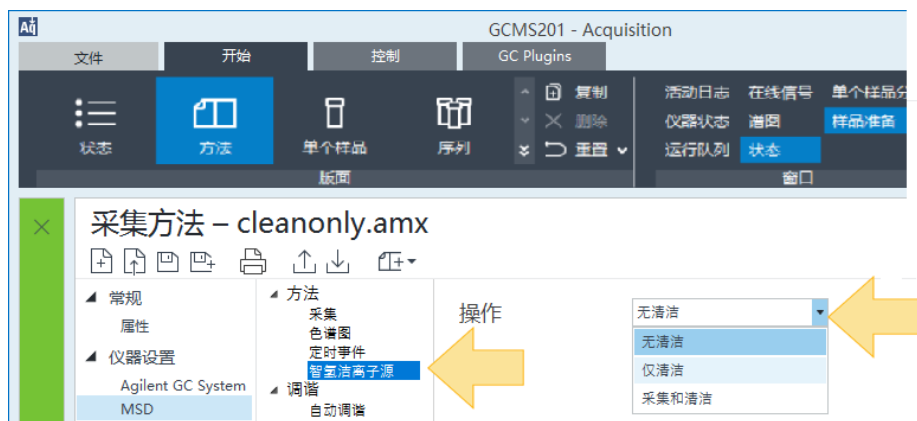


图 11 仅清洁智氢洁离子源方法

- 4 开发**仅清洁**方法时，务必要获取尽可能低的氢气流量，同时获得良好的结果。
 - 氢气过少会导致离子源清洁不充分。
 - 氢气过多会使离子源“过度老化”。

开始时，请为智氢洁离子源**仅清洁**方法使用这些默认参数。（请参见图 12（第 28 页）。）

2 “仅清洁”模式

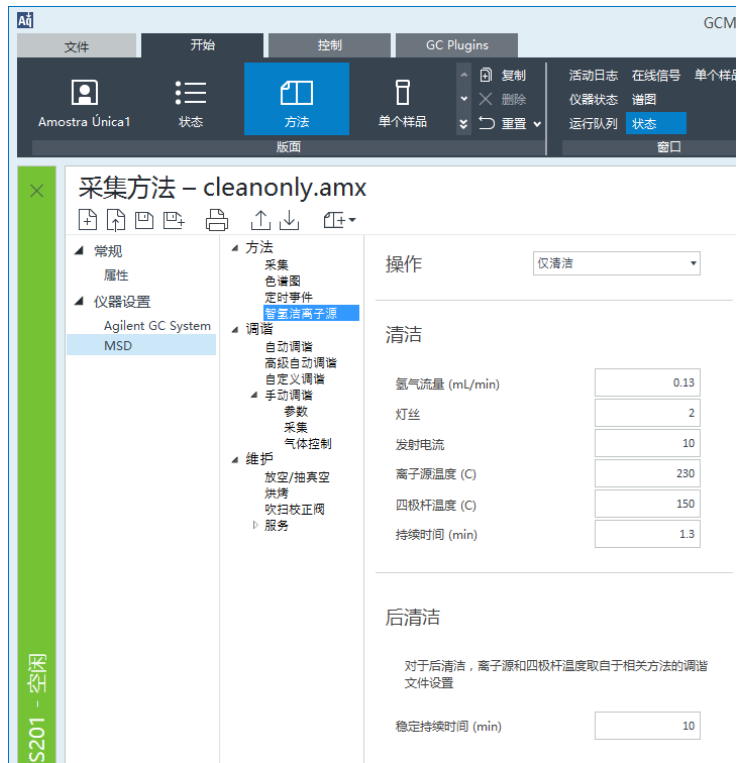


图 12 智氢洁离子源仅清洁默认参数

- 5 选择**仪器设置 > GC > 柱箱**, 并修改**保持时间**和**后运行时间**, 使其与 MSD 智氢洁离子源清洁窗口中的一致 (图 13 (第 29 页) 中的示例为 1.3 分钟)。

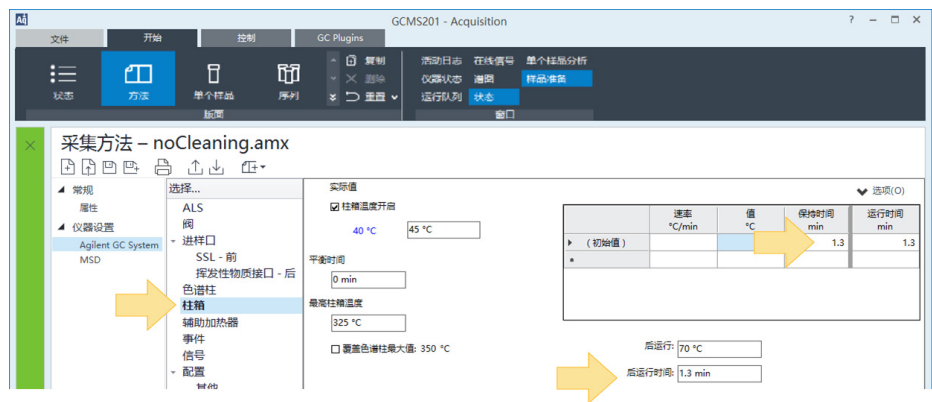


图 13 保持时间和后运行时间设置

- 6 保存  方法。GC 和 MS 参数，以及方法描述都将与方法保存在一起。
- 7 访问**单个样品**窗口。
- 8 对于**进样源**，选择**无进样 / 仪器空**。该模式会让 GC 和 MS 运行指定方法，即使未包含任何样品。（请参见图 14 （第 30 页）。）
- 9 要开始清洁流程，单击**运行**。

2 “仅清洁”模式



图 14 单个样品窗口

10 可在面板上通过倒计时计时器监控仪器状态，见图 15 中的突出显示部分。

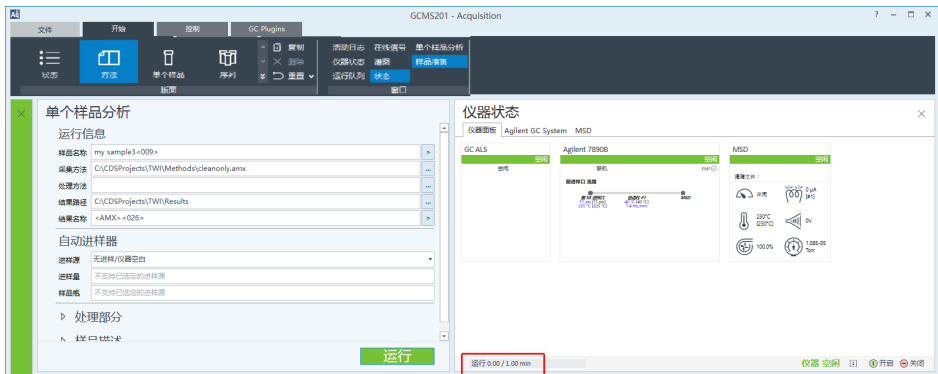


图 15 倒计时计时器

此外，您可以在 **MSD** 详细信息页面监控仪器的状态。

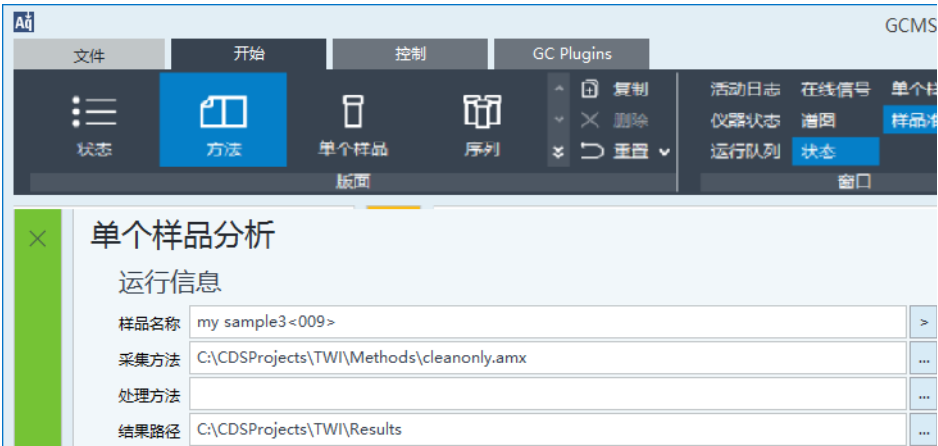


图 16 MSD 详细信息页面

11 在稳定时间，仪器将返回正常方法设定值。处理完成后，检查您的结果。

如果结果得到改善，令人满意，请照常继续处理样品。

如果结果得到改善，但并不令人满意，请略微调整智氢洁离子源的仅清洁方法，然后重新运行智氢洁离子源方法。（例如，增大添加的氢气量或曝露时间。）

如果结果变得更糟，则可能需要进行手动清洁。

2 “仅清洁”模式



3 “采集和清洁”模式

概念	34
以“采集和清洁”模式运行智氢洁离子源	35
创建和运行智氢洁离子源采集和清洁方法	36



概念

如果没有智氢洁离子源，在正常操作期间，每次处理样品时，都会在离子源上沉积一定量的污染物。随着时间的推移，这些沉积物会达到一个限度，之后必须关闭系统并对离子源进行手动清洁。

当您在**采集和清洁**模式下使用智氢洁离子源时，每次分析样品时，会将少量氢气引入系统。氢气到达离子源时，会产生化学反应，进而清除离子源中的部分（并非所有）样品污染物。随着时间的推移，您仍需要手动清洁离子源。但是，每次处理样品时，通过清除离子源中的少量污染物，能够大幅增加需要全面手动清洁离子源前可以处理的样品数量。

因为该流程需要修改过的样品处理方法，所以在继续前有一些事项需要考虑。

- **如果您测试的是非极性化合物**（即不含氧气、氮气、硫和其他高极性组）- 这些化合物与氢气不会发生反应或只会发生少量反应，则可以将智氢洁离子源**采集和清洁**模式合并到工作流程中。
- **如果您正在测试极性化合物**，如包含氧气、氮气、硫，或其他高极性化合物组，它们可能会表现出与氢气反应，请确定引进氢气仍能满足您的定性和定量的需求。如果不能，则最好使用智氢洁离子源的**仅清洁**模式。
- 因为样品处理方法经过了修改，所以需要重新验证。换句话说，“仅清洁”模式不会修改现有的样品处理方法。

警告

如果将氯代溶剂用于该流程，则必须确保溶剂延迟充分。不排除溶剂且同时操作智氢洁离子源会使 GC/MS 系统的保修无效。

使用灯丝前，进行仔细检查，确保所有溶剂均已洗脱或清除。以下是灯丝点亮前必须排除的溶剂示例：

- 二氯甲烷 (DCIM)
- 氯仿
- 四氯化碳
- 二硫化碳

以“采集和清洁”模式运行智氢洁离子源

一般来说，智氢洁离子源在线处理流程与下文类似。

- 1 创建您的智氢洁离子源**采集和清洁**分析方法。
 - a 从清洁的离子源开始。
 - b 修改样品处理方法，让所含的氢气尽可能少。
 - c 照常运行标样，然后观察结果。可能是增益因子，或者甚至可能需要重新调整离子比。
 - 如果对化合物结果满意（如化合物离子信号未降级或受到新离子干扰的影响，并且没有化合物拖尾或其他色谱问题），请考虑增加氢气并重新检查结果。此物质需要使用不会影响结果的更大氢气流，这样能提供更好的离子源条件。
 - 如果结果变得更糟、不能再满足分析标准，并且分析期间不能再增加氢气流量，则请考虑“仅清洁”模式。
 - d 当**采集和清洁**方法看起来平稳运行时，照常开始分析样品。
- 2 使用智氢洁离子源**采集和清洁**方法采集样品。结果可以接受时，照常继续运行样品。
- 3 发现信号消失或背景噪声后，执行标准故障排除例行程序（GC 进样口和色谱柱维护、泄漏测试、增益因子更新、烘烤、GF 更新、自动调谐）。（请参见“故障排除”（第 41 页）。）
- 4 如果故障排除不能改进结果，则可能需要对离子源应用“仅清洁”模式或执行手动清洁。

可以增加氢气流量，直至出现影响分析的负面影响，例如质谱准确度下降、拖尾峰、检出限受影响等。即使流量设置很低，也应在不严重影响分析的情况下，在允许的最低值（0.15、0.21、0.28 mL/min）附近找到延长手动清洁时间中的有效值。

创建和运行智氢洁离子源采集和清洁方法

要创建和运行 GC/MS 智氢洁离子源采集和清洁方法，MSD 必须配备和配置智氢洁离子源或 CI 流量气体控制器，且氢气必须连接到端口 B。

1 设置 MS 方法采集参数。

- a 单击**方法** ，然后打开 ，导航到要使用的数据采集方法。
- b 将采集方法另存为新文件 （本例为 AcquireAndClean）。
- c 单击**智氢洁离子源**，然后从**操作**下拉菜单中选择**采集和清洁**。如果 MSD 未配置气流控制器，则无法使用此选项。（请参见图 17。）
- d 注意显示的氢气流量默认为 0.13。此处显示的氢气流必须与调谐参数中输入的氢气流一致（将在下文的 **步骤 2** 中说明）。

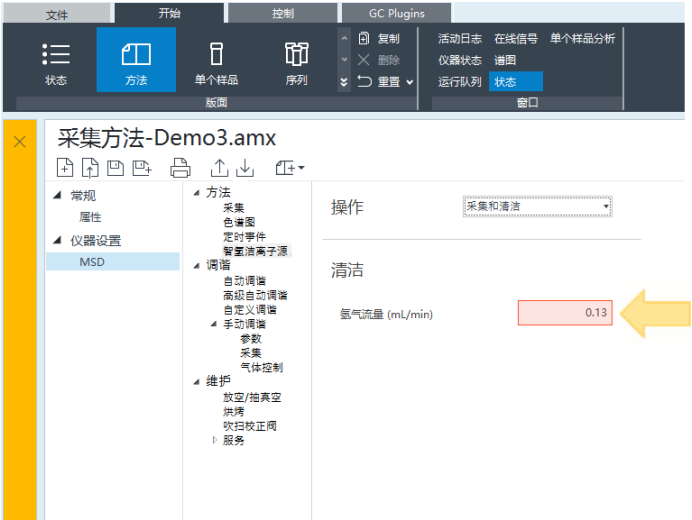


图 17 方法采集参数

- e 保存采集方法。

2 设置调谐参数并调谐仪器。

- a 选择**调谐 > 自动调谐**，然后单击**请求调谐控制** 。将会调用与当前调用方法相关的调谐文件，并显示名称和类型。（请参见图 18。）



图 18 自动调谐选择

- a 选择**调谐 > 手动调谐 > 参数**并将氢气**流量**参数设置为 **0.13**。开发**采集和清洁**方法时，务必要获取尽可能低的氢气流量，同时获得良好的结果。（请参见图 19 （第 38 页）。）

- 氢气过少会导致离子源清洁不充分。
- 氢气过多会使离子源“过度老化”。

3 “采集和清洁”模式

默认参数是 0.13 的氢气流。开始时，请为智氢洁离子源方法使用此默认参数。请记住，此处设置的氢气流必须与 MS 方法参数中的流量一致，详见上文的 步骤 1 (第 36 页) (0.13 是默认值)。

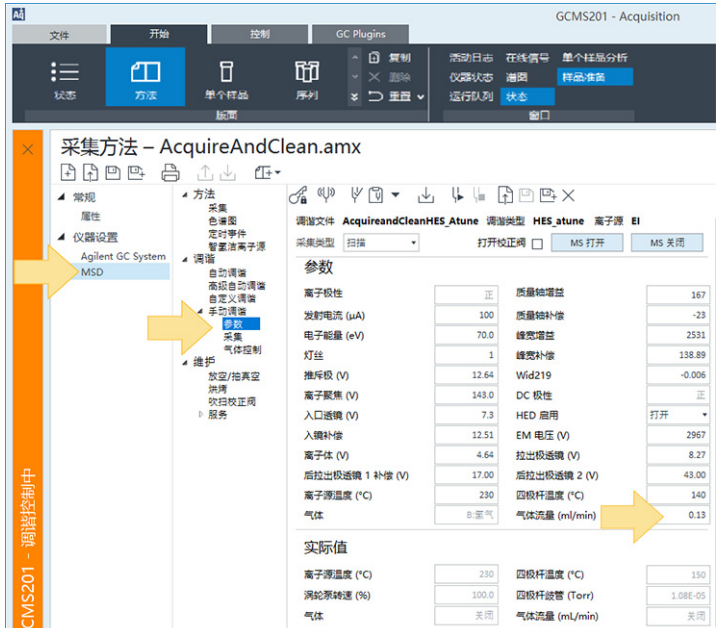


图 19 手动调谐参数

- b 使用可以识别为“采集和清洁”调谐文件（例如，本例中的 AcquireandCleanHES_Atune）的名称保存调谐文件。
- c 单击 **自动调谐仪器** .
- d 自动调谐程序运行后，**释放调谐控制** .

- 3 将新创建的调谐文件加载到 MSD 采集参数。
- a 选择 **MSD > 方法 > 采集**，单击**加载调谐文件** 然后选择您为该流程创建的调谐文件。（本例为 **AcquireandCleanHES_Atune**。）（请参阅图 20 和图 21）。



图 20 选择要载入的调谐文件

- b 保存 方法。GC 和 MS 参数，以及方法描述都将与方法保存在一起。

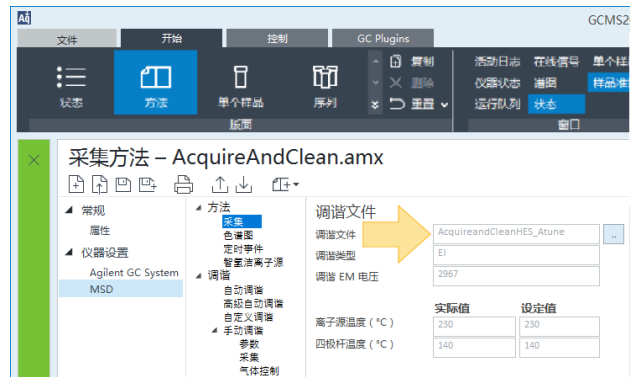


图 21 载入调谐文件

新调谐文件载入且方法保存后，即可照常使用此**采集和清洁**方法处理样品。

3 “采集和清洁”模式



4 故障排除

常规故障排除	42
智氢洁离子源故障排除	43



常规故障排除

监测系统背景噪声和信号强度或一致性时，明确故障排除需求，以所示顺序运行这些故障排除例行程序。每完成一步后，运行样品，查看问题是否解决。

- 1 执行 GC 进样口和色谱柱维护。
- 2 执行泄漏测试，解决所有泄漏问题。务必先执行空气和水泄漏测试，然后再让氢气通过系统。如果存在泄漏，氢气可能会造成严重伤害。
- 3 更新增益因子。
- 4 烘烤系统，然后再次检查增益因子。
- 5 对仪器进行重新调谐和重新校准。

如果上述步骤无法解决问题，请手动清洁离子源。有关如何手动清洁离子源的详细信息，请参见系统操作手册。

如果现在系统结果令人满意，而且您运行的是智氢洁离子源**仅清洁**模式，请运行智氢洁离子源**仅清洁**方法，然后继续正常处理样品。

智氢洁离子源故障排除

安装智氢洁离子源时，确保对所有线路进行了全面的吹扫。

调用智氢洁离子源（**仅清洁**或**采集和清洁**模式）时，在流量打开时观察离子规设置。

也可使用低增益因子进行扫描采集，以确保氢气进入离子源。

唯一的离子表示除 H_2^+ 本身还存在氢气： m/z 3 (H_3^+)、5 (HeH^+)、19 (H_3O^+)、29 (N_2H^+) 等。 m/z 29 离子的存在强度是离子源中存在氢气的良好指标。

4 故障排除



5 硬件

预期用途	46
支持的系统	46
系统操作和维护	47
设备注意事项	49
操作预防措施	50
氢气管线	51
更换氢气供应过滤器	53
手动清洁离子源	54
常规实验室预防措施	54



预期用途

必须按照 Agilent 产品用户指南中说明的方式使用 Agilent 产品。任何其他使用方法可能会导致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 产品用户指南中的规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品损坏，Agilent 概不负责。

支持的系统

智氢洁离子源系统附件可由 Agilent 现场维修工程师或服务代表现场安装。Agilent 7890 和 9000 Gcs 支持下列 MS 配置：

- 装有高效涡轮泵的 Agilent 5975 系列或 5977 系列 MSD。

目前只有 7890 GC 和 9000 GC 支持智氢洁离子源和 CI 以 EI 模式运行。

系统操作和维护

一般警告

警告

运行前需要为智氢洁离子源系统打开氢气供应开关阀，必须使用氢气泄漏电子测试仪对所有管线、接头、真空泵排出管道和控制器进行全面泄漏测试。

警告

更换储气罐或对供气管线进行维护后，务必使用氢气泄漏电子测试仪检查是否存在泄漏现象。切勿使用肥皂测试使用氢气的系统是否存在泄漏现象。

警告

应该将所有压缩气体钢瓶固定在固定结构或固定墙面上。应该根据相关安全准则存放和搬运压缩气体。不得将气体钢瓶放在加热柱温箱排气通道。

警告

为避免眼睛受伤，使用压缩气体时应佩戴护目镜。

氢气供应管道

图 22 展示了智氢洁离子源使用的氢气过滤器的管道。

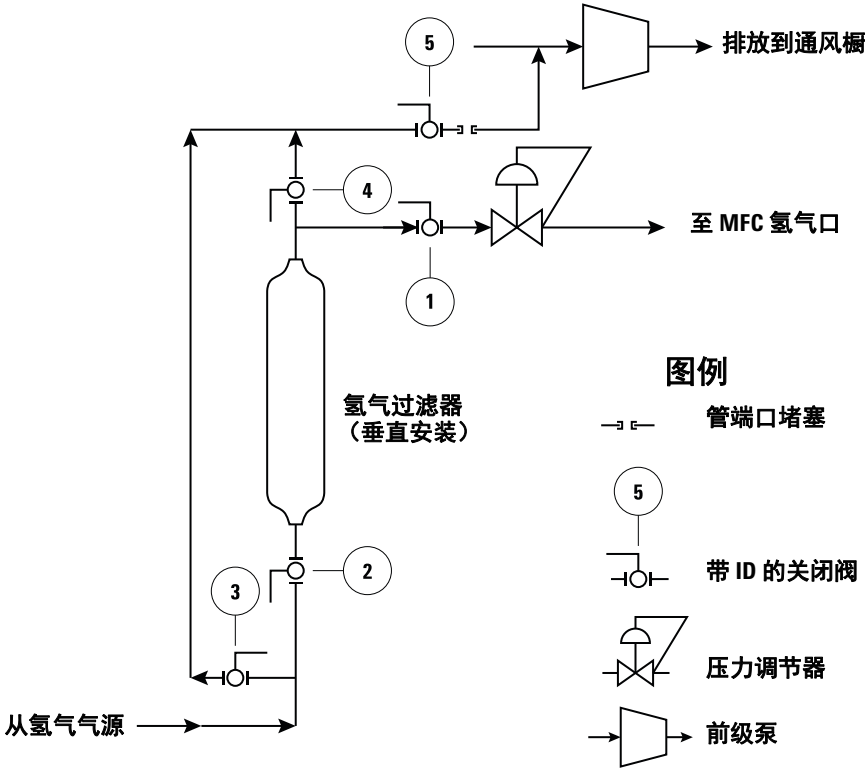


图 22 提供给 MS 的已过滤的氢气

- 1 将 H_2 气体连接到 CI/ 智氢洁离子源 MFC 的氢气接口。
- 2 配置 MS 气体。
- 3 调谐相应的调谐文件。
- 4 将**进样源**设置为**阀 \ 立即启动**。不应将进样口设置为 **GC**。

设备注意事项

在操作带有智氢洁离子源选件（可从位于分析器上的流量控制器向 MS 提供氢气）的 GC/MS 系统时，请采取以下预防措施。

警告

您必须确保分析仪侧板上的顶部指旋螺钉已用手拧紧。请勿过度拧紧指旋螺丝，否则会引起漏气。

必须取下质量分析器前端玻璃窗上的塑料外壳。万一发生爆炸，此外壳会脱落。

如果未遵守上述警告步骤，则发生爆炸造成人身伤害的可能性会激增。

操作预防措施

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。务必确保将前级泵的放空线路和吹扫线路放空至通风橱。

- 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。
- 每次关闭 MS 中的关闭阀时都要关闭氢气源。
- 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：
 - a** 立即关闭氢气源。
 - b** 关闭 GC。
 - c** 关闭 MS 并让其冷却 1 个小时。
 - d** 清除室内所有潜在点火源。
 - e** 打开 MS 真空歧管系统使其暴露在外。
 - f** 至少等待 10 分钟以散去所有氢气。
 - g** 正常启动 GC 和 MS。

除了本文档提供的信息，还应阅读和理解系统随附的氢气安全手册中的警告，以及操作手册的氢气安全部分。

氢气管线

警告

应该将所有压缩气体钢瓶固定在固定结构或固定墙面上。应该根据相关安全准则存放和搬运压缩气体。

不得将气体钢瓶放在加热柱温箱排气通道。

为避免眼睛受伤，使用压缩气体时应佩戴护目镜。

一般建议

- 您必须使用经过预先清洁的 1/8 英寸不锈钢 (SS) 管线和各种 1/8 英寸 SS Swagelok 接头将智氢洁离子源系统连接到氢气流。
- Agilent 强烈建议使用双级减压阀消除压力波动。特别建议使用高质量、低流量的不锈钢隔膜式减压阀。
- 双级减压阀出口接头上安装的开关阀并非必需，但非常有用。确保阀使用不锈钢、无填料的隔膜。
- Agilent 强烈列建议在每个 MS 入口接头处安装关闭阀，以便隔离 MS，以进行维护和故障排除。
- 流量和压力控制设备至少需要 10 psi (138 kPa) 的压差才能正常运行。
- 将气压调节器设置为向 MFC 接头输送 20 至 25 psig 的压力。
- 将辅助压力调节器放到 MS 入口接头附近的位置。这能确保测量仪器（而非气源）处的供气压力；如果供气管线过长或过窄，气源处的压力可能会有所不同。
- 切勿使用液体螺纹密封剂连接接头。
- 切勿使用含氯溶剂清洁管道或接头。

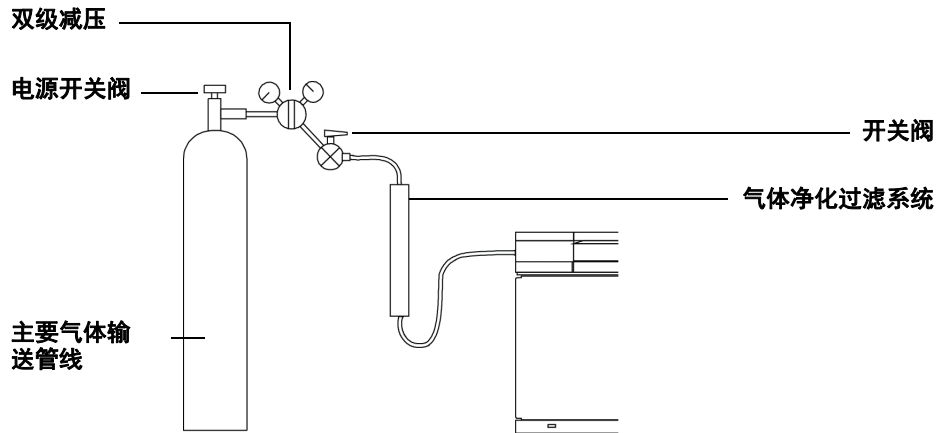
有关更多信息，请参见安装套件。

氢气供气管线

- Agilent 建议在使用氢气时使用新的色谱级不锈钢管线和接头。
- 安装或切换到氢气时，切勿使用旧管线。氢气很容易清除旧有管线中之前的气体（例如氦气）留下的污染物。这些污染物会在输出中显示为很高的背景噪声，烃类污染物会持续数周。
- 尤其不要使用旧有的铜管，这有可能导致碎裂。

氢气供应系统

为了消除压力波动，请为每个氢气钢瓶使用双级减压阀。建议使用不锈钢隔膜式减压阀。对智氢洁离子源后部或 CI 流模块的流量压力约为 25 psi。（请参见图 23。）



气体净化过滤器配置将会根据应用而改变。

图 23 氢气钢瓶供应管线

您所用的减压阀的类型取决于气体类型和供应商。Agilent 消耗品和备件目录中包含了压缩气体协会 (CGA) 确定的信息，能帮助您识别正确的调节器。Agilent Technologies 提供了压力调节器套件，其中包含正确安装调节器所需的所有材料。

压力调节器气体输送管线连接

使用 PTFE 条带将压力调节器出口与要连接气体管线接头之间的管道式螺纹接头密封。

建议为所有接头使用去除了挥发物的仪器级 PTFE 条带（部件号 0460-1266）。切勿使用管外壁涂料密封螺纹；这种涂料中含有挥发材料，会对管线造成污染。

更换氢气供应过滤器

定期更换智氢洁离子源系统的氢气供应装置上的过滤器。如果使用氢气对系统进行加压，则必须先将过滤器中的氢气排出，然后再取下过滤器。

- 1 关闭连接质流控制器 (MFC) 的氢气供应手动关闭阀①（标有氢气）。（请参见图 22（第 48 页）。）
- 2 关闭氢气供应过滤器入口上的手动关闭阀②。
- 3 在 Acquisition 软件程序中，从**方法 > MSD > 调谐 > 气体控制**完全打开氢气阀。
- 4 放空 MS。
- 5 确定过滤器旁路线路出口关闭阀⑤已经关闭，然后将该阀的螺纹塞取下。
- 6 取下前级泵管线上的塞子，以便在下一步中将其连接到过滤器旁路线路。
- 7 将过滤器旁路出口阀⑤连接到前级泵入口管线上。
- 8 如果 MS 已经关闭，请将其打开，然后等待，直至涡轮泵启动。智氢洁离子源系统现在处于真空状态。
- 9 在 Acquisition 软件程序中，从**方法 > MSD > 调谐 > 气体控制**完全打开氢气阀，以使压力调节器和 MFC 都完全打开。
- 10 打开通往前级泵入口的过滤器出口管线上的关闭阀⑤。这将会通过前级泵将过滤器中的氢气排放到实验室通风橱排气口。
- 11 10 分钟后，关闭通往前级泵入口的过滤器出口管线上的关闭阀⑤。
- 12 将旧的过滤器拆下，并用新的替换。
- 13 放空线路阀⑤关闭后，取下通往前级泵的该阀上的管线，并将该管线一端插入该阀。这能防止有人将该阀误开和让氢气直接流入实验室。
- 14 确保过滤器入口③和过滤器出口④上的放空关闭阀关闭。
- 15 在 Acquisition 软件程序中，从**方法 > MSD > 调谐 > 气体控制**关闭氢气阀。
- 16 在真空泵仍在运行时，打开过滤器入口②和过滤器出口①上的氢气关闭阀，并使用氢气泄漏电子测试仪测试系统是否存在泄漏情况。

手动清洁离子源

有关手动清洁离子源的方法的详细信息，请参见系统操作手册。

常规实验室预防措施

使用氢气作为 GC 载气、或智氢洁离子源系统的反应气都存在潜在危险。使用氢气存在多种危险。有些危险是一般性的，而另外一些则是操作 GC 或 GC/MS 时所特有的。

操作智氢洁离子源系统前，确保阅读以下信息和仪器操作手册中的“氢气安全”部分。

- 1 使用当地法规要求的氢气标签确定智氢洁离子源系统的管线运行情况。
- 2 使用泄漏检测设备定期检查智氢洁离子源系统是否存在泄漏情况。包括氢气供应源系统（贮气罐或发生器）、MS 上的智氢洁离子源气体入口的氢气供应线路、质流控制器 (MFC) 系统管线、反应系统管线（包括 CI 校准阀 / 瓶和分析器室的传输线）。Agilent 强烈建议使用 G3388B 泄漏检测器对氢气泄漏情况进行安全检查。
- 3 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）。
- 4 切勿让高压钢瓶中的氢气直接排入大气中，会有自燃的危险。
- 5 如果线路上有针孔，而且有火焰，那么氢火焰是看不到的。此外，氢气的爆炸下限是 4%。
- 6 传感器制造商建议，在实验室中使用氢气传感器。



© Agilent Technologies, Inc.

美国印刷，9月2017



G7077-97118