

ГХ-МС Agilent MassHunter Приложение Data Acquisition для системы МСД серии 5977

Руководство по началу работы

Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc. 2013.

Согласно законам США и международным законам об авторском праве запрещается воспроизведение любой части данного руководства в любой форме и любым способом (включая сохранение на электронных носителях, извлечение или перевод на иностранный язык) без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

Шифр документа

G1701-98115

Издание

Первое издание, февраль 2013 г.

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

Гарантия

Материал представлен в документе «как есть» и может быть изменен в последующих изданиях без уведомления. Кроме того, в пределах, допустимых действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех явных или подразумеваемых гарантийных обязательств в отношении данного руководства и любой содержащейся в нем информации, в том числе от подразумеваемой гарантии товарной пригодности и гарантии пригодности для конкретной цели. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки, случайные или косвенные убытки, связанные с поставкой и эффективным применением на практике данного документа и любой содержащейся в нем информации. Если между компанией Agilent и пользователем подписано отдельное соглашение, условия гарантии которого не соответствуют условиям гарантий, содержащимся в данном документе, то силу имеют условия отдельного соглашения.

Предупреждающие сообщения

Внимание

Сообщение **ВНИМАНИЕ** указывает на опасность. Данное сообщение предназначено для привлечения внимания к процедуре, методике и т. п., которые при неправильном выполнении или несоблюдении рекомендаций могут привести к повреждению продукта или потере важных данных. Если в документе встречается сообщение **ВНИМАНИЕ**, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

Предупреждение

Сообщение ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ указывает на опасность. Данное сообщение предназначено для привлечения внимания к процедуре, методике и т. п., которые при неправильном выполнении или несоблюдении рекомендаций могут привести к травме или смерти. Если в документе встречается сообщение ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.



МСД MassHunter, начало работы

В этой книге 4
Где найти дополнительную информацию 5
Аппаратное обеспечение 10
Режим просмотра «Управление прибором» 17
Общие задачи MassHunter 22
Сообщения об ошибках и устранение неполадок 40

В этой книге

Настоящий документ содержит обзор элементов, входящих в комплект поставки системы. Он предназначен для того, чтобы помочь быстро приступить к работе с системой ГХ/МСД.

На последующих страницах представлены:

- Подробное описание дополнительных источников информации по программе MassHunter и прибору МСД Agilent серии 5977.
- Фотографии оборудования с указанием основных деталей.
- Значки, встречающиеся в программе MassHunter Data Acquisition.
- Порядок выполнения наиболее распространенных операций MassHunter.
- Обобщенный график технического обслуживания.
- Краткий раздел советов по эксплуатации, сообщений об ошибках и устранению неполадок.

Где найти дополнительную информацию

В состав системы входят **МСД Agilent серии 5977**, **ГХ Agilent серии 7890** и **программное обеспечение Agilent MassHunter Workstation**.

К оборудованию и программному обеспечению прилагается полный набор **руководств**, **видеофильмов**, **пользовательских приложений** и **средств разработки методов**. Они находятся:

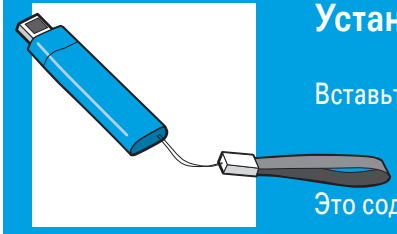
- на DVD-диске с **инструментами и руководствами по ГХ и ГХ-МС Agilent**;
- на флеш-карте с **информацией и руководствами по программному обеспечению ГХ-МС Agilent**.



Установка библиотеки аппаратного обеспечения

Вставьте диск 1 в DVD-дисковод и следуйте указаниям.

Это содержимое может установить любой пользователь, у которого есть права на копирование информации на компьютер.



Установка библиотеки программного обеспечения

Вставьте флеш-карту в USB-разъем и следуйте указаниям.

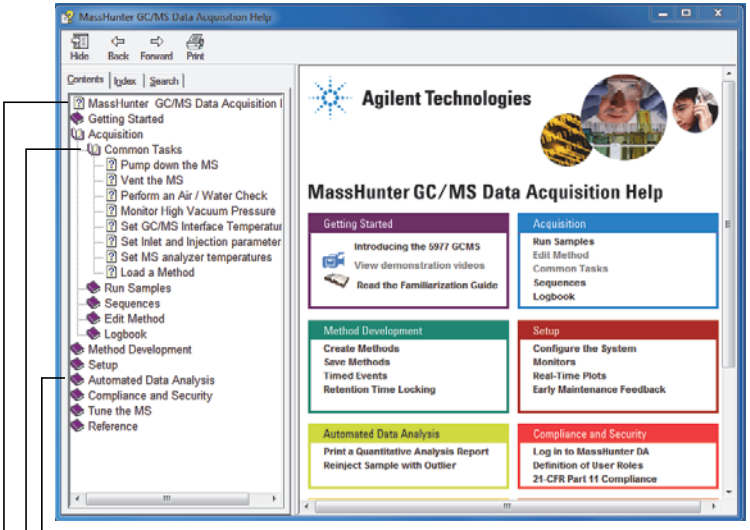
Это содержимое может установить любой пользователь, у которого есть права на копирование информации на компьютер.

Подробнее о том, как установить эту информацию на компьютер, и краткое изложение некоторых из документов, имеющихся на носителях, см. в кратком руководстве по началу работы **Agilent 5977 Series MSD System Quick Start** (**G3870-90103**).

Использование файлов онлайн-справки по MassHunter

Файлы онлайн-справки содержат обширную информацию и обучающие материалы по управлению прибором, сбору данных, анализу данных, методам, заданию последовательностей, регулировке, устранению неполадок, использованию системных команд и переменных.

Чтобы получить доступ к онлайновой справке, выберите разделы **справки** в меню **Справка** любого окна или нажмите кнопку **Справка** в любом диалоговом окне.



Значки справки

Указывает книгу, содержащую дополнительные разделы справки. Чтобы открыть книгу, дважды щелкните ее.

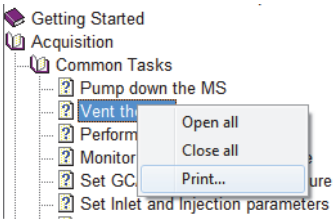
Указывает открытую книгу с разделами справки. Чтобы закрыть открытую книгу, дважды щелкните ее.

Указывает раздел справки. Чтобы перейти к разделу справки, щелкните его.

Элемент	Описание
Скрыть/ Показать	Включение или выключение отображения списка разделов справки.
Назад	Возврат к предыдущему разделу справки.
Печать	текущей книги или раздела справки.
Содержание	Отображение списка разделов справки.
Указатель	Поиск в указателе справки определенного раздела с помощью ключевых слов.
Поиск	Отображение всех разделов онлайн-справки, которые содержат введенное слово или фразу.

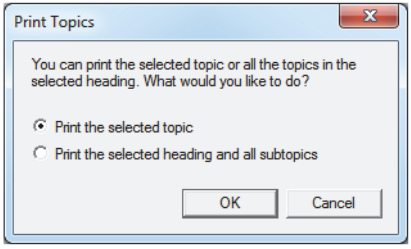
Печать отдельного раздела справки:

1 Выделите раздел, который нужно распечатать (например, **Вентиляция МСД**).



2 Щелкните правой кнопкой мыши и выберите **Печать...**.

3 Выберите **Печать выбранного раздела** и нажмите кнопку **OK**.



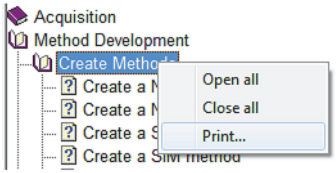
4 Убедитесь, что принтер выбран, и нажмите кнопку **Печать**.

5 Информация, содержащаяся в этом отдельном разделе, распечатается. Связанные с ним разделы не распечатаются.

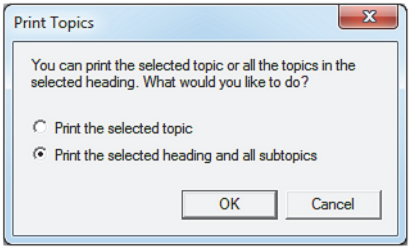
Печать всех разделов книги сразу:

1 Выделите книгу, которую нужно распечатать (например, **Создание методов**).

2 Щелкните правой кнопкой мыши и выберите **Печать...**.



3 Выберите **Печать выбранного заголовка и всех подразделов** и нажмите кнопку **OK**.



4 Убедитесь, что принтер выбран, и нажмите кнопку **Печать**.

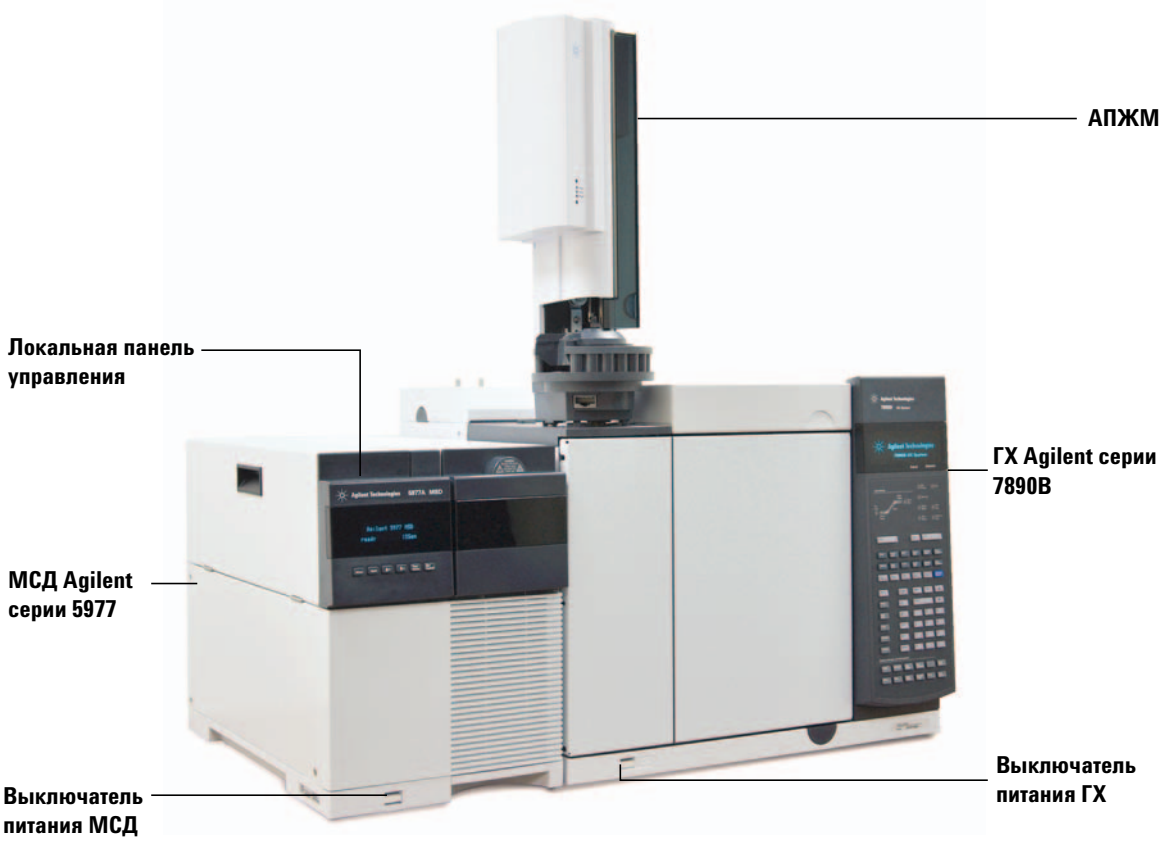
5 Распечатается информация, содержащаяся во ВСЕХ разделах под заголовком выбранного раздела. В данном случае будут распечатаны все разделы под заголовком **Краткий справочник по командам печати**, т. е. около 26 страниц информации.

Примечание

Даже если курсор установлен на отдельный раздел данной книги (скажем, на **Команды регулировки**), то при выборе команды **Печать всех разделов** все равно будет получена копия всех разделов под этим заголовком, а не только разделов, расположенных ниже раздела, выбранного в списке.

Аппаратное обеспечение

Система МСД Agilent серии 5977 с ГХ Agilent 7890B



Клавиатура для ГХ Agilent серии 7890

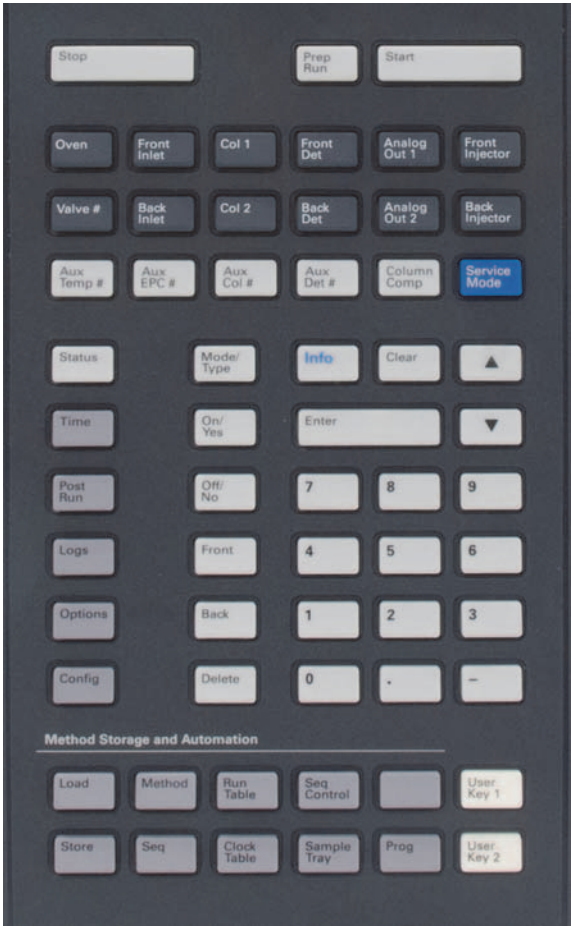
Программа MassHunter Data Acquisition обеспечивает управление прибором ГХ Agilent серии 7890. Поэтому прибор можно запрограммировать, используя эту программу вместо клавиатуры ГХ. Однако иногда, возможно, потребуется воспользоваться клавиатурой, чтобы быстро получить доступ к следующим функциям.

Клавиши выполнения анализа

Клавиши компонентов ГХ

Вспомогательные клавиши

Клавиши для сохранения и автоматизации методов



Общие клавиши для ввода данных

График обслуживания

Подробные задачи технического обслуживания описаны в руководствах по оборудованию, прилагаемых к системе. Периодичность выполнения технического обслуживания системы может меняться в зависимости от системы. Компания Agilent рекомендует следующее:

Ежедневно

- ❒ Проверьте и при необходимости замените септу.
- ❒ Проверьте герметичность лайнеров каналов ввода.
- ❒ Проверьте затяжку гаек колонок.
- ❒ Проверьте газовые баллоны и замените их, если манометрическое давление ниже 500 фунт/кв. дюйм.

Каждую неделю

- ❒ Проверьте уровень жидкости форвакуумного насоса, если применяется.
- ❒ Замените лайнеры каналов ввода и уплотнительные кольца.
- ❒ Проверьте встроенные газовые фильтры и при необходимости замените.

Каждый месяц

- ❒ Очистите канал ввода с/без деления потока вентиляционной линии.
- ❒ Проверьте на утечки (канал ввода, соединения колонок).

Каждые 6 месяцев

- ❒ Замените жидкость форвакуумного насоса, если он применяется.
- ❒ Проверьте и при необходимости пополните виалы с калибровочным материалом.

Каждый год

- ❒ Проверьте и при необходимости замените жидкость диффузионного насоса.
- ❒ Восстановите или замените внутренние и наружные ловушки и химические фильтры на ГХ.

При необходимости

- ❒ Настройте МСД.
- ❒ Очистите ионный источник.
- ❒ Замените ловушку газа-носителя.
- ❒ Замените изношенные детали (нити накала, электронный множитель и т. д.).
- ❒ Замените колонку.
- ❒ Смажьте сальники.

Предупреждения, касающиеся безопасности

Предупреждение

Не проводите техническое обслуживание включенного или подсоединенного к источнику питания МСД, если на то нет специальных указаний в документации, прилагаемой к МСД.

Интерфейс ГХ/МСД может оказаться включенным и нагретым до опасно высокой температуры, даже если МСД выключен. После выключения интерфейс ГХ/МСД остывает очень медленно. Убедитесь, что все детали остыли, прежде чем прикасаться к ним.

Будьте осторожны при работе сзади ГХ. Во время циклов охлаждения ГХ выпускает горячий воздух, который может вызвать ожоги.

В случае анализа токсичных химикатов или использования токсичных разбавителей выводите выхлопы насоса из лаборатории с помощью шланга. Имейте в виду, что маслоуловители, поставляемые вместе со стандартными форвакуумными насосами, задерживают только масло форвакуумного насоса, но не улавливают и не отфильтровывают токсичные химикаты.

При замене жидкости насоса надевайте химически стойкие перчатки и защитные очки. Избегайте любых контактов с жидкостью.

Изоляция каналов ввода, детекторов, клапанной коробки и изоляционных колпачков выполнена из огнеупорного керамического волокна. Не вдыхайте частицы огнеупорного керамического волокна. Проветривайте рабочее пространство, надевайте одежду с длинными рукавами, перчатки, защитные очки и одноразовый респиратор. Выбрасывайте изоляцию в закрытом пластиковом пакете. После работы с керамической изоляцией помойте руки с мылом под холодной водой.

Советы по эксплуатации

- ***Регулярно*** выполняйте резервное копирование данных и методов.
- Проверяйте, что используемый файл регулировки подходит для анализируемых проб.
- Сохраняйте отчеты о регулировке в блокноте для последующего использования.
- Проводите техническое обслуживание системы в соответствии с указаниями в документации по оборудованию ГХ и МСД. Ведите учет всего проводимого технического обслуживания.
- При выполнении вентиляции МСД пользуйтесь случаем для проведения технического обслуживания на холодном ГХ, например для замены лайнеров каналов ввода, септы и т. д.
- После откачки подождите ***не менее двух часов***, пока МСД достигнет теплового равновесия, прежде чем выполнять регулировку или собирать данные.
- Обычно оптимальная чувствительность достигается при скорости потока через колонку не более 1,2 мл/мин.
- Когда вводите объемы более 1 мл, используйте импульсный режим без разделения и повышайте начальную температуру термостата до 10–20 °C.
- При вводах без разделения импульсный режим без разделения обеспечивает передачу большего количества пробы в колонку. Обычно импульсное давление в два раза выше начального давления канала ввода.
- В большинстве случаев выбор режима **постоянного потока** обеспечит наиболее эффективное разделение.
- Если используется новая колонка, то после нескольких первых циклов температуры термостата проверьте, чтобы гайки колонки остались затянутыми.

- С помощью кнопок [**Config**] [**Status**] на клавиатуре ГХ Agilent серии 7890 задайте отображение трех наиболее важных для вас элементов (например, **оставшееся время**, **температура термостата** и т. д.). После этого они всегда будут на виду вне зависимости о того, какой из режимов просмотра ГХ/МСД MassHunter Data Acquisition активен.
- Сполосните и пополните виалы для промывки АПЖМ. Не добавляйте слишком много растворителя в частично заполненные виалы.
- Используйте следующую таблицу для справки по сбору данных в режиме SIM и/или сканирования.

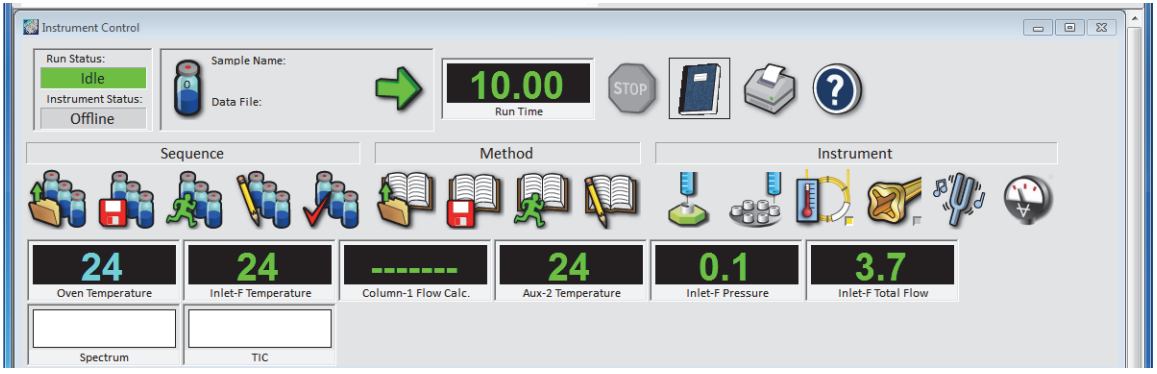
Задача	Режим
Анализ смеси с неизвестными компонентами.	Сканирование или SIM/Сканирование
Анализ смеси с известными компонентами в неизвестных количествах (количественное определение).	Сканирование или SIM, или SIM/Сканирование
Выявление наличия в смеси нескольких неизвестных соединений с низким уровнем содержания.	SIM

- При выборе масс для SIM используйте точную массу, напечатанную в табличном отчете, а не номинальную массу, указанную на отображении спектра. Это даст более точные данные.
- При выполнении анализа SIM используйте режим низкого разрешения, если не пытаетесь определить отношения масс, отличающихся на одну а. е. м. Низкое разрешение обеспечивает максимальную чувствительность и повторяемость.
- Выбирайте самый узкий диапазон сканирования, который все еще дает хорошие результаты поиска. Это позволит получить больше спектров по всему пику и улучшить результаты количественного определения.

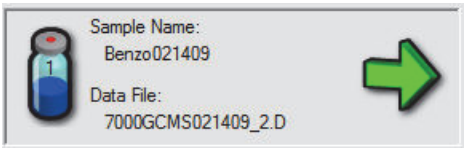
Режим просмотра «Управление прибором»

При запуске программа MassHunter открывается в режиме просмотра управления прибором. Именно здесь задаются и контролируются параметры прибора. Если действует режим просмотра настройки и управления вакуумом, выберите **Вид > Управление прибором**, когда будете готовы настроить систему для сбора данных.

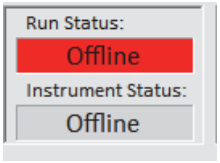
Примечание Подробнее об используемых в программе меню, кнопках и окнах см. в онлайн-справке.



Значки режима просмотра «Управление прибором»



Начать анализ одной пробы
Отображает имя пробы, номер виалы и имя файла данных. Если щелкнуть зеленую стрелку, откроется диалоговое окно «Начать выполнение».



Индикатор состояния сбора данных
Отображает состояние текущего анализа.



Время анализа
Во время выполнения анализа эти часы показывают время, прошедшее с момента начала анализа. В этом случае отсчет времени ведется в сторону увеличения. Запланированное время анализа показано под цифровым табло.

Если анализ не выполняется, эти часы показывают время, прошедшее с момента последнего анализа, как время после анализа. В этом случае отсчет времени ведется в сторону уменьшения.



Стоп
Знак «Стоп» красный, когда анализ выполняется, и серый, когда анализ не выполняется. С помощью этой кнопки можно остановить систему, когда она находится в режиме до, во время или после проведения анализа. Если система находится в режиме проведения анализа, она перейдет в режим после проведения анализа. Если система находится в режиме после проведения анализа, она перейдет в режим ожидания.



Журнал
Отображает меню Журнал.



Печать
Открывает диалоговое окно с такими элементами для печати, как журнал последовательности, текущая последовательность и параметры прибора.



Справка
Вывод на экран справки по режиму просмотра управления прибором и предоставление доступа к остальной части справочной системы.



Загрузить последовательность
Открытие диалогового окна загрузки последовательности.



Сохранить последовательность
Открытие диалогового окна сохранения последовательности.



Выполнить последовательность
Открытие диалогового окна начала последовательности.



Редактировать последовательность
Открытие диалогового окна таблицы последовательности.



Моделировать последовательность
Проверяет последовательность.



Загрузить метод
Открытие диалогового окна загрузки метода.



Сохранить метод
Сохраняет текущий метод.



Выполнить метод
Открытие диалогового окна начала анализа.



Редактировать сведения о методе
Открытие диалогового окна сведений о методе, в котором можно ввести комментарий к методу, выбрать сохранение копии метода с данными или без данных, указать выполняемые разделы метода.



Типы каналов ввода/инжекций
Открытие диалогового окна параметров каналов ввода и инжекции. Позволяет выбрать канал ввода и источник инжекции. В этом диалоговом окне также можно выбрать, запущен ли МС.



Параметр АПЖМ
Позволяет редактировать параметры АПЖМ в диалоговом окне «Правка параметров ГХ».



Пробоотборник CTC
Задание параметров автоматического отбора пробы для пробоотборника CTC.



Параметры ГХ
Редактирование параметров ГХ Agilent 7890A.



Параметры МС
Позволяет редактировать параметры МС. Цвет индикатора состояния в нижнем правом углу определяется цветом индикаторов на панели состояния МС.



Параметры настройки

Позволяет настраивать МС.

- **Настроить масс-селективный детектор** — полная автонастройка.
- **Быстрая настройка** регулирует ширину пиков, назначение массы и интенсивность, не изменяя соотношение ионов.
- **Ручная регулировка** — правка файла регулировки вручную.



Управление вакуумом

Позволяет проводить откачку или напуск газа в анализатор.

Общие задачи MassHunter

Перед включением МСД

Проверьте следующее ***перед*** включением и эксплуатацией МСД.

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

Предупреждение

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

Предупреждение

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя прочтите руководство по мерам предосторожности при работе с водородом.

Предупреждение

Перед запуском и откачкой МСД убедитесь, что соблюдены все условия, перечисленные в разделе «Перед включением МСД» на стр. 22. Несоблюдение этого условия может привести к травме.

Предупреждение

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя прочтите руководство по мерам предосторожности при работе с водородом.

Откачка МСД в режиме ЭУ

1. Снимите верхнюю крышку анализатора.
2. Закройте клапан вентиляции, повернув ручку по часовой стрелке.



3. Вставьте шнур питания МСД.
4. Нажмите кнопку **подачи питания**, расположенную спереди МСД.
5. Слегка нажмите на боковую панель, чтобы обеспечить надлежащую герметичность. Нажмите на металлическую коробку на боковой панели.

   Форвакуумный насос начнет издавать булькающий звук. Этот звук должен прекратиться в течение минуты. Если звук не прекращается, значит, в системе ***большая*** утечка воздуха, возможно через уплотнитель боковой панели, гайку колонки интерфейса или вентиляционный клапан.

6 Запустите программу MassHunter Data Acquisition.

7 В режиме просмотра управления прибором выберите **Прибор > Управление вакуумом MS**, чтобы открыть диалоговое окно управления вакуумом.

8 В диалоговом окне управления вакуумом нажмите кнопку **Откачка** и следуйте подсказкам системы.

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

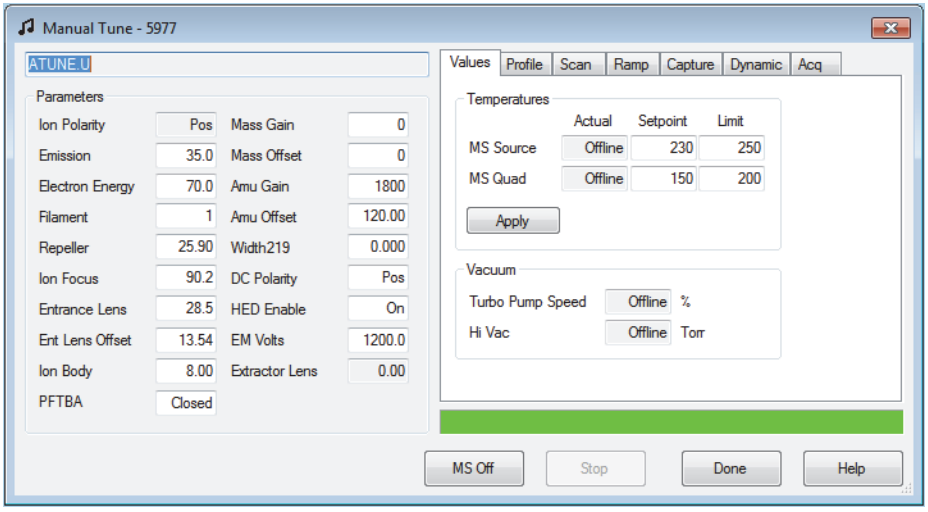
После появления сообщения **ОК для выполнения** подождите два часа, пока МСД достигнет теплового равновесия. Данные, собранные прежде, чем МСД достигнет теплового равновесия, могут оказаться невоспроизводимыми.

Вентиляция МСД

1 В режиме просмотра управления прибором выберите **Инструмент > Параметры ГХ**, чтобы открыть диалоговое окно правки параметров ГХ. Выберите **Термостат** и установите значение комнатной температуры термостата. Также выберите **Доп. нагреватели (Линия передачи МСД)** и **Порт** и установите эти температуры равными комнатной температуре. Нажмите кнопку **ОК**, чтобы закрыть диалоговое окно и отправить эту температуру в ГХ.

2 В режиме просмотра управления прибором выберите **Прибор > Редактировать параметры регулировки**, чтобы открыть диалоговое окно ручной регулировки.

3 Откройте вкладку **Значения**, установите температуру источника МС и квадрупольного фильтра МС равной температуре окружающей среды (комнатной температуре) и нажмите кнопку **Применить**, чтобы загрузить эти настройки в МСД.



Предупреждение

При использовании водорода в качестве газа-носителя поток газа-носителя должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя прочтите руководство по мерам предосторожности при работе с водородом.

Внимание

Прежде чем перекрыть поток газа-носителя, убедитесь, что термостат ГХ и интерфейс ГХ/МСД холодные, во избежание повреждения колонки.

4 В режиме просмотра управления прибором выберите **Прибор > Управление вакуумом MS**, чтобы открыть диалоговое окно управления вакуумом.

5 Снимите крышку окна анализатора, чтобы получить доступ к вентиляционному клапану.

6 Нажмите кнопку **Вентиляция**, чтобы начать автоматическое выключение МСД. Следуйте инструкциям, появляющимся на экране.

7 По запросу поверните ручку вентиляционного клапана против часовой стрелки ***только*** на 3/4 оборота или до тех пор, пока не послышится шипящий звук воздуха, поступающего в анализатор.

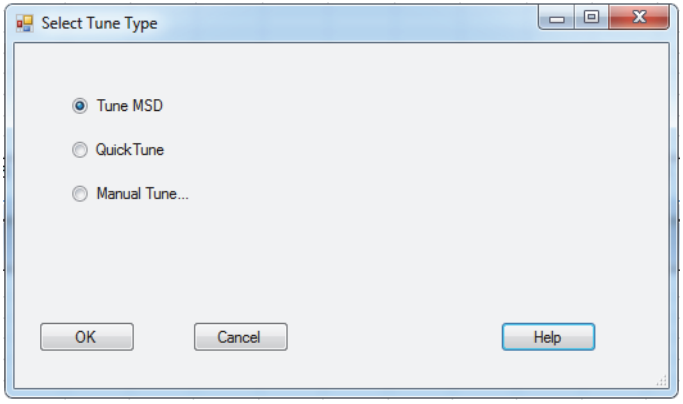


Не поворачивайте ручку слишком далеко, это может привести к выпадению кольцевого уплотнителя из паза. Прежде чем выполнять откачку, обязательно закройте вентиляционный клапан.

Настройка МСД в режиме ЭУ

1. Загрузите метод, который будет использоваться для сбора данных.
2. В режиме просмотра управления прибором щелкните значок **Параметры МС**, чтобы открыть диалоговое окно **Quadrupole Method Editor**, и убедитесь, что в области файлов регулировки загружен правильный файл регулировки. Для большинства приложений хорошие результаты дает файл регулировки **ATUNE.U** (Автонастройка). Файл настройки **STUNE.U** (Стандартная настройка) не рекомендуется, поскольку может приводить к снижению чувствительности.
3. Для выбора другого файла регулировки нажмите кнопку **Обзор**, чтобы открыть диалоговое окно выбора файла регулировки. В области **Настройки** появятся важные параметры выбранного файла регулировки.

   Файл регулировки должен соответствовать типу ионного источника в анализаторе. При использовании ионного источника ЭУ выберите файл настроек, созданный для данного источника.
4. Щелкните значок **Регулировка МС**, чтобы открыть диалоговое окно выбора типа регулировки.



5 Выберите **Настроить МСД**, чтобы выполнить полную автонастройку, или **Быстрая регулировка**, чтобы настроить ширину пика, назначение массы и интенсивность без изменения соотношения ионов. Или же выберите **Ручная настройка**, чтобы открыть диалоговое окно ручной настройки и графики для редактирования вручную файла настройки.

6 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы закрыть диалоговое окно и запустить настройку. Если температура МСД нестабильна, система предложит подождать или игнорировать ожидание, нажав **Игнорировать**.

7 Дождитесь завершения настройки и создания отчета.

8 Чтобы оценить результаты настройки, выберите пункт **Проверить настройку** в меню **Контрольная проверка**.

Чтобы просмотреть историю результатов настройки, в режиме просмотра управления прибором выберите **Контрольная проверка > Просмотреть предыдущие настройки...**

Чтобы настроить МСД вручную или выполнить особые автоматические настройки, выберите **Вид > Настройка и управление вакуумом**. Для получения дополнительных сведений о настройке см. руководства и интерактивную справку к программному обеспечению MassHunter Data Acquisition.

Настройка системы для данных ГХ и МС

1 Установите параметры канала ввода и инжекции и убедитесь, что флажок **Использовать МС** установлен.

2 Выберите **Прибор > Параметры ГХ**, чтобы открыть диалоговое окно правки параметров ГХ.

3 На вкладке **Конфигурация** выберите вкладку **Разное**.

4 Убедитесь, что для параметра **Тип доп. модуля температуры** установлено значение **Линия передачи МС**.

5 Откройте вкладку **Колонки** и убедитесь, что для колонки, присоединенной к МС, в пункте **Выходное** выбрано значение **Вакуум**.

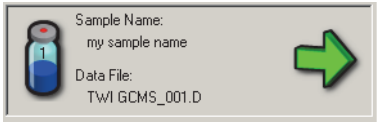
6 Если были внесены какие-либо изменения, нажмите кнопку **ОК**, в противном случае нажмите кнопку **Отмена**, чтобы оставить метод без изменений.

Выполнение анализа одной пробы

1. Выберите **Метод > Загрузить метод** или щелкните значок **Загрузить метод**, чтобы открыть диалоговое окно поиска папки.
2. Выберите файл метода для выполнения этого сбора данных и нажмите кнопку **OK**.
3. Выберите **Метод > Выполнить метод** или щелкните большую зеленую стрелку на панели управления прибором, чтобы открыть диалоговое окно Начать выполнение.
4. В диалоговом окне Начать выполнение введите Имя файла данных. Введите сведения в поля Наименование пробы и Разная информация, которые необязательны для сохранения в файле данных. Введите Количество пробы, множитель и местоположение для виалы с номером Номер виалы в лотке АПЖМ.

   Если используется АПЖМ Agilent 7693 с установленным лотком G4515A BCR, то необходимо ввести значение в поле Требуется штрихкод. Если значение штрихкода не указывается, введите строку **Выкл.** без учета регистра, чтобы отключить считывание несуществующего штрихкода.
5. В окне Разделы метода для выполнения выберите **Сбор данных**.
6. Нажмите кнопку **OK и выполнить метод**.

   Номер виалы, наименование пробы и имя файла данных отобразятся в окне выполнения анализа пробы, а время выполнения появится над общим временем выполнения в окне Время выполнения. Окно состояния в верхнем левом углу покажет, что система находится в состоянии, предшествующем выполнению анализа. После введения пробы это состояние сменится состоянием выполнения анализа. Значки на панели Управление прибором станут неактивными, и все элементы управления прибором, кроме значка Остановить выполнение, будут отключены до тех пор, пока не завершится выполнение анализа.



Выполнение нескольких автоматических анализов

В этой процедуре используется ранее созданная таблица последовательности.

1. На панели Управление прибором выберите **Последовательность > Загрузить последовательность**, чтобы открыть диалоговое окно Загрузить последовательность
2. Выберите файл последовательности и нажмите кнопку **Открыть**. При необходимости найдите в поле «Просмотреть» каталог, содержащий сохраненную последовательность.
3. Выберите **Последовательность > Выполнить последовательность** или щелкните значок **Выполнить последовательность**, чтобы открыть диалоговое окно Запустить последовательность.
4. Введите комментарий в поле Комментарий к последовательности.
5. Нажмите кнопку **Выполнить последовательность**, чтобы запустить автоматическую последовательность.

Над панелью управления прибором появится желтая полоса, которая показывает состояние последовательности и содержит кнопки, позволяющие редактировать или приостанавливать последовательность. Если во время выполнения анализа пробы выполнить редактирование или приостановить последовательность, то текущий анализ пробы будет доведен до конца, но обработка дальнейших проб станет возможной только после того, как закроется таблица последовательности либо возобновится приостановленная последовательность.

Ввод пробы вручную

В режиме просмотра управления прибором:

1. В меню прибора выберите **Прибор>Типы впускных каналов/вводов**.
2. В диалоговом окне Параметры впускного отверстия и ввода выберите **Вручную** в качестве источника ввода и нажмите кнопку **OK**, чтобы продолжить.
3. На клавиатуре ГХ нажмите [**Prep Run**] (Подготовка к анализу). В результате режим экономии газа-носителя отменится, входной поток достигнет установленного значения, клапан продувки закроется (только в случае ввода без деления потока).
4. Выберите **Метод > Выполнить метод**.
5. Когда откроется диалоговое окно Начать выполнение, укажите сведения о пробе, как описано ниже:
   - ❒ Укажите уникальный путь к данным для пробы.
   - ❒ Укажите уникальное имя файла данных для пробы.
   - ❒ (Необязательно) Заполните поля **ФИО оператора**, **Имя пробы** и **Разная информация**, чтобы задокументировать ввод.
   - ❒ Убедитесь, что пункт **Сбор данных** выбран.
   - ❒ (Необязательно) Выберите пункт **Анализ данных**, если нужно сформировать какие-либо отчеты об анализе данных, указанные в методе.
6. Нажмите кнопку **Выполнить метод**, чтобы начать выполнение анализа. Если температуры стабильные, откроется диалоговое окно подготовки к вводу. В противном случае на экран выводится сообщение «Ожидание готовности ГХ».
7. После того как температуры ГХ стабилизировались (лампа Pre-Run на ГХ горит постоянно), введите пробу и нажмите клавишу [**Start**] (Пуск) на ГХ.

Внимание Не вводите пробу, пока ГХ не будет готов. Иначе получатся несовместимые результаты.

Редактирование метода целиком

Если система настроена для работы с приложением Classic (ChemStation) Drug Analysis, то вместо этой процедуры используйте процедуру, описанную в разделе «Редактирование метода целиком (Drug Analysis)» онлайн-справки.

1. Выберите **Метод > Загрузить метод**.
2. Выберите метод, который нужно использовать во время этого сбора данных, и нажмите кнопку **OK**.

   При загрузке метода в систему, оснащенную МС, программа сравнивает фактические температуры источника/КФМ с заданными значениями, хранящимися в файле регулировки метода. Если разница превышает допустимые три градуса, система запрашивает, загрузить ли эти новые заданные значения.
3. Выберите **Метод > Редактировать метод целиком** или щелкните значок **Редактировать метод целиком**. Откроется диалоговое окно Правка метода.
4. Установите флажок **Информация**, чтобы редактировать в диалоговом окне сведения о методе.
5. Установите флажок **Прибор/Сбор данных**, чтобы выполнить редактирование в следующих диалоговых окнах:
   - Параметры впускного отверстия и ввода.
   - Правка параметров ГХ.
   - Графики в реальном времени для ГХ 7890.
   - Редактор метода МС или МСД.
   - Выберите мониторы.
6. Нажмите **OK**. Какие диалоговые окна будут отображаться, зависит от параметров, выбранных на предыдущих этапах.
7. Если отображается диалоговое окно Сведения о методе, то при необходимости можно ввести комментарий к методу и указать, сохранять ли копию метода вместе с данными. Затем укажите разделы метода для анализа. При выборе раздела метода анализа данных активируется функция Автоматизированный анализ данных. Закончив редактирование, нажмите кнопку **OK**, чтобы отобразить следующее диалоговое окно.

8 Если отобразится диалоговое окно Параметры инжектора и инжекции, установите параметры инжектора и инжекции. Закончив редактирование, нажмите кнопку **OK**, чтобы отобразить следующее диалоговое окно.

9 Если отобразится диалоговое окно Правка параметров ГХ, отредактируйте параметры ГХ. При необходимости щелкните значок **Сигналы**, чтобы отобразить графики данных ГХ в реальном времени, и настройте до четырех сигналов ГХ. Закончив редактирование, нажмите кнопку **OK**, чтобы отобразить следующее диалоговое окно.

10 Если отобразится диалоговое окно Графики в реальном времени для ГХ 7890, выберите для отображения **сигналы ГХ**, исходя из настроек сигналов, выполненных на предыдущем этапе. Закончив редактирование, нажмите кнопку **OK**, чтобы отобразить следующее диалоговое окно.

11 Если отобразится диалоговое окно Редактор методов МС, установите параметры сканирования для МС. Если отобразится диалоговое окно Средство редактирования метода для одиночного квадрупольного МС, установите параметры сканирования для МСД.

   a При необходимости введите на вкладке Редактор методов > Отображение графика в реальном времени требуемые значения, чтобы задать график в реальном времени для данных МС.

   b При необходимости введите значения для планируемых по времени событий на вкладке Редактор методов > Спланированные по времени события.

12 Закончив редактирование, нажмите кнопку **OK**, чтобы закрыть диалоговое окно Редактор методов.

13 Если откроется диалоговое окно Выберите мониторы, переместите нужные мониторы из столбца Доступные мониторы в столбец Выбранные мониторы и после этого нажмите кнопку **OK**.

14 Сохраните метод.

Настройка последовательности

Для настройки последовательности используется таблица последовательности. В каждой строке таблицы последовательности содержатся сведения об анализе одной пробы (одной виалы в случае АПЖМ).

1. Выберите **Последовательность > Правка последовательности** или щелкните значок **Правка последовательности** в панели инструментов, чтобы отобразить таблицу последовательности.
2. Чтобы воспользоваться ранее сохраненной компоновкой столбцов таблицы последовательности, щелкните **Инструменты** и в раскрывающемся списке выберите пункт **Загрузить компоновку столбцов**, чтобы отобразить диалоговое окно Открыть.

   Выберите файл, содержащий правильную компоновку, и нажмите кнопку **Открыть**.
3. Чтобы настроить столбцы, отображаемые в таблице последовательности, щелкните **Инструменты** на панели инструментов таблицы и выберите **Добавить/удалить столбцы**.
4. Если нужно добавить больше проб, чем может вместить текущая таблица, выделите строку в таблице, щелкните раскрывающую стрелку 

и выберите 1 проба, чтобы вставить одну новую пробу, или 5 проб, чтобы вставить 5 новых проб внизу таблицы. Выберите N проб, чтобы указать количество проб, которые нужно добавить в таблицу. Если выбрать пункт Вставить, то в таблицу добавится новая строка над текущей строкой.
5. Измените таблицу последовательности, введя нужные значения для всех параметров, применяемых к каждой пробе.

Если используется АПЖМ Agilent 7693 с установленным лотком G4515A BCR, то необходимо ввести значение в столбце Требуется штрихкод. Если значение штрихкода не указывается, введите строку **Выкл.** без учета регистра, чтобы отключить считывание несуществующего штрихкода.

Чтобы можно было использовать Наложение пробы на АПЖМ и в лотке, в последовательности должен использоваться один метод, в котором определяется наложение пробы для всех проб.

6 Чтобы скопировать с приращением числовое значение из выбранной ячейки во все последующие ячейки, выберите в таблице ячейку и щелкните значок .

7 После завершения нажмите кнопку **OK**, чтобы закрыть таблицу последовательности.

8 Сохраните последовательность.

Использование блокировки времени удерживания

Обзор

Блокировка времени удерживания подразумевает сбор данных для соединения, для которого известно нужное время удерживания при различных значениях давления инжектора в диапазоне заданных значений текущего метода (–20 %, –10 %, номинальное, +10 %, +20 %). Затем оценивается пять результирующих анализов и создается кривая давления/времени удерживания для получения характеристик данного конкретного прибора. Из этой кривой можно рассчитать и сохранить давление, которое приведет к выходу заблокированного соединения в нужное время, так что метод будет выполняться при этом давлении.

Блокировка метода

Эта панель позволяет определить значения давления для калибровок RTL и виалы ALS. Параметры по умолчанию будут точно совпадать с параметрами, используемыми в данный момент для элемента меню. Можно изменить параметры на величину, составляющую ±20 % от заданных значений текущего метода.

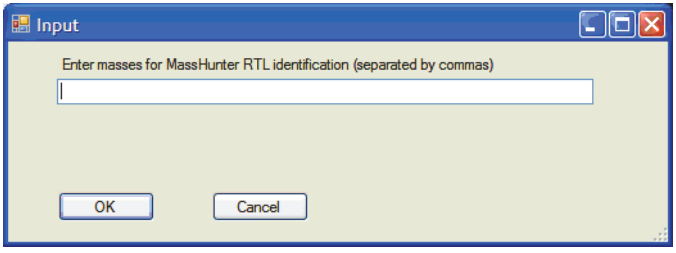
1 Загрузите метод, который требуется заблокировать. При необходимости измените метод.

2 Выберите **Метод > Получить данные калибровки с блокировкой ВУ**. Откроется диалоговое окно с сообщением «В результате этого действия будут собраны 5 файлов данных с отличающимся давлением/потоком. Продолжить?»

3 Нажмите кнопку **Да**.

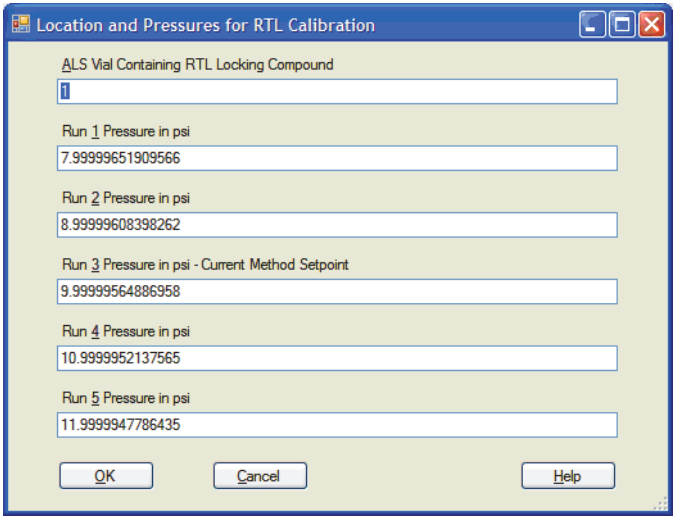
Если загруженный метод уже заблокирован, появится диалоговое окно с предупреждением, что все заблокированные данные будут удалены. Нажмите **Да**, чтобы продолжить и удалить существующую калибровку, или **Нет**, чтобы прекратить повторную калибровку.

4 Нажмите **OK**. Появится запрос «Введите массы для RTL-идентификации MassHunter».



5 При вводе нескольких значений масс разделяйте их запятыми. Нажмите **OK**.

Будет открыто диалоговое окно, в котором можно задать давление и виалу ALS для пяти калибровок RTL. Введите позицию виалы для пробы ALS.



6 Нажмите **OK**.

Откроется диалоговое окно с сообщением «Проба должна быть на месте vial_position», где vial_position — это позиция виалы, введенная на предыдущем шаге.

7 Нажмите кнопку **OK**, чтобы начать анализ.

8 Сбор данных начинается с выполнения очистки (cleanout.d), за которой выполняются пять дополнительных калибровок (rtlock1 — rtlock5), начиная с rtlock1.d. Будет выведено окно сообщения, в котором отображается Время калибровки RTL. Нажмите **OK**.

9 Нажмите **Да**, чтобы сохранить файлы данных блокировки значений калибровки.

10 Примите или измените данные и нажмите **OK**, чтобы ввести блокировку RT для последующих файлов данных.

11 Нажмите **OK**, чтобы сохранить давление блокировки в методе.

Процесс блокировки завершен, когда в строке состояния отображается Калибровка RTL завершена.

12 Сохраните метод.

Разблокирование метода

1. Загрузите метод, который требуется разблокировать.
2. На панели Управление прибором выберите **метод > Разблокировать метод**.
3. В появившемся окне сообщения щелкните **Да**. Флаг блокировки в методе будут удален, и пользователь сможет вручную выполнять регулировку потока через колонку.
4. Сохраните метод с другим именем.

Повторная блокировка метода

1. Загрузите метод, который требуется повторно заблокировать.
2. На панели Управление прибором выберите **метод > Повторная блокировка метода**.
3. По запросу системы введите значения масс, разделяя их запятыми (при вводе нескольких значений). Нажмите **OK**. Будет открыто диалоговое окно, в котором можно задать давление и виалу ALS для пяти калибровок RTL. Введите позицию виалы для пробы ALS.
4. Нажмите **OK**. Откроется диалоговое окно с сообщением «Проба ДОЛЖНА быть на месте 1».
5. Нажмите кнопку **OK**, чтобы начать анализ.
6. Убедитесь, чтоб сбор данных начался и выполняются пять анализов, начиная с rtlock1.d. Убедитесь, что давление в каждом отдельном выполнении было практически постоянным. Будет выведено окно сообщения, в котором отображается Время калибровки RTL. Нажмите **OK**.
7. Появится сообщение с коэффициентами LSTSQFIT. Нажмите **OK**.
8. Нажмите **Да**, чтобы сохранить файлы данных блокировки значений калибровки.
9. Нажмите **OK**, чтобы ввести блокировку RT для последующих файлов данных.
10. Нажмите **OK**, чтобы сохранить давление блокировки в методе.
11. Сохраните метод.

Сообщения об ошибках и устранение неполадок

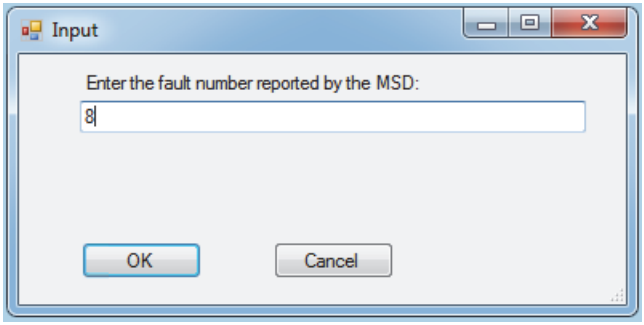
Сообщения об ошибках

Иногда в результате неполадок МСД программа MassHunter будет выводить на экран сообщения об ошибках. Некоторые сообщения об ошибках появляются только во время регулировки. Другие сообщения будут появляться во время регулировки или управления прибором.

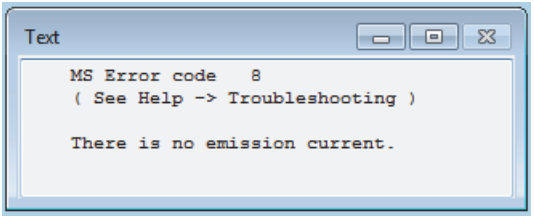
Иногда вместо сообщения будет отображаться только номер. Этот номер представляет одно или несколько сообщений.

Чтобы узнать, какому сообщению об ошибке соответствует номер:

1. Запишите номер.
2. На панели управления прибором выберите **Вид > Настройка и управление вакуумом**.
3. Выберите **Состояние > Коды ошибок MS**.
4. Введите код ошибки в поле и нажмите кнопку **OK**.



Отобразится соответствующее сообщение об ошибке.



Советы по устранению неполадок

Ошибка ЛВС МСД

МСД включен, но отображается мигающее сообщение о состоянии «Server not found! Check LAN Connection» (Сервер не найден! Проверьте соединение ЛВС)

Это нормальное состояние при начальном включении МСД. Оно означает, что программа MassHunter Data Acquisition еще не установила связь с МСД. Если мигание продолжится после того, как начнется откачка:

- Связь нарушена из-за временного перебоя питания.
- Плохое соединение между МСД и программой MassHunter Data Acquisition, и/или службой Agilent Bootp, и/или коммутатором/концентратором.
- Адреса MAC и IP для МСД неправильно сконфигурированы в службе Agilent Bootp для ЛСВ.

Повышение базовой линии

- Унос фазы.
- Другое загрязнение.

Давление предварительной откачки или вакуумного коллектора слишком высокое

- Чрезмерный поток через колонку.
- Утечка воздуха.
- Слишком низкий уровень жидкости в диффузионном насосе.
- Жидкость диффузионного насоса загрязнена.
- Слишком низкий уровень масла в форвакуумном насосе.
- Масло форвакуумного насоса загрязнено.
- Зажат шланг предварительной откачки (это приводит к слишком высокому давлению в вакуумном коллекторе, но слишком низкому давлению предварительной откачки).

Высокий фон в масс-спектрах

- Утечка воздуха.
- Давление предварительной откачки или вакуумного коллектора слишком высокое.
- Другое загрязнение.

Ионы при *м/з* 18, 28, 32 и 44

- Детектор вентилировано недавно (остаточные воздух и вода).
- Утечка воздуха.

Отсутствуют изотопы или неверные отношения изотопов

- Неверная регулировка.
- Загрязнен источник ионов.
- Высокий уровень фона.
- Слишком высокое напряжение электронного умножителя.
- Слишком высокое напряжение отражателя.
- Высокая скорость сканирования (режим сканирования).
- Низкое время выдержки (режим SIM).
- Слишком широкие или слишком узкие пики.
- Входная линза и ионный фокус перевернуты.
- Входная линза, или фокус, или линза экстрактора пересечены.

Нет пиков

- Неверная концентрация пробы.
- Определяемые вещества отсутствуют.
- Шприц отсутствует или установлен неверно (только для АПЖМ).
- Пустая вила для пробы.
- Ввод в режиме с разделением вместо режима без разделения.

Образование растянутого заднего края пиков

- Активные участки на пути пробы.
- Слишком долгий ввод.
- Слишком холодный канал ввода.
- Слишком низкий поток через колонку.
- Слишком холодный интерфейс ГХ/МСД или ионный источник.

Пики с плоскими вершинами

- Слишком короткое время задержки растворителя.
- Неверный масштаб отображения.
- Слишком долгий ввод.
- Слишком высокое напряжение электронного умножителя.

Пики с разделенными вершинами

- Неверный метод ввода.
- Слишком долгий ввод.

Несовместимые ширины пиков

- Неверная регулировка.
- В калибровочной виале нет PFTBA и PFDTD.
- Сбой калибровочного клапана.
- Загрязнен источник ионов.
- Изношенный электронный умножитель.
- У МСД не было достаточно времени для достижения теплового равновесия.
- Сильные колебания температуры в лаборатории.

Плохая повторяемость

- Грязная игла шприца.
- Утечка из входного канала.
- Несоответствие лайнера входного канала и размера инжекции.
- Неплотные соединения колонки.
- Колебания давления, потока через колонку и температуры.
- Загрязнен источник ионов.
- Неплотные соединения анализатора.
- Контур заземления.

Плохая чувствительность

- Неверная регулировка.
- Файл регулировки не соответствует типу анализа.
- Неверные температуры.
- Неверная концентрация пробы.
- Утечка из входного канала.
- Неверное отношение деления.
- Слишком короткое время продувки в режиме без разделения.
- Чрезмерное давление в МСД.
- Загрязнен источник ионов.
- Утечка воздуха.
- Детектор работает неправильно.
- Нить накала работает плохо.
- Неверная полярность масс-фильтра.

Дрейф времени удерживания (ВУ)

- Колонка была укорочена (ВУ короче).
- Старая колонка (ВУ короче).
- Активные участки на пути пробы (ВУ длиннее).
- Сокращенный поток через колонку (ВУ длиннее).
- Утечка из канала ввода (ВУ длиннее).
- Изменена начальная температура термостата (увеличена = ВУ короче уменьшена = ВУ длиннее).

Подробнее см. в разделе «Устранение неполадок МСД» онлайн-справки.



Agilent Technologies

© 2013 Agilent Technologies, Inc.



G1701-98115