



Agilent 5975
Серия МСД

Руководство пользователя



Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2010

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 хранения и обработки информации), а также переведена на другой язык без предварительного письменного разрешения Agilent Technologies, Inc.

Номер документа

G3170-90036

Редакция

Редакция 3-я, февраль 2010 г.

Заменяет G3170-90030

Отпечатано в США

Agilent Technologies
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

Гарантия

Приведенная в этом документе информация предоставляется на условии «как есть» и может быть изменена без уведомления в следующих редакциях. 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.

Предупреждения о безопасности

ВНИМАНИЕ

Надпись **ВНИМАНИЕ** предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Выполнение инструкций, следующих за предупреждением **ВНИМАНИЕ**, допустимо только при полном понимании и соблюдении указанных требований.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Надпись **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Выполнение инструкций, следующих за надписью **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**, допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

О данном руководстве

Данное руководство содержит информацию об управлении системой Agilent 5975 серия газовый хроматограф/масс-селективный детектор.

1 Введение

В первой главе дается общая информация о 5975 серии МСД, включая описание оборудования, общие меры предосторожности, технику безопасности при работе с водородом.

2 Установка колонок ГХ

В главе 2 описывается, как подготовить модуль колонки для использования с МСД, установить его в печи ГХ и подсоединить к МСД через интерфейс ГХ/МСД.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

В главе 3 описываются основные задачи, такие как установка температуры, мониторинг давления, настройка, вентилирование и откачка. Большая часть информации из данной главы относится также к операциям в режиме ХИ.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

В главе 4 описываются дополнительные задачи, необходимые для работы в режиме ХИ.

5 Общее техобслуживание

В главе 5 описываются операции техобслуживания, общие для приборов ЭУ и ХИ.

6 Техобслуживание ХИ

В главе 6 описываются операции техобслуживания, специфичные для ХИ МСД.

А Теория химической ионизации

В приложении А дается обзор теории химической ионизации.

Оперативная документация для пользователя

Теперь вся документация о приборе Agilent находится в одном месте, у вас перед глазами.



DVD по системам Agilent и их принадлежностям, поставляемый с вашим прибором, содержит полное собрание оперативной помощи, видеоматериалов и книг по приборам Agilent **7890А ГХ, 7820А ГХ, 6890N ГХ, 6850 ГХ, 5975 серии МСД** и **7683В АС**. Включены локализованные версии наиболее важной информации, такой как:

- Ознакомление с документацией
- Указания по безопасности и применяемым нормам
- Проверочные листы подготовки участка
- Информация об установке
- Инструкции по управлению
- Информация о техобслуживании
- Устранение ошибок

Оглавление

1 Введение

- Версия 5975 МСД 10
- Используемые сокращения 11
- 5974 серия МСД 13
- Описание оборудования ХИ МСД 15
- Важнейшие меры предосторожности 17
- Меры предосторожности при работе с водородом 19

Меры предосторожности при работе с ГХ 19

- Нормативная сертификация по безопасности 24
- Чистка/утилизация продукта 27
- Пролитая жидкость 27
- Перемещение или хранение МСД 27

2 Установка колонок ГХ

- Колонки 30
- Реконфигурация колонки 6850 ГХ в ее корзине 32
- Подготовка капиллярной колонки к установке 37
- Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без деления потока 39
- Подготовка капиллярной колонки 41
- Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МСД 43

Agilent ГХ 7890А, 7820А и 6890 43

6850 ГХ 45

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

- Управление МСД из системы обработки данных 51

Управление МСД с ЛПУ 51

Режимы работы 51

Сообщения о состоянии ЛПУ 53

ChemStation Loading <timestamp> 53

Executing <type> tune 53

Instrument Available <timestamp> 53

Loading Method <method name> 53

Loading MSD Firmware 53

Loading OS 54

<method> Complete <timestamp> 54

Method Loaded <method name> 54

MS locked by <computer name> 54

Press Sideplate 54

Run: <method > Acquiring <datafile> 54

Сообщения о состоянии системы, выводимые во время запуска 54

Меню ЛПУ 55

Интерфейс ГХ/МСД в режиме ЭУ 58

Перед включением ГХ/МСД 60

Откачка МСД 61

Контроль температуры 61

Контроль потока в колонке 62

Вентилирование МСД 63

Просмотр состояния вакуума и температуры анализатора МСД 64

Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума 66

Установка температуры анализатора МСД 67

Установка температуры ГХ/МСД с ChemStation 69

Мониторинг давления высокого вакуума 71

Измерение линейной скорости потока в колонке 73
Проверка потока в колонке 74
Настройка МСД 75
Проверка характеристик системы 76
Тестирование больших масс (5975 серия МСД) 77
Снятие крышек МСД 80
Вентилирование МСД 82
Открытие камеры анализатора 84
Закрытие камеры анализатора 87
Откачка МСД 91
Транспортировка или хранение прибора 93
Установка температуры интерфейса с ГХ 95

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Общие указания 98
Интерфейс ХИ ГХ/МС 98
Работа в режиме ХИ МС 100
Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ 101
Откачка ХИ МСД 102
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ 103
Управление модулем контроля потока газа-реагента 105
Установка потока метана как газа-реагента 108
Использование других газов-реагентов 110
Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ 114
Автоматическая настройка ХИ 115

Выполнение автонастройки в режиме ПХИ (только для метана) 117
Выполнение автонастройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента) 120
Проверка характеристик в режиме ПХИ 122
Проверка характеристик в режиме ОХИ 123
Мониторинг давления высокого вакуума 124

5 Общее техобслуживание

Перед началом техобслуживания 128
Техобслуживание вакуумной системы 133

6 Техобслуживание с системой ХИ

Общие сведения 140
Подготовка МСД для работы в режиме ХИ 141

А Теория химической ионизации

Общие сведения о химической ионизации 146
Теория положительной ХИ 148
Теория отрицательной химической ионизации 155

Agilent 5975 серия МСД Руководство оператора



1 Введение

- Версия 5975 МСД 10
- Используемые сокращения 11
- 5974 серия МСД 13
- Описание оборудования ХИ МСД 15
- Важнейшие меры предосторожности 17

Многие внутренние детали МСД находятся под высоким напряжением 17
Электростатический разряд представляет угрозу для электронных блоков МСД 17
Многие детали очень горячие 18
Поддон для масла под стандартным форвакуумным насосом может создавать риск возгорания 18

Меры предосторожности при работе с водородом 19

Опасности, уникальные для ГХ/МСД 20
Аккумуляция водорода в МСД 20
Меры предосторожности 22

Нормативная сертификация по безопасности 24

Информация 24
Символы 25
Электромагнитная совместимость 26
Декларация звукового излучения 26

Чистка/утилизация продукта 27
Пролитая жидкость 27
Перемещение или хранение МСД 27

В этом руководстве описывается работа и техобслуживание приборов Agilent 5975 серии МСД.

Версия 5975 МСД

Приборы 5975 серии МСД оборудованы диффузионным насосом или одним из двух турбомолекулярных (турбо) насосов. Серийный номер на этикетке (Таблица 1) указывает ваш тип МСД.

Таблица 1 Используемые насосы глубокого вакуума

Название модели	Номер продукта	Описание	Режим ионизации
5975C TAD VL MSD	G3170A	Диффузионный насос МСД	Электронный удар (ЭУ)
5975C TAD inert MSD	G3171A	Стандартный турбонасос МСД	Электронный удар (ЭУ)
5975C TAD inert XL MSD	G3172A	Производительный турбонасос МСД	Электронный удар (ЭУ)
5975C TAD inert XL MSD	G3174A	Производительный турбонасос МСД для ЭУ больших масс	Электронный удар (ЭУ) Отрицательная химическая ионизация (ОХИ) Положительная химическая ионизация (ПХИ)
7820 MSD VL	G3175A	Диффузионный насос МСД	Электронный удар (ЭУ)
7820 MSD	G3176A	Стандартный турбонасос МСД	Электронный удар (ЭУ)

Используемые сокращения

При описании данного продукта используются сокращения, приводимые в [Таблице 2](#).

Таблица 2 Сокращения

Сокращение	Определение
ПерТ	Переменный ток
АС	Автосамплер
БФБ	Бромфторбензол (калибрующее вещество)
ХИ	Химическая ионизация
ПостТ	Постоянный ток
ДФТФФ	Декафтортрифенилфосфин (калибрующее вещество)
ЗПУ	Зонд прямой установки
ДН	Диффузионный насос
ЭУ	Ионизация электронным ударом
ЭУм	Электронный умножитель (детектор)
НЭУ	Напряжение электронного умножителя
ЭПУ	Электронное пневматическое управление
эВ	Электрон-вольт
ГХ	Газовая хроматография
ВЭД	Высокоэнергетический диод (относится к детектору и его источнику питания)
ВД	Внутренний диаметр
ЛС	Локальная сеть
ЛПУ	Локальная панель управления (на МСД)
LTM (MTM)	Малая тепловая масса
m/z (м/з)	Отношение массы к заряду
КМС	Контроллер массового расхода
МСД	Масс-селективный детектор
ОХИ	Отрицательная химическая ионизация
ОФН	Октофторнафтален (калибрующее вещество)
ПХИ	Положительная химическая ионизация
ПФДТД	Перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибрующее вещество)
ПФТБА	Перфтортрибутиламин (калибрующее вещество)

1 Введение

Таблица 2	
Сокращения (продолжение)	
Сокращение	Определение
КФМ	Квадрупольный фильтр масс
РЧ	Радиочастота
УРЧ	Усилитель радиочастот
Торр	Единица давления, 1 мм рт. ст.
Турбо	Турбомолекулярный вакуумный насос

5975 серия МСД

Характеристики 5975 серии МСД, автономного капиллярного детектора ГХ, используемого с газовыми хроматографами Agilent (Таблица 3):

- Локальная панель управления (ЛПУ) для местного мониторинга и управления МСД
- Один из трех насосов глубокого вакуума
- Форвакуумный насос
- Независимо от МСД нагреваемый источник электрон-ионной ионизации
- Независимо от МСД нагреваемый гиперболический квадрупольный фильтр масс
- Детектор с электронным умножителем с высокоэнергетическим динодом (ВЭД)
- Независимо от ГХ нагреваемый интерфейс ГХ/МСД
- Режимы химической ионизации (ЭУ/ПХИ/ОХИ)

Физическое описание

Прибор 5975 серии МСД представляет собой прямоугольный блок, примерно 42 см в высоту, 26 см в ширину и 65 см в глубину. Основной блок с диффузионным насосом весит 25 кг, со стандартным турбонасосом 26 кг, и с производительным турбонасосом его вес составляет 29 кг. Подсоединенный форвакуумный насос весит дополнительные 11 кг (стандартный насос).

Главные компоненты прибора: основной блок/крышка, локальная панель управления, вакуумная система, ЭПУ, интерфейс ГХ, электронные блоки, анализатор.

Локальная панель управления

Локальная панель управления позволяет следить за состоянием прибора и управлять им. Вы можете настроить МСД, выполнить метод или последовательность операций, и следить за состоянием прибора.

Вакуумметр

Прибор 5975 серии МСД может быть оборудован микро-ионным вакуумметром. Программное обеспечение MSD ChemStation может использоваться для считывания давления (высокого вакуума) в вакуумном коллекторе (манифолде). Работа этого измерителя описывается в данном руководстве.

1 Введение

Вакуумметр *необходим* для работы в режиме химической ионизации.

Таблица 3 Модели и функции 5975 серии МСД

Функции	Модель			
	G3170A G3175A	G3171A G3176A	G3172A	G3174A
Насос высокого вакуума	Диффузионный	Стандарт турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальный поток He в колонке мл/мин	1	1	1...2	1...2
Максимальный рекомендуемый поток газа в колонке мл/мин*	1.5	2.0	4.0	4
Максимальный поток газа, мл/мин [†]	2	2.4	6.5	6.5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0.25 мм (30 м)	0.32 мм (30 м)	0.53 мм (30 м)	0.53 мм (30 м)
Возможность режима ХИ	Нет	Нет	Нет	Да
Возможность использования ЗПВ* (3-й стороны)	Да	Да	Да	Да

* Общий поток газа в МСД: поток колонки плюс поток газа-реагента (если используется)

[†] Ожидаемое ухудшение спектральных характеристик и чувствительности.

* Зонд прямого ввода.

Описание оборудования ХИ МСД

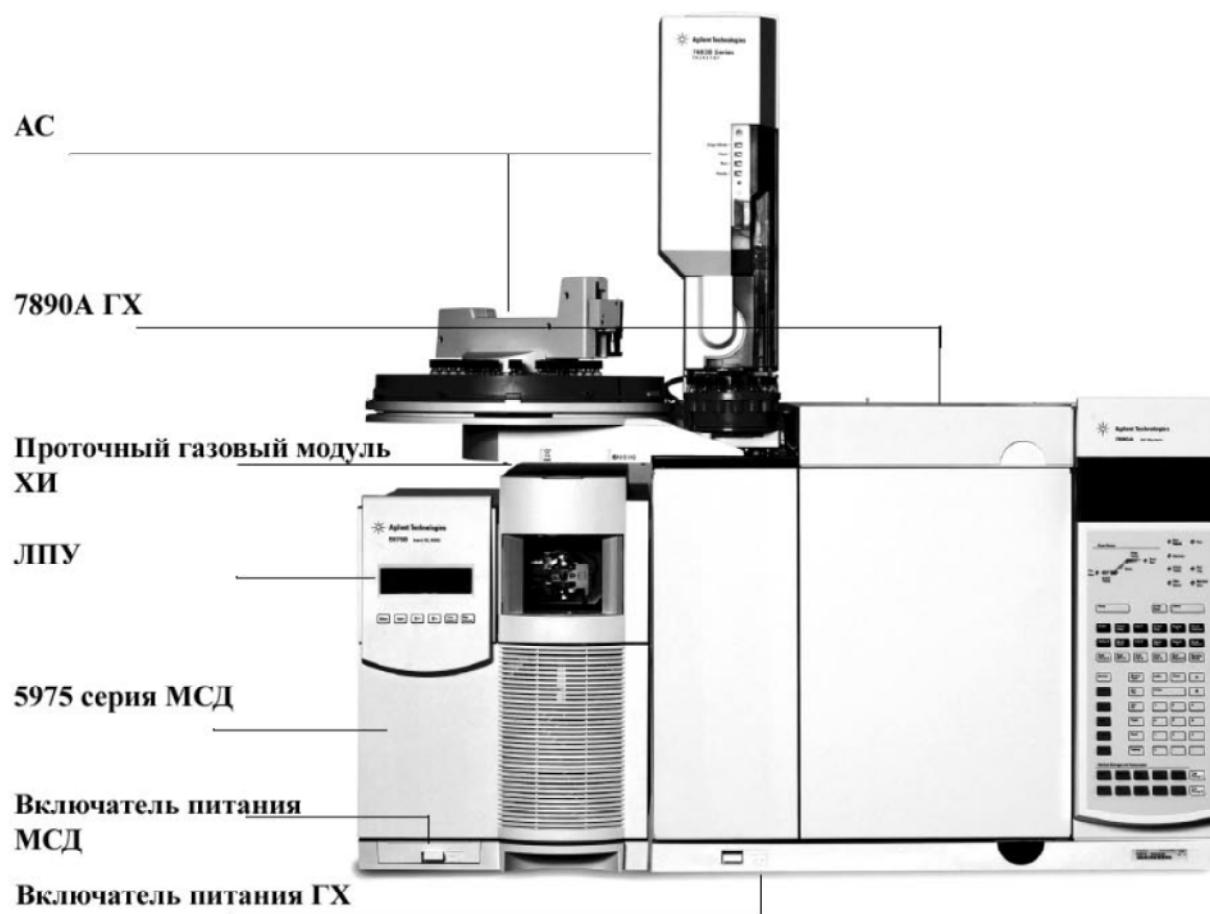


Рисунок 1 5975 серия ГХ/МСД.

Оборудование ХИ позволяет получать на 5975 серии МСД классические спектры ХИ высокого качества, включающие ионы молекулярного присоединения. Возможно использование ряда газов-реагентов.

1 Введение

В данном руководстве термин "ХИ МСД" относится к G3174А МСД и обновленному G3172А МСД. Он также применим, если не указано иное, к проточным модулям этих приборов.

Система 5975 серии ХИ добавляет к 5975 серии МСД:

- Интерфейс ЭУ/ХИ ГХ/МСД
- Ионный источник ХИ и уплотнение для герметизации края интерфейса
- Модуль контроля потока газа-реагента
- Биполярный источник питания ВЭД для режимов ПХИ и ОХИ

Для работы *требуется* (и поставляется) метан/изобутановый очиститель, удаляющий кислород, воду, углеводороды и соединения серы.

Вакуумметр глубокого вакуума (G3397А) *требуется* для ХИ МСД и рекомендуется также для ЭУ.

Система ХИ МС оптимизирована для достижения относительно высокого давления источника, требующегося для ХИ, с одновременной поддержкой глубокого вакуума в квадруполе и детекторе. Специальные уплотнения вдоль следования потока газа-реагента и очень маленькие отверстия в ионном источнике удерживают газы в ионизационном объеме достаточное время для того, чтобы произошли соответствующие реакции.

Интерфейс ХИ имеет специальную сеть для газа-реагента. Подпружиненное изоляционное уплотнение надевается на край интерфейса.

Переключение между источниками ХИ и ЭУ занимает менее часа, хотя для очистки линий газа-реагента и удаления воды и других загрязнителей требуется от одного до двух часов. Переключение между ПХИ и ОХИ занимает около двух часов, требующихся для остывания ионного источника.

Важнейшие меры предосторожности

При использовании МСД важно помнить о некоторых важных мерах предосторожности.

Многие внутренние детали МСД находятся под высоким напряжением

Если МСД подсоединен к розетке электропитания, даже если тумблер питания выключен, потенциально опасное напряжение имеется на:

- Разводке между кабелем питания МСД и розеткой, на самой розетке электропитания и на проводах от розетки к выключателю питания.

При включенном тумблере питания, потенциально опасное напряжение имеется на:

- Всех электронных платах прибора.
- Внутренних проводах и кабелях, подсоединенных к этим платам.
- Проводах, идущих к любому нагревателю (печи, детектору, инжектору или клапанной коробке).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Все эти детали должны быть закрыты крышками. Если крышки находятся на месте, контакт с точками опасного напряжения затруднен. Если это не требуется в соответствии с инструкциями, не удаляйте крышки при включенном детекторе, инжекторе или печи.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если изоляция кабеля питания изношена, кабель следует заменить. Обратитесь к представителю компании Agilent.

Электростатический разряд представляет угрозу для электронных блоков МСД

Печатные платы МСД могут быть повреждены электростатическим разрядом. Не дотрагивайтесь до плат, если это не является необходимым. Если вы должны работать с ними, наденьте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности. Не снимайте правую боковую крышку МСД, не надев заземленный антистатический браслет.

Многие детали очень горячие

Многие детали ГХ/МСД работают при температуре, достаточной для того, чтобы вызвать ожог. Эти детали включают (список не ограниченный):

- Инжекторы
- Печь и ее блоки
- Детектор
- Гайки колонки, подсоединяющие колонку к инжектору или детектору.
- Клапанную коробку
- Форвакуумный насос

Всегда охлаждайте эти области системы до комнатной температуры перед началом работы с ними. Детали остынут быстрее, если вы установите температуру зоны нагрева на комнатную. Выключите зону нагрева после достижения заданной температуры. Если вы должны выполнить техобслуживание на горячих деталях, используйте инструменты и надевайте рукавицы. По возможности охлаждайте ту деталь прибора, с которой будете работать.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Будьте осторожны при работе у задней стенки прибора. Во время цикла охлаждения ГХ может выбрасывать наружу горячий воздух, способный вызвать ожоги.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Изоляция вокруг инжекторов, детекторов, клапанной коробки и изоляционные стаканы изготовлены из огнеупорного керамического волокна. Для того, чтобы не вдыхать частицы волокна, мы рекомендуем следующие меры предосторожности: вентилируйте рабочий участок; надевайте длинные нарукавники, перчатки, защитные очки и респиратор; утилизируйте изоляционный материал в запечатанном пластиковом мешке; мойте руки с мылом и холодной водой после работы с изоляцией.

Поддон для масла под стандартным форвакуумным насосом может создавать риск возгорания.

Промасленная ветошь, бумажные полотенца и другие абсорбенты в поддоне могут воспламениться и повредить насос и другие блоки МСД.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Горючие материалы (основа которых может быть горючая и негорючая) располагающиеся под, над или вокруг форвакуумного насоса, создают риск возгорания. Держите поддон чистым, не оставляйте в нем абсорбирующий материал, такой как бумажные полотенца и т.д.

Меры предосторожности при работе с водородом

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Использование водорода в качестве газа-носителя в ГХ потенциально опасно.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ При использовании водорода (H₂) в качестве газа-носителя или топливного газа помните, что газообразный водород может втекать в печь ГХ и создавать взрывоопасную ситуацию. Следовательно, проверьте, чтобы источник подачи водорода был перекрыт, пока не будут готовы все соединения, и проверьте, чтобы фитинги инжектора и колонки детектора были подсоединены к колонке или закрыты заглушками в моменты подачи водорода к прибору.

Водород воспламеним. Утечки, происходящие в ограниченном пространстве, могут создавать риски воспламенения или взрыва. В любой системе, использующей водород, необходимо тестировать на утечку все соединители, линии и клапаны до включения прибора. Перед работой с прибором перекрывайте линию подачи водорода у его источника.

Водород является часто используемым газом-носителем в ГХ. Он потенциально взрывоопасен и имеет другие опасные характеристики.

- Водород горюч в широком диапазоне концентраций. При атмосферном давлении водород горюч при концентрации от 4% до 74.2% по объему.
- Водород имеет самую высокую скорость горения среди газов.
- Водород имеет очень низкую энергию возгорания.
- Водород при быстром расширении из состояния высокого давления может самовозгораться.
- Водород горит в пламени, которое может быть невидимым при ярком освещении.

Меры предосторожности при работе с ГХ

При использовании водорода в качестве газа-носителя снимите большую круглую пластиковую крышку линии подачи МСД, расположенную на левой боковой панели ГХ. В случае маловероятного взрыва эта крышка может слететь.

Опасности, уникальные для ГХ/МСД

Водород несет в себе ряд рисков. Некоторые из них общие, другие уникальные для операций ГХ/МСД. Последние включают (но этот список не ограничен только указанными рисками):

- Горение водорода в местах утечки.
- Горение вследствие быстрого расширения водорода при выходе из баллона высокого давления.
- Аккумуляцию водорода в печи ГХ и последующее сгорание (смотрите вашу документацию по ГХ и этикетку на верхней части дверцы печи ГХ).
- Аккумуляцию водорода в МСД и его последующее сгорание.

Аккумуляция водорода в МСД

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ МСД не может детектировать разгерметизацию в инжекторе и/или потоке газа в детекторе. По этой причине жизненно важно, чтобы фитинги колонки всегда были либо подсоединены к колонке, либо имели установленный колпачок или заглушку.

Все пользователи должны представлять себе механизмы, которые приводят к накоплению водорода (Таблица 4), и знать те меры предосторожности, которые необходимо предпринять, если они уверены или подозревают об аккумуляции водорода. Отметим, что эти механизмы относятся ко *всем* масс-спектрометрам, включая МСД.

Таблица 4 Механизмы аккумуляции водорода

Механизм	Результат
Масс-спектрометр выключен	Масс-спектрометр может быть выключен сознательно. Он также может быть выключен случайно, в результате внутреннего или внешнего сбоя. Выключение МС не приводит к прекращению потока газа-носителя. Как результат, водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Масс-спектрометр отключен в результате перекрытия ручного запорного клапана	Некоторые масс-спектрометры оборудованы ручными запорными клапанами форвакуумного насоса. В этом случае оператор может закрыть этот клапан. Закрытие запорного клапана не перекрывает поток газа-носителя. Как результат, водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.

ГХ выключен	Газовый хроматограф может быть выключен сознательно. Он также может быть выключен случайно, в результате внутреннего или внешнего сбоя. Различные ГХ могут реагировать по-разному. Если ГХ 6890, оборудованный ЭПУ, выключается, ЭПУ останавливает поток газа-носителя. Если поток газа-носителя не управляется ЭПУ, поток увеличивается до максимума. Этот поток может быть больше, чем могут прокачать некоторые масс-спектрометры, что приведет к накоплению водорода в приборе. Если одновременно отключается масс-спектрометр, аккумуляция может происходить относительно быстро.
Сбой питания	Если происходит сбой питания, ГХ и МС выключаются. Поток газа-носителя, тем не менее, не обязательно прекращается. Как описывалось выше, в некоторых ГХ сбой питания может вызвать поток газа-носителя на максимальной скорости. В результате водород может накапливаться в МС.

1 Введение

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если водород накопился в МС, при удалении его следует быть исключительно осторожным. Некорректный запуск МС, заполненного водородом, может вызвать взрыв.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ После сбоя питания МС может запуститься и начать процесс откачки самостоятельно. Это не гарантирует, что весь водород будет удален из системы или что риск взрыва исключен.

Меры предосторожности

При работе с системой ГХ/МСД с водородом в качестве газа-носителя предпринимайте соответствующие меры предосторожности.

Меры предосторожности, касающиеся оборудования

Вы ДОЛЖНЫ удостовериться, что передний винт с накатанной головкой на боковой двери надежно затянут рукой. Не перетягивайте винт, это может вызвать проникновение воздуха извне.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Несоблюдение указанных мер предосторожности при работе с МСД сильно увеличивает риск травмы персонала в случае взрыва.

Вы должны снять пластиковую крышку со стеклянного окна на передней части 5975 МСД. В случае маловероятного взрыва эта крышка может слететь.

Общие лабораторные меры предосторожности

- Избегайте утечки в линиях газа-носителя. Для периодической проверки утечки водорода используйте соответствующее оборудование.
- Исключите в своей лаборатории все источники возгорания (например, открытое пламя, приборы, вызывающие искры, и источники статического электричества).
- Не допускайте выхода водорода в атмосферу напрямую из баллона высокого давления (опасность самовозгорания).
- Вместо баллонного газа используйте генератор водорода.

Меры предосторожности во время работы

- Выключайте подачу водорода у источника каждый раз, когда выключаете прибор.
 - Выключайте подачу водорода у источника каждый раз, когда вентилируете МСД (не нагревайте капиллярную колонку без потока газа-носителя).
 - Выключайте подачу водорода у источника каждый раз, когда закрываются запорные клапаны в МСД (не нагревайте капиллярную колонку без потока газа-носителя).
 - Выключайте подачу водорода у источника, если происходит сбой питания.
 - Если сбой питания происходит в отсутствие оператора, и система затем запускается вновь самостоятельно:
- 1 Немедленно выключите подачу водорода в точке выхода из источника.
 - 2 Выключите ГХ.
 - 3 Выключите МСД и дайте ему остыть в течение 1 часа.
 - 4 Исключите **все** потенциальные источники возгорания в комнате.
 - 5 Откройте вакуумный коллектор МСД в атмосферу.
 - 6 Подождите не менее 10 минут для того, чтобы водород рассеялся.
 - 7 Запустите ГХ и МСД в обычном режиме.


При использовании водорода проверьте систему на утечку для предупреждения возможного возгорания и взрыва, основываясь на требованиях местных правил по санитарному состоянию и безопасности окружающей среды. Всегда проверяйте систему на утечку после смены резервуара или техобслуживания газовых линий. Проверьте, чтобы вентиляционная линия выходила в вытяжной колпак.

Нормативная сертификация по безопасности

5975T серия МСД соответствует следующим стандартам:

- Канадской ассоциации по стандартам (CSA): CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Национальной испытательной лаборатории (NRTL): UL 61010-1
- Международной электротехнической комиссии (IEC): 61010-1
- Евронормам (EN): 61010-1

5975 МСД соответствует следующим нормативам по электромагнитной совместимости (EMC) и внешним радиопомехам (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

Данное устройство ISM соответствует канадскому стандарту ICES-001.



5975 серия МСД разработана и производится в соответствии с системой контроля качества ISO 9001.

Информация

Прибор Agilent 5975 серии МСД отвечает следующей классификации по IEC: оборудование класса 1, лабораторное оборудование, категория установки II, степень загрязнения среды 2.

Данное устройство разработано и протестировано в соответствии с признанными стандартами по безопасности и предназначено для установки в помещении. Если прибор используется в условиях, отличных от указанных производителем, защита прибора может быть скомпрометирована. Если защита прибора МСД нарушена, отсоедините прибор от всех розеток и исключите возможность несанкционированных операций.

Сервисное обслуживание должно выполняться только квалифицированными сотрудниками. Замена деталей или выполнение несогласованных изменений конструкции может привести к снижению безопасности прибора.

Символы

Предупреждения, указанные в справочном руководстве или на этикетках прибора, должны соблюдаться во время всех этапов работы, техобслуживания и ремонта прибора. Несоблюдение этих требований нарушает стандарты безопасности. Компания Agilent Technologies не несет ответственности, если пользователь нарушает указанные требования.

См. соответствующие инструкции.

Указывает на горячие поверхности



Указывает на опасное напряжение



Указывает на терминал заземления



Указывает на потенциальную опасность взрыва



Указывает на радиоактивную опасность



или

Указывает на опасность электростатического разряда



Указывает, что вы не должны выбрасывать данный электрический блок в контейнер для отходов



Электромагнитная совместимость

Данное устройство соответствует требованиям CISPR 11. Его работа отвечает следующим двум условиям:

- Данный прибор не должен создавать вредных помех.
- Данный прибор должен принимать любые (радио)помехи, включая те, которые могут вызвать нежелательные сбои в работе.

Если данное устройство все же создает вредные помехи для радио или телевизионных приемников, что можно определить выключением и включением устройства, пользователь может попробовать применить одну из следующих мер:

- 1 Переместить радиоприемник или антенну.
- 2 Удалить прибор от радио или телеприемника.
- 3 Подсоединить прибор к другой розетке электропитания, чтобы прибор и радио или телеприемники были включены на разные линии электропитания.
- 4 Проверить сертификацию всех периферийных устройств.
- 5 Проверить, чтобы для подсоединения прибора и периферийных устройств использовались соответствующие кабели.
- 6 Обратиться к дилеру Agilent Technologies или опытному инженеру за помощью.
- 7 Изменения или модификации оборудования, не одобренные Agilent Technologies, могут привести к нарушению условий гарантии.

Декларация звукового излучения

Звуковое давление

Звуковое давление $L_p < 70$ дБ по EN 27779:1991 и EN ISO 3744:1995

Чистка/утилизация продукта

Для чистки прибора отсоедините источник питания и протрите прибор влажной салфеткой. По вопросу утилизации обратитесь к вашему представителю компании Agilent.

Пролитая жидкость

Не проливайте жидкость на прибор.

Перемещение или хранение МСД

Наилучшим способом поддержания функциональности МСД является его хранение откаченным до вакуума, в нагретом состоянии, с пропусканием через него газа-носителя. Если вы планируете переместить или удалить ваш МСД на длительное хранение, следует соблюдать некоторые меры предосторожности. МСД должен оставаться в рабочем положении; он требует специальных мер предосторожности при перемещении. МСД не должен оставаться вентилируемым в атмосферу на длительный период времени.



2 Установка колонок ГХ

Колонки 30

Подготовка колонок 30

Подготовка ферул 31

Советы и рекомендации 31

Реконфигурация колонки 6850 ГХ в ее корзине 32

Подготовка капиллярной колонки к установке 37

Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока 39

Подготовка (кондиционирование) капиллярной колонки 41

Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МСД 43

Перед началом работы с системой ГХ/МСД вы должны выбрать, установить и подготовить колонку ГХ. В этой главе описывается, как установить и подготовить колонку. Для правильного выбора колонки и потока вы должны знать тип вакуумной системы вашего МСД. Этикетка внизу на левой боковой панели показывает номер модели вашего прибора.

Колонки

С МСД могут использоваться различные типы колонок ГХ, но есть некоторые ограничения.

Во время настройки или сбора данных поток из колонки в МСД не должен превышать рекомендованный максимум. Следовательно, существуют ограничения для скорости потока и длины колонки. Превышение рекомендованного потока приводит к ухудшению спектральной характеристики и чувствительности.

Помните, что поток в колонке сильно зависит от температуры. См. раздел "[Измерение линейной скорости потока в колонке](#)" о том, как измерить действительный поток в колонке. Используйте калькулятор потока в программе и [Таблицу 5](#) для определения приемлемого потока колонки с реалистичским давлением в головке.

Таблица 5 Потоки газа

Функция	G3170A G3175A	G3170A G3175A	G3170A G3175A	G3170A G3175A
Насос глубокого вакуума	Диффузионный	Стандарт турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальный поток газа, мл/мин*	1	1	1...2	1...2
Максимальный рекомендованный поток газа, мл/мин	1.5	2	4	4
Максимальный поток газа, мл/мин**	2	2.4	6.5	6.5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0.25 мм (30 м)	0.32 мм (30 м)	0.53 мм (30 м)	0.53 мм (30 м)

* Общий поток газа в МСД = поток колонки + поток газа-реагента (если используется)

** Ожидайте ухудшения спектральных характеристик и чувствительности

Подготовка колонок



Перед подсоединением колонки к интерфейсу ГХ/МСД важно подготовить ее (кондиционировать).

Малая часть неподвижной фазы капиллярной колонки часто уносится газом-носителем. Этот эффект носит название "column bleed". При этом в ионном источнике МСД оседают следы неподвижной фазы. Последнее приводит к снижению чувствительности МСД и необходимости очистки ионного источника.

Колонка обычно имеет значительный вынос фазы, если она новая или плохо пришта фазы. Ситуация намного ухудшается, если следы кислорода появляются в газе-носителе во время нагрева колонки. Чтобы колонка не имела значительного выноса фазы, все капиллярные колонки должны проходить предварительную подготовку *перед* установкой в интерфейсе ГХ/МСД.

Подготовка ферул

Нагрев ферул до максимально ожидаемой рабочей температуры (несколько раз) перед их установкой может уменьшить вносимый ферулами фон.

Советы и рекомендации

- Процедура установки колонки для 5975 серии МСД отличается от процедуры установки в других МСД. Операции установки, используемые для другого прибора, могут не дать результата или даже повредить колонку или МСД.
- Вы можете удалить старые ферулы из гаек крепления колонки обычной канцелярской кнопкой.
- Всегда используйте газ-носитель, имеющий чистоту не менее 99.9995%.
- Вследствие термического расширения новые ферулы могут ослабевать после нескольких циклов нагрева и охлаждения. Проверьте плотность посадки ферул после двух-трех циклов нагрева.
- Надевайте перчатки во время работы с колонками, особенно если касаетесь края, вставляемого в интерфейс ГХ/МСД.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если используете водород в качестве газа-носителя, не запускайте поток газа-носителя, пока колонка не будет установлена в МСД, а МСД не откачан. Если вакуумные насосы отключены, водород накапливается в МСД, и возникает риск взрыва. См. "[Меры предосторожности при работе с водородом](#)".

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ При работе с капиллярными колонками надевайте защитные очки. Будьте аккуратны, чтобы не проколоть кожу краем колонки.

Реконфигурация колонки 6850 ГХ в ее корзине

Перед установкой колонки 6850 реконфигурируйте ее для улучшения положения ее концов, требуемого для установки в интерфейсе ГХ МСД.

- 1 Положите колонку (19091S-433E из поставляемого с ГХ набора) на чистой поверхности с этикеткой колонки, направленной к пользователю в позиции на 12 часов. Отметим, что входной и выходной концы колонки ориентированы так же, как и при использовании детектора ГХ, а выходной конец колонки расположен у задней части (рядом с вентилятором) каркаса держателя колонки. См. [Рисунок 2](#).

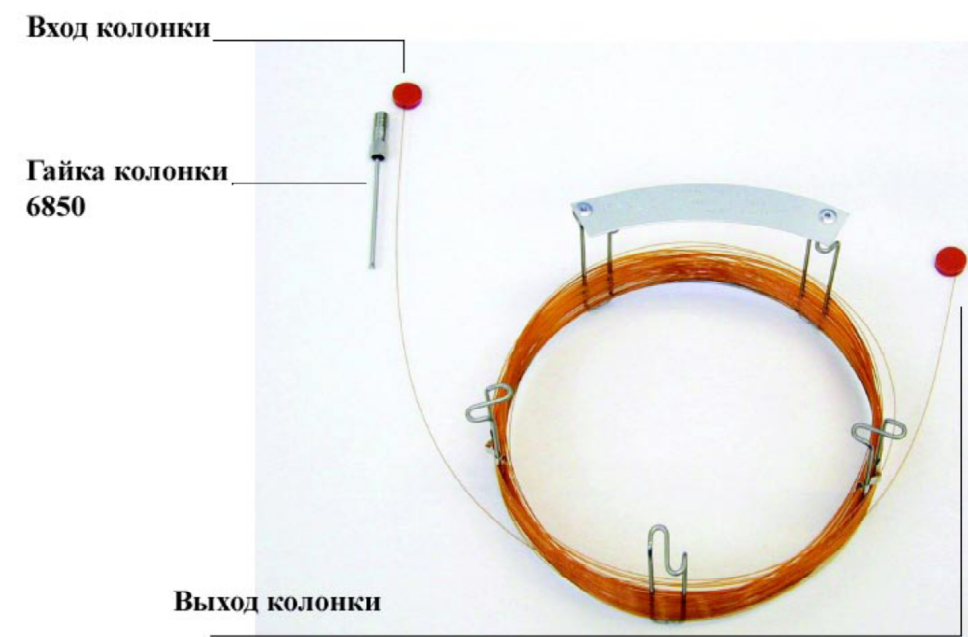


Рисунок 2 Колонка

- 2 Снимите колпачок из септы с ВЫХОДНОЙ стороны колонки и отмотайте два кольца колонки. См. [Рисунок 3](#).

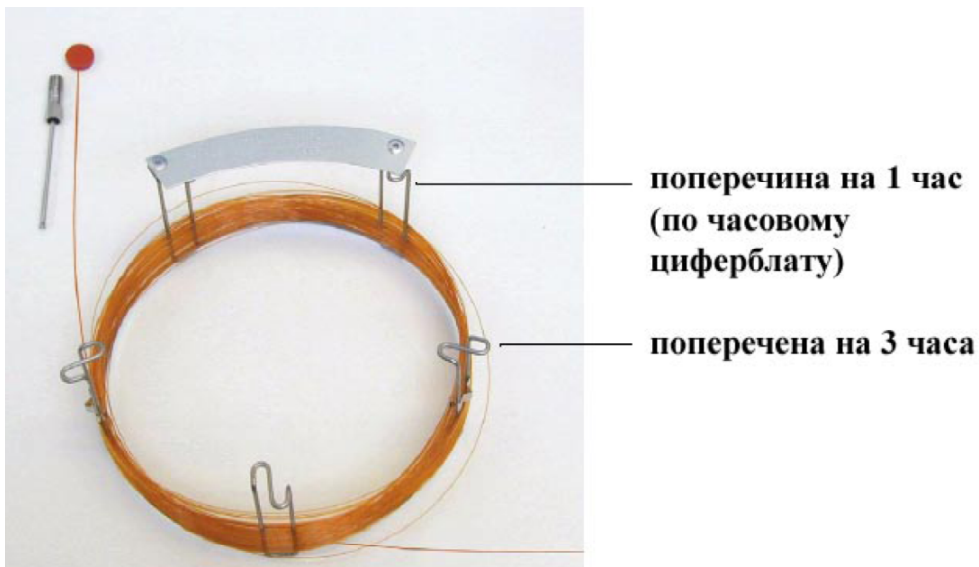


Рисунок 3 Колонка с 2 размотанными кольцами

- 3 Подсоедините три зажима колонки (номер детали G2630-20890) к каркасу колонки следующим образом:

- Подсоедините один зажим к задней части поперечины на 1 час.
- Подсоедините два зажима к передней части поперечины на 3 часа.

Эти зажимы обеспечивают ориентацию концов колонки, требующуюся для вставки ее в инжектор ГХ и интерфейс МСД.

2 Установка колонок ГХ

Смотрите [Рисунок 4](#).

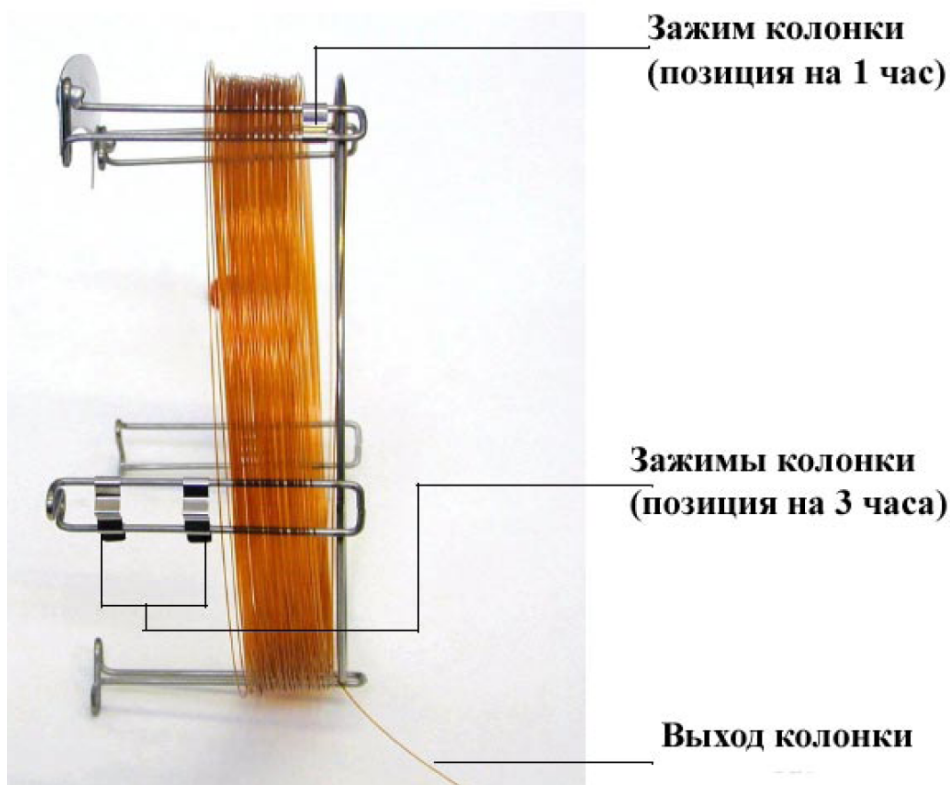


Рисунок 4 Колонка с зажимами

- 4 Пропустите выходную сторону колонки через зажим на 1 час так, чтобы выход колонки был направлен к передней части каркаса. См. [Рисунок 5](#).

ВНИМАНИЕ

Будьте аккуратны, чтобы не поцарапать покрытие колонки.

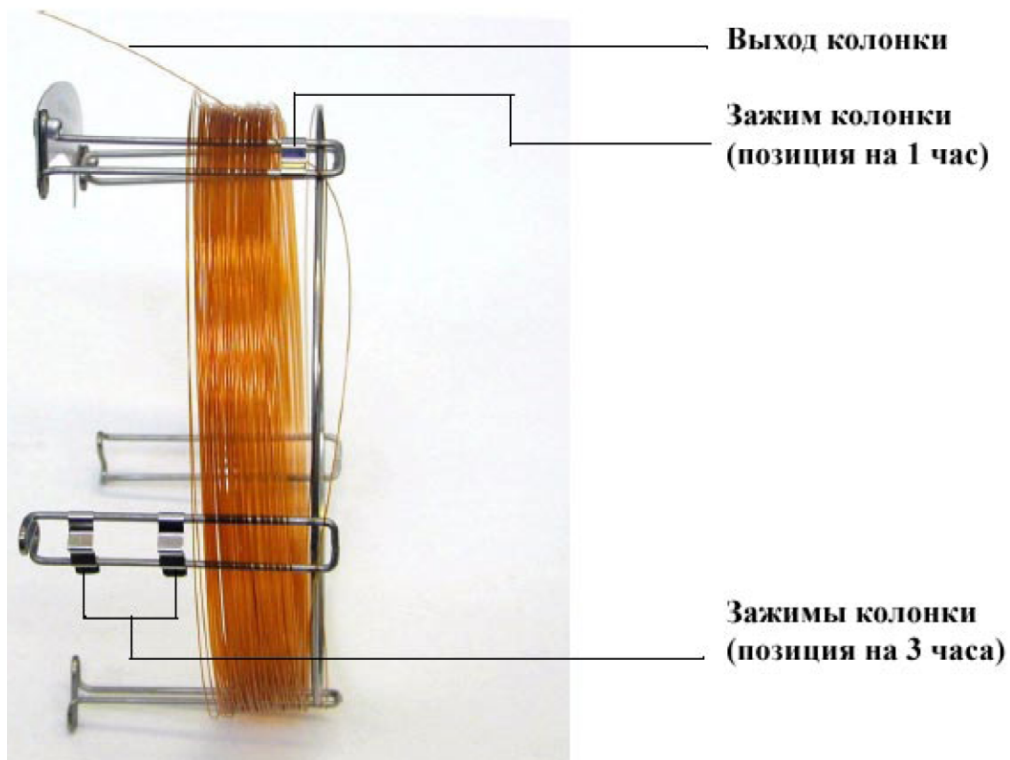


Рисунок 5 Колонка, пропущенная через позицию на 1 час.

- 5 Затем пропустите выходной конец колонки через зажимы на 3 часа так, чтобы выход колонки был направлен к задней части каркаса. Проверьте, чтобы та часть колонки, которая находится между двумя зажимами, НЕ выступала над этикеткой колонки. См. [Рисунок 6](#).

ВНИМАНИЕ

Будьте аккуратны, чтобы не поцарапать покрытие колонки.

2 Установка колонок ГХ

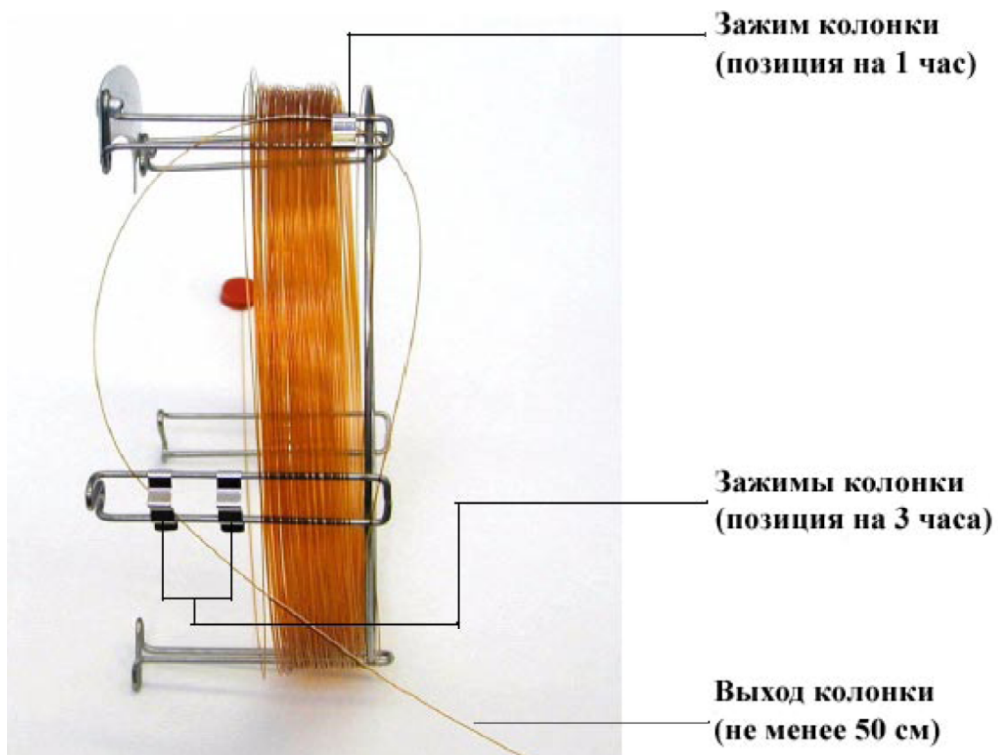


Рисунок 6 Колонка, пропущенная через позицию на 3 часа.

Примерно 50 см колонки должны выступать за зажимы позиции на 3 часа.

6 Аккуратно накрутите остаток выходного конца колонки на ее каркас.

Подготовка капиллярной колонки к установке

Требуемые материалы

- Капиллярная колонка
- Резец для колонки, керамический (5181-8836) или алмазный (5183-4620)
- Ферулы
 - внутренний \varnothing 0.27 мм для колонок с внутренним \varnothing 0.10 мм (5062-3518)
 - внутренний \varnothing 0.37 мм для колонок с внутренним \varnothing 0.20 мм (5062-3516)
 - внутренний \varnothing 0.40 мм для колонок с внутренним \varnothing 0.25 мм (5181-3323)
 - внутренний \varnothing 0.5 мм для колонок с внутренним \varnothing 0.32 мм (5062-3514)
 - внутренний \varnothing 0.8 мм для колонок с внутренним \varnothing 0.53 мм (5062-3514)
- Перчатки, чистые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Входная гайка колонки (5181-8830 для Agilent 7890A, 7820A и 6890 или 5183-4732 для 6850)
- Лупа
- Септа (может быть старой, использованной входной септой)

Порядок выполнения операции

- 1 Установите септу, входную гайку колонки и подготовленную ферулу на свободный конец колонки ([Рисунок 7](#)). Суженный конец ферулы должен быть направлен в сторону от гайки колонки.

2 Установка колонок ГХ



Рисунок 7 Подготовка колонки к установке

- 2 Используйте резец колонки для надреза колонки на расстоянии 2 см от края.
- 3 Удерживая колонку у резца, сломайте колонку о край резца.
- 4 Осмотрите край на наличие зазубрин. Если торец разлома шероховатый и грязный, повторите шаги 2 и 3.
- 5 Протрите внешний свободный край колонки салфеткой, смоченной в метаноле.

Установка предохранительной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Метрическая линейка
- Гаечный ключ на 1/4" и 5/16" (8710-0510)

Установка колонок для других типов инжекторов описывается в соответствующих руководствах по ГХ.

Порядок выполнения операции



- 1 Подготовьте колонку к установке. См. "[Подготовка капиллярной колонки к установке](#)" на стр. 37.
- 2 Установите колонку так, чтобы она выступала на 4...6 мм от края ферулы (Рисунок 8).



Рисунок 8 Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока

2 Установка колонок ГХ

- 3 Установите септу, гайку и ферулу в правильное положение.
- 4 Установите колонку в инжектор.
- 5 Переведите гайку вверх по колонке к основанию инжектора и затяните ее рукой.
- 6 Отрегулируйте позицию колонки так, чтобы септа стала заподлицо с нижним краем гайки колонки.
- 7 Затяните гайку колонки дополнительно на $1/4 \dots 1/2$ оборота. Колонка не должна перемещаться под легким нажимом.
- 8 Запустите поток газа-носителя.
- 9 Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропанол. Осмотрите систему на наличие пузырей.

Подготовка капиллярной колонки

Требуемые материалы

- Газ-носитель (чистота 99.9995% или выше)
- Гаечный ключ на 1/4" и 5/16" (8710-0510)

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Не кондиционируйте вашу капиллярную колонку водородом. Накопление водорода в печи ГХ может привести к взрыву. Если вы планируете использовать водород в качестве газа-носителя, сначала прокачайте колонку сверхчистым (99.999% или выше) инертным газом, таким как гелий, азот или аргон.

Порядок выполнения операции



- 1 Установите колонку в инжекторе ГХ. ("[Установка капиллярной колонки в инжекторе с разделением/без разделения потока](#)" на странице 39).
- 2 Дайте газу-носителю протечь через колонку в течение 5 минут без нагрева печи ГХ.
- 3 Запрограммируйте печь на повышение температуры со скоростью 5° С/мин до достижения температуры на 10°С выше максимальной аналитической температуры.
- 4 После превышения температуры печи 80°С введите 5 мкл метанола в ГХ. Повторите ввод два раза с 5-минутным интервалом. Это поможет удалить примеси из колонки перед ее установкой в интерфейсе ГХ/МСД.

ВНИМАНИЕ

Никогда не превышайте максимальную температуру колонки - ни в интерфейсе ГХ/МСД, ни в печи ГХ, ни в инжекторе.

- 5 Удерживайте указанную температуру. Дайте газу-носителю протечь через колонку в течение нескольких часов.
- 6 Верните температуру печи ГХ к нижней температуре ожидания.

2 Установка колонок ГХ

Смотрите также

Более подробная информация об установке капиллярных колонок приводится в документе "Оптимизация инъекции без разделения потока в ГХ при выполнении МС-анализа с высокой точностью", номер публикации 5988-9944EN.

Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МСД

Agilent ГХ 7890А, 7820А и 6890

Требуемые материалы

- Резец для колонки, керамический (5181-8836) или алмазный (5183-4620)
- Ферулы
 - - внутренний Ø 0.3 мм для колонок с внутренним Ø 0.10 мм (5062-3507)
 - - внутренний Ø 0.4 мм для колонок с внутренним Ø 0.20 и 0.25 мм (5062-3508)
 - - внутренний Ø 0.5 мм для колонок с внутренним Ø 0.32 мм (5062-3506)
 - - внутренний Ø 0.8 мм для колонок с внутренним Ø 0.53 мм (5062-3512)
- Фонарик
- Лупа
- Перчатки, чистые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Интерфейсная гайка колонки (05988-20066)
- Защитные очки
- Гаечный ключ на 1/4 дюйма и 5/16 дюймов (8710-0510)

ВНИМАНИЕ

Отметим, что процедура установки колонки для 5975 серии МСД отличается от процедуры, используемой для большинства более ранних МСД. Использование порядка установки, описанного для другого прибора, может привести к слабой чувствительности и возможному повреждению МСД.

Порядок выполнения операции



- 1 Подготовьте колонку (стр. 41).
- 2 Выполните вентилирование МСД (стр. 82) и откройте камеру анализатора (стр. 84). Проверьте, что вы видите край интерфейса ГХ/МСД.
- 3 Если интерфейс ХИ установлен, снимите пружинное уплотнение с конца МСД интерфейса.
- 4 Наденьте интерфейсную гайку и кондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Суженный конец ферулы должен быть направлен к гайке.

2 Установка колонок ГХ

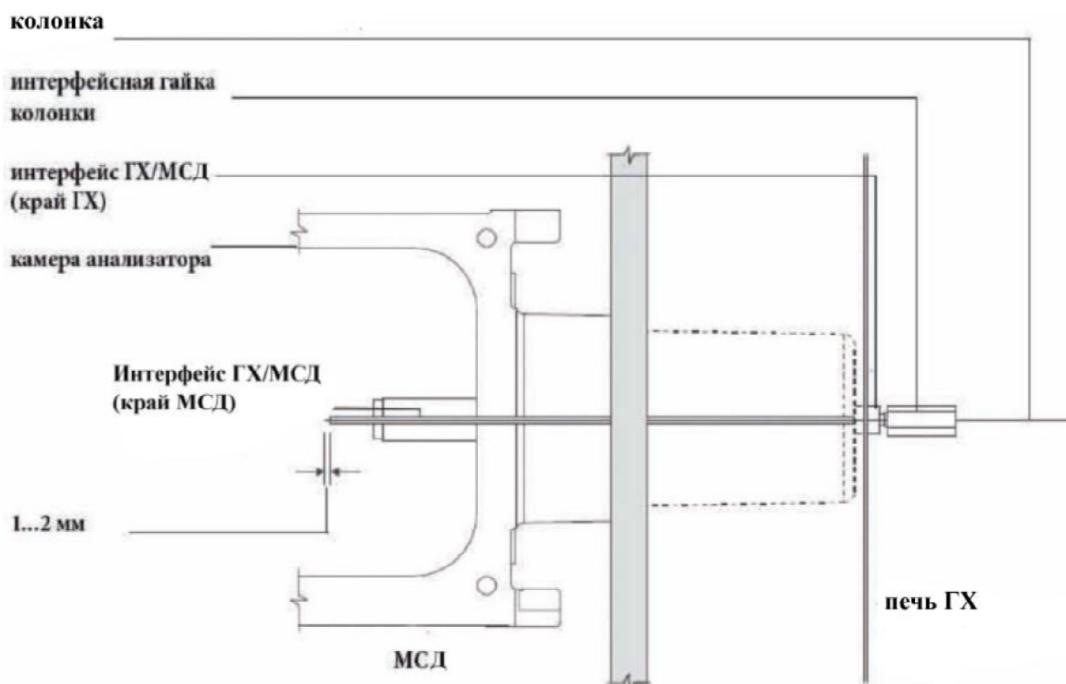


Рисунок 8 Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МСД

- 5 Вставьте колонку в интерфейс ГХ/МСД ([Рисунок 9](#)) так, чтобы вы смогли протянуть ее через камеру анализатора.
- 6 Отломите 1 см колонки с краю ([страница 32](#)). Не дайте осколкам попасть в камеру анализатора, чтобы не повредить насос высокого вакуума.
- 7 Очистите внешнюю сторону свободного края колонки с помощью салфетки, смоченной в метаноле.
- 8 Отрегулируйте колонку так, чтобы она выступала на 1...2 мм от края интерфейса. Используйте фонарь и лупу, если потребуется, для того, чтобы увидеть край колонки внутри камеры анализатора. Не **трогайте** край колонки руками.

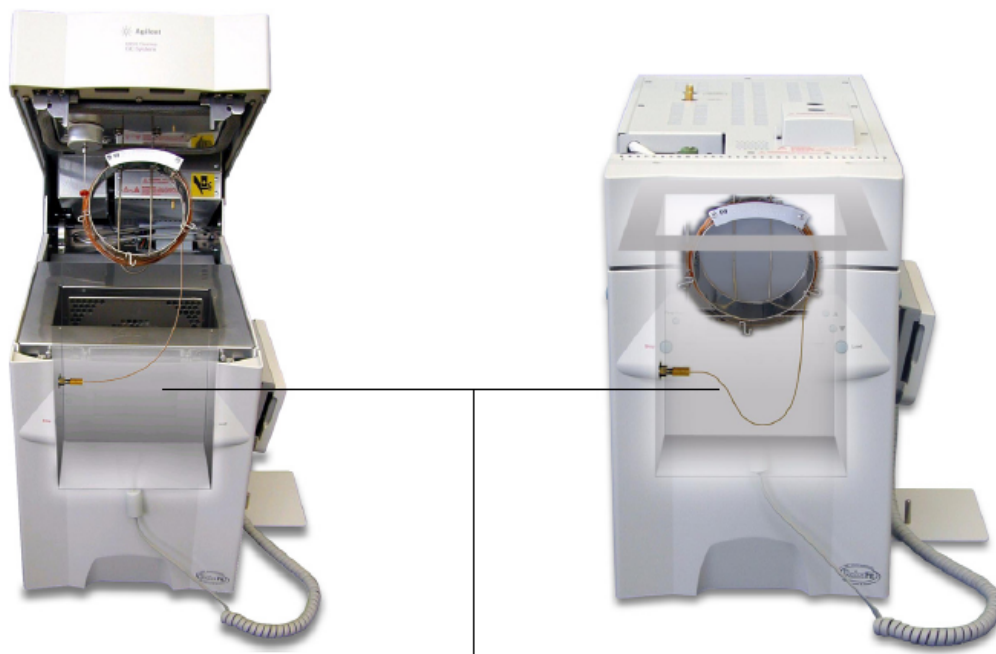
- 9 Затяните гайку рукой. Проверьте, чтобы позиция колонки не изменилась после затяжки гайки.
- 10 Проверьте печь ГХ – колонка не должна касаться стенок печи.
- 11 Затяните гайку на 1/4...1/2 оборота. Проверьте плотность соединения после одного-двух циклов нагрева.

6850 ГХ



- 1 Аккуратно раскрутите выходной конец колонки ГХ, чтобы достичь зажима на 3 часа.
- 2 Наденьте интерфейсную гайку колонки (номер детали 05988-20066) и ферулу (номер детали 5062-3508) на выходной конец колонки ГХ.
Суженный конец ферулы должен быть направлен к гайке.
- 3 Вставьте колонку в интерфейс ГХ/МСД так, чтобы она выходила в камеру анализатора на расстояние не менее 5 см.
- 4 Отрегулируйте длину колонку от зажима на 3 часа так, чтобы до задней части интерфейсной гайки колонки было 22 – 28 см. Смотрите [Рисунок 10](#).
- 5 Затяните интерфейсную гайку рукой.
- 6 Аккуратно закройте дверцу печи, следя, чтобы колонка не сгибалась под острым углом и не касалась стенок/пола печи. При необходимости повторите процедуру, добиваясь указанного требования.

2 Установка колонок ГХ



22 – 28 см от зажима на 3 часа до интерфейсной гайки ГХ/МСД

Рисунок 10 Дверца печи открыта и закрыта

- 7 Освободите интерфейсную гайку и втолкните колонку на дополнительные 3-5 см в камеру анализатора.
- 8 Выполните ровный подрез колонки так, чтобы только 3-5 см выступали в камеру анализатора.
- 9 Очистите внешнюю сторону свободного конца колонки с помощью салфетки без ворса, смоченной в метаноле.
- 10 Отрегулируйте колонку так, чтобы она в камере анализатора выступала на расстояние 1-2 см от края интерфейса ГХ/МСД, и затяните гайку рукой. См. [Рисунок 11](#).

Проверьте, чтобы положение колонки не изменилось после затяжки гайки.

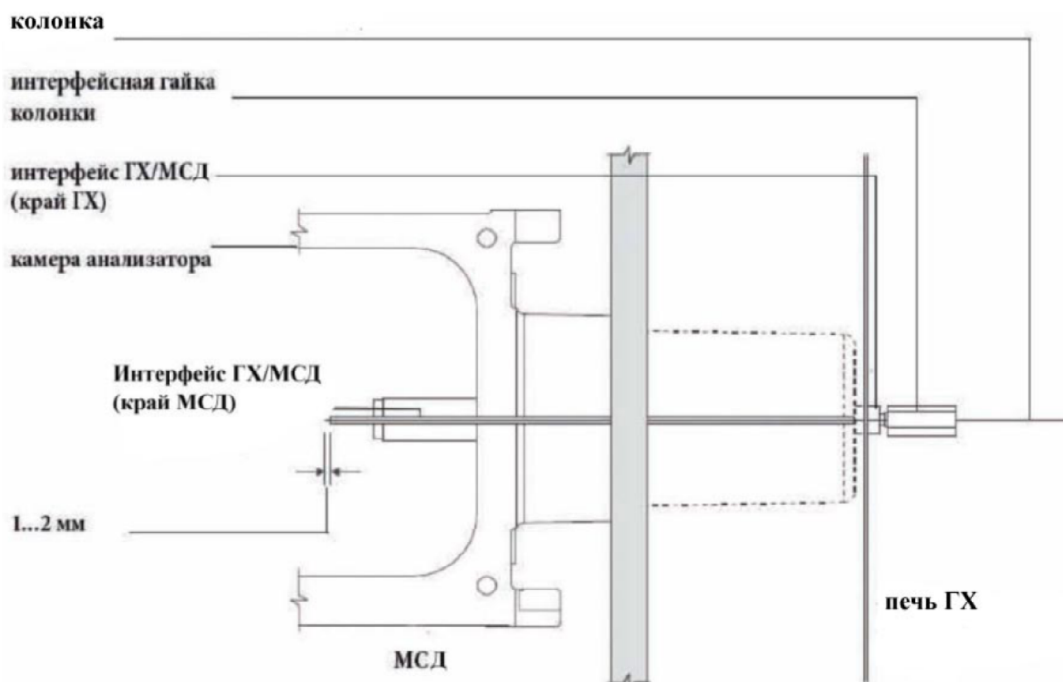


Рисунок 11 Подсоединение колонки в МСД – ГХ

- 11 Повторите шаг 6 для проверки целостности колонки.
- 12 Затяните интерфейсную гайку на дополнительные 1/4 – 1/2 оборота с помощью ключа 1/4 дюйма. Проверьте плотность соединения через 1 – 2 цикла нагрева.
- 13 Включите ГХ.
- 14 Проверьте, чтобы температура инжектора была установлена на 25°C.
- 15 Закройте боковую дверцу анализатора, затем подсоедините источник питания и кабели боковой платы.
- 16 Включите питание МСД для запуска откачки МСД.

Нажмите на боковую дверцу МСД для проверки уплотнения. Проверьте, чтобы форвакуумный насос и передний вентилятор были включены, и вакуумный насос прекратил издавать булькающие звуки через 60 секунд.

2 Установка колонок ГХ

17 Установите крышку анализатора МСД на место.



3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

- Управление МСД из системы обработки данных 51
- Управление МСД с ЛПУ 51
- Сообщения о состоянии ЛПУ 53
- Меню ЛПУ 55
- Интерфейс ГХ/МСД в режиме ЭУ 58
- Перед включением ГХ/МСД 60
- Откачка МСД 61
- Контроль температуры 61
- Контроль потока в колонке 62
- Вентилирование МСД 63
- Просмотр состояния вакуума и температуры анализатора МСД 64
- Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума 66
- Установка температуры анализатора МСД 67
- Установка температуры ГХ/МСД с ChemStation 69
- Мониторинг давления высокого вакуума 71
- Измерение линейной скорости потока в колонке 73
- Проверка потока в колонке 74
- Настройка МСД 75
- Проверка характеристик системы 76
- Тестирование больших масс (5975 серия МСД) 77
- Снятие крышек МСД 80
- Вентилирование МСД 82
- Открытие камеры анализатора 84
- Закрытие камеры анализатора 87
- Откачка МСД 91
- Транспортировка или хранение прибора 93
- Установка температуры интерфейса с ГХ 95

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

В этом разделе описываются некоторые основные процедуры управления МСД.

ВНИМАНИЕ

Программное обеспечение и оборудование периодически модернизируются. Если инструкции в данных процедурах не соответствуют вашему программному обеспечению ChemStation, смотрите справочные руководства и оперативную справку, поставляемую с программой.

Управление МСД из системы обработки данных

Программное обеспечение выполняет такие задачи, как откачку, мониторинг давления, установку температуры, настройку и подготовку к выпуску газа. Эти задачи описываются в настоящей главе. Сбор данных и их анализ описываются в справочных руководствах и оперативной справке программы MSD ChemStation.

Управление МСД с ЛПУ

Локальная панель управления (ЛПУ) показывает состояние МСД или инициирует задачу на МСД без доступа к программе Agilent ChemStation.

ChemStation может быть установлена в любом месте локальной сети (LAN) и не находится рядом с прибором. Поскольку ЛПУ связывается с ChemStation через LAN, вы можете выполнять такие функции ChemStation, как настройку и запуск анализа, прямо с МСД.

Примечание С ЛПУ доступны только некоторые функции; программа ChemStation является полнофункциональным контроллером большинства операций прибора

Режимы работы

ЛПУ имеет два режима работы: режим состояния и меню.

Режим *состояния* не требует взаимодействия и просто выводит на экране текущее состояние прибора МСД или его различных коммуникационных функций. Если вы выберете [**Menu**], затем [**No/Cancel**], вы вернетесь к режиму состояния.

Режим *меню* позволяет обращаться к различным функциям ГХ/МСД и инициировать некоторые действия, например запуск метода, последовательности операций или подготовку к вентилированию системы.

Для доступа к конкретной опции меню:



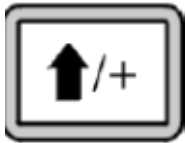
Нажимайте на [**Menu**] до появления требуемого меню.



Нажимайте на [**Item**] до появления требуемого пункта меню.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

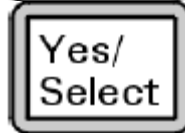
Используйте одну или несколько следующих клавиш для ответа на запросы или выбора соответствующих опций:



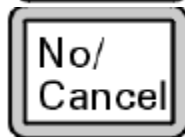
Используйте [**Up**] для увеличения выводимой величины или для прокрутки вверх (например, сообщения)



Используйте [**Down**] для уменьшения выводимой величины или для прокрутки вниз (например, сообщения)



Используйте эту клавишу для принятия текущего значения.



Используйте эту клавишу для изменения текущего значения или возврата к предыдущему меню.

После выбора опции или прокрутки всего списка меню дисплей автоматически возвращается в режим состояния.

Нажатие на [**Menu**], затем на [**No/Cancel**] всегда приводит в режим состояния.

Нажатие на [**No/Cancel**] дважды также всегда приводит в режим состояния.

Сообщения о состоянии ЛПУ

Следующие сообщения могут выводиться на ЛПУ для информирования о состоянии системы. Если ЛПУ находится в режиме меню, прокрутите его полностью для возврата в режим состояния.

Примечание Если в программе ChemStation не выполняется сессия оперативной связи с прибором, сообщения не будут выводиться.

ChemStation Loading <timestamp>

Запускается программа Agilent MSD Productivity ChemStation.

Executing <type> tune

Выполняется процедура настройки (type = QuickTune или Autotune).

Instrument Available <timestamp>

Программа Agilent MSD Productivity ChemStation не активна.

Loading Method <method name>

Параметры метода отсылаются в систему.

Loading MSD Firmware

Инициализируются МСД.

Если МСД *HE* завершает загрузку в нормальном режиме, на ЛПУ попеременно появляются следующие сообщения:

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Эти сообщения указывают, что МСД не получил своего уникального IP-адреса. Если эти сообщения продолжаются после авторизации вашей учетной записи на ChemStation, обратитесь за решением к разделу устранения ошибок.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Loading OS

Загружается операционная система контроллера прибора.

<method> Complete <timestamp>

Выполняется цикл анализа и обработка данных. Такое же сообщение появляется, даже если цикл был прерван преждевременно.

Method Loaded <method name>

Параметры метода были отосланы в систему.

MS locked by <computer name>

Параметры МС могут быть изменены только с ChemStation.

Press Sideplate

Сообщение напоминает во время запуска о том, что нужно нажать на боковую дверцу МСД для обеспечения надлежащей вакуумной герметизации.

Run: <method > Acquiring <datafile>

Выполняется цикл анализа; данные собираются в определенный файл.

Сообщения о состоянии системы, выводимые во время запуска

- 1 Во время запуска на дисплее ЛПУ выводятся следующие сообщения:
 - **Press sideplate**
 - **Loading OS**
 - **Press sideplate**
 - **Loading MSD Firmware**
- 2 Продолжите нажимать на боковую дверцу МСД, пока не появится сообщение **MSD Ready**. Это поможет прибору быстрее выполнить откачку.

Меню ЛПУ

Для доступа к конкретной опции меню нажимайте на [**Menu**] до появления требуемого меню, затем нажимайте на [**Item**] до появления требуемого пункта меню. В [таблицах 6 – 11](#) приводятся списки меню и их опции.

Примечание Многие пункты меню, особенно на ChemStation, MS Parameters и Maintenance, не будут доступны, если прибор выполняет цикл сбора данных.

Таблица 6 Меню ChemStation

Действие	Описание
Run Method	Вывод имени текущего метода и запуск анализа.
Run Sequence	Вывод текущей последовательности и запуск последовательности.
Run Current Tune	Вывод текущего файла настройки и запуск автонастройки (только режим ЭУ; настройка ХИ должна выполняться с ChemStation).
# of Messages	Вывод ряда сообщений и текста последних сообщений. Используйте клавиши управления курсором для прокрутки к предыдущим сообщениям (до 20).
Release ChemStation	Отвязывает ChemStation от МСД.
Connection Status	Вывод состояния связи по LAN для МСД. Remote = подключение для сессии связи ChemStation Local = нет подключения
Name of Instrument	Вывод названия прибора, если есть подключение к ChemStation. Название прибора назначается в диалоге конфигурирования ChemStation.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Таблица 7 Меню техобслуживания

Действие	Описание
Prepare to vent	Напоминание о том, что нужно выключить ГХ, при нажатии на [Yes/Select] при подготовке для вентилирования
Pumpdown	Запуск операции откачки

Таблица 8 Меню параметров МС

Действие	Описание
High Vacuum Pressure	Только при установленном микро-ионном вакуумметре
Turbo Pump Speed	Вывод скорости турбонасоса
Foreline Pressure	Вывод давления форвакуумной линии.
MSD Fault Status	Отчет о кодах ошибок состояния (номер) в десятичном и шестнадцатеричном форматах с перечислением всех возможных комбинаций ошибок.
Ion Source Temp, °C	Вывод и установка температуры ионного источника
Mass Filter Temp, °C	Вывод и установка температуры фильтра масс
CI Reagent	Вывод газа-реагента ХИ и скорости его потока (если используется)

Примечание

ChemStation с МСД.

Параметры МС нельзя установить с ЛПУ, если выполняется сессия связи

Таблица 9 Меню сети

Действие	Описание
MSD IP via BootP	Вывод IP-адреса для МСД
Gateway IP Address	Вывод IP-адреса шлюза для МСД
Subnet Mask	Вывод маски подсети для МСД
ChemStation IP	Вывод IP-адреса для ChemStation
GC IP Address	Вывод IP-адреса для ГХ
Ping gateway	Проверка связи со шлюзом
Ping ChemStation	Проверка связи с ChemStation
Ping GC	Проверка связи с ГХ
MS Controller MAC	Вывод MAC-адреса SmartCard для МСД

Таблица 10 Меню версии

Действие	Описание
Control firmware	Вывод версии оборудования МСД
Operating system	Вывод версии операционной системы ChemStation
Front panel	Вывод версии ЛПУ
Log amplifier	Вывод информации о версии
Sideboard	Вывод типа боковой платы
Mainboard	Вывод типа материнской платы
Serial number	Серийный номер, назначается для МСД в диалоге конфигурирования ChemStation

Таблица 11 Меню контроллера

Действие	Описание
Reboot controller	Запуск платы контроллера LAN/MS
Test LCP?	Запуск диагностического теста двухстрочного дисплея
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation	Проверка состояния сервера HTTP

Интерфейс ГХ/МСД в режиме ЭУ

Интерфейс ГХ/МСД (Рисунок 12) представляет собой нагреваемый канал, ведущий в МСД от капиллярной колонки. Интерфейс навинчивается на правую сторону камеры анализатора и имеет уплотнительное кольцо. Также имеется защитная крышка, которая должна быть оставлена на месте.

Один конец интерфейса ГХ/МСД проходит через боковую сторону газового хроматографа и входит в корпус печи ГХ. Это конец имеет резьбу, чтобы обеспечить подсоединение колонки с гайкой и ферулой. Другой конец интерфейса соединяется с ионным источником. Последние 1...2 мм капиллярной колонки выступают от края направляющей трубки и входят в ионизационную камеру.

Интерфейс ГХ/МСД нагревается патронным электрическим нагревательным элементом. Обычно нагреватель получает питание и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 ГХ. У 6850 серии ГХ нагреватель подсоединяется к вспомогательной зоне нагрева. У 7820А серии ГХ нагреватель подсоединяется к задней зоне нагрева инжектора для моделей с одиночным инжектором или к зоне нагрева ручного клапана для моделей с двойным инжектором. Температура интерфейса может устанавливаться в программе ChemStation или с ГХ. Датчик (термопара) в интерфейсе используется для слежения за температурой.

Интерфейс ГХ/МСД должен работать в диапазоне 250...350°C. Вследствие этого ограничения температура интерфейса должна быть чуть выше максимальной температуры печи ГХ, но *никогда* не выше максимальной температуры колонки.

Интерфейс ЭУ ГХ/МСД может использоваться только с ионным источником ЭУ.

Интерфейс ХИ ГХ/МСД может использоваться как с тем, так и с другим источником.

Смотри также

["Установка капиллярной колонки МСД в интерфейсе ГХ/МСД"](#)

Предупреждение Интерфейс ГХ/МСД работает при высокой температуре. Для предупреждения ожогов не касайтесь его, если не уверены, что он остыл.

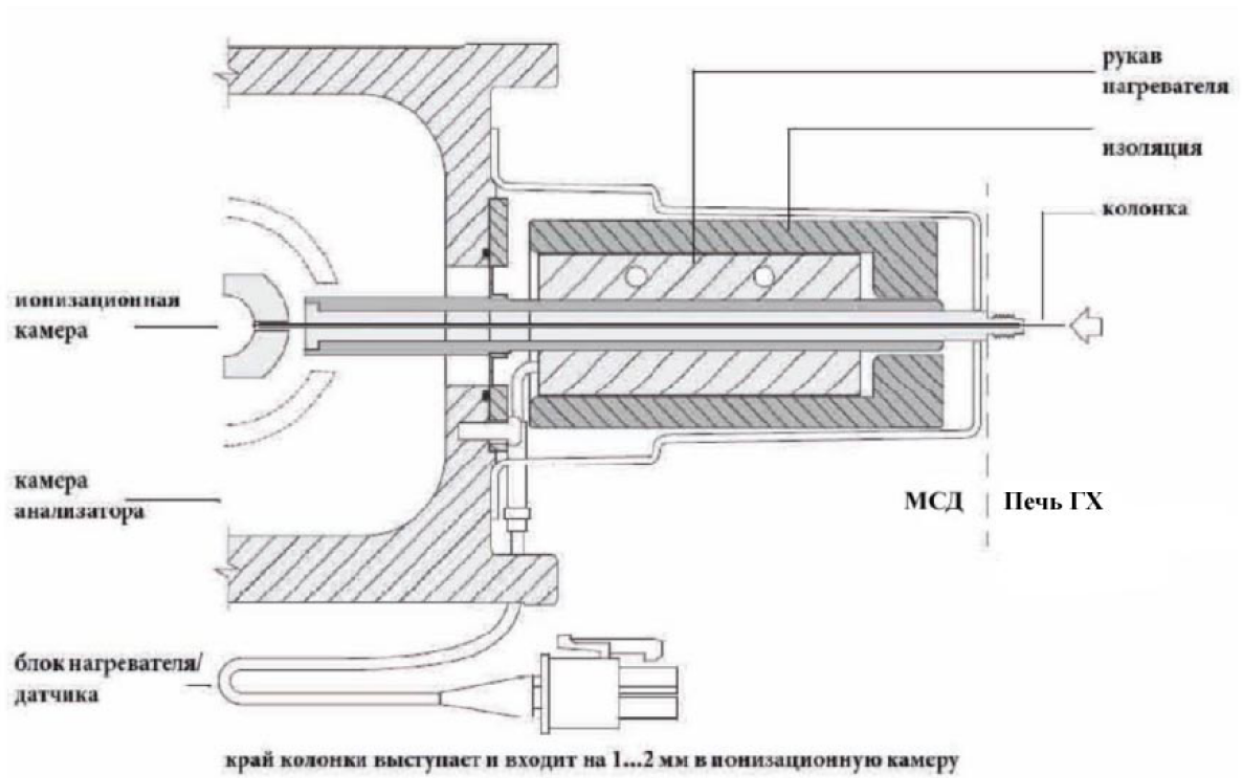


Рисунок 12 Интерфейс ГХ/МСД

Перед включением ГХ/МСД

Проверьте следующее *до* включения ГХ/МСД.



- Выпускной клапан должен быть закрыт (рукоятка полностью повернута по часовой стрелке).
- Все другие уплотнительные кольца и фитинги должны находиться на месте и быть надежно закреплены. (Передний винт боковой дверцы не должен быть затянут, если не используются опасные газ-носитель или газы-реагенты.)
- МСД должен быть подсоединен к заземленной розетке.
- Интерфейс ГХ/МСД должен выходить в печь ГХ.
- Откондиционированная капиллярная колонка должна быть установлена в инжекторе ГХ и в интерфейсе ГХ/МСД.
- ГХ должен быть включен, но нагреваемые зоны для интерфейса ГХ/МСД, инжектора ГХ и печи отключены.
- Газ-носитель, имеющий чистоту не хуже 99.9995%, должен быть подведен к ГХ с рекомендуемыми газоуловителями.
- Если в качестве газа-носителя используется водород, поток газа-носителя должен быть отключен, а передний винт на боковой дверце должен быть свободно закреплен.
- Форвакуумный насос должен быть открыт наружу для выхлопов.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Выхлоп из форвакуумного насоса содержит растворители и анализируемые химические вещества. Если вы используете стандартный форвакуумный насос, он также содержит следы масла. Если вы работаете с токсичными растворителями или анализируете токсичные химические вещества, удалите маслоуловитель (стандартный насос) и установите шланг (внутренний диаметр 11 мм) для вывода выхлопов форвакуумного насоса наружу или в вытяжной колпак. Проверьте, чтобы они соответствовали местным нормам. Маслоуловитель, поставляемый со стандартным насосом, улавливает только масло. Он не задерживает и не фильтрует токсичные химикаты.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Если вы используете в качестве газа-носителя водород, не запускайте поток газа-носителя, пока не откачаете МСД. Если вакуумные насосы отключены, водород накапливается в МС, и возникает риск взрыва. Прочтите раздел "[Меры предосторожности при работе с водородом](#)" перед запуском водорода в МСД.

Откачка МСД

Система обработки данных или ЛПУ помогают вам откачать МСД. Процесс этот по большей части автоматический. После того, как вы закроете выпускной клапан и включите главный переключатель (одновременно нажимая на боковую дверцу), МСД выполнит откачку. Программа сбора данных отслеживает и выводит состояние системы во время откачки. Когда давление станет достаточно низким, программа включит ионный источник и нагреватели фильтров масс и предложит вам включить нагреватель интерфейса ГХ/МСД. МСД выключается, если откачка выполнена неправильно.

С помощью меню или мониторов МС система обработки данных может выводить:

- Скорость двигателя турбонасоса МСД (скорость в %).
- Давление в форвакуумной линии для МСД с диффузионным насосом
- Давление в камере анализатора (вакуум) для МСД с опциональным микро-ионным вакуумметром G3397A

ЛПУ также может выводить эти данные.

Контроль температуры

Температура МСД контролируется системой обработки данных. МСД имеет независимые нагреватели и датчики температуры для ионного источника и квадрупольного фильтра масс. Вы можете регулировать установочные значения и следить за температурой из системы обработки данных или с локальной панели управления.

Интерфейс ГХ/МСД нагревается патронным электрическим нагревательным элементом. Обычно нагреватель получает питание и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 ГХ. У прибора 6850 серии ГХ нагреватель подсоединяется к вспомогательной зоне нагрева. У прибора 7820А серии ГХ нагреватель подсоединяется к задней зоне нагрева инжектора для моделей с одиночным инжектором или к зоне нагрева ручного клапана для моделей с двойным инжектором. Температура интерфейса может устанавливаться в программе ChemStation или с ГХ.

Контроль потока в колонке

Поток газа-носителя контролируется давлением в головке ГХ инжектора. Для данного давления в головке ГХ инжектора поток в колонке уменьшается с ростом температуры печи ГХ. С помощью электронного пневматического управления (ЭПУ) и режима колонки, установленного на **Constant Flow** (постоянный поток), поддерживается постоянный поток в колонке независимо от температуры.

МСД может использоваться для измерения действительного потока в колонке. Вы вводите **малый** объем воздуха или другого не удерживаемого колонкой химического вещества и определяете время, которое потребуется для его подхода к МСД. По этому времени можно рассчитать поток в колонке. См. [страницу 73](#).

Вентилирование МСД

Программа обработки данных поможет вам выполнить вентилярование МС. Эта программа отключает нагреватели ГХ и МС и нагреватель диффузионного насоса или турбонасос в требуемые моменты времени. Она также позволяет следить за температурой в МСД и указывает, когда выполнить вентилярование МСД.

МСД *будет* поврежден, если вентилярование выполнить некорректно. Диффузионный насос будет иметь обратный выброс паров масла в анализатор, если МСД вентилируется до полного охлаждения диффузионного насоса. Турбомолекулярный насос повреждается, если МСД вентилируется во время вращения лопастей насоса со скоростью, превышающей 50% от его обычной рабочей скорости.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Проверьте, чтобы интерфейс ГХ/МСД и зоны анализатора остыли (ниже 100°C) перед вентилярованием МСД. Температура 100°C достаточно высока, чтобы вызвать ожог; при работе с анализатором всегда надевайте перчатки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы в качестве газа-носителя используете водород, поток газа-носителя должен быть перекрыт перед отключением МСД. Если форвакуумный насос отключен, водород накапливается в МСД, и возникает риск взрыва. Прочтите раздел "[Меры предосторожности при работе с водородом](#)" перед запуском водорода в МС.

ВНИМАНИЕ

Не вентилируйте МСД, позволяя воздуху войти через один из концов шланга форвакуумной линии. Используйте выпускной клапан или снимите гайку колонки и колонку.
Не выполняйте вентилярование, если турбонасос вращается со скоростью выше 50% от рабочей.
Не превышайте максимальный рекомендованный общий поток газа. См. "[Модели и характеристики 5975 серии МСД](#)".

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Просмотр состояния вакуума и температуры анализатора МСД

Для выполнения данной задачи вы можете использовать локальную панель управления. Более подробная информация приводится в справочном руководстве "Начало работы с G1701EA ГХ/МСД ChemStation".

Порядок выполнения операции

- 1 В окне управления прибором в меню Instrument выберите **Edit Tune Parameters** (Рисунок 13).

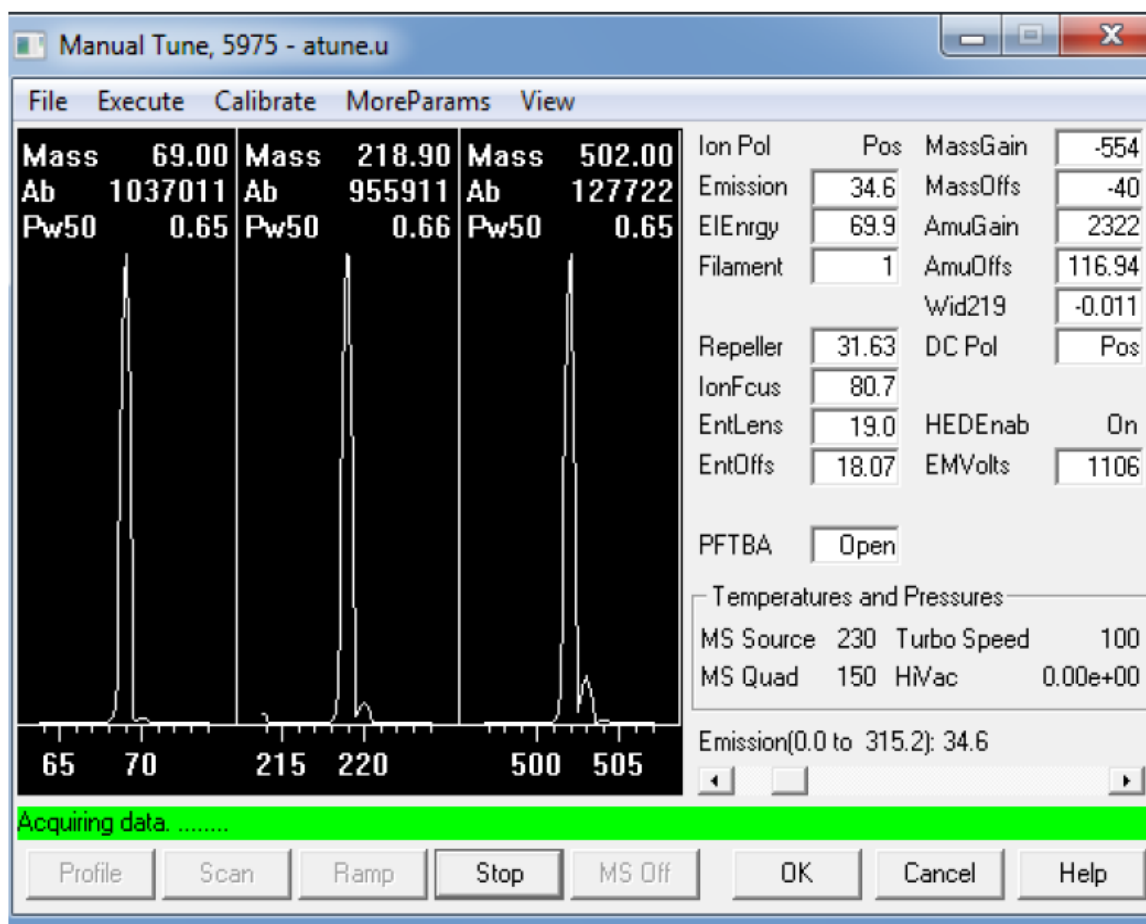


Рисунок 13 Настройка параметров

- 2 Выберите требуемый для вашего метода файл настройки в диалоговом окне **Load MS Tune File**.
- 3 Температура анализатора и состояние вакуума выводятся в поле **Zones**.

Если вы начали процесс откачки достаточно давно, давление в форвакуумной линии должно составлять менее 300 торр, или турбонасос должен работать при скорости не менее 80%. Нагреватели МСД остаются отключенными, пока диффузионный насос находится в холодном состоянии или пока турбонасос работает при скорости менее 80%. Нормально, когда давление ниже 100 мторр или турбонасос имеет скорость близкую к 100%.

Нагреватели МСД включаются в конце цикла откачки и выключаются в начале цикла вентилирования. Установочные значения не меняются во время вентилирования или откачки, даже если обе зоны МСД отключены.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума

Монитор (контрольное окно) выводит текущее значение одиночного параметра прибора. Эти значения могут добавляться к стандартному окну контроля прибора. Мониторы могут настраиваться на изменение цвета, если действительный параметр выходит за определенный пользователем предел.

Порядок выполнения операций

- 1 Выберите в меню **MS Monitors**.
- 2 В окне **Edit MS Monitors** под **Type** выберите **Zone**.
- 3 В **Parameter** выберите **MS Source** и щелкните по **Add**.
- 4 В **Parameter** выберите **MS Quad** и щелкните по **Add**.
- 5 В **Parameter** выберите **Foreline** (или **TurboSpd**) и щелкните по **Add**.
- 6 Выберите любые другие мониторы и щелкните по **Add**.
- 7 Щелкните по **ОК**. Новые мониторы будут расположены друг над другом в нижнем правом углу окна Instrument Control. Чтобы увидеть их всех, их следует переместить.
- 8 Щелкните и перетащите каждый из мониторов к требуемой позиции. См. [Рисунок 14](#) как один из способов упорядочивания мониторов.

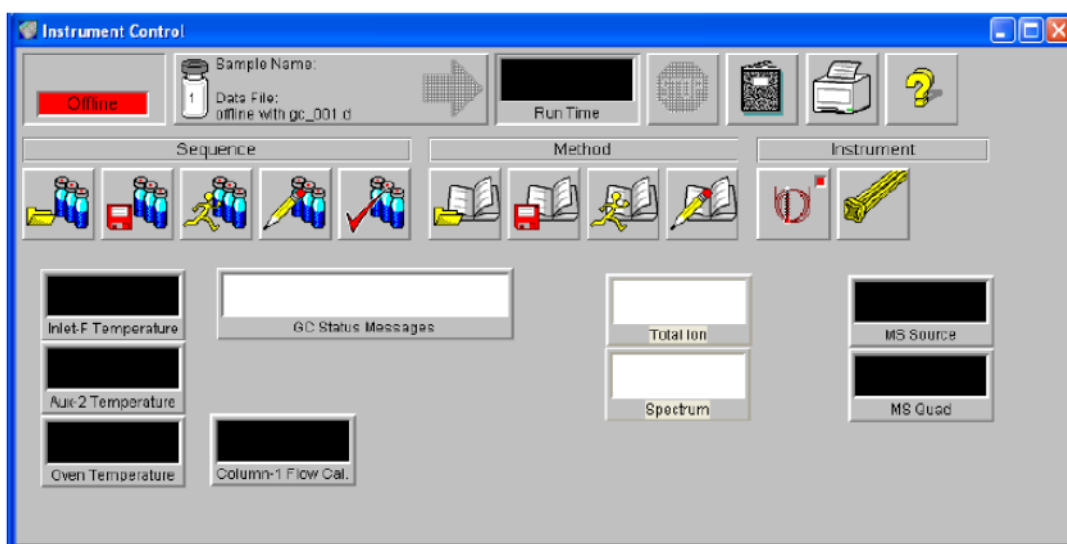


Рисунок 18 Упорядочивание мониторов

- 9 Чтобы сделать новые установки частью метода выберите **Save** в меню Method.

Установка температуры анализатора МСД

Установочные значения температур для ионного источника МСД, масс-фильтра (квадруполя) сохраняются в текущем файле настройки (*.u). При загрузке метода установочные значения файла, связанные с этим методом, загружаются автоматически.

Порядок выполнения операции

- 1 В окне Instrument Control в меню Instrument выберите **Edit Tune Parameters**.
- 2 В меню **MoreParams** выберите **Temperatures** (Рисунок 15).

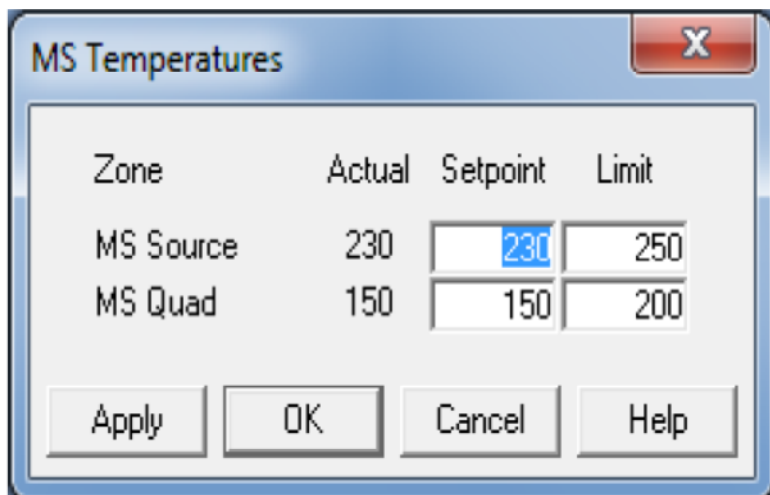


Рисунок 15 Установка температуры

- 3 Введите требуемые температуры источника (Source) и фильтра масс (Quad) в полях установки. Рекомендуемые значения приводятся в [Таблице 12](#).

Нагреваемые зоны интерфейса ГХ/МСД, ионного источника и квадруполя взаимодействуют. Нагреватели анализатора не смогут точно поддерживать температуру, если установочные значения для одной зоны будут сильно отличаться от значений для смежной зоны.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Не превышайте 200°C для квадруполя или 350°C для источника.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

4 Для закрытия окна щелкните по:

- **Apply** для отсылки новых установочных значений температуры на МСД.
- **ОК** для изменения текущего загруженного файла настройки без загрузки значений в МСД (используйте **Apply**).
- **Cancel** для выхода без изменений файла и без загрузки данных в МСД.

5 При появлении диалогового окна **Save MS Tune File** щелкните по **ОК** для сохранения изменений в том же файле или введите имя нового файла и щелкните по **ОК**.

Таблица 12 Рекомендуемые установочные значения температур

	Операции в режиме ЭУ	Операции в режиме ПХИ	Операции в режиме ОХИ
MS Source (Источник МС)	230	250	150
(MS Quad) Квадруполь МС	150	150	150

Установка температуры ГХ/МСД с ChemStation

Вы можете также для выполнения данной задачи использовать ЛПУ. Смотрите "Управление МСД с ЛПУ".

Порядок выполнения операции

- 1 Выберите **View>Instrument Control**.
- 2 Выберите **Instrument>GC Edit Parameters**.
- 3 Щелкните по иконке **Aux** для редактирования температуры интерфейса (Рисунок 16).

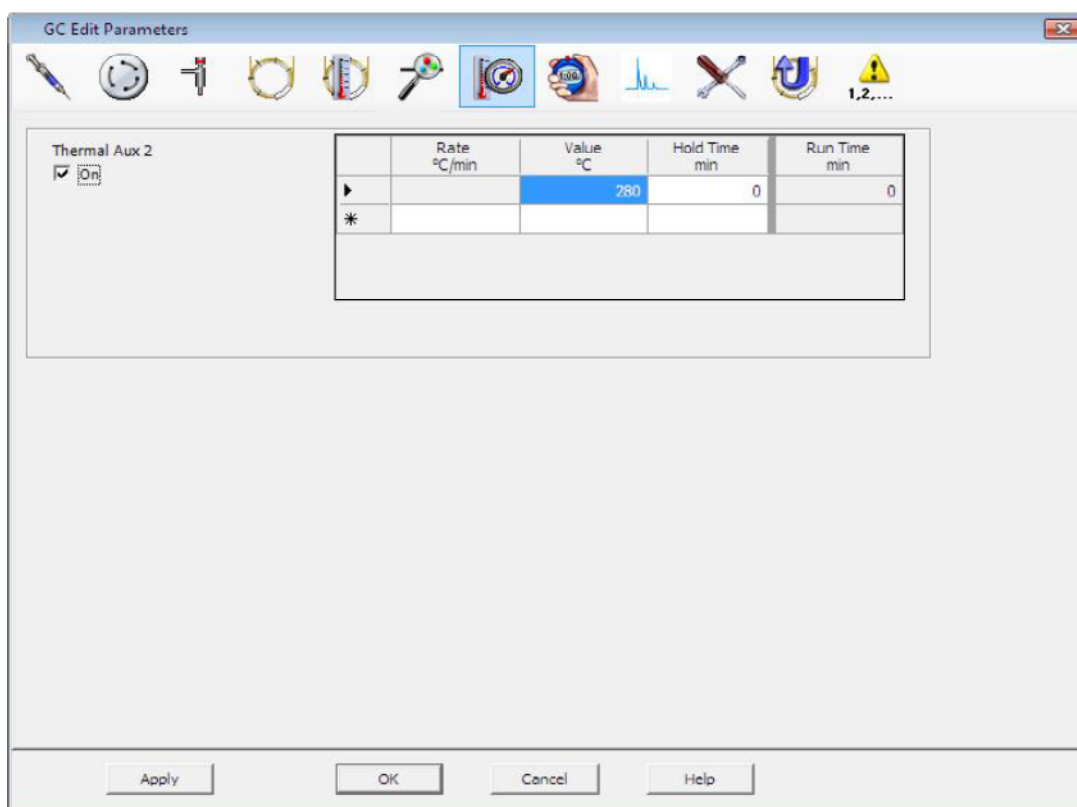


Рисунок 16 Установка температуры интерфейса

- 4 Отметьте нагреватель как **On** и введите установочное значение в столбце **Value °C**.

Типовое установочное значение равно 280°C. Предельные значения равны 0 и 350°C. Установка на температуру ниже комнатной выключает нагреватель интерфейса.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

ВНИМАНИЕ

Никогда не превышайте максимальную допустимую температуру для колонки.

- 5 Щелкните по **Apply** для загрузки установочных значений или щелкните по **OK** для загрузки установочных значений и закрытия окна.
- 6 Для того, чтобы новые значения стали частью метода выберите **Save** в меню Method.

ВНИМАНИЕ

Проверьте, чтобы поток газа-носителя был включен, а колонка обдувалась воздухом перед нагревом интерфейса ГХ/МСД или печи ГХ.

Мониторинг давления высокого вакуума

Мониторинг давления требует опционального внешнего ионного измерителя G4363A и вакуумметра. Считыватель данного измерителя установлен на верхней части прибора.

Требуемые материалы

- Микро-ионный вакуумметр (G3397A)

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы в качестве газа-носителя используете водород, не включайте микро-ионный вакуумметр, если есть вероятность накопления водорода в камере анализатора. Прочтите раздел "**Меры предосторожности при работе с водородом**" перед запуском водорода в МС.

Порядок выполнения операции

- 1 Включите прибор и откачайте МСД ([страница 91](#)).
- 2 В окне настройки и контроля вакуума выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** в меню Vacuum.
- 3 В меню Instrument Control вы можете установить монитор МС для считывания значений. Величина вакуума выводится также на ЛПУ или в окне ручной настройки.

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ЭУ оказывает поток газа-носителя (в колонке). В [таблице 13](#) приводятся типовые значения давления для различных потоков гелия в качестве газа-носителя. Эти значения давления приблизительны и могут меняться в зависимости от прибора в пределах до 30%.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Таблица 13 Значения на микро-ионном измерителе

Скорость потока гелия в колонке, мл/мин	Значения, торр Производительный турбонасос	Значения, торр Стандартный турбонасос	Значения, торр Диффузионный насос	Значения для форвакуумной линии, торр Диффузионный насос
0.5	3.18E-06	1.3E-05	2.18E-05	34.7
0.7	4.42E-06	1.83E-05	2.59E-05	39.4
1	6.26E-06	2.61E-05	3.66E-05	52.86
1.2	7.33E-06	3.11E-05	4.46E-05	60.866
2	1.24E-05	5.25E-05	7.33E-05	91.784
3	1.86E-05	8.01E-05	1.13E-04	125.76
4	2.48E-05			
6	3.75E-05			

Если давление постоянно выше того, что приведено в таблице, смотрите оперативную справку в программе ChemStation для информации об устранении утечек и других проблем с вакуумом.

Измерение линейной скорости потока в колонке

С капиллярными колонками, используемыми с МСД, чаще измеряется линейная скорость, а не объемная скорость потока.

Порядок выполнения операции

- 1 Установите сбор данных на ручную инъекцию без разделения потока и выберите ионный мониторинг (SIM) на m/z 28.
- 2 Нажмите на **Prep Run** на клавиатуре ЛПУ.
- 3 Введите 1 мкл воздуха в инжектор ГХ и нажмите на **Start Run**.
- 4 Подождите, пока не выйдет пик у m/z 28. Отметьте время удержания.
- 5 Рассчитайте среднюю линейную скорость.

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

Где:

L = длина колонки в метрах

t = время удержания в секундах

Проверьте, чтобы колонка не была повреждена. Потеря 1-м секции в колонке 25 м дает ошибку в 4%.

- 6 Используйте эту скорость для проверки вычисления потока в ChemStation ([страница 74](#)). Если цифры отличаются, щелкните по **Change** для калибровки размеров колонки.
- 7 Расчет объемной скорости потока

$$\text{Объемная скорость потока (мл/мин)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

Где:

D = внутренний диаметр колонки в мм

L = длина колонки в метрах

t = время удержания в минутах

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Проверка потока в колонке

Объемный поток можно рассчитать из давления в головке инжектора, если известны размеры колонки.

Порядок выполнения операции

- 1 В окне управления прибора выберите **Instrument>GC Edit Parameters**.
- 2 Щелкните по иконке **Columns** (на рисунке 17 показан пример).
- 3 Выберите соответствующий столбец.

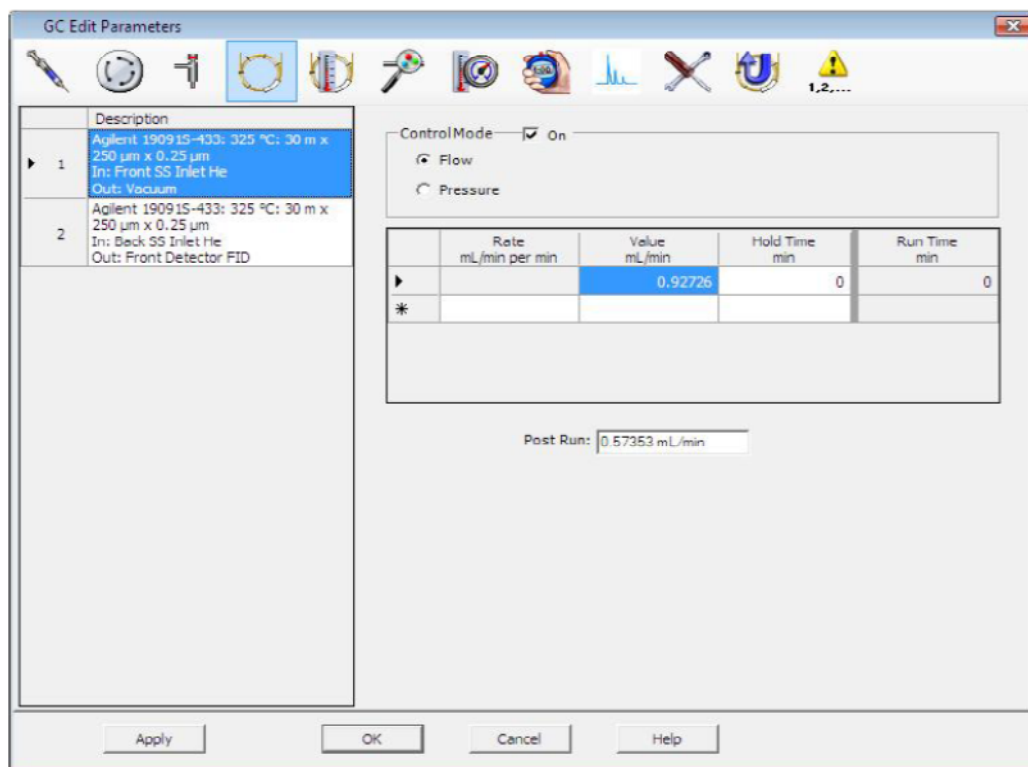


Рисунок 17 Расчет потока в колонке

Настройка МСД

Вы можете также использовать ЛПУ для запуска процедуры автонастройки, загруженной в ChemStation. См. "Управление МСД с ЛПУ".

Порядок выполнения операции

- 1 В окне контроля прибора проверьте загрузку требуемого файла настройки. Для большинства систем хорошие результаты дает файл ATUNE.U (**Autotune**). STUNE.U (**Standard Tune**) не рекомендуется, поскольку может вызвать снижение чувствительности.
Рассмотрите функцию автонастройки усиления (GAIN.U + HiSense.U). Эта функция настраивает на целевое значение усиления, а не на целевую амплитуду. Она предлагает отличную воспроизводимость между циклами измерений и между различными приборами.
- 2 Установите систему на те же условия (температуру печи ГХ и поток колонки, а также температуру анализатора МСД), которые будут использоваться при сборе данных.
- 3 Выберите **Tune MSD** для выполнения полной настройки или **Quick Tune** для регулировки ширины пика, массового числа и амплитуды без изменения ионного отношения. Если ваша система сконфигурирована на ХИ, вы сможете войти в панель настройки ХИ из этого окна. Настройка запустится автоматически.
- 4 Подождите до завершения настройки и генерации отчета.

Сохраните отчеты о настройке. Для просмотра истории результатов настройки выберите **Checkout>View Previous Tunes...**

Для ручной настройки МСД или выполнения специальной автонастройки перейдите к окну настройки и контроля вакуума.

В данном меню настройки в дополнение к настройкам из окна контроля прибора вы можете выбрать специальные процедуры автонастройки для конкретных спектральных результатов, такие как **DFTPP Tune** или **VFB Tune**.

Дополнительная информация о настройке приводится в справочных руководствах или оперативной справке программы ChemStation.

Проверка характеристик системы

Требуемые материалы

- 1 пг/мкл (0.001 млн. доли) пробы ОФН(5188-5348)

Проверка настройки

- 1 Проверьте, чтобы система откачивалась в течение не менее 60 минут.
- 2 Установите температуру печи ГХ на 150°C, а поток колонки на 1.0 мл/мин.
- 3 В окне управления прибором выберите **Checkout Tune** в меню **Checkout**.
- 4 После завершения процедуры автонастройки сохраните метод и затем выберите **Evaluate Tune** в меню **Checkout**.

Программа выполнит оценку последней процедуры автонастройки и распечатает отчет о проверке системы – настройки.

Проверка чувствительности

- 1 Установите систему на ввод 1 мкл ОФН, с помощью автосамплера или вручную.
- 2 В окне управления прибором выберите **Sensitivity Check** в меню **Checkout**.
- 3 Щелкните по соответствующим иконкам в окне **Instrument/Edit** для редактирования метода для данного типа инъекции.
- 4 Щелкните по **ОК** для запуска метода.

После завершения метода будет распечатан отчет об оценке чувствительности.

Проверьте, чтобы СКО отношения сигнал/шум отвечало спецификации (приводятся на сайте www.agilent.com/chem).

Тестирование больших масс (5975 серия МСД)

Начальные условия

- 1 Получите пробу ПФГТ (5188-5357) (PFHT).
- 2 Загрузите файл настройки ATUNE.U, затем выполните автонастройку МСД.
- 3 Определите метод PFHT.M в x\5975\ PFHT.M, где x – номер используемого прибора.
- 4 Обновите и сохраните метод.

Проверка больших масс

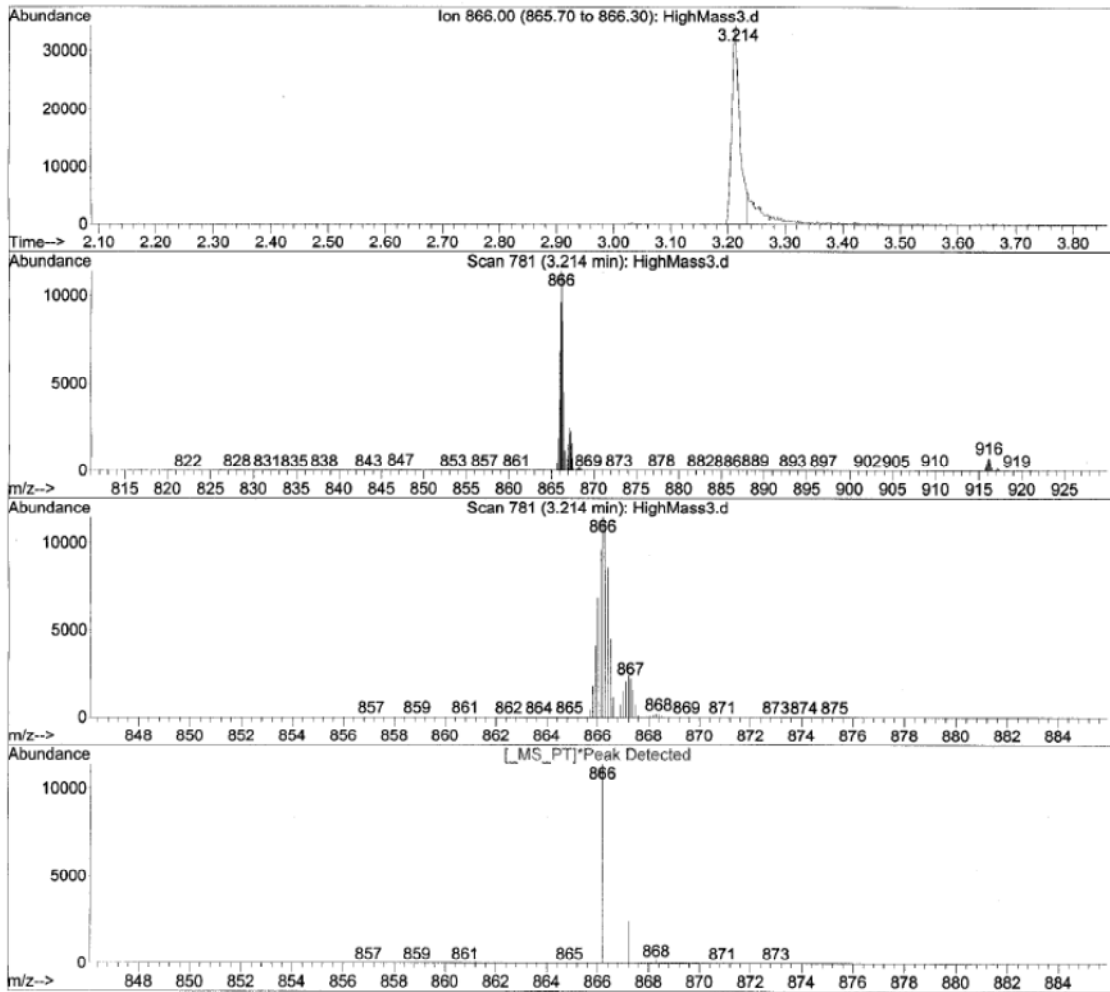
- 1 Загрузите пробу в виалу и поместите ее в позицию 2.
- 2 Выберите **High Mass Check** в меню **Checkout**.
- 3 Следуйте инструкциям с экрана.
- 4 После завершения анализа в течение 5 минут будут распечатаны результаты.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

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

Рисунок 18 Отчет об анализе больших масс PFHT

Результаты покажут рекомендуемую величину регулировки смещения АМУ для больших масс. Если ваши результаты находятся в пределах 5 единиц от целевого значения, регулировка не требуется.

Регулировка

- 1 Проверьте загрузку файла ATUNE.U
- 2 В меню управления прибором выберите **Edit Tune Parameters**.
- 3 Щелкните по **MoreParams** и выберите **DynamicRamping Params...**
 - a Выберите смещение АМУ в ниспадающем списке.
 - b Если значения на правой стороне отмечены серым тоном, то пометьте кнопку-флажок **Enable Dynamic Ramping For This Lens**.
 - c Введите рекомендуемое смещение и щелкните по **ОК**.
- 4 Щелкните по **ОК** в окне Edit Parameters. Появляется диалоговое окно Save MS Tune File.

Вы можете переписать существующий файл ATUNE.U для включения настройки больших масс или сохранить данный файл под новым именем, например ATUNEHIGH.U.

Примечание

При каждом выполнении ATUNE.U переписывается введенное смещение АМУ. Вот почему рекомендуется задать новое имя.

- 5 Загрузите PFHT.M и сохраните файл настройки, затем сохраните метод.
- 6 Повторно выполните анализ смеси (повторите проверку больших масс). Если результаты находятся в пределах 5 единиц, дальнейшая настройка не требуется.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Снятие крышек МСД

Требуемые материалы

- Отвертка, Torx T-15 (8710-1622)

Если вы собираетесь снять одну из крышек МСД, следуйте указанной ниже процедуре (Рисунок 19):

Снятие верхней крышки анализатора

Снимите пять винтов и затем снимите крышку.

Снятие оконной крышки анализатора

- 1 Нажмите на закругленную область на верхней части окна.
- 2 Снимите окно, потянув его вперед.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Не снимайте другие крышки, под которыми имеются участки высокого напряжения.

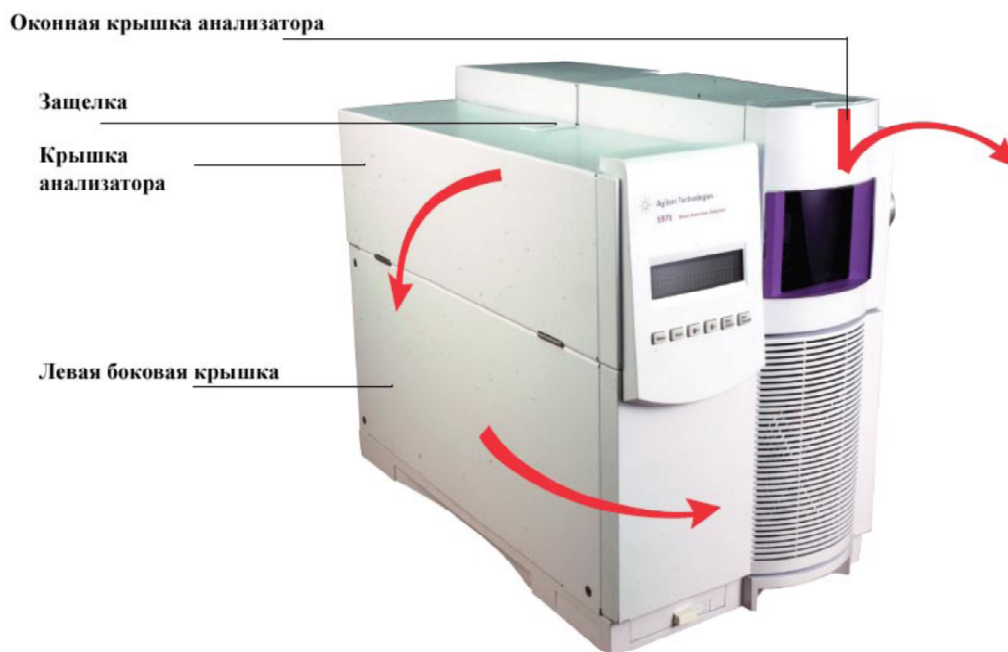


Рисунок 19 Снятие крышек

ВНИМАНИЕ

Не прикладывайте чрезмерных усилий, чтобы не сломать пластиковые ушки крепления крышки к раме.

Вентиляция МСД

Процедура



- 1 Выберите **Vent** в меню Vacuum. Следуйте инструкциям.
- 2 Установите температуру нагревателя интерфейса ГХ/МСД и печи ГХ на комнатную.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы в качестве газа-носителя используете водород, поток газа-носителя должен быть перекрыт перед отключением МСД. Если форвакуумный насос отключен, водород накапливается в МСД, и возникает риск взрыва. Прочтите раздел "**Меры предосторожности при работе с водородом**" перед запуском водорода в МСД.

ВНИМАНИЕ

Проверьте, чтобы печь ГХ и интерфейс ГХ/МСД остыли перед отключением потока газа-носителя.

- 3 При появлении сообщения отключите питание МСД.
- 4 Отсоедините кабель питания.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если МСД вентилируется, не входите в программе ChemStation в окно Instrument Control, чтобы не включился нагреватель интерфейса.

- 5 Снимите оконную крышку анализатора "страница 80".

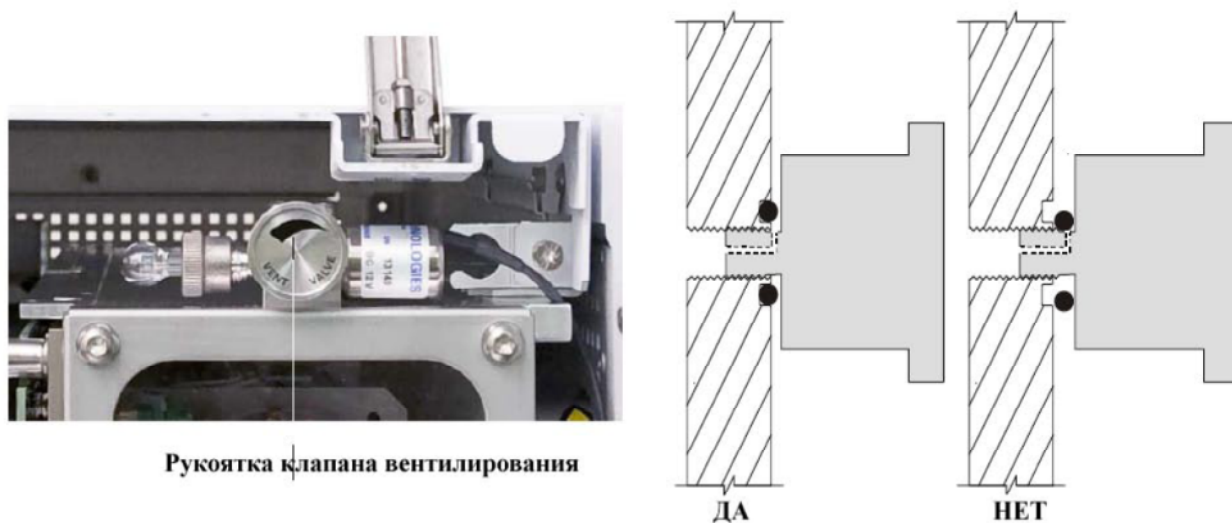


Рисунок 20 Вентилирование МСД

- 6 Поверните рукоятку клапана вентилирования (Рисунок 20) против часовой стрелки *только* на 3/4 оборота, или пока вы не услышите шипящий звук воздуха, входящего в камеру анализатора.

Не поворачивайте рукоятку слишком сильно, чтобы кольцо не выпало из своей канавки. Перед откачкой затяните рукоятку.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Всегда проверяйте, чтобы анализатор остыл до комнатной температуры, чтобы не обжечься при касании.

ВНИМАНИЕ

При работе с внутренними деталями камеры анализатора всегда надевайте чистые перчатки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если МСД вентилируется, не входите в программе ChemStation в окно Instrument Control, чтобы не включился нагреватель интерфейса.

Открытие камеры анализатора

Требуемые материалы

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

ВНИМАНИЕ

Электростатический разряд на компонентах анализатора переносится на боковую плату, где он может повредить чувствительные компоненты. Надевайте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности (см. [страницу 131](#)) перед открытием камеры анализатора.



- 1 Выполните вентилирование МСД ([страница 82](#)).
- 2 Отсоедините сигнальный кабель боковой платы и кабель питания источника от боковой платы.
- 3 Освободите винты с накатанной головкой боковой дверцы ([Рисунок 21](#)), если они затянуты.

Винты с накатанной головкой на боковой дверце не должны быть затянуты при нормальном использовании. Они затягиваются только при транспортировке. Передний винт боковой дверцы должен затягиваться, только для работы в режиме ХИ или если в качестве газа-носителя используется водород или другое воспламеняемое или токсичное вещество.

ВНИМАНИЕ

При следующем шаге, если вы чувствуете сопротивление, **остановитесь**. Не пытайтесь прикладывать усилия для открытия боковой дверцы. Проверьте, чтобы до этого МСД вентилировалось. Проверьте, чтобы передний и задний винты на боковой дверце были полностью ослаблены.

- 4 *Аккуратно* откройте боковую дверцу.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Анализатор, интерфейс ГХ/МСД и другие компоненты камеры анализатора также имеют при работе очень высокую температуру. Для предупреждения ожогов не касайтесь каких-либо деталей, если не уверены, что они остыли.

ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с камерой анализатора.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Винты с накатанной
головкой

Боковая дверца

Крышка анализатора



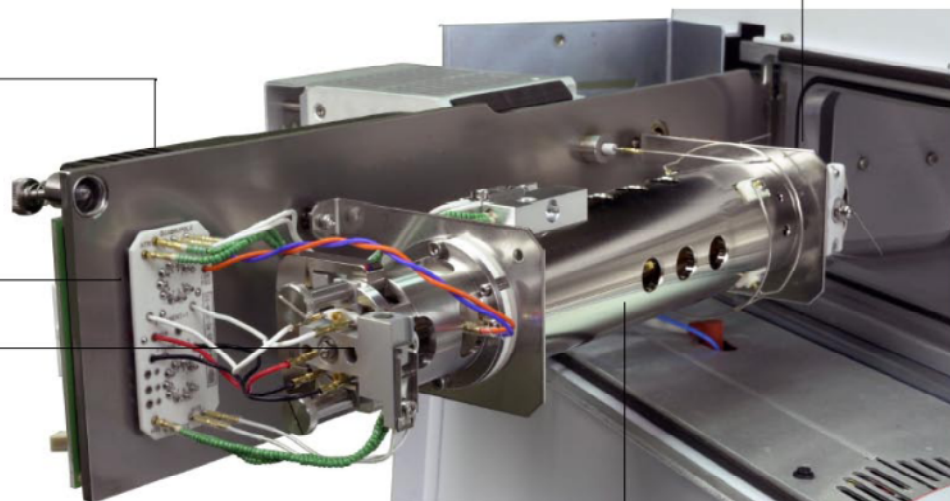
КАМЕРА ЗАКРЫТА

Детектор

Боковая дверца

Плата с
гермопереходниками

Ионный источник



КАМЕРА ОТКРЫТА

Рисунок 21 Камера анализатора

Заккрытие камеры анализатора

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)

Порядок выполнения операции

- 1 Проверьте, чтобы все внутренние провода анализатора были правильно подсоединены.

Разводка указана в [таблице 14](#) и проиллюстрирована на [рисунках 22 и 23](#). Термин "плата" в таблице относится к плате с гермопереходниками, расположенной рядом с ионным источником.

Таблица 14 Разводка анализатора

Описание провода	Прикреплен к	Подсоединен к
Зеленый с изоляцией в виде бус (2)	Нагревателю квадруполя	Плата, верхний левый (HTR)
Белый с плетеным покрытием (2)	Датчик квадруполя	Плата, верх (RTD)
Белый (2)	Плата, центр (FILAMENT-1)	Нить катода 1 (верх)
Красный (1)	Плата, центр слева (REP)	Отражатель
Черный (2)	Плата, центр (FILAMENT-2)	Нить катода 2 (внизу)
Оранжевый (1)	Плата, вверху справа (ION FOC)	Фокусирующая линза ионного источника
Синий (1)	Плата, вверху справа (ENT LENS)	Входная линза
Зеленый с изоляцией в виде бус (2)	Нагреватель ионного источника	Плата, внизу слева (HTR)
Белый (2)	Датчик ионного источника	Плата, внизу (RTD)

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

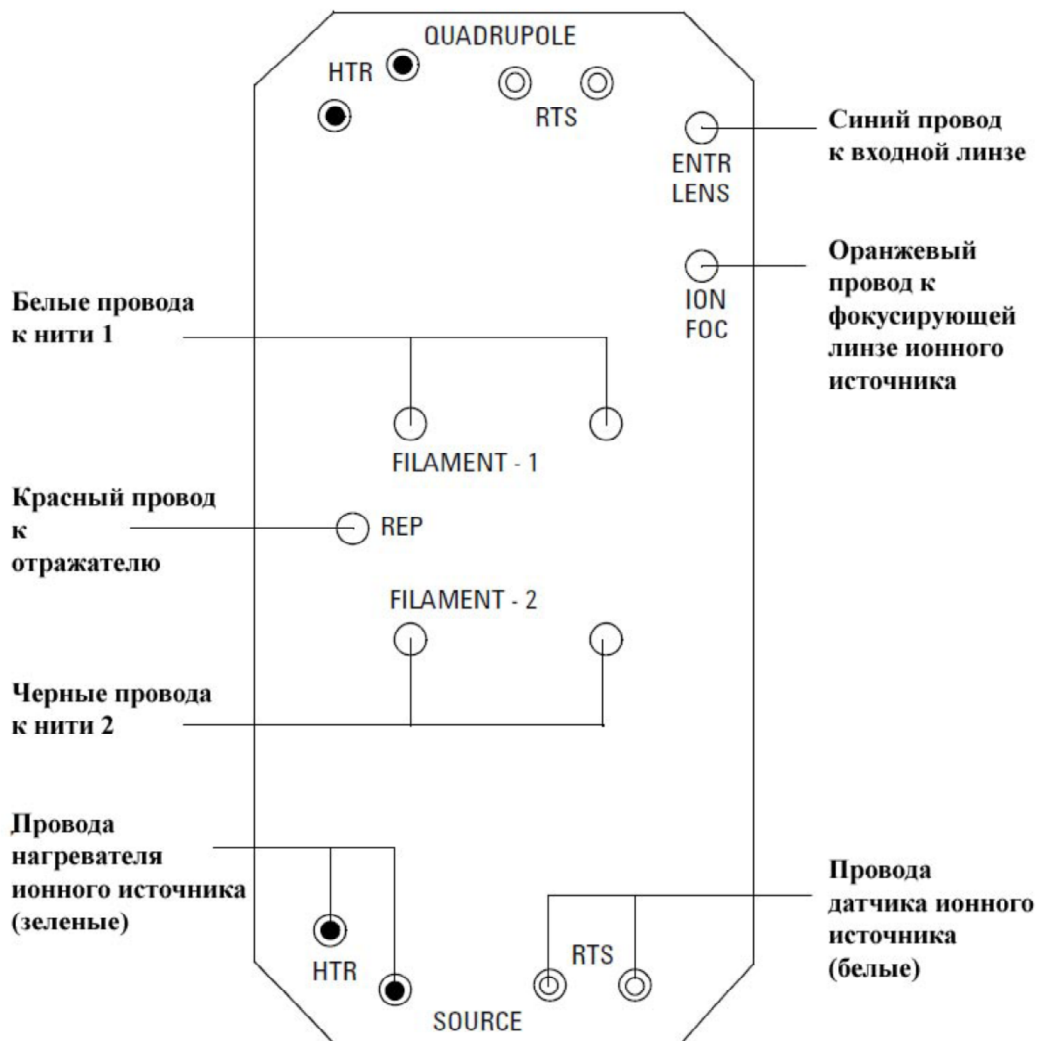


Рисунок 22 Разводка платы с гермопереходниками

ПГ = плата с гермопереходниками

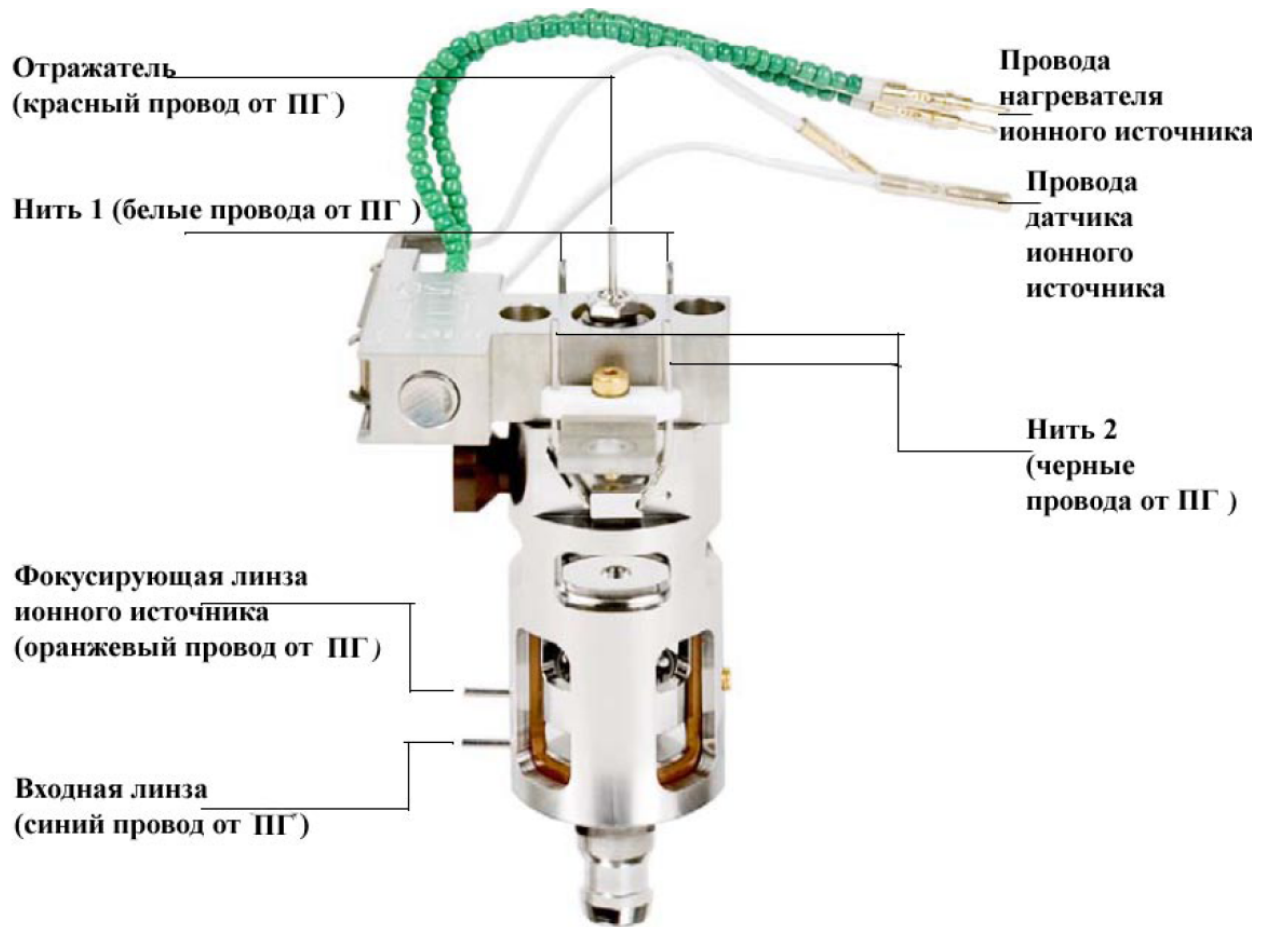


Рисунок 23 Разводка ионного источника

2 Проверьте кольцо боковой дверцы

Проверьте, чтобы на кольце был нанесен *очень* тонкий слой вакуумной смазки Arizeon L. Если кольцо очень сухое, оно может не обеспечивать хорошее уплотнение. Если кольцо выглядит блестящим, оно покрыто очень толстым слоем смазки. (см. См. справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию 5975 серии МСД для инструкций по смазке.)

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

- 3 Закройте боковую дверцу.
- 4 Подсоедините сигнальный кабель и кабель питания к боковой плате.
- 5 Проверьте, чтобы вентиляционный клапан был закрыт.
- 6 Откачайте МСД ("[страница 91](#)").
- 7 Если вы работаете в режиме ХИ или если в качестве газа-носителя используется водород или другое токсичное или воспламеняемое вещество, *аккуратно* затяните рукой передний винт с накатанной головкой на боковой дверце.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы используете режим ХИ или если в качестве газа-носителя используется водород (или другой опасный газ), передний винт должен быть затянут. В случае взрыва (маловероятного) он может предотвратить открытие боковой дверцы.

ВНИМАНИЕ

Не перетягивайте винты; это может вызвать разгерметизацию или помешать успешному выполнению откачки. Для затяжки винта не используйте отвертку.

- 8 После откачки МСД установите крышку анализатора.

Откачка МСД

Для выполнения этой задачи вы можете также использовать ЛПУ. Смотрите "[Управление МСД с ЛПУ](#)".

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Проверьте, чтобы были выполнены все условия, перечисленные в введении к данной главе ([страница 58](#)), перед запуском откачки МСД. Несоблюдение указанных условий может привести к травме оператора.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы используете в качестве газа-носителя водород, не запускайте поток газа-носителя, пока не откачаете МСД. Если вакуумные насосы отключены, водород накапливается в МСД, и возникает риск взрыва. Прочтите раздел "[Меры предосторожности при работе с водородом](#)" перед запуском водорода в МСД.

Процедура



- 1 Закройте вентиляционный клапан.
- 2 Подсоедините кабель питания к сети.
- 3 В меню **View** программы ChemStation выберите **Tune and Vacuum Control**. В меню **Vacuum** выберите **Pump Down**.
- 4 При появлении сообщения на экране включите прибор.
- 5 Слегка нажмите на боковую дверцу для проверки герметизации. Нажмите на металлический бокс на боковой дверце.

Форвакуумный насос издаст булькающий звук. Этот шум прекратится через минуту. Если шум не прекратится, в вашей системе имеется *серьезная* разгерметизация, возможно в уплотнении боковой дверцы, гайки колонки или в вентиляционном клапане.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

- 6 После установления связи с ПК щелкните по **ОК**.

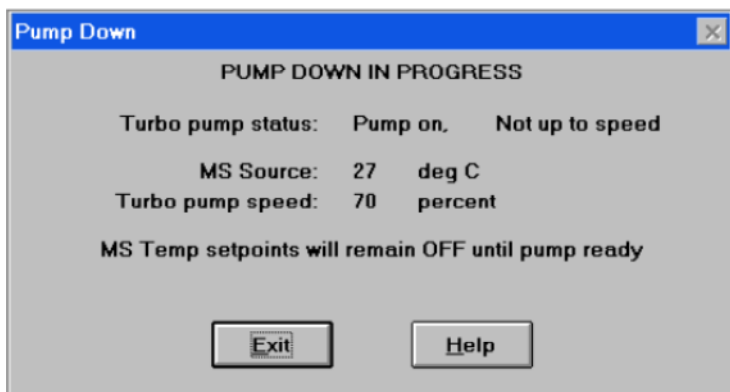


Рисунок 24 Откачка

ВНИМАНИЕ

Через 10...15 минут диффузионный насос должен нагреться или скорость турбонасоса должна дойти до 80% (Рисунок 24). В конечном счете скорость насоса должна достичь 95%. Если этого не происходит, электроника МСД выключает форвакуумный насос. Для того, чтобы выйти из этого состояния, вы должны вмешаться в цикл работы МСД. Если МСД не откачивает систему корректно, см. справочное руководство или оперативную справку по устранению ошибок при достижении вакуума.

- 7 При появлении сообщения включите нагреватель интерфейса ГХ/МСД и печи ГХ. Затем щелкните по **ОК**.

Программа включит нагреватели ионного источника и фильтра масс (квадруполя). Установочные значения температуры хранятся в файле автонастройки (*.u).

ВНИМАНИЕ

Не включайте нагреваемые зоны ГХ, пока не будет запущен поток газа-носителя. Нагрев колонки без потока газа-носителя приводит к ее повреждению.

- 8 После появления сообщения **Okay to run** подождите 2 часа до достижения МСД температурного равновесия. Данные, собранные до достижения равновесия, могут не быть воспроизводимыми.

Транспортировка или хранение прибора

Требуемые материалы

- Ферула-заглушка. (5181-3308)
- Интерфейсная гайка колонки (05988-20066)
- Гаечный ключ на 1/4 дюйма и 5/16 дюймов (8710-0510)

Порядок выполнения операции

- 1 Выполните вентилирование прибора. ([страница 82](#)).
- 2 Снимите колонку и установите ферулу-заглушку и интерфейсную гайку.
- 3 Закройте вентиляционный клапан.
- 4 Переместите МСД от ГХ (см. Руководство по устранению ошибок и неисправностей для прибора 5975 серии МСД).
- 5 Отсоедините кабель нагревателя интерфейса ГХ/МСД от ГХ.
- 6 Установите интерфейсную гайку с ферулой-заглушкой.
- 7 Снимите верхнюю крышку анализатора ([страница 80](#)).
- 8 Затяните рукой винты с накатанной головкой на боковой дверце ([Рисунок 25](#)).

ВНИМАНИЕ

Не перетягивайте винты с накатанной головкой; это может повредить резьбу камеры анализатора. Это также может привести к деформации боковой дверцы и вызвать впоследствии приток воздуха.

- 9 Подсоедините кабель питания МСД.
- 10 Включите прибор для достижения грубого вакуума. Проверьте, чтобы скорость турбонасоса была более 50%, или чтобы давление в форвакуумной линии было равно примерно 1 торр.
- 11 Выключите прибор.
- 12 Установите крышку анализатора.
- 13 Отсоедините LAN, кабели дистанционного управления и питания.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Передний винт с накаткой

Задний винт с накаткой



Рисунок 25 Винты с накатанной головкой боковой дверцы

Теперь МСД готов к хранению или транспортировке. Форвакуумный насос нельзя отсоединить; он должен транспортироваться вместе с МСД. Проверьте, чтобы МСД оставался в вертикальном положении и не переворачивался на бок или вверх дном.

ВНИМАНИЕ

МСД должен все время оставаться в вертикальном положении. Если требуется транспортировка вашего МСД в другое место, обратитесь к представителю компании Agilent Technologies по поводу советов и рекомендаций по упаковке и перевозке.

Установка температуры интерфейса с ГХ

При желании температуру интерфейса можно установить непосредственно с ГХ. Для Agilent 7890A и 6890 установите температуру Aux #2. Для 6850 используйте опциональный ручной контроллер для установки температуры интерфейса. Смотрите документацию по ГХ.

ВНИМАНИЕ

Не превышайте максимальную температуру для колонки.

ВНИМАНИЕ

Проверьте, чтобы поток газа-носителя был отключен, а колонка очищена воздухом перед нагревом интерфейса ГХ/МСД или печи ГХ.

Если вы хотите установить новое значение как часть метода, щелкните по **Save** в меню метода. В противном случае при первой загрузке метода все установочные значения метода будут переписаны теми, что заданы с клавиатуры ГХ.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)



4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

- Общие указания [98](#)
- Интерфейс ХИ ГХ/МС [98](#)
- Работа в режиме ХИ МС [100](#)
- Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ [101](#)
- Откачка ХИ МСД [102](#)
- Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ [103](#)
- Управление модулем контроля потока газа-реагента [105](#)
- Установка потока метана как газа-реагента [108](#)
- Использование других газов-реагентов [110](#)
- Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ [114](#)
- Автоматическая настройка ХИ [115](#)
- Выполнение автонастройки в режиме ПХИ (только для метана) [117](#)
- Выполнение автонастройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента) [120](#)
- Проверка характеристик в режиме ПХИ [122](#)
- Проверка характеристик в режиме ОХИ [123](#)
- Мониторинг давления высокого вакуума [124](#)

В этой главе даются инструкции для работы 5975 серии МСД в режиме химической ионизации (ХИ). Большая часть информации предыдущей главы также пригодна как справочная.

Большая часть материала относится к химической ионизации с применением метана, но в одном из разделов описывается использование других газов-реагентов.

Программное обеспечение содержит инструкции для установки потока газа-реагента и выполнения автоматической настройки ХИ. Процедуры автоматической настройки приводятся для положительной ХИ (ПХИ) с метаном в качестве газа-реагента и для отрицательной химической ионизации (ОХИ) с любым газом-реагентом.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Общие указания

- Используйте метан только высокой чистоты (и другие газы-реагенты, если применяются). Метан должен иметь чистоту не менее 99.9995%.
- Всегда проверяйте работу МС в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите "[Проверка характеристик системы](#)".
- Проверьте, чтобы ионный источник ХИ и уплотнение для герметизации края интерфейса ГХ/МС были установлены.
- Проверьте, чтобы линия подачи газа-реагента не допускала проникновения воздуха. Это определяется в режиме ПХИ проверкой для m/z 32 после предварительной настройки подачи метана.

Интерфейс ХИ ГХ/МС

Интерфейс ХИ ГХ/МС (Рисунок 26) представляет собой нагреваемый канал, ведущий в МСД от капиллярной колонки. Интерфейс навинчивается на правую сторону камеры анализатора и имеет уплотнительное кольцо. Также имеется защитная крышка, которая должна быть оставлена на месте.

Один конец интерфейса проходит через боковую сторону газового хроматографа и входит в печь ГХ. Этот конец имеет резьбу, чтобы обеспечить подсоединение колонки с гайкой и ферулой. Другой конец интерфейса соединяется с ионным источником. Последние 1...2 мм капиллярной колонки выступают над краем направляющей трубки и входят в ионизационную камеру.

Газ-реагент подается в интерфейс. Край блока интерфейса выступает в ионизационную камеру. Подпружиненное уплотнение предупреждает вытекание газа-реагента наружу. Газ-реагент входит в корпус интерфейса и смешивается с газом-носителем и пробой в ионном источнике.

Интерфейс ГХ/МС нагревается патронным электрическим нагревательным элементом. Обычно элемент получает электропитание и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 газового хроматографа. Для 6850 серии ГХ нагреватель подсоединен к вспомогательной температурной зоне. Температура интерфейса может устанавливаться с ChemStation или с газового хроматографа. Датчик (термопара) в интерфейсе используется для слежения за температурой.

Этот интерфейс может также использоваться для работы в режиме ЭУ в ХИ МСД.

Интерфейс должен работать в диапазоне 250...350°C. Вследствие этого ограничения температура интерфейса должна быть чуть выше максимальной температуры печи ГХ, но *никогда* не выше максимальной температуры колонки.

Смотрите также

["Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС"](#)

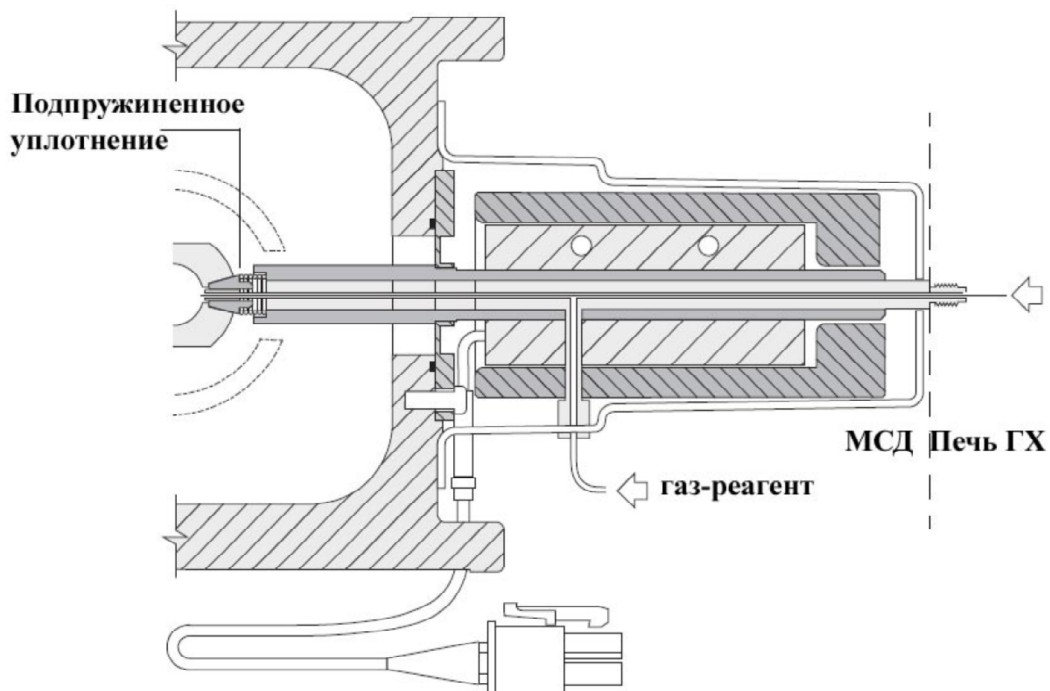
ВНИМАНИЕ

Не превышайте максимальную температуру колонки ни в интерфейсе ГХ/МС, ни в печи ГХ, ни в инжекторе.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Интерфейс ГХ/МСД работает при высокой температуре. Не дотрагивайтесь до него, чтобы не обжечься.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)



Колонка выступает на 1...2 мм в ионизационную камеру.

Рисунок 26 Интерфейс ХИ ГХ/МСД

Работа в режиме ХИ МС

Управление вашего МСД в режиме ХИ чуть более сложное, чем в режиме ЭУ. После настройки может потребоваться оптимизировать поток газа, температуру источника (Таблица 15) и энергию электрона для вашего конкретного анализируемого вещества.

Таблица 15 Температура для режима ХИ

	Ионный источник	Квадруполь	Интерфейс ГХ/МСД
ПХИ	250°C	150°C	280°C
ОХИ	150°C	150°C	280°C

Запуск системы в режиме ПХИ

После запуска системы в режиме ПХИ рекомендуется выполнить следующее:

- Установить МСД для работы с метаном, даже если вы собираетесь использовать другой газ-реагент.
- Проверить уплотнение для герметизации края интерфейса по отношению m/z 28 к 27 (на панели регулировки потока метана).
- Проверить систему на проникновение воздуха извне мониторингом ионов у m/z 19 (протонированная вода) и 32.
- Проверьте, чтобы МС генерировал "реальные" ионы, а не фоновый шум.

Выполнить диагностику системы в режиме ОХИ почти невозможно. В режиме ОХИ нет ионов газа-реагента, которые можно было бы отслеживать. Также трудно диагностировать приток воздуха и оценить качество герметизации интерфейса.

Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ**ВНИМАНИЕ**

Всегда проверяйте работу МСД в режиме ЭУ перед переключением на режим ХИ.
Сначала необходимо установить ХИ МСД в режим ПХИ, даже если вы собираетесь выполнять анализ в режиме ОХИ.

Порядок выполнения операции

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

- 1 Выполните вентилирование МСД. Смотрите [страницу 82](#).
- 2 Откройте анализатор.
- 3 Снимите ионный источник ЭУ. Смотрите [страницу 134](#).

ВНИМАНИЕ

Электростатический разряд на компонентах анализатора переносится на боковую плату, где он может повредить чувствительные компоненты. Надевайте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности перед открытием камеры анализатора. См. "[Электростатический разряд опасен для электронных плат МС](#)" выше.

- 4 Установите ионный источник ХИ. Смотрите [страницу 142](#).
- 5 Установите уплотнение для герметизации края интерфейса. Смотрите [страницу 143](#).
- 6 Закройте анализатор.
- 7 Откачайте МСД. Смотрите [страницу 103](#).

Откачка ХИ МСД

Для выполнения данной задачи можно также использовать ЛПУ. Смотрите "[Управление МСД с ЛПУ](#)".

Порядок выполнения операции

- 1 Выполните инструкции по откачке МСД в режиме ЭУ. Смотрите "[Откачка МСД](#)". После того, как программа предложит вам включить нагреватель интерфейса и печь ГХ, выполните следующие шаги.
- 2 Проверьте по вакуумметру, если установлен, чтобы давление падало.
- 3 Нажмите на **Shutoff Valve** для закрытия потока газа и запорных клапанов.

- 4 Проверьте, чтобы был загружен файл **PCICH4.U** с заданными значениями температуры. Всегда перед переключением в режим ОХИ проверяйте работу системы в режиме ПХИ.
- 5 Установите температуру интерфейса ГХ/МСД на 280°C.
- 6 Установите **Gas A** на 20%.
- 7 Дайте системе прокалиться и прочиститься в течение 2 часов (минимум). Если вы будете работать в режиме ОХИ, для лучшей чувствительности прокалите систему в течение ночи.

Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ

Порядок выполнения операции

- 1 Переключитесь на окно настройки и управления вакуумом.
- 2 В меню File выберите **Load Tune Values**.
- 3 Выберите файл настройки **PCICH4.U**.
- 4 Если с этим файлом настройки процедура автонастройки ХИ еще не выполнялась, программа предложит вам пройти через ряд диалоговых окон. *Принимайте предлагаемые по умолчанию значения, если у вас нет особых причин для их изменения.*

Значения автонастройки существенно влияют на характеристики МСД. При первой настройке ХИ всегда начинайте со значений, принимаемых по умолчанию, а затем

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

можете изменять их в соответствии с вашими требованиями. Величины, принимаемые по умолчанию для предельных значений настройки, приводятся в [таблице 16](#).

Примечание

Эти пределы используются только процедурой автонастройки. Их *не* следует путать с параметрами, задаваемыми в Edit MS Parameters, или со значениями, выводимыми в отчете о настройке.

Таблица 16 Пределы контроля, принимаемые по умолчанию и используемые только при автонастройке в режиме ХИ

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак	
	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Ионная полярность	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Целевая амплитуда	1x10 ⁶	1x10 ⁶	Не определено	1x10 ⁶	Не определено	1x10 ⁶
Целевая ширина пика	0.6	0.6	Не определено	0.6	Не определено	0.6
Максимальный отражатель	4	4	Не определено	4	Не определено	4
Максимальный эмиссионный ток, мкА	240	50	Не определено	50	Не определено	50
Максимальная энергия электрона, эВ	240	240	Не определено	240	Не определено	240

Примечания к таблице 16:

- **Не определено.** В режиме ПХИ ионы ПФДТД формируются только с метаном, следовательно, процедура автоматической настройки с другими конфигурациями не используется.
- **Ионная полярность.** Сначала устанавливайте режим ПХИ с метаном, затем переключайтесь на требуемую ионную полярность и газ-реагент.
- **Целевая амплитуда.** Отрегулируйте вверх или вниз для получения требуемой амплитуды сигнала. Более высокая амплитуда сигнал дает и больший шум. Регулировка выполняется для сбора данных установкой НЭУ.
- **Целевая ширина пика.** Более высокое значение ширины пика дает большую чувствительность, менее высокое – лучшее разрешение.
- **Максимальный эмиссионный ток.** Оптимальный максимум эмиссионного тока для ОХИ является очень специфичным параметром и должен определяться эмпирически для каждого вещества. Оптимальный максимум эмиссионного тока для пестицидов, например, может составлять примерно 200 мкА.

Управление модулем контроля потока газа-реагента

Поток газа-реагента контролируется программно (Рисунок 27).

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

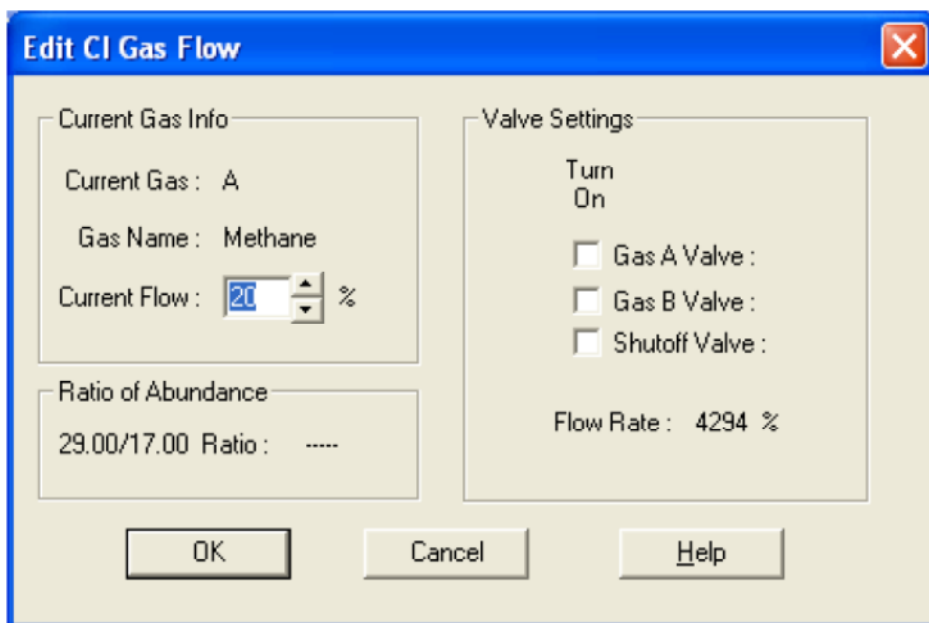


Рисунок 27 Контроль потока газа в режиме ХИ

Параметр Valve Settings имеет следующие функции:

Gas A (или B) Valve Текущий поток газа, если присутствует, отключается. Система откачивает газовые линии в течение 6 минут, затем включает подачу выбранного газа (A или B). Используется для уменьшения перекрестного смешивания газов в линиях.

Shutoff Valve При выборе этого параметра система отключает присутствующий поток газа, оставляя запорный клапан (Рисунок 28) открытым. Это действие позволяет удалить остаточный газ в линиях. Типовое время эвакуации составляет 6 минут, после этого запорный клапан закрывается.

Система управления потоком запоминает установки потока для каждого газа. При выборе любого из газов плата управления автоматически устанавливает тот поток, который использовался для этого газа в последний раз.

Модуль контроля потока

Модуль контроля потока газа-реагента ХИ (Рисунок 28 и Таблица 17) регулирует поток газа-реагента в интерфейс ХИ ГХ/МСД. Модуль состоит из контроллера массового

расхода (КМР), клапанов выбора газа, калибровочного клапана ХИ, запорного клапана, управляющих электронных блоков и трубопровода.

На задней панели находятся входные фитинги Swaglok для метана (CH₄) и одного из ДРУГИХ газов-реагентов. Программное обеспечение обозначает их как **Gas A** и **Gas B**, соответственно. Если вы не используете второй газ-реагент, закройте заглушкой фитинг **OTHER** для предупреждения случайного попадания воздуха в анализатор. Подача газа-реагента происходит под давлением 25...30 пси (170...205 кПа).

Запорный клапан предупреждает загрязнение модуля контроля потока атмосферным воздухом, когда выполняется вентилирование МСД, или загрязнение ПФТБА во время работы в режиме ЭУ. Мониторы МСД показывают **On** как **1** и **Off** как **0** (см. [Таблицу 17](#)).

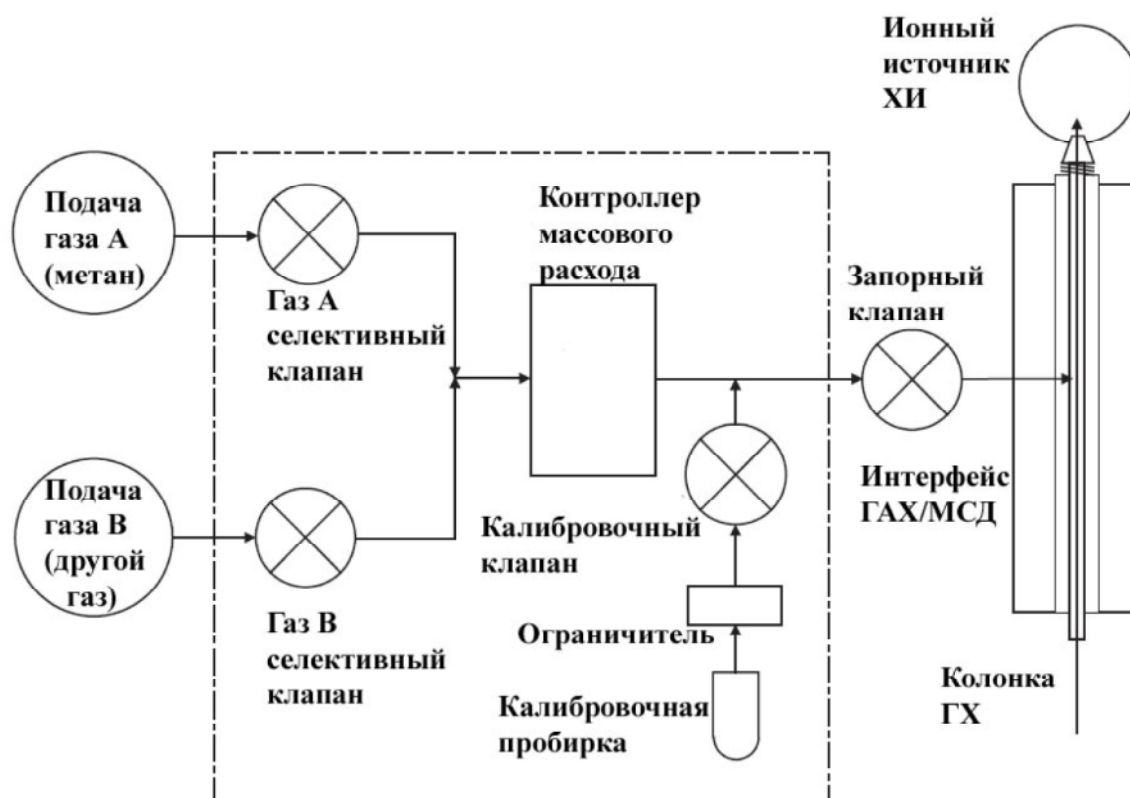


Рисунок 28 Схема модуля контроля потока газа-реагента

Таблица 17 Диаграмма состояния модуля контроля потока

Результат	Поток газа А	Поток газа В	Очистка с газом А	Очистка с газом В	Откачка с модулем потока	Ожидание, вентилирование или режим ЭУ
-----------	--------------	--------------	-------------------	-------------------	--------------------------	---------------------------------------

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Газ А	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт	Закрыт
Газ В	Закрыт	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт
КМР	Включение - > установочное значение	Включение - > установочное значение	Включение -> 100%	Включение -> 100%	Включение -> 100%	Выключение -> 0%
Запорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт

Состояния **Open (открыт)** и **Closed (закрыт)** показываются на мониторах как **1** и **0**, соответственно.

Установка потока метана как газа-реагента

Для получения максимальной стабильности поток газа-реагента должен быть отрегулирован перед настройкой системы ХИ. Выполните **начальную** настройку с метаном в режиме ПХИ. Для режима ОХИ процедура регулировки потока недоступна, так как при ОХИ не образуются ионы с калибровочным веществом.

Регулирование потока метана в качестве газа-реагента происходит в три этапа: установка контроля потока, предварительная настройка ионов газа-реагента и регулировка потока на стабильное отношение ионов, для метана, m/z 28/27.

Система обработки данных выводит указания по прохождению процедуры настройки потока.

ВНИМАНИЕ

После переключения системы из режима ЭУ в режим ХИ или при выполнении вентилирования МСД следует прокалить в течение не менее 2 часов перед выполнением настройки.

Порядок выполнения операции

- 1 Выберите **Gas A**. Следуйте инструкциям и указаниям мастера настройки.
- 2 Установите поток 20% для ПХИ/ОХИ МСД.
- 3 Проверьте по вакуумметру давление. Смотрите [страницу 124](#).
- 4 Установите в меню настройки **Methane Pretune**. Эта функция настраивает прибор на оптимальный мониторинг отношения ионов метана m/z 28/27.
- 5 Осмотрите выведенный скан ионов реагента ([Рисунок 29](#)).
 - Проверьте, чтобы не было видимого пика у m/z 32. Такой пик является индикацией притоком воздуха извне. Если он присутствует, найдите и устраните его перед продолжением процедуры. Работа в режиме ХИ с притоком воздуха быстро загрязняет ионный источник.
 - Проверьте, чтобы пик у m/z 19 (протонированная вода) составлял менее 50% от пика у m/z 17.
- 6 Выполните регулировку потока метана.

ВНИМАНИЕ

Продолжение автонастройки ХИ, если МСД показывает приток воздуха или большое количество воды, приводит к **серьезному** загрязнению ионного источника. Если это происходит, вам требуется выполнить **вентилирование МСД и очистить ионный источник**.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

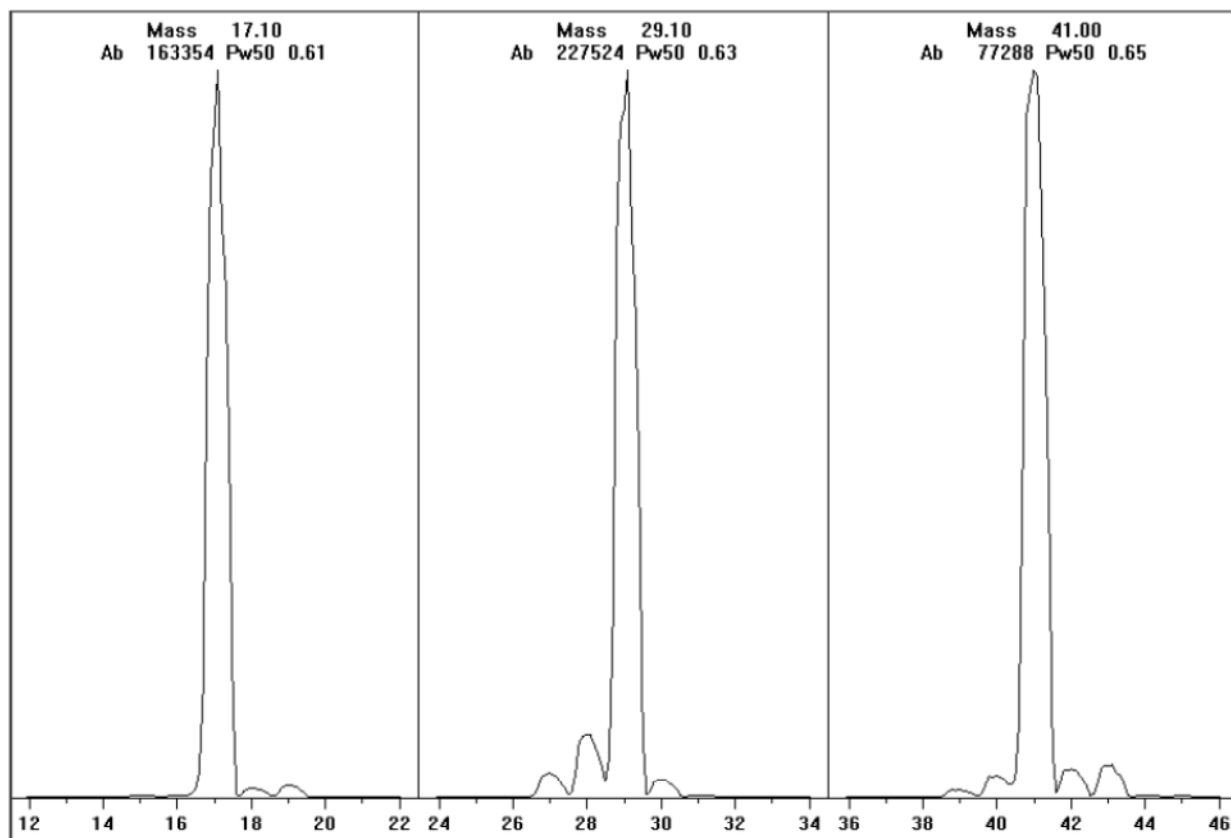


Рисунок 29 Сканы ионов реагента

Предварительная настройка с метаном после прокаливания продолжительностью более одного дня

Отметьте малую амплитуду для m/z 19 и отсутствие видимого пика у m/z 32. Ваш МСД, вероятно, будет сначала показывать большее количество воды, но амплитуда для m/z 19 должна быть меньше 50% от амплитуды для m/z 17.

Использование других газов-реагентов

В этом разделе описывается использование в качестве газов-реагентов изобутана или аммиака. Вы должны быть знакомы с работой 5975 серии МСД в режиме ХИ с метаном в качестве газа-реагента перед тем, как использовать в качестве газа-реагента другие газы.

ВНИМАНИЕ

Не используйте в качестве газа-реагента закись азота, которая существенно сокращает срок службы нити накала.

Смена газа-реагента с метана на изобутан или аммиак изменяет химию ионизационного процесса и приводит к образованию других ионов. Принципиальные химические реакции ионизации, происходящие в этом режиме работы, описываются в [Приложении А](#) "Теория химической ионизации". Если вы не знакомы с химической ионизацией, мы рекомендуем предварительно ознакомиться с этим приложением.

ВНИМАНИЕ

Не все операции установки могут быть выполнены на всех моделях со всеми газами-реагентами. См. [Таблицу 18](#).

Таблица 18 Газы реагенты

Газ-реагент/режим	Масса иона реагента	ПФДТД Ионы калибровки	Ионы регулировки потока: отношение ЭУ/ПХИ/ОХИ МСД Производительный
-------------------	---------------------	--------------------------	---

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

			турбонасос Рекомендуемый поток: 20% ПХИ 40% ОХИ
Метан/ПХИ	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
Метан/ОХИ	17, 35, 235 [†]	185, 351, 449	Не определено
Изобутан/ПХИ	39, 43, 57	Не определено	57/43: 5.0 – 30.0
Изобутан/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 449	Не определено
Аммиак/ПХИ	18, 35, 52	Не определено	35/18: 0.1-1.0
Аммиак/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 517	Не определено

* Ионы ПФДТД не формируются ни с одним газом-реагентом кроме метана. Выполните настройку с метаном и используйте те же параметры с другим газом.

[†] **Отрицательные** ионы с газом-реагентом не образуются. Для выполнения настройки в режиме отрицательной ионизации используйте фоновые ионы: 17 (ОН-), 35 (СI-) и 235 (ReO3-). Эти ионы не могут использоваться для настройки потока газа-реагента. Установите поток на 40% для NCl и настройте его при необходимости для получения приемлемых результатов для вашей системы.

ХИ с изобутаном

Изобутан (C₄H₁₀) часто используется для химической ионизации при потребности в меньшей дефрагментации спектра химической ионизации. Это определяется тем, что протонное сродство изобутана выше, чем сродство метана; следовательно, при реакции ионизации переносится меньше энергии.

Добавление и перенос протонов – те ионизационные механизмы, которые наиболее часто связаны с метаном. Сама проба определяет то, какой из механизмов преобладает.

ХИ с аммиаком

Аммиак (NH₃) обычно используется для химической ионизации, когда требуется меньшая фрагментация спектра химической ионизации. Это определяется тем, что протонное

сродство аммиака выше, чем у метана; следовательно, при ионизационной реакции переносится меньше энергии.

Поскольку многие соединения имеют недостаточное протонное сродство, ионизационные спектры аммиака часто формируются в результате добавления NH_4^+ и затем, в некоторых случаях, последующей потери воды. Ионные спектры аммиака имеют принципиальные ионы у m/z 18, 35 и 52, соответствующие NH_4^+ , $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$ и $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$.

Для настройки вашего МСД для химической ионизации с изобутаном или аммиаком используйте следующую процедуру:

Процедура

- 1 В окне настройки и контроля вакуума выполните стандартную настройку для ПХИ с метаном и ПФДТД.
- 2 В меню настройки щелкните по **CI Tune Wizard** и, при появлении запроса, выберите **Isobutane** или **Ammonia**. Меню при этом изменится для работы с выбранным газом и выбора соответствующих параметров настройки, принимаемых по умолчанию.
- 3 Выберите **Gas B**. Следуйте инструкциям мастера настройки с экрана и установите поток газа на 20%.
Если вы используете существующий файл настройки, сохраните его под новым именем, если не хотите переписать текущие значения. Примите температуру, задаваемую по умолчанию, и другие установки.
- 4 Щелкните по **Isobutane** (или **Ammonia**) **Flow Adjust** в меню настройки.
Для изобутана или аммиака в режиме ПХИ процедура автонатстройки ХИ отсутствует. Если вы хотите выполнить ОХИ с изобутаном или аммиаком, загрузите **NCICH4.U** или существующий файл настройки ОХИ для заданного газа.

Примечание Прочитайте следующий документ: "Применение аммиака в качестве газа-реагента для химической ионизации в приборах Agilent 5975 серии МСД (5989-5170EN).

ВНИМАНИЕ

Применение аммиака влияет на требования к техобслуживанию МСД. См. "Техобслуживание в режиме ХИ".

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

ВНИМАНИЕ

Давление источника подачи аммиака должно быть меньше 5 пси. Более высокое давление может привести к конденсации аммиака и переходу его из газообразного состояния в жидкое.

Всегда держите резервуар с аммиаком в вертикальном положении, ниже уровня модуля потока. Сверните трубку подачи аммиака в несколько вертикальных петель, обернув трубку вокруг банки или бутылки. Эта мера предупредит вытекание возможного жидкого аммиака из модуля потока.

Аммиак может приводить к деградации уплотнений и масла вакуумных насосов. ХИ с аммиаком требует более частого техобслуживания. (См. справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию 5975 серии МСД.)

ВНИМАНИЕ

При использовании аммиака в течение 5 или более часов в день, должна быть выполнена регулировка газового балласта форвакуумного насоса (насос прочищен воздухом) в течение не менее 1 часа в день для минимизации повреждения уплотнений насоса. Всегда очищайте МС метаном после использования аммиака.

Очень часто в качестве газа-реагента для ХИ используется смесь 5% аммиака и 95% гелия или 5% аммиака и 95% метана. Этой концентрации аммиака достаточно для получения хорошей химической ионизации при минимизации негативных эффектов

ХИ с диоксидом углерода

Диоксид углерода часто используется как газ-реагент при ХИ. Он имеет очевидные преимущества в виде доступности и безопасности.

Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ

Процедура

- 1 В окне настройки и контроля вакуума запустите процедуру вентилирования МСД. Смотрите [страницу 82](#). Программа предложит вам выполнить соответствующие действия.
- 2 Откройте анализатор.
- 3 Снимите уплотнение герметизации края интерфейса ХИ. Смотрите [страницу 143](#).
- 4 Снимите ионный источник ХИ. Смотрите [страницу 142](#).
- 5 Установите ионный источник ЭУ. Смотрите [страницу 136](#).
- 6 Положите ионный источник ХИ и уплотнение для герметизации края интерфейса в ящик для хранения.
- 7 Откачайте МСД. Смотрите [страницу 91](#).
- 8 Загрузите файл настройки ЭУ.

ВНИМАНИЕ

При работе с внутренними деталями камеры анализатора всегда надевайте чистые перчатки.

ВНИМАНИЕ

Электростатический разряд на компонентах анализатора переносится на боковую плату, где он может повредить чувствительные компоненты. Надевайте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности (см. [страницу 131](#)) **перед** открытием камеры анализатора.

Автоматическая настройка ХИ

После установки потока газа-реагента должны быть настроены оптика и электроника МС (Таблица 19). В качестве калибровочного вещества используется перфторо-5,8-диметил-

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо заполнения всей вакуумной камеры ПФДТД вводится непосредственно в ионизационную камеру через интерфейс ГХ/МСД посредством модуля управления потоком газа.

ВНИМАНИЕ

После смены источника от ЭУ к ХИ или вентилирования по другой причине МСД должен прочищаться и отжигаться в течение не менее 2 часов перед настройкой. Более длительный отжиг рекомендуется перед анализом проб, требующих оптимальной чувствительности.

Процедура автонастройки в режиме ПХИ используется только для метана, поскольку другие газы в положительном режиме не образуют ионов ПФДТД. Ионы ПФДТД визуально видимы в режиме ОХИ для любого другого газа-реагента. Независимо от того, какой газ-реагент вы собираетесь использовать в вашем анализе, сначала выполните настройку с метаном в режиме ПХИ.

Критериев успешного выполнения настройки не существует. Если автонастройка ХИ завершена, она считается успешно выполненной.

Напряжение электронного умножителя (НЭУ) на уровне 2600В или выше указывает на наличие проблем. Если ваш метод требует установки НЭУ на уровне +400, вы можете не получить достаточной чувствительности при сборе данных.

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите [страницу 76](#). Если вы собираетесь работать в режиме ОХИ, вначале настройте МСД в режиме ПХИ.

Таблица 19 Настройки газов-реагентов

Параметр	Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	
Ионная полярность	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Не определено

Эмиссия	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	на 35 мкА
Энергия электрона	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	70 эВ
Нить	1	1	1	1	1	1	1 или 2
Отражатель	3В	3В	3В	3В	3В	3В	30В
Ионный фокус	130В	130В	130В	130В	130В	130В	90В
Смещение входной линзы	20В	20В	20В	20В	20В	20В	25В
Напряжение ЭУ	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Запорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Выбор газа	А	А	В	В	В	В	Нет
Предлагаем ый поток	20%	40%	20%	40%	20%	40%	Не определен
Температура источника	250°C	150°C	250°C	150°C	250°C	150°C	230°C
Температура квадруполья	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
Температура интерфейса	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C
Автонастрой ка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да

Выполнение автонастройки в режиме ПХИ (только для метана)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите [страницу 76](#). Если вы собираетесь работать в режиме ОХИ, вначале настройте МСД в режиме ПХИ.

Процедура

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

- 1 Сначала проверьте, чтобы МСД работал корректно в режиме ЭУ. Смотрите [страницу 76](#).
- 2 Загрузите файл настройки **PCICH4.U** (или существующий файл настройки для используемого газа-реагента).
Если вы используете существующий файл, сохраните его под новым именем, если не хотите переписать существующие значения.
- 3 Примите значения, используемые по умолчанию.
- 4 Выполните настройку с метаном. Смотрите [страницу 109](#).
- 5 В меню настройки щелкните по **CI Autotune**.

ВНИМАНИЕ

Не выполняйте настройку чаще, чем необходимо, чтобы минимизировать фоновый шум от ПФДТД и не загрязнять ионный источник.

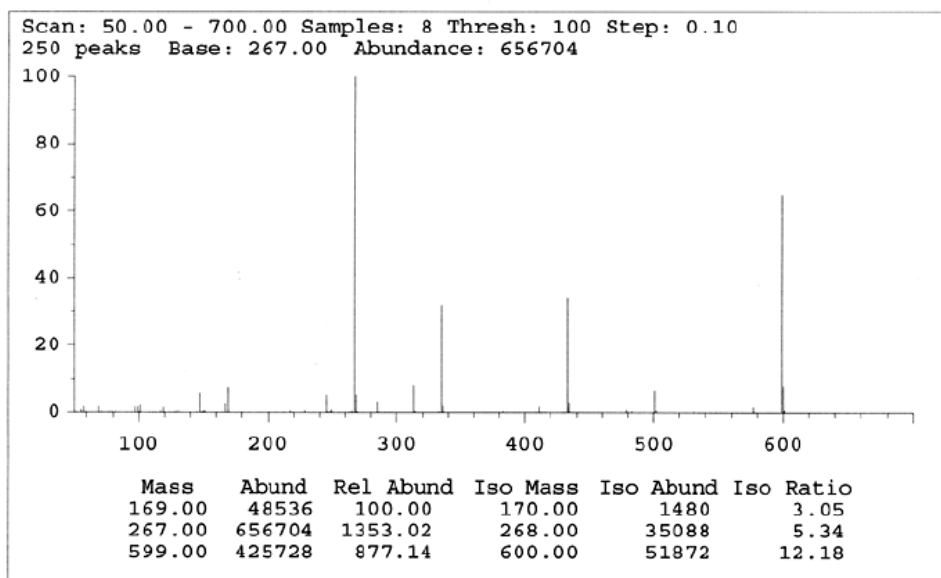
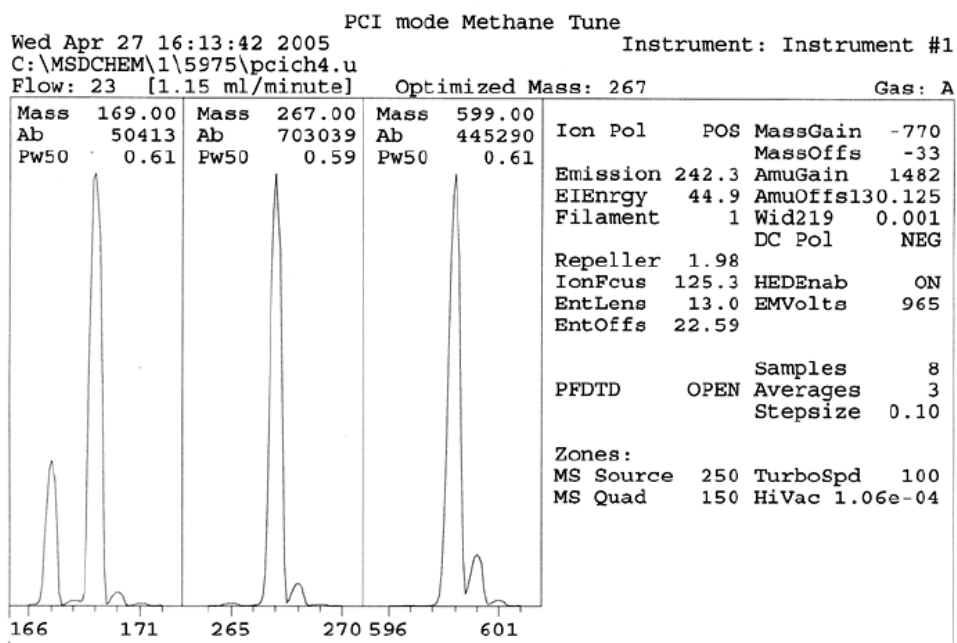
Критериев успешного выполнения настройки не существует. Если автонастройка ХИ завершена, она считается успешно выполненной ([Рисунок 30](#)).

Если настройка задает напряжение электронного умножителя (НЭУ) на уровне выше 2600В, вы можете не получить требуемых данных, если ваш метод требует установки НЭУ на уровне +400.

Отчет о настройке содержит информацию о наличии воды и воздуха в системе.

Отношение 19/29 показывает избыток воды.

Отношение 32/29 показывает избыток кислорода.



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

Рисунок 30 Автонастройка ХИ

Выполнение автонастройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите [страницу 76](#). Если вы собираетесь работать в режиме ОХИ, вначале настройте МСД в режиме ПХИ.

Процедура

- 1 В окне настройки и контроля вакуума загрузите **NCICH4.U** (или существующий файл настройки для используемого газа-реагента).
- 2 В меню настройки выберите **CI Tune Wizard** и следуйте инструкциями с экрана. Примите настройки температуры и другие параметры, принимаемые по умолчанию. Если вы используете существующий файл настройки, сохраните его под новым именем, если не хотите переписать текущие значения.
- 3 В меню настройки щелкните по **CI Autotune**.

ВНИМАНИЕ

Не выполняйте настройку чаще, чем необходимо, чтобы минимизировать фоновый шум от ПФДТД и не загрязнять ионный источник.

Критериев успешного выполнения настройки не существует. Если автонастройка ХИ завершена, она считается успешно выполненной ([Рисунок 31](#)).

Если настройка задает напряжение электронного умножителя (НЭУ) на уровне выше 2600В, вы можете не получить требуемых данных, если ваш метод требует установки НЭУ на уровне +400.

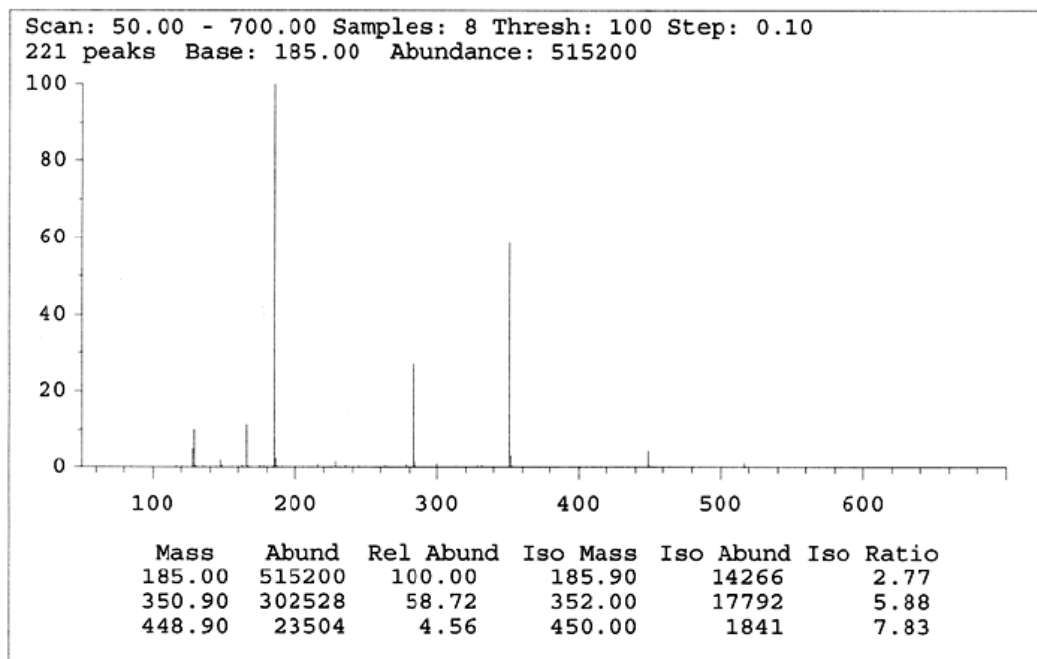
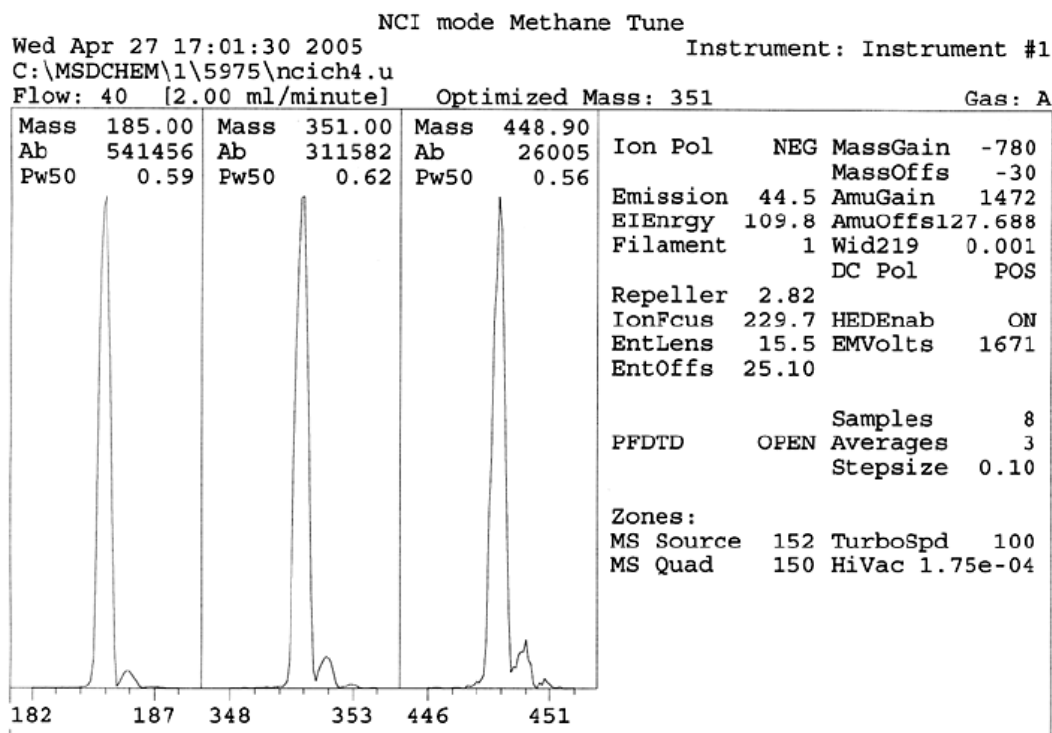


Рисунок 31 Автонастройка в режиме ОХИ

Проверка характеристик в режиме ПХИ

Требуемые материалы

- Бензофенон, 100 пкг/мкл (8500-5440)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите [страницу 76](#). Если вы собираетесь работать в режиме ОХИ, вначале настройте МСД в режиме ПХИ.

Процедура

- 1 Проверьте работу МСД в режиме ЭУ.
- 2 Проверьте, чтобы файл **PCICH4.U** был загружен.
- 3 Выберите **Gas A** и установите поток на 20%.
- 4 В окне настройки и контроля вакуума выполните настройку режима ХИ. Смотрите [страницу 116](#).
- 5 Запустите процедуру автонастройки ХИ. Смотрите [страницу 116](#).
- 6 Запустите метод проверки чувствительности в режиме ПХИ **BENZ_PCIM** с использованием 1 мкл бензофенона 100 пкг/мкл.
- 7 Проверьте, чтобы система соответствовала указанным характеристикам чувствительности. Характеристики приводятся на сайте www.agilent.com/chem

Проверка характеристик в режиме ОХИ

Данная процедура используется *только* для ЭУ/ПХИ/ОХИ МСД.

Требуемые материалы

- Октофторонафтаген (ОФН), 100 пкг/мкл (5188-5347)

ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МСД в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ. Смотрите [страницу 76](#). Если вы собираетесь работать в режиме ОХИ, вначале настройте МСД в режиме ПХИ.

Процедура

- 1 Проверьте работу МСД в режиме ЭУ.
- 2 Загрузите файл настройки **PCICH4.U** и примите установочные значения температуры.
- 3 Выберите **Gas A** и установите поток на 40%.
- 4 В окне настройки и контроля вакуума запустите процедуру автонастройки. Смотрите [страницу 120](#).
Отметим, что критериев успешного выполнения настройки не существует. Если автонастройка ХИ завершена, она считается успешно выполненной
- 5 Запустите метод проверки чувствительности в режиме ОХИ **OFN_NCI.M** с использованием 2 мкл ОФН 100 пкг/мкл.
- 6 Проверьте, чтобы система соответствовала указанным характеристикам чувствительности. Характеристики приводятся на сайте www.agilent.com/chem

Мониторинг давления высокого вакуума

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Если вы в качестве газа-носителя используете водород, не включайте микро-ионный вакуумметр, если есть вероятность накопления водорода в манифолде. Прочтите раздел "**Меры предосторожности при работе с водородом**" перед запуском водорода в МСД.

Порядок выполнения операции

- 1 Включите прибор и откачайте МСД ([страница 103](#)).
- 2 В окне настройки и контроля вакуума выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** в меню вакуума.
- 3 В окне управления прибором вы можете установить монитор МС на считывание. Значение вакуума также выводится на ЛПУ или в окне ручной настройки.

Контроллер измерителя не включается, если давление в МСД выше, чем 8×10^{-3} (приблизительно). Контроллер измерителя калиброван для азота, но все значения давления в данном руководстве приводятся для гелия.

Наибольшее влияние на рабочее давление оказывает поток газа-носителя (в колонке). В таблице 20 приводится типовое давление для различных потоков гелия как газа-носителя. Указывается приблизительное давление, меняющееся от прибора к прибору.

Типовые значения давления

Используйте микро-ионный вакуумметр G3397A. Отметим, что контроллер массового расхода калибруется для метана, а вакуумметр для азота, поэтому эти измерения не точные, и приводятся только как справочные (Таблица 20). Они получены при нижеследующих условиях. Отметим, что это типовая температура для ПХИ:

Температура источника	250°C
Температура квадруполя	150°C
Температура интерфейса	280°C
Поток гелия как газа-носителя	1 мл/мин

Таблица 20 Значения потока и давления

КМР (%)	Давление (торр)	
	Метан ЭУ/ПХИ/ОХИ МСД (производительный турбонасос)	Аммиак ЭУ/ПХИ/ОХИ МСД (производительный турбонасос)
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

Изучите процесс измерений на *вашей* системе при рабочих условиях и проверьте, нет ли *отклонений*, которые могут указывать на проблемы с вакуумом или потоком газа. Измерения могут меняться на 30% при переходе от одного МСД и контроллера к другому.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Agilent 5975 серия МСД
Руководство оператора



5 Общее техобслуживание

Перед началом техобслуживания [128](#)

Техобслуживание вакуумной системы [133](#)

Перед началом техобслуживания

Вы можете выполнить большинство процедур техобслуживания вашего МСД. Для обеспечения безопасности перед выполнением любой из процедур полностью прочитайте введение.

График техобслуживания

Общие задачи техобслуживания перечислены в [Таблице 21](#). Выполнение этих задач может уменьшить вероятность проблем, продлить срок службы системы и уменьшить операционные расходы.

Ведите журнал работы системы (отчеты о настройках) и выполненных операций техобслуживания. Это облегчает идентификацию изменений нормальных процедур и принятие корректирующих действий.

Таблица 21 График техобслуживания

Задача	Еженедельно	Раз в полгода	Ежегодно	По необходимости
Настройка МСД				X
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	X			
Проверка калибровочной виалы (виал)		X		
Замена масла в форвакуумном насосе*		X		
Замена масла в диффузионном насосе			X	
Проверка безмасляного форвакуумного насоса				X
Чистка ионного источника				X
Проверка ловушек газа-носителя в ГХ и МСД				X
Замена изношенных деталей				X
Смазка кольца боковой дверцы или кольца выпускного клапана [†]				X
Замена баллона с газом-реагентом для ХИ				X
Замена источников газа-носителя для ГХ				X

* Каждые три месяца для ХИ МСД с использованием аммиака в качестве газа-реагента.

[†] Вакуумные уплотнения, кроме колец боковой дверцы и выпускного клапана, не нуждаются в смазке, которая, может повлиять на их правильное функционирование.

Инструменты, запасные части, запасы

Некоторые из необходимых инструментов, запасных частей и запасов включены в отгрузочный набор, комплект МСД или набор инструментов. Остальное вы должны приобрести самостоятельно. Каждая процедура техобслуживания включает список материалов, необходимых для данной процедуры.

Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

При подключении МСД, даже если переключатель питания выключен, потенциально опасное напряжение (120 В~ или 200/240 В~) присутствует в:

- разводке или предохранителях, в точках входа кабеля питания в прибор и переключатель питания.

При включении переключателя питания потенциально опасное напряжение имеется на:

- электронных печатных платах
- тороидальном трансформаторе
- проводах и кабелях между платами
- проводах и кабелях между платами и разъемами на задней панели МСД
- некоторых разъемах на задней панели (например, в гнезде питания форвакуумной линии)

Обычно, все эти части закрыты предохранительными крышками. Если крышки установлены на своих местах, случайно коснуться точек высокого напряжения будет затруднительно.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Не выполняйте техобслуживание с включенным или подсоединенным к розетке электропитания прибором, если иное не указано в данной главе.

Некоторые процедуры данной главы требуют доступа к внутренним частям ГХ/МСД при включенном электропитании. Не удаляйте предохранительные крышки во время этих процедур. Для уменьшения риска поражения электротоком тщательно следуйте указаниям инструкции.

Опасная температура

Многие блоки прибора работают или достигают температуры, способной причинить серьезные ожоги. Это следующие блоки (данный список не ограничивается только ними):

- Интерфейс ГХ/МСД
- Блоки анализатора
- Вакуумные насосы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Не дотрагивайтесь до этих блоков при включенном приборе. После отключения МСД дайте этим блокам остыть перед началом работы с ними.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Нагреватель интерфейса ГХ/МСД получает питание от температурной зоны ГХ. Нагреватель интерфейса может быть включенным, и быть очень горячим, даже при отключенном МСД. Интерфейс ГХ/МСД изолирован. Даже при отключении он остывает очень медленно.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Форвакуумный насос может причинить ожоги, если до него дотронуться во время работы. Для предупреждения ожогов насос имеет предохранительный кожух.

Инжекторы и печь ГХ также имеют при работе очень высокую температуру. Используйте при работах с ними те же меры предосторожности. Более подробная информация приводится в документации, поставляемой с вашим ГХ.

Химические остатки

Лишь малая часть вашей пробы ионизируется ионным источником. Большая же часть проходит через источник, не ионизируясь. Далее она выводится вакуумной системой. В результате выхлоп из форвакуумного насоса содержит следы газа-носителя и вашей пробы. Выхлоп из стандартного форвакуумного насоса содержит также капли масла.

Со стандартным форвакуумным насосом поставляется маслоуловитель. Этот уловитель останавливает *только* капли масла, но не другие химикаты. Если вы используете токсичные растворители или анализируете токсичные химические вещества, не используйте этот маслоуловитель. Для всех форвакуумных насосов установите шланг для вывода выхлопа из форвакуумного насоса в атмосферу или в вытяжной колпак. Для

стандартного форвакуумного насоса потребуется удалить маслоуловитель. Вывод выхлопов выполняйте в соответствии с местными нормами и правилами.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Маслоуловитель, поставляемый со стандартным форвакуумным насосом, улавливает только масло насоса. Он не задерживает и не фильтрует токсические химикаты. Если вы используете токсичные растворители или анализируете токсичные химические вещества, удалите маслоуловитель. Не используйте маслоуловитель, если работаете с ХИ МСД. Установите шланг для вывода выхлопа насоса наружу или вытяжной колпак.

Масло в диффузионном насосе и стандартном форвакуумном насосе также собирает следы анализируемых проб. Все масло в насосах должно рассматриваться как опасное с соответствующим обращением с ним. Утилизируйте используемое масло согласно местным нормам и правилам.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ При замене масла в насосе используйте химически стойкие перчатки и защитные очки. Избегайте контакта с маслом.

Электростатический разряд

Все печатные платы в МСД содержат компоненты, которые могут быть повреждены электростатическим разрядом (ЭСР). Не дотрагивайтесь до этих плат без необходимости. Кроме того, провода, контакты и кабели могут проводить ЭСР к тем электронным платам, к которым они подсоединены. Это особенно верно для контактных проводов фильтра масс (квадруполя), которые могут переносить ЭСР к чувствительным компонентам на боковой плате. Повреждение ЭСР может вызвать немедленный сбой, но обычно разряд постепенно ухудшает характеристики и стабильность МСД.

Когда вы работаете рядом с печатными платами или с компонентами с проводами, контактами или кабелями, подсоединенными к печатным платам, надевайте заземленный антистатический браслет и предпринимайте другие меры предосторожности. Браслет должен быть подсоединен к шине заземления. Если это невозможно, он должен быть подсоединен к проводящей (металлической) части прибора, но *не* к электронным компонентам, оголенным проводам, дорожкам или контактам.

5 Общее техобслуживание

Если вы работаете с компонентами или блоками, которые вынимаются из МСД, используйте антистатический коврик. Это относится и к анализатору.

ВНИМАНИЕ

Для эффективности антистатический браслет не должен быть на руке ни свободным, ни туго застегнутым.

Антистатические меры предосторожности не являются эффективными на 100%. Не берите в руки печатные платы без необходимости, а если берете, то держите их только за края. Не дотрагивайтесь до компонентов, дорожек плат или контактов на кабелях и разъемах.

Техобслуживание вакуумной системы

Периодическое техобслуживание

Как указано в [Таблице 21](#), некоторые задачи техобслуживания вакуумной системы должны выполняться периодически. Эти задачи включают:

- Проверку уровня масла форвакуумного насоса (каждую неделю)
- Проверку калибровочной виалы (виал) (каждые 6 месяцев)
- Регулировку газового балласта форвакуумного насоса (ежедневно с использованием в МСД аммиака в качестве газа-реагента)
- Замену масла в форвакуумном насосе (каждые 6 месяцев; каждые 3 месяца для ХИ МСД с использованием аммиака в качестве газа-реагента)
- Затяжку винтов масляного резервуара форвакуумного насоса (первая смена масла после установки)
- Смену масла в диффузионном насосе (раз в год)
- Замену безмасляного форвакуумного насоса (обычно раз в три года).

Невыполнение этих процедур может привести к ухудшению работы прибора или к его повреждению.

Другие процедуры

Такая задача, как замена вакуумметра форвакуумного насоса или замена микро-ионного вакуумметра, должна выполняться только при необходимости. См. *справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию Agilent 5975 серии МСД* и оперативную справку программного обеспечения ChemStation относительно симптомов, указывающих на необходимость данного вида техобслуживания.

Дополнительная информация

Если вам требуется дополнительная информация о расположении или функциях компонентов вакуумной системы, см. *справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию Agilent 5975 серии МСД*.

Большинство процедур в данной главе иллюстрируются видеоклипами с DVD-дисков по 5975 серии МСД.

Удаление ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Утконосы (8710-1094)

Порядок выполнения операции



- 1 Выполните вентилирование МСД. Смотрите [страницу 82](#).
- 2 Откройте камеру анализатора. Смотрите [страницу 84](#).
Наденьте антистатический браслет и примите другие меры антистатической предосторожности перед работой с компонентами анализатора.
- 3 Отсоедините семь проводов от ионного источника. Не сгибайте провода больше, чем необходимо ([Рисунок 32](#) и [Таблица 22](#)).

Таблица 22 Провода ионного источника

Цвет провода	Подсоединен к	Число проводов
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Фокусирующая линза	1
Белый	Нить катода 1 (верхняя нить)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить катода 2 (нижняя нить)	2

ВНИМАНИЕ

Тяните не за провода, а только за разъемы.

- 4 Отследите ход проводов нагревателя ионного источника и датчика температуры до платы с гермопереходниками. Отсоедините их.
- 5 Снимите винты, имеющие головку с накаткой, удерживающие ионный источник.
- 6 Снимите ионный источник с радиатора.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Анализатор работает при высокой температуре. Не дотрагивайтесь до его деталей, пока они не остынут.

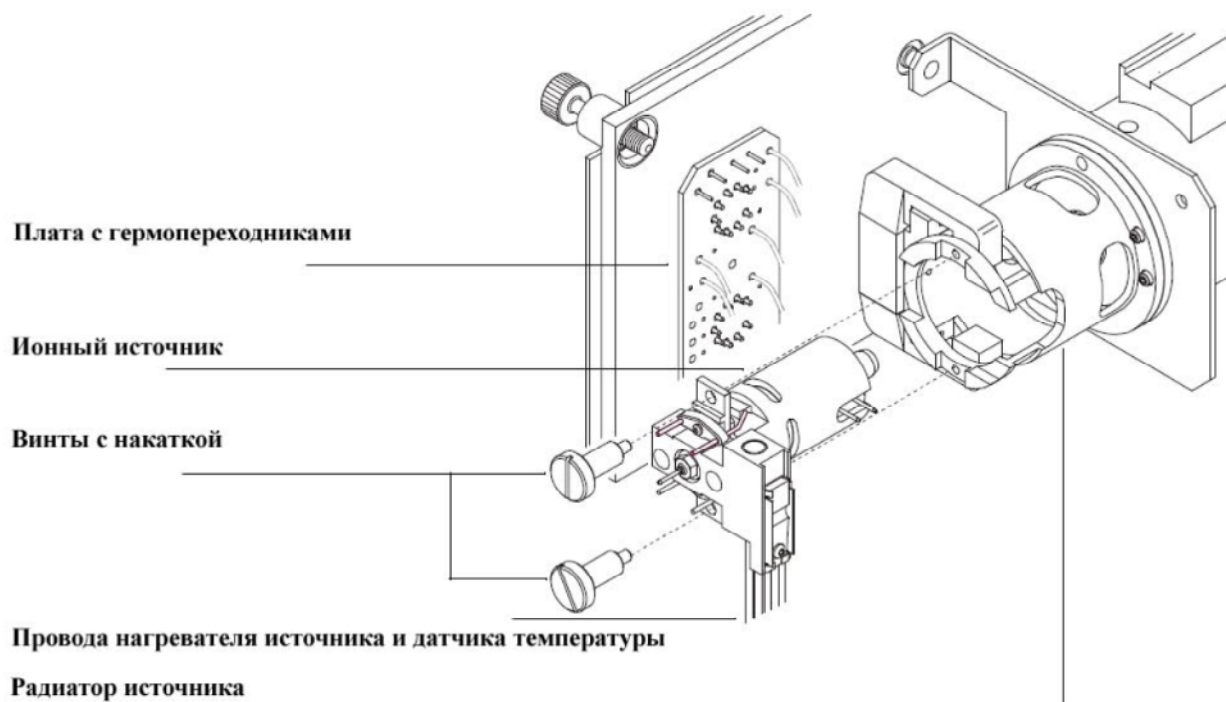


Рисунок 32 Снятие ионного источника

5 Общее техобслуживание

Установка ионного источника

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Утконосы (8710-1094)

Порядок выполнения операции



- 1 Установите ионный источник в радиатор источника ([Рисунок 33](#)).
- 2 Установите и затяните винты, имеющие головку с накаткой. Не перетягивайте их.
- 3 Подсоедините провода ионного источника, как показано в главе "[Заккрытие камеры анализатора](#)". Закройте камеру анализатора.

4 Откачайте МСД. См. [страницу 91](#).

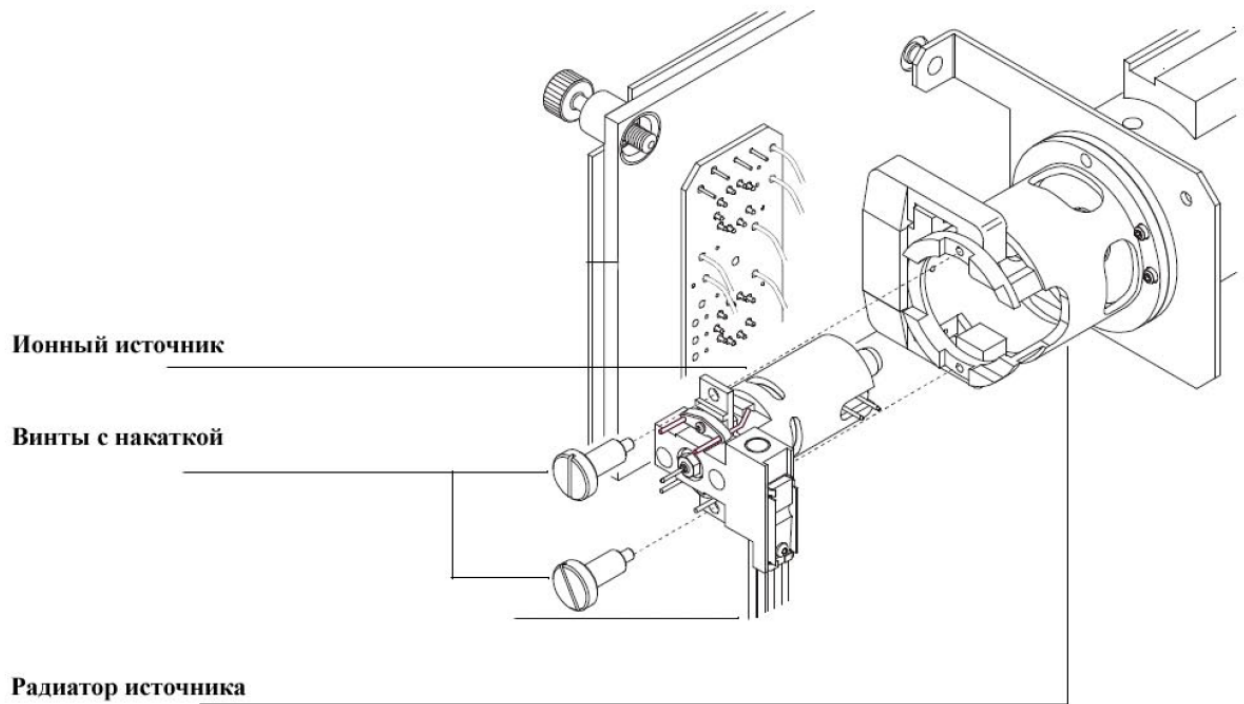


Рисунок 33 Установка ионного источника



6 Техобслуживание с системой ХИ

Общие сведения [140](#)

Чистка ионного источника [140](#)

Аммиак [140](#)

Подготовка МСД для работы в режиме ХИ [141](#)

Рекомендации [141](#)

Установка ионного источника ХИ [142](#)

Установка уплотнения края интерфейса ХИ
[143](#)

В этой главе описываются процедуры техобслуживания и требования, уникальные для приборов 5975 серии МСД, оборудованных системой химической ионизации.

Общие сведения

Чистка ионного источника

Особенностью работы МСД в режиме ХИ является потребность в более частой чистке ионного источника. В режиме ХИ камера ионного источника подвержена более частому загрязнению, чем в режиме ЭУ, вследствие более высокого давления в источнике, требуемого в режиме ХИ.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Операции техобслуживания с использованием опасных растворителей выполняйте под вытяжным колпаком. Устанавливайте ваш МСД в хорошо вентилируемой комнате.

Аммиак

Аммиак, используемый как газ-реагент, повышает потребность в техобслуживании форвакуумного насоса. Аммиак вызывает более быстрое потребление масла вакуумного насоса. Следовательно, следует чаще проверять и заменять масло в стандартном форвакуумном насосе.

Всегда очищайте МСД с метаном после использования аммиака.

Резервуар с аммиаком должен находиться в вертикальном положении, чтобы жидкий аммиак не попадал в модуль потока.

Подготовка МСД для работы в режиме ХИ

Подготовка вашего МС для работы в режиме ХИ требует специальных мер предосторожности, чтобы исключить загрязнение и проникновение воздуха извне.

Рекомендации

- Перед вентилированием в режиме ЭУ проверьте работу системы ГХ/МСД. См. "[Проверка характеристик системы](#)".
- Проверьте, чтобы входная линия (линии) газа-реагента имела газоочистители (не применяется для аммиака).
- Используйте газы-реагенты только высокой чистоты; 99.99% или чище для метана, и максимально возможной чистоты для других газов-реагентов.

Установка ионного источника ХИ

ВНИМАНИЕ

Электростатический разряд на компонентах анализатора переносится на боковую плату, где он может повредить чувствительные компоненты. Надевайте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности **перед** открытием камеры анализатора.

Процедура



- 1 Выполните вентиляцию МСД и откройте анализатор. Смотрите [страницу 84](#).
- 2 Снимите ионный источник ЭУ. Смотрите [страницу 134](#).
- 3 Выньте ионный источник ХИ из коробки и установите его в радиатор.
- 4 Установите винты с накаткой (Рисунок 34).
- 5 Подсоедините провода, как описано в "[Закрытие камеры анализатора](#)".

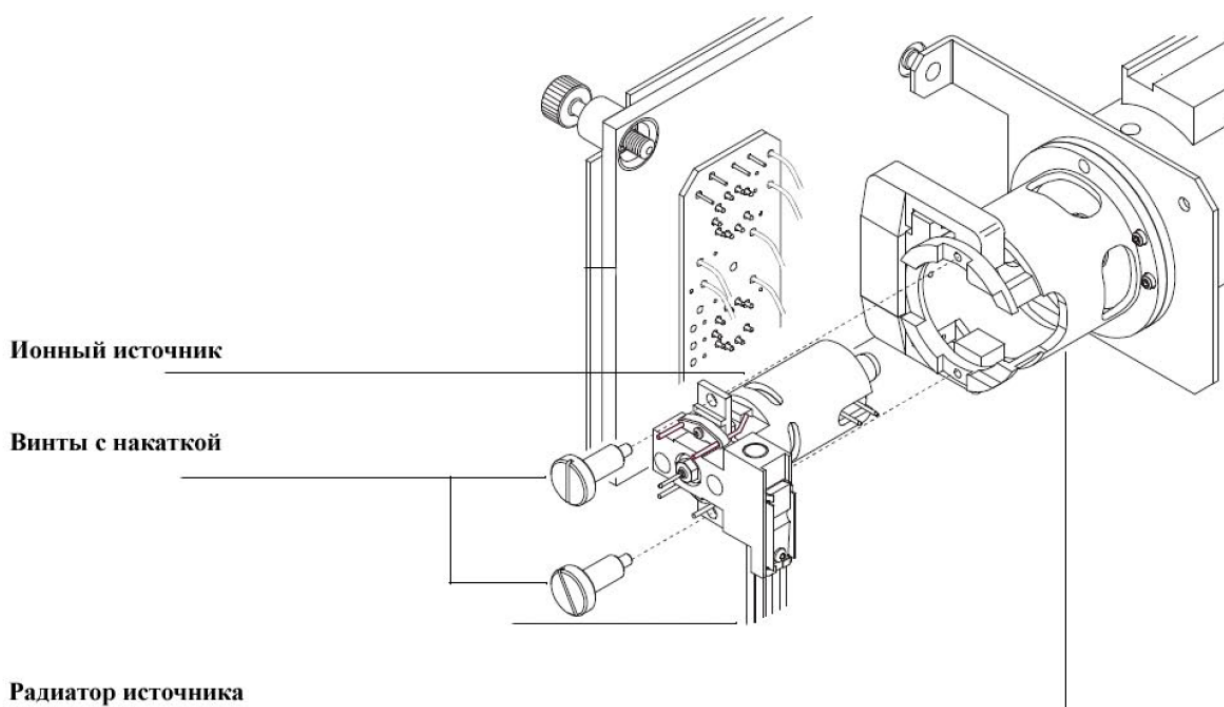


Рисунок 34 Установка ионного источника ХИ

Установка уплотнения края интерфейса ХИ

Требуемые материалы

- Уплотнение для герметизации края интерфейса (G1099-60412)

Уплотнение для герметизации края интерфейса должно быть установлено при работе в режиме ХИ. Это необходимо для достижения достаточного давления ионного источника для ХИ.

ВНИМАНИЕ

Электростатический разряд на компонентах анализатора переносится на боковую плату, где он может повредить чувствительные компоненты. Надевайте заземленный антистатический браслет и примите другие меры предосторожности **перед** открытием камеры анализатора.

Процедура

- 1 Выньте уплотнение из коробки хранения ионного источника.
- 2 Проверьте, чтобы ионный источник был установлен.
- 3 Установите уплотнение по краю интерфейса. Для удаления уплотнения выполните указанные шаги в обратном порядке.
- 4 **Аккуратно** проверьте центровку анализатора и интерфейса.

Если анализатор выровнен правильно, камера переднего анализатора может закрываться без сопротивления, за исключением сопротивления пружины уплотнения края интерфейса.

ВНИМАНИЕ

Принудительное закрытие анализатора, если эти блоки не выровнены, может привести к разрушению уплотнения, интерфейса или ионного источника, или приведет к неплотной герметизации боковой дверцы.

- 5 Вы можете выровнять камеру анализатора и интерфейс поворотом боковой дверцы на ее шарнире. Если анализатор все еще не закрывается, обратитесь в сервисную службу компании Agilent Technologies.

Agilent 5975 серия МСД
Руководство оператора



А Теория химической ионизации

Общие сведения о химической ионизации [146](#)

Теория положительной ХИ [148](#)

Теория отрицательной химической ионизации [155](#)



Общие сведения о химической ионизации

Химическая ионизация (ХИ) представляет собой технику, используемую в масс-спектрометрическом анализе. Между ХИ и электронной ионизацией (ЭУ) существуют заметные различия. В данном разделе описывается наиболее часто применяемая химическая ионизация.

В режиме ЭУ электроны с относительно высокой энергией (70 эВ) сталкиваются с молекулами анализируемой пробы. При столкновении образуются (первичные) положительные ионы. При ионизации молекулы вещества фрагментируются по довольно предсказуемой схеме. ЭУ представляет собой прямой процесс; энергия передается столкновением от электронов к молекулам пробы.

При ХИ помимо пробы и газа-носителя в ионизационную камеру вводится большое количество газа-реагента. Поскольку газа-реагента намного больше, чем пробы, большинство испускаемых электронов сталкиваются с молекулами газа-реагента, формируя ионы газа-реагента. Эти ионы газа-реагента реагируют друг с другом в первичном и вторичном реактивных процессах, устанавливая равновесное состояние. Они также реагируют различным образом с молекулами пробы, образуя ионы пробы. Формирование ионов при ХИ вовлекает намного меньше энергии, и ХИ представляет собой гораздо более "мягкий" механизм, чем электронная ионизация. Поскольку ХИ приводит к намного меньшей фрагментации, спектры ХИ обычно показывают высокое содержание молекулярных ионов. По этой причине ХИ часто используется для определения молекулярного веса соединений пробы.

В качестве газа-реагента наиболее часто применяется метан. Он дает характеристическую картину ионизации. Другие газы-реагенты приводят к другой картине и могут показывать лучшую чувствительность для некоторых проб. Наиболее часто в качестве альтернативы метану применяются изобутан и аммиак. В отрицательной ХИ часто используется диоксид углерода. Менее применяемыми газами являются, водород, фреон, триметилсилан, оксид азота и метиламин. С каждым газом-реагентом происходит своя реакция ионизации.

Предупреждение Аммиак токсичен и вызывает коррозию. Использование аммиака требует особых мер предосторожности и техобслуживания.

Загрязнение водой газов-реагентов сильно снижает чувствительность ХИ. Большой пик у m/z 19 (H_3O^+) при положительной ХИ является диагностическим симптомом водяного загрязнения. При высоких концентрациях, особенно с калибрующим агентом, водяное загрязнение приводит к сильному загрязнению ионного источника. Водяное загрязнение наиболее часто случается непосредственно после подсоединения нового трубопровода газа-реагента или нового газового баллона. Это загрязнение часто уменьшается, если дать газу-реагенту прокачаться по системе в течение нескольких часов.

Ссылки на работы по химической ионизации

A. G. Harrison, *Chemical Ionization Mass Spectrometry*, 2nd Edition, CRC Press, INC. Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6.

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

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

Теория положительной ХИ

Положительная химическая ионизация (ПХИ) происходит при той же полярности напряжения анализатора, что и ЭУ. При ПХИ газ-реагент ионизируется столкновением с выпущенными электронами. Ионы газа-реагента реагируют химически с молекулами пробы (как протонные доноры), образуя ионы пробы. Ионное формирование при ПХИ является более "мягким", чем при электронной ионизации, вызывая меньшую фрагментацию. Эта реакция обычно дает высокое содержание молекулярных ионов и, следовательно, часто используется для определения молекулярных весов проб.

В качестве газа-реагента наиболее часто используется метан. Метан при ПХИ производит ионы с почти любой молекулой пробы. Другие газы-реагенты, такие как изобутан или аммиак, являются более селективными и вызывают меньшую фрагментацию. Вследствие высокого фона от ионов газа-реагента ПХИ не является особенно чувствительной техникой, а уровни обнаружения обычно невысоки.

Существует четыре фундаментальных ионизационных процесса, которые происходят во время положительной химической ионизации при давлении ионного источника в диапазоне 0.8...2.0 торра. Это:

- Перенос протонов
- Отделение гидридов
- Добавление
- Обмен зарядами

В зависимости от используемого газа-реагента для объяснения ионизационных продуктов, наблюдаемых в результирующем спектре масс, может использоваться один или несколько из этих четырех процессов.

Спектры метил стеарата для ЭУ, метановой ПХИ и аммиаковой ПХИ показаны на [Рисунке 35](#). Простая картина фрагментации, большая концентрация иона $[MH^+]$ и присутствие двух аддуктивных ионов являются характеристическим явлением ПХИ при использовании метана как газа-реагента.

Присутствие воздуха или воды в системе, особенно в присутствии калибрующего ПФДТД, быстро загрязняет ионный источник.

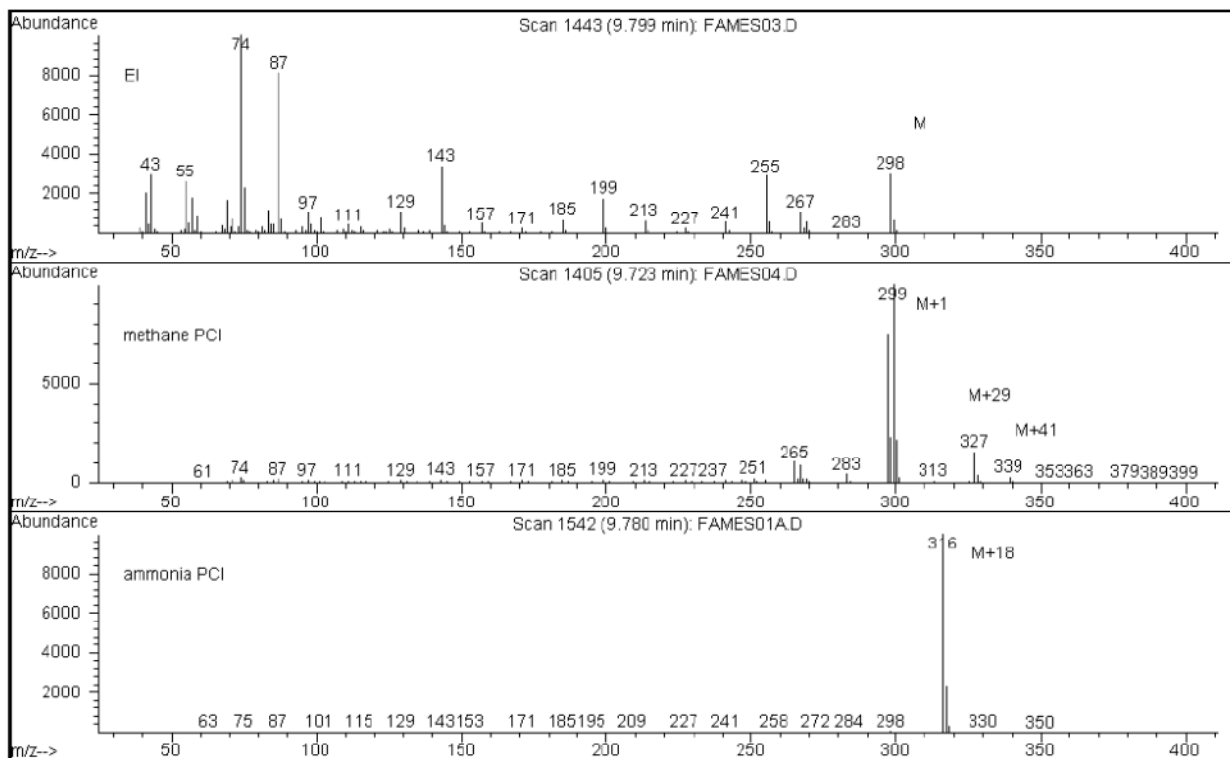
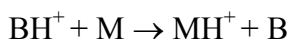


Рисунок 35 Метил стеарат (MW = 298): ЭУ, метановая ПХИ, аммиаковая ПХИ

Перенос протонов

Перенос протонов может быть выражен как

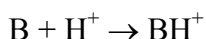


Где газ-реагент В подвергается ионизации, приводящей к протонированию. Если протонное сродство анализируемого вещества (пробы или аналита) М больше, чем сродство газа-реагента, то протонированный газ-реагент переносит свой протон к анализируемому веществу, образуя положительно заряженный ион.

Наиболее часто используемым примером является перенос протона от СН_5^+ к молекулярной пробе, что приводит к протонированному молекулярному иону МН^+ .

Относительное протонное сродство газа-реагента и аналита определяет реакцию переноса протонов. Если аналит имеет более высокое протонное сродство, чем газ-реагент, то перенос протона может иметь место. Метан (СН_4) является наиболее часто используемым газом-реагентом потому, что его протонное сродство очень мало.

Протонное сродство может определяться по следующему уравнению:



Где протонное сродство выражено в ккал/моль. Метановое протонное сродство равно 127 ккал/моль. В таблицах 23 и 24 приводится протонное сродство некоторых газов-реагентов и органических соединений с различными функциональными группами.

Спектры масс, генерируемые реакцией переноса протонов, зависят от нескольких критериев. Если различие в протонном сродстве велико (как с метаном), в протонированном молекулярном ионе может присутствовать существенный избыток энергии. Это может приводить к последующей фрагментации. По этой причине изобутан с протонным сродством 195 ккал/моль может быть более предпочтительным, чем метан при некоторых анализах. Аммиак имеет протонное сродство 207 ккал/моль, делая протонирование большинства аналитов менее вероятным. ХИ с переносом протонов обычно рассматривается как "мягкая" ионизация, но степень мягкости зависит от протонного сродства аналита и газа-реагента, а также от других факторов, включающих температуру ионного источника.

Таблица 23 Протонное сродство газов-реагентов

Вещество	Протонное сродство ккал/моль	Реагентный ион
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 Протонное сродство некоторых органических соединений для ПХИ

Молекула	Протонное сродство ккал/моль	Молекула	Протонное сродство ккал/моль
Ацетальдегид	185	Метиламин	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
Диметилэфир	190	Нитрометан	180
Этан	121	n-пропил ацетат	207
Этилформиат	198	Пропилен	179
Муравьиная кислота	175	Толуол	187
Бромисто-водородная кислота	140	Транс-2-бутен	180
Соляная кислота	141	Трифтороуксусная кислота	167

Таблица 24 Протонное сродство некоторых органических соединений для ПХИ
(продолжение)

Молекула	Протонное сродство ккал/моль	Молекула	Протонное сродство ккал/моль
Изопропиловый спирт	190	Ксилен	187
Метанол	182		

Отделение гидридов

При формировании реагентных ионов могут образовываться различные ионы, имеющие высокое сродство к иону гидрида (H^-). Если сродство к гидридному иону реагентного иона выше, чем такое же сродство иона, образованного потерей аналитом H^- , то термодинамика более благоприятна для данного процесса химической ионизации. Примеры включают отделение гидридов алканов при метанной химической ионизации. В метанной ХИ и CH_5^+ , и $C_2H_5^+$ способны к отделению гидридов. Эти изотопы имеют большое значение сродства к иону гидрида, что приводит к потере H^- для алканов с длинной цепочкой, в соответствии с общей реакцией



Для метана R^+ соответствует CH_5^+ и $C_2H_5^+$, а M соответствует алкану с длинной цепочкой. В случае с CH_5^+ реакция переходит к формированию $[M - H]^+ + CH_4 + H_2$. Результирующие спектры от отделения гидридов показывают пик $M-1$ m/z , происходящий от потери H^- . Это экзотермическая реакция, поэтому часто наблюдается фрагментация иона $[M-H]^+$.

Часто в спектре пробы наблюдаются и отделение гидридов, и перенос протонов. Одним из примеров является спектр метанной ХИ метилэфиров с длинной цепочкой, когда происходит гидридное отделение от углеводородной цепочки и перенос протонов к эфиру. В спектре метанной ХИ метилстеарата, например, пик MH^+ у m/z 299 создается переносом протонов, а пик $[M-1]^+$ у m/z 297 формируется отделением гидридов.

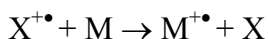
Добавление

Для многих аналитов реакции переноса протонов и отделения гидридов не являются термодинамически благоприятными. В этих случаях ионы газа-реагента часто являются достаточно активными для соединения с молекулами аналита посредством конденсации или ассоциации (реакции добавления). Результирующие ионы называются аддуктивными ионами. Аддуктивные ионы наблюдаются при метанной химической ионизации по присутствию ионов $[M+C_2H_5]^+$ и $[M+C_3H_5]^+$, что приводит к образованию пиков $M+29$ и $M+41$ m/z .

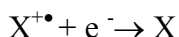
Реакции добавления особенно важны при аммиаковой ХИ. Вследствие того, что NH_3 имеет высокое протонное сродство, с аммиаком в качестве газа-реагента переносу протонов подвергаются очень мало органических веществ. При аммиаковой ХИ происходит серия ионно-молекулярных реакций, приводящих к образованию NH_4^+ , $[NH_4NH_3]^+$ и $[NH_4(NH_3)_2]^+$. В частности, ион аммония, NH_4^+ , приводит к интенсивному образованию иона $[M+NH_4]^+$, наблюдаемого у $M+18$ m/z через конденсацию или ассоциацию. Этот результирующий ион нестабилен, и может наблюдаться последующая фрагментация. Нейтральная потеря H_2O или NH_3 , наблюдаемая как последующая потеря 18 или 17 m/z , соответственно, также происходит довольно часто.

Обмен зарядами

Ионизация с обменом зарядами может описываться уравнением:



Где $X^{+\bullet}$ представляет собой ионизированный газ-реагент, а M является исследуемым аналитом. Примеры газов-реагентов, используемых для ионизации с обменом зарядами, включают инертные газы (гелий, неон, аргон, криптон, ксенон и радон), азот, диоксид углерода, монооксид углерода, водород и другие газы, не реагирующие "химически" с аналитом. Каждый из этих газов-реагентов после ионизации имеет энергию рекомбинации, выраженную как:



т.е. рекомбинация ионизированного реагента с электроном образует нейтральный изотоп. Если эта энергия больше, чем энергия, требуемая для удаления электрона из аналита, то первая реакция выше является экзотермической и термодинамически допустимой.

ХИ с обменом зарядами не используется широко в обычных аналитических системах. Она, тем не менее, может использоваться в некоторых случаях, когда другие процессы химической ионизации не являются термодинамически благоприятными.

Теория отрицательной химической ионизации

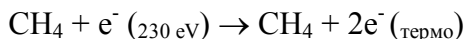
Отрицательная химическая ионизация (ОХИ) выполняется с обратной полярностью напряжения анализатора для выбора отрицательных ионов. Для ОХИ используются несколько химических механизмов. Не все из них обеспечивают серьезное повышение чувствительности, часто связываемое с ОХИ. Четырьмя наиболее общими механизмами (реакциями) являются:

- Захват электронов
- Диссоциативный захват электронов
- Образование ионных пар
- Ионно-молекулярные реакции

Во всех случаях, за исключением ионно-молекулярных реакций, газ-реагент выполняет функцию, отличную от той, которую он выполняет в ПХИ. В ОХИ газ-реагент часто называют буферным газом. Когда газ-реагент бомбардируется электронами с высокой энергией, летящими от нити, происходит следующая реакция:



Если газом-реагентом является метан ([Рисунок 36](#)), реакция следующая:



Термоэлектроны имеют уровни энергии ниже, чем электроны от нити накала. Именно эти термоэлектроны реагируют с молекулами пробы.

Отрицательные ионы в этом процессе не формируются. Это предупреждает появление фона, видимого в режиме ПХИ, и является причиной более низкого предела обнаружения (более высокой чувствительности) при ОХИ. Продукты ОХИ могут быть обнаружены только, если МС работает в режиме отрицательных ионов. Этот рабочий режим изменяет полярность всех напряжений анализатора.

В качестве буферного газа часто используется диоксид углерода, имеющий очевидные преимущества перед другими газами в отношении стоимости, доступности и безопасности.

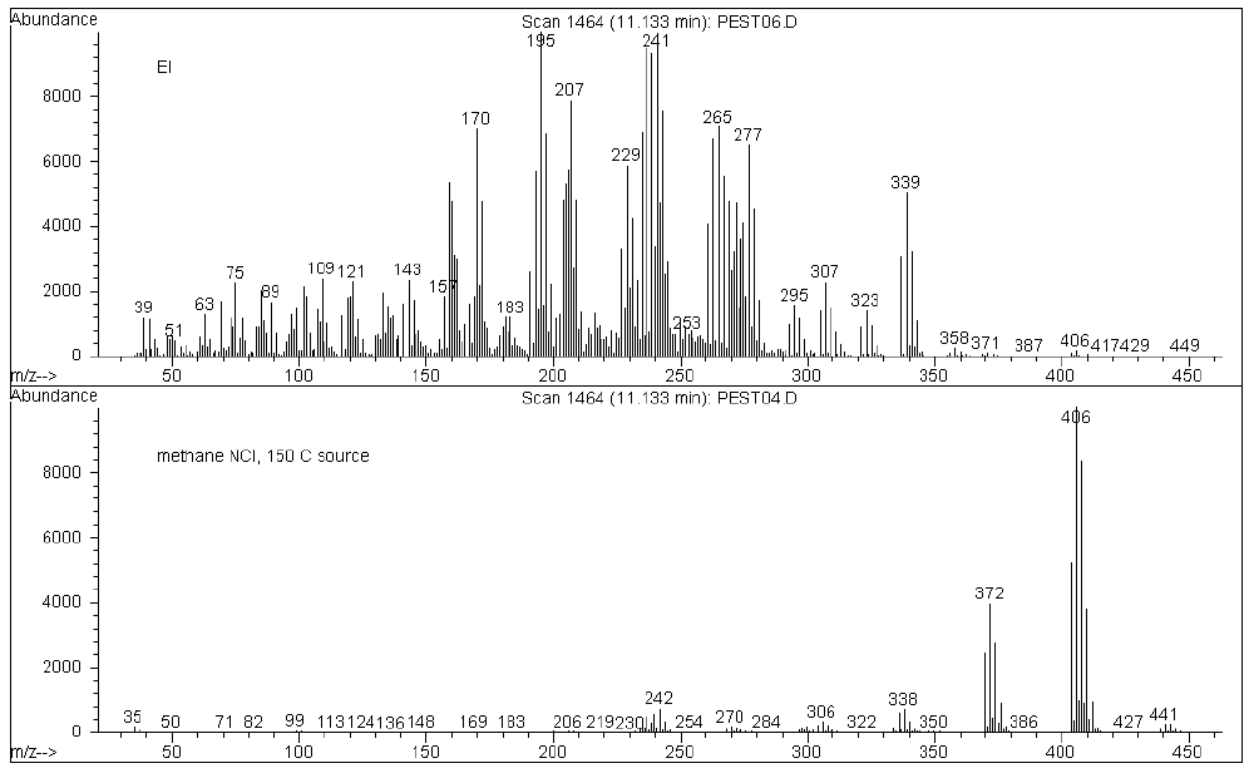


Рисунок 36 Эндосульфан I (MW=404): ЭУ и метановая ОХИ

Захват электронов

Захват электронов является важнейшим механизмом ОХИ. Захват электронов (часто называемый масс-спектрометрией с захватом электронов под высоким давлением) обеспечивает высокую чувствительность, отличающую ОХИ. Для некоторых проб при идеальных условиях захват электронов может обеспечить чувствительность в 10...1000 раз выше, чем при ПХИ.

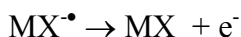
Отметим, что все реакции, связанные с позитивной ХИ, происходят также и при ОХИ, обычно с загрязнителями. Образованные положительные ионы не оставляют ионный источник вследствие обращенного напряжения на линзе, и их присутствие может гасить реакцию захвата электронов.

Захват электронов описывается следующей реакцией:



Где MX – молекула пробы, а электрон является термоэлектроном (медленным), сгенерированным взаимодействием между высокоэнергетическими электронами и газом-реагентом.

В некоторых случаях радикальный анион $MX^{\bullet -}$ нестабилен. В этих случаях может происходить обратная реакция:



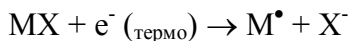
Обратная реакция иногда называется антиотрывом. Эта обратная реакция обычно происходит очень быстро. При этом остается мало времени для стабилизации нестабильного аниона в результате столкновений или других реакций.

Захват электронов наиболее подходит для молекул, имеющих гетероатомы. Например, для азота, кислорода, фосфора, серы, кремния и особенно галогенов; фтора, хлора, брома и йода.

Присутствие кислорода, воды или любых других загрязнителей влияет на реакцию захвата электронов. Загрязнители вызывают образование отрицательного иона в результате медленной ионно-молекулярной реакции. Обычно это приводит к снижению чувствительности. Все потенциально загрязняющие источники, особенно кислород (воздух) и вода, должны быть сведены к минимуму.

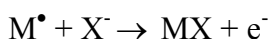
Диссоциативный захват электронов

Диссоциативный захват электронов также известен как диссоциативный резонансный захват. Этот процесс сходен с захватом электронов. Различие заключается в том, что во время реакции молекула пробы фрагментируется или диссоциирует. В результате возникает анион или нейтральный радикал. Диссоциативный захват электронов иллюстрируется уравнением:



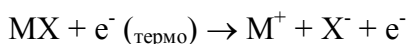
Эта реакция не дает ту же чувствительность, что захват электронов, а спектры масс обычно имеют меньшую концентрацию молекулярных ионов.

Как и при электронном захвате, продукты диссоциативного захвата электронов не всегда стабильны. Иногда происходит обратная реакция, часто называемая ассоциативной реакцией отделения. Уравнение обратной реакции:



Образование ионных пар

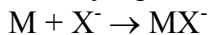
Образование ионных пар отчасти сходно с диссоциативным захватом электронов. Образование ионных пар описывается уравнением:



Как и при диссоциативном захвате электронов, молекула пробы фрагментируется. В отличие от диссоциативного захвата электронов, электрон не захватывается фрагментами. Вместо этого молекула пробы фрагментируется таким образом, что электроны распределяются неравномерно, и генерируются положительные и отрицательные ионы.

Ионно-молекулярные реакции

Ионно-молекулярные реакции обычно происходят, когда в ионном источнике присутствуют кислород, вода и другие загрязнители. Ионно-молекулярные реакции протекают в 2-4 раза медленнее, чем реакции захвата электронов, и не обеспечивают высокой чувствительности, характерной для реакций присоединения электронов. Ионно-молекулярные реакции описываются следующим общим уравнением:



Где X^- является обычно галогеном или гидроксильной группой, созданной ионизацией загрязнителей, вызванной электронами, исходящими из нити накала. Ионно-молекулярные реакции соревнуются с реакциями захвата электронов, Чем больше происходит ионно-молекулярных реакций, тем меньше происходит реакций захвата электронов.



Agilent Technologies, Inc.
Отпечатано в США, февраль 2010