

Agilent 7890-5975 气质联用仪

一、仪器照片



二、仪器设备概况

1. 仪器简介:

安捷伦 5975-7890 色谱质谱联用仪-GCMS 新设计的高辉度离子源，采用低噪声检测单元，提高了 S/N 比，理想的双涡轮分子泵真空排气系统，实现了超高灵敏度。强大的品质管理 (QA/QC) 功能及 GLP 支持功能。高扩展性为各类用户提供最适宜的 GC/MS 环境，对应多种毛细管色谱柱，离子化电压可调，测定质量范围广。

2. 性能参数:

质量范围: 1.6-800u

质谱计: 四极杆。

灵敏度: 电子轰击离子化, 全扫描 1pg 八氟萘至少信噪比 10:1 以上; 选择离子检测 (m/z272) 20fg 八氟萘信噪比至少 10:1。

真空系统: 分子涡轮泵和扩散泵可选。

质量轴稳定性: $\pm 0.15u$ (12h)

计算机操作系统: Microsoft Windows XP, 7。

可选质谱库: NIST Chemical Structures (美国国家标准研究所); Wiley Library (威廉图谱库, 27 万 5 千个图谱, 第 6 版); Standard pesticide Library (标准杀虫剂图谱库 340 个化

合物); Pfleger DrugLibrary (富莱格药物数据库, 4370 个化合物)。

离子化方法: EI (电子轰击); PCI (正化学源); NCI (负化学源)。

3. 应用范围:

- 1) 实验室和小规模测试: 低沸点化合物的定量;
- 2) 低沸点化合物的定性;
- 3) 溶液中残留化合物的测定。

4. 面向学科

生物工程、制药工程

5. 联系人

李剑

6. 联系电话

64710

三、仪器设备使用说明和操作规程

1. 开机

1) 打开载气钢瓶控制阀, 设置分压阀压力至 0.5Mpa。

2) 打开计算机, 登录进入 Windows XP 系统, 初次开机时使用 5975C 的小键盘 LCP 输入 IP 地址和子网掩码, 并使用新地址重起, 否则安装并运行 Bootp Service。

3) 依次打开 7890AGC、5975MSD 电源 (若 MSD 真空腔内已无负压则应在打开 MSD 电源的同时用手向右侧推真空腔的侧板直至侧面板被紧固地吸牢), 等待仪器自检完毕。

4) 桌面双击 GC-MS 图标, 进入 MSD 化学工作站。

5) 在上图仪器控制界面下, 单击视图菜单, 选择调谐及真空。

控制进入调谐与真空控制界面, 在真空菜单中选择真空状态, 观察真空泵运行状态, 此仪器真空泵配置为分子涡轮泵, 状态显示涡轮泵转速涡轮泵转速应很快达到 100%, 否则, 说明系统有漏气, 应检查侧板是否压正、放空阀是否拧紧、柱子是否接好。

2. 调谐

调谐应在仪器至少开机 2 个小时后方可进行, 若仪器长时间未开机为得到好的调谐结果将时间延长至 4 小时。1) 首先确认打印机已连好并处于联机状态。

2) 在操作系统桌面双击 GC-MS 图标进入工作站系统。

3) 在上图仪器控制界面下, 单击视图菜单, 选择调谐及真空控制进入调谐与真空控制界面。

4) 单击调谐菜单, 选择自动调谐调谐 MSD, 进行自动调谐, 调谐结果自动打印。

5) 如果要手动保存或另存调谐参数, 将调谐文件保存到 atune.u 中。

6) 然后点击视图然后选择仪器控制返回到仪器控制界面。

3. 样品测定

3.1 方法建立

1) 7890A 配置编辑

点击仪器菜单,选择编辑 GC 配置进入画面。在连接画面下,输入 GC Name:GC 7890A;可在 Notes 处输入 7890A 的配置,写 7890A GC with 5975C MSD。点击获得 GC 配置按钮获取 7890A 的配置。

2) 柱模式设定

进入柱模式设定画面,在画面中,点击鼠标右键,选择从 GC 下载方法,再用同样的方法选择从 GC 上传方法;点击 1 处进行柱 1 设定,然后选中 On 左边方框;选择控制模式,流速或压力。

3) 分流不分流进样口参数设定

进入进样口设定画面。点击 SSL-后按钮进入毛细柱进样口设定画面。

点击模式右方的下拉式箭头,选择进样方式为不分流方式,分流比为 50:1,在空白框内输入进样口的温度为 220℃,然后选中左边的所有方框。

选择隔垫吹扫流量模式标准,输入隔垫吹扫流量为 3ml/min。对于特殊应用亦可选择可切换的,进行关闭。

4) 柱温箱温度参数设定

进入柱温参数设定。选中柱箱温度为开左边的方框;输入柱子的平衡时间为 0.25 分钟。

5) 数据采集方法编辑

从方法菜单中选择编辑完整方法项,选中除数据分析外的三项,点击确定。编辑关于该方法的注释,然后点击确定。

6) 编辑扫描方式质谱参数

编辑溶剂延迟时间以保护灯丝,调整倍增器电压模式(此仪器选用增益系数),选择要使用的数据采集模式,如全扫描、选择离子扫描等。

编辑 SIM 方式参数点击参数编辑选择离子参数,驻留时间和分辨率参数适用于组里的每一个离子。在驻留列中输入的时间是消耗在选择离子的采样时间。它的缺省值是 100 毫秒。它适用于在一般毛细管 GC 峰中选择 2-3 个离子的情况。如果多于 3 个离子,使用短一点的时间(如 30 或 50 毫秒)。加入所选离子后点击添加新组,编辑完 SIM 参数后关闭。

3.2 采集数据

1) 点击 GC-MS 图标,在方法文件夹中选择所要的方法。

2) 选好方法后,依次输入文件名;操作者;

样品名等相关信息,完成后按确定键,待仪器准备好后进样的同时按 GC 面板上的 Start 键,以完成数据的采集。

3) 当工作站询问是否取消溶剂延迟时,回答 NO 或不选择。如果回答 YES,则质谱开始

采集，容易损坏灯丝。

3.3 数据分析

1) 点击 **GC-MS** 数据分析图标，点击下图中文件调入数据文件。

2) 在全扫描方法中要得到某化合物的名称，先右键双击此峰的峰高，然后在右键双击峰附近基线的位置得到本底的质谱图，然后在菜单文件下选择背景扣除即可得到扣除本底后该化合物的质谱图，最后右键双击该质谱图，便得到此化合物的名称。

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

4) 在选择离子扫描方法中不需要背景扣除操作。

3.4 定量

定量是通过将来自未知量化合物的响应与已测定化合物的响应进行比较来进行的。

4. 关机

在操作系统桌面双击 **GC-MS** 图标进入工作站系统进入调谐和真空控制界面选择放空，在跳出的画面中点击确定进入放空程序。

本仪器采用的是涡轮泵系统，需要等到涡轮泵转速降至 10% 以下，同时离子源和四极杆温度降至 100℃ 以下，大概 40 分钟后退出工作站软件，并依次关闭 **MSD**、**GC** 电源，最后关掉载气。

四、仪器设备测试项目

- 1) 实验室和小规模测试：低沸点化合物的定量；
- 2) 低沸点化合物的定性；
- 3) 溶液中残留化合物的测定。

五、仪器设备收费标准

设备仅对校内开放，送样检测，15 元/样品。