目　录

培训目的 …… 1

注意事项 …… 1

设置配置 …… 1

配置MSD及GC …… 2

开机 …… 2

调谐 …… 4

数据采集方法编辑 …… 5

编辑扫描方式质谱参数 …… 17

编辑SIM质谱参数 …… 19

编辑SIM参数 …… 20

采集数据 …… 21

数据分析 …… 22

百分比报告 …… 31

外标法定量 …… 33

关机 …… 40

GC及MSD的维护与保养 …… 41

附：GC MS化学电离源（CI）操作 …… 42

前　　言

尊敬的安捷伦化学分析仪器用户：

感谢您选购了安捷伦公司的化学分析仪器。成为安捷伦公司的用户就意味着您将享受到高质量的售后服务。

为了帮助您迅速掌握所购仪器的使用方法，使其在您的生产及科研中发挥最大的效用，安捷伦公司在工程师安装调试之后将提供现场培训，此教材就是工程师现场培训时使用的培训教材。通过此次培训，能使您了解化学分析仪器的基本操作步骤和基本的分析过程，使您能够进行简单的操作。

此外，我公司还特别设立了专业的培训中心来为您提供多种相关培训课程。在培训中心，您可以系统地学习相关仪器及相关工作站的操作。培训中心的授课人员均是受过专业培训的技术人员，或是来自各科研院所的资深工程技术人员，他们会尽其所能帮助您更深入地了解仪器性能，掌握分析方法。

有问题请致电：800-820-3278

或访问安捷伦LSCA售后服务网站

http://Lsca-china.com.cn　　http://www.agilent.com.cn

安捷伦科技 (中国) 有限公司

生命科学与化学分析事业部

培训目的

- 初步了解Agilent 7890气相色谱仪和5975质谱仪的操作。
- 正确地执行仪器的开机、关机；初步掌握软件中有关仪器参数设定、分析方法的编辑、谱库检索及报告的打印。

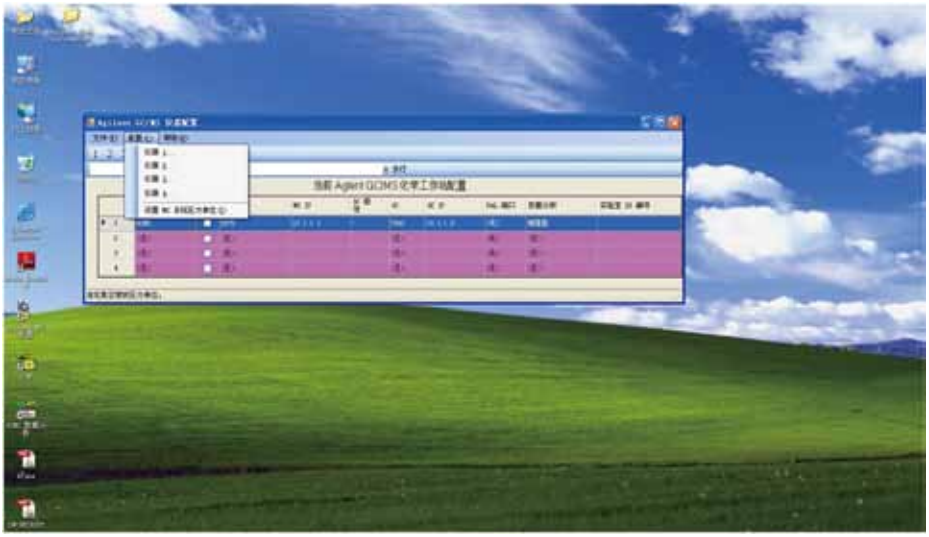
注意事项

1. 老化柱子
   分段老化。按温度从低到高分段，程序升温老化。这是最好的老化方法。如HP-5柱，5-6℃/min至250℃，反复数次；再升至280℃，反复数次；接到MS上看基线情况。270℃以后基线提高为正常。再老化到300℃半小时。无论何种方式，载气必须充足。
2. 进样口用红色或灰色隔垫，可减少隔垫流失。
3. GC/MS接口处使用的垫圈是85%vesper材质（5062-3508）。注意安装方向（大的一端朝向质谱）。
4. 新柱子安装时无方向性，但一旦使用过，不要再改变方向。

保存柱子时注意将两端密封好，避免水和空气破坏柱子内涂层

仪器配置

1. 在操作系统桌面双击Config/配置图标进入仪器配置界面
2. 如下图所示点击所要配置的仪器

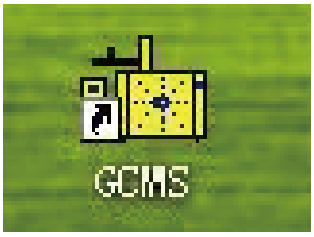


配置MSD及GC

- 以下采用中文工作站界面，英文工作站请参考相应位置及图标

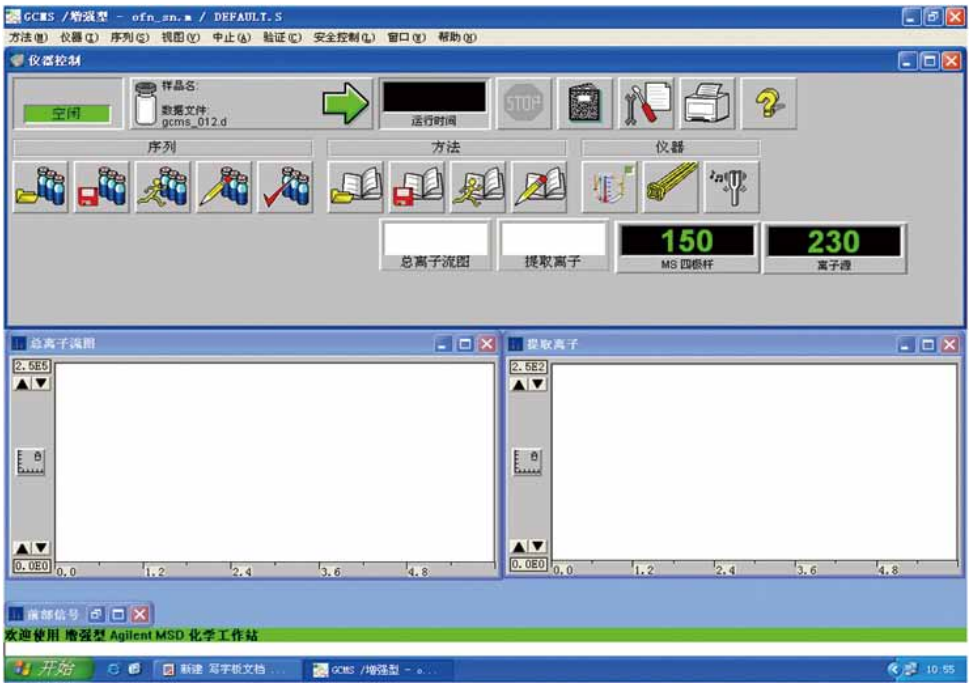
在出现的画面中输入仪器名称、序列号等信息后，在质谱仪一栏中选择MSD的型号，并输入MSD的IP地址，选择DC极性（标注于MSD侧板的中部金属上部）；同样配置GC后点击确定退出。

配置完成后桌面上应出现“GCMS”和“GCMS Data Analysis”的图标（名称由配置时输入的仪器名称决定）。如下图所示：



开　机

1. 打开载气钢瓶（He）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。
3. 打开7890GC、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. 在桌面双击“GCMS”图标，进入MSD化学工作站，如图：



5. 在上图Instrument Control/仪器控制界面下，单击View/视图菜单，选择Tune and Vacuum Control/调谐及真空控制进入调谐与真空控制界面，在Vacuum/真空菜单中选择Vacuum Status/真空状态，观察真空泵运行状态

如果仪器真空泵配置为分子涡轮泵，状态显示涡轮泵转速Turbo Pump Speed/涡轮泵转速应在约3分钟内达到100%，否则，可能系统有漏气，应检查侧板是否压正、放空阀是否拧紧、柱子是否接好；（如果仪器为5975扩散泵配置，请听从现场工程师的讲解，状态显示压力Pressure应很快达到100mToor左右，否则，说明系统有漏气，应进行上述检查）。

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或仪器为5975扩散泵配置，为得到好的调谐结果建议将此时间延长至4小时。

1. 首先确认打印机已连好并处于联机状态。
2. 在化学工作站Instrument Control/仪器控制界面下，单击View/视图菜单，选择Tune and Vacuum Control/调谐及真空控制进入调谐与真空控制界面。
3. 单击Tune/调谐菜单，选择Autotune/自动调谐进行调谐，调谐结果自动打印。

一般根据需要选择所要进行的调谐，Autotune/自动调谐为最大灵敏度调谐，而Standard spectra tune/标准谱图调谐为标准谱图调谐，其与Autotune/自动调谐相比灵敏度稍低，但与谱库中标准谱图的匹配度更高，适合于谱库检索与定性，Gain autotune/增益自动调谐可消除由于EM老化造成设定相对电压时EM放大倍数变化的问题，从而保证信号的稳定性。选定调谐后仪器将自动完成整个调谐过程（约3～5分钟）并将调谐结果由打印机输出。调谐文件会自动保存并覆盖相应文件。如果要保存手动调谐中的参数如：修改灯丝1为灯丝2时注意要先将调谐文件保存。

要手动保存或另存调谐参数，从file/文件中执行以下操作：

然后点击view/视图然后选择instrument control/仪器控制返回到仪器控制界面。

注意：

自动调谐文件名为ATUNE.U

标准谱图调谐文件名为STUNE.U

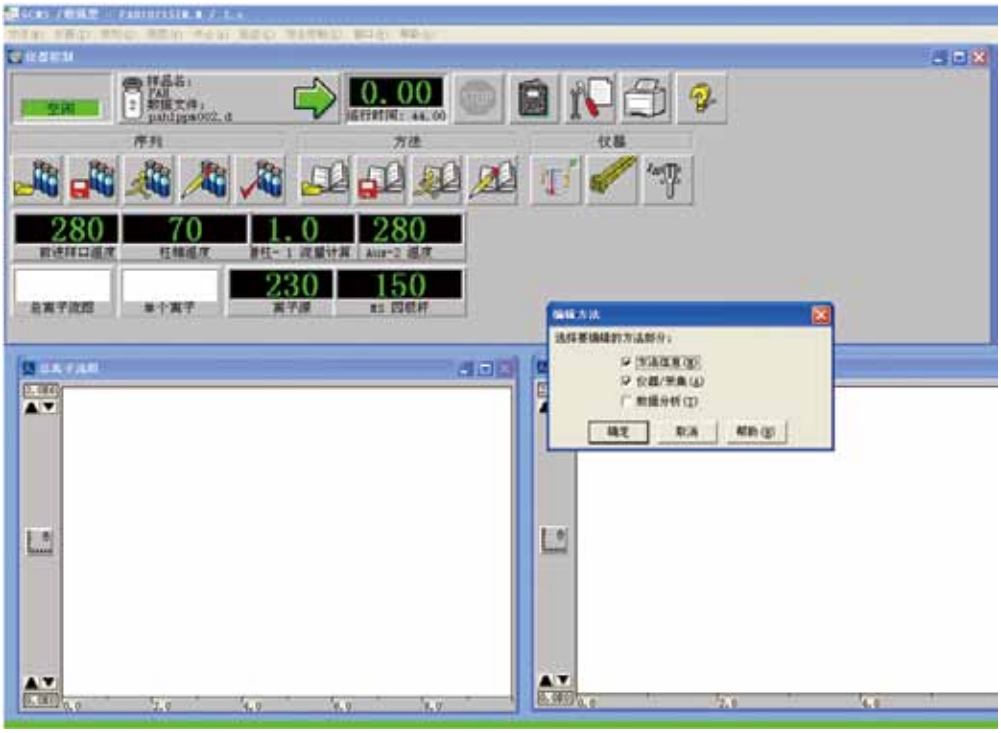
其余调谐方式有各自的文件名

每次调谐之后如果不改名另存则会自动覆盖上次相同方式的调谐文件

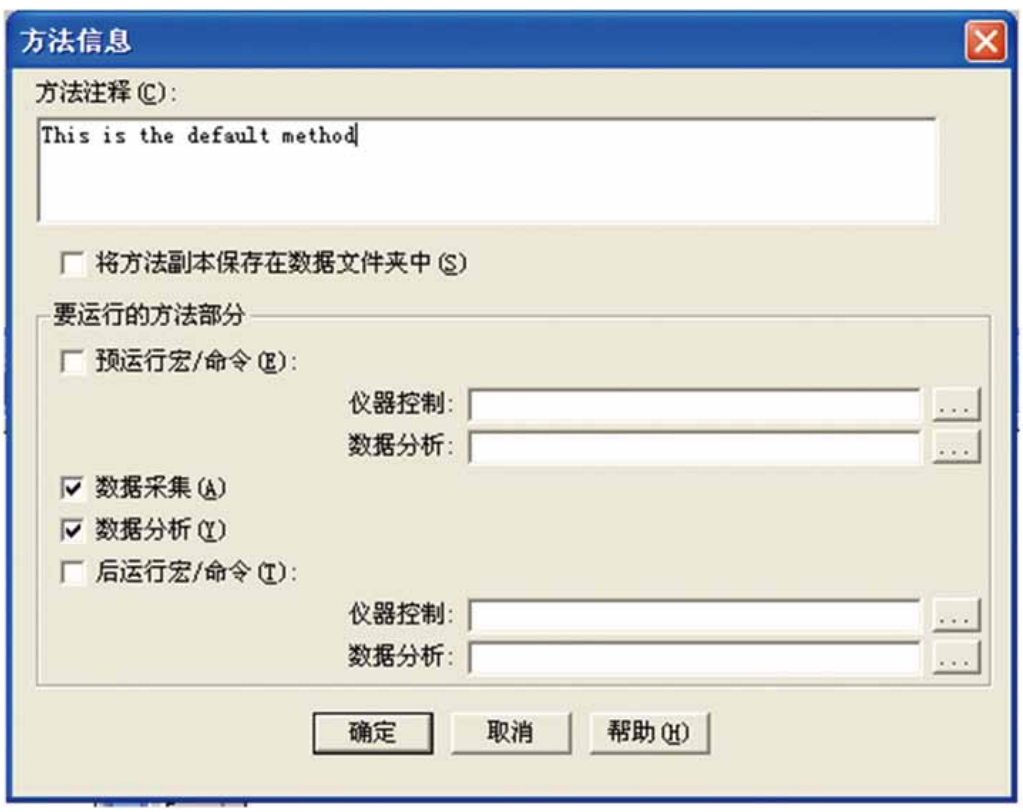
数据采集方法编辑

开始编辑完整方法

从“Method/方法”菜单中选择“Edit Entire Method/编辑完整方法” 项，如下图所示，选中除“Data Analysis/数据分析 ”外的三项，点击“OK/确定”，进入下一画面。



编辑关于该方法的注释，建议去掉数据分析前面的对勾，然后点击“OK/确定”

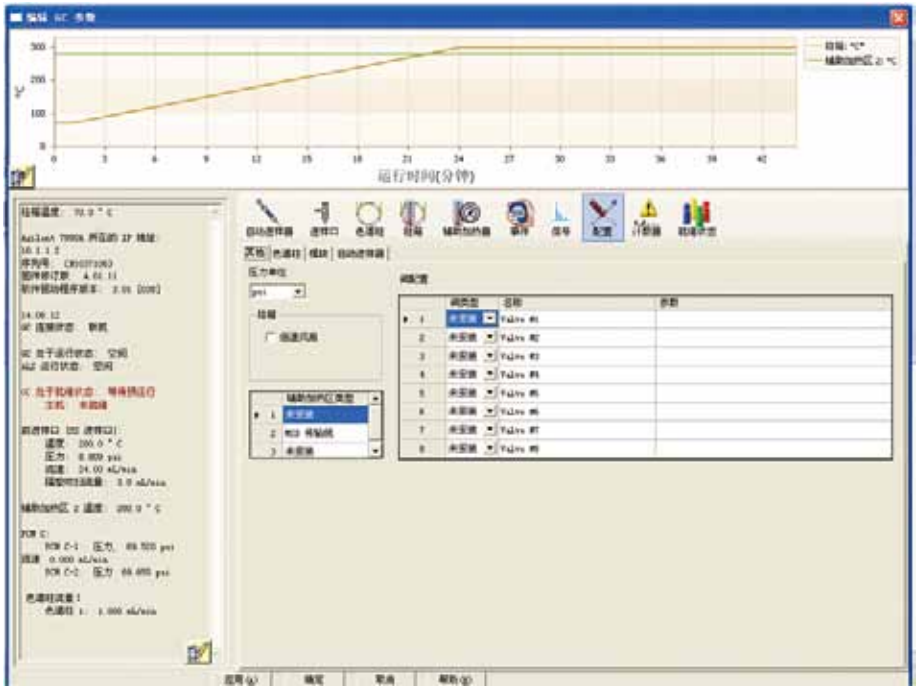


进样器选择

如果未使用自动液体进样器7693ALS，则在“Select Injection Source/Location/进样方式”画面中选择“Manual/手动”，使用则选择“GC ALS/GC自动进样器”。 在“使用质谱”前打勾。选择正确的进样位置及进样口。

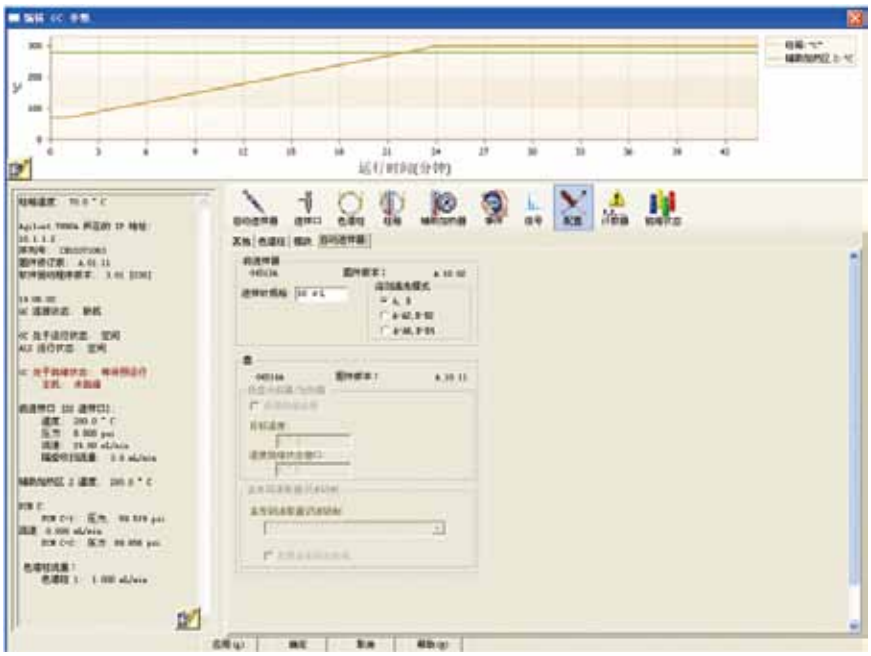
点击“Ok/确定”，进入GC参数编辑画面

首先要对“配置”进行编辑



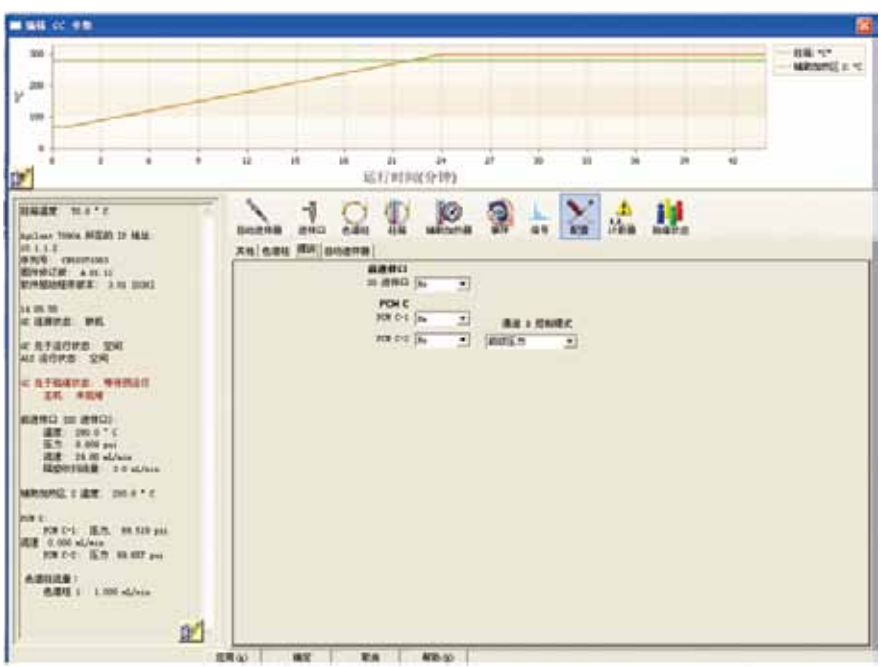
ALS/自动液体进样器 配置设定

点击“Configuration/配置”按钮，点击“ALS”子按钮进入如下图所示画面， 输入注射器的体积，如“10ul”；选择溶剂清洗模式：如A，B。---若无ALS，则无此内容。



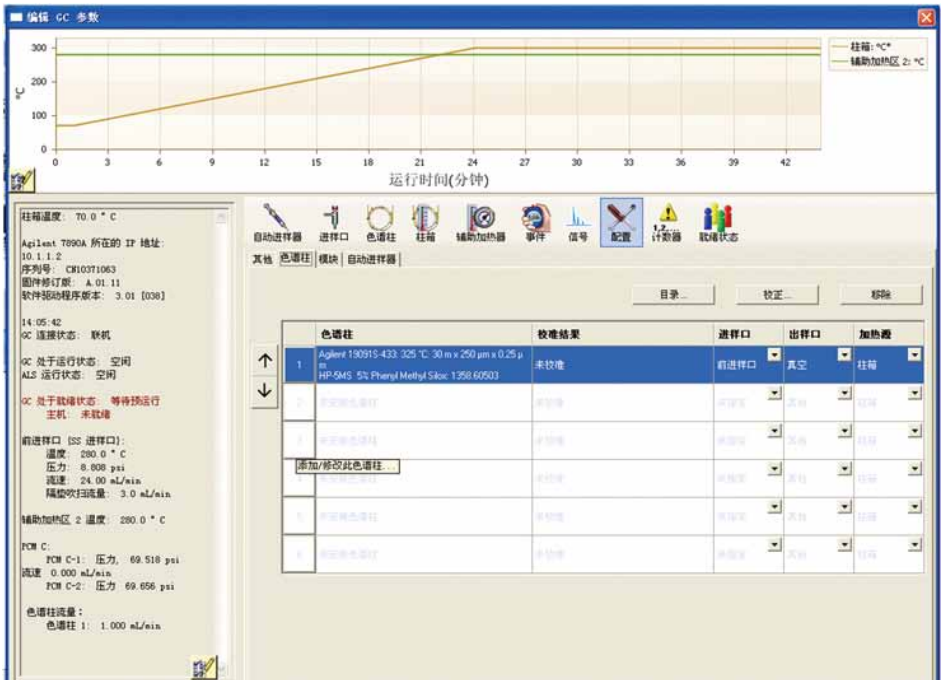
模块配置设定

点击“Modules/模块”按钮进入下图所示画面，点击下拉式箭头，分别选择进样口、检测器、PCM等的气体类型。

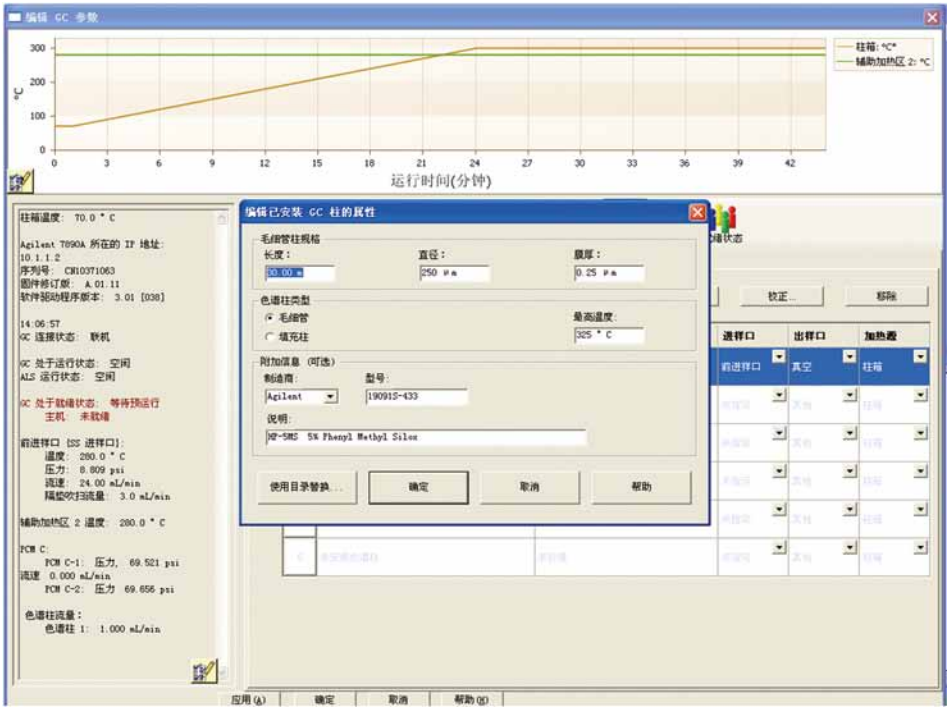


柱参数设定

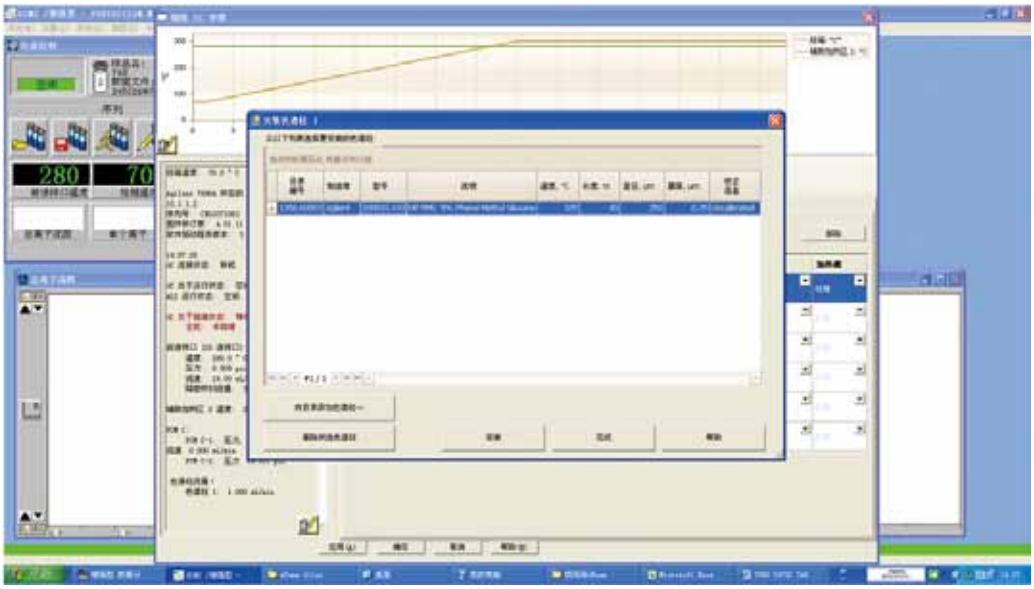
点击“Columns/色谱柱”按钮，进入柱参数设定画面。



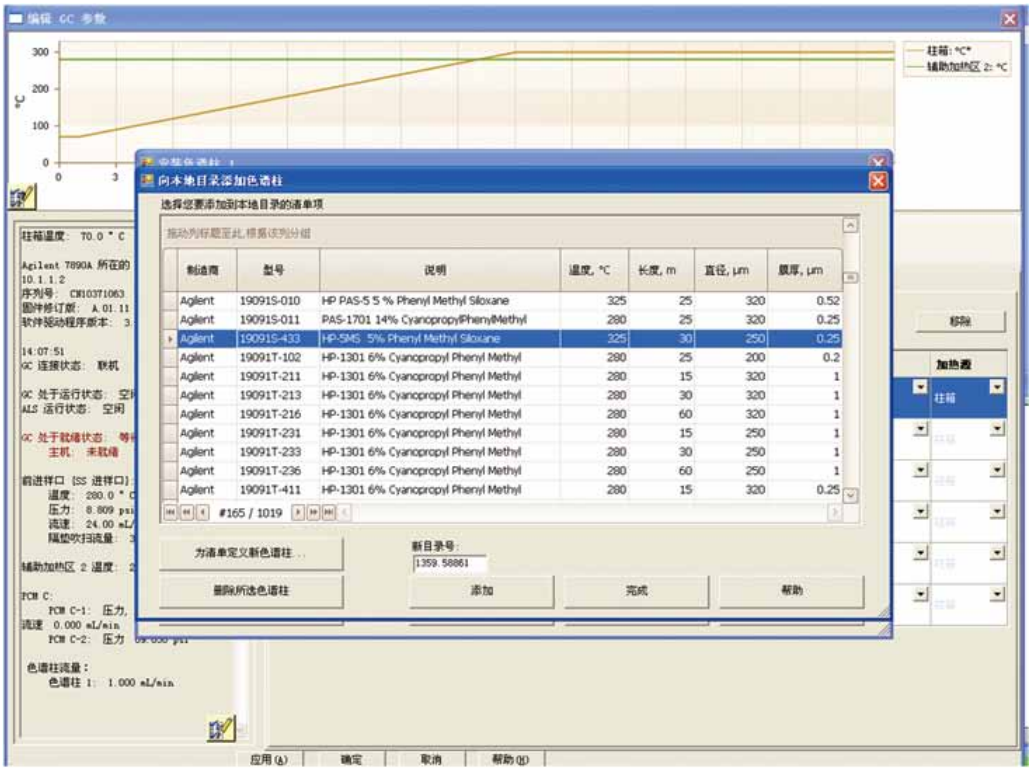
点击“1”处，进入“安装色谱柱” 画面。



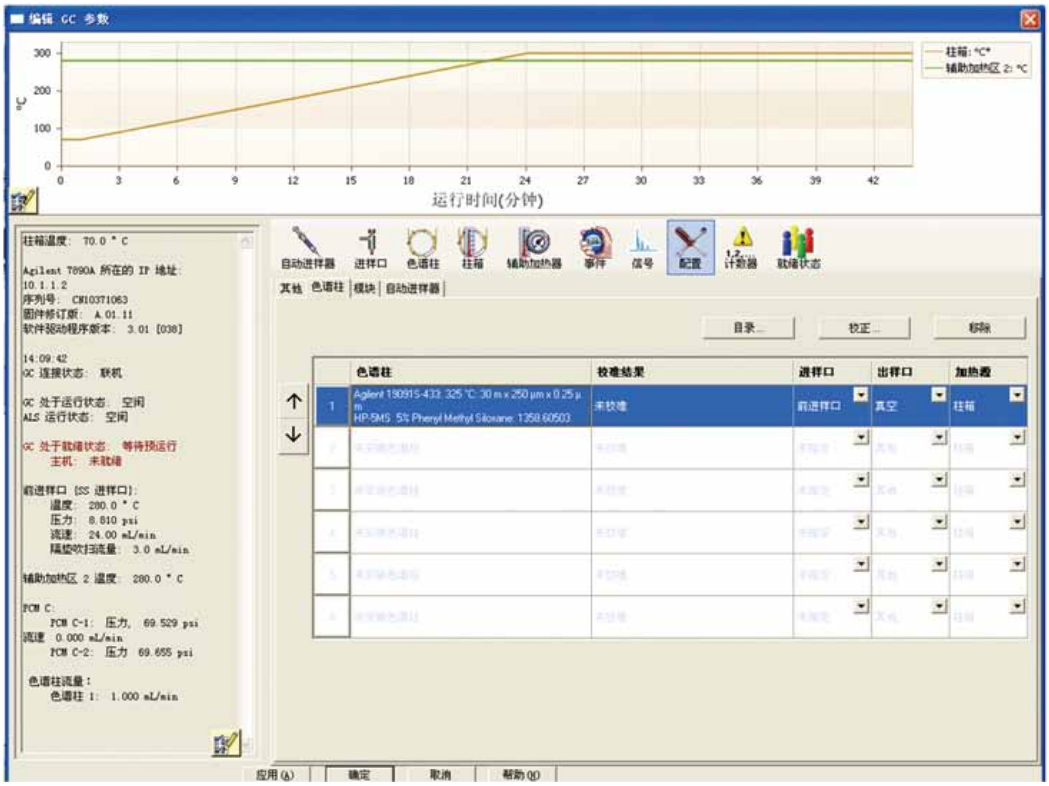
如果要安装的色谱柱不是Agilent或J&W的，请自行编辑添加，如果是，则点击“使用清单替换”进入目录。



点击“向目录添加色谱柱”进入下一界面。



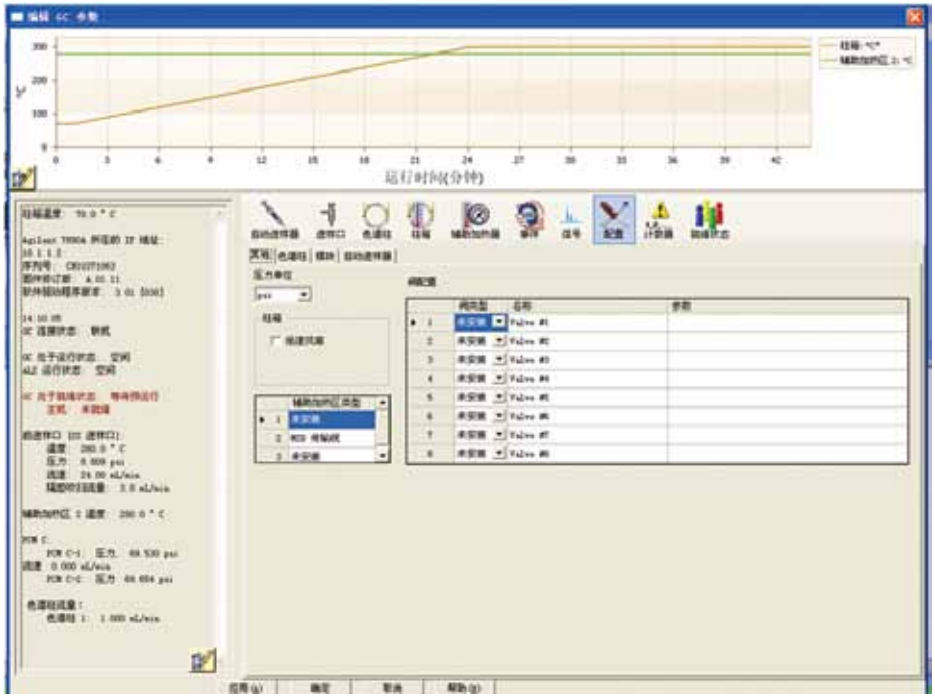
查找并选中型号匹配的色谱柱点击“确定”钮，则该柱被加到目录中，并选中它，点击“完成”返回到柱配置界面：



接下来点击该柱后面对应下拉式箭头选择连接的进样口、检测器及加热类型。如：Front Inlet/前进样口、Front Detector/前检测器、MSD/真空、Oven/柱箱。同样方法添加其它柱子。

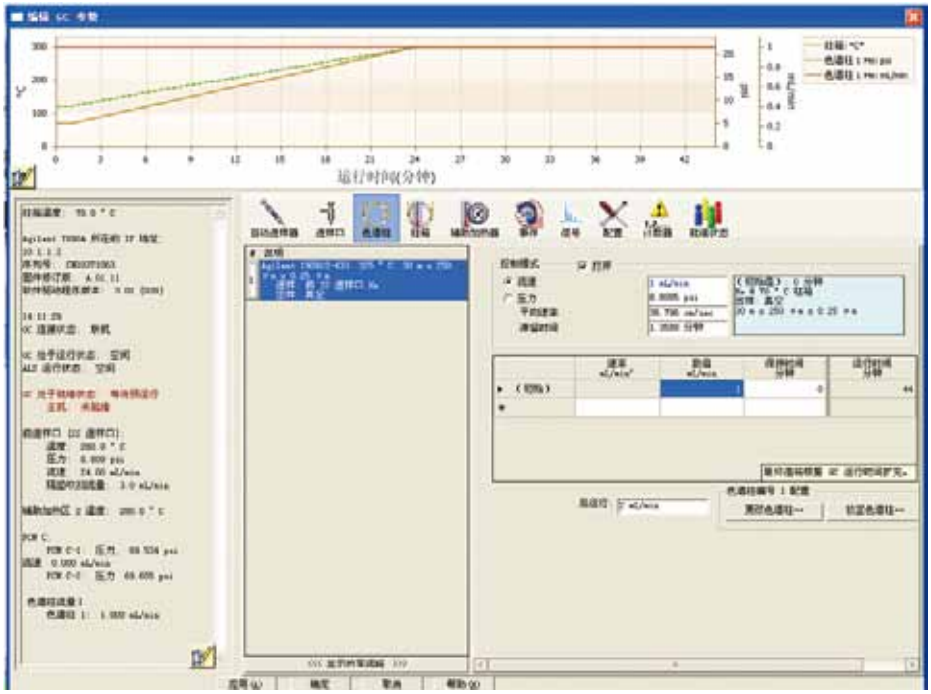
其它项设定

点击“Miscellaneous/其他”进入其他项设定，如：选择压力单位：psi；输入柱子的最大耐高温：如：325℃（19091S-433柱）。将辅助加热器类型配置为MSD Transfer line/MSD 传输线；若阀用于进样或DEAN SWITCH切割，在Valve Type/阀类型区域选择阀号，并选择类型为 “Switching Valve/开关阀”，（仪器上有几个阀就选几个，与Time Table配合使用进行阀进样/切换）。点击“确定”退出编辑GC参数画面并保存方法。



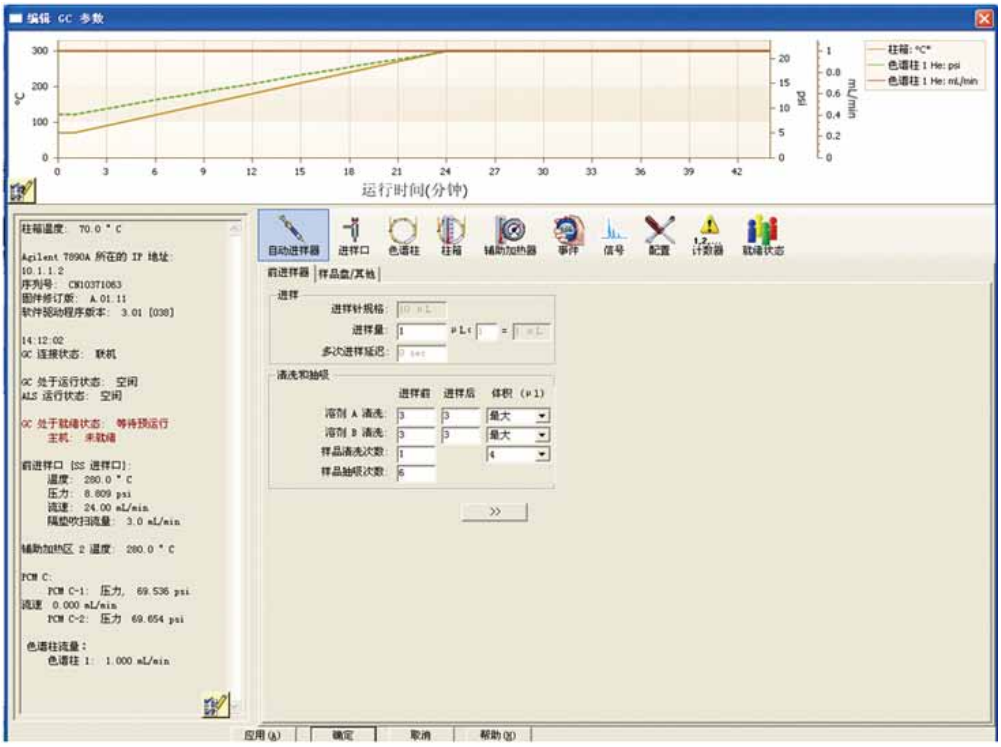
柱模式设定

如下图，点击“ ”图标，进入柱模式设定画面，点击“1” 处进行柱1设定，然后选中“On/打开”左边方框；选择控制模式，“flow/流速”或“pressure/压力”。如：选择“flow/流速”，输入1.0，点“Apply/应用”，则设定的流速为1.0ml/min。在此界面仍可对色谱柱进行快速配置。



进样器参数设定

点击“ ”图标，进入进样器参数设定画面。 点击“Front Injector/前进样器”或“Back Injector/后进样器”按钮，进入参数设定画面。选中进样体积（如1ul）



PreInj—进样前，PostInj-进样后；Volume （ul）—清洗的体积 ；Sample Wash—用样品洗针次数；Solvent A Wash—溶剂A洗针的次数；Solvent B Wash—溶剂B洗针的次数；Pumps—赶气泡抽吸的次数，5-6次左右即可。

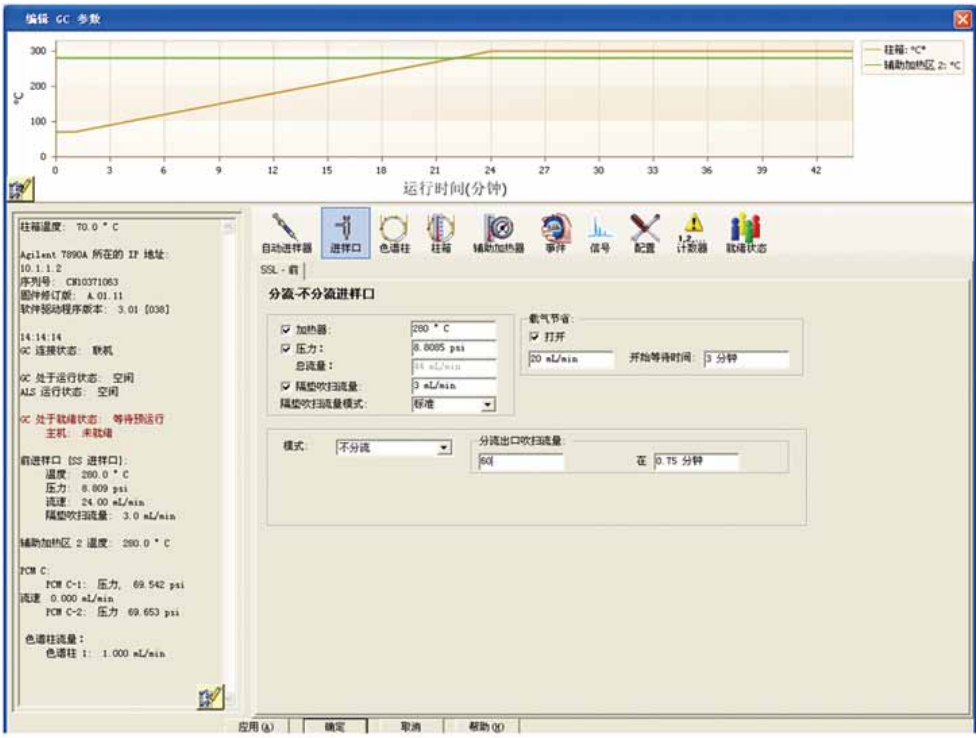
阀参数设定

点击“ ”图标，进入阀设定画面。

若仪器安装有阀而且该阀用于进样或Dean Switch切换，应在仪器配置界面将“Type/类型”配置为 “Switching Valve/开关阀”，在此方法编辑界面将初始状态设为：Off。（仪器上有几个阀就选几个，与Time Table配合使用进行阀进样）。

分流不分流进样口参数设定

- 点击“ ”图标，进入进样口设定画面。点击“SSL-Front/ SSL-前”或“SSL-Back/SSL-后”按钮进入毛细柱进样口设定画面。
- 点击“Mode/模式”右方的下拉式箭头，选择进样方式为不分流方式“Splitless/不分流”或“Split/分流”。
- 在空白框内输入进样口的温度（如250℃），然后选中左边的所有方框；
- 选择“Septum Purge Flow Mode/隔垫吹扫流量模式”为“Standard/标准”，并输入隔垫吹扫流量：如：3ml/min。对于特殊应用亦可选择“Switched/可切换的”，进行关闭。
- 在“Purge Flow to Split Vent/分流出口吹扫流量”下边的空白框内输入吹扫流量（如 0.75min 后60ml/min）；如图所示，选择分流方式，则要输入分流比或分流流量。

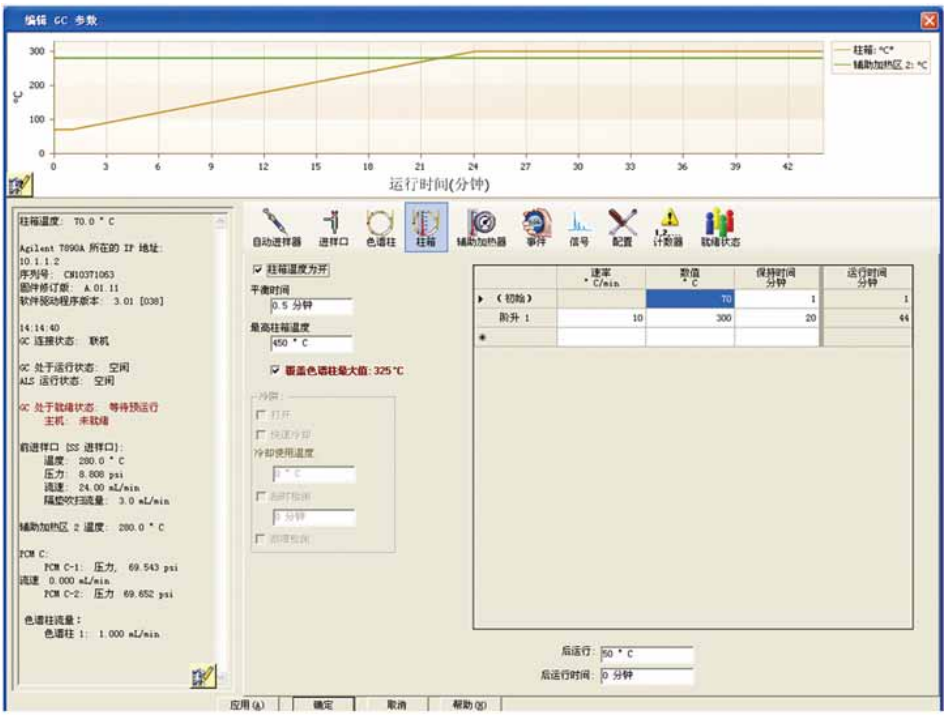


柱温箱温度参数设定

点击“ ”图标，进入柱温参数设定。在空白表框内输入温度，选中“Oven Temp On/柱箱温度为开”左边的方框；Ramp—升温阶次；℃/min—升温速率；Hold min—保持的时间；输入柱子的平衡时间（如1min）；

下图为一程序升温的例子：

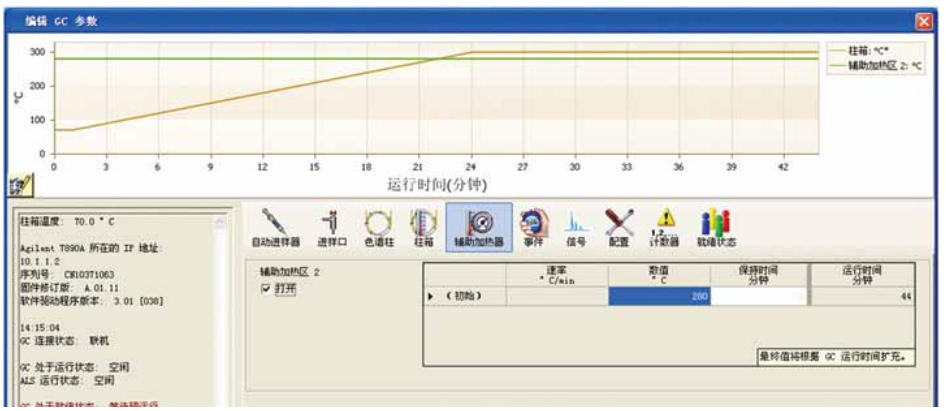
75℃ （0.5min） ----20℃/min----190℃ （0min）



AUX参数设定

点击“ ”图标，进行辅助参数设定。

在辅组加热区设定质谱的接口温度如280℃

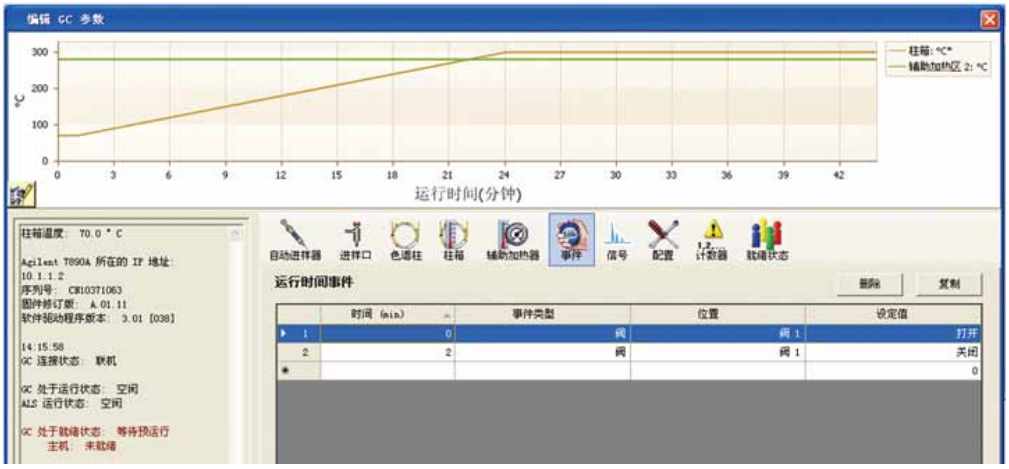


时间表设定

点击“ ”图标，进入时间表参数设定，在“Time/时间”下方的空白处输入时间（如0.01min），点击“Event type/事件类型”下方的下拉式箭头，选中事件（如，阀）；

点击“Position/位置”下方的下拉式箭头，选中事件的位号（如阀1）；点击“Set point/设定值”下方的下拉式箭头，选中事件的状态（如打开）。

输入完一行，依此输入多行。点击“OK/确定”钮。



信号参数设定

点击“ ”图标，进入信号参数设定画面。

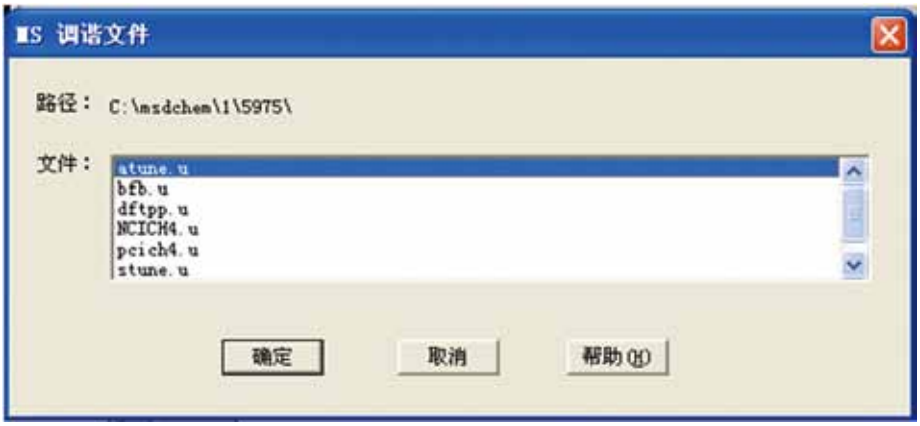
点击“Signal Source/信号源”下方下拉式箭头，选择“Front Signal/前部信号”，本例中为FID；

点击“Data Rate/Min Peak Width/数据采集频率/最小峰宽”下方的下拉式箭头，选择数据采集数率（如5HZ），选择“Save Data/保存”，存储所有的数据。

点击“OK/确定”，进入下一画面。

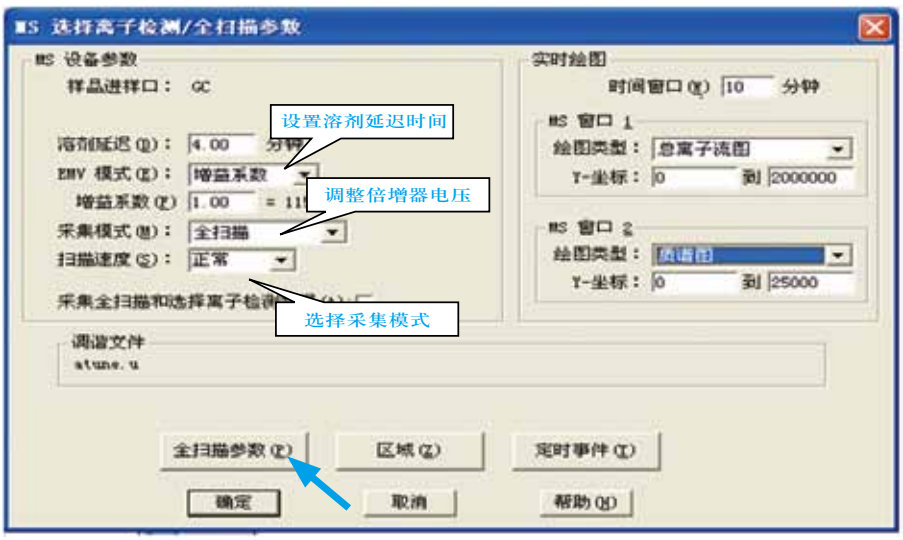
若GC包含有其他检测器且正在使用，在是否需要实时绘图所使用的信号“Display/显示”前打钩，然后点击“OK/确定”，如果没有GC检测器，直接按“OK/确定”跳过此画面。

选择所需的质谱调谐文件，然后点击“OK/确定”



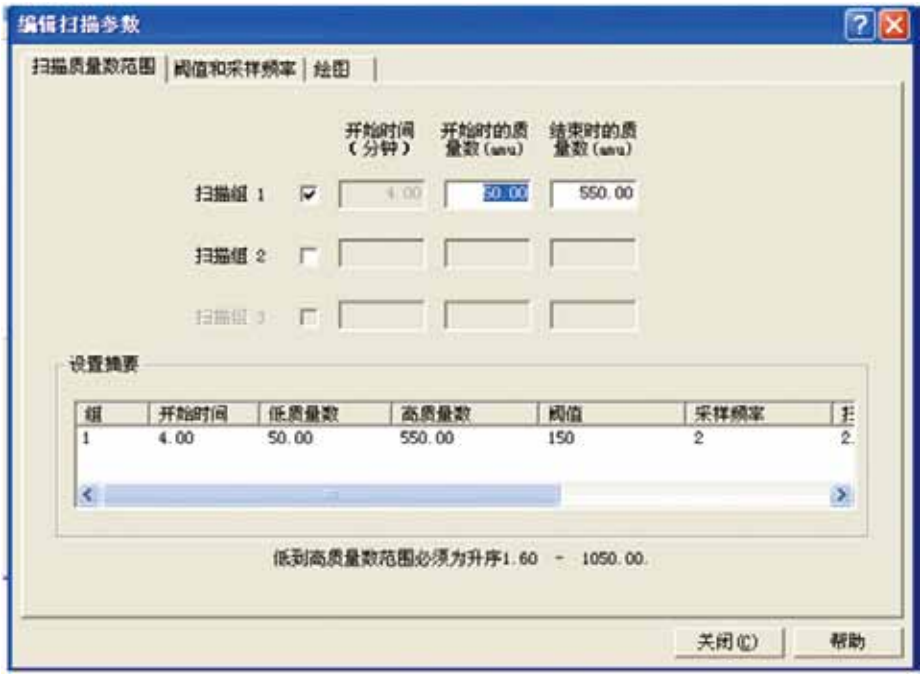
编辑扫描方式质谱参数

编辑溶剂延迟时间以保护灯丝，调整倍增器电压模式（共有三种模式：绝对值，相对值和增益因子），选择要是用的数据采集模式，如扫描（Scan）、选择离子（Sim）等。

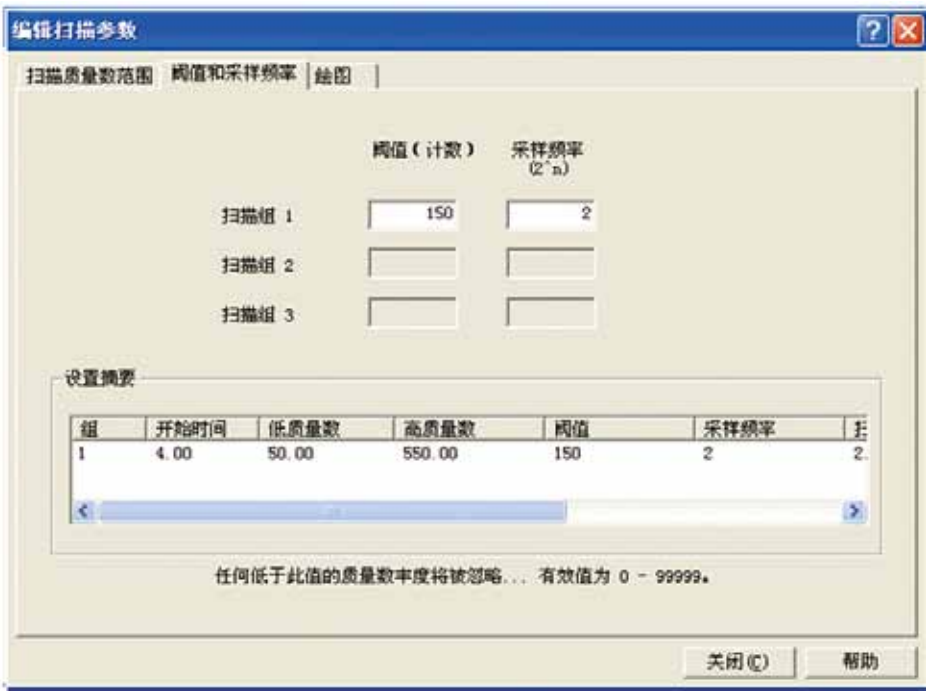


点击“Scan Parameters/扫描参数”编辑扫描参数

根据分析需要设置扫描质量范围。如果对样品不很熟悉不必分组：



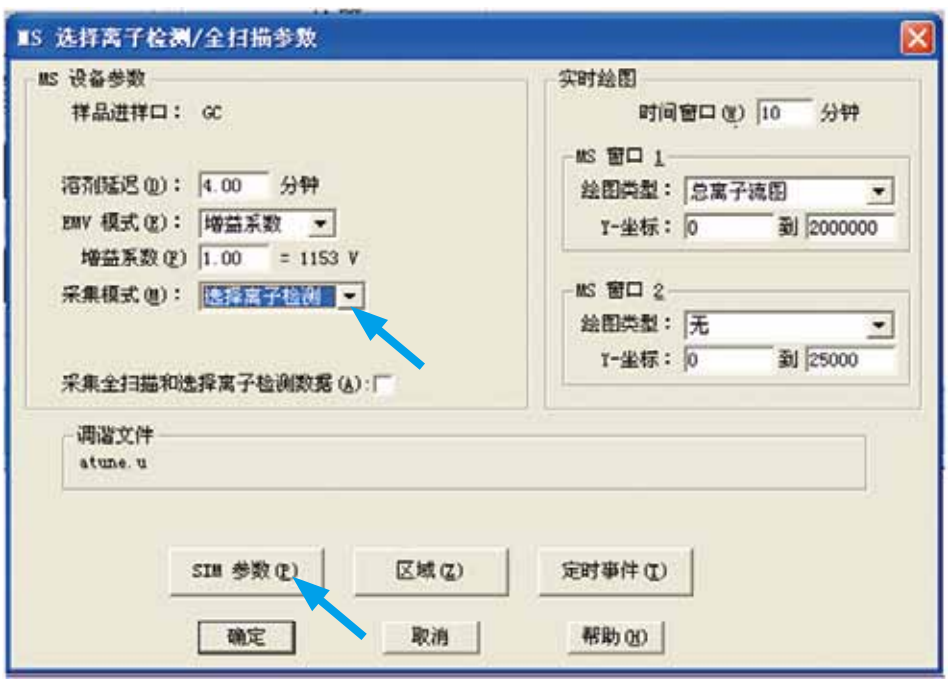
根据分析需要设置阈值和采样速率，阈值的值会影响到基线，设得过大，可能看不到基线甚至有时候看不到分子离子等较低的碎片离子，过小则基线太杂，采样率通常根据扫描范围来定，使Scans/Sec的值达到3左右为好。



设置实时绘图参数：然后点击“Close/关闭”完成扫描参数设定。

编辑SIM质谱参数

编辑SIM方式参数点击“SIM Parameters/SIM参数”编辑选择离子参数



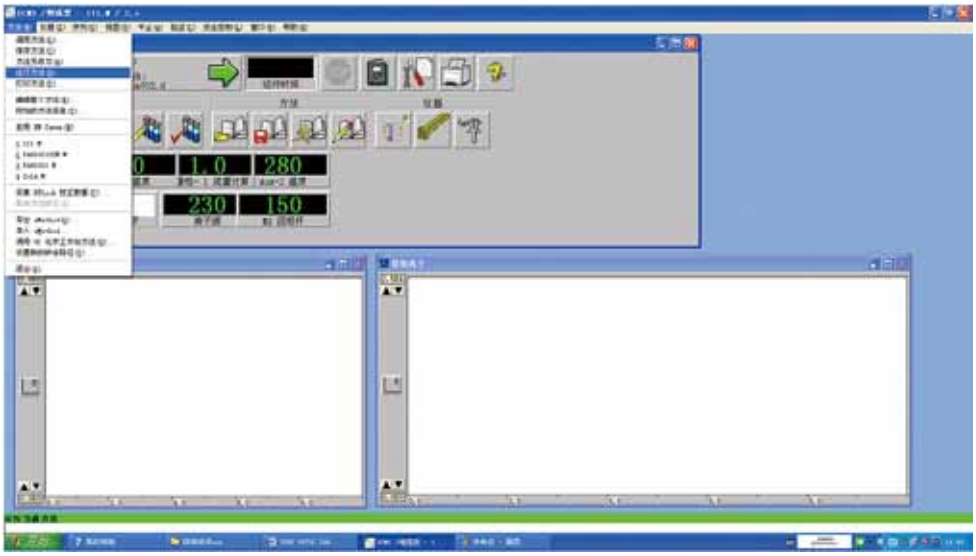
编辑SIM参数

停留时间（dwell time）和分辨率参数适用于组里的每一个离子。在Dwell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），

编辑完SIM参数后，在“Edit SIM Params”画面点击“OK”

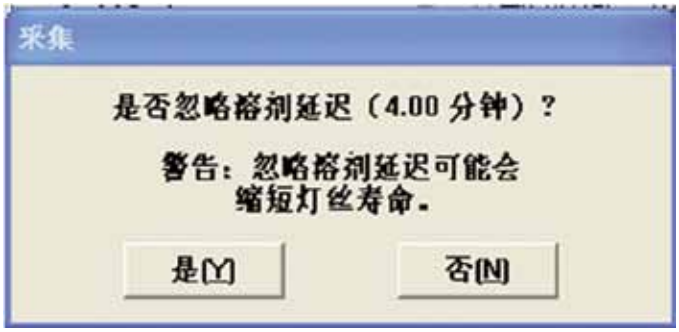
采集数据

从Method/方法菜单下点击Run Method/运行方法来运行一个方法。



若仪器配有自动进样器设定进样瓶号点击“OK and run method”则将自动完成数据的采集

若为手动进样则依提示在GC面板上先按“PreRun”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。



注意：

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。

- 以下采用英文工作站界面，中文工作站请参考相应位置及图标

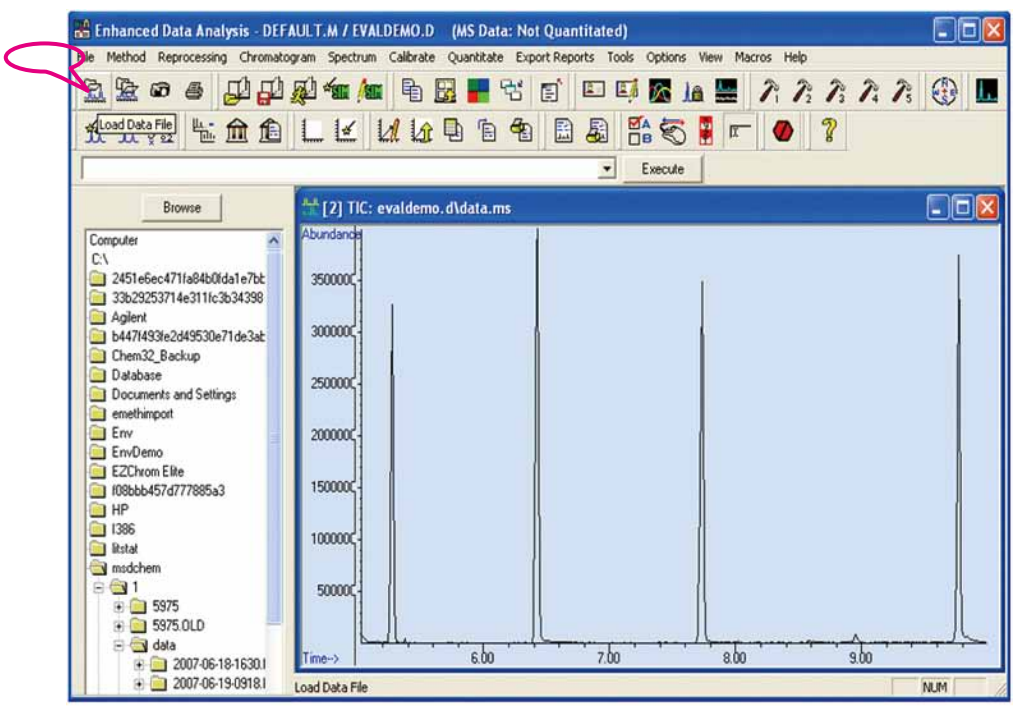
数据分析

要想进行谱库检索您首先要购买并安装好商业谱库（如NIST 05谱库）或已建立好自己的用户谱库。

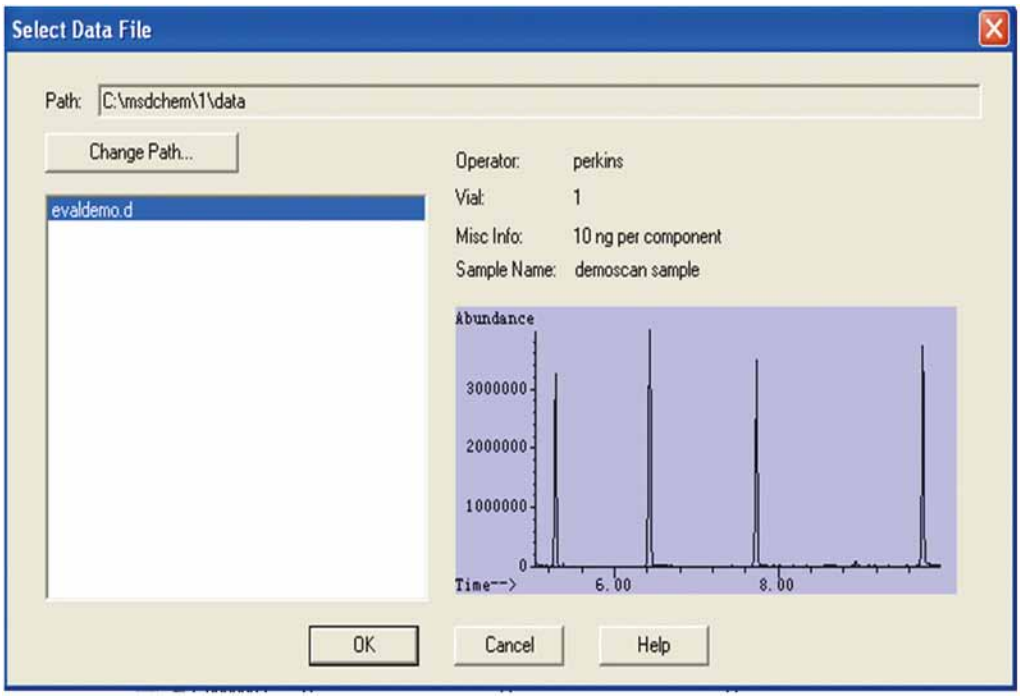
双击桌面上的“Instrument #1 Data Analysis”图标，

打开MSD的Data Analysis

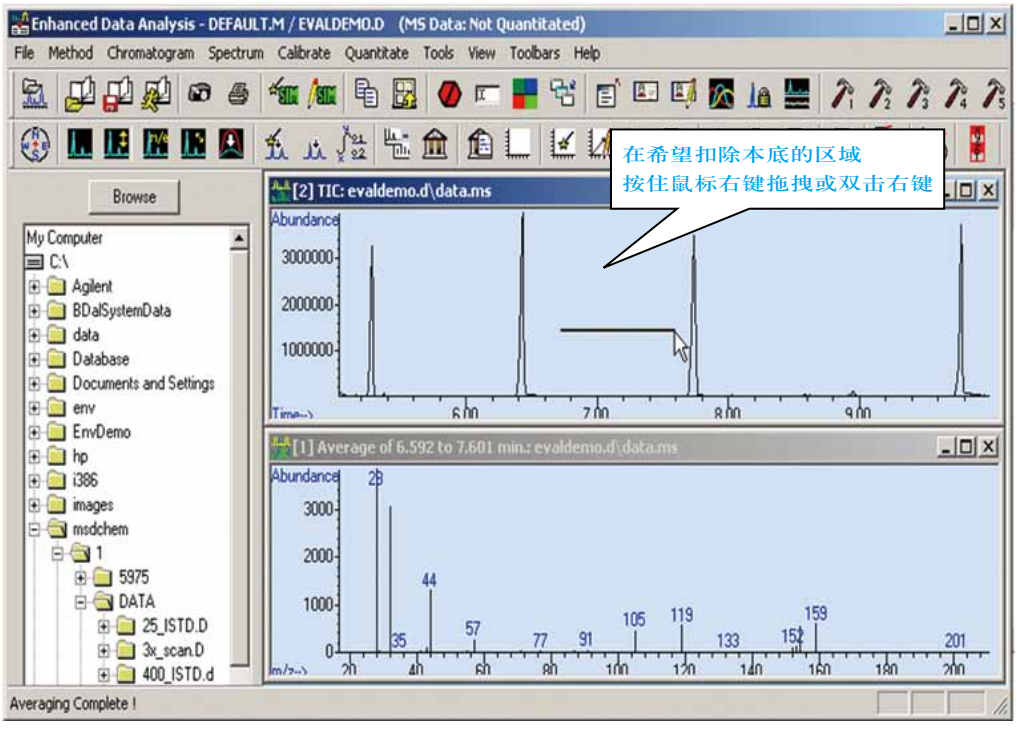
点击下图中圆圈中图标调入数据文件。



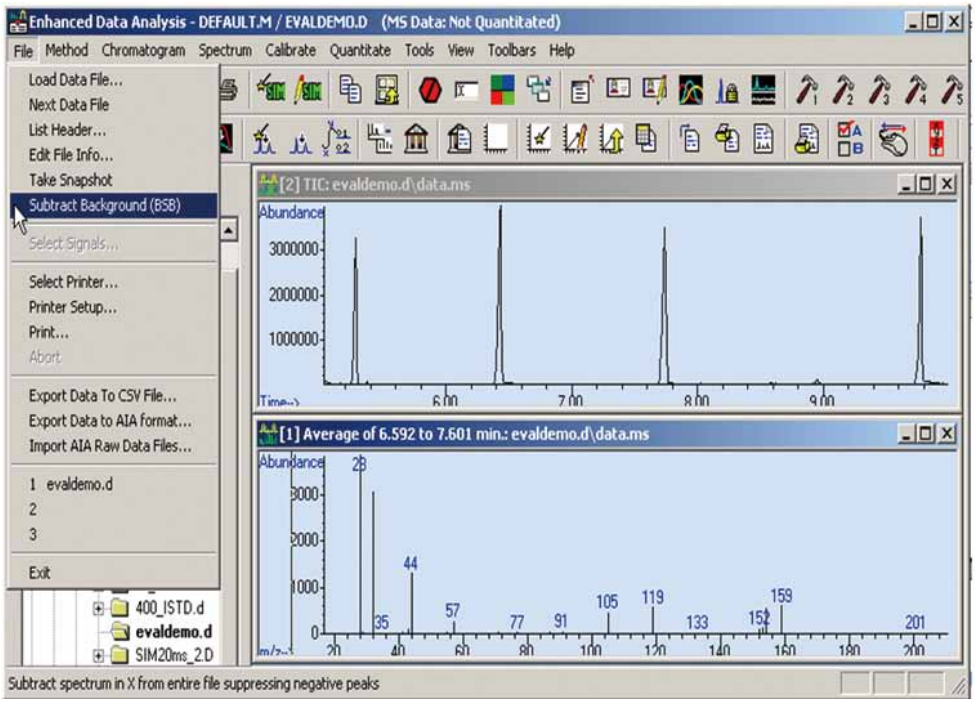
选择所要处理的数据文件，然后点击“OK/确定”



按下图所示本底扣除。



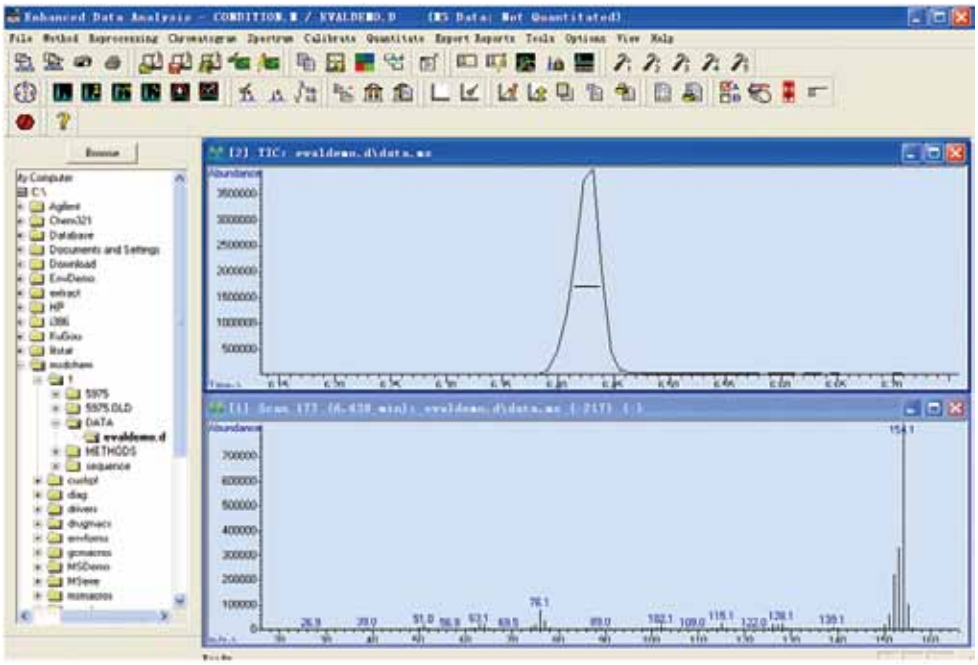
执行本底扣除操作。

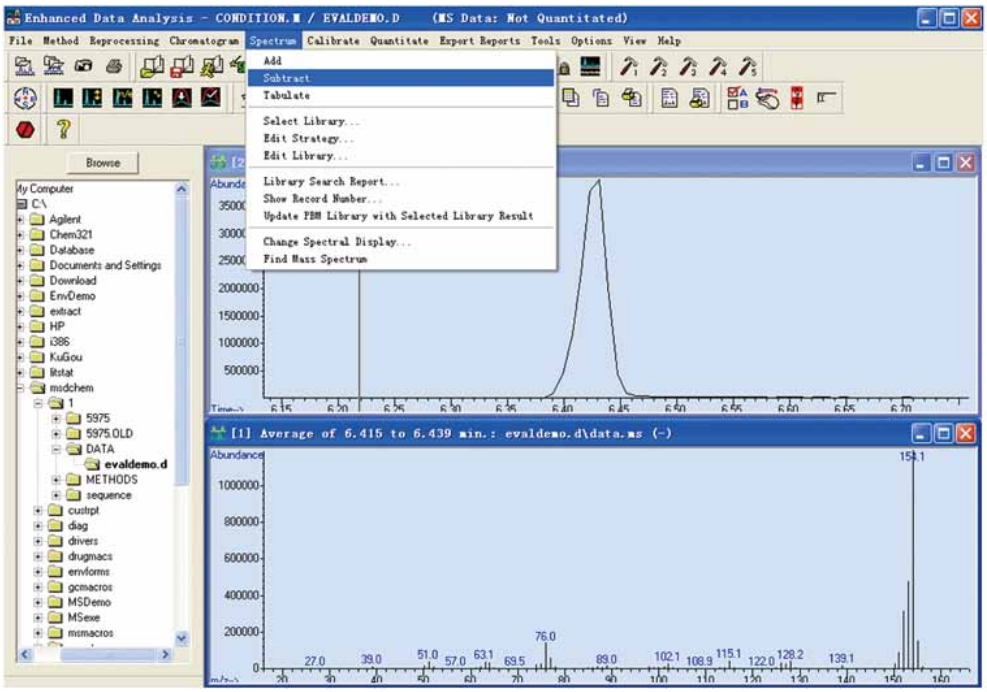


经过扣除本底的文件以原文件名保存在DATA/BSB文件夹中。

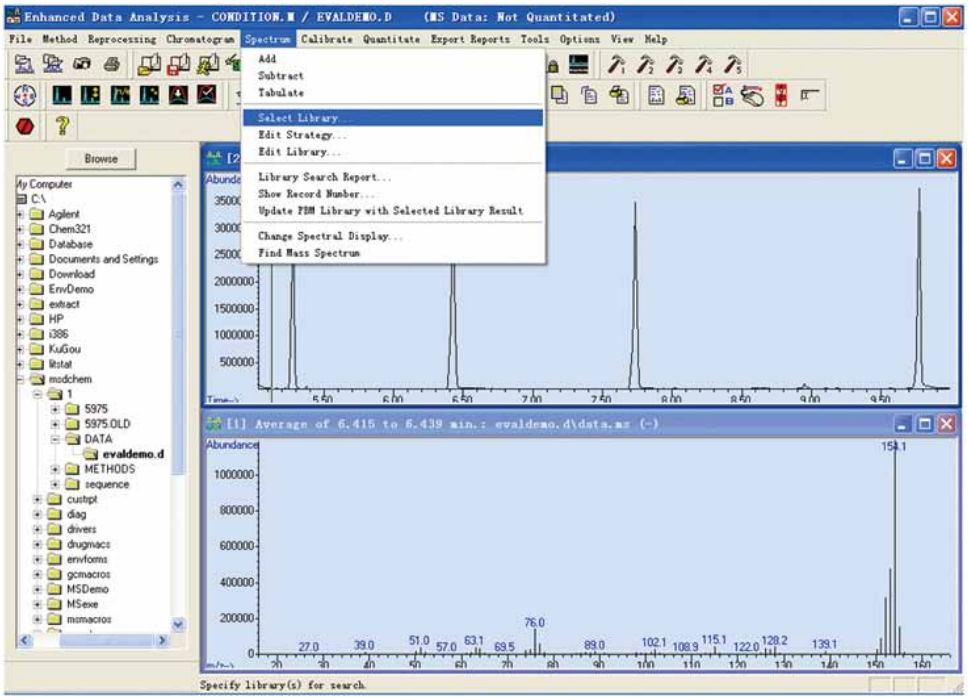
上述为整体扣除背景，如果想扣除单点背景，则可使用工作站的谱图相减功能，即按下面方式得到化合物的质谱图后，在右键双击峰附近基线的位置得到本底的质谱图，然后在菜单Spectrum下选择Subtract即可得到扣除本底后该化合物的质谱图。

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。

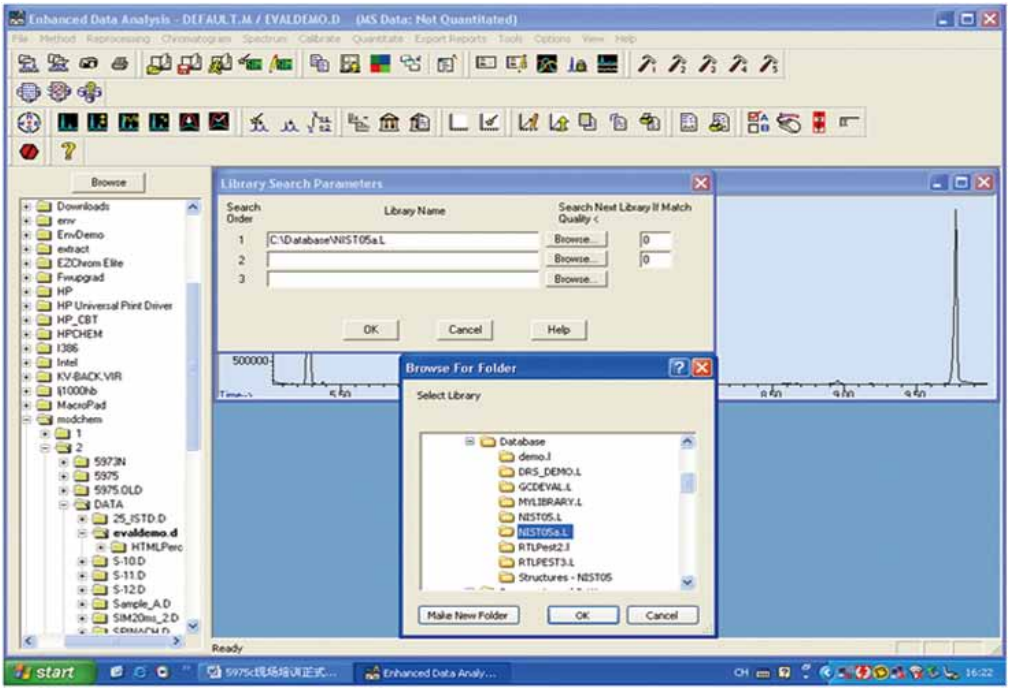




选择谱库：在Spectrum菜单下选择Select Library。

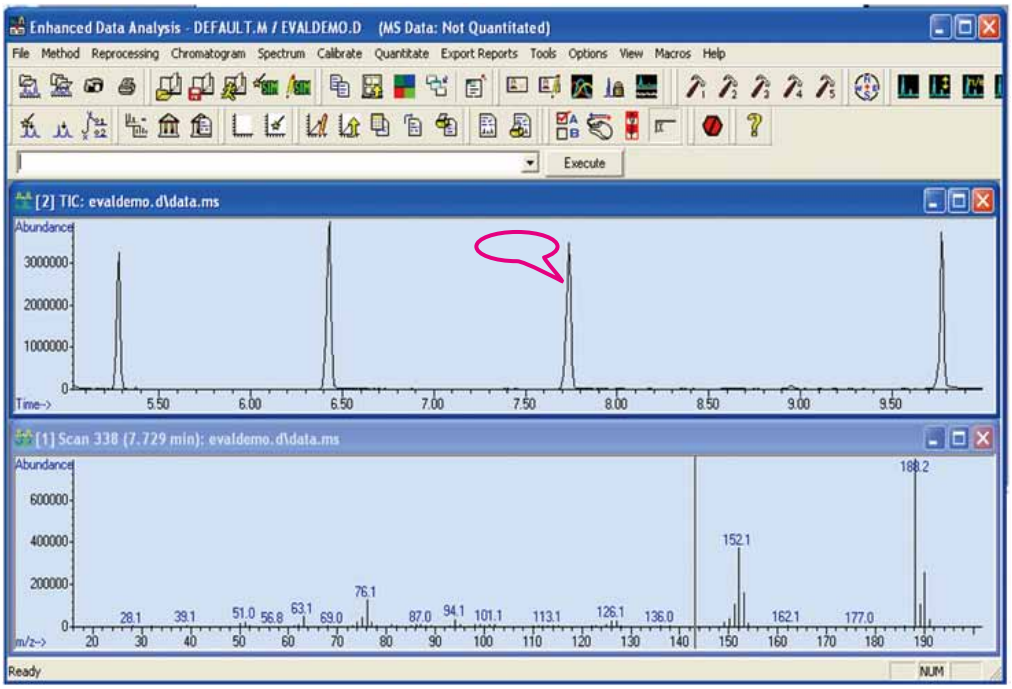


按“Browse/浏览”在Database目录下选择所需的谱库

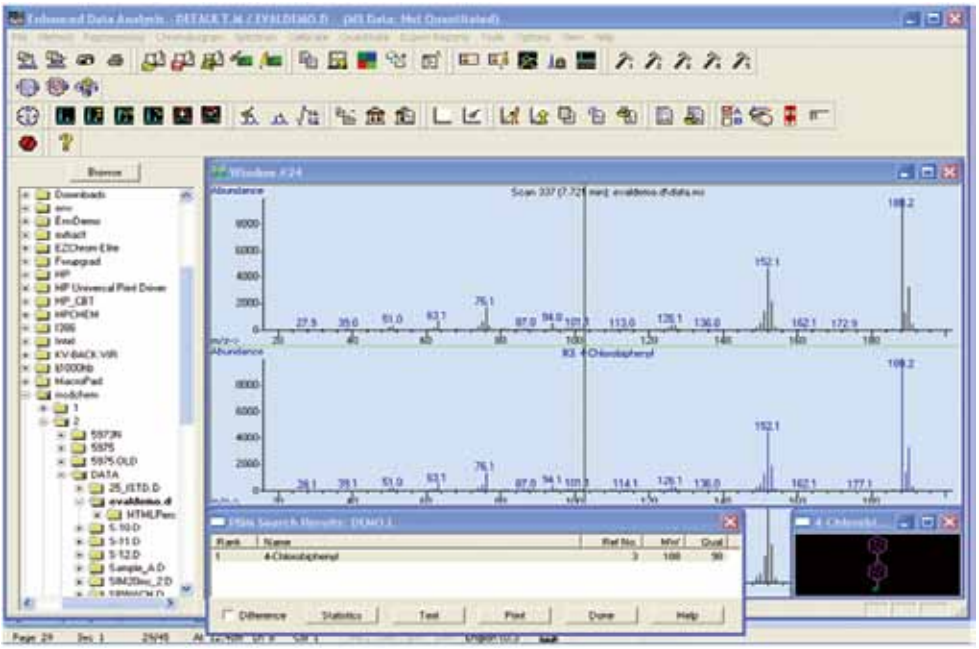


选中谱库名后点击“OK/确定”

在如图所示的总离子流图的峰位置双击右键得到该保留时间的质谱图；

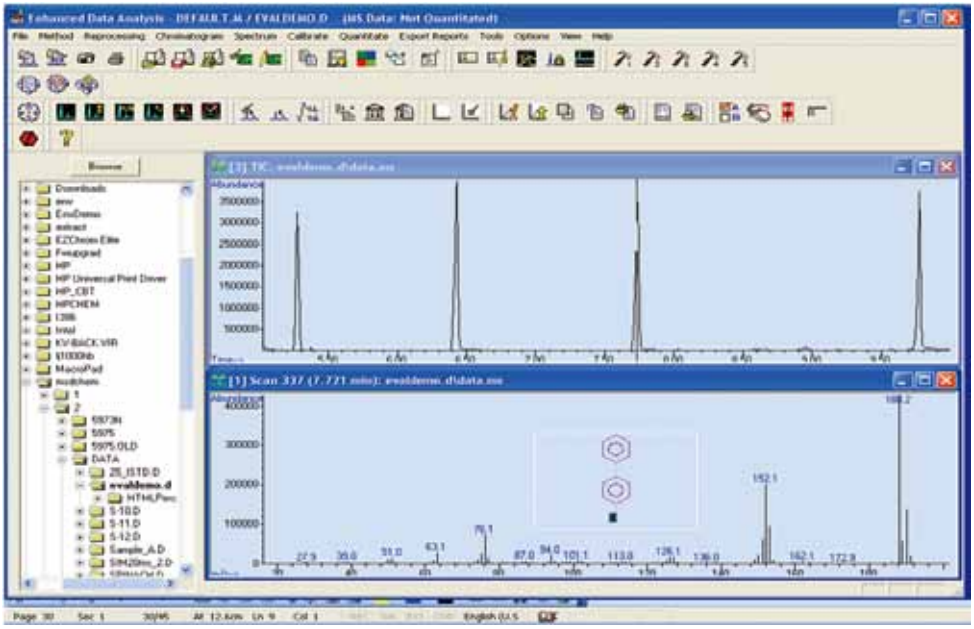


在得到的质谱图区域任意位置双击鼠标右键，即可得到该谱图在所选谱库中的检索结果



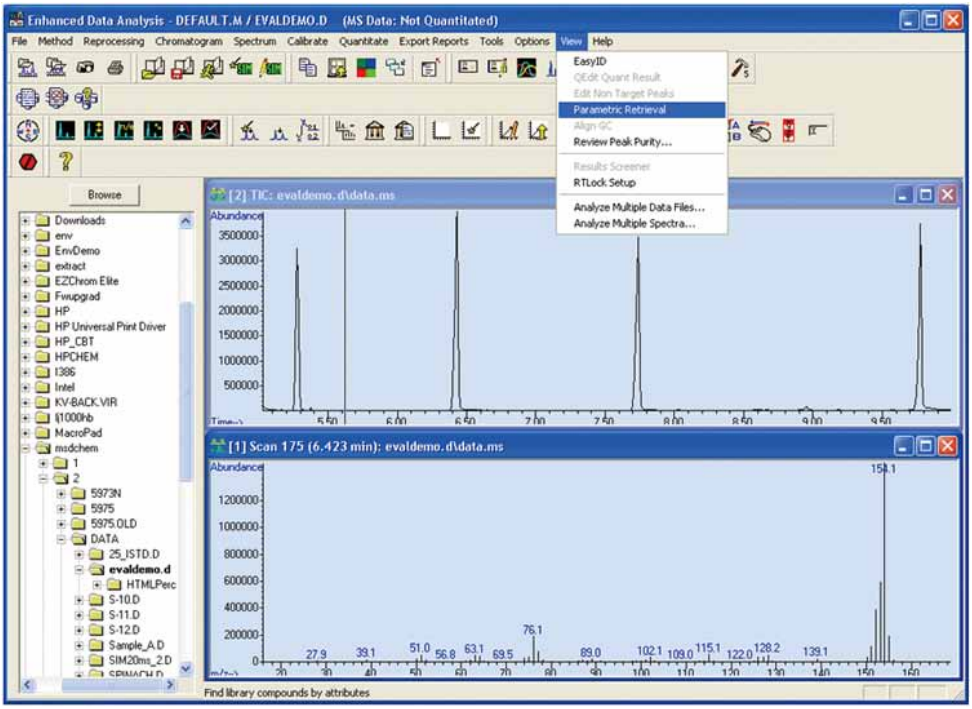
将结构式加注在质谱图上

在上图选择合适的检索结果，单击“Done/完成”，然后在质谱图的目标位置按住鼠标右键拖拽一个矩形即可将该化合物的结构式加注到谱图上。

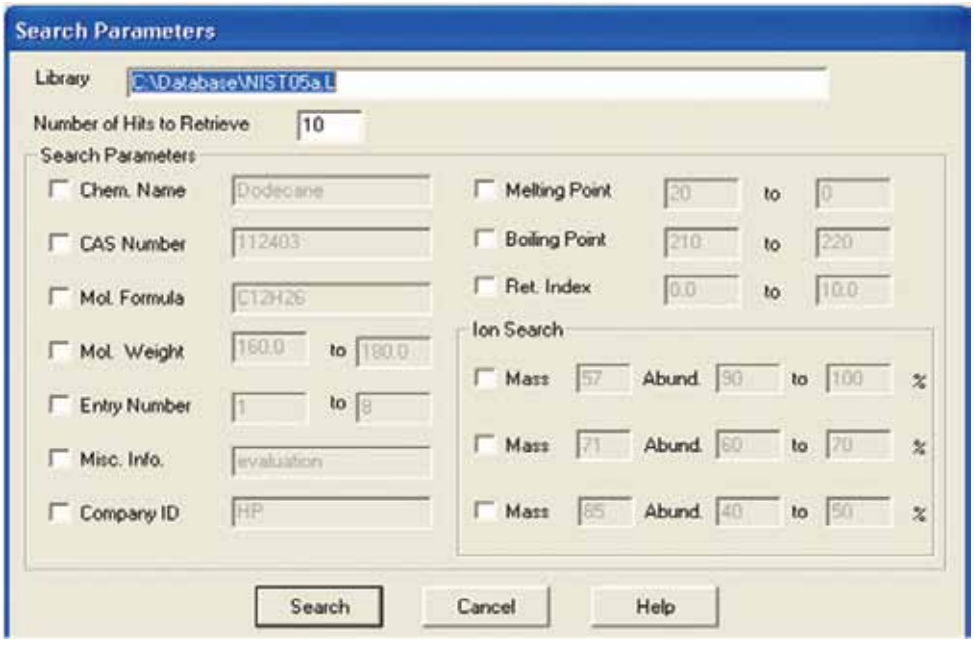


如果您购买了NIST谱库，若在谱库检索过程中没有结构式，使用如下步骤解决：

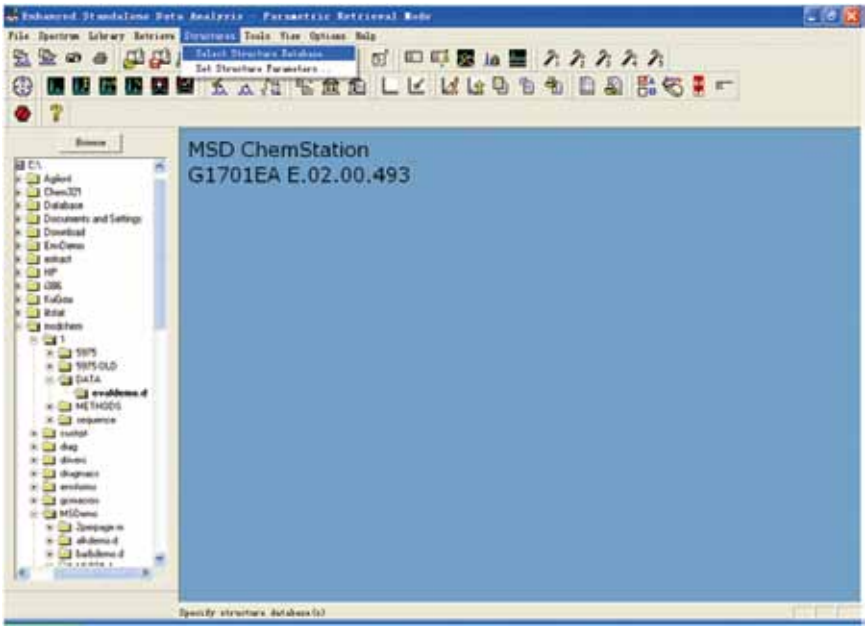
点击“View/视图”菜单，选择“Parametric Retrieval/参数检索”



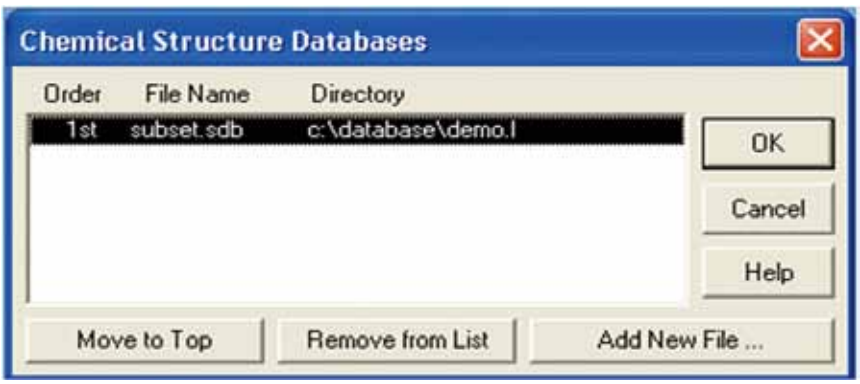
出现如下画面后选择“Cancel/取消”



点击“Structure/结构”菜单，选择“Select structure database/选择结构库”

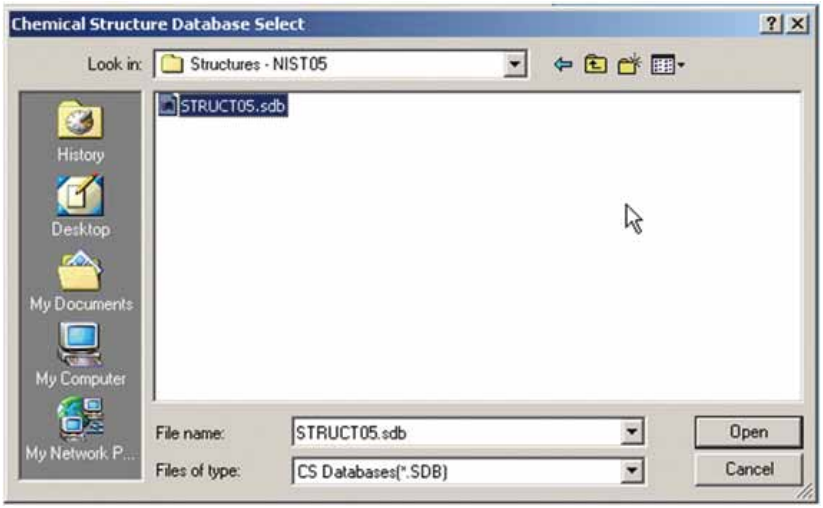


出现如下画面：

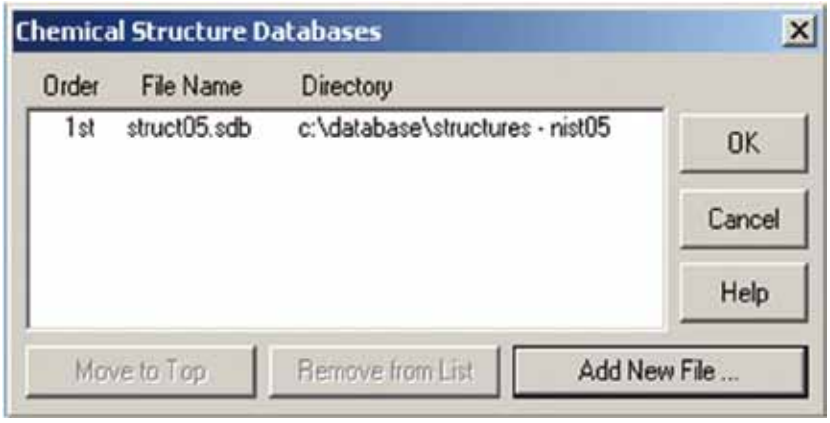


如果原先的文件为Demo谱库中的结构式库，选中该文件然后点击“Remove from List/从列表中删除”，接下来点击“Add New File/添加新文件”

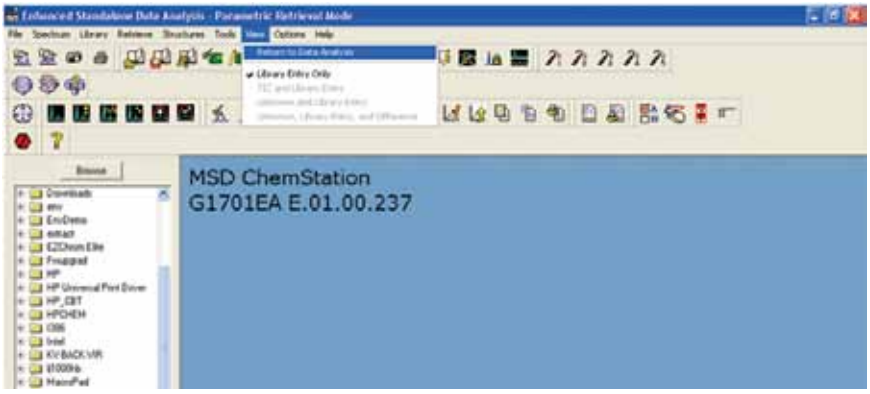
选中Database文件夹下的Structures-NIST05文件夹，如下图在Structures-NIST05文件夹下选中STRUCT05.sdb文件，然后点击“Open/打开”



出现下图后，单击“OK/确定”，如果使用NIST 02，请选择Molestruc文件夹并做相应选择。

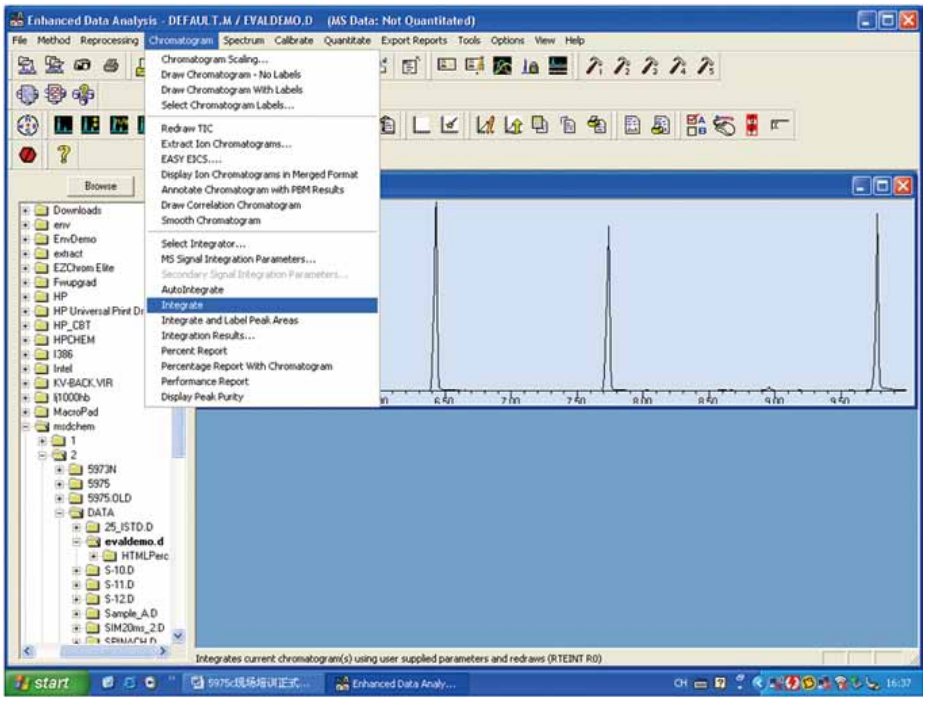


由于目前数据分析仍处于Parametric Retrieval/参数反检索模式下，点击“View/视图”菜单然后选择“Return to Data Analysis/返回到数据分析”返回到正常的数据分析模式。

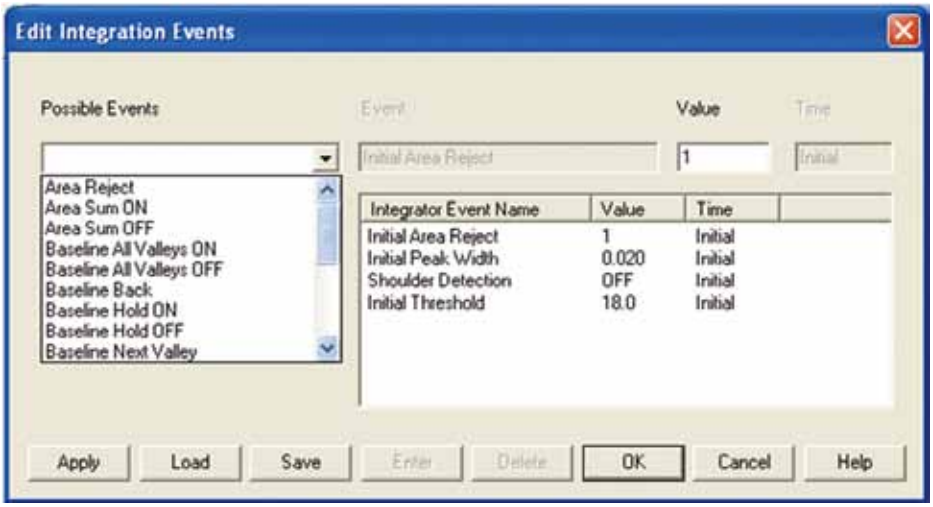


百分比报告

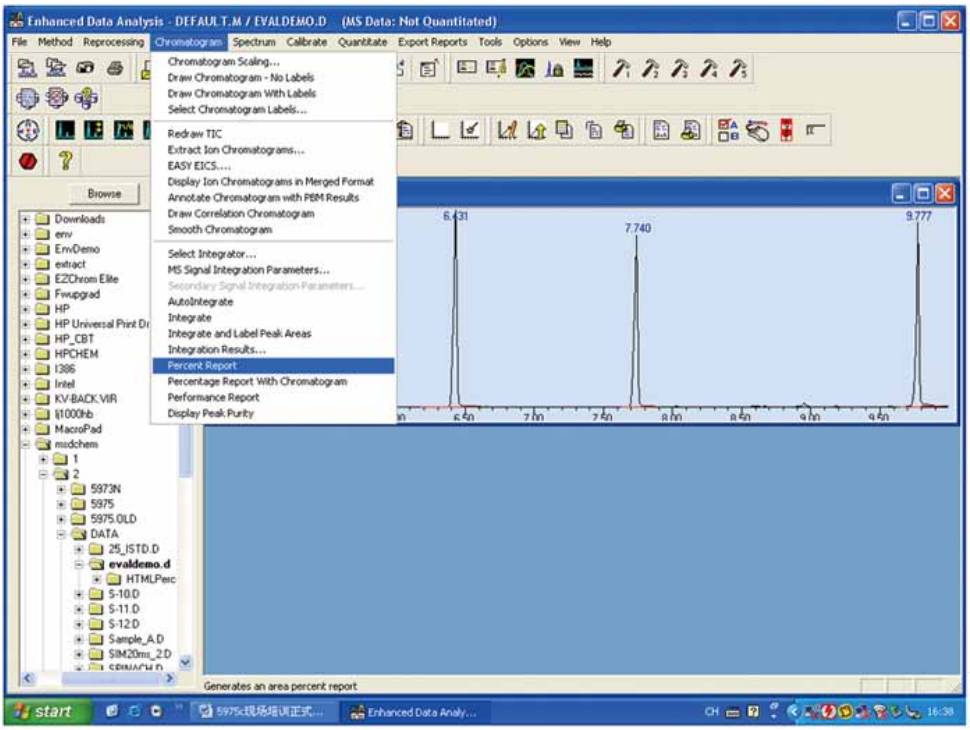
在Method/方法下调入采集此数据的方法，然后积分。



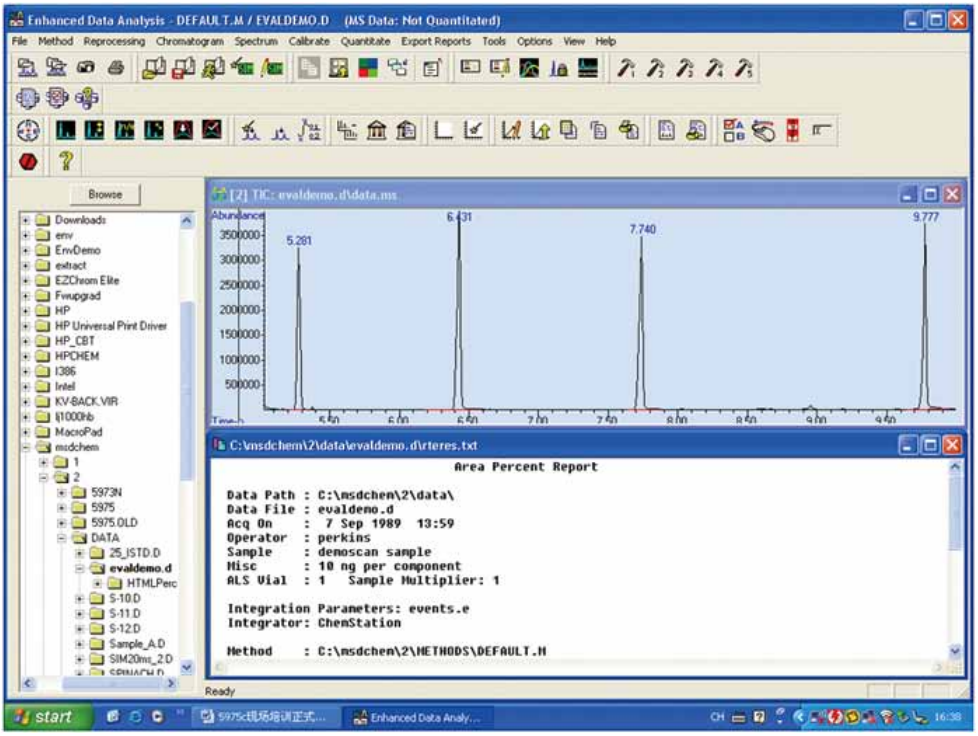
通过点击“Auto Integrate/自动积分”或“Integrate/积分”得到积分结果，如果对自动积分的结果不满意，可以到Chromatogram/色谱图菜单选择“Ms Signal Integration Parameters/质谱信号积分参数”更改积分参数，然后选择“Integrate/积分”，直到得到满意的积分结果。



选择百分比报告



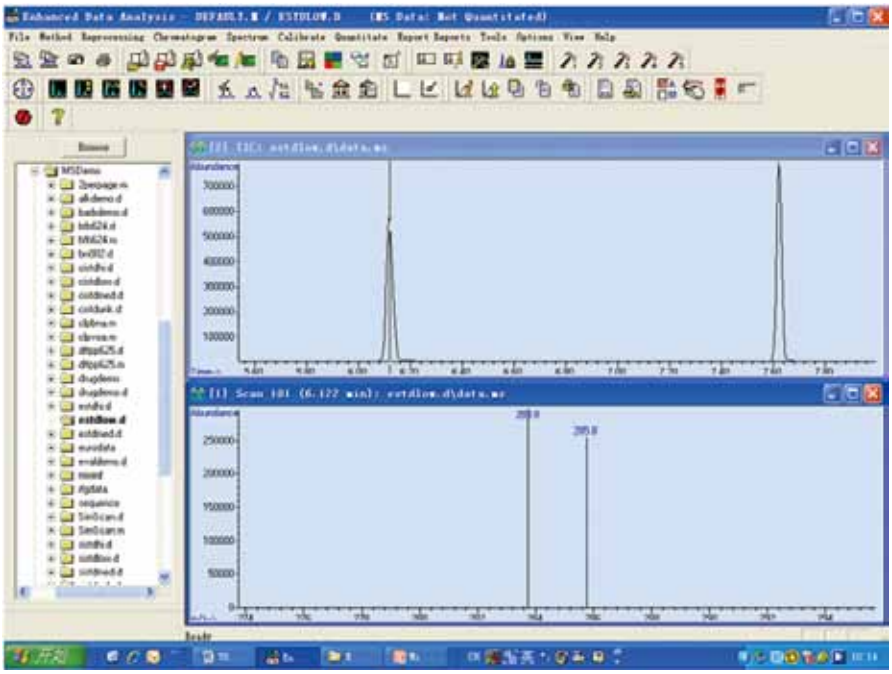
结果显示如下：



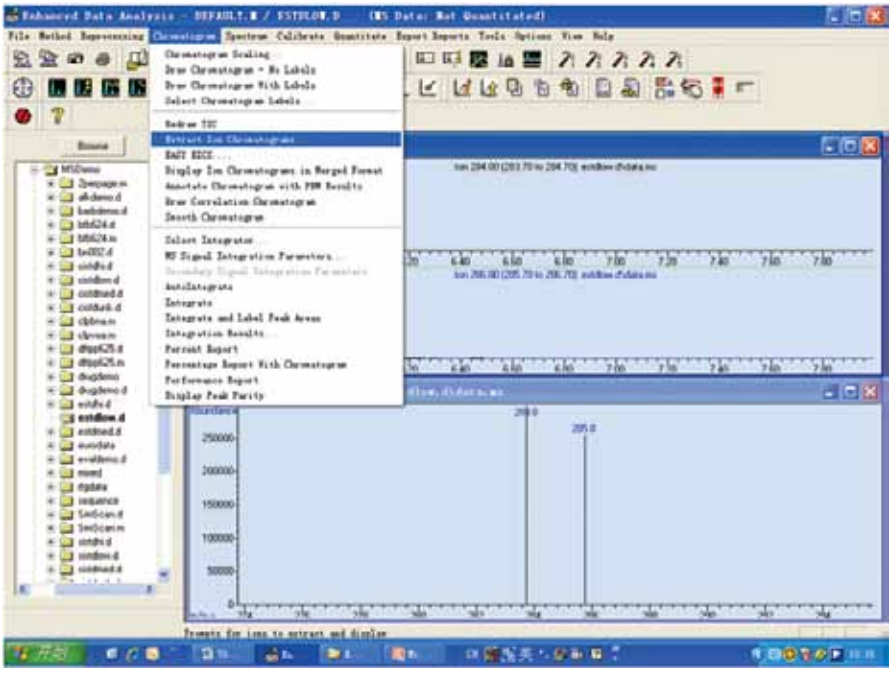
要想得到好的积分结果，积分参数的优化非常重要。如threshold（斜率灵敏度）就直接影响到一个峰的积分起始位置。

外标法定量

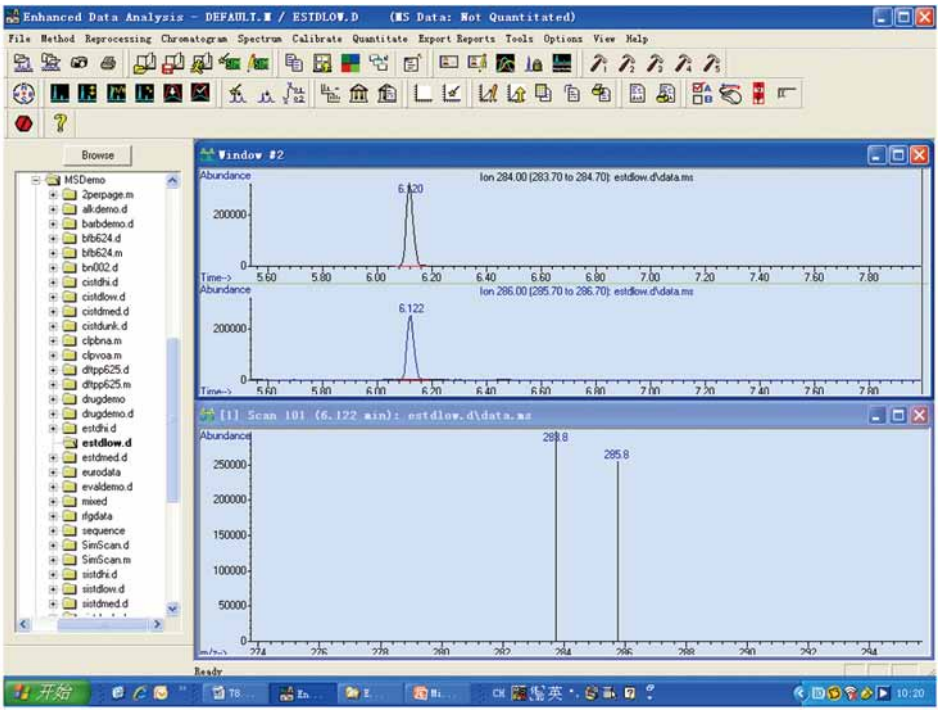
调出要制定的标准曲线中最低浓度的数据，右键双击要定量的峰，选择合适的目标离子和参考离子（或参考文献、标准等选取）：



使用EIC功能提取目标离子和参考离子：

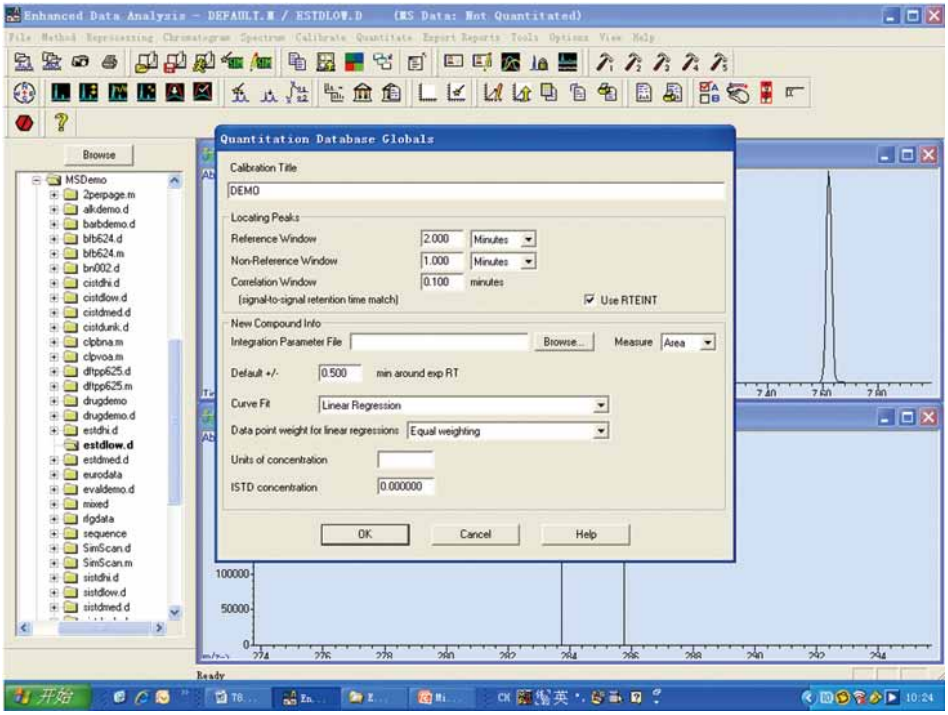


优化积分参数，确保目标离子和参考离子都能够得到好的积分：

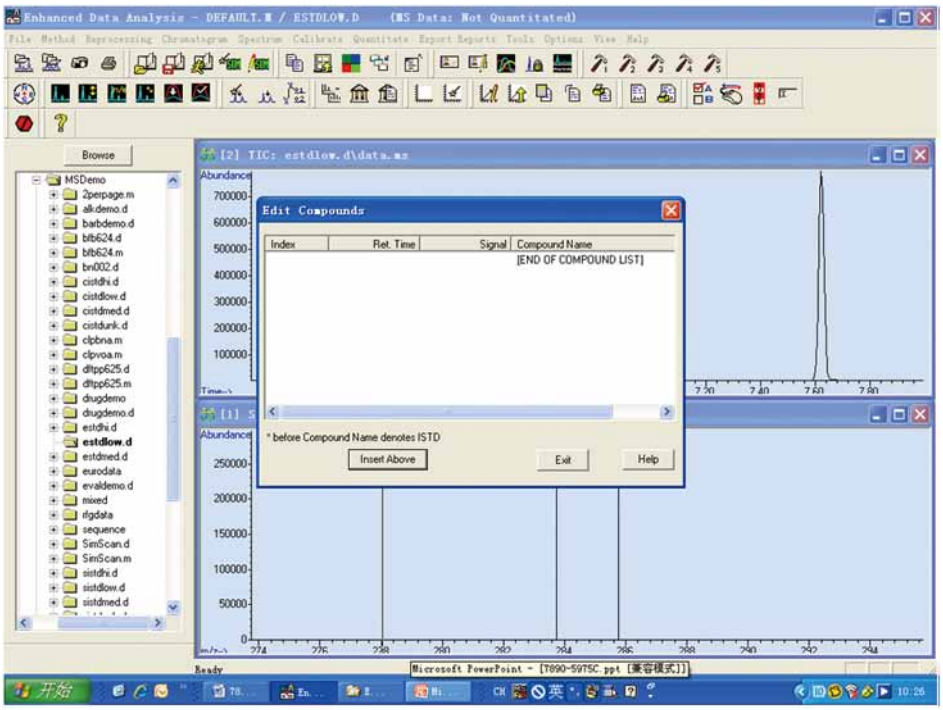


设定定量参数：

点击“Calibrate/校正”菜单，选择第一项“Set up quantitation/设置定量”进入定量设置界面：

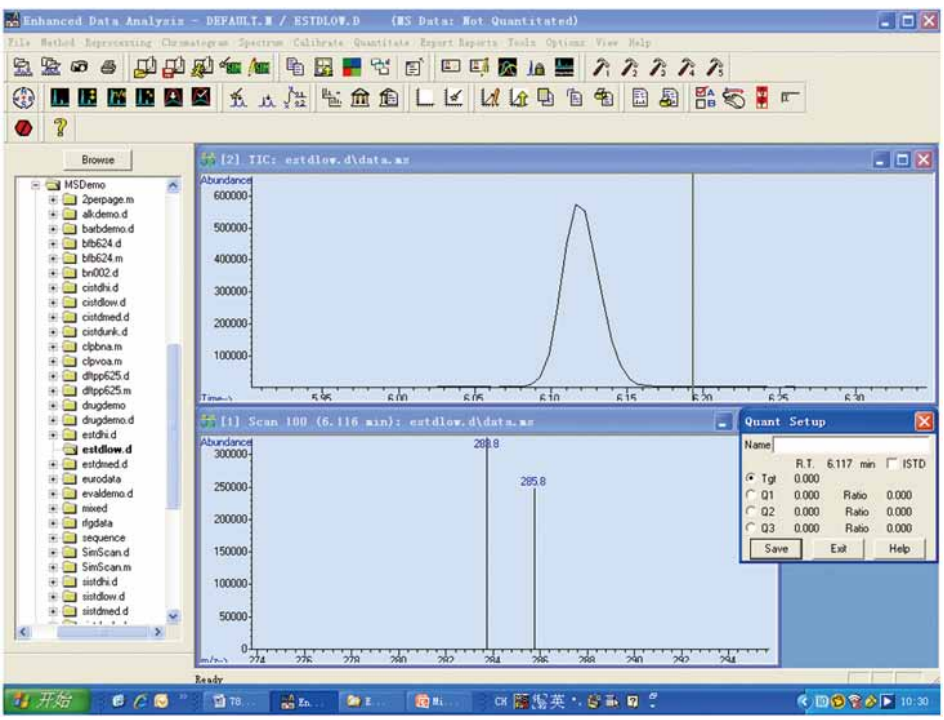


为定量曲线取个名字，并选择合适的曲线类型等，点击确定进入下一界面：

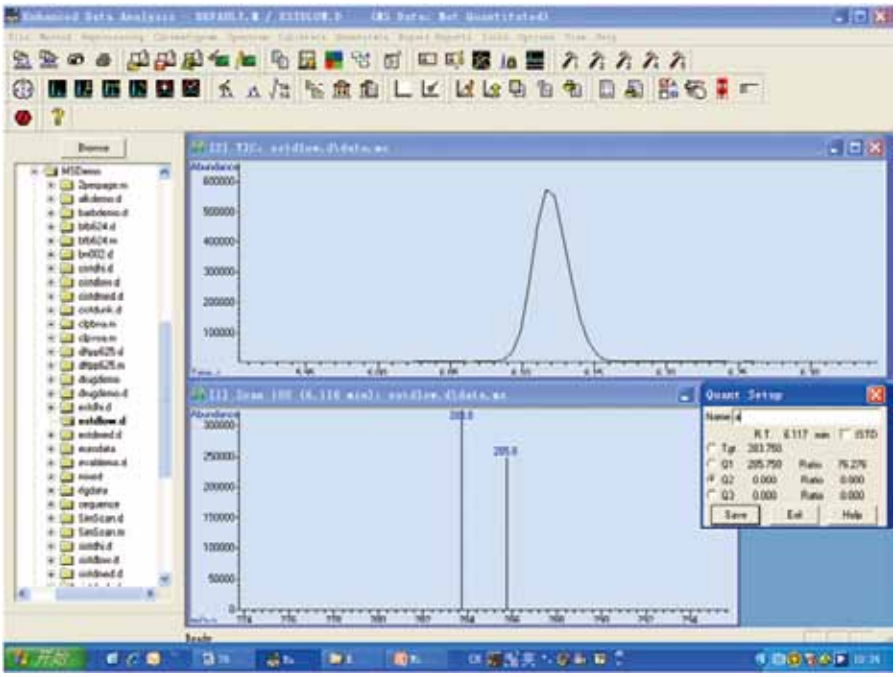


点击“insert above/插入上方”进行定量离子的编辑。

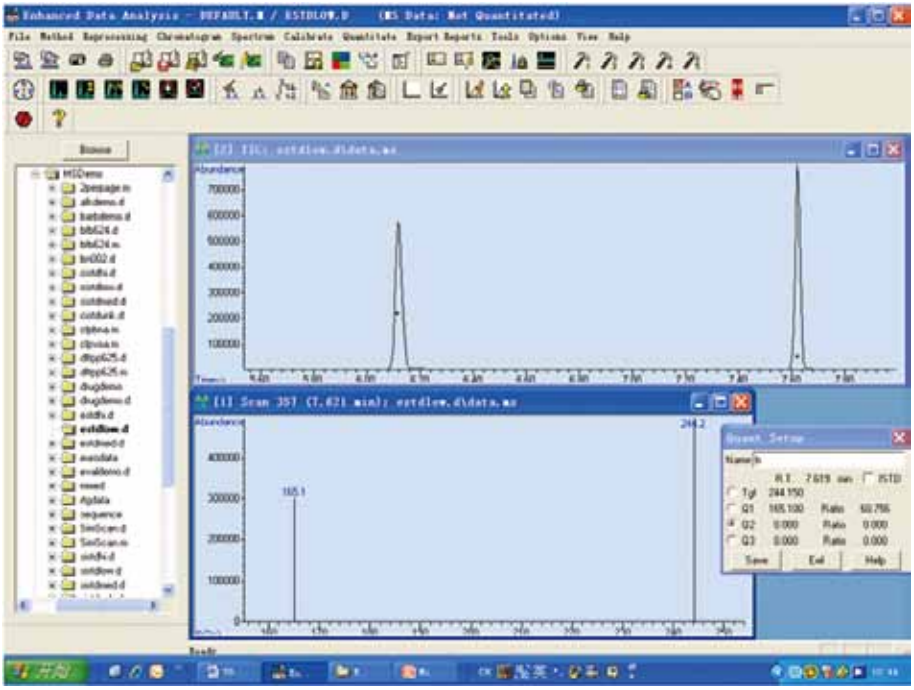
可用左键画框的方式将要定量的第一个峰放大，然后右键双击得到质谱图：



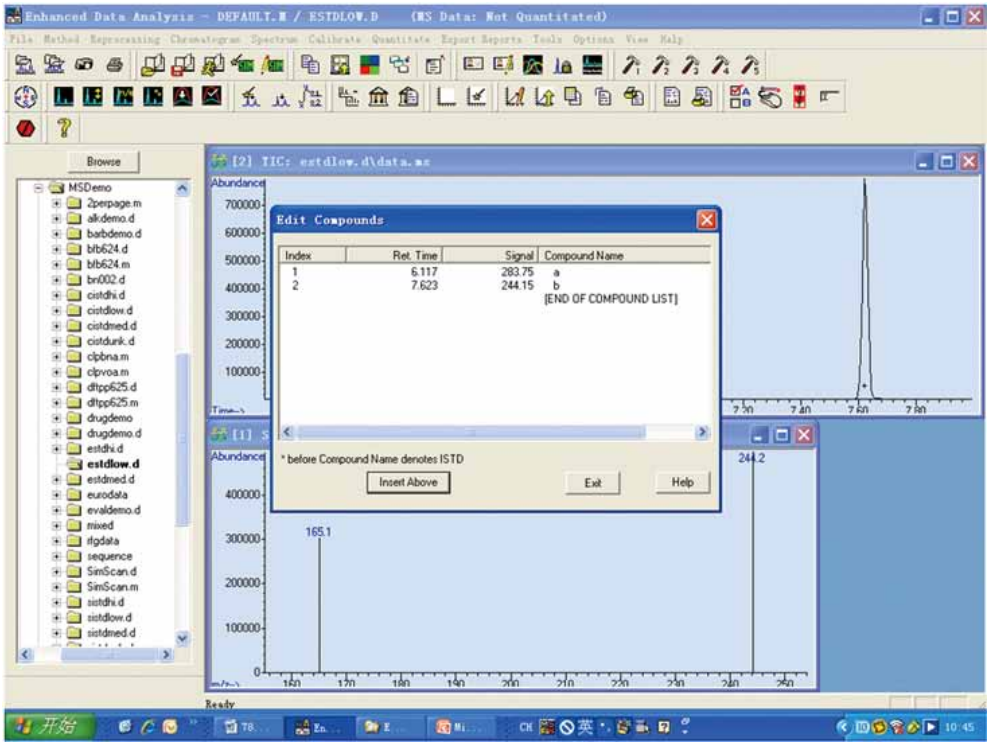
在“name”框中输入该化合物的名称，然后将鼠标移至目标离子，左右键同时点击将其选取到定量表中，使用同样方法选取参考离子



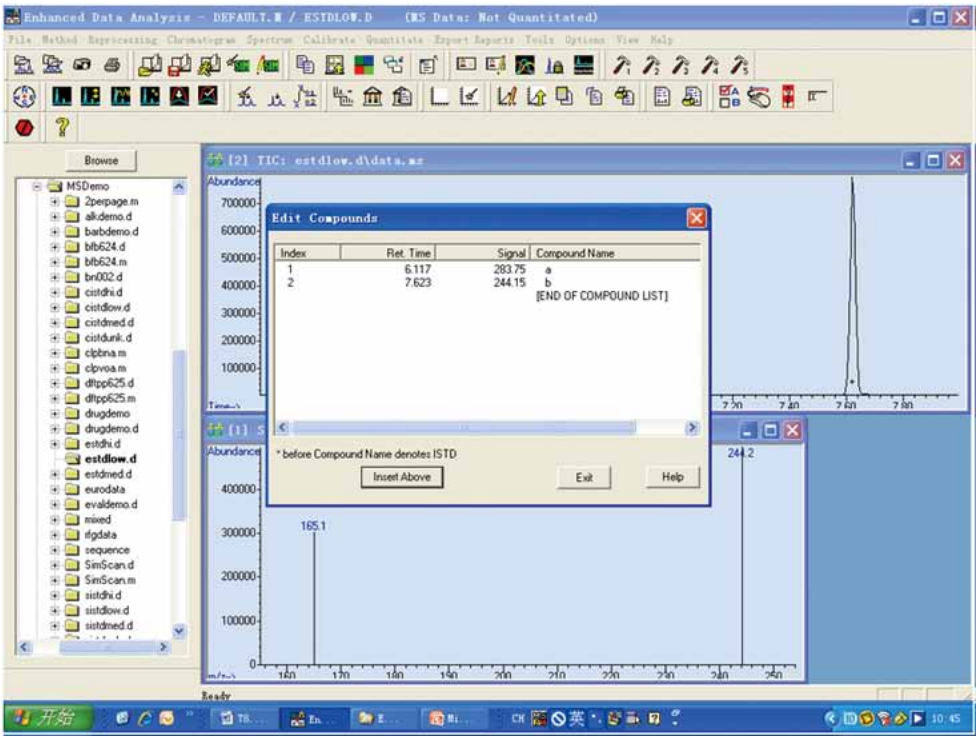
点击“Save”完成对该化合物的编辑，同时进入另一个化合物的编辑。



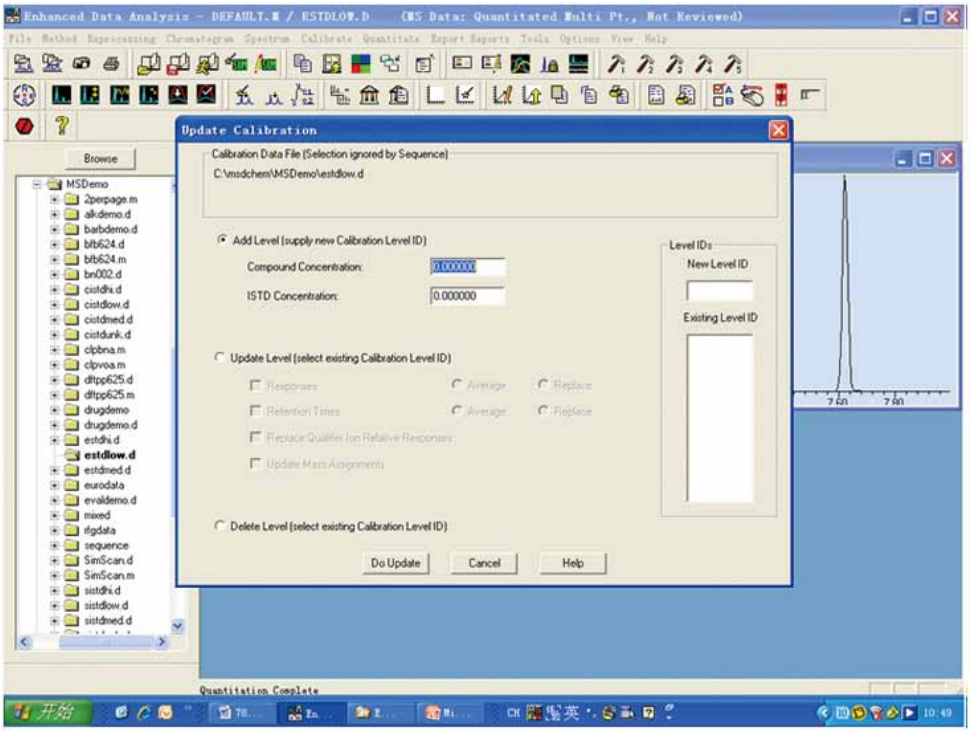
等所有化合物设定完成后，点击Exit退出编辑界面：



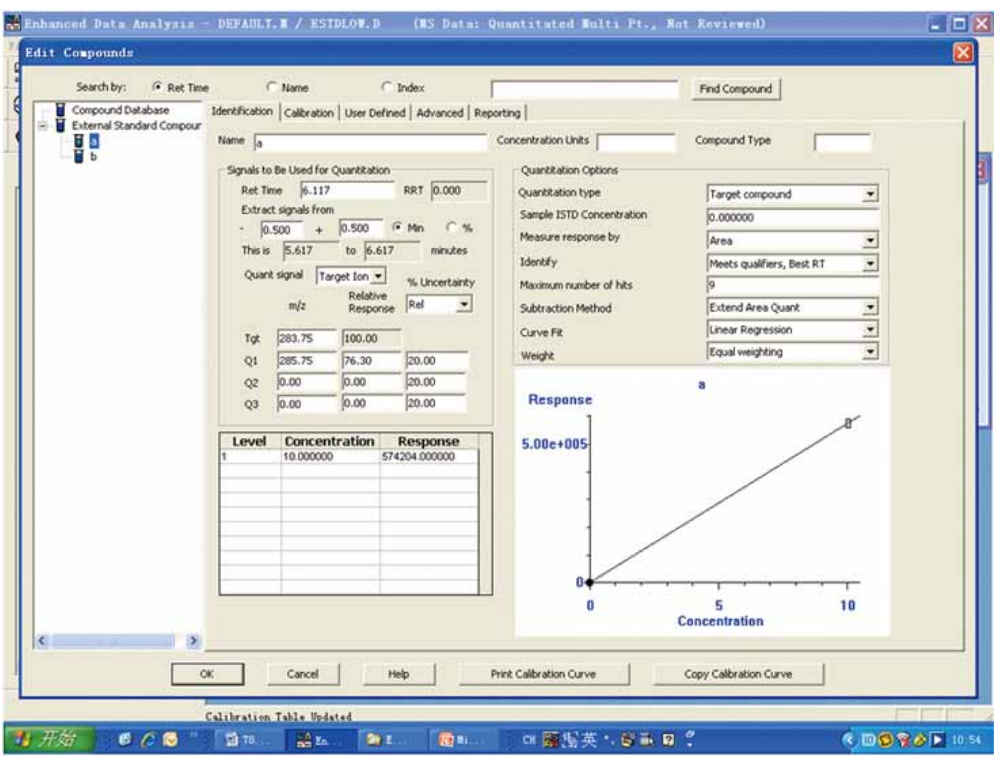
再次点击Exit，



在弹出的对话框上选择 “Yes/是”进行定量校正。

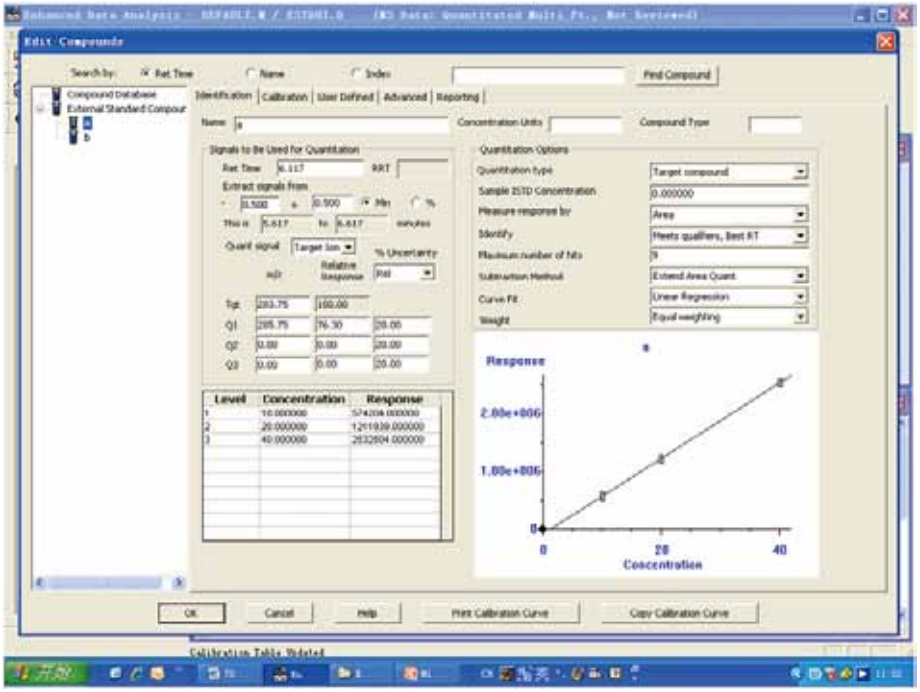


输入该校正点化合物的浓度，在level栏里面输入“1”，点击“Do Update”完成第一个点的校正，弹出的对话框显示的是校正过的各化合物的曲线等信息，如果有的化合物浓度不一致，在此可修改。



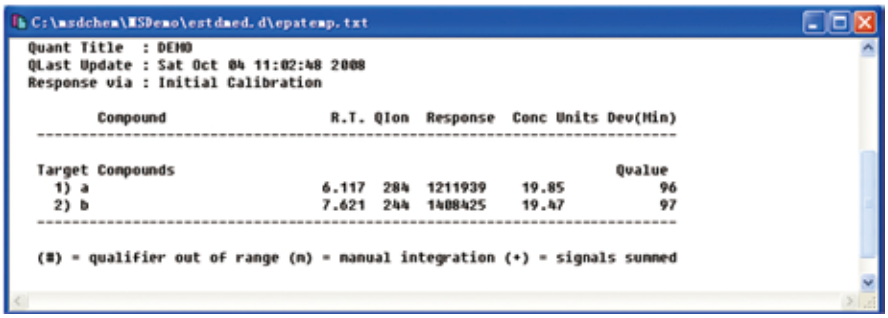
相对于第一个校正点来说，后面的校正点的加入就简单得多了，点击OK并选择Save退出校正界面。

调出第二个校正点的数据，在“Calibrate/校正”菜单下选择“Update/升级”，在弹出的对话框中选择“Update one level/升级一个级别”，在选择Yes进入第二个级别的校正，只要输入该级别化合物的浓度以及级别“2”然后点击“Do Update”即可。同样方法完成所有级别的校正。



* 注意校正完成后要及时将方法保存。校正曲线是与分析方法保存在一起的。

要对未知样品进行定量，需调出该数据，然后在“Quantitate/定量”菜单下选择“Caculate/计算”即可得到结果：

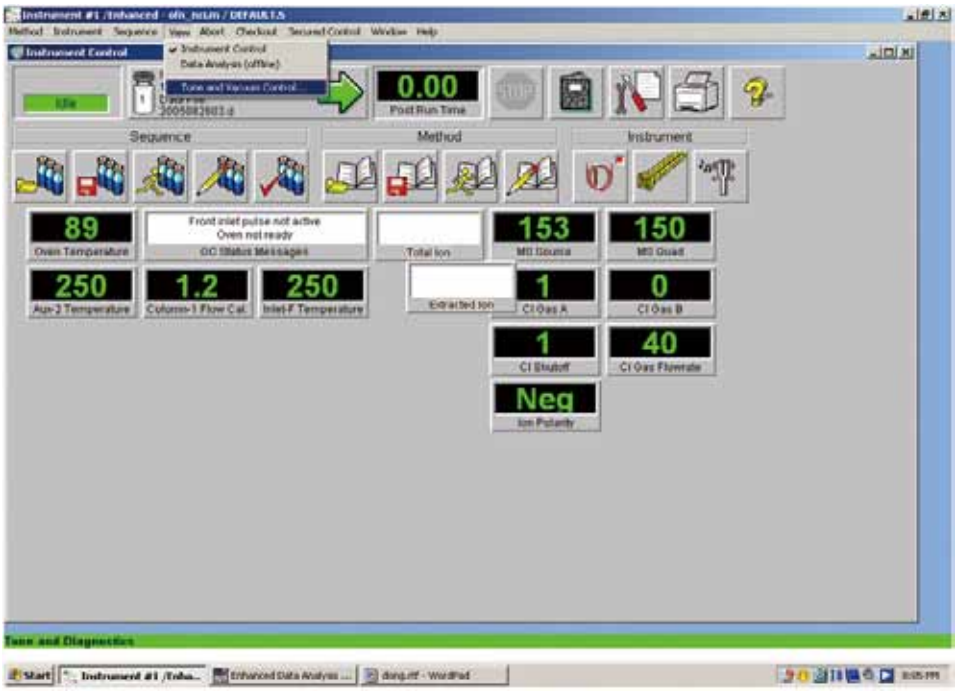


* 以上外标法为现场培训所用，目的为让用户了解简单外标定量方式，不保证与安捷伦大学所授一致，详细内容请参加正式培训。

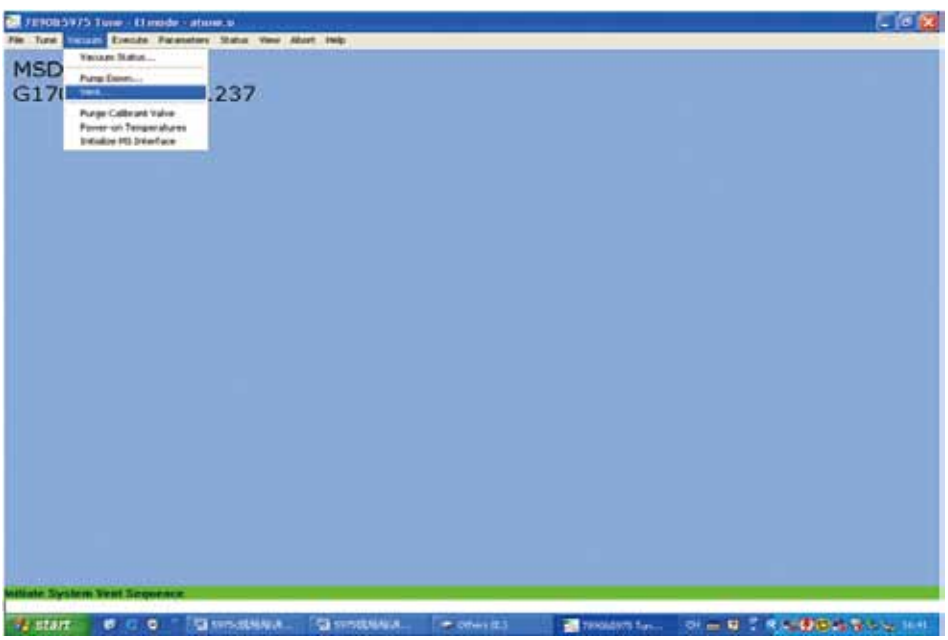
* 到安捷伦大学参加培训了解更多定量方式……

关　机

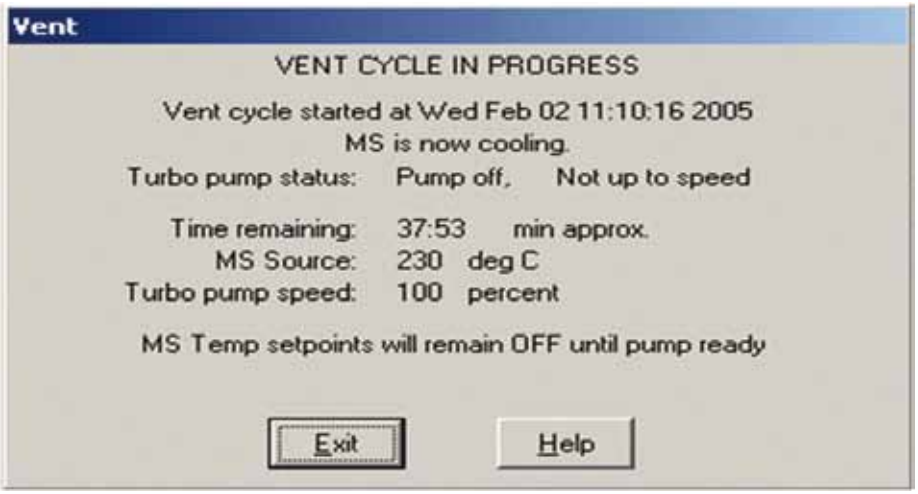
在操作系统桌面双击Instrument #1图标进入工作站系统进入Tune and Vacuum Control/调谐和真空控制界面



选择“Vent/放空”



在跳出的画面中点击“OK/确定”进入放空程序。



- MSD的接口温度由7890控制，在E02版本以上工作站中选择放空后会自动设置成OFF停止加热，您也可以在放空前调用一个预先编好的GC关机程序，将接口温度设置成OFF，避免烫伤!

如果是涡轮泵系统，需要等到涡轮泵转速降至10 percent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GC、MSD电源，最后关掉载气。

GC及MSD的维护与保养

有关GC及MSD的维护与保养请参阅Agilent出版物

1、《Agilent GC 系统的维护》出版号：5988-5847CHCN

2、《GC/MS系统的维护与保养》出版号：5988-3960CHCN

3、《Maintaining your Agilent GC and GC/MS Systems》出版号：5989-1925EN

如需以上资料请致电Agilent 化学分析部用户服务中心免费专线：800-8203278或访问我们的网站：www.agilent.com/chem

附：GC-MS 化学电离源（CI）操作

1. 注意事项

- 使用纯度高于99.999%的反应气
- 将甲烷反应气接在A通道；甲烷钢瓶减压阀输出调至20psi（或0.14Mpa）
- 软件自动流量控制显示的为总流量的百分比（甲烷反应气总流量为5ml/min）
- 当关闭A或B路反应气而打开B或A路反应气时，系统设置了6min的延迟时间
- CI电离源可以在不放空的情况下当作EI电离源使用，请存为单独的EI-CI调谐文件
- 当从EI源换成CI源时，建议首先将系统设定为PCI模式。

2. 化学电离源的安装

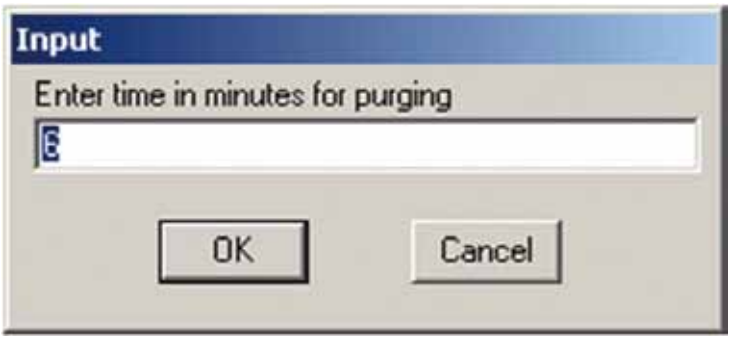
- 放空质谱真空系统，关闭仪器电源和化学工作站
- 待质谱系统温度降到接近室温（放空设置为离子源100℃）后，向左侧翻转质谱仪顶盖，用VENT阀放空系统，断开连接线，打开分析器的侧板
- 用干净的镊子断开各种连接线，小心取出EI电离源，放置在电离源专用盒中
- 从电离源专用盒中取出化学电离源，小心装在分析器上，用专用螺丝固定好离子源，正确连接各种连接线，安装化学电离源锥形密封帽到毛细管出口的接口上
- 检查各种连接线是否正确，关闭VENT阀和分析器侧板

打开侧板后的所有操作均要戴干净的手套进行，换下来的电离源应放置在专用盒中，避免污染。

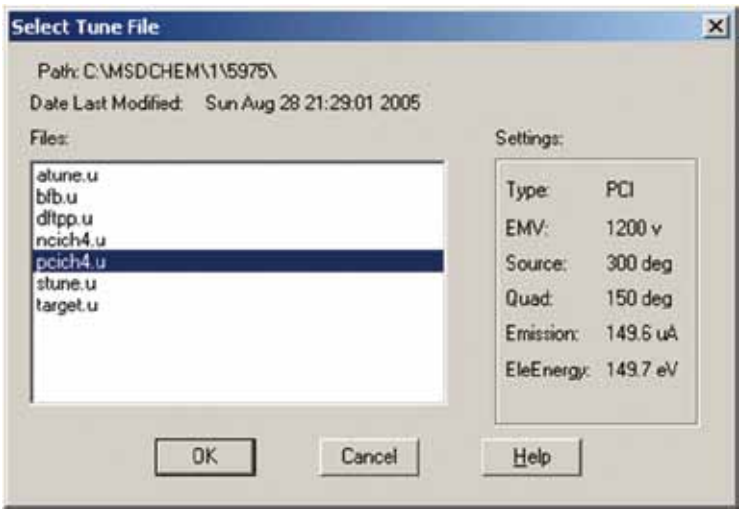
3. 化学电离源的操作

- 打开载气、反应气开关，确保各个接口不漏气；
- 打开GC、MSD电源开关，（将真空腔侧板向里推，防止侧板漏气）；
- 打开 MS化学工作站，进入调谐和真空控制系统，PUMP DOWN质谱系统，依照以下步骤进行。

- 确认CI接口处的弹簧已经放入，确认管线已经连接，确认Purge的时间。



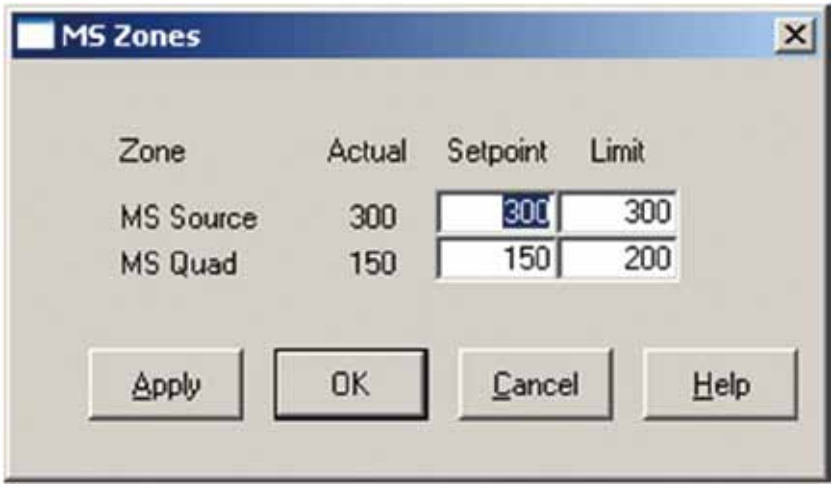
- 选择调谐文件。



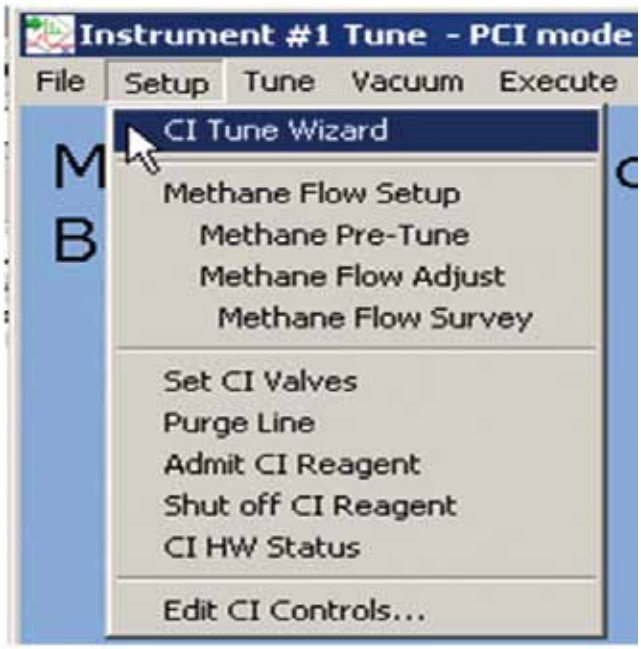
4. 调谐

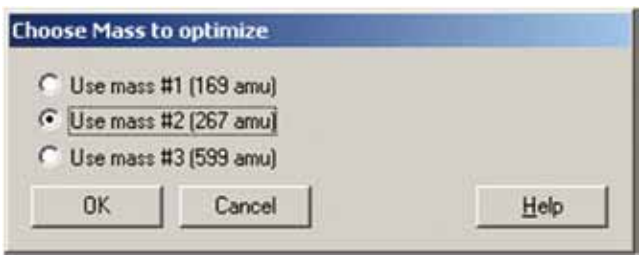
- 调谐前烘烤整个系统至少两小时，对NCI，为获得最好灵敏度，需要24小时；

	PCI	NCI
离子源	300℃	150℃
四极杆	150℃	150℃



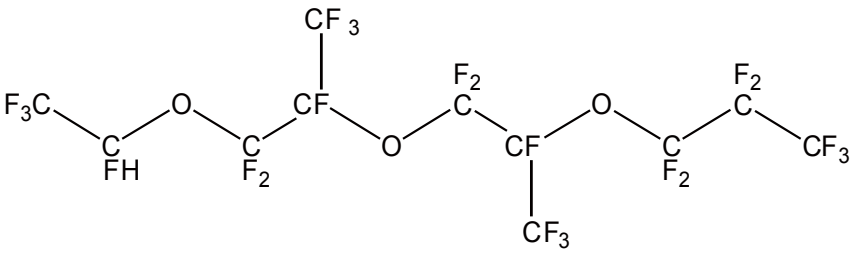
- 调谐设置：如用甲烷做反应气，调用PCICH4.U调谐文件，待系统达到稳定状态后，进入Tune and Vacuum Control界面，在SETUP画面依次进行各步骤，在CI Tune Wizard接受各步骤的缺省值，依据您要分析的化合物的m/z选择要优化的质量数，以提高其灵敏度。



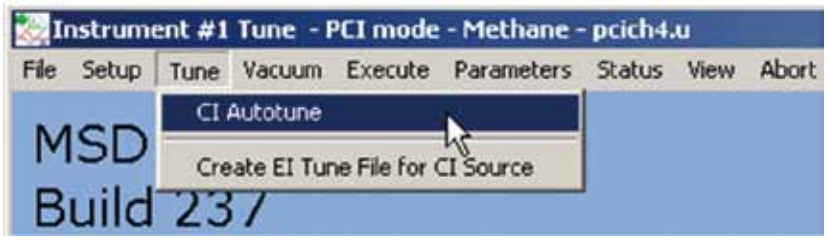


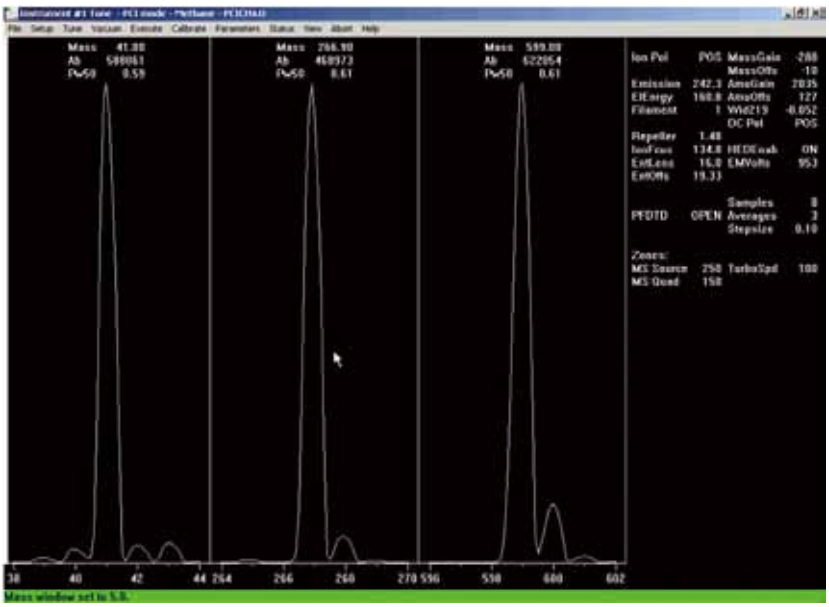
- 甲烷流量设置：在Setup画面，选择Methane Flow Setup，此步会调谐仪器以优化甲烷试剂气离子m/z 28/27的比例，接下来进行甲烷流量调节，逐步增加甲烷流量并记录m/z 28/27的比例在1.5-5.0之间，然后软件进行Methane Flow Survey，选择合适的甲烷流量。
- 调谐：待系统达到稳定状态后，进入Tune and Vacuum control画面，如用甲烷做反应气，调用PCICH4.U，在Tune菜单下选择CI AUTOTUNE进行自动调谐，保存调谐文件。CI源调谐标样为：

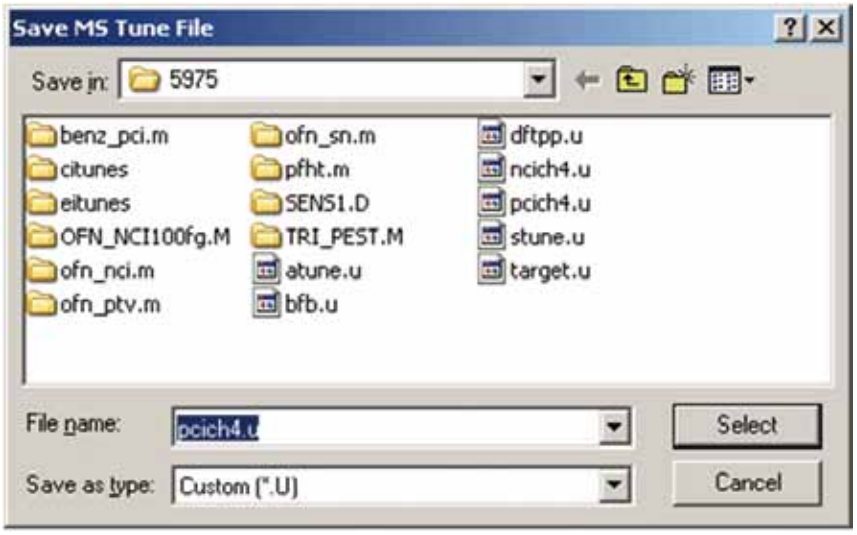
  PFDTD （2H-perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxadodecane）



分子式：$C_{11}HF_{23}O_3$　分子量：618.12





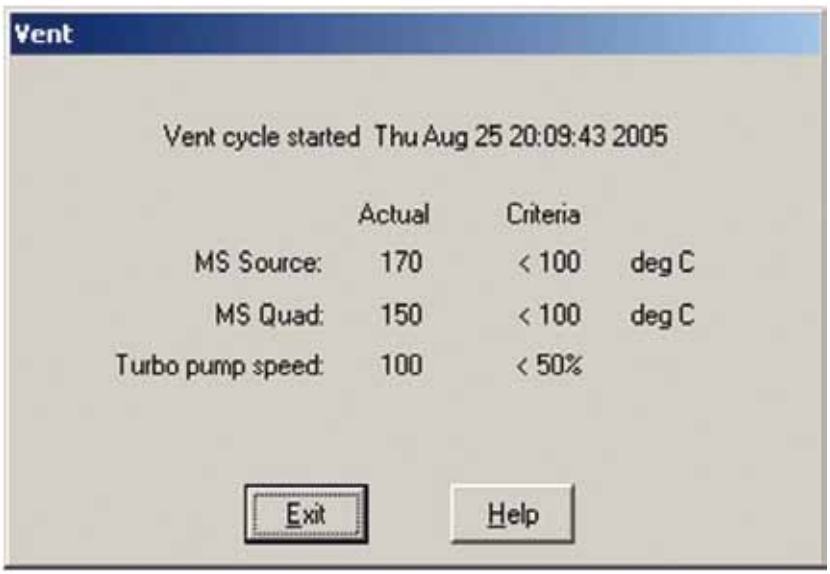


如果化学电离源自动调谐通过，表示系统已达到工作状态。

- 进入仪器控制界面，先在MS图标下选择pcich4.u或ncich4.u调谐文件，然后再设置GC和MS参数，保存方法并进行样品分析。否则离子源和四极杆的温度会按照当前方法中设置。
- 用CI方式采集数据时，可以将阈值适当降低些。扫描范围适当减小，（低质量端可以从较高质量数开始）。

5. 放空系统

- 进入调谐和真空控制系统，从真空控制菜单下选择VENT，根据提示逐步放空系统。



****注意：

安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任，我们会适时推出新版本的培训教材，恕不另行通知。