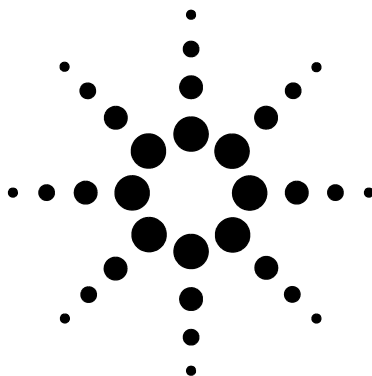




**Масс-селективный
детектор Agilent серии
5975**

**Руководство по
эксплуатации**



Agilent Technologies

Предупреждения

© Agilent Technologies, Inc., 2009

В соответствии с действующим в США и международным законодательством по охране авторских прав никакая часть этого документа не может быть воспроизведена в любой форме и любыми средствами (в том числе электронными средствами накопления и обработки информации), а также переведена на другой язык без предварительного письменного разрешения Agilent Technologies, Inc.

Обозначение документа

G3170-91030

Издание

Третье издание, июнь 2009
Издание 2-е, октябрь 2008 г.
Заменяет G3170-91023

Отпечатано в США.

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

Гарантия

Информация в этом документе предоставляется на условии «как есть» и может быть изменена без уведомления в следующих изданиях. В наибольшей степени, допускаемой применимым законодательством, компания Agilent отказывается от всех гарантий, явных или подразумеваемых, относительно данного документа и приведенной в нем информации, включая, но не ограничиваясь, подразумеваемую гарантию высоких коммерческих качеств и пригодности конкретным целям. Agilent не несет ответственности за ошибки в этом документе, а также за случайный или преднамеренный ущерб, полученный в связи с предоставлением, исполнением или использованием данного документа или любых приведенных в нем сведений. Если между компанией Agilent и пользователем заключено отдельное письменное соглашение, содержащее условия гарантии, которые связаны с приведенными в этом документе условиями и противоречат им, приоритетными будут условия гарантии, приведенные в отдельном соглашении.

Правила безопасности

ВНИМАНИЕ

Знак **ВНИМАНИЕ** предупреждает об опасности. Он обращает внимание на рабочий процесс, метод или процедуру, неправильное выполнение которых, или несоблюдение указанных для них инструкций может вызвать повреждение прибора или утерю важных данных. Не выполняйте действий, описанных после знака **ВНИМАНИЕ** до тех пор, пока указанные условия не будут полностью осознаны и соблюдены.

ОСТОРОЖНО

Знак **ОСТОРОЖНО** предупреждает об опасности. Он обращает внимание на рабочий процесс метод или процедуру, неправильное выполнение которых или несоблюдение указанных для них требований может привести к травме или смерти. Не выполняйте действий, описанных после знака **ОСТОРОЖНО**, до тех пор, пока все указанные условия не будут полностью осознаны и соблюдены.

Информация об этом руководстве

Данное руководство содержит сведения о работе и обслуживании масс-селективных детекторов (МСД) Agilent серии 5975.

1 Введение

Глава 1 содержит общие сведения о МСД серии 5975, в том числе описание компонентов прибора, общую информацию о безопасности и сведения о мерах предосторожности при обращении с водородом.

2 Установка колонок ГХ

В Главе 2 приведены инструкции по подготовке капиллярной колонки к использованию в МСД, установке колонки в термостате ГХ и подключению к МСД с помощью устройства сопряжения ГХ/МСД.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Глава 3 содержит описание базовых действий, таких как установка температуры, наблюдение за давлением, настройка, вентиляция и откачка. Значительная часть информации, приведенной в этой главе, также относится к работе в режиме ХИ.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Глава 4 содержит описание дополнительных действий при работе в режиме ХИ.

5 Общее обслуживание

В Главе 5 приведено описание процедур обслуживания приборов, использующих методы ЭУ и ХИ.

6 Обслуживание ХИ

В Главе 6 приведено описание процедур обслуживания МСД, использующих метод ХИ.

А Теория химической ионизации

Приложение А содержит обзор теории химической ионизации.

Интернет информации о пользователе

Теперь документация прибора Agilent легко доступна и находится в одном месте.



На прилагаемом к прибору DVD-диске содержится большое количество справочной информации, видеоматериалов и книг для ГХ 7890А, ГХ 6890N, ГХ 7820, МСД 5975 Series и АПЖМ 7683В компании Agilent. В том числе локализованные версии наиболее необходимой информации:

- Ознакомительная документация.
- Руководства по безопасности и соответствия нормам.
- Перечень требований к рабочему месту.
- Инструкции по установке.
- Руководства по эксплуатации.
- Информация об обслуживании.
- Информация об устранении неполадок.

Содержание

1 Введение

Версия МСД серии 5975	10
Используемые сокращения	11
Масс-селективный детектор серии 5975	13
Описание компонента МСД для ХИ	15
Предупреждения о безопасности	17
Меры предосторожности при обращении с водородом	20
Меры предосторожности при обращении с ГХ	20
Сертификаты безопасности и соответствия нормам	26
Предназначение	29
Очистка и утилизация прибора	29
Проливание жидкости	29
Транспортировка и хранение МСД	29

2 Установка колонок ГХ

Колонки	32
Реконфигурация колонки ГХ 6850 в секции	34
Подготовка капиллярной колонки к установке	39
Установка капиллярной колонки в разделенный/неразделенный впускной канал	41
Кондиционирование капиллярной колонки	43
Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД	44
ГХ Agilent 7890А и 6890	44
ГХ 6850	46

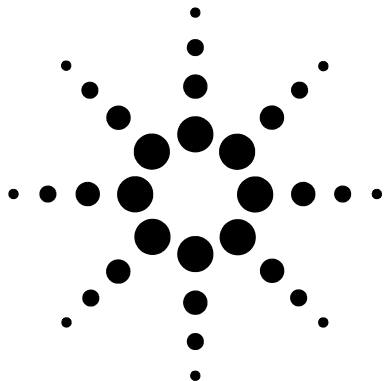
3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Работа с МСД из системы данных	51
--------------------------------	----

Работа с МСД с помощью локальной панели управления	51
Режимы работы	51
Сообщения о состоянии на ЛПУ	53
ChemStation Loading <время>	53
Executing <тип> tune	53
Instrument Available <время>	53
Loading Method <название метода>	53
Loading MSD Firmware	53
Loading OS	54
<метод> Complete <время>	54
Method Loaded <имя метода>	54
MS locked by <имя компьютера>	54
Press Sideplate	54
Run: <метод> Acquiring <файл данных>	54
Просмотр состояния системы при запуске	54
Меню ЛПУ	55
Устройство сопряжения ГХ/МСД ЭУ	58
Перед включением МСД	60
Откачка	61
Управление температурами	61
Управление потоком в колонке	62
Вентиляция МСД	63
Просмотр температуры анализатора МСД и разрежения	64
Установка наблюдения температур МСД и разряжения	66
Установка температур анализатора МСД	68
Установка температуры устройства сопряжения ГХ/МСД из ChemStation	70
Наблюдение за давлением высокого вакуума	72

Измерение линейной скорости потока в колонке	74
Расчет потока в колонке	75
Настройка МСД	76
Проверка работоспособности системы	77
Тестирование большой массы (МСД серии 5975)	78
Снятие крышек МСД	81
Процедура вентиляции МСД	83
Открытие камеры анализатора	85
Закрытие камеры анализатора	88
Выполнение откачки МСД	92
Транспортировка и хранение МСД	94
Установка температуры устройства сопряжения с ГХ	96
4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)	
Общие рекомендации	98
Устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ	99
Управление МСД ХИ	101
Переключение с источника ЭУ на источник ХИ	102
Откачка МСД ХИ	103
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ	104
Работа с модулем управления потоком газа-реагента	106
Настройка потока газа-реагента метана	109
Использование других газов-реагентов	111
Переключение с источника ХИ на источник ЭУ	115
Автоматическая настройка ХИ	116

	Выполнение автонастройки ПХИ (только для метана)	118
	Выполнение автонастройки ОХИ (газ-реагент метан)	120
	Проверка ПХИ	122
	Проверка ОХИ	123
	Наблюдение за вакуумным давлением	124
5	Общее обслуживание	
	Перед началом	128
	Уход за вакуумной системой	133
6	Обслуживание ХИ	
	Общая информация	140
	Подготовка МСД к работе в режиме ХИ	141
A	Теория химической ионизации	
	Обзор химической ионизации	146
	Теория положительной ХИ	148
	Теория отрицательной ХИ	155
	Предметный указатель	



Масс-селективный детектор Agilent 5975 **Руководство по эксплуатации**

1

Введение

Версия МСД серии 5975	10
Используемые сокращения	11
Масс-селективный детектор серии 5975	13
Описание компонента МСД для ХИ	15
Предупреждения о безопасности	17
Многие внутренние компоненты МСД находятся под опасным напряжением	17
Статическое электричество опасно для электронных компонентов МСД	17
Многие компоненты очень сильно нагреваются	18
Масляный поддон под стандартным форвакуумным насосом может вызвать пожар	18
Меры предосторожности при обращении с водородом	20
Угрозы при работе с ГХ/МСД	21
Накопление водорода в МСД	21
Меры предосторожности	23
Сертификаты безопасности и соответствия нормам	26
Информация	26
Символы	27
Электромагнитная совместимость	28
Свидетельство соответствия требованиям к акустическому давлению	28
Предназначение	29
Очистка и утилизация прибора	29
Проливание жидкости	29
Транспортировка и хранение МСД	29

Данное руководство содержит описание работы и профилактического обслуживания масс-селективного детектора (МСД) Agilent Technologies серии 5975.



Версия МСД серии 5975

Масс-селективные детекторы серии 5975 имеют диффузионный насос либо один или два турбомолекулярных (турбо-) насоса. На этикетке с серийным номером указан номер продукта (**Таблица 1**), который позволяет определить версию МСД.

Таблица 1 Доступные насосы высокого вакуума

Название модели	Номер продукта	Описание	Режимы ионизации
МСД 5975B VL	G3170A	Диффузионный насос МСД	Электронный удар (ЭУ)
МСД 5975B inert	G3171A	Стандартный турбонасос МСД	Электронный удар (ЭУ)
МСД 5975B inert XL	G3172A	Производительный турбонасос МСД	Электронный удар (ЭУ)
МСД ЭУ/ХИ 5975B inert XL	G3174A	Турбонасос масс-спектрометрии высокого давления ХИ	Электронный удар (ЭУ) Отрицательная химическая ионизация (ОХИ) Положительная химическая ионизация (ПХИ)

Используемые сокращения

При описании прибора используются различные сокращения, расшифровку которых содержит **Таблица 2**. Расшифровка сокращений приведена для удобства.

Таблица 2 Сокращения

Сокращение	Расшифровка
АС	Alternating current, переменный ток
АПЖМ	Автоматический пробоотборник для жидких материалов
БФБ	Бромфторбензол (калибровочный стандарт)
ХИ	Химическая ионизация
ДС	Direct current, постоянный ток
ДФТФФ	Декафтортрифенилфосфин (калибровочный стандарт)
ПВП	Прямой ввод пробы
ДН	Диффузионный насос
ЭУ	Ионизация электронным ударом
ВЭУ	Вторично-электронный умножитель (детектор)
НВЭУ	Напряжение вторично-электронного умножителя
ЭПУ	Электронное пневматическое управление
эВ	Электронвольт
ГХ	Газовый хроматограф
ДВЭ	Диод высокой энергии (относится к детектору и его блоку питания)
ВД	Внутренний диаметр
ЛВС	Локальная сеть
ЛПУ	Локальная панель управления (на МСД)
m/z	Отношение массы к заряду
КМР	Контроллер массового расхода
МСД	Масс-селективный детектор

Таблица 2 Сокращения (продолжение)

Сокращение	Расшифровка
ОХИ	Отрицательная ХИ
ОФН	Октофторнафталин (калибровочный стандарт)
ПХИ	Положительная ХИ
ПФДТД	Перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибровочный стандарт)
ПФГТ	2,4,6-трис(перфторгептил)-1,3,5-триазин (калибровочный стандарт)
ПФТБА	Перфтортрибутиламин (калибровочный стандарт)
КФМ	Квадрупольный фильтр масс
РЧ	Радиочастота
УМРЧ	Усилитель мощности радиочастоты
мм рт.ст.	Единица измерения давления, столб ртути высотой 1 мм
Турбонасос	Турбомолекулярный насос

Масс-селективный детектор серии 5975

МСД серии 5975 это автономный детектор для капиллярной газовой хроматографии, предназначенный для использования с газовым хроматографом Agilent (**Таблица 3**).
Компоненты МСД:

- Локальная панель управления (ЛПУ) для локального наблюдения и работы с МСД.
- Один из трех видов насосов высокого вакуума.
- Пластинчато-роторный форвакуумный насос.
- Источник ионов для ионизации электронным ударом, независимо нагреваемый МСД.
- Гиперболический квадрупольный фильтр масс, независимо нагреваемый МСД.
- Вторично-электронный умножитель (детектор) с динодом высокой энергии (ДВЭ).
- Устройство сопряжения ГХ/МСД, независимо нагреваемое ГХ.
- Доступны режимы химической ионизации (ЭУ/ПХИ/ОХИ).

Физическое описание

МСД серии 5975 представляет собой прямоугольный блок высотой приблизительно 42 см, шириной приблизительно 26 см и глубиной приблизительно 65 см. Масса прибора составляет 25 кг при использовании диффузионного насоса, 26 кг при наличии стандартного турбонасоса и 29 кг при установке производительного турбонасоса. Кроме того, подключенный форвакуумный насос (для предварительной откачки) весит 11 кг (стандартный насос).

Базовые компоненты прибора: блоки рамы и крышки, локальная панель управления, вакуумная система, устройство сопряжения с ГХ, электронный блок и анализатор.

Локальная панель управления

Локальная панель управления обеспечивает локальное наблюдение и работу с МСД. С ее помощью можно настраивать МСД, запускать метод или последовательность, а также определять состояние прибора.

Вакуумметр

МСД серии 5975 может иметь ионный микровакуумметр. С помощью программного обеспечения MSD ChemStation можно считывать давление (высокий вакуум) в вакуумном коллекторе. Работа вакуумметра-контроллера описана в данном руководстве.

Вакуумметр *требуется* для работы в режиме химической ионизации (ХИ).

Таблица 3 Модели и характеристики МСД серии 5975

Характеристика	Модель			
	G3170A	G3171A	G3172A	G3174A
Насос высокого вакуума	Диффузионный	Стандартный турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин	1	1	От 1 до 2	От 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин*	1,5	2	4	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин†	2	2,4	6,5	6,5
Максимальный ВД колонки	0,25 мм (30 м)	0,32 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)
Возможность ХИ	Нет	Нет	Нет	Есть
Возможность ПВП‡ (сторонние поставщики)	Есть	Есть	Есть	Есть

* Общая скорость потока газа в МСД: поток в колонке и поток газа-реагента (если применимо).

† Снижаются спектральные характеристики и чувствительность.

‡ Прямой ввод пробы.

Описание компонента МСД для ХИ

На **Рис. 1** показана типичная система для ГХ/МСД 5975.

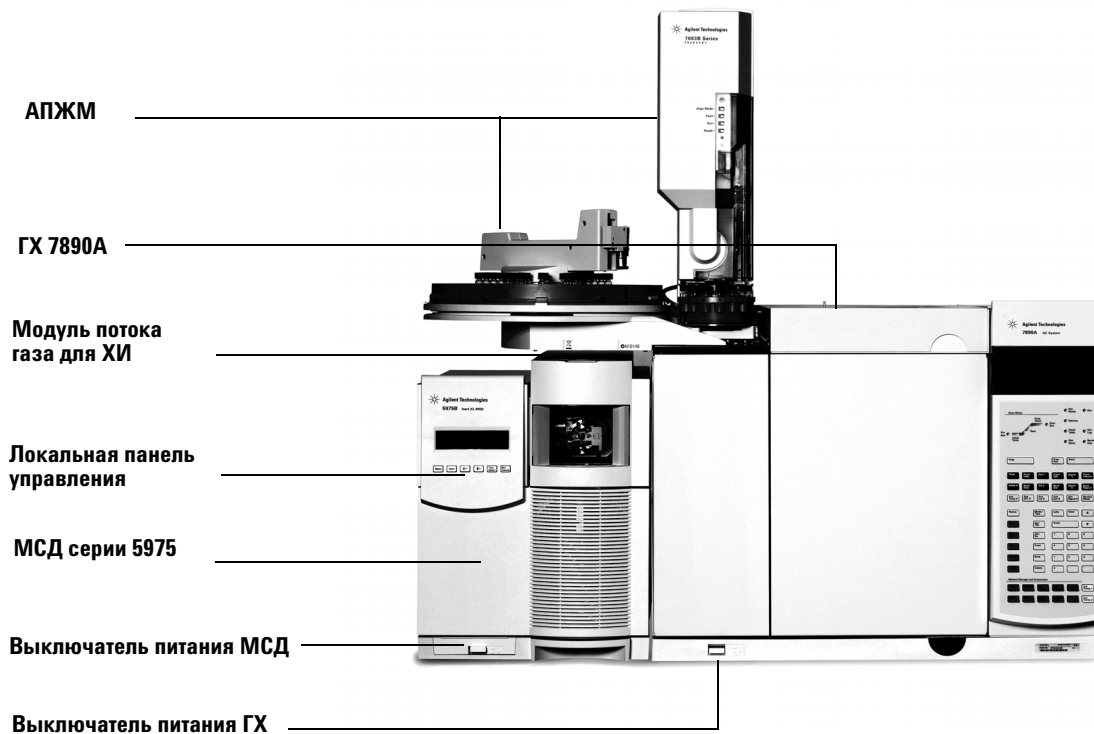


Рис. 1 Система ГХ/МСД серии 5975 с ГХ Agilent 7890А

Благодаря прибору для ХИ МСД серии 5975 обеспечивает получение высококачественных классических спектров ХИ, включающих в себя молекулярно-аддуктивные ионы. В приборе можно использовать различные газы-реагенты.

В данном руководстве термин “МСД ХИ” обозначает МСД G3174А и модернизированные МСД G3172А. Кроме того, если не указано иное, этот термин также относится к модулям потоков для этих приборов.

При использовании системы ХИ серии 5975 МСД серии 5975 получает следующее:

- Устройство сопряжения ГХ/МСД для ЭУ/ХИ.
- Источник ионов и уплотнение наконечника модуля сопряжения ХИ.
- Модуль управления потоком газа-реагента.
- Двухполярный блок питания ДВЭ для ПХИ и ОХИ.

К прибору прилагается очиститель метана/изобутана, который необходимо **обязательно** использовать. Он удаляет кислород, воду, углеводороды и серные соединения.

Вакуумметр-контроллер высокого вакуума (G3397А) **требуется** для МСД ХИ, а также рекомендуется для системы ЭУ.

Система МСД ХИ оптимизирована для достижения относительно высокого исходного давления, необходимого для ХИ, при поддержании высокого вакуума в квадрупольном фильтре масс и детекторе. Специальные уплотнители вдоль пути потока газа-реагента и очень маленькие отверстия в источнике ионов удерживают газы в объеме ионизации в течение достаточно длительного времени для возникновения необходимых реакций.

Устройство сопряжения ХИ имеет специальные трубки для газа-реагента. На наконечнике устройства сопряжения устанавливается изоляционный уплотнитель с пружиной.

Переключение между источниками ХИ и ЭУ занимает менее одного часа, однако, также требуется подождать от 1 до 2 часов, чтобы выполнить промывку линий газа-реагента и прокачивание для удаления воды и других примесей. При переключении между ПХИ и ОХИ требуется подождать 2 часа, пока охладится источник ионов.

Предупреждения о безопасности

При использовании МСД всегда следует помнить об угрозах и соблюдать правила безопасности.

Многие внутренние компоненты МСД находятся под опасным напряжением

Когда МСД подключен к источнику питания, даже если питание выключено, под опасным напряжением находятся следующие компоненты:

- Провода, соединяющие разъем кабеля питания МСД и блок питания переменного тока, блок питания, провода, соединяющие блок питания и выключатель питания.

Когда питание прибора включено, под опасным напряжением также находятся следующие компоненты:

- Все электронные платы внутри прибора.
- Внутренние провода, подключенные к этим платам.
- Провода, соединяющие нагревающиеся компоненты (термостат, детектор, впускной канал или клапанная коробка).

ОСТОРОЖНО

Все эти компоненты защищены крышками. Когда крышки установлены, случайное прикосновение к находящимся под напряжением компонентам практически невозможно. Если в инструкциях не указано иначе, никогда не снимайте крышку, когда детектор, впускной канал или термостат включены.

ОСТОРОЖНО

Если изоляция кабеля питания изношена или повреждена, необходимо заменить кабель. Обратитесь в сервисное представительство Agilent.

Статическое электричество опасно для электронных компонентов МСД

Печатные платы МСД могут быть повреждены зарядом статического электричества. Прикасаться к платам только в том случае, когда это необходимо. При обращении с ними наденьте заземленный браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества. Надевайте заземленный браслет каждый раз, когда требуется снять правую боковую крышку МСД.

Многие компоненты очень сильно нагреваются

При работе многие компоненты ГХ/МСД очень сильно нагреваются и создают угрозу получения ожога. К таким компонентам относятся следующие, а также некоторые другие:

- Впускные каналы.
- Термостат и его содержимое.
- Детектор.
- Гайки колонки, используемые для крепления колонки к впускному каналу и детектору.
- Клапанная коробка.
- Форвакуумный насос.

Перед обращением с этими компонентами всегда охлаждайте их до комнатной температуры. Они охладятся быстрее, если для нагреваемой зоны установить комнатную температуру. Когда температура зоны достигнет необходимого уровня, отключите зону. При выполнении обслуживания компонентов, которые сильно нагреваются, используйте гаечный ключ и надевайте перчатки. Когда это возможно, охлаждайте компоненты прибора, для которых будет выполняться обслуживание, прежде чем приступить к их обслуживанию.

ОСТОРОЖНО

Будьте осторожны при работе сзади прибора. При охлаждении ГХ выпускает горячий воздух, который может вызвать ожоги.

ОСТОРОЖНО

Изоляция впускных клапанов, детекторов, клапанной коробки и изоляционных цилиндров изготовлена из огнеупорного керамического волокна. Чтобы предотвратить вдыхание частиц волокна, рекомендуется соблюдать следующие меры предосторожности: проветривайте рабочее пространство, надевайте одежду с длинными рукавами, перчатки, защитные очки и одноразовый респиратор, выбрасывайте изоляцию в закрытом пластиковом пакете, после контакта с изоляцией мойте руки с мягким мылом под холодной водой.

Масляный поддон под стандартным форвакуумным насосом может вызвать пожар

Ткань, бумажные полотенца и аналогичные хорошо впитывающие предметы при попадании в масляный поддон могут воспламениться и повредить насос и другие компоненты МСД.

ОСТОРОЖНО

Горючие материалы (или воспламеняющиеся и невоспламеняющиеся впитывающие материалы) при нахождении под, на или рядом с форвакуумным насосом (для предварительной откачки) создают угрозу пожара. Очищайте поддон, но не оставляйте в нем хорошо впитывающие предметы, например, бумажные полотенца.

Меры предосторожности при обращении с водородом

ОСТОРОЖНО

Использование водорода в качестве газа-носителя в газовом хроматографе (ГХ) является потенциально опасным.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода (H_2) в качестве газа-носителя или основного газа имейте в виду, что водородный газ может попасть в термостат ГХ и вызвать угрозу взрыва. Поэтому начинайте подачу газа только после того, как будут подключены все компоненты. При подаче водородного газа в прибор фитинги впускного канала и колонки детектора должны быть постоянно подключены к колонке или закрыты.

Водород является легковоспламеняющимся газом. Его утечки в закрытом помещении могут вызвать риск пожара или взрыва. При использовании водорода перед работой с прибором всегда проверяйте герметичность всех соединений, линий и клапанов. Перед работой с прибором всегда отключайте подачу водорода на его источнике.

Водород широко применяется в качестве газа-носителя в газовых хроматографах. Водород взрывоопасен и имеет другие опасные свойства.

- Водород воспламеняется при различных концентрациях. В условиях атмосферного давления водород воспламеняется при концентрации от 4 % до 74,2 % по объему.
- Водород имеет самую высокую скорость горения среди газов.
- Водород имеет очень низкую энергию зажигания.
- При быстром выходе из условий высокого давления может произойти самовозгорание водорода.
- При горении водорода возникает несветящееся пламя, которое может быть невидимым при ярком освещении.

Меры предосторожности при обращении с ГХ

Если в качестве газа-носителя используется водород, снимите большую круглую пластиковую крышку линии передачи МСД, расположенную с левой стороны ГХ. В маловероятном случае взрыва эта крышка может сместиться.

Угрозы при работе с ГХ/МСД

При использовании водорода существуют различные угрозы. Некоторые из них являются общими, а другие – характерными для работы с ГХ или ГХ/МСД. Некоторые угрозы описаны ниже.

- Возгорание водорода при утечке.
- Возгорание вследствие быстрого выхода водорода из цилиндра высокого давления.
- Накопление водорода в термостате ГХ и последующее возгорание (см. документацию ГХ и наклейку на крышке термостата ГХ).
- Накопление водорода в МСД и последующее возгорание.

Накопление водорода в МСД

ОСТОРОЖНО

Масс-селективный детектор (МСД) не может обнаруживать утечки в потоках газа впускного канала и/или детектора. По этой причине фитинги колонки всегда должны быть подключены к колонке либо закрыты крышками или заглушками.

Всем пользователям должны быть известны события, вызывающие накопление водорода (Таблица 4), а также действия, которые следует предпринять при накоплении водорода либо появлен

ии признаков накопления. Обратите внимание, что описанные события относятся ко всем масс-спектрометрам, в том числе к МСД.

Таблица 4 События, вызывающие накопление водорода

Событие	Результаты
Выключение масс-спектрометра	Масс-спектрометр может быть выключен намеренно, а также случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. При выключении масс-спектрометра не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.

Таблица 4 События, вызывающие накопление водорода (продолжение)

Событие	Результаты
Закрытие автоматического стопорного клапана масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры имеют автоматические стопорные клапаны диффузионного насоса. В этих приборах при соответствующих действиях оператора или различных сбоях стопорные клапаны могут закрыться. При закрытии стопорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Закрытие ручного стопорного клапана масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры имеют ручные стопорные клапаны диффузионного насоса. В этих приборах оператор может закрыть стопорные клапаны. При закрытии стопорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Отключение газового хроматографа	Газовый хроматограф может быть выключен намеренно, а также случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. Разные хроматографы работают различным образом. При выключении газового хроматографа 6890, снабженного электронным контроллером давления (ЭКД), контроллер давления останавливает поток газа-носителя. Если поток газа-носителя не контролируется электронным контроллером давления, интенсивность потока увеличивается до максимального уровня. Этот поток может быть настолько сильным, что некоторые масс-спектрометры не смогут откачивать весь газ, в результате чего водород будет накапливаться в масс-спектрометре. Если в этот момент масс-спектрометр будет также выключен, водород может накопиться достаточно быстро.

Таблица 4 События, вызывающие накопление водорода (продолжение)

Событие	Результаты
Отключение электричества	При отключении электричества газовый хроматограф и масс-спектрометр выключаются. Однако в этом случае подача газа-носителя может продолжаться. Как указано выше, в некоторых газовых хроматографах при отключении электричества интенсивность потока газа-носителя может увеличиться до максимального уровня. В результате этого водород может накопиться в масс-спектрометре.

ОСТОРОЖНО Если в масс-спектрометре накопился водород, при его удалении необходимо действовать очень осторожно. Неправильный запуск масс-спектрометра, наполненного водородом, может вызвать взрыв.

ОСТОРОЖНО При включении электричества после внезапного отключения масс-спектрометр может запуститься и начать процесс откачки самостоятельно. Это не гарантирует удаления всего водорода из системы и устранения угрозы взрыва.

Меры предосторожности

При работе с ГХ/МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя соблюдайте следующие меры предосторожности.

Меры предосторожности при обращении с оборудованием

ОБЯЗАТЕЛЬНО закручивайте передний винт с накатанной головкой на боковой пластине рукой. Не закручивайте винт слишком сильно, т.к. это может вызвать проникновение воздуха.

ОСТОРОЖНО Несоблюдение приведенной выше инструкции по креплению масс-селективного детектора значительно повышает риск получения травмы в результате взрыва.

Пластиковую крышку на стеклянном окне спереди МСД 5975 необходимо снять. В маловероятном случае взрыва эта крышка может сместиться.

Общие меры предосторожности при работе в лаборатории

- Не допускайте утечек в линиях газа-носителя. Периодически проверяйте отсутствие утечек водорода с помощью соответствующего оборудования.
- Максимально уменьшите количество источников зажигания в лаборатории (открытое пламя, устройства, способные выделять искры, источники статического электричества и т.д.).
- Не выпускайте газ из цилиндра высокого давления непосредственно в атмосферу (существует угроза самовозгорания).
- Используйте генератор водорода, а не бутилированный водород.

Меры предосторожности при работе с прибором

- Отключайте подачу водорода на источнике водорода каждый раз при выключении ГХ или МСД.
- Отключайте подачу водорода на источнике водорода каждый раз при вентилировании МСД (не нагревайте капиллярную колонку без газа-носителя).
- Отключайте подачу водорода на источнике водорода каждый раз при закрытии стопорных клапанов МСД (не нагревайте капиллярную колонку без газа-носителя).
- При отключении электричества всегда отключайте подачу водорода на его источнике.
- Если при работе ГХ/МСД без участия оператора происходит отключение электроэнергии, даже при последующем автоматическом перезапуске системы выполните следующие действия.
 - 1 Немедленно отключите подачу водорода на его источнике.
 - 2 Отключите ГХ.
 - 3 Отключите МСД и подождите 1 час, пока он остынет.
 - 4 Удалите **все** потенциальные источники зажигания из помещения.
 - 5 Откройте вакуумный коллектор МСД.
 - 6 Подождите не менее 10 минут, чтобы водород рассеялся.
 - 7 Запустите ГХ и МСД, как обычно.

При использовании водородного газа проверяйте систему на наличие утечек для предотвращения возгорания и взрывов в соответствии с местными правилами безопасности и охраны окружающей среды. Всегда проверяйте отсутствие утечек после замены резервуара или обслуживания газовых линий. Всегда обеспечивайте вывод газа из линии вентиляции в вытяжной шкаф.

Сертификаты безопасности и соответствия нормам

МСД серии 5975 соответствует следующим стандартам безопасности:

- Канадская ассоциация стандартов (CSA): CAN/CSA-C222 № 61010-1-04
- CSA/Национальная тестовая лаборатория (NRTL): UL 61010-1
- Международная электротехническая комиссия (IEC): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

МСД 5975 соответствует следующим требованиям к электромагнитной совместимости (EMC) и высокочастотным помехам (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: группа 1, класс A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

Данный прибор ISM соответствует нормам ICES-001 в Канаде. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB—001 du Canada.



МСД серии 5975 разработан и изготовлен с использованием системы контроля качества, соответствующей ISO 9001.

Информация

МСД Agilent Technologies серии 5975 соответствует следующей категории по классификации Международной электротехнической комиссии (IEC): оборудование класса I, лабораторное оборудование, категория установки II, степень загрязнения 2.

Данный прибор разработан и протестирован в соответствии с признанными стандартами в области безопасности и предназначен для использования в помещении. При использовании прибора таким образом, который не предусмотрен изготовителем,

доступные в приборе средства безопасности могут быть нарушены. При нарушении работы средств обеспечения безопасности МСД отсоедините прибор от всех источников тока и не допускайте его случайного использования.

Обслуживание должно выполняться только квалифицированным специалистом. Замена деталей или несанкционированное изменение прибора могут вызвать угрозу безопасности.

Символы

При выполнении любых рабочих операций, обслуживания и ремонта необходимо следовать предупреждениям, приведенным в этом руководстве и указанным на приборе. Несоблюдение этих предупреждений является нарушением стандартов безопасности, применявшихся при разработке прибора, и правил использования прибора. Компания Agilent Technologies не несет ответственности за несоблюдение пользователем данных требований.

Дополнительные сведения см. в прилагаемых инструкциях.

Обозначает высокую температуру поверхности.



Обозначает опасное напряжение.



Обозначает зажим заземления.



Обозначает опасность взрыва.



или



Обозначает угрозу радиации.



Обозначает угрозу поражения статическим электричеством.



Указывает на то, что данное электрическое/электронное изделие нельзя выбрасывать вместе с обычными бытовыми отходами.



Электромагнитная совместимость

Настоящее изделие соответствует требованиям CISPR 11. Его работа должна удовлетворять следующим двум условиям:

- Прибор не должен быть источником вредных помех.
- Прибор не должен быть подвержен влиянию любых помех, в том числе способных вызвать нежелательные эффекты.

Если данное оборудование является источником вредных помех для телевизионного и радиосигнала, т.е. при отключении прибора помехи пропадают, попробуйте выполнить следующие действия.

- 1 Переставьте радио или антенну в другое место.
- 2 Переместите прибор от радио или телевизора.
- 3 Подключите прибор к другой электрической розетке, чтобы прибор и радио или телевизор использовали разные розетки.
- 4 Убедитесь, что все периферийные устройства также сертифицированы.
- 5 Убедитесь, что прибор подключен к периферийным устройствам с помощью подходящих кабелей.
- 6 Обратитесь за помощью к дилеру, в компанию Agilent Technologies или к опытному техническому специалисту.
- 7 Изменения или модификация без специального одобрения компании Agilent Technologies могут привести к лишению прав пользователя на эксплуатацию данного оборудования.

Свидетельство соответствия требованиям к акустическому давлению

Акустическое давление

Акустическое давление <70 дБ в соответствии с EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP <70 dB am nach EN 27779:1991.

Предназначение

Продукты Agilent следует использовать только в соответствии с описанием в руководствах пользователя продуктов Agilent. Любые другие виды использования могут привести к повреждению продукта или травмам. Компания Agilent не несет ответственности за любые повреждения, отчасти или в целом вызванные неправильным использованием продуктов, несогласованными изменениями, настройками и модификациями продуктов, невыполнением процедур из руководств пользователя Agilent либо использованием продуктов с нарушениями соответствующих законов и норм.

Очистка и утилизация прибора

Для очистки прибора отсоедините его от источника тока и протрите влажной тканью без ворсинок. Для получения информации об утилизации прибора обратитесь в местное торговое представительство компании Agilent.

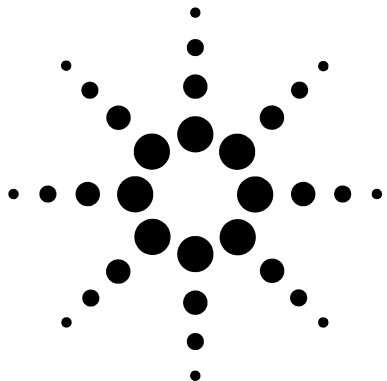
Проливание жидкости

Не проливайте жидкость на МСД.

Транспортировка и хранение МСД

Для обеспечения правильной работы МСД рекомендуется поддерживать его в разреженном и нагретом состоянии, а также выполнять подачу газа-носителя. Если планируется транспортировать МСД или убрать его на хранение, необходимо соблюдать также следующие меры предосторожности. МСД должен всегда находиться в вертикальном положении, поэтому при перемещении прибора следует проявлять осторожность. Нельзя оставлять МСД открытым на длительное время.

1 Введение



2 Установка колонок ГХ

Колонки	32
Кондиционирование колонок	32
Кондиционирование феррул	33
Полезные советы	33
Реконфигурация колонки ГХ 6850 в секции	34
Подготовка капиллярной колонки к установке	39
Установка капиллярной колонки в разделенный/неразделенный впускной канал	41
Кондиционирование капиллярной колонки	43
Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД	44

Перед использованием системы ГХ/МСД необходимо выбрать, установить и выполнить кондиционирование колонок ГХ. В данном разделе приведены рекомендации по установке и кондиционированию колонок. Чтобы выбрать нужную колонку и скорость потока, необходимо выяснить тип вакуумной системы МСД. Номер модели указан на табличке с серийным номером в нижней части левой стороны прибора.



Колонки

С МСД могут использоваться разные типы колонок ГХ, но существуют ограничения.

Во время настройки или получения данных скорость потока в колонке в МСД не должна превышать рекомендованной максимальной скорости. Поэтому существуют ограничения на длину колонки и скорость потока. Превышение рекомендуемой скорости потока снижает масс-спектральные характеристики и чувствительность.

Помните, что скорость потока во многом зависит от температуры термостата. Чтобы получить информацию о том, как измерить скорость потока в колонке, см.

“Измерение линейной скорости потока в колонке”. Чтобы определить, обеспечит

ли колонка приемлемую скорость потока при существующем давлении в головке, используйте программное обеспечение Flow Calculation и данные, которые содержит **Таблица 5**.

Таблица 5 Скорость потоков газа

Характеристика	G3170A	G3171A	G3172A	G3174A
Насос высокого вакуума	Диффузионный	Стандартный турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальная скорость потока газа, мл/мин	1	1	От 1 до 2	От 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин	1,5	2	4	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин [†]	2	2,4	6,5	6,5
Максимальный ВД колонки	0,25 мм (30 м)	0,32 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)

* Общая скорость потока газа в МСД = скорость потока в колонке + скорость газа-реагента (если применимо).

† Снижаются спектральные характеристики и чувствительность.

Кондиционирование колонок



Прежде чем подсоединить колонку к устройству сопряжения ГХ/МСД, необходимо выполнить кондиционирование колонки.

Небольшая часть неподвижной фазы капиллярной колонки часто уносится газом-носителем. Это называется уносом неподвижной фазы из колонки. Унос неподвижной фазы из колонки оставляет следы неподвижной фазы в источнике ионов МСД. Это снижает чувствительность МСД и вызывает необходимость очистки источника ионов.

Унос неподвижной фазы из колонки часто происходит в новых или плохо связанных колонках. Ситуация ухудшается, если при нагревании колонки в газе-носителе присутствуют следы кислорода. Чтобы свести к минимуму унос неподвижной фазы из колонки, необходимо производить кондиционирование всех капиллярных колонок **после** их установки в устройство сопряжения ГХ/МСД.

Кондиционирование феррул

Неоднократное нагревание феррул до максимальной рабочей температуры перед установкой поможет снизить их химическое выветывание.

Полезные советы

- Процесс установки колонки для МСД серии 5975 отличается от процесса в предыдущих моделях МСД. Использование предыдущего процесса может быть **бесполезным** и привести к повреждению колонки или МСД.
- Старые феррулы можно удалить из гайки колонки с помощью булавки.
- Всегда используйте чистый газ-носитель (минимум на 99,9995 %).
- Вследствие термального расширения новые феррулы могут ослабнуть после нескольких нагреваний и остываний. Проверяйте плотность после двух-трех нагревательных циклов.
- Всегда используйте перчатки при работе с колонками, будьте особенно внимательны при обращении с концом колонки, который будет помещен в устройство сопряжения ГХ/МСД.

ОСТОРОЖНО

Если в качестве газа-носителя используется водород, не включайте поток газа до тех пор, пока не будет установлена колонка, а в МСД не будет выполнена откачка. Если вакуумный насос выключен, может произойти накопление водорода и возникнуть угроза взрыва. См. “Меры предосторожности при обращении с водородом”.

ОСТОРОЖНО

Работая с капиллярными колонками, всегда одевайте защитные очки. Будьте осторожны, чтобы не пораниться концом колонки.

Реконфигурация колонки ГХ 6850 в секции

Перед установкой 6850 поместите концы колонок в удобное положение для установки в устройство сопряжения ГХ МСД.

- 1 Положите колонку (19091S-433E прилагается в наборе ГХ) на чистую поверхность, при этом табличка с информацией должна находиться в положении 12 часов. Обратите внимание, что впускной и выпускной каналы колонки ориентированы так же, как в ГХ детекторе, а выпускной конец находится в конце (ближе к вентилятору). См. **Рис. 2**.

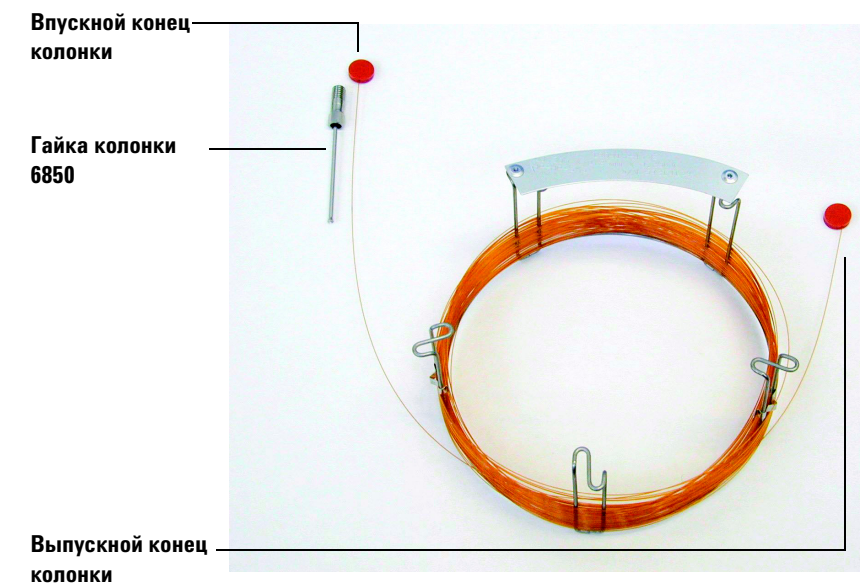


Рис. 2 Колонка

- 2 Снимите колпачок септы с ВЫПУСКНОГО конца колонки и отмотайте два витка колонки. См. **Рис. 3**.



Рис. 3 Колонка с двумя отмотанными витками

- 3 Установите три фиксатора (обозначение G2630-20890) на каркас следующим образом:

- Установите один фиксатор сзади поперечного элемента в позиции 1 час.
- Установите два фиксатора спереди поперечного элемента в позиции 3 часа.

Эти фиксаторы помогают обеспечить правильную ориентацию концов колонки для установки во впускной канал ГХ и устройство сопряжения МСД.

2 Установка колонок ГХ

См. Рис. 4.

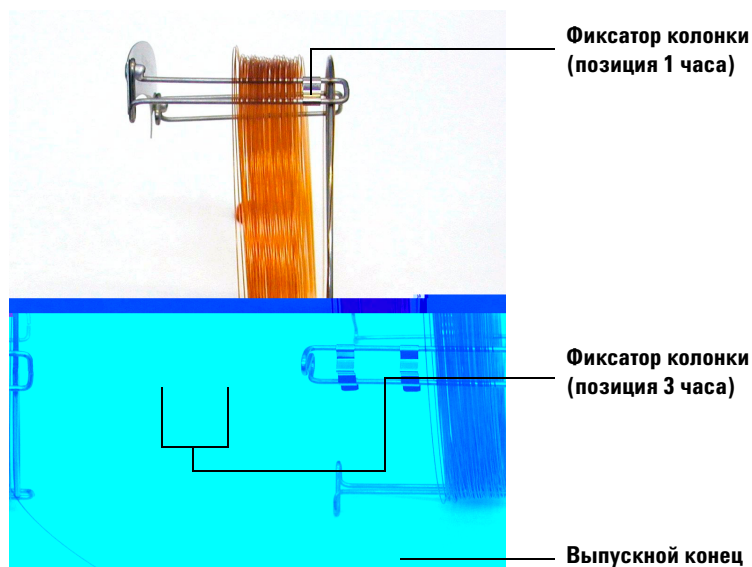


Рис. 4 Колонка с фиксатором

- 4** Пропустите выпускной конец колонки через фиксатор на поперечном элементе в позиции 1 час, чтобы конец колонки был обращен к передней части каркаса. См. **Рис. 5.**

ВНИМАНИЕ

Будьте осторожны и не повредите покрытие колонки.

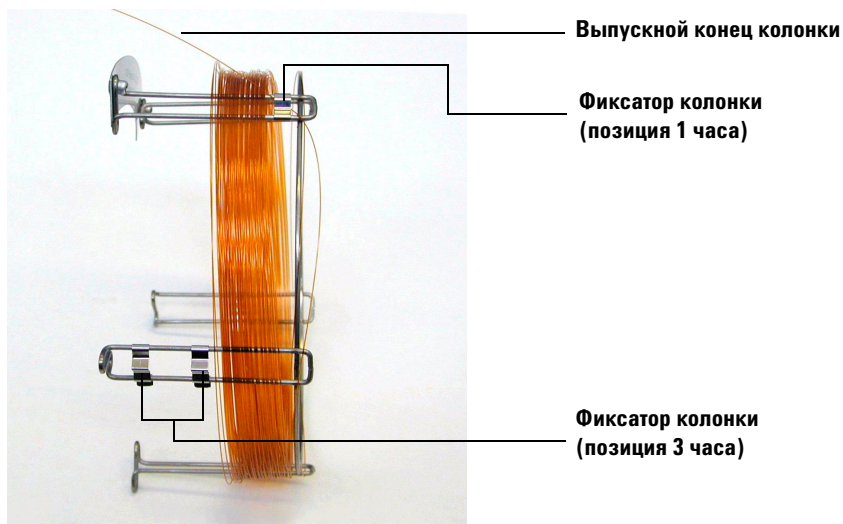


Рис. 5 Колонка, пропущенная через фиксатор в позиции 1 час

- 5 Затем пропустите выпускной конец колонки через фиксатор на поперечном элементе в позиции 3 часа, чтобы конец колонки был обращен по направлению к задней части каркаса колонки. Убедитесь, что часть колонки между поперечными элементами каркаса НЕ возвышается над пластиной. См. **Рис. 6**.

ВНИМАНИЕ

Будьте осторожны и не повредите покрытие колонки.

2 Установка колонок ГХ

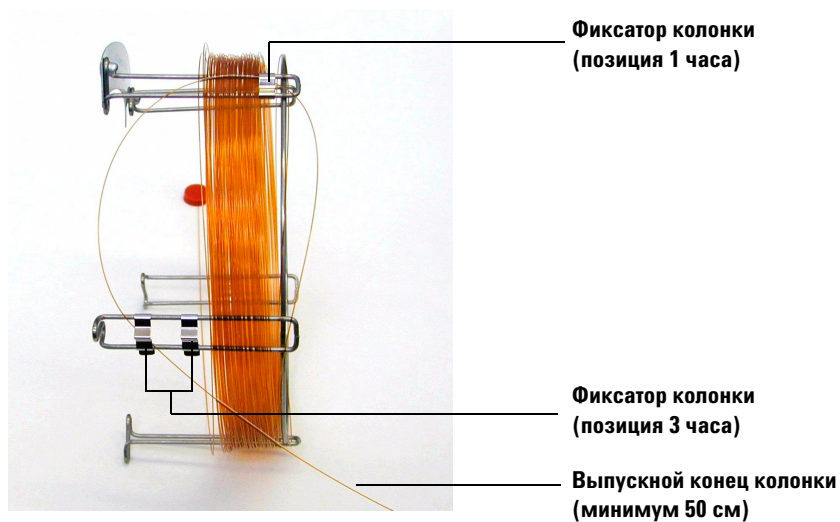


Рис. 6 Колонка, пропущенная через фиксатор в позиции 3 часа

Длина конца колонки, выдвинутого из фиксатора в позиции 3 часа, должна составлять примерно 50 см.

6 Аккуратно обмотайте выпускной конец колонки вокруг каркаса.

Подготовка капиллярной колонки к установке

Необходимые материалы

- Капиллярная колонка
- Резак колонки, керамический (5181-8836) либо алмазный (5183-4620)
- Феррулы
 - ВД 0,27 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3518)
 - ВД 0,37 мм для колонок с ВД 0,20 мм (5062-3516)
 - ВД 0,40 мм для колонок с ВД 0,25 мм (5181-3323)
 - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3514)
 - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Чистые перчатки
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Гайка впускного канала колонки (5181-8830 для ГХ 7890А, 6890 или 5183-4732 для 6850)
- Лупа
- Септа (можно использовать септу, которая уже была в употреблении)

Процедура

- 1 Наденьте септу, гайку колонки и феррулу нужного диаметра на свободный конец колонки (**Рис. 7**). Зауженный конец феррулы должен находиться в обратном направлении по отношению к гайке колонки.

2 Установка колонок ГХ

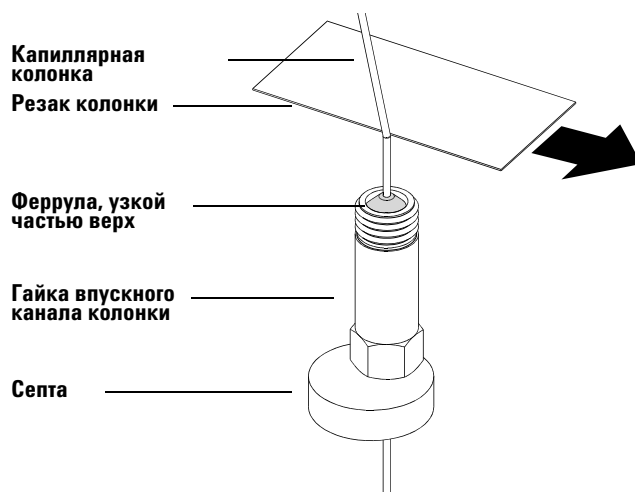


Рис. 7 Подготовка капиллярной колонки к установке

- 2 С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстояние 2 см от конца.
- 3 Отломайте конец колонки. Держите колонку большим пальцем на стороне, противоположной от резака. Обломите конец колонки о край резака.
- 4 Проследите за тем, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный край, повторите шаги 2 и 3.
- 5 Протрите свободный конец колонки тканью без ворсинок, смоченной метиловым спиртом.

Установка капиллярной колонки в разделенный/неразделенный впускной канал

Необходимые материалы

- Чистые перчатки
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Метрическая линейка
- Ключ, 1/4 дюйма ? 5/16 дюйма (8710-0510)

Информацию об установке колонок в другие типы впускных каналов см. в инструкции к ГХ.

Процедура



- 1 Подготовьте МСД к установке (**стр. 39**).
- 2 Конец колонки должен составлять 4-6 мм над феррулой (**Рис. 8**).

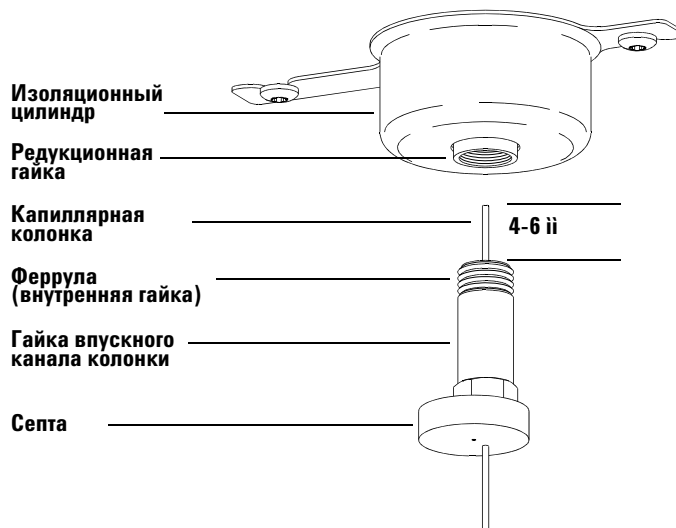


Рис. 8 Установка капиллярной колонки в разделенный/неразделенный впускной канал

2 Установка колонок ГХ

- 3** Сдвиньте септу, чтобы гайка и феррула оказались в нужном положении.
- 4** Вставьте колонку во впускной канал.
- 5** Сдвиньте гайку вверх по колонке к основанию впускного канала и закрутите ее.
- 6** Расположите колонку так, чтобы септа находилась на одном уровне с нижней частью гайки колонки.
- 7** Затяните гайку колонки еще на четверть или половину оборота. Колонка не должна свободно скользить.
- 8** Включите газ-носитель.
- 9** Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропиловый спирт. Должны быть видны пузырьки.

Кондиционирование капиллярной колонки

Необходимые материалы

- Газ-носитель (чистотой не менее 99,9995 %)
- Ключ, 1/4 дюйма ? 5/16 дюйма (8710-0510)

ОСТОРОЖНО

Не производите кондиционирование капиллярной колонки водородом. Излишки водорода в термостате могут привести к взрыву. Если планируется использовать водород в качестве газа-носителя, сначала выполните кондиционирование колонки ультрачистым (не менее 99,999 %) инертным газом, например, гелием, азотом или аргоном.

Процедура



- 1 Вставьте колонку во впускной канал (стр. 41).
- 2 Включите термостат ГХ через 5 минут после пуска потока газа-носителя через колонку.
- 3 Поднимите температуру термостата со скоростью 5 °C/мин до температуры на 10 °C выше самой высокой аналитической температуры.
- 4 Когда температура термостата превысит 80 °C, введите в ГХ 5 мл метилового спирта. Повторите эту процедуру еще два раза с интервалом 5 минут. Это способствует удалению любых загрязнений из колонки перед ее установкой в устройство сопряжения ГХ/МСД.

ВНИМАНИЕ

Не допускайте превышения максимальной температуры колонки в устройстве сопряжения ГХ/МСД, в термостате ГХ и впускном канале.

- 5 Поддерживайте эту температуру. Течение газа-носителя должно продолжаться несколько часов.
- 6 Понижьте температуру термостата ГХ до обычной в ждущем режиме.

См. также

Дополнительная информация об установке капиллярной колонки приведена в документе *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis* (Оптимизация неразделенных впрыскиваний на ГХ для осуществления высококачественного МС-анализа), номер публикации 5988-9944EN.

Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД

ГХ Agilent 7890A и 6890

Необходимые материалы

- Резак колонки, керамический (5181-8836) либо алмазный (5183-4620)
- Феррулы
 - ВД 0,3 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3507)
 - ВД 0,4 мм для колонок с ВД 0,20 мм и 0,25 мм (5062-3508)
 - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3506)
 - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Гайка колонки устройства сопряжения (05988-20066)
- Защитные очки
- Ключ, 1/4 дюйма ? 5/16 дюйма (8710-0510)

ВНИМАНИЕ

Процесс установки колонки для МСД серии 5975 отличается от процесса в предыдущих моделях МСД. Использование процедур для других приборов может привести к снижению чувствительности или повреждению МСД.

Процедура

- 1 Выполните кондиционирование колонки (**стр. 43**).
- 2 Выполните вентилирование МСД (**стр. 63**) и откройте камеру анализатора (**стр. 85**). Убедитесь, что конец устройства сопряжения ГХ/МСД виден.
- 3 Если устройство сопряжения ХИ установлено, снимите уплотнитель наконечника с пружиной с конца устройства сопряжения для МСД.
- 4 Наденьте гайку устройства сопряжения и кольцо нужного диаметра на свободный конец колонки. Зауженная часть феррулы должна быть обращена к гайке.



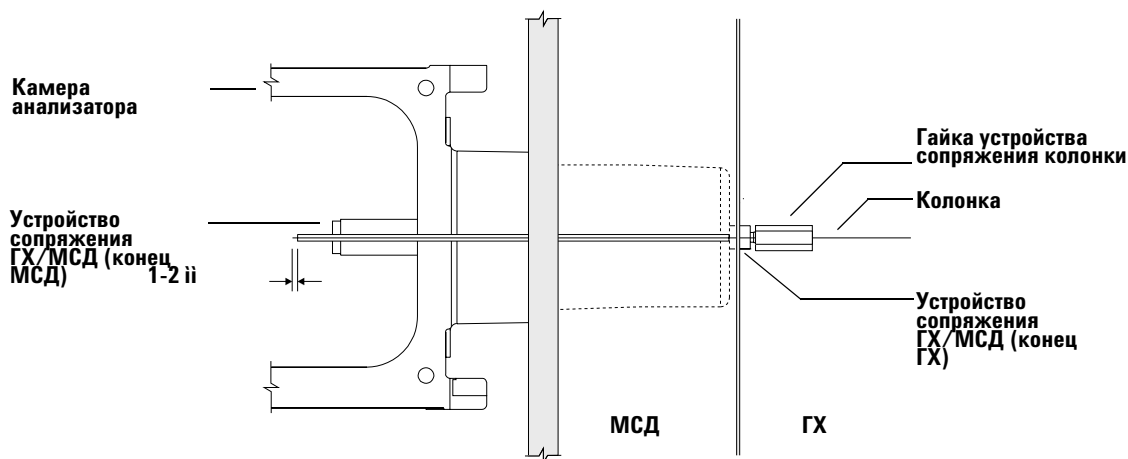


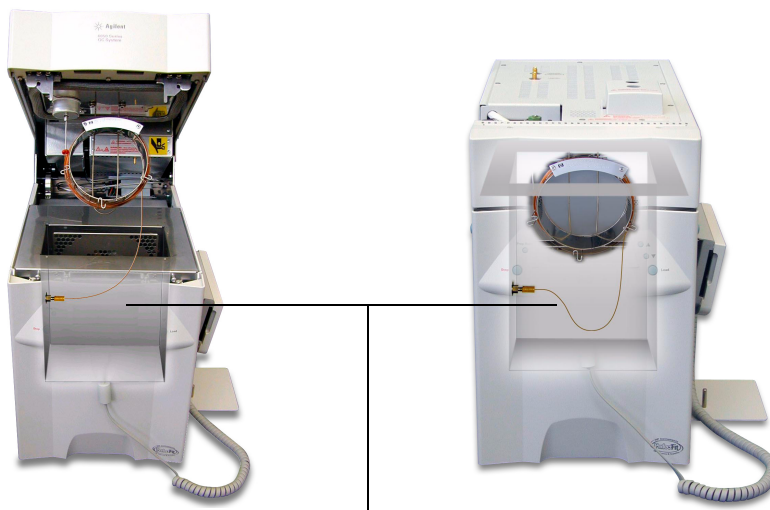
Рис. 9 Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД

- 5** Протолкните колонку через устройство сопряжения ГХ/МСД (**Рис. 9**) до тех пор, пока она не покажется с другой стороны (конец МСД).
- 6** Отрежьте колонку, оставив конец длиной 1 см. (**стр. 34**). Не допускайте попадания фрагментов отломанной колонки в камеру анализатора. Это может привести к повреждению насоса высокого вакуума.
- 7** Протрите свободный конец колонки тканью без ворсинок, смоченной метиловым спиртом.
- 8** Расположите колонку так, чтобы она была выдвинута из устройства сопряжения на 1-2 мм.
Чтобы увидеть конец колонки в камере анализатора, можно воспользоваться фонариком и лупой. **Не** пытайтесь нащупать конец колонки пальцем.
- 9** Вручную затяните гайку. Убедитесь, что положение колонки не изменится после затягивания гайки. Установите обратно уплотнитель наконечника с пружиной (если он был удален ранее).
- 10** Проверьте термостат ГХ и убедитесь, что колонка не соприкасается со стенками термостата.
- 11** Затяните гайку на 1/4-1/2 оборота. Проверьте тугость после 1-2 нагревательных циклов.



ГХ 6850

- 1 Аккуратно раскручивайте конец выпускного конца колонки до тех пор, пока не дойдете до фиксатора в позиции 3 часа.
- 2 Наденьте гайку устройства сопряжения колонки (обозначение 05988-20066) и феррулу (обозначение 5062-3508) на выпускной конец колонки ГХ.
Зауженная часть феррулы должна быть направлена на гайку.
- 3 Вставьте колонку во впускной канал ГХ/МСД, чтобы конец колонки был выдвинут из отверстия камеры анализатора минимум на 5 см.
- 4 Отрегулируйте колонку так, чтобы длина колонки от фиксатора в положении 3 часа до задней части гайки устройства сопряжения колонки составляла 22-28 см.
См. **Рис. 10**.
- 5 Вручную затяните гайку устройства сопряжения.
- 6 Аккуратно закройте крышку термостата, при этом проследите, чтобы колонка не образовывала резких изгибов и не соприкасалась со стенками термостата.
Повторите это несколько раз.



22-28 см от фиксатора в положении 3 часа до задней части гайки устройства сопряжения

Рис. 10 Крышка термостата в открытом и закрытом положении

- 7 Ослабьте гайку устройства сопряжения и протолкните колонку еще на 3-5 см в камеру анализатора.
- 8 Сделайте чистый надрез так, чтобы конец колонки в камере анализатора был выдвинут на 3-5 см.
- 9 Протрите свободный конец колонки тканью без ворсинок, смоченной метиловым спиртом.
- 10 Отрегулируйте колонку так, чтобы она выступала на 1-2 мм от конца устройства сопряжения ГХ/МСД, и вручную затяните гайку. См. **Рис. 11**.

Убедитесь, что положение колонки не изменится, когда гайка будет затянута.

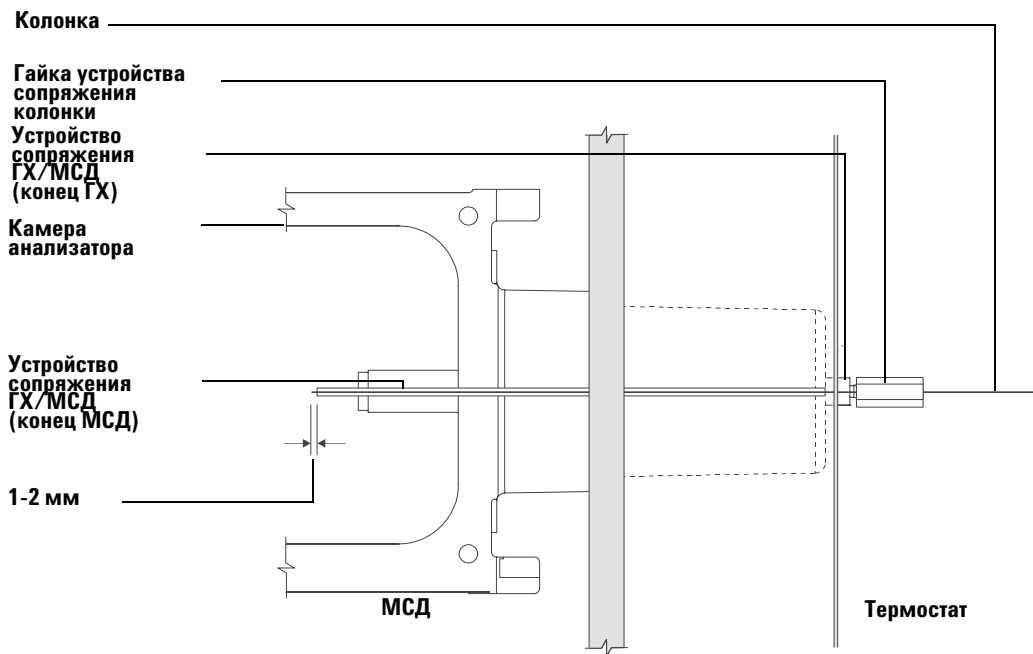


Рис. 11 Соединение колонки МСД-ГХ

- 11 Повторите **шаг 6**, чтобы убедиться в целостности колонки.
- 12 Воспользуйтесь ключом и затяните гайку устройства сопряжения еще на 1/4-1/2 оборота.

Проверьте тугость после 1-2 нагревательных циклов.

2 Установка колонок ГХ

13 Включите ГХ.

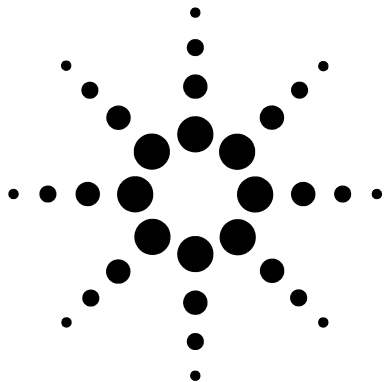
14 Убедитесь, что температура впускного канала установлена на 25 °С.

15 Установите на место боковую панель анализатора и снова подсоедините кабели питания и управления боковой панели.

16 Включите питание МСД для начала откачки (для создания вакуума).

Надавите на боковую панель МСД, чтобы обеспечить хорошее прилегание.
Убедитесь, что форвакуумный насос и передний вентилятор включены, и что форвакуумный насос перестает издавать булькающие звуки через 60 секунд.

17 Установите на место крышку анализатора МСД.



3

Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Работа с МСД из системы данных	51
Работа с МСД с помощью локальной панели управления	51
Сообщения о состоянии на ЛПУ	53
Меню ЛПУ	55
Устройство сопряжения ГХ/МСД ЭУ	58
Перед включением МСД	60
Откачка	61
Управление температурами	61
Управление потоком в колонке	62
Вентиляция МСД	63
Просмотр температуры анализатора МСД и разрежения	64
Установка наблюдения температур МСД и разрежения	66
Установка температур анализатора МСД	68
Установка температуры устройства сопряжения ГХ/МСД из ChemStation	70
Наблюдение за давлением высокого вакуума	72
Измерение линейной скорости потока в колонке	74
Расчет потока в колонке	75
Настройка МСД	76
Проверка работоспособности системы	77
Тестирование большой массы (МСД серии 5975)	78
Снятие крышек МСД	81
Процедура вентиляции МСД	83
Открытие камеры анализатора	85
Закрытие камеры анализатора	88
Выполнение откачки МСД	92
Транспортировка и хранение МСД	94
Установка температуры устройства сопряжения с ГХ	96



3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Выполнение основных процедур на МСД.

ВНИМАНИЕ

Программное и микропрограммное обеспечение периодически обновляются. Если описанные здесь шаги не соответствуют программному обеспечению МСД, см. документацию и справочную систему.

Работа с МСД из системы данных

Программное обеспечение выполняет такие задачи, как откачка, слежение за давлением, установка температур, настройка и подготовка к вентиляции. Эти задачи описаны в данной главе. Сбор и анализ данных описаны в инструкциях и справочной системе, поставляемых с программным обеспечением MSD ChemStation.

Работа с МСД с помощью локальной панели управления

Локальная панель управления (ЛПУ) отображает состояние МСД и позволяет подавать команды МСД без использования ПО Agilent GC/MSD ChemStation.

ПО GC/MSD ChemStation может располагаться в любом месте локальной сети (ЛВС) и может не находиться рядом с системой. Поскольку ЛПУ взаимодействует с GC/MSD ChemStation через ЛВС, можно использовать функции ПО GC/MSD ChemStation, такие как настройка и запуск цикла, непосредственно с МСД.

ПРИМЕЧАНИЕ

ЛПУ имеет ограниченный набор функций. Для полного управления прибором используется ПО Agilent GC/MSD ChemStation.

Режимы работы

ЛПУ имеет два режима работы: Status (состояние) и Menu (меню).

Режим *Status* не требует взаимодействия с пользователем и просто отображает состояние МСД или подключений. Если выбрать [Menu], а затем [No/Cancel] (нет/отмена), произойдет возврат к режиму Status.

Режим *Menu* позволяет контролировать различные параметры ГХ/МСД и выполнять некоторые действия, например, запускать метод или последовательность либо подготавливать систему к вентиляции.

Чтобы выбрать элемент меню, выполните следующее:



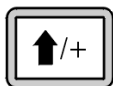
Нажимайте кнопку [Menu], пока не отобразится нужное меню.



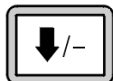
Нажимайте кнопку [Item], пока не отобразится нужный пункт меню.

Чтобы выбрать необходимые параметры, используйте следующие клавиши:

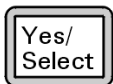
3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)



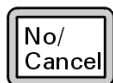
Клавиша [Вверх] увеличивает отображаемое значение или выполняет прокрутку списка вверх.



Клавиша [Вниз] уменьшает отображаемое значение или выполняет прокрутку списка вниз.



Клавиша [Yes/Select] (да/выбрать) используется, чтобы принять текущее значение.



Клавиша [No/Cancel] (нет/отмена) обеспечивает возврат к режиму Status.

После того, как выбор сделан или просмотрены все доступные меню, произойдет автоматический возврат к режиму Status.

Нажатие [Menu], а затем [No/Cancel] всегда обеспечивает возврат к режиму Status.

Двойное нажатие клавиши [No/Cancel] всегда обеспечивает возврат к режиму Status.

Сообщения о состоянии на ЛПУ

На ЛПУ будут отображаться следующие сообщения, информирующие о состоянии системы МСД. Если ЛПУ находится в режиме Menu, переходите по меню для возврата в режим Status.

ПРИМЕЧАНИЕ

Никакие сообщения не будут отображаться, если в GC/MSD ChemStation не запущен сеанс интерактивного управления.

ChemStation Loading <время>

Запускается программное обеспечение Agilent MSD Productivity ChemStation.

Executing <тип> tune

Выполняется процедура настройки (тип = QuickTune (быстрая настройка) или Autotune (автонастройка)).

Instrument Available <время>

Программное обеспечение Agilent MSD Productivity ChemStation не запущено.

Loading Method <название метода>

Параметры метода передаются на МСД.

Loading MSD Firmware

Выполняется инициализация микропрограммного обеспечения МСД.

Следующие сообщения будут отображаться на ЛПУ, если последовательность запуска МСД выполнена **НЕПРАВИЛЬНО**.

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Эти сообщения указывают на то, что МСД не был назначен уникальный IP-адрес службой Agilent Bootp. Если проблема остается даже после входа в учетную запись GC/MSD ChemStation, см. раздел «Устранение неисправностей» руководства по установке программного обеспечения.

Loading OS

Выполняется инициализация операционной системы на компьютере, используемом для управления прибором.

<метод> Complete <время>

Запуск цикла и последующие вычисления выполнены. Это сообщение появляется в случае, когда цикл был завершен преждевременно.

Method Loaded <имя метода>

Параметры метода переданы на МСД.

MS locked by <имя компьютера>

Параметры масс-спектрометра можно изменить только с помощью GC/MSD ChemStation.

Press Sideplate

Напоминание при запуске о необходимости прижать боковую пластину МСД, чтобы убедиться в надежности вакуумного уплотнения.

Run: <метод> Acquiring <файл данных>

Выполняется цикл. Данные передаются в указанный файл данных.

Просмотр состояния системы при запуске

- 1 В процессе запуска на ЛПУ отображаются следующие сообщения:
 - **Press sideplate**
 - **Loading OS**
 - **Press sideplate**
 - **Loading MSD Firmware**
- 2 Продолжайте прижимать боковую пластину МСД, пока не появится сообщение **MSD Ready**. Это поможет прибору быстрее выполнить откачку.

Меню ЛПУ

Для доступа к параметру меню нажимайте клавишу [Menu], пока не появится необходимое меню, а затем нажимайте клавишу [Item], пока не отобразится требуемый пункт меню. **Таблица 6-Таблица 11** содержит список меню и параметров.

ПРИМЕЧАНИЕ

Многие параметры меню, особенно меню ChemStation, MS Parameters (параметры МС) и Maintenance (обслуживание), не действуют, когда прибор получает данные.

Таблица 6 Меню ChemStation

Команда	Описание
Run Method	Отображает название текущего метода и запускает анализ.
Run Sequence	Отображает текущую последовательность и запускает ее.
Run Current Tune	Отображает текущий файл настройки и запускает автонастройку (только в режиме ЭУ; настройку ХИ необходимо запускать из ПО GC/MSD ChemStation).
# of Messages	Показывает количество сообщений и текст последнего сообщения. Для просмотра предыдущих сообщений используются клавиши со стрелками (до 20 последних сообщений).
Release ChemStation	Отключает ПО GC/MSD ChemStation от МСД.
Connection Status	Отображает состояние подключения МСД к ЛВС. Remote (удаленное) — означает подключение к открытому сеансу GC/MSD ChemStation. Local (локальное) — означает отсутствие подключения к сеансу GC/MSD ChemStation.
Name of Instrument	При подключении к сеансу GC/MSD ChemStation отображает название прибора. Имя прибора назначается в диалоговом окне конфигурации в GC/MSD ChemStation.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Таблица 7 Меню Maintenance

Команда	Описание
Prepare to vent	Напоминает о необходимости выключить ГХ, затем готовит прибор к вентиляции при нажатии [Yes/Select].
Pumpdown	Запускает процесс откачки.

Таблица 8 Меню MS Parameters

Команда	Описание
High Vacuum Pressure	Только если установлен ионный микровакуумметр.
Turbo Pump Speed	Отображает производительность турбонасоса.
Foreline Pressure	Отображает форвакуумное давление.
MSD Fault Status	Сообщает общий код ошибки (число) в десятичном и шестнадцатеричном форматах для всех возможных комбинаций неисправностей.
Ion Source Temp, °C	Отображает и устанавливает температуру источника ионов.
Mass Filter Temp, °C	Отображает и устанавливает температуру фильтра масс.
CI Reagent	Отображает газ-реагент ХИ и его расход (если установлено соответствующее оборудование).

ПРИМЕЧАНИЕ

Параметры масс-спектрометра невозможно изменить с ЛПУ, пока МСД подключен к GC/MSD ChemStation.

Таблица 9 Меню Network

Команда	Описание
MSD IP via BootP	Отображает IP-адрес, назначенный МСД.
Gateway IP Address	Отображает IP-адрес шлюза, назначенный МСД.
Subnet Mask	Отображает маску подсети, назначенную МСД.
ChemStation IP	Отображает IP-адрес GC/MSD ChemStation.
GC IP Address	Отображает IP-адрес, назначенный ГХ.

Таблица 9 Меню Network

Команда	Описание
Ping gateway	Проверяет связь со шлюзом.
Ping ChemStation	Проверяет связь с GC/MSD ChemStation.
Ping GC	Проверяет связь с газовым хроматографом.
MS Controller MAC	Отображает MAC-адрес смарт-карты, установленной в МСД.

Таблица 10 Меню Version

Команда	Описание
Control firmware	Отображает версию микропрограммы МСД.
Operating system	Отображает версию операционной системы ChemStation.
Front panel	Отображает версию ЛПУ.
Log amplifier	Отображает информацию о версии.
Sideboard	Отображает тип боковой панели.
Mainboard	Отображает тип главной панели.
Serial number	Назначается МСД в диалоговом окне конфигурации GC/MSD ChemStation.

Таблица 11 Меню Controller

Команда	Описание
Reboot controller	Запускает плату управления ЛВС/МС.
Test LCP?	Запускает диагностический тест двухстрочного дисплея.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Проверяет состояние сервера HTTP.

Устройство сопряжения ГХ/МСД ЭУ

Устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ (**Рис. 12**) — это нагреваемый канал для капиллярной колонки. Оно закреплено на правой стороне камеры анализатора, имеет кольцевой уплотнитель и снабжено защитной крышкой, которая должна быть установлена.

Один конец устройства сопряжения ГХ/МСД проходит через боковину газового хроматографа и входит в термостат ГХ. Этот конец имеет резьбу для присоединения к колонке с помощью гайки и феррулы. Другой конец устройства сопряжения входит в источник ионов. Последние 1-2 миллиметра капиллярной колонки выходят за пределы направляющей трубы и входят в ионизационную камеру.

Устройство сопряжения ГХ/МСД нагревается электрическим нагревателем. Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной 2 газового хроматографа. В ГХ серии 6850 нагреватель подключен к дополнительной термозоне. Температуру устройства сопряжения можно установить из ПО ChemStation и с газового хроматографа. Датчик (термопара), встроенный в устройство сопряжения, отслеживает температуру.

Устройство сопряжения ГХ/МСД имеет рабочий диапазон температур от 250 до 350 °C. Поэтому температура устройства сопряжения должна быть несколько выше максимальной температуры термостата, но *ни* выше максимальной температуры колонки.

Устройство сопряжения ГХ/МСД ЭУ используется только с источником ионов ЭУ. В то же время, устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ можно использовать с любым источником.

См. также

“Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД”.

ОСТОРОЖНО

Устройство сопряжения ГХ/МСД работает при высокой температуре. Прикосновение к горячему устройству сопряжения может привести к ожогам.

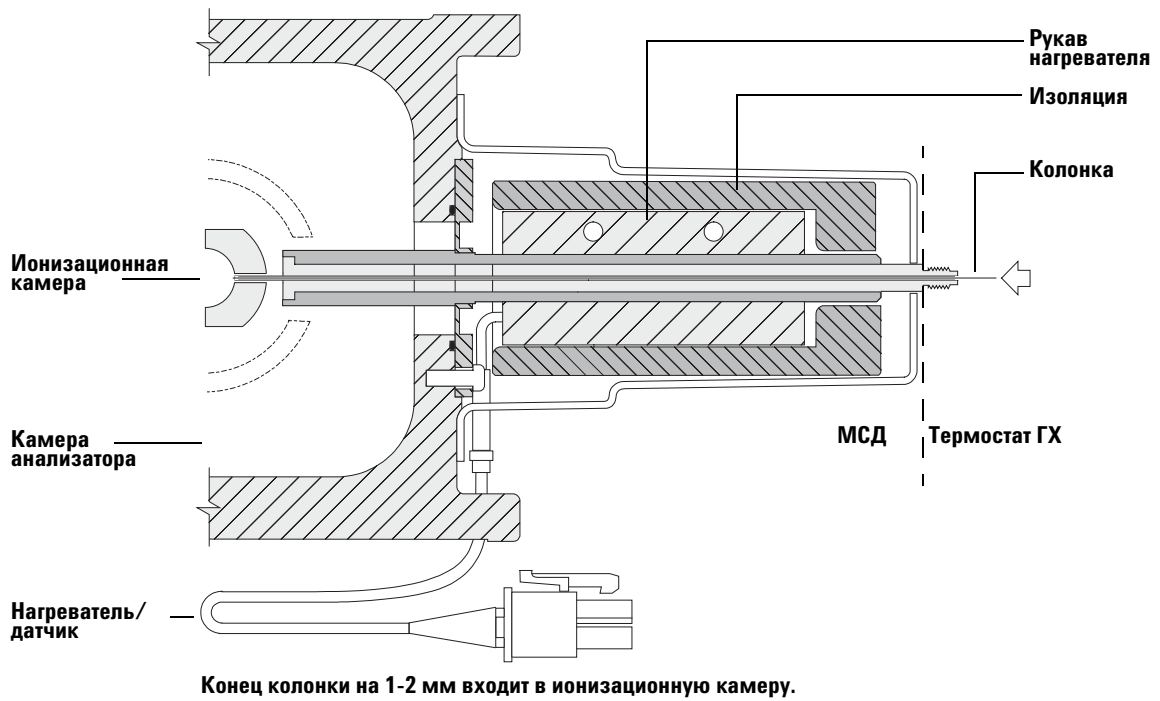


Рис. 12 Устройство сопряжения GX/МСД ЭУ

Перед включением МСД



Проверьте следующее **после** включением и использованием МСД.

- Продувочный клапан должен быть закрыт (ручка повернута до конца по часовой стрелке).
- Все остальные вакуумные уплотнения и фитинги должны быть установлены на свои места и закреплены. (Передний винт боковой панели затягивать не следует, кроме тех случаев, когда используются опасные газы-носители или газы-реагенты).
- МСД подключен к заземленному источнику питания.
- Устройство сопряжения ГХ/МСД входит в термостат газового хроматографа.
- Капиллярная колонка установлена во впускной канал ГХ и устройство сопряжения ГХ/МСД.
- ГХ включен, но нагреваемые зоны устройства сопряжения ГХ/МСД, впускной канал ГХ и термостат выключены.
- Газ-носитель чистотой не менее 99,9995 % подается в ГХ через рекомендуемую ловушку.
- Если в качестве газа-носителя используется водород, его поток должен быть перекрыт и передний винт боковой пластины должен быть слегка затянут.
- Вытяжка форвакуумного насоса хорошо вентилируется.

ОСТОРОЖНО

В выбросе из форвакуумного насоса содержатся растворители и анализируемые химикаты. При использовании стандартного форвакуумного насоса в выбросе так же содержится примесь масла насоса. При использовании токсичных растворителей или анализе токсичных химикатов снимите масляную ловушку (стандартный насос) и установите рукав (11 мм), чтобы отвести выброс форвакуумного насоса из помещения или в уловитель. Убедитесь в соответствии действующим местными правилами. Масляная ловушка, поставляемая со стандартным насосом, останавливает только насосное масло. Она не улавливает и не отфильтровывает токсичные химикаты.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Откачка

Система данных или ЛПУ помогает выполнять откачку МСД. Этот процесс в целом выполняется автоматически. Когда клапан вентиляции будет перекрыт и включится питание (при одновременном нажатии на боковую пластину), МСД самостоятельно выполнит откачку. Программное обеспечение системы данных отслеживает и отображает состояние системы во время откачки. Когда давление понижается на достаточный уровень, программа включает нагреватели источника ионов и фильтра масс и предлагает включить нагреватель устройства сопряжения ГХ/МСД. МСД автоматически выключится, если нельзя будет выполнить откачку надлежащим образом.

Используя меню и мониторы МС, система данных может отобразить:

- Обороты двигателя турбонасоса МСД (скорость вращения в процентах).
- Форвакуумное давление диффузного насоса МСД.
- Давление (разряжение) камеры анализатора для МСД с установленным контроллером микроионного вакуумметра G3397A.

ЛПУ также может отображать эти данные.

Управление температурами

Управление температурой МСД осуществляется с помощью системы данных. МСД имеет независимые нагреватели и датчики температуры для источника ионов и квадрупольного фильтра масс. ЛПУ позволяет регулировать настройки и наблюдать за этими температурами.

Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной 2 газового хроматографа. В ГХ серии 6850 нагреватель подключен к дополнительной термозоне. Температуру устройства сопряжения можно установить и наблюдать с помощью системы данных или газового хроматографа.

Управление потоком в колонке

Поток газа-носителя управляется давлением в ГХ. При заданном давлении в ГХ поток в колонке будет уменьшаться по мере роста температуры в термостате ГХ. При использовании электронно-пневматического управления (ЭПУ) и режима колонки **Constant Flow** постоянный поток поддерживается независимо от температуры.

МСД можно использовать для измерения действительного потока. Для этого следует ввести **небольшое** количество воздуха или другого нейтрального, незадерживаемого вещества и отследить время, которое ему потребуется, чтобы достичь МСД. Выполнив такое измерение, можно рассчитать поток через колонку. См. **стр. 74**.

Вентиляция МСД

В состав системы данных входит программа, позволяющая выполнить вентиляцию. Она отключает нагреватели ГХ и МСД и диффузионный насос или турбонасос в нужный момент. Также она позволяет отслеживать температуры в МСД и подает сигнал, когда следует вентилировать МСД.

Неправильная вентиляция МСД **приведет** к его повреждению. Диффузионный насос направит распыленную жидкость назад в анализатор, если выполнять вентиляцию МСД до того, как диффузионный насос полностью охладится. Турбонасос получит повреждения, если во время вентиляции будет работать со скоростью более, чем 50 % от нормальных рабочих оборотов.

ОСТОРОЖНО

Убедитесь, что устройство сопряжения ГХ/МСД и зоны анализатора являются холодными (температура ниже 100 °С), прежде чем приступать к вентиляции МСД. Температура 100 °С может вызвать ожоги. Работать с деталями анализатора следует в защитных перчатках.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя поток газа-носителя должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

ВНИМАНИЕ

Никогда не вентилируйте МСД через рукав форвакуумного насоса. Используйте вентиляционный клапан или снимите гайку колонки и колонку.

Не выполняйте вентиляцию, если обороты турбонасоса превышают 50 % от его нормальных рабочих оборотов.

Не превышайте максимально рекомендованную величину потока газа. См. “**Модели и характеристики МСД серии 5975**”.

Просмотр температуры анализатора МСД и разрежения

Для этого можно также воспользоваться ЛПУ. Для получения дополнительной информации см. руководство G1701EA *Присутная к работе с GC/MSD ChemStation*.

Процедура

- 1 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) выберите **Edit Tune Parameters** (изменить параметры настройки) в меню Instrument (прибор) (**Рис. 13**).

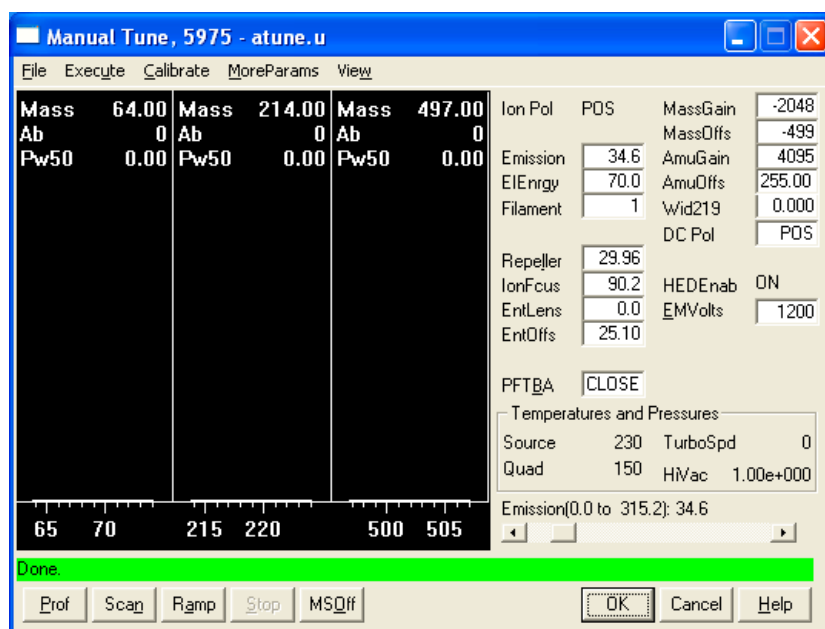


Рис. 13 Параметры настройки.

- 2 Выберите файл настройки, который планируется использовать с выбранным методом, в диалоговом окне **Load MS Tune File** (загрузить файл настроек МС).
- 3 Температуры анализатора и разрежение отображаются в поле **Zones** (зоны).

До начала процесса откачки форвакуумное давление должно быть ниже 300 мм рт.ст., или турбонасос должен работать со скоростью не менее 80 %. Нагреватели МСД остаются выключенными до тех пор, пока диффузионный насос является холодным или турбонасос работает со скоростью менее 80 %. Обычно давление будет ниже 100 мм рт.ст. или скорость турбонасоса будет 100 %.

Нагреватели МСД включатся в конце цикла откачки и выключатся в начале цикла вентиляции. Указанные установки не изменятся во время вентиляции или откачки, даже если обе зоны МСД будут выключены.

Установка наблюдения температур МСД и разряджения

Монитор отображает текущее значение одного параметра прибора. Их можно добавить в стандартном окне управления прибором. Мониторы можно настроить на изменение цвета, если параметры выходят за определенные пользователем пределы.

Процедура

- 1 Выберите **MS Monitors** (мониторы МС) в меню Instrument (прибор).
- 2 В окне **Edit MS Monitors** (редактировать мониторы МС) в области **Type** (тип) выберите **Zone** (зона).
- 3 В области **Parameter** (параметр) выберите **MS Source** (источник МС) и нажмите **Add** (добавить).
- 4 В области **Parameter** (параметр) выберите **MS Quad** (КФМ МС) и нажмите **Add** (добавить).
- 5 В области **Parameter** (параметр) выберите **Foreline** (форвакуумный насос) (или **TurboSpd** (скорость турбонасоса)) и нажмите **Add** (добавить).
- 6 Выберите любые другие необходимые мониторы и **добавьте** их.
- 7 Нажмите **OK**. Новые мониторы будут размещаться поверх друг друга в нижнем правом углу окна управления прибором. Чтобы просмотреть их все, их необходимо перенести в разные области.

- 8 Нажмите и удерживайте кнопку мыши, а затем перенесите монитор в необходимую область. На **Рис. 14** показано возможное размещение мониторов.

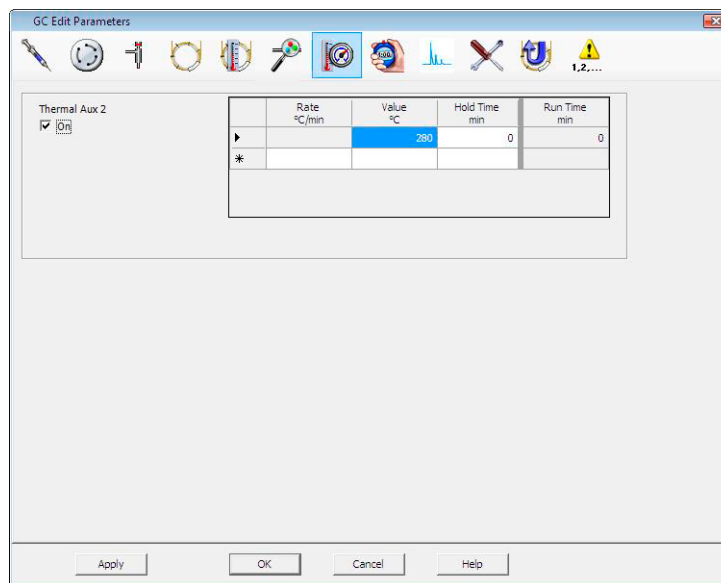


Рис. 14 Установка мониторов

- 9 Чтобы сделать новые установки частью метода, выберите **Save** (сохранить) в меню Method (метод).

Установка температур анализатора МСД

Установки температур источника ионов и фильтра масс МСД хранятся в текущем файле настроек (*.u). При загрузке метода установки из файла настроек, связанные с методом, загружаются автоматически.

Процедура

- 1 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) выберите **Edit Tune Parameters** (изменить параметры настройки) в меню Instrument (прибор).
- 2 Выберите **Temperatures** (температуры) в меню **More Params** (дополнительные параметры) (**Рис. 15**).

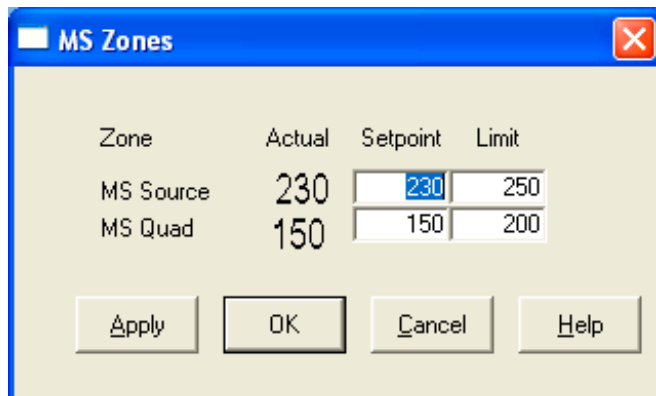


Рис. 15 Установка температур

- 3 Введите необходимые установки температур источника и фильтра в соответствующих полях. Рекомендуемые настройки содержит **Таблица 12** на стр. 69.

Нагреваемые зоны устройства сопряжения ГХ/МСД, источника ионов и квадрупольного фильтра масс взаимодействуют. Нагреватели анализатора могут оказаться неспособными точно контролировать температуру, если установка для одной из зон значительно отличается от смежной зоны.

ОСТОРОЖНО

Не следует превышать температуру 200 °С для КОМ и 350 °С для источника.

- 4 Чтобы закрыть экран, нажмите:
 - **Apply** (применить), чтобы отправить новые настройки температур на МСД.
 - **OK**, чтобы изменить загруженный файл настроек, но не загружать ничего в МСД (используйте **Apply**).
 - **Cancel** (отмена), чтобы выйти из панели, не изменяя загруженный файл настроек и не передавая данные на МСД.
- 5 Когда появляется диалоговое окно **Save MS Tune File** (сохранить файл настроек МС), нажмите **OK**, чтобы сохранить настройки в тот же файл или введите новое имя файла и нажмите **OK**.

Таблица 12 Рекомендуемые значения температур

	Работа в режиме ЭУ	Работа в режиме ПХИ (положительной химической ионизации)	Работа в режиме ОХИ (отрицательной химической ионизации)
Источник МС	230	250	150
КФМ МС	150	150	150

Установка температуры устройства сопряжения ГХ/МСД из ChemStation

Для этого можно также воспользоваться ЛПУ. См. “Работа с МСД с помощью локальной панели управления”.

Процедура

Эта процедура относится к ГХ 7890А. Процедура для ГХ Agilent аналогична, однако, температура устройства сопряжения ГХ/МСД 6850 управляется термозоной **Aux/Thermal Aux**.

- 1 Выберите **View** (вид) > **Instrument Control** (управление прибором).
- 2 Выберите **Instrument** (прибор) > **GC Edit Parameters** (изменить параметры ГХ).
- 3 Нажмите **Aux** (дополнительно) для изменения температуры устройства сопряжения (Рис. 16).

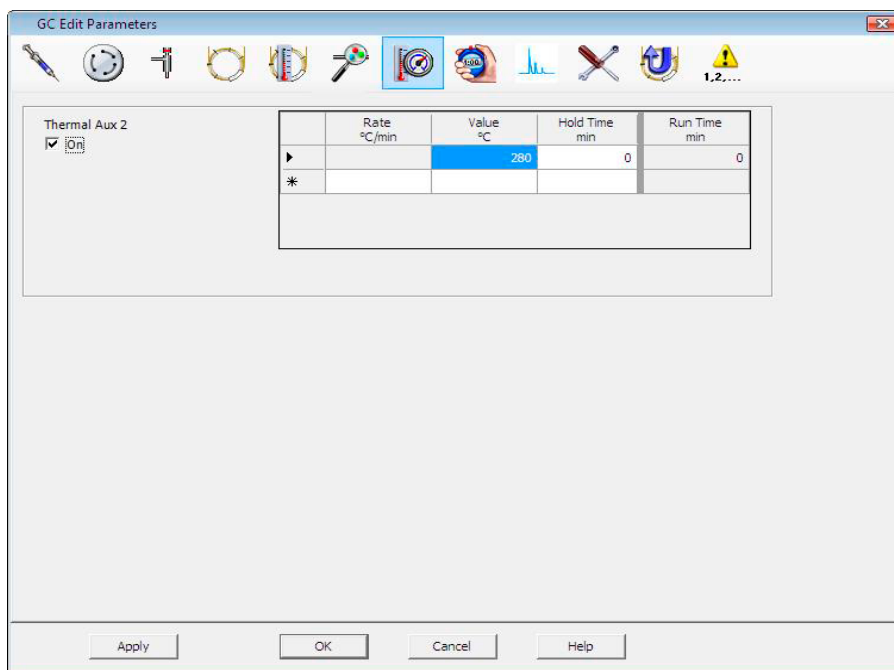


Рис. 16 Установка температуры устройства сопряжения

- 4 Убедитесь, что **MSD (МСД)** выбрано в области **Type** (тип) и **Thermal Aux #2** (термозона 2) в области **Aux Channel** (дополнительный канал).
- 5 Включите нагреватель и введите значение в столбец **Next °C** (следующая температура). *Не* задавайте перепады температуры.
- 6 Обычное значение составляет 280 °C.

Пределы составляют 0 °C и 350 °C. При настройке температуры ниже температуры окружающей среды отключается нагреватель устройства сопряжения.

ВНИМАНИЕ

Никогда не превышайте максимальную температуру колонки.

- 7 Нажмите **Apply** (применить), чтобы загрузить настройки, или **OK**, чтобы загрузить настройки и закрыть окно.
- 8 Чтобы сделать новые установки частью метода, выберите **Save** (сохранить) в меню Method (метод).

ВНИМАНИЕ

Убедитесь, что газ-носитель не перекрыт и колонка очищена от воздуха, прежде чем нагревать устройство сопряжения ГХ/МСД или термостат ГХ.

Наблюдение за давлением высокого вакуума

Для наблюдения за давлением требуется микроионный вакуумметр G3397A.

Необходимые материалы

- Микроионный вакуумметр (G3397A)

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя не следует включать микроионный вакуумметр, если существует возможность скопления водорода в камере анализа тора. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура

- 1 Запустите МСД и выполните откачку (**стр. 92**).
- 2 В разделе Tune (настройка) и Vacuum Control (управление вакуумом) выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** (включить/выключить вакуумметр) в меню Vacuum (вакуум).
- 3 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) можно настроить монитор МС для чтения. Параметры разряджения также можно просматривать на ЛПУ на экране Manual Tune (настройка вручную).

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ЭУ оказывает поток газа-носителя в колонке. **Таблица 13** содержит данные о типичном давлении для различных значений потока газа-носителя (гелия). Эти данные являются приблизительными и могут отличаться для разных приборов до 30 %.

Таблица 13 Показания микроионного вакуумметра.

Скорость потока в колонке (мл/мин)	Показания вакуумметра, мм рт.ст. <i>Производительный турбонасос</i>	Показания вакуумметра, мм рт.ст. <i>Стандартный турбонасос</i>	Показания вакуумметра, мм рт.ст. <i>Диффузионный насос</i>	Показания вакуумметра, мм рт.ст. <i>Диффузионный насос</i>
0,5	3,18E-06	1,3E-05	2,18E-06	34,7
0,7	4,18E-06	1,18E-06	2,18E-06	39,4
1	6,18E-06	2,18E-06	3,18E-06	52,86
1,2	7,18E-06	3,18E-06	4,18E-06	60,866
2	1,18E-06	5,18E-06	7,18E-06	91,784
3	1,18E-06	8,18E-06	1,18E-06	125,76
4	2,18E-06			
6	3,18E-06			

Если давление постоянно выше, чем указанное в таблице, см. справочную систему MSD ChemStation для получения информации об устранении попадания воздуха и других неисправностей вакуумной системы.

Измерение линейной скорости потока в колонке

В капиллярных колонках, используемых с МСД, часто вместо объемного расхода газа измеряют линейную скорость потока.

Процедура

- 1 Установите считывание данных на ручной впуск без разделения и выбранное ионное наблюдение (SIM) m/z 28.
- 2 Нажмите **Prep Run** (предварительный цикл) на клавиатуре ГХ.
- 3 Введите 1 мл воздуха во впускной канал ГХ и нажмите **Start Run** (ϑαίρῃν ὁρᾷ ὅτι ῥέει).
- 4 Дождитесь элюирования пика на m/z 28. Засеките задержку.
- 5 Вычислите среднюю линейную скорость.

$$\text{Средняя линейная скорость (см/с)} = \frac{100 \text{ } L}{t}$$

где:

L = длина колонки в метрах

t = длительность в секундах

Учитывайте недостающие элементы колонки. Отсутствие секции длиной 1 метр из 25 метровой колонки дает погрешность около 4 %.

- 6 Используйте эту скорость для проверки вычислений MSD ChemStation (**стр. 75**).

Если числа не совпадают, нажмите **Change** (ἐξισθῇ), чтобы откалибровать размены колонки.

- 7 Вычислите объемный расход.

$$\text{Объемный расход (мл/мин)} = \frac{0,785 \text{ } D^2 \text{ } L}{t}$$

где:

D = Внутренний диаметр колонки в миллиметрах

L = Длина колонки в метрах

t = задержка в секундах

Расчет потока в колонке

Объемный расход можно рассчитать по давлению на входе колонки, если размеры колонки известны.

Процедура

- 1 В разделе Instrument Control (управление прибором) выберите **Instrument** (прибор) > **GC Edit Parameters** (изменить параметры ГХ).
- 2 Щелкните по значку **Columns** (символ) (см. пример на **Рис. 17**).
- 3 Убедитесь, что введены верные данные о размерах колонки.
- 4 Введите необходимое значение в поле давления.

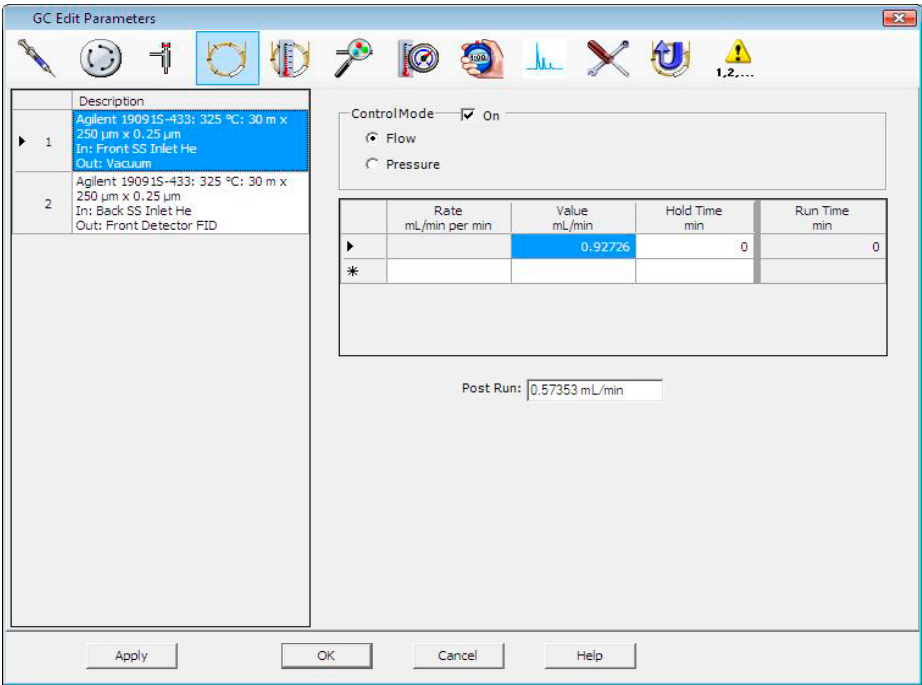


Рис. 17 Вычисление потока в колонке

- 5 Если отображаемая средняя скорость отличается от полученной на **стр. 74**, нажмите **Change** (изменить), чтобы настроить размеры колонки.

Настройка МСД

Также можно использовать ЛПУ для запуска автонастройки, загруженной в память ПК. См. **“Работа с МСД с помощью локальной панели управления”**.

Процедура

- 1 В разделе Instrument Control (Управление прибором) убедитесь, что загружен нужный файл конфигурации. Для большинства приложений ATUNE.U обеспечивает хорошие результаты. STUNE.U не рекомендуется, поскольку может приводить к снижению чувствительности.
Автоматическая настройка усиления (GAIN.U + HiSense.U). С этим параметром норма усиления настраивается в большей степени, чем норма содержания. Обеспечивается великолепную воспроизводимость, как содержания так и между различными инструментами.
- 2 Приведите систему в то состояние (температура термостата ГХ, поток в колонке и температура анализатора МСД), которое будет использоваться для получения данных.
- 3 Выберите **Tune MSD** (настроить МСД), чтобы выполнить полную настройку, или **Quick Tune** (быстрая настройка), чтобы настроить ширину пика, назначение массы и насыщение без изменения соотношения ионов. Если система настроена на работу в режиме ХИ, будет доступно меню настройки ХИ. Настройка начнется немедленно.
- 4 Дождитесь завершения настройки и создания отчета.

Сохраните отчет о настройке. Чтобы просмотреть результаты настройки, выберите **Checkout** (проверка) > **View Previous Tunes...** (просмотреть предыдущие настройки...).

Чтобы настроить МСД вручную или выполнить особые виды автоматической настройки, перейдите в режим просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом).

В меню Tune (настройка), кроме настроек, доступных в режиме управления прибором, можно выбрать особые автонастройки для определенных спектральных результатов, например, **DFTPP Tune** (настройка ДФТФФ) или **BFB Tune** (настройка БФБ).

Дополнительную информацию о настройке см. в руководстве и справочной системе ПО MSD ChemStation.

Проверка работоспособности системы

Необходимые материалы

- 1 пг/мл проба ОФН (5188-5348)

Проверка настройки

- 1 Убедитесь, что откачка производится не менее 60 минут.
- 2 Установите температуру термостата ГХ 150 °C и поток в колонке 1 мл/мин.
- 3 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) выберите **Checkout Tune** (проверка настройки) в меню Checkout (проверка). ПО произведет автоматическую настройку и напечатает отчет.
- 4 После завершения автоматической настройки запишите метод, а затем выберите **Evaluate Tune** (оценить настройку) в меню Checkout (проверка).

ПО произведет оценку последней автонастройки и напечатает отчет проверки системы и настройки.

Проверка уровня чувствительности

- 1 Введите 1 мл ОФН с помощью АПЖМ или вручную.
- 2 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) выберите **Sensitivity Check** (проверка чувствительности) в меню Checkout.
- 3 Щелкните по соответствующим значкам в окне Instrument | Edit (прибор | изменить), чтобы отредактировать метод в соответствии с выбранным типом ввода.
- 4 Нажмите **ОК**, чтобы запустить метод.

После завершения метода будет напечатан отчет об оценке.

Убедитесь, что соотношение сигнала и шума соответствует спецификации. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Тестирование большой массы (МСД серии 5975)

Условия установки

- 1** Получите образец ПФГТ (5188-5357).
- 2** Загрузите файл ATUNE.U и выполните автонастройку МСД.
- 3** Получите решение метода x\5975\PFHT.M, где x — номер используемого прибора.
- 4** Обновите и сохраните метод.

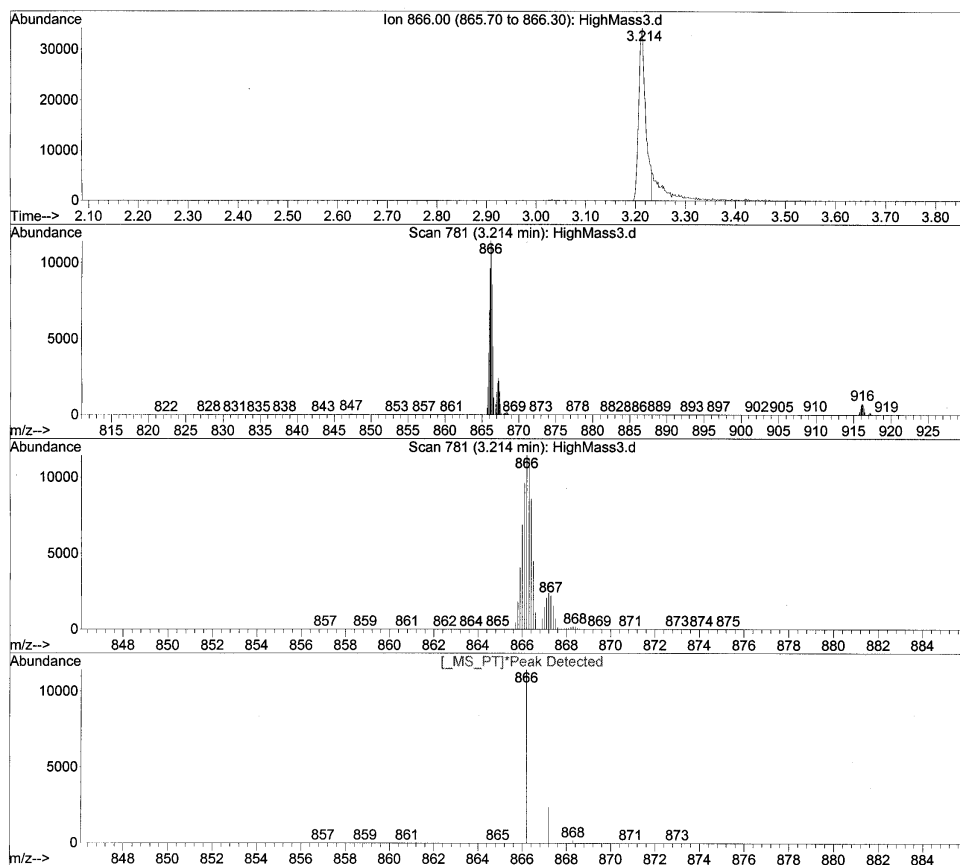
Проверка большой массы

- 1** Загрузите образец в пробирку и установите в положение 2.
- 2** Выберите **High Mass Check** (проверка большой массы) в меню **Checkout** (проверка).
- 3** Следуйте инструкциям на экране.
- 4** Цикл завершен, результаты будут напечатаны в течение 5 минут.

Результаты

*PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d Vial: 2
 Acq On : 28 Apr 2005 15:07 Operator:
 Sample : *HIGH MASS TEST Inst : Instrument #1
 Misc : _[] Multiplr: 1.00
 Barcode : *EXPECTED=* <NONE> ACTUAL=* <NONE> Sample Amount:0.00
 MS Integration Params: NA



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

Рис. 18 Отчет большой массы ПФГТ

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Результаты отразят рекомендуемые настройки смещения атомной массы для большой массы. Если отклонения находятся в пределах 5 единиц от назначенного значения, настройка не требуется.

Настройки

- 1 Убедитесь, что файл ATUNE.U загружен.
- 2 Выберите **Edit Tune Parameters** (изменить параметры настройки) в меню Instrument (прибор) в режиме просмотра Instrument Control (управление прибором).
- 3 Щелкните **More Params** (дополнительные параметры) и выберите **Dynamic Ramping Params...** (параметры динамических перепадов...).
 - a Выберите смещение атомной массы в раскрывающемся меню.
 - b Если значения справа имеют серый цвет, пометьте опцию **Enable Dynamic Ramping For This Lens** (включить динамические перепады для этой линзы).
 - c Введите рекомендуемое смещение и щелкните **OK**.
- 4 Щелкните **OK** в меню редактирования параметров. Появится диалоговое окно Save MS Tune File (сохранение файла настроек MS).

Теперь можно переписать существующий файл ATUNE.U, чтобы включить в него поправки для большой массы, или сохранить файл под новым именем, например, ATUNEHIGH.U.

ПРИМЕЧАНИЕ

Всегда при выполнении файла ATUNE.U будет переписываться смещение атомной массы. Поэтому рекомендуется сохранять настройки под другим именем.

-
- 5 Загрузите PFHT.M и сохраненный файл настроек, затем сохраните метод.
 - 6 Верните тестовую смесь (повторение проверки большой массы). Если поправка находится в пределах 5 единиц, значит дальнейшая настройка не требуется.

Снятие крышек МСД

Необходимые материалы

- Отвертка, Torx T-15 (8710-1622)

Если необходимо снять одну из крышек МСД, воспользуйтесь следующими процедурами (**Рис. 19**).

Снятие верхней крышки анализатора



Открутите пять винтов и поднимите крышку.

Снятие крышки окна анализатора



- 1 Нажмите на закругленную часть сверху окна.
- 2 Сдвиньте окно вперед и снимите с МСД.

ОСТОРОЖНО

Не снимайте другие крышки. Закрытые крышками компоненты находятся под опасным напряжением.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

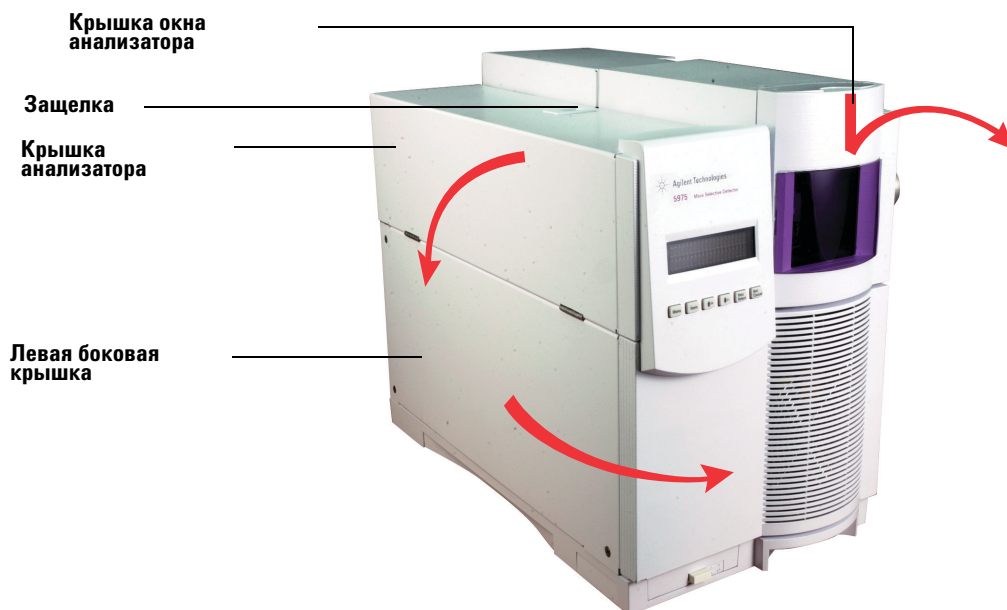


Рис. 19 Снятие крышек

ВНИМАНИЕ

Не применяйте излишние усилия во избежание поломки пластиковых петель, которыми крепится крышка.

Процедура вентиляции МСД

Процедура

- 1 Выберите **Vent** (вентиляция) в меню Vacuum (вакуум) программного обеспечения. Следуйте инструкциям на экране.
- 2 Установите температуры нагревателя устройства сопряжения ГХ/МСД и термостата ГХ на значение комнатной температуры.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя поток газа-носителя должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

ВНИМАНИЕ

Прежде чем перекрыть поток газа, убедитесь, что термостат ГХ и устройство сопряжения ГХ/МСД холодные.

- 3 Выключите питание МСД, когда появится соответствующее приглашение системы.
- 4 Отключите кабель питания МСД.

ОСТОРОЖНО

Во время вентиляции МСД не переводите ПО ChemStation в режим управления прибором. Это приведет к включению нагревателя устройства сопряжения.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

5 Снимите крышку окна анализатора (стр. 81).

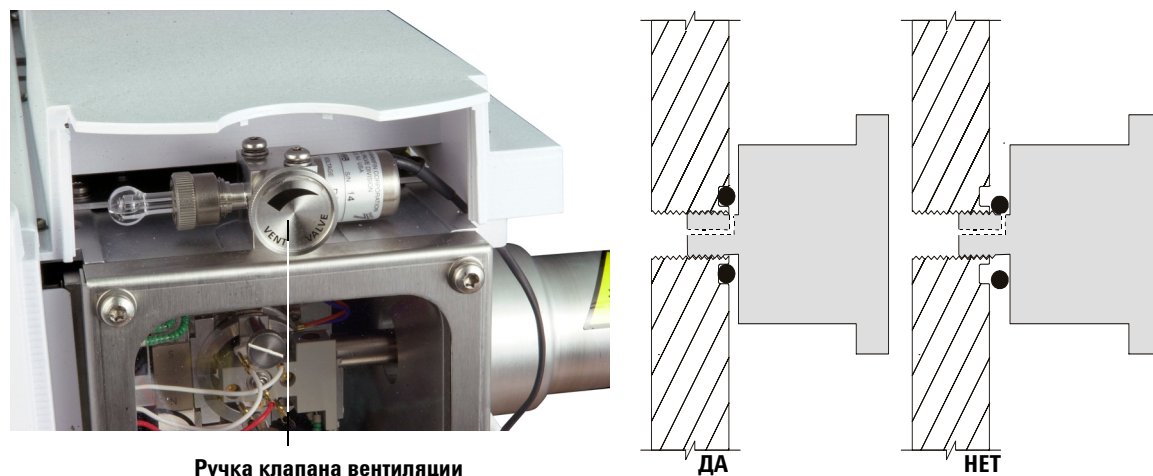


Рис. 20 Вентиляция МСД



6 Поверните ручку клапана вентиляции (**Рис. 20**) против часовой стрелки *только* на 3/4 оборота, или пока не услышите шипящий звук воздуха, поступающего в камеру анализатора.

Важно: поворачивайте ручку слишком сильно, это может привести к выпадению кольцевого уплотнителя. Перед откачкой убедитесь, что ручка затянута.

ОСТОРОЖНО

Подождите, пока анализатор остынет примерно до комнатной температуры, прежде чем прикасаться к нему.

ВНИМАНИЕ

Работая с любыми частями внутри камеры анализатора, пользуйтесь чистыми перчатками.

ОСТОРОЖНО

Во время вентиляции МСД не переводите ПО ChemStation в режим управления прибором. Это приведет к включению нагревателя устройства сопряжения.

Открытие камеры анализатора

Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Антистатический браслет
 - Маленький (9300-0969)
 - Средний (9300-1257)
 - Большой (9300-0970)

ВНИМАНИЕ

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества (см. **стр. 131**), прежде чем открывать камеру анализатора.

Процедура



- 1 Выполните вентиляцию МСД (**стр. 83**).
- 2 Отсоедините от боковой панели кабель управления и кабель питания.
- 3 Ослабьте винты боковой панели (**Рис. 21**), если они затянуты.

Задний винт боковой панели должен быть ослаблен при нормальной эксплуатации. Его затягивают только при транспортировке. Передний винт боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме ХИ, а также при использовании огнеопасного или токсичного газа-носителя.

ВНИМАНИЕ

На следующем шаге, если почувствуете сопротивление — **остановитесь**. Не пытайтесь открыть панель силой. Убедитесь, что выполнена вентиляция МСД. Убедитесь, что передний и задний винты боковой панели полностью ослаблены.

- 4 *Осторожно* снимите боковую панель.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

ОСТОРОЖНО

Анализатор, устройство сопряжения ГХ/МСД и другие компоненты камеры анализатора работают при высокой температуре. Не следует прикасаться к ним, если нет уверенности, что они холодные.

ВНИМАНИЕ

При работе с любыми компонентами внутри камеры анализатора пользуйтесь чистыми перчатками во избежание загрязнения камеры.

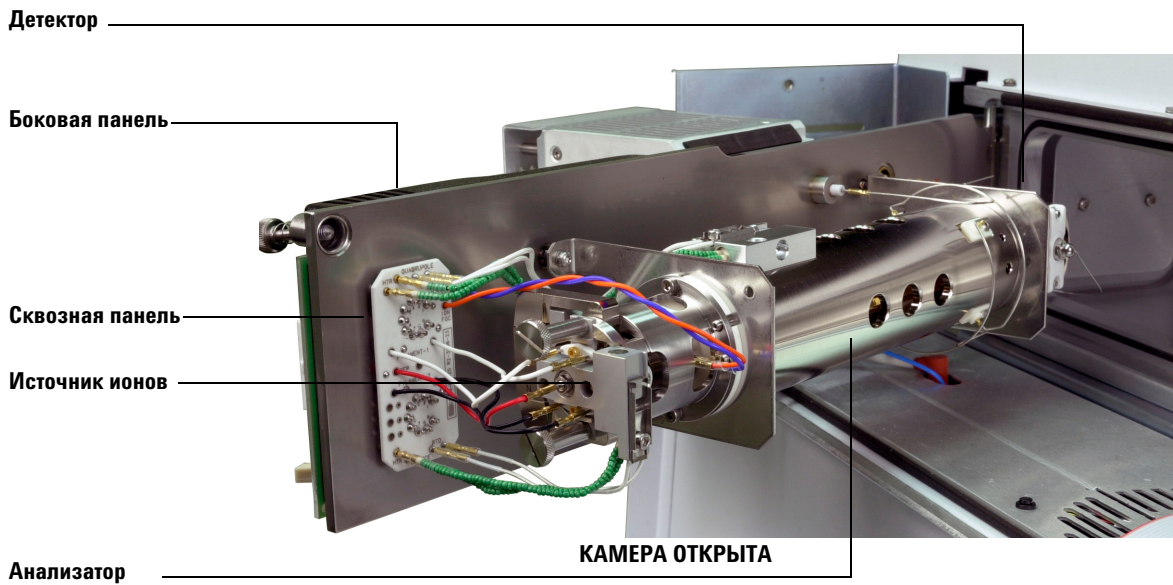
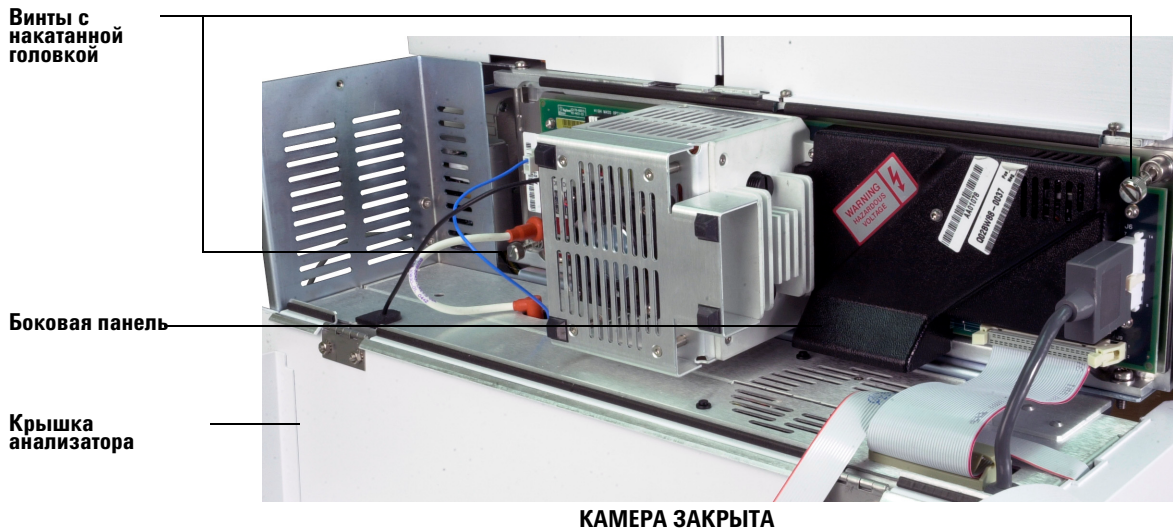


Рис. 21 Камера анализатора

Заккрытие камеры анализатора

Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)

Процедура

- 1 Убедитесь, что все выводы анализатора подсоединены необходимым образом. Разводка проводов одинакова для источников ЭУ и ХИ.

Сведения о разводке содержит **Таблица 14**, а схема показана на **Рис. 22** и **Рис. 23**. Слово «панель» в таблице обозначает сквозную панель, расположенную рядом с источником ионов.

Таблица 14Разводка проводов анализатора

Описание провода	Подсоединен к	Соединяет с
Зеленый с шариковой изоляцией (2)	Нагреватель КФМ	Панель, верх, слева (HTR)
Белый в оплетке (2)	Сенсор КФМ	Панель, верх (RTD)
Белый (2)	Панель, центр (нить накала 1)	Нить накала 1 (верх)
Красный (1)	Панель, центр, слева (REP)	Отражатель
Черный (2)	Панель, центр (нить накала 2)	Нить накала 2 (низ)
Оранжевый (1)	Панель, верх, справа (ION FOC)	Линза ионного фокуса
Синий (1)	Панель, верх, справа (ENT FOC)	Входная линза
Зеленый с шариковой изоляцией (2)	Нагреватель источника ионов	Панель, низ, слева (HTR)
Белый (2)	Сенсор источника ионов	Панель, низ (RTD)

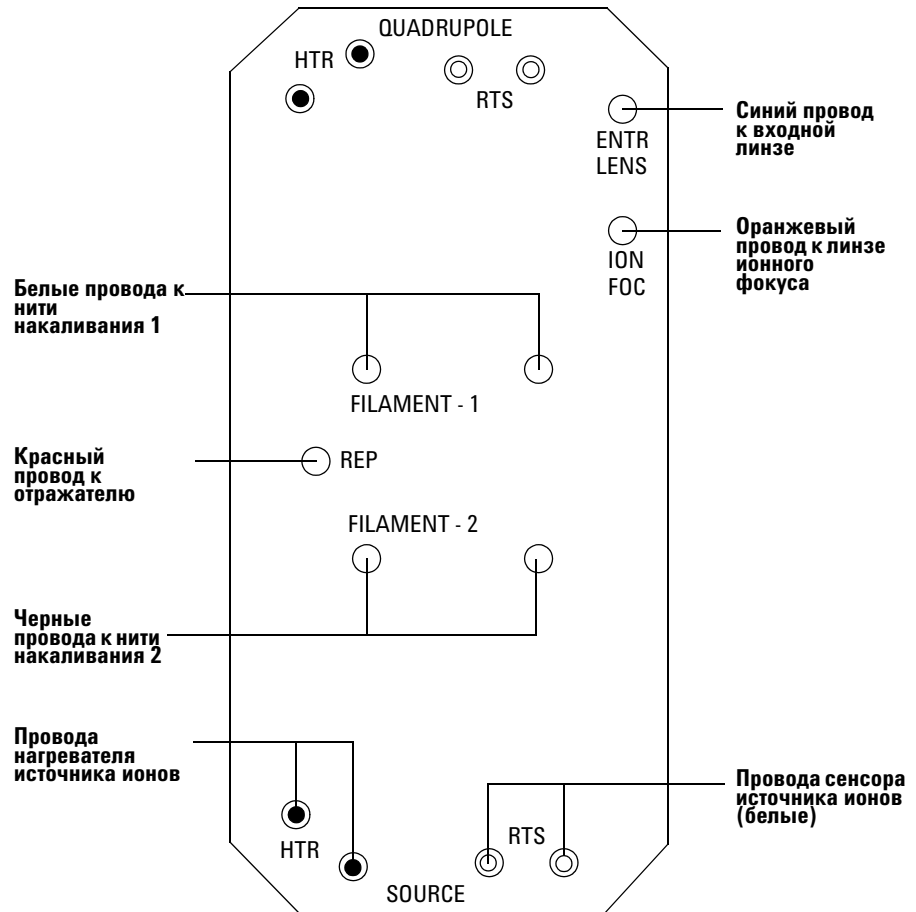


Рис. 22 Разводка сквозной панели

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

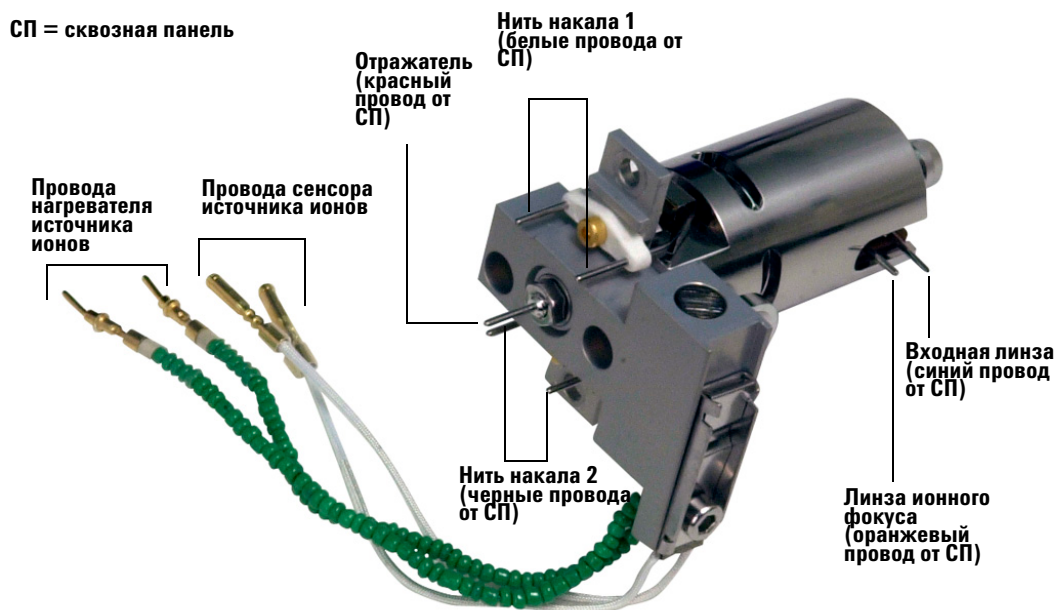


Рис. 23 Разводка проводов источника ионов

- 2 Проверьте кольцевой уплотнитель на боковой панели.

Убедитесь, что кольцо покрыто **очень** тонким слоем смазки для высокого вакуума Arizeon L. Если уплотнитель загрязнен, он может не обеспечивать герметичность. Если уплотнитель блестит, значит, на нем слишком много смазки. (Инструкции по смазке приведены в Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5975).

- 3 Закройте боковую панель.
- 4 Подключите кабель управления и кабель питания боковой панели.
- 5 Убедитесь, что клапан вентиляции закрыт.
- 6 Выполните откачку МСД (стр. 92).
- 7 Если в качестве газа-носителя используется водород или другой горючий либо токсичный газ, *осторожно* затяните передний винт боковой панели вручную.

ОСТОРОЖНО

Передний винт боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме ХИ или при использовании огнеопасного либо токсичного газа-носителя. В маловероятном случае взрыва, он предотвратит открытие панели.

ВНИМАНИЕ

Не закручивайте винт слишком сильно, т.к. это может вызвать попадание воздуха или помешать откачке. Не затягивайте винт отверткой.

8 После выполнения откачки на МСД закройте крышку анализатора.

Выполнение откачки МСД

Для этого можно также воспользоваться ЛПУ. См. “Работа с МСД с помощью локальной панели управления”.

ОСТОРОЖНО

Перед запуском и откачкой МСД убедитесь, что соблюдены все условия, перечисленные во введении данной главы (стр. 58). В противном случае может быть получена травма.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не произведена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура



- 1 Закройте клапан вентиляции.
- 2 Подключите кабель питания МСД.
- 3 Выберите **Tune and Vacuum Control** (управление настройкой и вакуумом) в меню View (вид).
Выберите **Pump Down** (откачка) в меню Vacuum (вакуум).
- 4 Включите питание МСД, когда появится соответствующее приглашение системы.
- 5 Слегка нажмите на боковую панель, чтобы обеспечить герметичность. Нажмите на металлическую коробку на боковой панели.

Форвакуумный насос начнет издавать булькающий звук. Этот звук должен прекратиться через минуту. Если звук не прекращается, значит, в системе имеется **большая** протечка воздуха, возможно, через уплотнитель боковой панели, гайки колонки устройства сопряжения или клапан вентиляции.

- 6 Когда будет установлена связь с ПК, нажмите **ОК**.

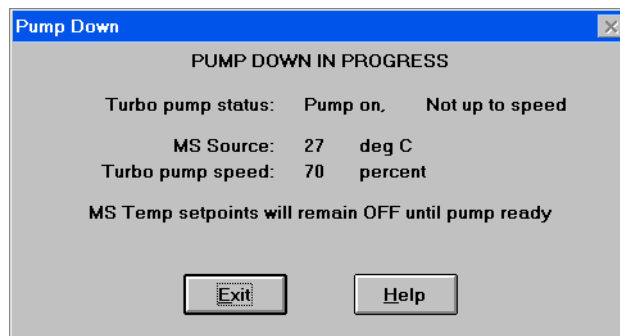


Рис. 24 Откачка

ВНИМАНИЕ

В пределах между 10 и 15 минутами диффузионный насос должен быть горячим или обороты турбонасоса должны составить порядка 80 % (**Рис. 24**). Насос должен разогнаться до 95 %. Если эти условия не выполняются, электронные компоненты МСД выключат форвакуумный насос. Чтобы выйти из этого состояния, необходимо выключить и снова включить МСД. Если откачка МСД проходит неправильно, см. справочную систему и руководство пользователя для получения информации об устранении протечек воздуха и других неисправностей вакуумной системы.

- 7 Когда появится соответствующее приглашение, включите нагреватель устройства сопряжения ГХ/МСД и термостат ГХ. Щелкните **ОК**, когда это будет выполнено.

ПО включит нагреватели источника ионов и фильтра масс. Установки температур хранятся в текущем файле автонастроек (*.u).

ВНИМАНИЕ

Не включайте нагреваемые зоны ГХ, пока не будет открыт поток газа-носителя. Нагревание колонки без газа-носителя приведет к повреждению колонки.

- 8 После появления сообщения **Okay to run** (запуск возможен) подождите 2 часа, пока МСД придет в состояние теплового равновесия. Данные, полученные до приведения МСД в тепловое равновесие, могут оказаться невоспроизводимыми.

Транспортировка и хранение МСД

Необходимые материалы

- Феррула-заглушка (5181-3308)
- Гайка колонки устройства сопряжения (05988-20066)
- Ключ, 1/4 дюйма ? 5/16 дюйма (8710-0510)

Процедура

- 1** Выполните вентиляцию МСД (**стр. 83**).
- 2** Снимите колонку и установите феррулу-заглушку и гайку устройства сопряжения.
- 3** Затяните клапан вентиляции.
- 4** Отсоедините МСД от ГХ (см. Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5975).
- 5** Отключите кабель нагревателя устройства сопряжения ГХ/МСД от ГХ.
- 6** Установите гайку устройства сопряжения и феррулу-заглушку.
- 7** Откройте крышку анализатора (**стр. 81**).
- 8** Вручную затяните винты боковой панели (**Рис. 25**).

ВНИМАНИЕ

Не затягивайте винты слишком сильно. При избыточной затяжке резьба войдет в камеру анализатора. Кроме того, возможна деформация панели и протечки воздуха.

-
- 9** Подключите кабель питания МСД к источнику тока.
 - 10** Включите МСД, чтобы создать разрежение. Убедитесь, что обороты турбонасоса превышают 50 % или форвакуумное давление составляет 1 мм рт.ст.
 - 11** Выключите МСД.
 - 12** Закройте крышку анализатора.
 - 13** Отсоедините кабели ЛСВ, управления и питания.

Передний винт

Задний винт

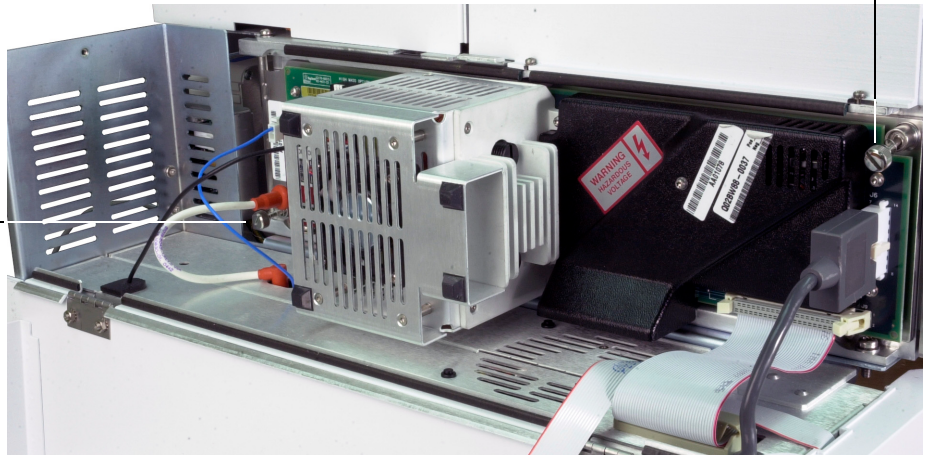


Рис. 25 Винты боковой панели

Теперь МСД можно хранить или транспортировать. Форвакуумный насос не отсоединяется, он хранится и транспортируется вместе с МСД. Убедитесь, что МСД всегда сохраняет вертикальное положение, что его не укладывают на бок и не переворачивают.

ВНИМАНИЕ

МСД всегда должен сохранять вертикальное положение. Если необходимо транспортировать МСД, свяжитесь с представителем сервисной службы Agilent Technologies, чтобы получить рекомендации по упаковке и транспортировке.

Установка температуры устройства сопряжения с ГХ

При необходимости температуру устройства сопряжения можно устанавливать непосредственно с ГХ. Для ГХ 7890А и 6890 установите температуру дополнительной зоны 2. Для серии 6850 используйте ручной контроллер для установки температуры дополнительной термозоны. Подробные сведения см. в документации ГХ.

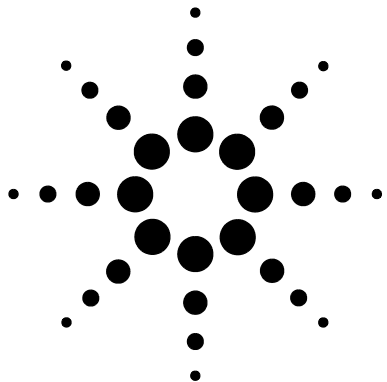
ВНИМАНИЕ

Никогда не превышайте максимальную температуру колонки.

ВНИМАНИЕ

Убедитесь, что газ-носитель не перекрыт и колонка очищена от воздуха, прежде чем нагревать устройство сопряжения ГХ/МСД или термостат ГХ.

Чтобы сделать новые установки частью метода, выберите **Save** (сохранить) из меню Method (метод). В противном случае при первой загрузке метода все настройки метода будут переписаны заданными с клавиатуры ГХ.



4

Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Общие рекомендации	98
Устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ	99
Управление МСД ХИ	101
Переключение с источника ЗУ на источник ХИ	102
Откачка МСД ХИ	103
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ	104
Работа с модулем управления потоком газа-реагента	106
Настройка потока газа-реагента метана	109
Использование других газов-реагентов	111
Переключение с источника ХИ на источник ЗУ	115
Автоматическая настройка ХИ	116
Выполнение автонастройки ПХИ (только для метана)	118
Выполнение автонастройки ОХИ (газ-реагент метан)	120
Проверка ПХИ	122
Проверка ОХИ	123
Наблюдение за вакуумным давлением	124

Данная глава содержит информацию и рекомендации по управлению МСД ХИ серии 5975 в режиме химической ионизации (ХИ). Большинство информации в предыдущей главе также будет полезно.

Основной объем информации относится к метановой химической ионизации, однако, в одном разделе описывается использование других газов-реагентов.

Программное обеспечение содержит инструкции по управлению газовым потоком и выполнению автоматической настройки ХИ. Доступны параметры автонастройки для положительной ХИ (ПХИ) с газом-реагентом метаном и для отрицательной ХИ (ОХИ) с любым газом-реагентом.



Общие рекомендации

- Всегда используйте максимальной чистый метан (относится и к другим видам газов-реагентов, если применимо). Метан должен быть чистым минимум на 99,9995 %.
- Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ необходимо всегда проверять правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. **“Проверка работоспособности системы”**.
- Убедитесь, что источник ионов ХИ и уплотнитель наконечника устройства сопряжения установлены.
- Убедитесь, что газовые трубки герметичны и в них не попадает воздух. Это можно определить в режиме ПХИ с помощью m/z 32 после предварительной подготовки метана.

Устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ

Устройство сопряжения ГХ/МСД ХИ (**Рис. 26**) — это нагреваемый канал для капиллярной колонки. Оно закреплено на правой стороне камеры анализатора и снабжено защитной крышкой, которая должна быть установлена.

Один конец устройства проходит через стенку ГХ и углубляется в термостат. Через все устройство проходит колонка и соединяется с гайкой и кольцом. Другой конец устройства сопряжения подходит к источнику ионов. Конец капиллярной колонки длиной 1-2 мм входит в ионизационную камеру.

Газ-реагент подсоединен к устройству сопряжения. Конец устройства сопряжения находится внутри ионизационной камеры. Уплотнитель с пружиной задерживает газ и не позволяет ему просачиваться вокруг наконечника. Газ-реагент поступает в устройство сопряжения и смешивается с газом-носителем и пробой в источнике ионов.

Устройство сопряжения ГХ/МСД нагревается электрическим нагревателем. Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной 2 газового хроматографа. В ГХ серии 6850 нагреватель подключен к дополнительной термозоне. Температуру устройства сопряжения можно установить из ПО ChemStation и с газового хроматографа. Датчик (термоэлемент), встроенный в устройство сопряжения, отслеживает температуру.

Это устройство сопряжения также используется для управления электронной ионизацией в МСД ХИ.

Устройство сопряжения ГХ/МСД имеет рабочий диапазон температур 250 ... 350 °С. Поэтому температура устройства сопряжения должна быть несколько выше максимальной температуры термостата, но **ни** выше максимальной температуры колонки.

См. также

“Установка капиллярной колонки в устройство сопряжения ГХ/МСД”.

ВНИМАНИЕ

Не допускайте превышения максимальной температуры колонки в устройстве сопряжения ГХ/МСД, термостате ГХ и впускном клапане.

ОСТОРОЖНО

Устройство сопряжения ГХ/МСД работает при высокой температуре. Прикосновение к горячему устройству сопряжения может привести к ожогам.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

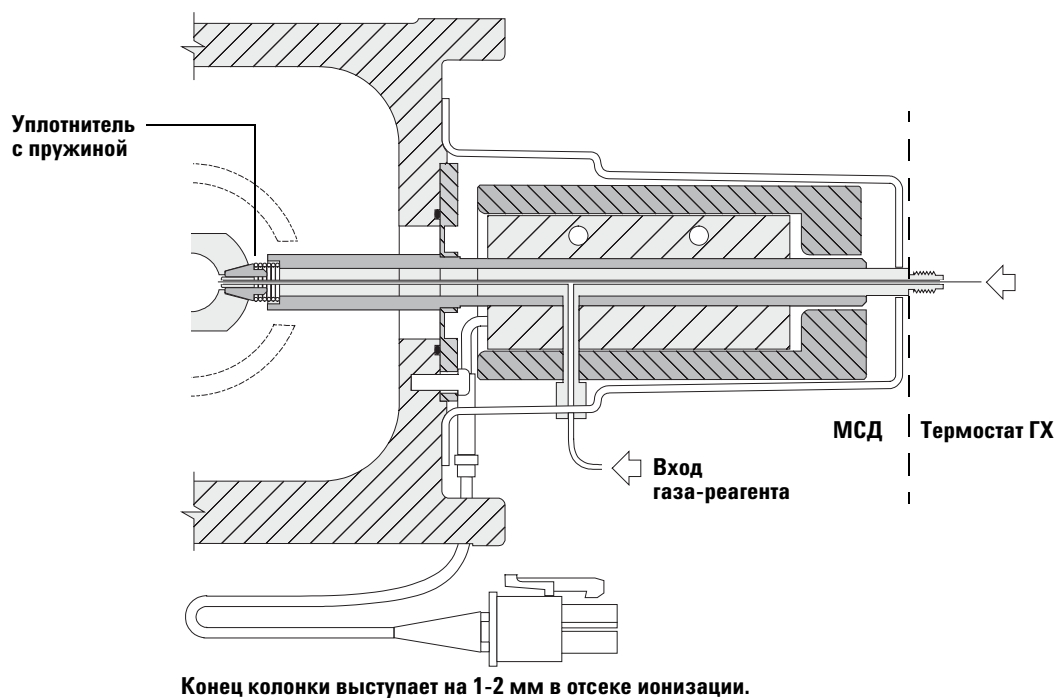


Рис. 26 Устройство сопряжения GX/МСД ХИ

Управление МСД ХИ

Управление МСД в режиме ХИ немного сложнее, чем управление в режиме ЭУ. После выполнения настройки, возможно, потребуется оптимизировать газовый поток, температуру источника (**Таблица 15**) и энергию электронов специально в соответствии с определенным анализируемым веществом.

Таблица 15 Температура для работы в режиме ХИ

	Источник ионов	КОМ	Устройство сопряжения ГХ/МСД
ПХИ	250 °C	150 °C	280 °C
ОХИ	150 °C	150 °C	280 °C

Запуск системы в режиме ПХИ

При включении системы в режиме ПХИ можно выполнить следующие действия:

- Сначала настроить МСД для работы с метаном, даже если планируется использовать другой газ-реагент.
- Проверить герметичность уплотнителя наконечника устройства сопряжения с помощью m/z 28 и 27 (на панели настройки потока метана).
- Проверить поступление воздуха в систему путем анализа ионов в m/z 19 (протонированная вода) и 32.
- Убедиться, что МС производит «настоящие» ионы, а не фоновые шумы.

В режиме ОХИ практически невозможно выполнить диагностику. В этом режиме отсутствуют ионы газа-реагента для наблюдения. В режиме ОХИ очень трудно выявить протечки воздуха и проверить герметичность между устройством сопряжения и камерой ионов.

Переключение с источника ЭУ на источник ХИ

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ.

Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Выполните вентилирование МСД. См. **стр. 83.**
- 2 Откройте анализатор.
- 3 Извлеките источник ионов ЭУ. См. **стр. 134.**

ВНИМАНИЕ

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет. См. **“Статическое электричество”**. Примите меры безопасности для защиты от статического электричества *перед* открытием камеры анализатора.

- 4 Установите источник ионов ХИ. См. **стр. 142.**
- 5 Установите уплотнитель на наконечник устройства сопряжения. См. **стр. 143.**
- 6 Закройте анализатор.
- 7 Выполните откачку МСД. См. **стр. 103.**

Откачка МСД ХИ

Для этого также можно использовать локальную панель управления.
См. “Работа с МСД с помощью локальной панели управления”.

Процедура

- 1 Выполните инструкции для МСД ЭУ. См. “Выполнение откачки МСД”.
Когда в программном обеспечении появится запрос на включение нагревателя устройства сопряжения и термостата ГХ, выполните следующее.
- 2 Проверьте вакуумметр, если установлен, и убедитесь, что давление снижается.
- 3 Нажмите **Shutoff Valve** (запорный клапан), чтобы прекратить подачу газа и закрыть стопорные клапаны.
- 4 Убедитесь, что файл **PCICH4.U** загрузился и принял заданные значения температуры.
Всегда начинайте работу и проверяйте работоспособность системы в режиме ПХИ перед переключением в ОХИ.
- 5 Установите температуру устройства сопряжения ГХ/МСД 280 °C.
- 6 Установите значение **Gas A (Ñàç Å)** 20 %.
- 7 Оставьте систему на 2 часа для промывки и прокаливания. Если будет выполняться работа в режиме ОХИ, для достижения лучшей чувствительности оставьте МСД прокаливаться на ночь.

Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ

Процедура

- 1 Переключитесь в режим просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом).
- 2 В меню File (файл) выберите **Load Tune Values** (загрузить параметры настройки).
- 3 Выберите файл настройки **PCICH4.U**.
- 4 Если данный файл для автонастройки ХИ используется впервые, программа подскажет дальнейшие действия с помощью диалоговых окон. *Примите все значения по умолчанию, изменяйте значения только в том случае, если это крайне необходимо.*

Значения настройки оказывают очень большое влияние на работу МСД. Настраивая ХИ в первый раз, используйте значения по умолчанию, а затем выполните необходимые корректировки в соответствии с конкретными условиями.

Таблица 16 содержит информацию о значениях по умолчанию в окне Tune Control Limits (пределы управления настройкой).

ПРИМЕЧАНИЕ

Данные значения используются только при автонастройке. *Не* следует путать эти настройки с другими параметрами, настраиваемыми в окне Edit MS Parameters (изменить параметры МС) или содержащимися в отчете о настройке.

Таблица 16 Пределы при настройке по умолчанию, используются только для автонастройки ХИ

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак	
	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Норма содержания	1x10 ⁶	1x10 ⁶	Нет	1x10 ⁶	Нет	1x10 ⁶
Заданная пиковая ширина	0,6	0,6	Нет	0,6	Нет	0,6
Максимальный показатель отражателя	4	4	Нет	4	Нет	4
Максимальный ток эмиссии, мА	240	50	Нет	50	Нет	50
Максимальная энергия электронов, эВ	240	240	Нет	240	Нет	240

Примечания о данных, которые содержит Таблица 16.

- **Нет.** Не доступно. Ионы ПФДТД формируются только с помощью метана, поэтому автонастройка не выполняется в данной конфигурации.
- **Полярность ионов.** При запуске ПХИ всегда начинайте с метана, а затем переходите на нужную полярность и газ-реагент.
- **Норма содержания.** Настраивается ниже или выше для получения сигнального содержания. Более высокое сигнальное содержание обеспечивает более высокий уровень шумового содержания. Настройка осуществляется для получения данных путем установки потенциала электронного умножителя.
- **Заданная пиковая ширина.** Повышенный показатель дает более высокую чувствительность, пониженный показатель дает лучшее расщепление.
- **Максимальный ток эмиссии.** Это очень сложный показатель для ОХИ, который должен подбираться опытным путем. Например, оптимальный показатель тока эмиссии для пестицидов может составлять 200 мА.

Работа с модулем управления потоком газа-реагента

Потоки газа-реагента управляются программным обеспечением (Рис. 27).

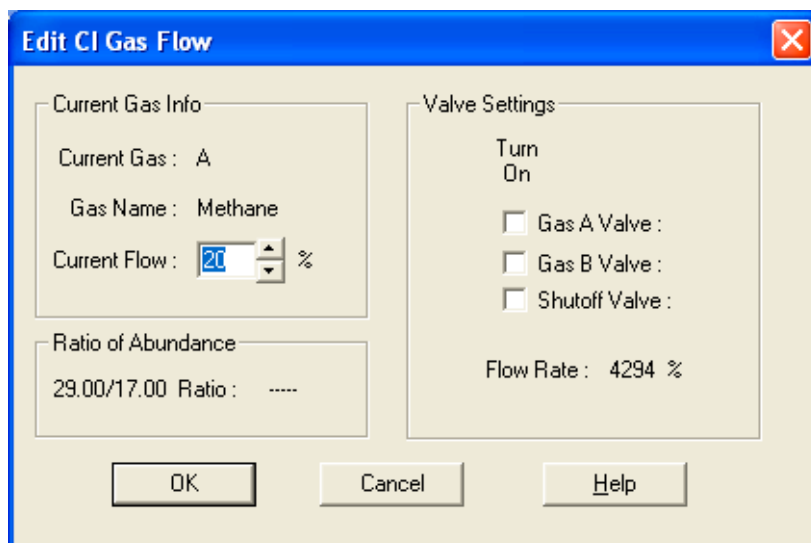


Рис. 27 Управление потоком ХИ

Параметры в области Valve Settings (параметры клапанов) действуют следующим образом.

Gas A (или B) Valve (клапан газа A (или B)). Означает, что данный газ выключен. Система очищает газовые линии в течение 6 минут, затем включает выбранный газ (A или B). Это происходит для того, чтобы снизить смешивание газов в линиях.

Shutoff Valve (запорный клапан). При выборе запорного клапана система перекрывает газовый поток, но оставляет открытым стопорный клапан (Рис. 28). Это выполняется для того, чтобы удалить из линий остатки газа. Обычно это занимает 6 минут, затем стопорный клапан закрывается.

Модуль управления потоком запоминает настройки для каждого вида газа. При выборе определенного вида газа на панели управления автоматически устанавливается тот же поток, который использовался в прошлый раз.

Модуль управления газовым потоком

Модуль управления потоком газа-реагента ХИ (**Рис. 28** и **Таблица 17**) регулирует подачу газа в устройство сопряжения ГХ/МСД. Этот модуль состоит из контроллера массового расхода (КМР), газового клапана, калибровочного клапана, стопорного клапана, управляющего электронного компонента и системы трубок.

На задней панели находятся фитинги впускного канала Swagelok для метана (**CH₄**) и **ДРУГОГО** газа-реагента. В программе они называются **Gas A** и **Gas B** соответственно. Если не используется второй газ реагент, закройте **ДРУГОЙ** фитинг, чтобы не допустить случайного попадания воздуха в анализатор. Подавайте газ-реагент под давлением 25-30 psi (170-205 кПа).

Стопорный клапан защищает модуль управления газовым потоком от попадания воздуха при вентилировании МСД или от попадания ПФТБА в режиме ЭУ. Для МСД значению **On** соответствует **1**, а значению **Off** соответствует **0** (**Таблица 17**).

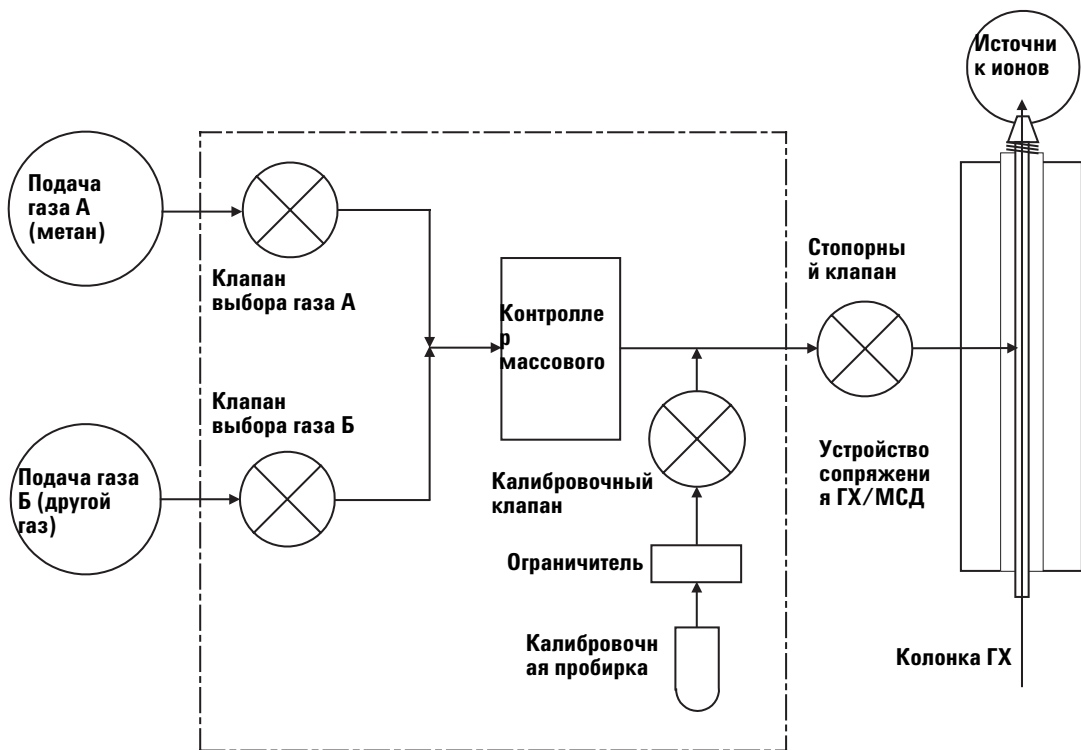


Рис. 28 Схема модуля управления потоком газа-реагента

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Таблица 17 Диаграмма состояния модуля управления потоком

Результат	Поток газа А	Поток газа Б	Промывка газом А	Промывка газом Б	Откачка из модуля	Ждущий режим, вентиляция, ЗУ
Газ А	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт	Закрыт
Газ Б	Закрыт	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт
КМР	Вкл. → заданное значение	Вкл. → заданное значение	Вкл. → 100 %	Вкл. → 100 %	Вкл. → 100 %	Выкл. → 0 %
Стопорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт

Состояния **Открыт** и **Закрыт** отображаются на экране как **1** и **0**.

Настройка потока газа-реагента метана

Перед настройкой системы ХИ необходимо настроить поток газа-реагента для обеспечения максимальной стабильности. Выполните **первоначальную** настройку для метана в режиме положительной химической ионизации (ПХИ). Процедура настройки недоступна в режиме отрицательной химической ионизации (ОХИ), т.к. в этом режиме отсутствуют отрицательные реагентные ионы.

Настройка потока газа-реагента метана осуществляется в три этапа: настройка управления потоком, предварительная настройка для ионов газа-реагента, регулировка потока для стабильного соотношения ионов-реагентов, m/z 28/27.

Система данных подскажет порядок действий во время настройки потока.

ВНИМАНИЕ

Каждый раз при переключении системы с режима ЭУ на режим ХИ или после вентиляции по какой-либо другой причине необходимо прогревать МСД не менее 2-х часов, прежде чем выполнять настройку.

Процедура

- 1 Выберите **Gas A** (ààç Å). Следуйте указаниям и подсказкам мастера настройки.
- 2 Установите поток на 20 % для МСД ПХИ/ОХИ.
- 3 Проверьте вакуумметр-контроллер и убедитесь, что указано правильное давление. См. **стр. 124**.
- 4 Выберите **Methane Pretune** (предварительная настройка для метана) в меню Setup (настройка).

Предварительная настройка для метана регулирует оптимальное соотношение ионов-реагентов метана в m/z 28/27.

- 5 Изучите данные об ионах-реагентах на дисплее (**Рис. 29**).
 - Убедитесь, что в отметке m/z 32 нет видимых пиков. Пик в данной отметке свидетельствует о наличии воздушной протечки. Если обнаружен пик в данной отметке, найдите и устраните протечку, прежде чем продолжать работу. При работе в режиме ХИ с воздушной протечкой быстро загрязняется источник ионов.
 - Убедитесь, что пик m/z 19 (протонированная вода) на 50 % меньше, чем пик m/z 17.
- 6 Отрегулируйте поток метана.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

ВНИМАНИЕ

Продолжение работы с ХИ при воздушных протечках и большом количестве воды вызовет **серьезное** засорение источника ионов. В этом случае необходимо **выполнить вентилирование МСД и очистить источник ионов.**

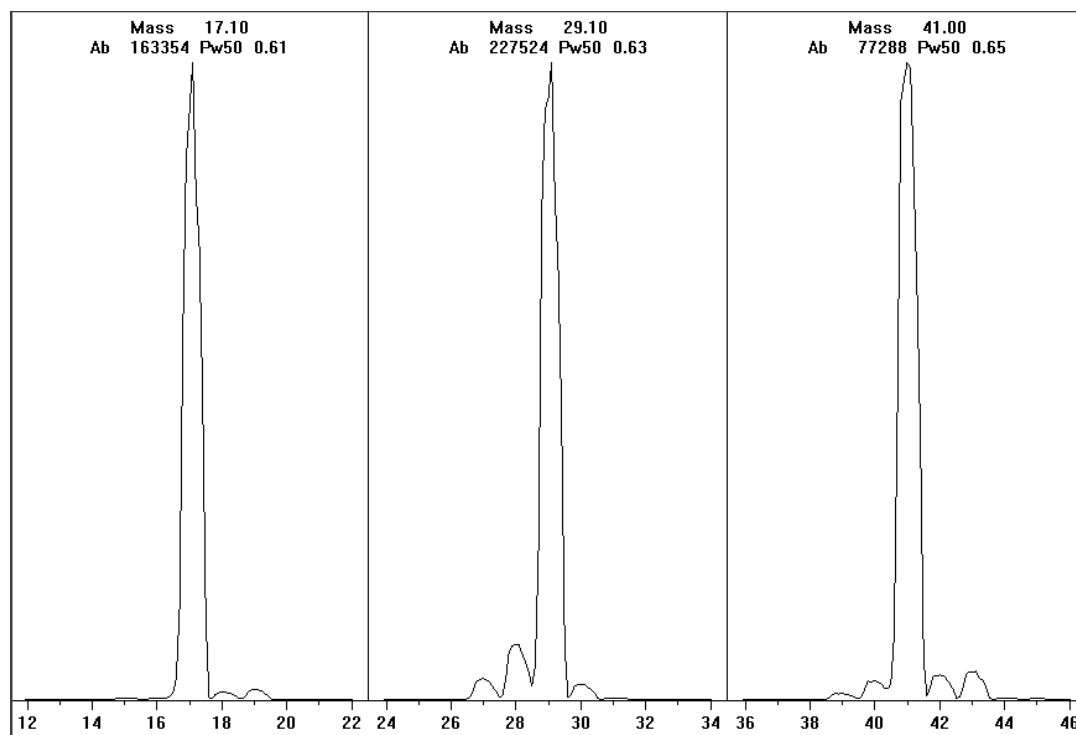


Рис. 29 Графики ионов-реагентов

Предварительная настройка для метана после прокаливания более суток

Убедитесь в невысоком содержании m/z 19 и отсутствии видимых пиков в m/z 32. Возможно, сначала МСД будет показывать большее содержание воды, однако, содержание в m/z 19 должно быть на 50 % меньше, чем в m/z 17.

Использование других газов-реагентов

В этом разделе описано использование изобутана или аммиака в качестве газов-реагентов. Перед применением других газов реагентов требуется ознакомиться с работой МСД серии 5975 с системой ХИ с использованием метана в качестве газа-реагента.

ВНИМАНИЕ

Не используйте закись азота в качестве газа-реагента. Она значительно сокращает срок службы катода.

Замена газов-реагентов с метана на другой газ, изобутан или аммиак, меняет химию процесса ионизации и обеспечивает другие ионы на выходе. Описание основных реакций химической ионизации содержит **Приложение А**, “Теория химической ионизации”. При отсутствии опыта в химической ионизации рекомендуется ознакомиться с этой информацией перед тем, как продолжить.

ВНИМАНИЕ

Не все действия по настройке можно выполнять во всех режимах и со всеми газами-реагентами. Подробную информацию содержит **Таблица 18**.

Таблица 18 Газы-реагенты

Газ-реагент/режим	Массы ионов-реагентов	Калибрانت-ионы ПФДТД	Поток согл. ионов: соотношение МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ Производительный турбонасос Рекомендуемый поток: 20 % ПХИ 40 % ОХИ
Метан/ПХИ	17, 29, 41 [*]	41, 267, 599	28/27: 1,5-5
Метан/ОХИ	17, 35, 235 [†]	185, 351, 449	Нет
Изобутан/ПХИ	39, 43, 57	Нет	57/43: 5-30
Изобутан/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 449	Нет
Аммиак/ПХИ	18, 35, 52	Нет	35/18: 0,1-1
Аммиак/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 517	Нет

* Не существует никаких ионов ПФДТД, сформированных с газом-регентом, кроме метана. Выполните настройку с метаном и используйте такие же параметры для других газов.

† Никаких **отрицательных** ионов газов-реагентов не образуется. Для предварительной настройки в отрицательном режиме используйте фоновые ионы: 17 (ОН-), 35 (Cl-), и 235 (ReO3-). Эти ионы нельзя использовать для регулирования потока газа-реагента. Установите поток на 40 % для ОХИ и отрегулируйте необходимым образом, чтобы получить приемлемые результаты для своих проб.

ХИ с изобутаном

Для химической ионизации обычно используется изобутан (C₄H₁₀), если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация. Это вызвано тем, что протонное сродство изобутана выше, чем протонное сродство метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

Присоединение и перенос протона представляют собой механизмы ионизации, наиболее часто связываемые с изобутаном. Сама проба влияет на то, какой механизм является доминирующим.

ХИ с аммиаком

Для химической ионизации обычно используется аммиак (NH_3), если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация. Это вызвано тем, что протонное сродство аммиака выше, чем протонное сродство метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

Поскольку многие интересующие исследователей вещества имеют недостаточное протонное сродство, спектры химической ионизации аммиака часто возникают при добавлении NH_4^+ и затем в некоторых случаях от последующей потери воды. Спектры реагент-ионов аммиака имеют основные ионы при m/z 18, 35 и 52, соответствующие NH_4^+ , $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$ и $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$.

Чтобы настроить МСД для химической ионизации изобутана или аммиака, выполните следующее.

Процедура

- 1 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) выполните стандартную автонастройку положительной ХИ с метаном и ПФДТД.
- 2 В меню Setup (настройка) щелкните **CI Tune Wizard (мастер настройки ХИ)** и при появлении приглашения выберите **Isobutane** (изобутан) или **Ammonia** (аммиак). При этом меню изменится для использования выбранного газа, и будут выбраны используемые по умолчанию параметры.
- 3 Выберите **Gas B (раз Б)**. Следуйте инструкциям и запросам мастера настройки и установите поток газа на 20 %.

Если используется существующий файл настройки, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения. Примите выбранные по умолчанию значения температуры и других параметров.

- 4 Щелкните **Isobutane** (или **Ammonia**) **Flow Adjust** (настройка потока изобутана (или аммиака)) в меню Setup (настройка).

В ПХИ не существует никакой автонастройки ХИ для изобутана или аммиака

Если требуется запустить ОХИ с изобутаном или аммиаком, загрузите **файл NCICH4.U** или существующий файл настройки ОХИ для определенного газа.

ПРИМЕЧАНИЕ

Прочтите следующее указание по применению: *Implementation of Ammonia Reagent Gas For Chemical Ionization On Agilent 5975 MSDs (Применение газа-реагента аммиака для химической ионизации на МСД Agilent 5975) (5989-5170EN)*.

ВНИМАНИЕ

Использование аммиака влияет на требования к обслуживанию МСД. См. **“Обслуживание ХИ”** для получения более подробной информации.

ВНИМАНИЕ

Давление подачи аммиака должно быть меньше, чем 5 psig. Более высокие давления могут привести к сжатию аммиака от газообразного состояния до жидкого.

Всегда держите резервуар с аммиаком в вертикальном положении ниже уровня модуля потока. Смотайте трубку подачи аммиака в несколько вертикальных петель и оберните ее вокруг канистры или бутылки. Это поможет удерживать жидкий аммиак за пределами модуля потока.

Аммиак имеет тенденцию разрушать жидкости вакуумного насоса и уплотнители. ХИ аммиака вызывает необходимость более часто выполнять обслуживание вакуумной системы. (См. Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5975).

ВНИМАНИЕ

При использовании аммиака в течение 5 или более часов в день форвакуумный насос должен быть балластирован (промыт воздухом) минимум в течение 1 часа в день, чтобы свести к минимуму повреждение уплотнителей насоса. Всегда выполняйте промывку МСД метаном после протекания через него аммиака.

Часто в качестве газа-реагента ХИ используют смесь 5 % аммиака и 95 % гелия или 5 % аммиака и 95 % метана. В них достаточно аммиака для достижения хорошей химической ионизации при снижении ее отрицательных эффектов.

ХИ с диоксидом углерода

Диоксид углерода часто используется в качестве газа-реагента для ХИ. Он имеет очевидные преимущества, связанные с его доступностью и безопасностью.

Переключение с источника ХИ на источник ЭУ

Процедура

- 1 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) провентилируйте МСД. См. **стр. 83**. Программное обеспечение будет показывать запросы на необходимые действия.
- 2 Откройте анализатор.
- 3 Извлеките уплотнитель наконечника устройства сопряжения ХИ. См. **стр. 143**.
- 4 Извлеките источник ионов ХИ. См. **стр. 142**.
- 5 Установите источник ионов ЭУ. См. **стр. 136**.
- 6 Поместите источник ионов ХИ и уплотнитель наконечника устройства сопряжения в коробку источника ионов.
- 7 Создайте разрежение в МСД. См. **стр. 92**.
- 8 Загрузите файл настройки ЭУ.

ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки, если будете касаться анализатора или любых других частей, которые будут находиться в камере анализатора.

ВНИМАНИЕ

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества *прежде*, чем открыть камеру анализатора. См. **стр. 131**.

Автоматическая настройка ХИ

После того, как поток газа-реагента отрегулирован, необходимо настроить линзы и электронные компоненты МСД (**Таблица 19**). В качестве калибровочного стандарта используется перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо наполнения всей вакуумной камеры ПФДТД вводится непосредственно в камеру ионизации через устройство сопряжения ГХ/МСД с помощью модуля управления потоком газа.

ВНИМАНИЕ

После того, как источник заменен с ЭУ на ХИ или провентилирован по любой другой причине, необходимо промыть и прокалить МСД минимум в течение 2-х часов перед настройкой. Более долгое прокалывание рекомендуется перед использованием проб, требующих оптимальной чувствительности.

Автоматическая настройка ПХИ существует только для метана, т.к. нет ионов ПФДТД, произведенных другими газами в положительном режиме. Ионы ПФДТД видны в ОХИ для любого газа-реагента. Всегда сначала выполняйте настройку ПХИ с метаном независимо от того, какой режим или газ-реагент требуется использовать для анализа.

Не существует никаких критериев проверки настройки. Если автонастройка ХИ выполнена, значит, она выполнена успешно.

Однако вторичный электронный умножитель (ВЭУ) с напряжением 2600 В или выше указывает на проблему. Если для метода требуется НВЭУ +400, возможно, не удастся достичь адекватной чувствительности при получении данных.

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. См. **стр. 77**. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Таблица 19 Параметры газа-реагента

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Нет
Выделение	150 мА	50 мА	150 мА	50 мА	150 мА	50 мА	35 мА
Энергия электрона	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	70 эВ
Катод	1	1	1	1	1	1	1 или 2
Отражатель	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	30 В
Фокус иона	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	90 В
Смещение входной линзы	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	25 В
НВЭУ	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Стопорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Выбор газа	А	А	В	В	В	В	Никакой
Рекомендованный поток	20 %	40 %	20 %	40 %	20 %	40 %	Нет
Температура источника	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	230 °С
Температура КФМ	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С
Температура устройства сопряжения	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С
Автонастройка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да
Нет — не доступно							

Выполнение автонастройки ПХИ (только для метана)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. См. **стр. 77**. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Сначала убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ. См. **стр. 77**.
- 2 Загрузите файл настройки **PCICN4.U** (или существующий файл настройки для используемого газа-реагента).

Если используется существующий файл настройки, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.

- 3 Примите значения по умолчанию.
- 4 Выполните настройку для метана. См. **стр. 109**.
- 5 В меню Tune (настройка) щелкните **CI Autotune** (автонастройка ХИ).

ВНИМАНИЕ

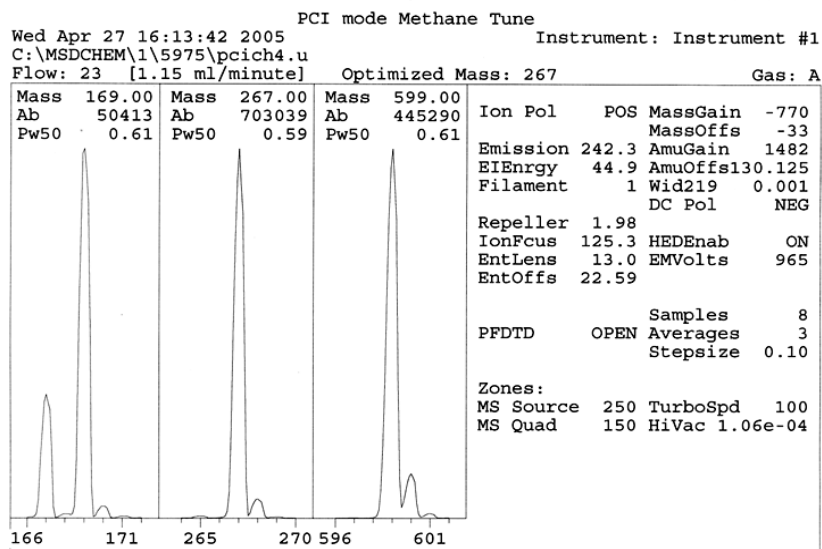
Выполняйте настройку только тогда, когда она совершенно необходима. Это сведет к минимуму фоновый шум ПФДТД и поможет предотвратить загрязнение источника ионов.

Не существует никаких критериев проверки настройки. Если автонастройка ХИ выполнена, значит, она выполнена успешно (**Рис. 30**). Если при настройке устанавливается НВЭУ 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает НВЭУ «+ 400» или выше.

Отчет автонастройки содержит информацию о воздухе и воде в системе.

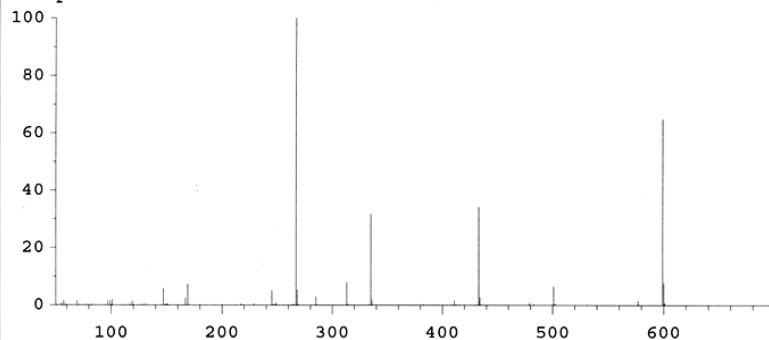
Отношение 19/29 показывает наличие воды.

Отношение 32/29 показывает наличие кислорода.



Scan: 50.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10

250 peaks Base: 267.00 Abundance: 656704



CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00

28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08

41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

Рис. 30 Автонастройка ПХИ

Выполнение автонастройки ОХИ (газ-реагент метан)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. См. **стр. 77**. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ с использованием метана в качестве газа-реагента, даже если планируется использовать другой газ-реагент или режим ОХИ.

Процедура

- 1 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) загрузите файл **NCICH4.U** (или существующий файл настройки для используемого газа-реагента).
- 2 В меню Setup (настройка) выберите **CI Tune Wizard (мастер настройки ХИ)** и следуйте предложениям системы.

Примите выбранные по умолчанию значения температуры и других параметров.

Если используется существующий файл настройки, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.

- 3 В меню Tune (настройка) щелкните **CI Autotune (автонастройка ХИ)**.

ВНИМАНИЕ

Выполняйте настройку только тогда, когда она требуется. Это сведет к минимуму фоновый шум ПФДТД и поможет предотвратить загрязнение источника ионов.

Не существует никаких критериев проверки настройки. Если автонастройка ХИ выполнена, значит, она выполнена успешно (**Рис. 31**). Если при настройке устанавливается НВЭУ 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает НВЭУ «+ 400» или выше.

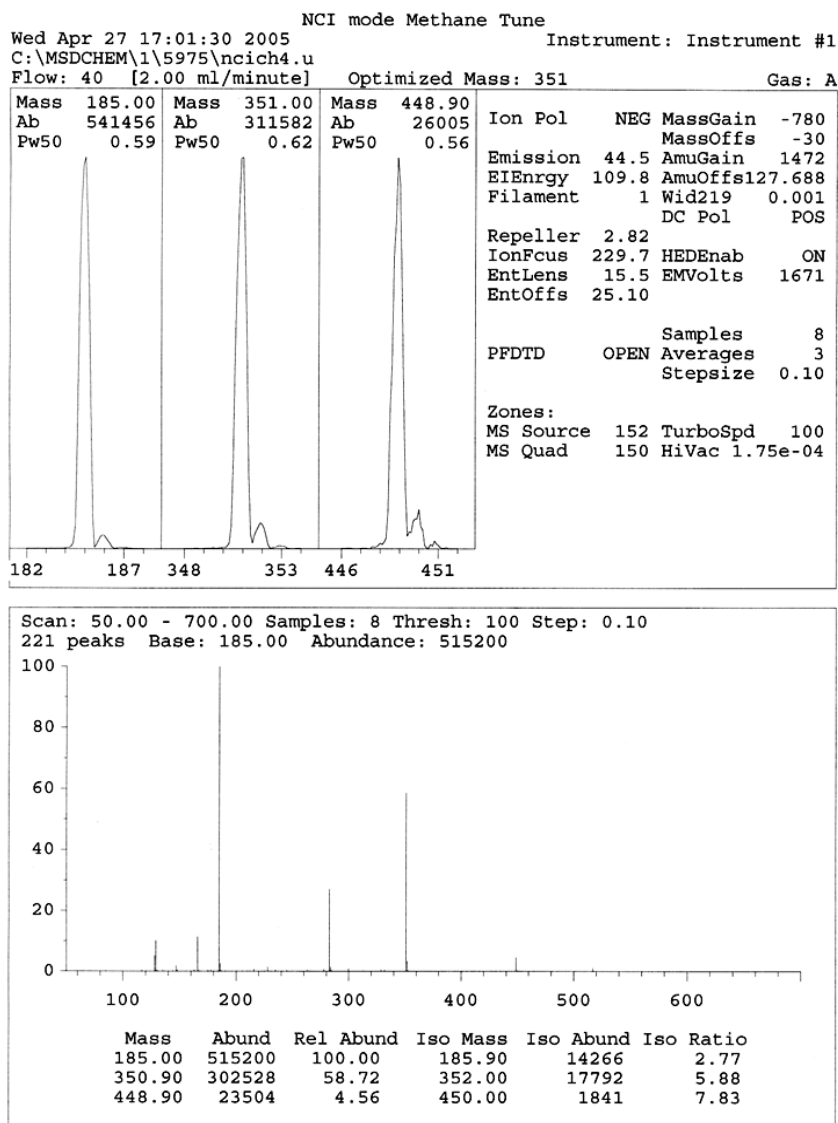


Рис. 31 Автонастройка ОХИ

Проверка ПХИ

Необходимые материалы

- Бензофенон, 100 пг/мл (8500-5440)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. См. **стр. 77**. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
- 2 Убедитесь, что загружен файл настроек **PCICN4.U**.
- 3 Выберите **Gas A (äàç A)** и установите поток на 20 %.
- 4 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) выполните настройку ХИ. См. **стр. 116**.
- 5 Запустите автонастройку ХИ. См. **стр. 116**.
- 6 Запустите метод чувствительности ПХИ **BENZ_PCI.M**, используя 1 мл бензофенона 100 пг/мл.
- 7 Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Характеристики приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Проверка ОХИ

Эта процедура предназначена *только* для МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ.

Необходимые материалы

- Октафторнафталин (ОФН), 100 фг/мл (5188-5347)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. См. **стр. 77**. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в ПХИ, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
- 2 Загрузите файл настроек **NCICH4.U** и примите установленные значения температуры.
- 3 Выберите **Gas A (äâç A)** и установите поток на 40 %.
- 4 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) запустите автонастройку ХИ. См. **стр. 120**.

Обратите внимание, что не существует никаких критериев проверки автонастройки ХИ. Если автонастройка ХИ выполнена, значит, она выполнена успешно.

- 5 Запустите метод чувствительности ОХИ OFN_NCI.M, используя 2 мл ОФН 100 фг/мл.
- 6 Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Характеристики приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Наблюдение за вакуумным давлением

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте ионный микровакуумметр, если существует вероятность, что водород накопился в коллекторе. Ознакомьтесь с информацией в разделе “Меры предосторожности при обращении с водородом” перед работой на МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура

- 1 Запустите и создайте разрежение в МСД. См. **стр. 103**.
- 2 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (управление настройкой и вакуумом) выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** (включить/выключить вакуумметр) в меню Vacuum (вакуум).
- 3 В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) можно настроить монитор МС для чтения. Наблюдение за вакуумным давлением также можно осуществлять с помощью ЛПУ или экрана Manual Tune (настройка вручную).

Вакуумметр-контроллер не включится, если давление в МСД выше приблизительно 8×10^{-3} мм рт.ст. Вакуумметр-контроллер откалиброван для азота, но все значения давлений, указанные в этом руководстве, относятся к гелию.

Самое большое влияние на рабочее давление оказывает поток газа носителя.

Таблица 20 содержит список типичных давлений для различных потоков газа-носителя гелия. Эти данные являются приблизительными и отличаются для различных приборов.

Типичные значения давления

Используйте ионный микровакуумметр G3397A. Обратите внимание, что регулятор расхода массы откалиброван для метана, а вакуумметр — для азота, поэтому данные значения являются не точными, но могут использоваться в качестве ориентира (Таблица 20). Они были получены в следующих условиях. Обратите внимание, что это типичные температуры ПХИ:

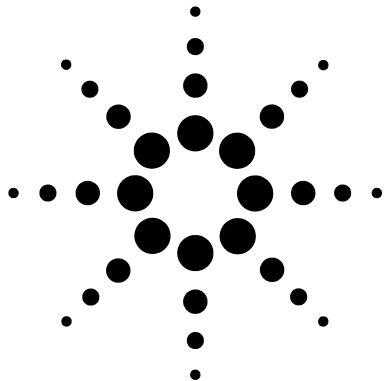
Температура источника	250 °C
Температура КФМ	150 °C
Температура устройства сопряжения	280 °C
Поток газа-носителя гелия	1 мл/мин

Таблица 20Значения потока и давления

Давление (мм рт.ст.)		
	Метан	Аммиак
КМР (%)	МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ (Производительный турбонасос)	МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ (Производительный турбонасос)
10	$5,5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$
15	$8 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$
20	$1 \cdot 10^{-4}$	$8,5 \cdot 10^{-5}$
25	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
30	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
35	$2 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$
40	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$

Ознакомьтесь с измерениями в системе в эксплуатационных режимах и наблюдайте за **изменениями**, которые могут указывать на проблемы с вакуумом или потоком газа. Измерения отличаются примерно на 30 % для различных МСД и вакуумметров.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)



Масс-селективный детектор Agilent 5975
Руководство по эксплуатации

5 Общее обслуживание

Перед началом **128**

Уход за вакуумной системой **133**



Перед началом

Многие процедуры обслуживания МСД можно выполнять самостоятельно. Перед выполнением любых действий по обслуживанию для обеспечения собственной безопасности прочтите всю информацию в этом разделе.

Запланированное обслуживание

Общие задачи технического обслуживания указаны в списке, который содержит **Таблица 21**. Выполнение этих задач в необходимые сроки может сократить количество проблем при работе, продлить срок службы системы и уменьшить общие эксплуатационные расходы.

Храните отчеты о показателях работы системы (отчеты настройки) и о выполненных действиях по обслуживанию. Это позволит легче определить отклонения от нормальной работы и предпринять действия по устранению неполадки.

Таблица 21График технического обслуживания

Задача	Каждую неделю	Каждые 6 месяцев	Каждый год	При необходимости
Настройка МСД				X
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	X			
Проверка калибровочных пробирок		X		
Замена масла в форвакуумном насосе *		X		
Замена жидкости диффузионного насоса			X	
Проверка сухого форвакуумного насоса				X
Очистка источника ионов				X
Проверка ловушек газа-носителя на ГХ и МСД				X
Замена изношенных деталей				X
Смазка боковой панели или кольцевых уплотнителей вентиляционного клапана †				X
Замена газа-реагента ХИ				X
Замена расходных материалов ГХ				X

* Каждые 3 месяца для МСД с ХИ при использовании аммиака в качестве газа-реагента.

† Вакуумные уплотнители, кроме кольцевых уплотнителей боковой пластины и вентиляционного клапана, не требуется смазывать. Смазка других уплотнителей может препятствовать их правильной работе.

Инструменты, запасные части и расходные материалы

Некоторые из необходимых инструментов, запасных частей, и расходных материалов прилагаются к ГХ или МСД либо содержатся в наборе инструментов МСД. Другие требуется приобрести самостоятельно. Для каждой процедуры технического обслуживания приведен список необходимых материалов.

Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

Когда МСД подключен к источнику питания, даже если питание выключено, под опасным напряжением (120 В~ или 200/240 В~) находятся следующие компоненты:

- Электропроводка и предохранители между разъемом кабеля питания и выключателем питания

Когда питание прибора включено, под опасным напряжением также находятся следующие компоненты:

- Печатные платы
- Тороидальный трансформатор
- Провода между этими платами
- Проводах между этими блоками и разъемами на задней панели МСД
- Некоторые разъемы на задней панели (например, разъем питания форвакуумного насоса)

Обычно все эти компоненты защищены крышками. Когда крышки установлены, случайное прикосновение к находящимся под напряжением компонентам практически невозможно.

ОСТОРОЖНО

Не выполняйте обслуживание МСД, когда он включен или подключен к источнику питания, если в инструкциях в этой главе не указано иначе.

Некоторые процедуры в этой главе требуют доступа к внутренней части МСД, когда питание прибора включено. Не снимайте крышки при выполнении этих процедур. Для снижения риска поражения током будьте осторожны при выполнении процедуры.

Опасные температуры

Многие компоненты МСД сильно нагреваются или работают при высокой температуре и могут вызвать серьезные ожоги. К таким компонентам относятся следующие, а также некоторые другие:

- Устройство сопряжения ГХ/МСД
- Компоненты анализатора
- Вакуумные насосы

ОСТОРОЖНО

Никогда не прикасайтесь к этим компонентам, когда МСД включен. После выключения МСД подождите некоторое время, чтобы эти компоненты остыли, перед их обслуживанием.

ОСТОРОЖНО

Нагреватель устройства сопряжения ГХ/МСД питается от зоны нагревания ГХ. Нагреватель устройства сопряжения может быть включен и иметь высокую температуру, даже если МСД выключен. Устройство сопряжения ГХ/МСД хорошо изолировано. Даже после выключения оно остывает очень медленно.

ОСТОРОЖНО

Форвакуумный насос может быть причиной ожогов, если прикоснуться к нему во время работы. Он имеет защитный щит, защищающий пользователя от прикосновения к нему.

Впускные каналы ГХ и термостат ГХ также работают при очень высоких температурах. Используйте такие же меры предосторожности при обращении с этими компонентами. Дополнительную информацию см. в документации, прилагаемой к ГХ.

Химический остаток

Только небольшая часть образца ионизируется ионным источником. Большая часть любых проб проходит через ионный источник без ионизации. Ее удаляют путем откачивания вакуумной системой. В результате этого отработанные газы из форвакуумного насоса будут содержать следы газа носителя и проб. Отработанные газы из стандартного форвакуумного насоса также содержат крошечные капельки масла из форвакуумного насоса.

Стандартный форвакуумный насос снабжен масляной ловушкой. Эта ловушка задерживает **только** крошечные капли насосного масла. Она **не** задерживает никакие другие химические вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются ядовитые химические вещества, не используйте эту масляную ловушку. Для всех форвакуумных насосов установите гибкий шланг для выпуска откачиваемых газов из насосов вне помещения на открытый воздух или в вытяжное устройство с выпуском в атмосферу. Для стандартного форвакуумного насоса потребуется снять ловушку. Убедитесь, что выполняемые действия не нарушают местные правила по защите воздуха.

ОСТОРОЖНО

Масляная ловушка, которой снабжен стандартный форвакуумный насос, задерживает только масло форвакуумного насоса. Она не улавливает и не отфильтровывает токсичные химикаты. Если используются ядовитые растворители или анализируются ядовитые химические вещества, снимите ловушку. Не используйте ловушку при работе с МСД XII. Установите гибкий шланг, чтобы выводить откачиваемые насосом газы вне помещения на открытый воздух или в вытяжное устройство.

Жидкости в диффузионном насосе и стандартном форвакуумном насосе также накапливают следы проанализированных проб. Вся использованная насосная жидкость должна считаться опасной и подвергаться соответствующей обработке. Утилизируйте использованную жидкость надлежащим образом в соответствии с местными правилами.

ОСТОРОЖНО

При замене насосной жидкости используйте соответствующие химически стойкие перчатки и защитные очки. Избегайте любых контактов с жидкостью.

Статическое электричество

Все печатные платы электросхем в МСД содержат компоненты, которые могут быть повреждены зарядом статического электричества. Не берите в руки и не прикасайтесь к этим платам, если это не является абсолютно необходимым. Кроме того, провода, контакты и кабели могут проводить статическое электричество к платам электронных приборов, с которыми они связаны. Это особенно относится к проводам КФМ, которые могут провести статическое электричество к чувствительным компонентам печатной платы. Статическое электричество не может сразу вызвать неисправность, однако, оно постепенно ухудшает работу МСД.

При работе с платами с печатными схемами или узлами, имеющие провода, контакты или кабели, связанными с печатными схемами, всегда используйте заземленный антистатический браслет для снятия электростатического разряда и предпринимайте другие меры для защиты от статического электричества. Антистатический браслет должен быть связан с заведомо исправным грунтовым заземлением. Если это невозможно, он должен быть связан с проводящей (металлической) деталью блока, на котором будет выполняться работа, но **не** с электронными компонентами, оголенными проводами или контактами разъемов.

Используйте дополнительные средства защиты, такие как заземленный антистатический коврик, если требуется работать с компонентами или блоками, которые были извлечены из МСД, в том числе анализатором.

ВНИМАНИЕ

Антистатический браслет должен прилегать плотно (но не туго). Если браслет свободно висит, он обеспечивает минимальную защиту или вообще не обеспечивает защиты.

Меры для защиты от статического электричества не обеспечивают полной защиты. Как можно реже берите в руки электронные печатные платы, и удерживайте их только за углы. Никогда не касайтесь компонентов, поверхностных дорожек или контактов на соединительных разъемах и кабелях.

Уход за вакуумной системой

Периодическое обслуживание

Как указано ранее (**Таблица 21**), некоторые задачи обслуживания вакуумной системы должны выполняться периодически. Они включают в себя:

- Проверку жидкости форвакуумного насоса (каждую неделю)
- Проверку калибровочных пробирок (каждые 6 месяцев)
- Балластировку форвакуумного насоса (ежедневно для МСД, использующих аммиак в качестве газа-реагента)
- Замену масла в форвакуумном насосе (каждые 6 месяцев; каждые 3 месяца для МСД ХИ, использующих аммиак в качестве газа-реагента)
- Затягивание винта масляного контейнера форвакуумного насоса (первая замена масла после установки)
- Замена жидкости диффузионного насоса (раз в год)
- Замена сухого форвакуумного насоса (раз в 3 года)

Невыполнение этих действий в необходимые сроки может привести к снижению точности работы и повреждению прибора.

Другие процедуры

Такие задачи, как замена вакуумметра форвакуумного насоса или вакуумметра микроионов, следует выполнять только по мере необходимости. См. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5975* и справочную систему MSD ChemStation для получения информации о признаках, которые указывают на необходимость выполнить обслуживание.

Дополнительная информация

Если требуется дополнительная информация о местонахождении или функциях вакуумных компонентов системы, см. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5975*.

Извлечение источника ионов ЭУ

Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Плоскогубцы с длинными носами (8710-1094)

Процедура



1 Выполните вентиляцию МСД. См. **стр. 83**.

2 Откройте камеру анализатора. См. **стр. 85**.

Прежде чем прикоснуться к компонентам анализатора, наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества.

3 Отсоедините семь проводов от источника ионов. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (**Рис. 32** и **Таблица 22**).

Таблица 22 Провода источника ионов

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Фокус иона	1
Белый	Нить (катод) 1 (верхний катод)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить (катод) 2 (нижний катод)	2

ВНИМАНИЕ

При отсоединении проводов удерживайте разъемы, а не провода.

- 4 Проследите, как идут провода нагревателя источника ионов и температурного датчика к соединительной плате. Отсоедините их от нее.
- 5 Открутите винты с накатанной головкой, удерживающие источник ионов.
- 6 Извлеките источник ионов из излучателя.

ОСТОРОЖНО

Анализатор работает при высоких температурах. Не следует прикасаться к его компонентам, если нет уверенности, что они холодные.

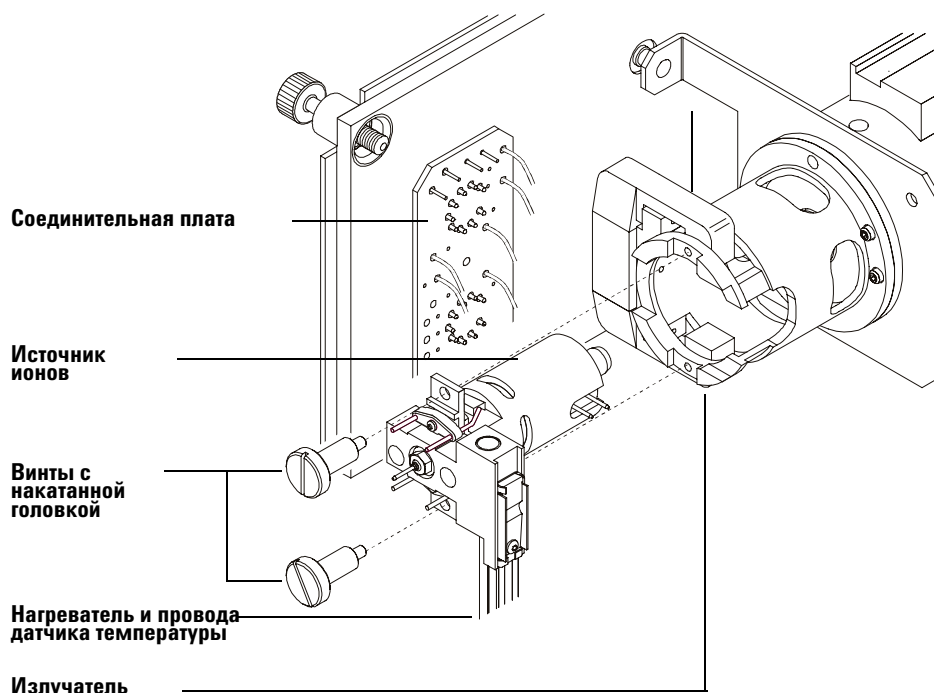


Рис. 32 Извлечение источника ионов

Установка источника ионов ЭУ

Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Плоскогубцы с длинными носами (8710-1094)



Процедура

- 1 Вставьте источник ионов в излучатель источника (**Рис. 33**).
- 2 Установите и вручную затяните винты с накатанной головкой источника. Не затягивайте винты слишком сильно.
- 3 Соедините провода источника ионов, как показано в разделе **“Закрытие камеры анализатора”**. Закройте камеру анализатора.

4 Создайте разрезание в МСД. См. стр. 92.

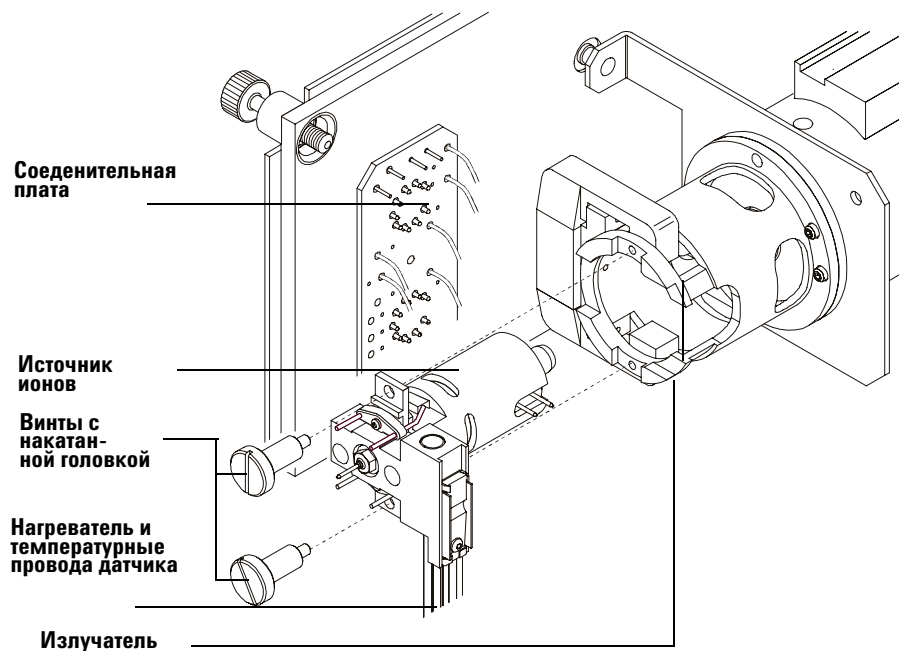
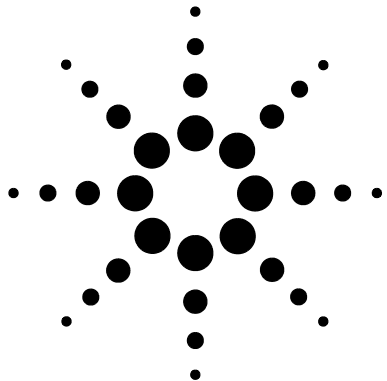


Рис. 33 Установка источника ионов ЭУ



6

Обслуживание ХИ

Общая информация	140
Очистка источника ионов	140
Аммиак	140
Подготовка МСД к работе в режиме ХИ	141
Рекомендации	141
Установка источника ионов ХИ	142
Установка уплотнителя наконечника устройства сопряжения ХИ	143

В этой главе описаны процедуры обслуживания и требования, относящиеся к МСД серии 5975, оснащённому оборудованием для химической ионизации.



Общая информация

Очистка источника ионов

При эксплуатации МСД в режиме ХИ требуется чаще выполнять очистку источника ионов. При эксплуатации в режиме ХИ камера источника ионов загрязняется быстрее, чем при эксплуатации в режиме ЭИ, вследствие более высокого давления источника, которое требуется для ХИ.

ОСТОРОЖНО

Всегда выполняйте любые процедуры по техническому обслуживанию с использованием опасных растворителей рядом с вытяжным шкафом. Используйте МСД в хорошо проветриваемом помещении.

Аммиак

Аммиак, используемый в качестве газа-реагента, повышает необходимость обслуживания форвакуумного насоса. При использовании аммиака быстрее ухудшается качество масла форвакуумного насоса. Поэтому масло в стандартном форвакуумном насосе необходимо проверять и менять чаще.

Всегда промывайте МСД метаном после использования аммиака.

Убедитесь, что аммиак установлен таким образом, что резервуар находится в вертикальном положении. Это предотвратит попадание жидкого аммиака в модуль потока газа.

Подготовка МСД к работе в режиме ХИ

При подготовке МСД к работе в режиме ХИ требуется проявлять осторожность, чтобы избежать загрязнений и проникновения воздуха.

Рекомендации

- Перед вентиляцией в режиме ЭИ убедитесь, что система ГХ/МСД работает правильно. См. **“Проверка работоспособности системы”**.
- Убедитесь, что для впускных линий газа-реагента используются очистители газа (не применимо для аммиака).
- Используйте очень чистые газы-реагенты с показателем 99,99 % или выше для метана и максимально высоким показателем для других газов-реагентов.

Установка источника ионов ХИ

ВНИМАНИЕ

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества *перед* открытием камеры анализатора.

Процедура

- 1 Провентилируйте МСД и откройте анализатор. См. **стр. 83**.
- 2 Извлеките источник ионов ЭУ. См. **стр. 134**.
- 3 Извлеките источник ионов ХИ из коробки и вставьте его в излучатель.
- 4 Закрутите винты с накатанной головкой (**Рис. 34**).
- 5 Подсоедините провода, как описано в разделе **“Закрытие камеры анализатора”**.

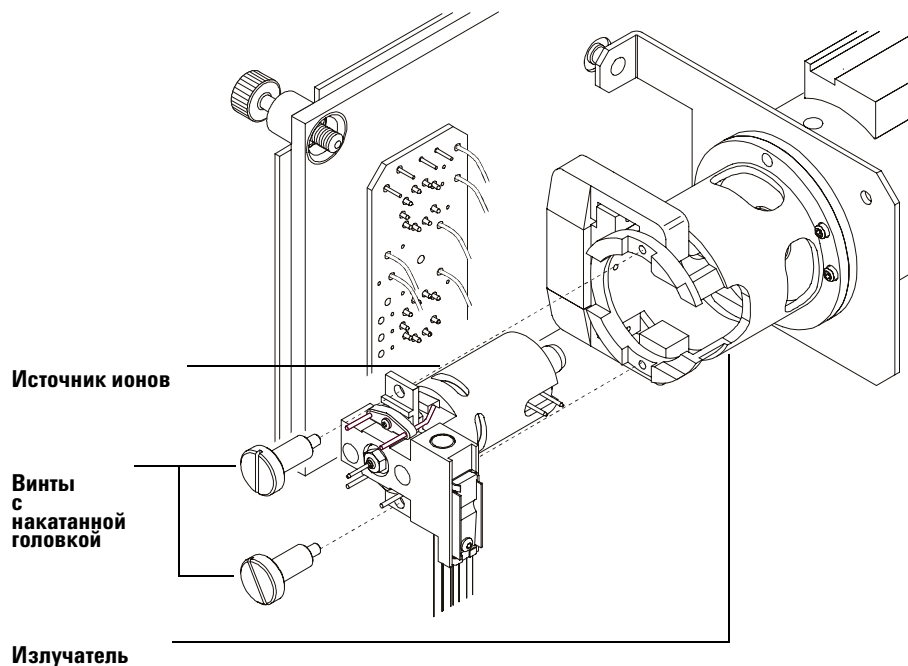


Рис. 34 Установка источника ионов ХИ

Установка уплотнителя наконечника устройства сопряжения ХИ

Необходимые материалы

- Уплотнитель наконечника устройства сопряжения (G1099-60412)

Для работы в режиме ХИ должен быть установлен уплотнитель наконечника устройства сопряжения. Необходимо достичь адекватного давления источника ионов для ХИ.

ВНИМАНИЕ

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества **перед** открытием камеры анализатора.

Процедура



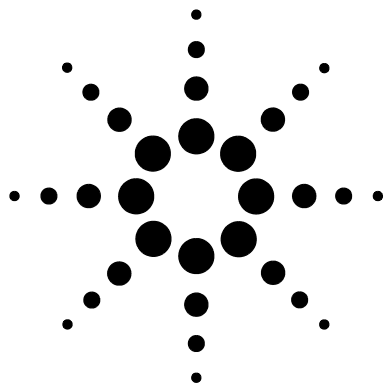
- 1 Извлеките уплотнитель из коробки источника ионов.
- 2 Убедитесь, что установлен источник ионов ХИ.
- 3 Поместите уплотнитель на наконечник устройства сопряжения. Чтобы снять уплотнитель, выполните указанные выше действия в обратном порядке.
- 4 **Аккуратно** проверьте, что анализатор и устройство сопряжения выровнены.

Когда анализатор правильно выровнен, его можно полностью закрыть и при этом не будет ощущаться никакое напряжение, кроме напряжения от пружины на уплотнителе наконечника устройства сопряжения.

ВНИМАНИЕ

Если компоненты не выровнены, излишнее усилие при закрытии анализатора может привести к повреждению уплотнителя, устройства сопряжения или источника ионов либо к отсутствию уплотнения на боковой плате.

- 5 Для выравнивания анализатора и устройства сопряжения можно поворачивать боковую плату на петле. Если анализатор по-прежнему не будет закрываться, обратитесь в сервисное представительство Agilent Technologies.



Масс-селективный детектор Agilent 5975
Руководство по эксплуатации

А **Теория химической ионизации**

Обзор химической ионизации **146**

Теория положительной ХИ **148**

Теория отрицательной ХИ **155**



Обзор химической ионизации

Химическая ионизация (ХИ) — это метод создания ионов, используемый в масс-спектрометрических анализах. Между ХИ и электронной ионизацией (ЭИ) существуют значительные различия. В этом разделе описываются самые общие механизмы химической ионизации.

В ЭИ электроны с относительно высокой энергией (70 эВ) сталкиваются с молекулами образца, подлежащего анализу. В результате таких столкновения (в основном) возникают положительные ионы. После ионизации молекулы данного вещества распадаются на достаточно предсказуемые фрагменты. ЭИ — прямой процесс; от электронов к молекулам образца энергия передается через столкновение.

Для ХИ вместе с образцом и газом-носителем в ионизационную камеру вводят большие количества газа-реагента. Так как присутствует гораздо большее количество газа-реагента, чем образца, большинство испускаемых электронов сталкивается с молекулами газа-реагента, формируя ионы-реагенты. Эти ионы газа-реагента реагируют друг с другом в первичных и вторичных процессах реакции, между которыми устанавливается равновесие. Они также реагируют различными способами с молекулами образца, образуя реагент-ионы. Образование иона при ХИ требует гораздо меньше энергии и проходит гораздо более «мягко», чем при электронной ионизации. Поскольку в результате ХИ возникает гораздо меньше осколков молекул, спектры ХИ обычно показывают высокое относительное содержание молекулярных ионов. По этой причине ХИ часто используется для определения молекулярного веса компонентов образца.

Метан чаще всего используется в качестве газа-реагента ХИ. Он выдает некоторые характерные образцы (показатели) ионизации. Другие газы-реагенты проявляют различные показатели и могут привести к лучшей чувствительности для некоторых образцов. Чаще всего в качестве газа-реагента используются изобутан и аммиак. Дioxid углерода часто используется в отрицательной ХИ. Реже используемые газы-реагенты — диоксид углерода, водород, фреон, триметилсилан, оксид азота и метиламин. С каждым газом-реагентом происходят различные реакции ионизации.

ОСТОРОЖНО

Аммиак токсичен и едок. Использование аммиака требует особого технического обслуживания и мер безопасности.

Примесь воды в газах-реакнтах будет значительно снижать чувствительность ХИ. Большой пик при m/z 19 (H_3O^+) в положительной ХИ является диагностическим симптомом примеси воды. При достаточно больших концентрациях, особенно объединяясь с калибровочным стандартом, вода, как примесь, приводит к сильному загрязнению источнику ионов. Загрязнение водой чаще всего возникает сразу после подсоединения трубки или цилиндров с новым газом-реакнтом. Уровень такой примеси часто снижается, если газ-реакгент течет несколько часов, промывая систему.

Ссылки по химической ионизации

A. G. Harrison (А. Г. Харрисон), *Chemical Ionization Mass Spectrometry* (Масс-спектрометрия химической ионизации), 2nd Edition, CRC Press, INC.

Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6. W. B. Knighton (В. Б. Найтон), L. J. Sears (Л. Джей. Сирз), E. P. Grimsrud (И. П. Гримсрад), High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry (Масс-спектрометрия захвата электрона высокого давления), *Mass Spectrometry Reviews* (1996), **14**, 327-343.

E. A. Stemmler (И. А. Стиммлер), R. A. Hites (Р. А. Хайтс), *Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds* (Масс-спектры электронного захвата негативного иона загрязнений окружающей среды и родственных соединений), VCH Publishers, New York, NY (1988) ISBN 0-89573-708-6.

Теория положительной ХИ

Положительная ХИ (ПХИ) возникает при той же полярности напряжений анализатора, что и ЭИ. Для ПХИ газ-реагент ионизируют столкновением с испускаемыми электронами. Ионы газа-реагента химически реагируют с молекулами образца (в качестве доноров протонов) с образованием ионов вещества образца. Формирование ионов ПХИ гораздо «мягче», чем электронной ионизацией, так как производит меньшее раскалывание. Эта реакция обычно дает высокое относительное содержание молекулярных ионов и поэтому часто используется для определения молекулярного веса образцов.

Чаще всего газом-реагентом является метан. ПХИ метана создает ионы почти с любыми молекулами образца. Другие газы-реагенты, такие как изобутан или аммиак, более избирательны и вызывают еще меньшее фрагментирование. Вследствие высокого фона из ионов газа-реагента ПХИ не особенно чувствительна и пороги чувствительности обычно высоки.

Существует четыре фундаментальных процесса ионизации, которые происходят в течение положительной химической ионизации в интервале давлений источника ионов от 0,8 до 2,0 мм рт.ст. Это:

- Перенос протона.
- Отщепление гидрида.
- Присоединение.
- Обмен заряда.

В зависимости от применяемого газа-реагента можно использовать один или несколько из этих четырех процессов для того, чтобы описать продукты ионизации, наблюдаемые в полученных масс-спектрах.

ЭИ, метановые ПХИ и аммиачные спектры ПХИ метил стеарата показаны на **Рис. 35**. Простой тип фрагментации, большое относительное содержание $[MX]^+$ иона и присутствие двух ионов-аддуктов является характеристикой положительной химической ионизации, использующей метан в качестве газа-реагента.

Присутствие воздуха или воды в системе, особенно при наличии калибранта ПФДТД, быстро загрязняет источник ионов.

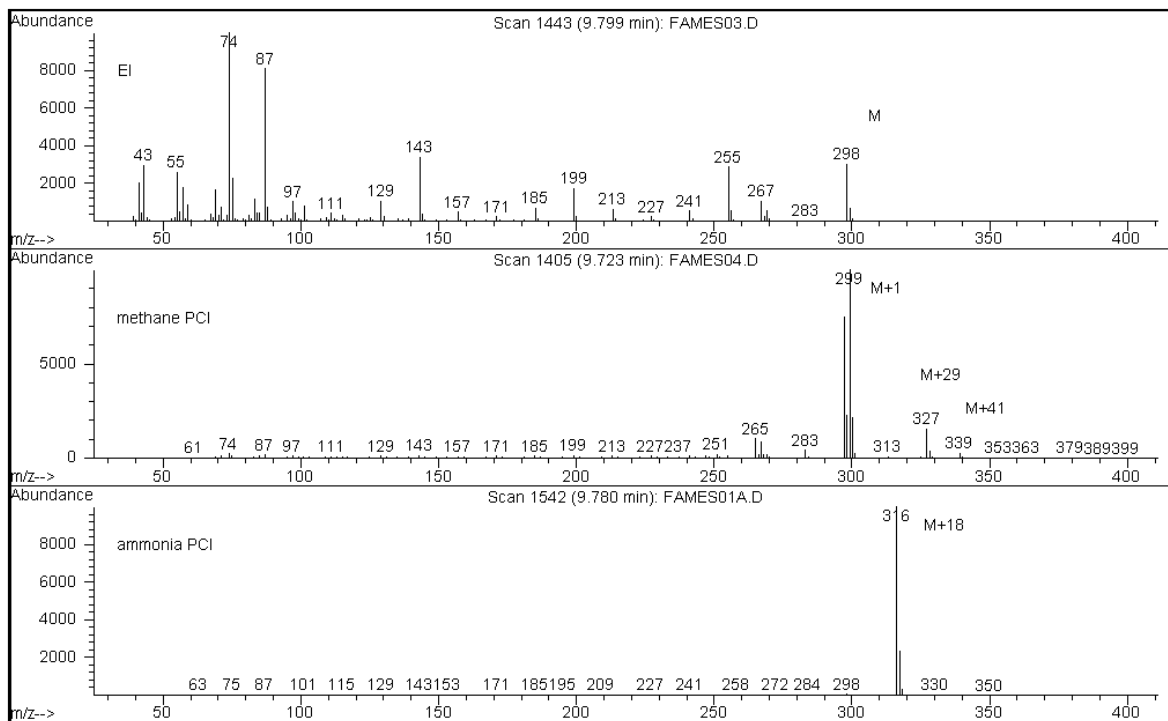
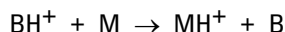


Рис. 35 Метил стеарат (MB = 298): ЭИ, метановая ПХИ и аммиачная ПХИ

Перенос протона

Перенос протона может быть выражен как:

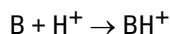


где газ-реагент В подвергается ионизации, приводящей к присоединению протона. Если сродство к протону аналита (образца) М больше, чем сродство к протону газа-реагента, то протонированный газ-реагент передаст свой протон анализируемому веществу (аналиту), образуя положительно заряженный ион аналита.

Чаще всего используемым примером является перенос протона от СН_5^+ к молекулярному аналиту, что ведет к образованию протонированного молекулярного иона МН^+ .

Относительные протонные сродства газа-реагента и аналита влияют на реакцию переноса протона. Если аналит имеет большее сродство к протону, чем газ-реагент, то происходит перенос протона. Метан (СН_4) является самым распространенным газом-реагентом, потому что его протонное сродство очень низкое.

Протонные сродства могут быть определены согласно реакции:



где протонные сродства выражены в ккал/моль. Протонное сродство метана составляет 127 ккал/моль. Таблицы **23** и **24** содержат список величин протонного сродства нескольких вероятных газов-реагентов и нескольких небольших органических веществ с различными функциональными группами.

Масс-спектр, созданный реакцией переноса протона, зависит от нескольких критериев. Если различие в протонных сродствах велико (как у метана), в протонированном молекулярном ионе может присутствовать значительный избыток энергии. Это может привести к частичному распаду. По этой причине изобутан с протонным сродством 195 ккал/моль можно предпочесть метану для некоторых анализов. Аммиак имеет протонное сродство 207 ккал/моль, что делает его менее подходящим для протонирования большинства аналитов. Химическая ионизация с переносом протона обычно считается более «мягкой» ион

изацией, но степень мягкости зависит от протонного сродства как аналита, так и газа-реагента, а также от других факторов, в том числе температуры источника ионов.

Таблица 23 Протонные сродства газа-реагента

Вещество	Протонное сродство ккал/моль	Образуемый ион, участвующий в реакции
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)

Таблица 24 Протонные сродства некоторых органических веществ для ПХИ

Молекула	Протонное сродство (ккал/моль)	Молекула	Протонное сродство (ккал/моль)
Ацетальдегид	185	Метил амин	211
Уксусная кислота	188	Метил хлорид	165
Ацетон	202	Метил цианид	186
Бензол	178	Метил сульфид	185
2-бутанол	197	Метил циклопропан	180
Циклопропан	179	Нитроэтан	185
Диметилловый эфир (простой)	190	Нитрометан	180
Этан	121	н-Пропил ацетат	207
Этил формиат	198	Пропилен	179
Муравьиная кислота	175	Толуол	187
Бромистоводородная кислота	140	транс-2-бутен	180

Таблица 24 Протонные сродства некоторых органических веществ для ПХИ

Молекула	Протонное сродство (ккал/моль)	Молекула	Протонное сродство (ккал/моль)
Хлористоводородная кислота	141	Трифторуксусная кислота	167
Изопропиловый спирт	190	Ксилол	187
Метанол	182		

Отщепление гидрида

При образовании реагент-ионов могут образовываться различные реагент ионы, которые обладают высоким сродством к гидрид-иону (H^-). Если сродство к гидрид-иону реагент-иона выше, чем сродство к гидрид-иону для иона, образуемого потерей аналитом H^- , то термодинамика более предпочтительна для этого процесса химической ионизации. Примеры включают в себя отщепление гидрида алканами в метановой химической ионизации. При метановой ХИ и CH_5^+ , и C_2H_5^+ способны к отщеплению гидрида. Эти вещества обладают большим сродством к гидрид-иону, что приводит к потере H^- длинноцепочечными алканами, согласно основной реакции:



Для метана, $\text{R}^+ - \text{CH}_5^+$ и C_2H_5^+ , и M — длинноцепочечный алкан. В случае CH_5^+ реакция протекает с образованием $[\text{M}-\text{H}]^+ + \text{CH}_4 + \text{H}_2$. Спектры, возникающие при отщеплении гидрида, демонстрируют $\text{M}-1$ m/z пик, возникающий из-за потери H^- . Эта реакция экзотермична, поэтому часто наблюдается распад иона $[\text{M}-\text{H}]^+$.

Часто в спектре образца можно увидеть отщепление гидрида и ионизацию с переносом протона. Одним из примеров является спектр метановой ХИ сложных длинноцепочечных метиловых эфиров, где происходит и отщепление гидрида от углеводородной цепи, и перенос протона на сложноэфирную функциональную группу. В спектре метановой ПХИ метил стеарата, например, MH^+ пик при m/z 299 создан переносом протона и $[\text{M}-1]^+$ пик при m/z 297 создан отщеплением гидрида.

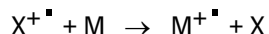
Присоединение

Для множества анализируемых веществ реакции переноса протона и химической ионизации с отщеплением гидрида не являются термодинамически предпочтительными. В этих случаях ионы газа-реагента часто достаточно химически активны, чтобы связываться с молекулами исследуемого вещества конденсацией или ассоциацией (реакции присоединения). Полученные ионы называются ион-аддуктами. Ион-аддукты наблюдаются при метановой химической ионизации в присутствии ионов $[\text{M}+\text{C}_2\text{H}_5]^+$ и $[\text{M}+\text{C}_3\text{H}_5]^+$, которые возникают в масс-пиках m/z $\text{M}+29$ и $\text{M}+41$.

Реакции присоединения особенно важны в аммиачной ХИ. Так как NH_3 имеет высокое протонное сродство, некоторые из органических соединений будут подвергаться переносу протона с аммиаком в качестве газа-реагента. При метановой ХИ происходит ряд ионно-молекулярных реакций с образованием NH_4^+ , $[\text{NH}_4\text{NH}_3]^+$ и $[\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2]^+$. В особенности, ион аммония, NH_4^+ , даст подъем до интенсивности иона $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$, наблюдаемый при m/z $\text{M}+18$, либо через конденсацию, либо через ассоциацию. Если этот возникающий ион нестабилен, может наблюдаться частичный распад. Также обычна нейтральная потеря H_2O или NH_3 , наблюдаемая, как частичная потеря m/z 18 или 17, соответственно.

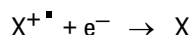
Обмен заряда

Ионизация с обменом заряда может быть описана реакцией:



где X^{+} представляет собой ионизированный газ-реагент, а M – процент аналита.

Примеры газов-реагентов, используемых для ионизации с обменом заряда, включают благородные газы (гелий, неон, аргон, криптон, ксенон и радон), азот, диоксид углерода, оксид углерода, водород и другие газы, которые «химически» не реагируют с аналитом. Каждый из этих газов-реагентов после ионизации обладает энергией рекомбинации, выражаемой как:



или просто рекомбинацией ионизированного реагента с электроном с образованием нейтральной частицы. Если эта энергия больше энергии, необходимой для удаления электрона из аналита, то первая реакция выше является экзотермической и термодинамически разрешена.

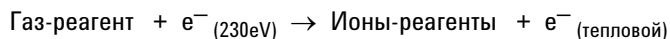
Для основных аналитических применений химическую ионизацию с обменом заряда не используют широко. Однако ее можно применять в некоторых случаях, когда другие процессы химической ионизации не являются термодинамически предпочтительными.

Теория отрицательной ХИ

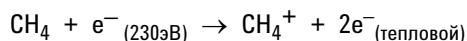
Отрицательную химическую ионизацию (ОХИ) выполняют с переполюсовкой полярностей напряжения анализатора, чтобы выделить отрицательные ионы. Существует несколько химических механизмов ОХИ. Не все механизмы обеспечивают значительные увеличения чувствительности, часто связываемой с ОХИ. Четыре самых общих механизма (реакции):

- Захват электрона.
- Диссоциативный электронный захват.
- Формирование ионной пары.
- Ион-молекулярные реакции.

Во всех случаях, за исключением ион-молекулярных реакций, газ-реагент выполняет функцию, отличную от той, которую он выполняет в ПХИ. В ОХИ газ-реагент часто называется буферным газом. Когда газ-реагент бомбардируют электронами высокой энергии из нити накала (катода), происходит следующая реакция:



Если газ-реагент представляет собой метан (**Рис. 36**), реакция выглядит как:



Тепловые электроны имеют более низкие уровни энергии, чем электроны от катода (нити накала). Именно эти тепловые электроны реагируют с молекулами образца.

Не формируется никаких отрицательных ионов газа-реагента. Это предотвращает вид фона, который замечен в методе ПХИ и является причиной гораздо более низких пределов обнаружения ОХИ. Продукты ОХИ могут быть обнаружены лишь тогда, когда МСД работает в режиме отрицательного иона. Этот режим работы полностью меняет полярность всех напряжений анализатора.

В ОХИ часто используют диоксид углерода в качестве буферного газа. Он имеет очевидные преимущества, связанные с ценой, доступностью и безопасностью, перед другими газами.

A Теория химической ионизации

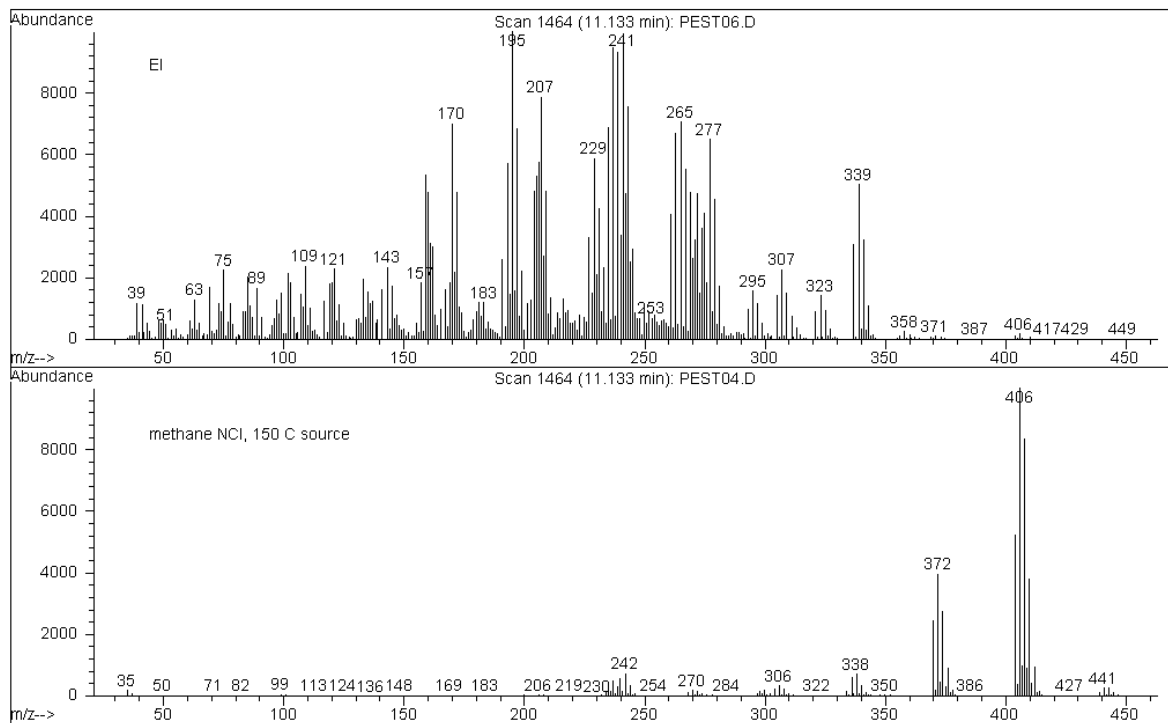


Рис. 36 Эндосульфан I (MW = 404): ЭИ и метановая ОХИ

Захват электрона

Захват электрона — основной преимущественный механизм в ОХИ. Захват электрона (часто называемый масс-спектрометрией захвата электронов высокого давления, МСЗЭВД) обеспечивает высокую чувствительность, которой известна ОХИ. Для некоторых образцов в идеальных условиях захват электронов может обеспечить чувствительность в 10-1000 раз выше, чем положительная ионизация.

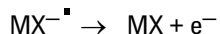
Отметим, что все реакции, связанные с положительной ХИ, также произойдут в режиме ОХИ, обычно с примесями. Сформированные положительные ионы не покидают источник ионов из-за полностью измененных напряжений линзы, и их присутствие может подавлять реакцию захвата электронов.

Реакция захвата электрона описывается, как:



где MX — молекула образца и тепловой (медленный) электрон создается взаимодействием между электронами с высокой скоростью и газом-реагентом.

В некоторых случаях анион-радикалы $MX^{\bullet -}$ не стабильны. В этих случаях может происходить обратная реакция:



Обратная реакция иногда называется автоотщеплением. Эта обратная реакция вообще происходит очень быстро. Таким образом, для нестабильного аниона существует небольшой отрезок времени, чтобы стабилизироваться посредством столкновений или других реакций.

Захват электронов наиболее благоприятен для молекул, которые имеют гетеро-атомы. Например: азот, кислород, фосфор, сера, кремний и особенно галогены (фтор, хлор, бром и йод).

Присутствие кислорода, воды или практически любой другой примеси сталкивается с реакцией присоединения электрона. Примеси вызывают формирование отрицательного иона более медленной ион-молекулярной реакцией. Это приводит к снижению чувствительности. Все потенциальные источники загрязнения, особенно кислород (воздух) и источники воды, должны быть сведены к минимуму.

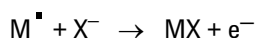
Захват диссоциативного электрона

Захват диссоциативного (диссоциирующего) электрона также известен, как диссоциативный резонансный захват. Этот процесс подобен электронному захвату. Различие заключается в том, что в течение реакции молекула образца распадается или диссоциирует. Результат обычно приводит к образованию аниона и нейтрального радикала. Захват диссоциативного электрона иллюстрируется уравнением реакции:



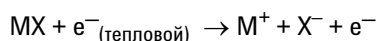
Эта реакция не обладает такой же чувствительностью, как электронный захват, и полученные масс-спектры обычно имеют более низкое относительное содержание молекулярного иона.

Как в случае электронного захвата, продукты диссоциативного электронного захвата не всегда устойчивы. Иногда происходит обратная реакция. Эта обратная реакция иногда называется ассоциативной реакцией отрыва. Уравнение для обратной реакции:



Формирование ионной пары

Формирование ионной пары внешне (поверхностно) подобно захвату диссоциативного электрона. Реакция формирования ионной пары представлена как:



Как и в случае с захватом диссоциативного электрона, молекула образца раскалывается. Однако в отличие от захвата диссоциативного электрона, электрон не захватывается осколками. Вместо этого молекула образца распадается на осколки таким образом, что электроны распределяются неравномерно, и создаются положительные и отрицательные ионы.

Ион-молекулярные реакции

Ион-молекулярные реакции происходят, когда кислород, вода, и другие примеси присутствуют в источнике ионов ХИ. Ион-молекулярные реакции в два-четыре раза медленнее, чем реакции присоединения электронов и не обеспечивают высокую чувствительность, связанную с реакциями электронного захвата. Ион-молекулярные реакции могут быть описаны общим уравнением:



где X^- чаще всего — галоген или гидроксильная группа, которая возникла при ионизации примесей электронами из катода. Ион-молекулярные реакции конкурируют с реакциями захвата электрона. Чем больше происходит ион-молекулярных реакций, тем меньше происходит реакций электронного захвата.

Предметный указатель

Цифры

32, видимый пик, в МСД ХИ, 99, 107

С

ChemStation

- наблюдение за температурой и разряджением, 62
- настройка МСД, 74
- настройка потока газа-реагента метана, 107
- откачка в МСД ХИ, 101
- откачка МСД, 90
- промывка МСД, 83
- управление температурой, 59
- установка мониторов, 64
- установка температуры устройства сопряжения ГХ/МСД, 68

М

МСЗЭВД. *См.* Отрицательная ХИ

А

- Автонастройка, 74
 - просмотр истории настройки, 74
 - создание отчета, 74
 - ХИ, 114
 - ХИ, отрицательный режим, 118
 - ХИ, положительный режим, 116
- Автонастройка ХИ
 - ПХИ только для метана, 116
- Аммиак
 - ПХИ спектр метил стеарата, 146
 - техническое обслуживание и осторожность, 144
- Анализатор
 - доступ, 83
- Антистатический браслет, 130

Б

- Безопасность ограждения, 127
- при общем обслуживании, 127 ... 129

В

- Вакуумметр
 - наблюдение за давлением с помощью, 122
- Вакуумметр-контроллер
 - выключение при избыточном давлении, 71
 - диапазон давления, 122
 - наблюдение за давлением с помощью, 70, 122
 - неправильное отображение или пустой дисплей, 122
 - относительная чувствительность к различным газам, 122
 - показатели относительно фактического давления, 122
- Вакуумная система
 - определение типа, 29
 - состояние, наблюдение, 62, 64
- Вентиляция
 - включение нагревателя устройства сопряжения при смене вида, 82
 - норма, 83
 - повреждение МСД, 61
 - подготовка МСД, 82
 - правильное использование клапана продувки, 82
 - управление ChemStation, 49
- Включение
 - См. также* Откачка
- Вода
 - выявление во время ХИ, 108
 - загрязнение систем ХИ, 145

- Воздушная протечка
 - выявление в режиме ХИ, 108
- ВЗУ при или выше 2600 В в автонастройке ОХИ, 118
- Выброс
 - вентиляция форвакуумного насоса, 56
- Выключение *См.* Вентиляция
- Выравнивание анализатора и устройства сопряжения ХИ, проверка, 141

Г

- Газ-носитель
 - См. также* Поток в колонке
 - необходимая чистота, 31, 56
 - поток, 60
- Газ-носитель водород
 - опасности при откачке, 58, 90
 - отключение подачи при вентиляции МСД, 56
- Газ-реагент
 - аммиак, 111
 - диоксид углерода, использование в качестве буферного газа ОХИ, 112
 - изобутан, 110
 - использование других газов-реагентов, 109
 - обзор теории ХИ, 144
 - отсутствие отрицательных ионов, 152
- Гайка колонки
 - номера деталей, 32

Д

- Давление
 - источник ионов ХИ, 146
 - источник ионов, для ХИ, 16
 - наблюдение

Предметный указатель

εαiaδū āiaēēēāōiōā, 122
наблюдение за вакуумным
коллектором, 70
наблюдение за камерой
анализатора, 70
наблюдение за форвакуумной
линией, 62
Наблюдение камеры
анализатора, 122
показатели относительно
абсолютного, 122
Давление в вакуумном коллекторе
наблюдение, 70
Датчик температуры
в анализаторе МСД, 59
Дополнительная термическая зона
№2, 97
Дополнительная термозона №2, 56
Дополнительные нагреваемые
зоны, 59

З

Запуск
избыток воздуха и воды, 108
настройка потока метана, 107
предварительная настройка для
метана с допустимым уровнем
воды и воздуха, 108
См. также Откачка
установка программного
обеспечения для управления
ХИ, 102

И

Извлеките, 140
Ион аддукт, 150
Ионный источник
извлечение, 132
сборка, 134
История, автонастройка, 74
Источник ионов ХИ
установка, 140

К

Камера анализатора
открытие, 83

Кислород, унос неподвижной фазы
из колонки, 31
Клавиатура ГХ, установка
температуры устройства
сопряжения ГХ/МСД, 94
Клапан
правильное использование, 82
стопорный, 105
Колонка, капиллярная
подготовка к установке, 32
Колонки
кондиционирование, 41
полезные советы, 31
типы, которые можно
использовать с МСД, 30
установка в устройстве
сопряжения ГХ/МСД, 39, 41, 42,
90, 132, 134, 140, 141
Кондиционирование капиллярных
колонок
процедура, 41

Л

Локальная панель управления, 13,
49

М

Масло форвакуумного насоса
менять каждые 6 месяцев, 126
Масс-спектрометрия захвата
электрона высокого давления.
См Отрицательная ХИ
Метан
настройка газового потока, 107
ПХИ спектр метил стеарата, 146
Метил стеарат, спектры для
метановой и аммиачной
ПХИ, 146
Микроионный вакуумметр
включение, 70, 122
наблюдение давления высокого
вакуума, 122
наблюдение за давлением
высокого вакуума, 70
Модуль управления потоком
газа-реагента
стопорный клапан, 105

схема, 105
управление, 104
Мониторы, 64
МСД
вред от химического остатка, 128
измерение потока в колонке, 72
обслуживание, 125 ... ??
опасно нагретые части, 128
опасные напряжения, 127

Н

Наблюдение
за давлением в вакуумном
коллекторе, 70
скорость турбонасоса, 63
форвакуумное давление, 62
Нагреватели
наблюдение за температурой и
разряджением, 62
нагреваемая зона для
ГХ/МСД, 59
установка мониторов
температуры, 64
Наконечник
установка уплотнителя, 141
Напряжения, опасные, 127
Насос
создание вакуума,
вентилирование, 128
Настройка, 74
Настройка БФБ, 74
Настройка ДФТФФ, 74
Настройка *См. также* Автонастройка
Настройка *См. также* Справочная
система ПО

О

Обзор ЭИ, 144
Обмен заряда, ПХИ, 151
Обслуживание, 125 ... ??
безопасность, 127
источник ионов, извлечение, 132
источник ионов, повторная
сборка, 134
камера анализатора, открытие, 83
МСД ХИ, 137
опасно нагретых частей, 128

опасное напряжение, 127
 опасные напряжения, 127
 расписание, 126
 установка источника ионов
 ХИ, 140
 установка уплотнителя
 наконечника устройства
 сопряжения ХИ, 141
 Обслуживание МСД ХИ, 137
 установка уплотнителя
 наконечника устройства
 сопряжения ХИ, 141
 Обслуживание ХИ, 137 ... ??
 Откачка
 ожидание термического
 равновесия, 91
 описание процесса, 101
 процедура, 90
 процесс для МСД ХИ, 101
 Открытие камеры анализатора, 83
 Отрицательная ХИ
 автонастройка, 118
 буферный газ, 152
 влияние примесей, 154
 захват диссоциативного
 электрона, 155
 захват электрона, 154
 ион-молекулярные реакции, 156
 переполюсовка полярностей
 напряжения анализатора, 152
 теория, 152
 тепловые электроны, 152
 формирование ионной пары, 155
 чувствительность, 154
 Отчет о настройке, 74
 Отщепление гидрида, 150
 ОХИ *См.* Отрицательная ХИ

П

Пе, 100
 Переключение
 с режима работы ХИ на ЭИ, 113
 с режима управления ЭУ на
 ХИ, 100
 Переключение, между ЭУ и ХИ, 16
 Перенос протона, 148
 Перечень предварительных
 действий, 56

Положительная ХИ
 обмен заряда, 151
 отщепление гидрида, 150
 присоединение, 150
 теория, 146
 фон реагент-ионов, 146
 Пороги чувствительности
 высокие в ПХИ, 146
 низкие в ОХИ, 152
 Постоянное наблюдение давления в
 камере анализатора, 122
 Поток в колонке, 60
 вычисление средней линейной
 скорости, 72
 для оптимальной
 чувствительности, 61
 измерение при помощи МСД, 60,
 72
 максимальная скорость для
 диффузионного насоса
 МСД, 30
 максимальная скорость для
 турбинного насоса МСД, 30
 Программа вентиляции *См.*
 Вентиляция
 Программное обеспечение
 откачка МСД, 90
 Протонное сродство
 важность в ПХИ, 148
 ПХИ *См.* Положительная ХИ

Р

Работа
 переключение с ЭУ на ХИ, 100
 Работа в режиме ХИ, 95
 автонастройка ОХИ, 118
 автонастройка ПХИ, 116
 автонастройка ХИ, 114
 использование других
 газов-реагентов, 109
 использование модуля
 управления потоком
 газа-реагента, 104
 метановая ПХИ, 99
 настройка газового потока, 107
 общие инструкции, 96, 100
 типичные показатели
 давления, 123

установка источника ионов
 ХИ, 140
 установка программного
 обеспечения для, 102
 Режим управления ХИ,
 переключение, 100
 Ручная настройка, 74

С

Система данных
 использование для обеспечения
 правильной вентиляции, 61
 контроль над откачкой, 59
 управление температурами, 59
 Скорость потока *См.* Поток в колонке
 Спектры ХИ
 классические, 16
 метил стеарата метановая и
 аммиачная ПХИ, 146
 эндосульфат метановая ОХИ, 152
 Статический разряд *См.*
 Электростатический разряд
 Стопорный клапан, 105

Т

Температура анализатора, 59
 установка, 66
 Температура источника ионов, 59
 просмотр, 62
 установка, 66
 Температура КФМ, 59
См. также Температура фильтра
 масс
 Температура устройства сопряжения
 ГХ/МСД, 59
 диапазон, 56
 установка с ChemStation, 68
 установка с ГХ, 94
 Температура фильтра масс
 просмотр, 62
 установка, 66
 Температуры анализатора, 59
 Температуры, управляемые через
 ChemStation, 59
 Тепловые электроны в ОХИ, 152
 Турбомолекулярный насос
 наблюдение за скоростью, 62

Предметный указатель

У

- Унос неподвижной фазы из колонки, 31
- Уплотнитель наконечника, ХИ установка, 141
- Устройство сопряжения ГХ/МСД
 - датчик (термоэлемент), 56, 97
 - диапазон, 97
 - контроль зоны нагрева, 97
 - нагреватель, 56, 59, 97
 - См. также* Температура устройства сопряжения ГХ/МСД
 - См. также* Устройство сопряжения ГХ/МСД
 - управление нагреваемой зоной, 56
- Устройство сопряжения ГХ/МСД, ХИ, 56
- Устройство сопряжения ГХ/МСД, ХИ
 - См.* Устройство сопряжения ХИ
- Устройство сопряжения *См.* Устройство сопряжения ХИ
- Устройство сопряжения ЭУ ГХ/МСД, ЭУ/ХИ *См.* Устройство сопряжения ХИ
- Устройство сопряжения. *См.* Устройство сопряжения ГХ/МСД

Ф

- Феррулы, впускной канал номера деталей, 32
- Физическое описание МСД, 13
- Фон, воздух и вода
 - влияние на ПХИ, 146
 - влияние на чувствительность ОХИ, 154
 - проверка перед запуском, 107
 - проверка перед запуском ХИ, 108
- Фон, воздух и вода в ХИ, 108
- Форвакуумное давление
 - наблюдение, 62
 - типичное, 62
- Форвакуумный насос
 - вентиляция вытяжки, 56
 - вытяжка, 129
 - промывка, 129

Х

- ХИ автонастройка, 114
- Химическая ионизация
 - газ-реагент метан, 144
 - молекулярный ион, 144
 - обзор, 144
 - примесь воды, 145
 - ссылки, 145
- Химическая ионизация, обзор оборудования, 16
- Химический остаток, опасный, 128
- Химический фон
 - влияние на ОХИ, 152

Ц

- Цикл вентиляции *См.* Вентиляция

Ч

- Чувствительность
 - проверка ОХИ, 121
 - проверка ПХИ, 120

Э

- Электронные компоненты
 - опасность повреждения электростатическим разрядом, 129
- Электропроводка, опасное напряжение, 127
- Электростатический разряд
 - опасность для электронных приборов, 129
- Эндосульфат, ЭИ и ОХИ спектры, 152
- ЭСР. *См.* Электростатический разряд



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.
Отпечатано в США, июнь 2009 г.



G3170-91030