

MSD serie Agilent 5975

Manuale operativo



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2010

Nessuna sezione del presente manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o con qualsiasi mezzo (inclusa la memorizzazione in un sistema elettronico di reperimento delle informazioni o la traduzione in un'altra lingua) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo quanto stabilito dalle leggi sul diritto d'autore in vigore negli Stati Uniti d'America e in altri Paesi.

Codice del manuale

G3170-94036

Edizione

Terza edizione, febbraio 2010

Sostituisce G3170-94030

Stampato negli USA

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

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Nei limiti consentiti dalla legge, Agilent non concede alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente a questo manuale e a qualsiasi informazione in esso contenuta, incluse tra l'altro le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità per uno scopo specifico. Agilent non sarà responsabile di eventuali errori presenti in questo manuale o di danni incidentali o conseguenti connessi alla fornitura, alle prestazioni o all'uso o di questo documento o di qualsiasi informazione in esso contenuta. In presenza di un accordo scritto stipulato a parte tra Agilent e l'utente, in cui siano previste condizioni di garanzia riguardanti le informazioni contenute in questo manuale in contrasto con le condizioni qui specificate, sono da ritenersi valide le condizioni di garanzia specificate nell'accordo.

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

La dicitura **ATTENZIONE** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe comportare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVERTENZA

La dicitura AVVERTENZA indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe causare gravi lesioni personali o la perdita della vita. In presenza della dicitura AVVERTENZA interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Informazioni sul manuale

Questo manuale fornisce informazioni relative al funzionamento e alla manutenzione del sistema del GC/MSD serie 5975 di Agilent.

1 "Introduzione"

Il capitolo 1 contiene informazioni generali sugli MSD serie 5975, inclusa una descrizione dell'hardware, le avvertenze di sicurezza e le informazioni sulla sicurezza dell'idrogeno.

2 "Installazione delle colonne del GC"

Il capitolo 2 descrive come preparare una colonna capillare da utilizzare con l'MSD, come installarla nel forno GC e collegarla all'MSD utilizzando l'interfaccia GC/MSD.

3 "Funzionamento in modalità EI (a impatto elettronico)"

Il capitolo 3 illustra le operazioni fondamentali, quali l'impostazione delle temperature, il monitoraggio delle pressioni, la calibrazione, la ventilazione e la messa a vuoto. Molte delle informazioni contenute in questo capitolo si applicano anche al funzionamento CI.

4 "Funzionamento in modalità CI (a ionizzazione chimica)"

Il capitolo 4 descrive le operazioni supplementari necessarie per il funzionamento in modalità CI.

5 "Manutenzione generale"

Il capitolo 5 descrive le procedure di manutenzione comuni agli strumenti sia EI che CI.

6 "Manutenzione CI"

Il capitolo 6 illustra le procedure di manutenzione valide solo per gli MSD CI.

A "Teoria della ionizzazione chimica"

L'appendice A è una panoramica della teoria della ionizzazione chimica.

Informazioni online per l'utente

Oggi la documentazione Agilent sullo strumento è tutta a portata di mano.



Il DVD Instrument Utilities fornito con questo strumento offre una raccolta completa di guide online, video e libri relativi ai gascromatografi Agilent **7890A GC**, **7820A GC**, **6890N**, **6850**, **GC/MS serie 5975** e all'**ALS 7693A** e **7683B**. Sono incluse le versioni localizzate delle informazioni di cui si ha maggiore necessità, quali:

- Documentazione introduttiva
- Guide sulla conformità e la sicurezza
- Lista di controllo per la preparazione del laboratorio
- Informazioni relative all'installazione
- Manuali operativi
- Informazioni relative alla manutenzione
- Informazioni dettagliate per la risoluzione dei problemi

Sommario

1 Introduzione

MSD serie 5975 10

Abbreviazioni utilizzate 11

Rivelatore a selezione di massa serie 5975 13

Descrizione hardware MSD CI 15

Importanti avvertenze di sicurezza 17

Sicurezza dell'idrogeno 19

Precauzioni sull'utilizzo del GC 19

Certificazioni di conformità e sicurezza 24

Pulizia/Riciclaggio del prodotto 27

Versamento di liquidi 27

Spostamento o stoccaggio dell'MSD 27

2 Installazione delle colonne del GC

Colonne 30

Riconfigurare una colonna GC 6850 nel suo supporto 32

Preparare una colonna capillare per l'installazione 37

Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless 39

Condizionare una colonna capillare 41

Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD 42

Gascromatografi Agilent 7890A, 7820A e 6890 42

GC 6850 44

3 Funzionamento in modalità EI (a impatto elettronico)

Gestione dell'MSD dal Data System 49

Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP) 49
Modalità operative 49
Messaggi di stato dell'LCP 51
ChemStation Loading <timestamp> 51
Executing <type>tune 51
Instrument Available <timestamp> 51
Loading Method <method name> 51
Loading MSD Firmware 51
Loading OS 52
<method> Complete <timestamp> 52
Method Loaded <method name> 52
MS locked by <computer name> 52
Press Sideplate 52
Run: <method> Acquiring <datafile> 52
Per visualizzare lo stato del sistema durante l'avvio 52
Menu dell'LCP 53
Interfaccia GC/MSD EI 56
Prima di attivare l'MSD 58
Procedura di messa a vuoto 59
Controllo delle temperature 59
Controllo del flusso della colonna 60
Ventilazione dell'MSD 61
Visualizzare la temperatura e lo stato di vuoto dell'analizzatore dell'MSD 62
Impostare i monitor della temperatura e dello stato di vuoto dell'MSD 64
Impostare le temperature dell'analizzatore dell'MSD 65
Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD dalla ChemStation 67

Monitorare la pressione del vuoto spinto 69
Misurare la velocità lineare del flusso della colonna 71
Confermare il flusso della colonna 72
Per calibrare l'MSD 73
Verificare le prestazioni del sistema 74
Test a massa elevata (MSD serie 5975) 75
Rimuovere i pannelli dell'MSD 78
Ventilare l'MSD 80
Aprire la camera dell'analizzatore 82
Chiudere la camera dell'analizzatore 85
Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD 89
Spostare o immagazzinare l'MSD 91
Impostare la temperatura dell'interfaccia dal GC 93

4 Funzionamento in modalità CI (a ionizzazione chimica)

Indicazioni generali 96
Interfaccia GC/MSD CI 97
Funzionamento dell'MSD CI 99
Passare dalla sorgente EI alla sorgente CI 100
Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD CI 101
Impostare il software per il funzionamento CI 102
Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente 104
Impostare il flusso del gas reagente metano 107
Utilizzare altri gas reagenti 109
Passare dalla sorgente CI alla sorgente EI 113

Autocalibrazione CI 114

Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano) 116

Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano) 118

Verificare le prestazioni PCI 120

Verificare le prestazioni NCI 121

Monitorare la pressione del vuoto spinto 122

5 Manutenzione generale

Prima di iniziare 126

Manutenzione del sistema a vuoto 131

6 Manutenzione CI

Informazioni generali 138

Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI 139

A Teoria della ionizzazione chimica

Panoramica sulla ionizzazione chimica 144

Teoria della CI positiva 146

Teoria della CI negativa 153

1 Introduzione

MSD serie 5975 10
Abbreviazioni utilizzate 11
Rivelatore a selezione di massa serie 5975 13
Descrizione hardware MSD CI 15
Importanti avvertenze di sicurezza 17
- Molte parti interne dell'MSD presentano tensioni pericolose 17
- Le scariche elettrostatiche costituiscono un pericolo per le componenti elettroniche dell'MSD 17
- Molte parti sono pericolosamente calde 18
- Il raccoglitore per l'olio sotto la pompa principale standard comporta un rischio di incendio 18

Sicurezza dell'idrogeno 19
- Pericoli specifici relativi al funzionamento dei sistemi GC/MSD 20
- Accumulo di idrogeno in un sistema MSD 20
- Precauzioni 22

Certificazioni di conformità e sicurezza 24
- Informazioni 24
- Simboli 25
- Compatibilità elettromagnetica 26
- Certificazione delle emissioni sonore 26

Pulizia/Riciclaggio del prodotto 27
Versamento di liquidi 27
Spostamento o stoccaggio dell'MSD 27

Il presente manuale descrive il funzionamento e la manutenzione ordinaria del Rivelatore a selezione di massa (MSD) serie 5975 di Agilent Technologies.

MSD serie 5975

I dispositivi MSD serie 5975 sono dotati di una pompa di diffusione oppure di una due pompe turbomolecolari (turbo). L'etichetta del numero di serie riporta un codice prodotto (Tabella 1) che indica il tipo di MSD di cui si dispone.

Tabella 1 Pompe a vuoto spinto disponibili

Nome modello	Codice prodotto	Descrizione	Modalità di ionizzazione
5975C TAD VL MSD	G3170A	Pompa a diffusione MSD	Impatto elettronico (EI)
5975C TAD inert MSD	G3171A	MSD turbo standard	Impatto elettronico (EI)
5975C TAD inert XL MSD	G3172A	MSD turbo ad alta efficienza	Impatto elettronico (EI)
5975C TAD inert XL MSD	G3174A	Pompa turbo CI ad alta efficienza di massa	Impatto elettronico (EI) Ionizzazione chimica negativa (NCI) Ionizzazione chimica positiva (PCI)
7820 MSD VL	G3175A	Pompa a diffusione MSD	Impatto elettronico (EI)
7820 MSD	G3176A	MSD turbo standard	Impatto elettronico (EI)

Abbreviazioni utilizzate

Le abbreviazioni contenute nella Tabella 2 vengono utilizzate per descrivere questo prodotto. Per comodità vengono riunite qui.

Tabella 2 Abbreviazioni

Abbreviazione	Definizione
AC	Corrente alternata
ALS	Campionatore automatico per liquidi
BFB	Bromofluorobenzene (calibrante)
CI	Ionizzazione chimica
DC	Corrente diretta
DFTPP	Decafluorotrifenilfosfina (calibrante)
DIP	Iniezione diretta
DP	Pompa a diffusione
EI	Ionizzazione ad impatto elettronico
EM	Moltiplicatore elettronico (rivelatore)
EMV	Tensione moltiplicatore elettronico
EPC	Controllo pneumatico elettronico
eV	Elettronvolt
GC	Gascromatografo
HED	Dinodo ad alta energia (con riferimento al rivelatore e alla sua alimentazione)
id	Diametro interno
LAN	Local Area Network
LCP	Pannello di controllo locale (sull'MSD)
LTM	Bassa massa termica
m/z	Rapporto massa/carica

Tabella 2 Abbreviazioni (segue)

Abbreviazione	Definizione
MFC	Controller del flusso di massa
MSD	Rivelatore a selezione di massa (MSD)
NCI	CI negativa
OFN	Octafluoronaftalene (calibrante)
PCI	CI positiva
PFDTD	Perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxydodecano (calibrante)
PFHT	2,4,6-tris(perfluoroheptyl)-1,3,5-triazina (calibrante)
PFTBA	Perfluorotributilamina (calibrante)
Quad	Filtro di massa a quadrupolo
RF	Frequenza radio
RFPA	Amplificatore di potenza della frequenza radio
Torr	Unità di pressione, 1 mm Hg
Turbo	Turbomolecolare (pompa)

Rivelatore a selezione di massa serie 5975

Il rivelatore a selezione di massa (MSD) serie 5975 è un rivelatore di GC capillare autonomo da utilizzare con il gascromatografo Agilent (Tabella 3). L'MSD presenta:

- Un pannello di controllo (LCP) per il monitoraggio locale e il funzionamento dell'MSD
- Una di tre diverse pompe a vuoto spinto
- Pompa principale rotativa
- Sorgente ionica a ionizzazione elettronica riscaldata indipendentemente dall'MSD
- Filtro di massa a quadrupolo iperbolico riscaldato indipendentemente dall'MSD
- Rivelatore di moltiplicatore elettronico con dinodo ad alta energia (HED)
- Interfaccia GC/MSD riscaldata indipendentemente da GC
- Modalità di ionizzazione chimica (EI/PCI/NCI) disponibili

Descrizione fisica

L'MSD serie 5975 ha forma rettangolare, con un ingombro di circa 42 cm di altezza, 26 cm di larghezza e 65 cm di profondità. Il peso è di 25 kg per la struttura con pompa a diffusione, 26 kg per la struttura con pompa turbo standard e 29 kg per la struttura con pompa turbo ad elevate prestazioni. La pompa principale collegata (rotativa) ha un peso aggiuntivo di 11 kg (pompa standard).

I componenti di base dello strumento sono: struttura/coperchio, il pannello di controllo locale, il sistema per il vuoto, l'interfaccia GC, i componenti elettronici e l'analizzatore.

Pannello di controllo locale

Il pannello di controllo locale consente il monitoraggio e il funzionamento dell'MSD. È possibile calibrare l'MSD, eseguire un metodo o una sequenza e monitorare lo stato dello strumento.

Misuratore di vuoto

L'MSD serie 5975 può essere dotato di un Misuratore di vuoto Micro-Ion. La ChemStation MSD può essere utilizzata per misurare la pressione (vuoto spinto) nel collettore di vuoto. Il funzionamento del controller del misuratore è descritto nel presente manuale.

Il misuratore è ***necessario*** per le operazioni di ionizzazione chimica (CI).

Tabella 3 Modelli e caratteristiche di MSD serie 5975

	Modello			
Caratteristica	**G3170A G3175A**	**G3171A G3176A**	**G3172A**	**G3174A**
Pompa a vuoto spinto	Diffusione	Turbo standard	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza
Flusso ottimale della colonna He mL/min	1	1	da 1 a 2	da 1 a 2
Flusso di gas massimo consigliato mL/min*	1.5	2.0	4.0	4
Flusso di gas massimo, mL/min†	2	2.4	6.5	6.5
Id max colonna	0.25 mm (30 m)	0,32 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Funzionalità CI	No	No	No	Sì
Funzionalità ‡ DIP (terze parti)	Sì	Sì	Sì	Sì

* Flusso totale di gas nell'MSD: flusso di colonna più flusso del gas reagente (se applicabile).

† Degrado previsto delle prestazioni e della sensibilità dello spettro.

‡ Iniezione diretta.

Descrizione hardware MSD CI

La Figura 1 è una panoramica di un tipico sistema GC/MSD serie 5975.

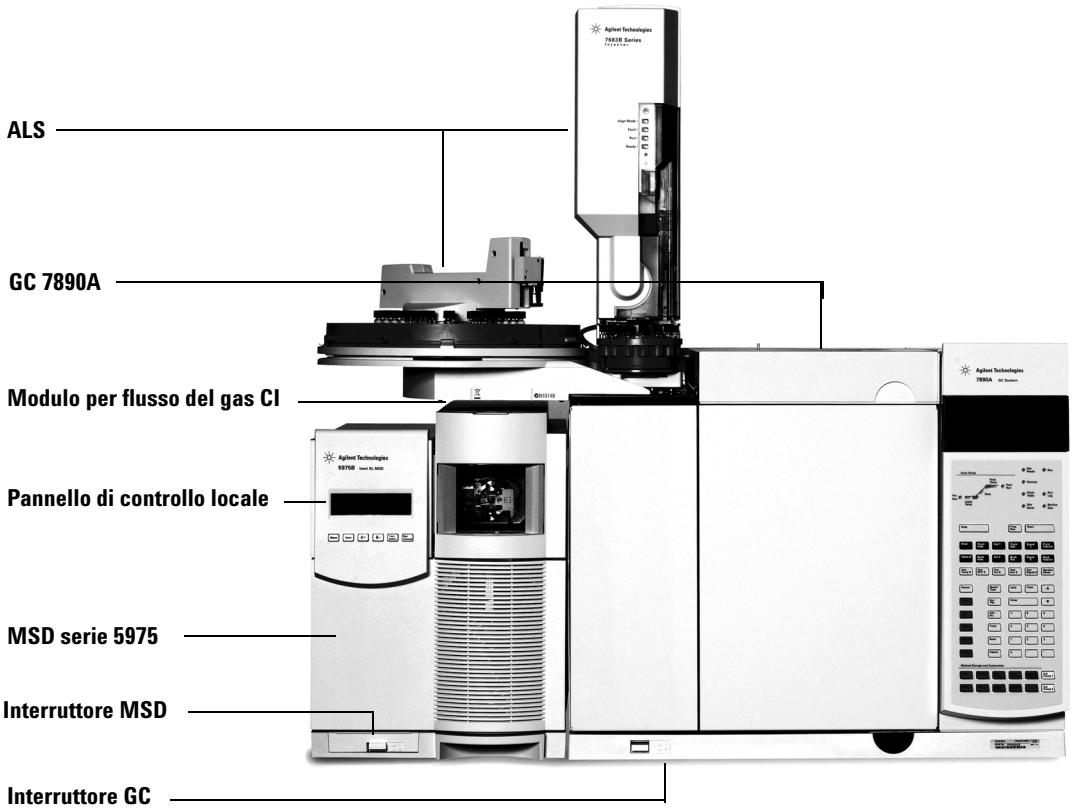


Figura 1 Sistema GC/MSD serie 5975

L'hardware CI consente all'MSD serie 5975 di produrre spettri CI classici di elevata qualità, che includono ioni di addotti molecolari. Possono essere utilizzati numerosi gas reagenti.

In questo manuale, il termine “MSD CI” si riferisce all’MSD G3174A e agli MSD G3172A aggiornati. Inoltre è applicabile, salvo dove indicato diversamente, ai moduli di flusso per questi strumenti.

Il sistema CI serie 5975 aggiunge all’MSD serie 5975:

- Interfaccia GC/MSD EI/CI
- Sorgente ionica CI e guarnizione dell'estremità dell'interfaccia
- Modulo di controllo del flusso di gas reagente
- Alimentatore HED bipolare per il funzionamento PCI e NCI

Viene fornito ed è ***necessario*** un depuratore di gas metano/isobutano. Rimuove ossigeno, acqua, idrocarburi e composti solforati.

Un controller del misuratore del vuoto spinto (G3397A) è ***necessario*** per CI MSD ed è consigliato anche per EI.

Il sistema MSD CI è stato ottimizzato per ottenere la pressione di sorgente relativamente elevata necessaria per CI e allo stesso tempo mantenere il vuoto spinto nel quadrupolo e nel rivelatore. Sigilli speciali lungo il percorso del flusso del gas reagente e aperture di dimensioni molto ridotte nella sorgente ionica mantengono i gas sorgente nel volume di ionizzazione abbastanza a lungo da ottenere le reazioni necessarie.

L’interfaccia CI è dotata di tubazioni speciali per il gas reagente. Un guarnizione isolante a molla è posizionata sull’estremità dell’interfaccia.

Il passaggio tra le sorgenti CI e EI richiede meno di un’ora, anche se è necessaria un’attesa di 1- 2 ore per lo spurgo dei tubi del gas reagente e per eliminare acqua ed altri contaminanti. Il passaggio da PCI a NCI richiede circa 2 ore per il raffreddamento della sorgente ionica.

Importanti avvertenze di sicurezza

È necessario tenere sempre conto di alcune importanti informazioni sulla sicurezza durante l'utilizzo dell'MSD.

Molte parti interne dell'MSD presentano tensioni pericolose

Se l'MSD è collegato a una presa di corrente, anche se il pulsante di alimentazione è spento, esistono comunque tensioni potenzialmente pericolose su:

- Il cablaggio tra il cavo di alimentazione dell'MSD e l'alimentatore CA, l'alimentatore stesso e il cablaggio tra questo e l'interruttore dell'alimentazione.

Quando il pulsante di alimentazione è acceso, sono presenti tensioni potenzialmente pericolose anche su:

- Tutte le schede elettroniche nello strumento.
- I fili e i cavi interni collegati a queste schede.
- I cavi dei riscaldatori (forno, rivelatore, iniettore o comparto delle valvole).

AVVERTENZA **Tutte queste parti sono protette da schermature. Quando la schermatura è posizionata correttamente, dovrebbe essere difficile venire accidentalmente in contatto con parti ad alta tensione. Salvo dove diversamente specificato, non rimuovere mai una schermatura a meno che il rivelatore, l'iniettore o il forno siano spenti.**

AVVERTENZA **Se l'isolamento del cavo di alimentazione è danneggiato o usurato, sostituire il cavo. Consultare i rappresentanti dell'assistenza Agilent.**

Le scariche elettrostatiche costituiscono un pericolo per le componenti elettroniche dell'MSD

Le schede del circuito stampato nell'MSD possono essere danneggiate dalle cariche elettrostatiche. Non toccare le schede se non è strettamente necessario. Se è necessario maneggiarle, indossare un bracciale per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche. Indossare sempre un bracciale con messa a terra quando è necessario rimuovere il pannello laterale destro dell'MSD.

Molte parti sono pericolosamente calde

Molte parti del GC/MSD funzionano a temperature che possono causare gravi ustioni. Queste parti comprendono, tra gli altri:

- Gli iniettori
- Il forno e il suo contenuto
- Il rivelatore
- I dadi della colonna per il collegamento ad un iniettore o rivelatore
- Il comparto delle valvole
- La pompa principale

Lasciare raffreddare sempre le parti del sistema a temperatura ambiente prima di lavorare su di esse. Si raffreddano più rapidamente se la temperatura della zona riscaldata viene impostata sulla temperatura ambiente. Spegnere la parte dopo che ha raggiunto il valore di regolazione. Se è necessario eseguire la manutenzione di parti calde, utilizzare una chiave inglese ed indossare guanti protettivi. Se possibile, raffreddare la parte dello strumento sulla quale si eseguirà la manutenzione prima di iniziare l'operazione.

AVVERTENZA **Prestare la massima attenzione quando si lavora dietro lo strumento. Durante i cicli di raffreddamento, il GC emette scarichi caldi in grado di provocare ustioni.**

AVVERTENZA **La parte isolante attorno agli iniettori, ai rivelatori, al comparto delle valvole e alle coppe di isolamento è costituita da fibre di ceramica refrattaria. Per evitare di inalare particelle di fibre si consiglia di seguire osservare queste misure di sicurezza: ventilare l'area di lavoro, indossare indumenti con maniche lunghe, guanti, occhiali protettivi e una maschera usa e getta. Smaltire il materiale di isolamento in un sacchetto di plastica sigillato. Dopo aver maneggiato il materiale isolante, lavarsi le mani con sapone neutro e acqua calda.**

Il raccoglitore per l'olio sotto la pompa principale standard comporta un rischio di incendio

Tessuti sporchi di olio, tovaglioli di carta e materiali assorbenti simili nel raccoglitore per l'olio possono infiammarsi e danneggiare la pompa e altre parti dell'MSD.

AVVERTENZA **I materiali combustibili (o materiale di drenaggio infiammabile/non infiammabile) posto sotto, sopra o intorno alla pompa principale (rotativa) comportano un rischio di incendio. Mantenere pulito il raccoglitore ma non lasciare materiale assorbente al suo interno.**

Sicurezza dell'idrogeno

AVVERTENZA **L'utilizzo dell'idrogeno come gas di trasporto del GC è potenzialmente pericoloso.**

AVVERTENZA **Quando si utilizza l'idrogeno (H_2) come gas di trasporto o fuel gas occorre tenere presente che il flusso di idrogeno può raggiungere il forno GC con conseguente rischio di esplosione. Pertanto, assicurarsi che l'erogazione sia chiusa finché non sono state effettuate tutte le connessioni e che l'iniettore e i raccordi della colonna del rivelatore siano connessi a una colonna o tappati tutte le volte che l'idrogeno viene erogato allo strumento.**

L'idrogeno è infiammabile. Eventuali fuoriuscite, se costrette in uno spazio chiuso, possono comportare rischi di incendio o di esplosione. In qualsiasi applicazione che utilizzi l'idrogeno, verificare l'assenza di fuoriuscite in ogni connessione, linea e valvola prima di mettere in funzione lo strumento. Disattivare sempre alla fonte l'erogazione di idrogeno prima di lavorare sullo strumento.

L'idrogeno è comunemente utilizzato come gas di trasporto del GC. L'idrogeno è un gas potenzialmente esplosivo e che presenta altre caratteristiche di pericolosità.

- È combustibile in una vasta gamma di concentrazioni. Alla pressione atmosferica, l'idrogeno è combustibile a concentrazioni che variano dal 4 al 74,2% per volume.
- L'idrogeno ha una velocità di combustione superiore a qualsiasi altro gas.
- L'idrogeno è caratterizzato da un'energia di ignizione estremamente bassa.
- Se ha la possibilità di espandersi rapidamente dall'alta pressione l'idrogeno può dar luogo all'autocombustione.
- L'idrogeno brucia con una fiamma non luminosa pressoché invisibile in luce diurna.

Precauzioni sull'utilizzo del GC

Quando l'idrogeno viene utilizzato come gas di trasporto,rimuovere il grande coperchio rotondo in plastica per il tubo di trasferimento dell'MSD posto sul pannello laterale sinistro del GC. Un'improbabile esplosione potrebbe far saltare il coperchio.

Pericoli specifici relativi al funzionamento dei sistemi GC/MSD

L'idrogeno presenta numerosi pericoli, alcuni dei quali sono di carattere generale, altri esclusivi del funzionamento dei sistemi GC o GC/MSD. I pericoli comprendono, tra gli altri:

- Combustione di fuoriuscite di idrogeno.
- Combustione dovuta alla rapida espansione dell'idrogeno da una bombola ad alta pressione.
- Accumulo di idrogeno nel forno GC e successiva combustione (vedere la documentazione del GC e l'etichetta sul bordo superiore dello sportello del forno GC).
- Accumulo di idrogeno nell'MSD e successiva combustione.

Accumulo di idrogeno in un sistema MSD

AVVERTENZA **L'MSD non è in grado di rilevare fuoriuscite nei flussi gassosi dell'iniettore e/o del rivelatore. Per questo motivo, è di vitale importanza che i raccordi delle colonne siano sempre collegati a una colonna o dotati di un cappuccio o di un tappo.**

Tutti gli utenti devono essere al corrente dei meccanismi che possono produrre un'accumulo di idrogeno (Tabella 4) e conoscere le precauzioni da prendere in caso di accertato o sospetto accumulo di idrogeno. Si noti che questi meccanismi valgono per *tutti* gli spettrometri di massa, incluso l'MSD.

Tabella 4 Meccanismi di accumulo dell'idrogeno

Meccanismo	Risultati
Disattivazione dello spettrometro di massa	Uno spettrometro di massa può essere spento deliberatamente, oppure anche accidentalmente a causa di un guasto interno o esterno. Lo spegnimento dello spettrometro di massa non comporta l'interruzione del flusso del gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello strumento.

Tabella 4 Meccanismi di accumulo dell'idrogeno (segue)

Meccanismo	Risultati
Chiusura automatica delle valvole di blocco dello spettrometro di massa	Alcuni spettrometri di massa sono dotati di valvole di blocco automatiche delle pompe di diffusione. In questi strumenti, l'intervento diretto dell'operatore o una serie di guasti possono causare la chiusura delle valvole di blocco. La chiusura della valvola di blocco non comporta l'interruzione del flusso del gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello strumento.
Chiusura manuale delle valvole di blocco dello spettrometro di massa	Alcuni spettrometri di massa sono dotati di valvole di blocco manuali delle pompe di diffusione. In questi strumenti, l'operatore può chiudere le valvole di blocco. La chiusura delle valvole di blocco non comporta l'interruzione del flusso del gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello strumento.
GC spento	Un GC può essere spento deliberatamente oppure anche accidentalmente a causa di un guasto interno o esterno. I GC reagiscono in modi diversi a seconda del tipo. Se viene spento un GC 6890 dotato di EPC (Electronic Pressure Control), l'EPC interrompe il flusso del gas di trasporto. Se il flusso del gas di trasporto **non** è controllato mediante EPC, il flusso cresce fino a raggiungere il livello massimo che può essere superiore a quanto alcuni spettometri di massa sono in grado di smaltire, con conseguente accumulo di idrogeno nello spettrometro di massa. Se lo spettrometro di massa si spegne in quel momento, l'accumulo può avvenire piuttosto rapidamente.
Interruzione di corrente	Se manca la corrente, sia il GC che lo spettrometro di massa si spengono, ma non si interrompe necessariamente anche il flusso del gas di trasporto. Come precedentemente descritto, in alcuni GC linterruzione di corrente può comportare il raggiungimento del livello massimo di gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe accumularsi nello spettrometro di massa.

AVVERTENZA **In presenza di un accumulo di idrogeno nello spettrometro di massa, è necessario rimuoverlo con estrema cautela. L'avvio non corretto di uno spettrometro di massa pieno di idrogeno può provocare un'esplosione.**

AVVERTENZA **Dopo un'interruzione di corrente, lo spettrometro di massa può avviarsi ed iniziare la procedura di messa a vuoto da solo. Tale procedura non garantisce la rimozione completa dell'idrogeno dal sistema o l'eliminazione di qualsiasi rischio di esplosione.**

Precauzioni

Per il funzionamento di un sistema GC/MSD che utilizza l'idrogeno come gas di trasporto è necessario adottare le seguenti precauzioni.

Precauzioni relative all'attrezzatura

È NECESSARIO verificare che la vite del pannello anteriore sia serrata a mano. Non stringere eccessivamente la vite, potrebbe causare fuoriuscite d'aria.

AVVERTENZA **La mancata osservanza delle indicazioni qui fornite relative al fissaggio dell'MSD aumentano notevolmente le possibilità di lesioni alle persone in caso di esplosione.**

Rimuovere il coperchio in plastica sul vetro del pannello anteriore dell'MSD5975. Un'improbabile esplosione potrebbe far saltare il coperchio.

Precauzioni generali di laboratorio

- Evitare fuoriuscite nei tubi del gas di trasporto. Utilizzare attrezzature di controllo per verificare periodicamente che non vi siano fuoriuscite di idrogeno.
- Eliminare dal laboratorio il maggior numero possibile di fonti di accensione (fiamme dirette, dispositivi che possono provocare scintille, fonti di elettricità statica, ecc.).
- Impedire che l'idrogeno contenuto in una bombola ad alta pressione si liberi direttamente nell'atmosfera (pericolo di autocombustione).
- Utilizzare un generatore di idrogeno invece delle bombole di idrogeno.

Precauzioni relative al funzionamento

- Disattivare l'idrogeno alla fonte ogni volta che si spegne lo GC o l'MSD.
- Disattivare l'idrogeno alla fonte ogni volta che si esegue una procedura di ventilazione dell'MSD (non surriscaldare la colonna capillare in assenza di flusso del gas di trasporto).
- Disattivare l'idrogeno alla fonte ogni volta che si chiudono le valvole di blocco dell'MSD (non surriscaldare la colonna capillare in assenza di flusso del gas di trasporto).
- Disattivare l'idrogeno alla fonte in caso di interruzione di corrente.
- Se si verifica un'interruzione di corrente mentre il sistema GC/MSD non è sorvegliato, anche se il sistema si è riavviato da solo:
  1. Disattivare immediatamente l'idrogeno alla fonte.
  2. Disattivare il GC.
  3. Disattivare l'MSD e lasciarlo raffreddare per 1 ora.
  4. Eliminare **tutte** le potenziali fonti di accensione presenti nella stanza.
  5. Aprire il collettore di vuoto dell'MSD all'atmosfera.
  6. Attendere 10 minuti per consentire la dissipazione dell'idrogeno.
  7. Avviare il GC e l'MSD normalmente.

Quando si utilizza l'idrogeno, verificare che non vi siano fuoriuscite nel sistema per evitare rischi di incendio e di esplosione, secondo le normative locali in materia di ambiente, salute e sicurezza. Verificare sempre l'assenza di fuoriuscite dopo aver sostituito un serbatoio o effettuato un intervento ai tubi del gas. Verificare sempre che il tubo di ventilazione sfoghi in una cappa per laboratorio.

Certificazioni di conformità e sicurezza

L'MSD serie 5975 è conforme alle norme di sicurezza indicate di seguito:

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 N. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010–1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010–1
- EuroNorm (EN): 61010–1

L'MSD serie 5975 è conforme alle seguenti normative in relazione alla compatibilità elettromagnetica (EMC) e alle interferenze radio (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Gruppo 1, Classe A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

This ISM device complies with Canadian ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB–001 du Canada.

L'MSD serie 5975 è progettato e realizzato secondo un sistema di qualità registrato sotto ISO 9001.

Informazioni

L'MSD serie 5975 di Agilent Technologies è conforme alle seguenti classificazioni IEC (International Electro-technical Commission): Classe attrezzatura I, Attrezzatura di laboratorio, Categoria installazione II, Grado di inquinamento 2.

L'unità è stata progettata e collaudata in base a standard di sicurezza riconosciuti e creata per l'utilizzo in ambiente chiuso. Se lo strumento viene utilizzato in modalità non previste dalle specifiche del produttore, la protezione fornita dallo strumento potrebbe risultare insufficiente. In caso le protezioni di sicurezza dell'MSD risultino danneggiate, scollegare l'unità da tutte le sorgenti di alimentazione ed assicurarsi che lo strumento non possa più essere utilizzato, nemmeno per errore.

Affidare gli interventi tecnici a personale qualificato. La sostituzione di parti o l'effettuazione di modifiche non autorizzate possono essere pericolose per la sicurezza.

Simboli

Le avvertenze riportate nel manuale o sullo strumento devono essere seguite durante tutte le fasi di funzionamento, manutenzione e riparazione dello strumento. Il mancato rispetto di tali istruzioni costituisce una violazione degli standard di sicurezza di progettazione e uso previsto dello strumento. Agilent Technologies non si assume nessuna responsabilità per la mancata osservanza di queste regole da parte del cliente.

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione che accompagna lo strumento.



Indica una superficie calda.



Indica tensioni pericolose.



Indica la presenza di un terminale a terra.



Indica il potenziale pericolo di esplosione.



Indica il pericolo di radioattività.



Indica il pericolo di cariche elettrostatiche.



Indica che il prodotto elettrico/elettronico non deve essere smaltito tra i rifiuti domestici.



Compatibilità elettromagnetica

L'apparecchiatura è conforme alle normative CISPR 11. Il funzionamento è soggetto alle seguenti due condizioni:

- L'apparecchiatura non deve causare interferenze dannose.
- L'apparecchiatura deve accettare qualunque interferenza ricevuta, comprese le interferenze che possono causare un funzionamento non corretto.

Se l'apparecchiatura causa interferenze dannose alla ricezione radio/televisiva, verificabili mediante spegnimento e accensione dell'apparecchiatura, si consiglia all'utente di adottare una o più delle seguenti misure:

1. Riposizionare la radio o l'antenna.
2. Allontanare l'apparecchiatura dalla radio o dal televisore.
3. Collegare l'apparecchiatura ad una presa di corrente diversa, in modo che la radio o il televisore siano su circuiti elettrici separati.
4. Accertarsi che tutti i dispositivi periferici siano certificati.
5. Accertarsi che vengano utilizzati i cavi appropriati per collegare l'apparecchiatura ai dispositivi periferici.
6. Richiedere l'assistenza del vostro fornitore, di Agilent Technologies o di un tecnico esperto.
7. Cambiamenti o modifiche non approvate espressamente da Agilent Technologies possono invalidare l'autorità dell'utente all'uso dell'attrezzatura.

Certificazione delle emissioni sonore

Pressione del suono

Pressione del suono Lp <70 dB secondo EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

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

Pulizia/Riciclaggio del prodotto

Per pulire l'unità, scollegare il cavo di alimentazione e utilizzare un panno pulito e inumidito. Per il riciclaggio, contattare il rivenditore Agilent locale.

Versamento di liquidi

Non versare liquidi sull'MSD.

Spostamento o stoccaggio dell'MSD

Il modo migliore per garantire il funzionamento ottimale dell'MSD è quello di metterlo a vuoto e mantenerlo caldo, con flusso di gas di trasporto. Se si prevede di spostare o stoccare l'MSD, sono necessarie alcune precauzioni aggiuntive. L'MSD deve rimanere sempre in posizione verticale; per questo motivo è necessaria una particolare attenzione durante lo spostamento. L'MSD non deve essere lasciato a lungo ventilato all'atmosfera.

1 Introduzione

2
Installazione delle colonne del GC

Colonne 30
- Condizionamento delle colonne 30
- Condizionamento delle boccole 31
- Consigli e suggerimenti 31

Riconfigurare una colonna GC 6850 nel suo supporto 32
Preparare una colonna capillare per l'installazione 37
Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless 39
Condizionare una colonna capillare 41
Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD 42

Per poter utilizzare il sistema GC/MSD è necessario prima scegliere, installare e condizionare una colonna GC. In questo capitolo sono descritte le modalità di installazione e condizionamento di una colonna. Per una corretta selezione della colonna e del flusso è indispensabile conoscere il tipo di sistema di vuoto di cui è dotato l'MSD. Sull'etichetta del numero di serie, posta in basso sul pannello laterale sinistro, è riportato il numero del modello.

Colonne

Con l'MSD è possibile utilizzare molti tipi di colonne GC, ma vi sono alcune limitazioni.

Durante la calibrazione o l'acquisizione dei dati la velocità di flusso della colonna nell'MSD non deve superare il flusso massimo consigliato. Pertanto, vi sono limiti alla lunghezza e al flusso della colonna. Il superamento del flusso consigliato avrà come conseguenza il degrado delle prestazioni e della sensibilità dello spettro di massa.

Ricordare che i flussi della colonna variano considerevolmente con la temperatura del forno. Vedere "Misurare la velocità lineare del flusso della colonna" per ulteriori informazioni sulla procedura di misurazione del flusso attuale nella colonna. Utilizzare il software Flow Calculation e la Tabella 5 per stabilire se una data colonna avrà un flusso accettabile con una pressione di mandata realistica.

Tabella 5 Flussi di gas

Caratteristica	G3170A G3175A	G3171A G3176A	G3172A	G3174A
Pompa a vuoto spinto	Diffusione	Turbo standard	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza
Flusso di gas ottimale, mL/min*	1	1	da 1 a 2	da 1 a 2
Flusso di gas massimo consigliato, mL/min	1,5	2	4	4
Flusso di gas massimo, mL/min†	2	2,4	6,5	6,5
Massimo id della colonna	0,25 mm (30 m)	0,32 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)

* Flusso di gas totale nell'MSD = flusso di colonna + flusso del gas reagente (se applicabile).

† Degrado previsto delle prestazioni e della sensibilità dello spettro.

Condizionamento delle colonne



Il condizionamento della colonna prima che sia collegata all'interfaccia GC/MSD è essenziale.

Una piccola parte della fase stazionaria della colonna capillare viene spesso asportata dal gas di trasporto. Questo fenomeno si definisce spurgo della colonna. Lo spurgo della colonna deposita tracce della fase stazionaria nella sorgente ionica dell'MSD, riducendo la sensibilità dell'MSD e rendendo necessaria la pulizia della sorgente ionica.

Lo spurgo della colonna è un fenomeno molto comune nelle colonne nuove o con scarso isolamento in PE reticolato. È molto più grave se vi sono tracce di ossigeno nel gas di trasporto quando la colonna è riscaldata. Per ridurre al minimo lo spurgo, tutte le colonne capillari dovrebbe essere condizionate ***prima*** di essere installate nell'interfaccia GC/MSD.

Condizionamento delle boccole

Riscaldando alcune volte le boccole fino a raggiungere la massima temperatura di funzionamento prima di installarle può ridurne lo spurgo chimico.

Consigli e suggerimenti

- Le procedure di installazione della colonna per gli MSD serie 5975 sono diverse da quelle dei precedenti MSD. La procedura prevista per un altro strumento potrebbe ***non*** essere corretta e danneggiare la colonna o l'MSD.
- È possibile rimuovere le vecchie boccole dai dadi della colonna con un comune spillo.
- Utilizzare sempre un gas di trasporto che sia puro almeno al 99,9995%.
- A causa della dilatazione termica, le boccole nuove possono allentarsi dopo essere state riscaldate e raffreddate alcuni minuti. Verificare che siano ben strette dopo due o tre cicli di riscaldamento.
- Indossare sempre guanti puliti quando si toccano le colonne, soprattutto la parte terminale che verrà inserita nell'interfaccia GC/MSD.

AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, non attivare il flusso del gas prima che la colonna sia installata nell'MSD e che sia stata eseguita la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Se le pompe a vuoto spinto sono spente, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Vedere la "Sicurezza dell'idrogeno".**

AVVERTENZA **Indossare sempre gli occhiali protettivi quando si ha a che fare con le colonne capillari. Fare attenzione a non pungersi con la parte terminale della colonna.**

Riconfigurare una colonna GC 6850 nel suo supporto

Prima di installare un modello 6850, per prima cosa occorre riconfigurarlo per posizionare meglio le estremità della colonna da installare nell'interfaccia GC MSD.

1 Adagiare la colonna (19091S-433E nel kit GC fornito) su una superficie pulita con l'etichetta rivolta verso di sè nella posizione "a ore 12". Si osservi che le estremità di ingresso/uscita della colonna hanno lo stesso orientamento di quando si utilizza un rivelatore GC e l'uscita della colonna è posizionata sul retro (più vicino alla ventola) del supporto della colonna. Vedere la Figura 2.

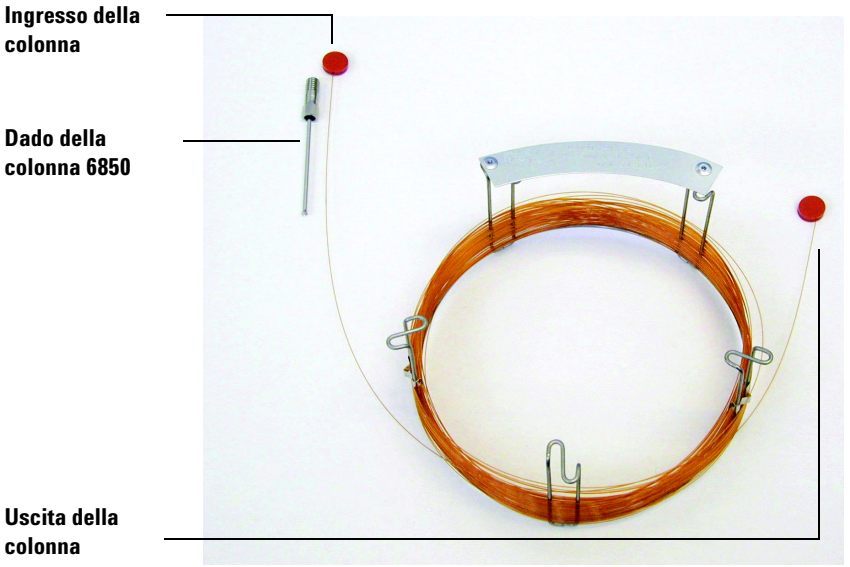


Figura 2 Colonna

2 Rimuovere il tappo del setto dal lato USCITA della colonna e svolgere 2 giri della colonna. Vedere la Figura 3.

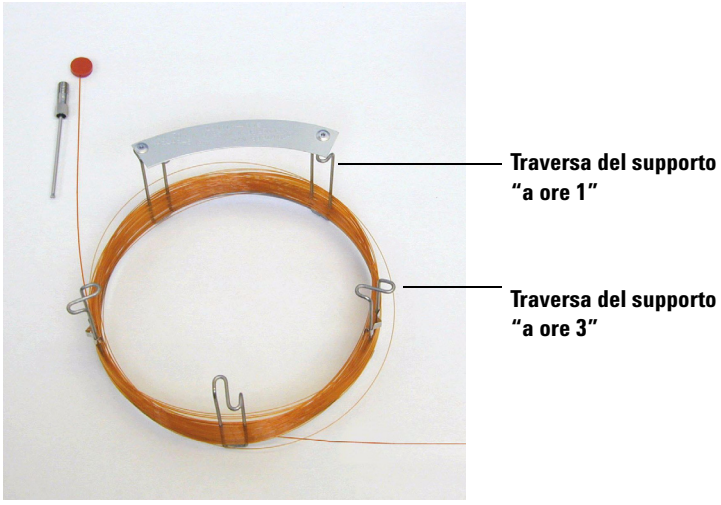


Figura 3 Colonna con 2 giri svolti

3 Collegare tre clip (codice G2630-20890) al supporto della colonna nel seguente modo:

- Collegare una clip sul retro della traversa "a ore 1" della struttura della colonna.
- Collegare due clip sulla parte anteriore della traversa "a ore 3" della struttura della colonna.

Queste clip serviranno ad assicurare il corretto orientamento delle estremità della colonna per poterle inserire nell'iniettore GC e nell'interfaccia MSD.

Vedere la Figura 4.

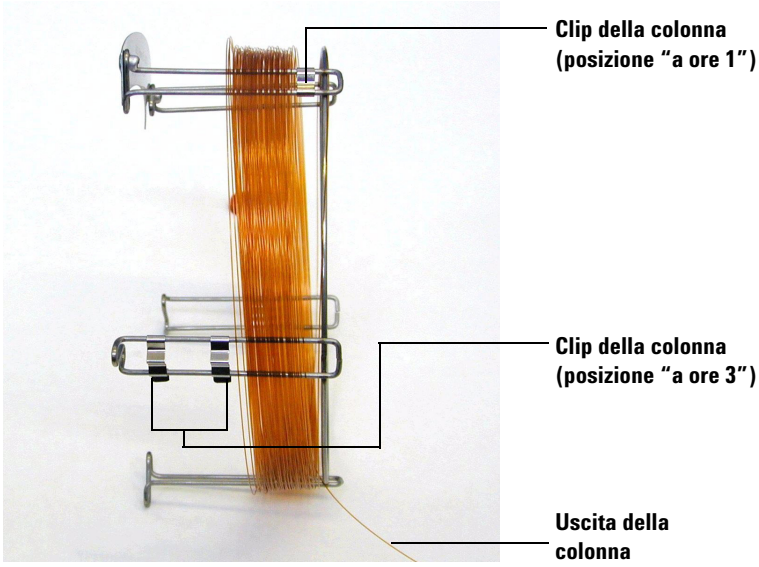


Figura 4 Colonna con clip

4 Far passare il lato di uscita della colonna nella clip posizionata “a ore 1” in modo che l’uscita della colonna sia rivolta verso la parte anteriore della struttura della colonna. Vedere la Figura 5.

ATTENZIONE Fare attenzione a non grattare il rivestimento della colonna.

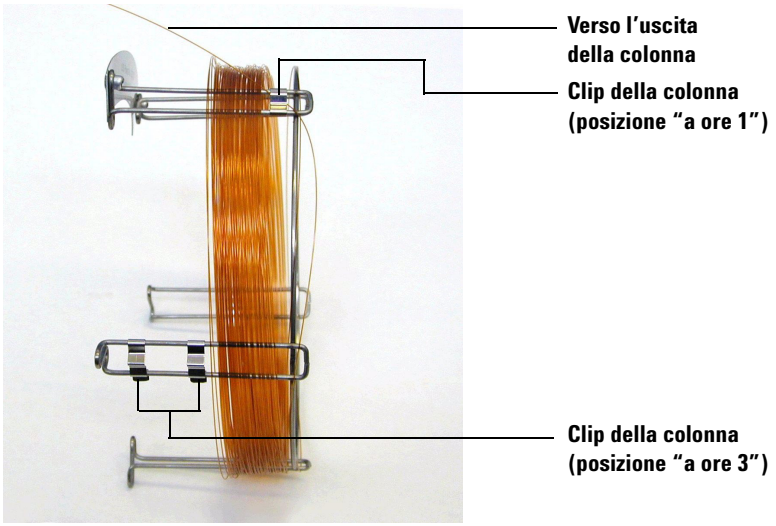


Figura 5 Passaggio della colonna attraverso la posizione "a ore 1"

5 Successivamente, far passare il lato di uscita della colonna nelle clip posizionate "a ore 3" in modo che l'uscita della colonna sia rivolta verso la parte posteriore della struttura della colonna. Controllare che la parte della colonna che si trova tra le due clip NON vada sopra l'etichetta della colonna. Vedere la Figura 6.

ATTENZIONE Fare attenzione a non grattare il rivestimento della colonna.

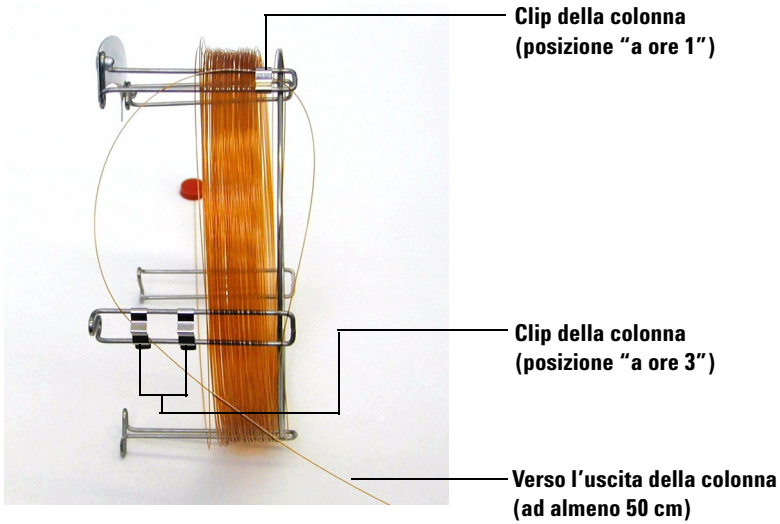


Figura 6 Passaggio della colonna attraverso la posizione “a ore 3”

Devono esserci circa 50 cm della colonna oltre la clip in posizione “a ore 3 ”.

6 Riavvolgere con cura il resto dell’estremità di uscita della colonna intorno alla struttura.

Preparare una colonna capillare per l'installazione

Materiali richiesti

- Colonna capillare
- Tagliacolonne, ceramica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Boccole
  - 0,27 mm di id, per colonne con 0,10 mm di id (5062-3518)
  - 0,37 mm di id, per colonne con 0,20 mm di id (5062-3516)
  - 0,40 mm di id, per colonne con 0,25 mm di id (5181-3323)
  - 0,5 mm di id, per colonne con 0,32 mm di id (5062-3514)
  - 0,8 mm di id, per colonne con 0,53 mm di id (5062-3512)
- Guanti, puliti
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Dado della colonna di ingresso (5181-8830 per il modello 7890A, 7820A e 6890, o 5183-4732 per il modello 6850 Agilent)
- Lente di ingrandimento
- Setto (può essere un setto di ingresso vecchio, già utilizzato)

Procedura

1 Fare scorrere un setto, un dado della colonna e una boccola condizionata sull'estremità libera della colonna (Figura 7). L'estremità conica della boccola deve essere rivolta dall'altra parte rispetto al dado della colonna.

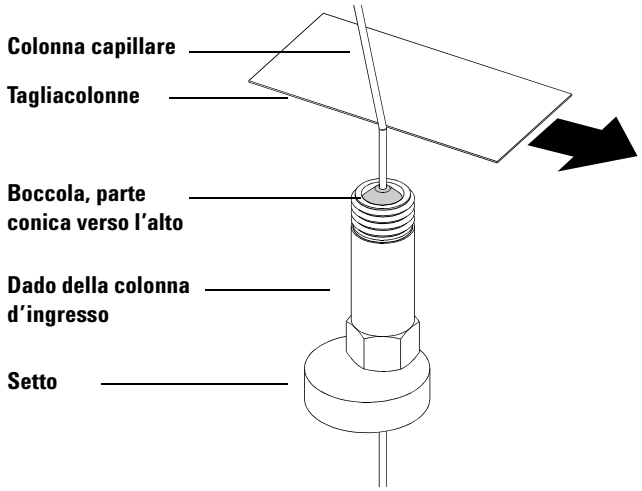


Figura 7 Preparazione di una colonna capillare per l'installazione

2. Utilizzare il tagliacolonne per tagliare la colonna a 2 cm dall'estremità.
3. Incidere l'estremità della colonna. Tenere ferma la colonna contro il tagliacolonne con il pollice. Rompere la colonna contro il bordo del tagliacolonne.
4. Verificare che l'estremità non sia obliqua o irregolare. Se il taglio non è regolare e perpendicolare alla colonna, ripetere i passaggi 2 e 3.
5. Pulire l'esterno dell'estremità libera della colonna con un panno che non si sfilacci impregnato di metanolo.

Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless

Materiali richiesti

- Guanti, puliti
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Righello in centimetri
- Chiave fissa da 1/4”e 5/16” (8710-0510)

Per installare le colonne in altri tipi di iniettori, consultare le informazioni per l’utente del gascromatografo.

Procedura

1 Preparare la colonna per l’installazione (pagina 37).

2 Posizionare la colonna in modo che superi di 4-6 mm l’estremità della boccola (Figura 8).

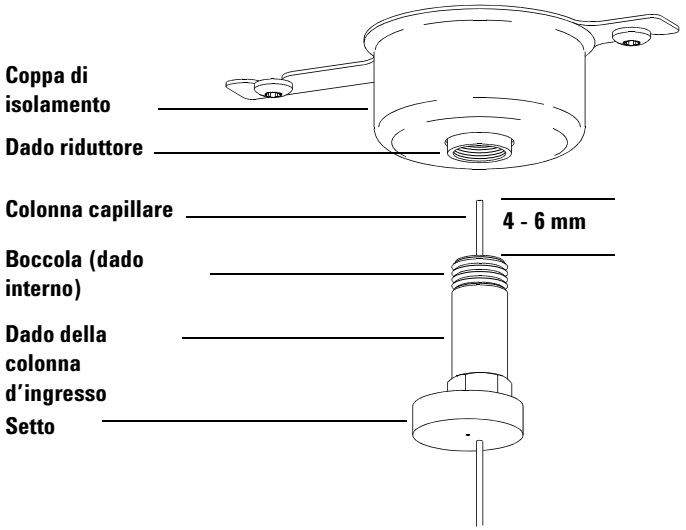


Figura 8 Installazione di una colonna capillare per un iniettore split/splitless

3 Far scorrere il setto per mettere il dado e la boccola nella posizione corretta.

4 Inserire la colonna nell'iniettore.

5 Far scorrere il dado lungo la colonna fino alla base dell'iniettore e stringere il dado manualmente.

6 Regolare la posizione della colonna in modo che il setto sia allo stesso livello della fine del dado.

7 Stringere il dado ancora di 1/4 - 1/2 giro. Dando un leggero colpo alla colonna, non deve spostarsi.

8 Avviare il flusso del gas di trasporto.

9 Verificare il flusso immergendo l'estremità libera della colonna in isopropanolo. Vedere se ci sono bolle.

Condizionare una colonna capillare

Materiali richiesti

- Gas di trasporto, (puro almeno al 99.9995%)
- Chiave fissa da 1/4”e 5/16” (8710-0510)

AVVERTENZA **Non condizionare la colonna capillare con l’idrogeno. L’accumulo di idrogeno nel forno GC può provocare un’esplosione. Se si intende utilizzare l’idrogeno come gas di trasporto, è necessario condizionare prima la colonna con un gas inerte purissimo (almeno al 99,999%) come l’elio, l’azoto o l’argon.**

Procedura



1. Installare la colonna nell’iniettore GC (pagina 39).
2. Lasciare che il gas di trasporto fluisca nella colonna per 5 minuti senza riscaldare il forno GC.
3. Innalzare la temperatura del forno di 5 °C/minuto fino a 10 °C sopra la temperatura massima di analisi.
4. Quando la temperatura del forno supera gli 80 °C, iniettare 5 µL di metanolo nel GC. Ripetere altre due volte a intervalli di 5 minuti. Questa operazione serve a rimuovere l’eventuale contaminazione dalla colonna prima che sia installata nell’interfaccia GC/MSD.

ATTENZIONE Non superare la temperatura massima della colonna nell’interfaccia GC/MSD, nel forno GC o nell’iniettore.

5. Mantenere questa temperatura. Lasciare che il gas di trasporto fluisca per diverse ore.
6. Rimettere il forno GC a una temperatura di standby bassa.

Vedere anche

Per maggiori informazioni sull’installazione di una colonna capillare, consultare la nota applicativa *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis*, codice di pubblicazione 5988-9944EN.

Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD

Gascromatografi Agilent 7890A, 7820A e 6890

Materiali richiesti

- Tagliacolonne, ceramica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Boccole
  - 0,3 mm di id, per colonne con 0,10 mm di id (5062-3507)
  - 0,4 mm di id, per colonne con 0,20 e 0,25 mm di id (5062-3508)
  - 0,5 mm di id, per colonne con 0,32 mm di id (5062-3506)
  - 0,8 mm di id, per colonne con 0,53 mm di id (5062-3512)
- Lampada flash
- Lente d'ingrandimento
- Guanti, puliti
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Dado della colonna d'interfaccia (05988-20066)
- Occhiali protettivi
- Chiave fissa da 1/4"e 5/16" (8710-0510)

ATTENZIONE Si osservi che la procedura di installazione della colonna per gli MSD serie 5975 è diversa dalla maggior parte dei precedenti MSD. La procedura prevista per un altro strumento potrebbe ridurre la sensibilità e danneggiare l'MSD.

Procedura

1. Condizionare la colonna (pagina 41).
2. Ventilare l'MSD (pagina 80) ed aprire la camera dell'analizzatore (pagina 82). Accertarsi che l'estremità dell'interfaccia GC/MSD sia visibile.



3. Se è installata l'interfaccia CI, rimuovere la guarnizione a molla dall'estremità dell'interfaccia MSD.

4 Fare scorrere un dado dell'interfaccia e una boccola condizionata sull'estremità libera della colonna GC. L'estremità conica della boccola deve essere rivolta verso il dado.

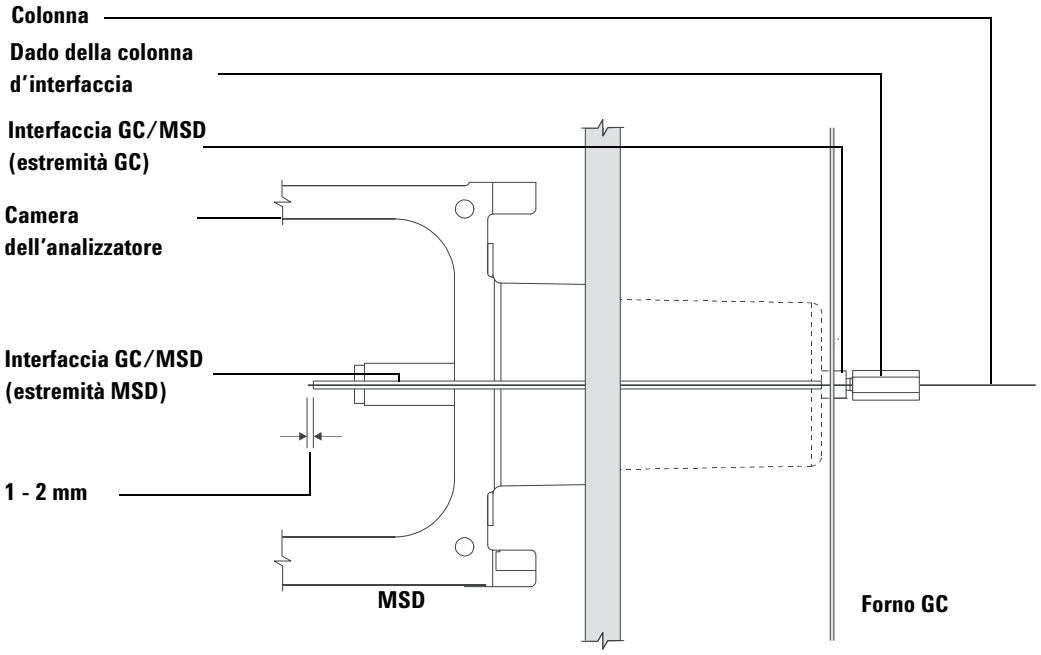


Figura 9 Installazione di una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD

5 Far scorrere la colonna nell'interfaccia GC/MSD (Figura 9) finché non si riesce a tirarla fuori dalla camera dell'analizzatore.

6 Staccare 1 cm dell'estremità della colonna (pagina 32). Non far cadere i frammenti della colonna nella camera dell'analizzatore, perché potrebbero danneggiare la pompa a vuoto spinto.

7 Pulire l'esterno dell'estremità libera della colonna con un panno che non si sfilacci impregnato di metanolo.

8 Regolare la colonna in modo che si proietti di 1-2 mm oltre l'estremità dell'interfaccia.

Utilizzare la lampada flash e la lente d'ingrandimento, se necessario, per vedere l'estremità della colonna all'interno della camera dell'analizzatore. ***Non*** raggiungere l'estremità della colonna con le dita.

9 Stringere il dado manualmente. Controllare che la posizione della colonna non cambi mentre si stringe il dado. Reinstallare la guarnizione a molla se era stata rimossa precedentemente.



10 Controllare il forno GC per accertarsi che la colonna non tocchi le pareti del forno.

11 Stringere il dado ancora di 1/4 - 1/2 giro. Verificare che sia ben stretto dopo uno o due cicli di riscaldamento.

GC 6850

1 Svolgere con attenzione l'estremità di uscita della colonna GC fino a raggiungere la clip "a ore 3".

2 Far scorrere il dado della colonna d'interfaccia (codice 05988-20066) e la boccola (codice 5062-3508) sull'estremità di uscita della colonna GC.

L'estremità conica della boccola deve essere rivolta verso il dado.

3 Far scorrere la colonna nell'interfaccia GC/MSD finchè la colonna non sporge di almeno 5 cm nella camera dell'analizzatore.

4 Regolare la lunghezza della colonna dalla clip "a ore 3" al retro del dado della colonna d'interfaccia in modo che raggiunga i 22–28 cm. Vedere la Figura 10.

5 Stringere il dado dell'interfaccia manualmente.

6 Chiudere con cura lo sportello del forno controllando che la colonna non formi curve decise e non tocchi le pareti né il fondo del forno. Ripetere questa procedura diverse volte.

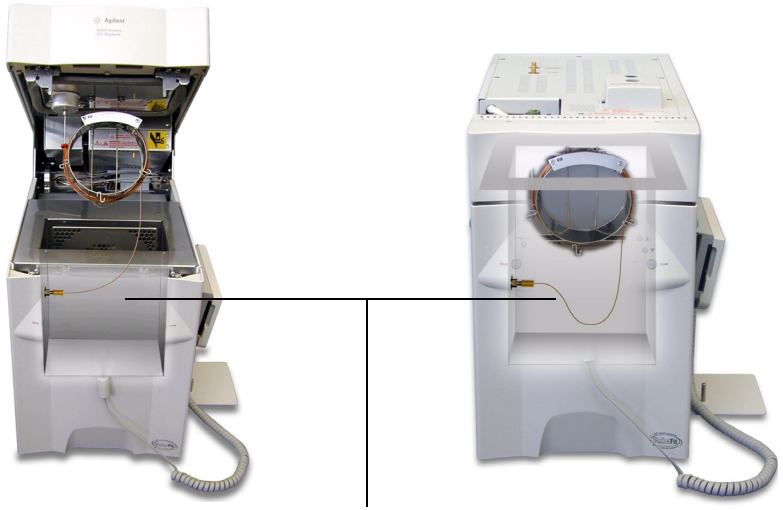


Figura 10 Sportello del forno aperto e chiuso.

7 Allentare il dado dell’interfaccia e spingere la colonna di altri 3–5 cm nella camera dell’analizzatore.

8 Eseguire un taglio regolare della colonna in modo che sporga solo di 3–5 cm nella camera dell’analizzatore.

9 Pulire l’esterno dell’estremità libera della colonna con un panno che non si sfilacci impregnato di metanolo.

10 Regolare la colonna in modo che sporga di 1–2 mm nella camera dell’analizzatore oltre l’estremità dell’interfaccia GC/MSD e stringere il dado manualmente. Vedere la Figura 11.

Controllare che la posizione della colonna non cambi mentre si stringe nuovamente il dado.

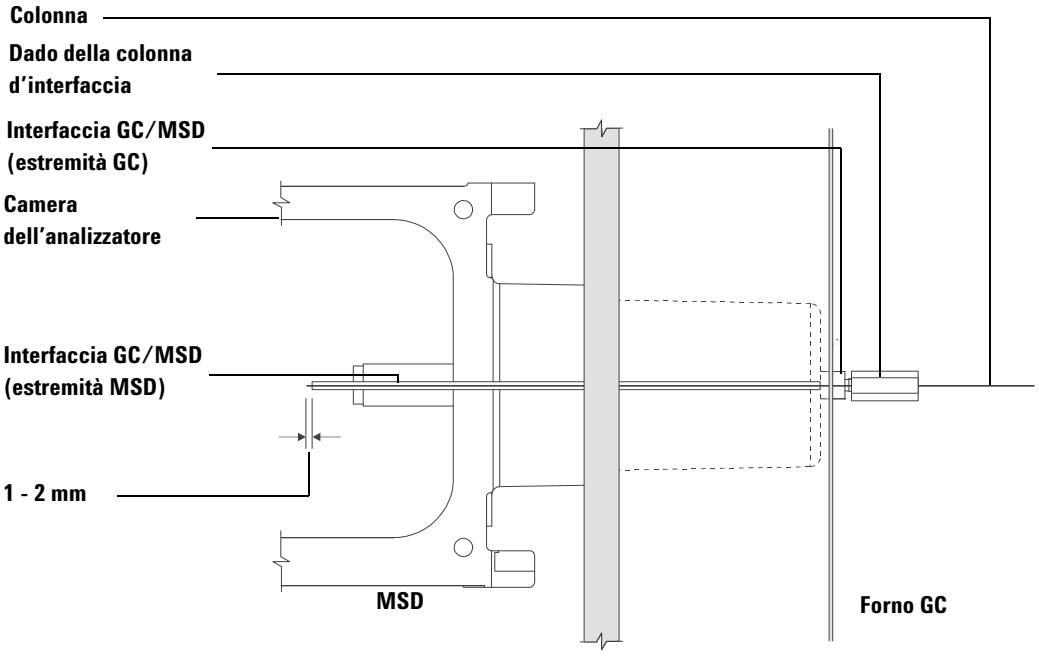


Figura 11 Connessione della colonna MSD - GC

11 Ripetere la fase 6 per verificare l'integrità della colonna.

12 Stringere il dado dell'interfaccia ancora di 1/4 - 1/2 giro con una chiave fissa da 1/4".

Verificare che sia ben stretto dopo uno o due cicli di riscaldamento.

13 Attivare il GC.

14 Verificare che la temperatura dell'iniettore sia impostata su 25 °C.

15 Chiudere la piastra laterale dell'analizzatore, quindi riconnettere i cavi dell'alimentatore e del controllo scheda laterale.

16 Accendere l'interruttore di alimentazione dell'MSD per avviare la procedura di messa a vuoto dell'MSD.

Esercitare una certa pressione sulla piastra laterale dell'MSD per sigillarla bene. Verificare che la pompa principale e la ventola anteriore si accendano e che la pompa principale smetta di gorgogliare entro 60 secondi.

17 Rimettere il coperchio dell'analizzatore MSD.

3
Funzionamento in modalità EI (a impatto elettronico)

Gestione dell'MSD dal Data System 49
Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP) 49
Messaggi di stato dell'LCP 51
Menu dell'LCP 53
Interfaccia GC/MSD EI 56
Prima di attivare l'MSD 58
Procedura di messa a vuoto 59
Controllo delle temperature 59
Controllo del flusso della colonna 60
Ventilazione dell'MSD 61
Visualizzare la temperatura e lo stato di vuoto dell'analizzatore dell'MSD 62
Impostare i monitor della temperatura e dello stato di vuoto dell'MSD 64
Impostare le temperature dell'analizzatore dell'MSD 65
Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD dalla ChemStation 67
Monitorare la pressione del vuoto spinto 69
Misurare la velocità lineare del flusso della colonna 71
Confermare il flusso della colonna 72
Per calibrare l'MSD 73
Verificare le prestazioni del sistema 74
Test a massa elevata (MSD serie 5975) 75
Rimuovere i pannelli dell'MSD 78
Ventilare l'MSD 80
Aprire la camera dell'analizzatore 82
Chiudere la camera dell'analizzatore 85
Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD 89
Spostare o immagazzinare l'MSD 91
Impostare la temperatura dell'interfaccia dal GC 93

Come eseguire alcune procedure operative di base per l'MSD.

ATTENZIONE Il software e il firmware sono soggetti a revisione periodica. Se i passi indicati in queste procedure non corrispondono al software della propria ChemStation MSD, consultare i manuali e la guida in linea forniti con il software per avere maggiori informazioni.

Gestione dell'MSD dal Data System

Il software esegue attività quali la procedura di messa a vuoto, il monitoraggio delle pressioni, l'impostazione delle temperature, la calibrazione e la preparazione della ventilazione. Tali attività sono descritte in questo capitolo. L'acquisizione e l'analisi dei dati sono descritte nei manuali e nella guida in linea forniti con il software ChemStation MSD.

Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)

Il pannello di controllo locale (LCP) mostra lo stato dell'MSD oppure avvia un'attività sull'MSD senza utilizzare la ChemStation per GC/MSD di Agilent.

La ChemStation per GC/MSD può essere collocata in qualsiasi punto della rete locale (LAN) del laboratorio, perciò potrebbe anche non essere vicina allo strumento. Inoltre, poiché l'LCP comunica con la ChemStation per GC/MSD tramite la LAN, è possibile accedere alle funzionalità software della ChemStation, quali la calibrazione e l'avvio di un ciclo operativo, direttamente dall'MSD.

NOTA Soltanto certe funzioni sono disponibili dall'LCP; la ChemStation per GC/MSD è il controller a funzionalità completa per la maggior parte delle operazioni di controllo.

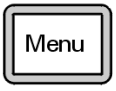
Modalità operative

L'LCP dispone di due modalità operative: Stato e Menu.

La modalità *Stato* non richiede alcuna interazione e visualizza semplicemente lo stato corrente dello strumento MSD o le sue varie connessioni di comunicazione. Selezionando [**Menu**], quindi [**No/Cancel**], si torna alla modalità Stato.

La modalità *Menu* consente di verificare vari aspetti dell'GC/MSD e di avviare alcune attività, come eseguire un metodo o una sequenza o preparare la ventilazione del sistema.

Per accedere ad una particolare opzione del menu:

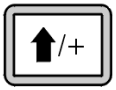


Premere [**Menu**] fino a visualizzare il menu desiderato.

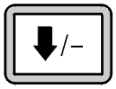


Premere [**Item**] fino a visualizzare la voce di menu desiderata.

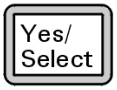
Utilizzare una o più delle seguenti chiavi a seconda dei casi, per rispondere alle richieste visualizzate o selezionare le opzioni:



Utilizzare [**Up**] per aumentare il valore visualizzato o per scorrere in alto (come all'interno di un elenco di messaggi).



Utilizzare [**Down**] per diminuire il valore visualizzato o per scorrere in basso (come all'interno di un elenco di messaggi).



Utilizzare [**Yes/Select**] per accettare il valore corrente.



Utilizzare [**No/Cancel**] per ritornare alla modalità Stato.

Dopo aver effettuato la selezione o essere passati per tutti i menu disponibili, lo schermo ritorna automaticamente in modalità Stato.

Premendo [**Menu**], quindi [**No/Cancel**], verrà sempre visualizzata la modalità Stato.

Premendo [**No/Cancel**] due volte si ritornerà sempre alla modalità Stato.

Messaggi di stato dell'LCP

Sull'LCP possono essere visualizzati i seguenti messaggi relativi allo stato del sistema MSD. Se l'LCP si trova in modalità Menu, passare per tutti i menu per ritornare in modalità Stato.

NOTA Se sulla ChemStation per GC/MSD non è in esecuzione alcuna sessione dello strumento in linea non verrà visualizzato alcun messaggio.

ChemStation Loading <timestamp>

Il software Agilent MSD Productivity ChemStation è nella fase di avvio.

Executing <type>tune

È in corso una procedura di calibrazione (type = QuickTune o Autotune).

Instrument Available <timestamp>

Il software Agilent MSD Productivity ChemStation non è in esecuzione.

Loading Method <method name>

I parametri del metodo sono inviati all'MSD.

Loading MSD Firmware

È in corso l'inizializzazione del firmware dell'MSD.

Se l'MSD *NON* completa correttamente la sequenza di avvio, sono invece visualizzati i seguenti messaggi:

Server not Found
Check LAN connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Questi messaggi indicano che l'MSD non ha ricevuto il suo indirizzo IP esclusivo dal servizio Agilent Boot. Se i messaggi permangono dopo aver effettuato il login sul proprio account alla ChemStation per GC/MSD, consultare la sezione relativa alla risoluzione dei problemi nel manuale di installazione software.

Loading OS

Il sistema operativo del controller dello strumento è in fase di inizializzazione.

<method> Complete <timestamp>

L'analisi e l'elaborazione successiva dei dati sono state effettuate. Viene visualizzato lo stesso messaggio anche se l'analisi è stata interrotta prima del dovuto.

Method Loaded <method name>

I parametri del metodo sono stati inviati all'MSD.

MS locked by <computer name>

I parametri MS possono essere modificati solo dalla ChemStation per GC/MSD.

Press Sideplate

Un avviso all'avvio per ricordarsi di premere la piastra laterale dell'MSD per assicurare che sia adeguatamente sigillata.

Run: <method> Acquiring <datafile>

È in corso un'analisi; è in corso l'acquisizione dei dati per il file designato.

Per visualizzare lo stato del sistema durante l'avvio

1. I seguenti messaggi sono visualizzati sullo schermo LCP durante la fase di avvio:
   - **Press Sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press Sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**
2. Continuare a premere la piastra laterale dell'MSD finché non viene visualizzato il messaggio **MSD Ready**. In questo modo, si accelera la procedura di messa a vuoto dello strumento.

Menu dell'LCP

Per accedere ad una particolare opzione del menu, premere [**Menu**] finché non viene visualizzato il menu desiderato, quindi premere [**Item**] finché non viene visualizzata la voce di menu desiderata. I menu e le opzioni sono riportate dalla Tabella 6 alla Tabella 11.

NOTA Molte voci di menu, soprattutto nei menu ChemStation, MS Parameters e Maintenance, non sono attive quando lo strumento è nella fase di acquisizione dei dati.

Tabella 6 Menu ChemStation

Azione	Descrizione
Run Method	Visualizza il nome del metodo corrente e avvia un'analisi.
Run Sequence	Visualizza la sequenza corrente e avvia una sequenza.
Run Current Tune	Visualizza il file di calibrazione corrente e avvia un'autocalibrazione (solo in modalità EI; la calibrazione CI deve essere avviata da ChemStation per GC/MSD).
# of Messages	Visualizza il numero di messaggi e il testo del messaggio più recente. Utilizzare i tasti freccia per scorrere i messaggi precedenti (fino a 20).
Release ChemStation	Disassocia la ChemStation per GC/MSD dall'MSD.
Connection Status	Visualizza lo stato della connessione LAN per l'MSD. Remote = connesso alla sessione online della ChemStation per GC/MSD. Local = non connesso alla sessione online della ChemStation per GC/MSD.
Name of Instrument	Visualizza il nome dello strumento se è connesso alla sessione online della ChemStation per GC/MSD Il nome dello strumento è il nome assegnato all'MSD tramite la finestra di dialogo Configuration della ChemStation per GC/MSD.

Tabella 7 Menu Maintenance

Azione	Descrizione
Prepare to vent	Ricorda di arrestare il GC quindi prepara lo strumento alla procedura di ventilazione quando si preme [**Yes/Select**].
Messa a vuoto	Avvia la procedura di messa a vuoto.

Tabella 8 Menu MS Parameters

Azione	Descrizione
High Vacuum Pressure	Solo se è installato il misuratore di vuoto Micro-Ion.
Turbo Pump Speed	Visualizza la velocità della pompa turbo.
Foreline Pressure	Visualizza la pressione della pompa principale.
MSD Fault Status	Riporta un codice riepilogativo degli stati di errore (numero) in formato “dec” (decimale) ed “hex” (esadecimale) che comprende tutte le possibili combinazioni di errore.
Ion Source Temp, °C	Visualizza e imposta la temperatura della sorgente ionica.
Mass Filter Temp, °C	Visualizza e imposta la temperatura del filtro di massa.
CI Reagent	Visualizza il gas reagente CI e la velocità di flusso (se installato).

NOTA

I parametri MS non possono essere impostati dall’LCP mentre è connessa all’MSD una sessione online della ChemStation per GC/MSD.

Tabella 9 Menu Network

Azione	Descrizione
MSD IP via BootP	Visualizza l’indirizzo IP per l’MSD.
Gateway IP Address	Visualizza l’indirizzo IP del gateway per l’MSD.
Subnet Mask	Visualizza la maschera di sottorete per l’MSD.
ChemStation IP	Visualizza l’indirizzo IP della ChemStation per GC/MSD.
GC IP Address	Visualizza l’indirizzo IP per il GC.
Ping gateway	Verifica la comunicazione con il gateway.

Tabella 9 Menu Network (segue)

Azione	Descrizione
Ping ChemStation	Verifica la comunicazione con la ChemStation per GC/MSD.
Ping GC	Verifica la comunicazione con il GC.
MS Controller MAC	Visualizza l'indirizzo MAC della SmartCard nell'MSD.

Tabella 10 Menu Version

Azione	Descrizione
Control firmware	Visualizza la versione del firmware dell'MSD.
Operating system	Visualizza la versione del sistema operativo della ChemStation per GC/MSD.
Front panel	Visualizza la versione dell'LCP.
Log amplifier	Visualizza informazioni sulla versione.
Sideboard	Visualizza il tipo di scheda secondaria.
Mainboard	Visualizza il tipo di scheda principale.
Serial number	È assegnato all'MSD tramite la finestra di dialogo Configuration della ChemStation per GC/MSD.

Tabella 11 Menu Controller

Azione	Descrizione
Reboot controller	Avvia la scheda di controllo LAN/MS.
Test LCP?	Avvia un test di diagnostica del display a due righe.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Verifica lo stato del server HTTP.

Interfaccia GC/MSD EI

L'interfaccia GC/MSD (Figura 12) è un condotto riscaldato nell'MSD per la colonna capillare. È fissato al lato destro della camera dell'analizzatore, con una guarnizione O-ring ed è dotato di un coperchio di protezione che deve essere lasciato al suo posto.

Un'estremità dell'interfaccia GC/MSD passa attraverso il lato del gascromatografo fino all'interno del forno GC. Questa estremità è filettata per poter essere collegata alla colonna con un dado e una boccola. L'altra estremità dell'interfaccia si inserisce nella sorgente ionica. Gli ultimi 1 o 2 millimetri della colonna capillare si estendono oltre l'estremità del tubo guida fino all'interno della camera di ionizzazione.

L'interfaccia GC/MSD è riscaldata da un riscaldatore a cartuccia elettrico. Normalmente, il riscaldatore è alimentato e controllato dalla zona riscaldata Thermal Aux#2 del GC. Nel caso dei GC serie 6850, il riscaldatore è collegato alla zona termica ausiliaria. Nel caso dei GC serie 7820A, invece, il riscaldatore è collegato alla zona termina dell'iniettore posteriore per i modelli ad un iniettore oppure alla zona termica con regolazione delle valvole manuale per i modelli a doppio iniettore. La temperatura dell'interfaccia può essere impostata dalla Chem Station dell'MSD o dal gascromatografo. Unsensore (termocoppia) nell'interfaccia controlla la temperatura.

L'interfaccia GC/MSD deve operare a una temperatura compresa tra 250 ° e 350 °C. Entro questi limiti, la temperatura dell'interfaccia deve essere leggermente superiore della temperatura massima del forno GC, ma ***mai*** superiore alla temperatura massima della colonna.

L'interfaccia GC/MSD EI può essere utilizzata solo con la sorgente ionica EI mentre l'interfaccia GC/MSD CI può essere utilizzata indifferentemente con qualsiasi sorgente.

Vedere anche

"Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD".

AVVERTENZA **L'interfaccia GC/MSD opera a temperature elevate. Non toccarla per evitare ustioni.**

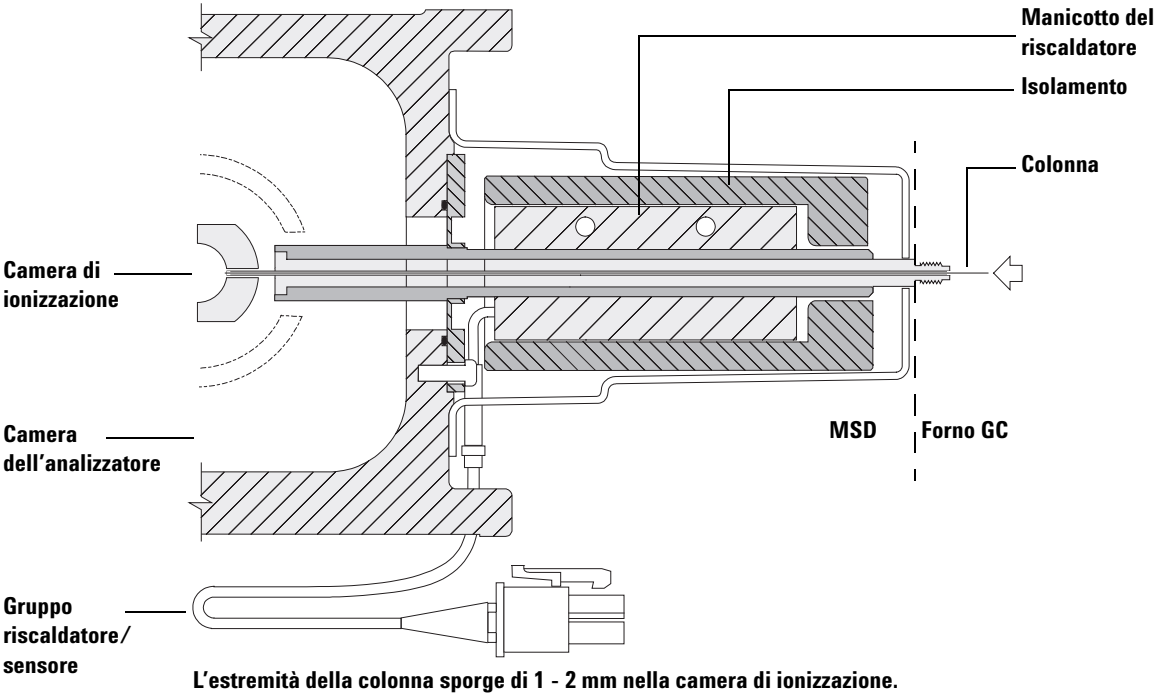


Figura 12 L'interfaccia GC/MSD EI

Prima di attivare l'MSD



Prima di attivare o cercare di mettere in funzione l'MSD verificare quanto segue:

- La valvola di ventilazione è chiusa (la manopola è ruotata fino in fondo in senso orario).
- Tutte le altre guarnizioni e tubazioni del sistema di vuoto si trovano in posizione e sono adeguatamente strette (la vite frontale della piastra laterale non deve essere stretta, a meno che non si utilizzino gas di trasporto o reagenti pericolosi).
- L'MSD è collegato a una sorgente di alimentazione dotata di messa a terra.
- L'interfaccia GC/MSD si estende fino all'interno del forno del GC .
- Nell'iniettore del GC e nell'interfaccia GC/MSD è installata una colonna capillare condizionata.
- Il GC è acceso, ma le zone riscaldate dell'interfaccia GC/MSD, dell'iniettore GC e del forno sono spente.
- Utilizzando speciali trappole, nel GC viene introdotto un gas di trasporto con una purezza non inferiore al 99,9995%.
- Se il gas di trasporto è l'idrogeno, il suo flusso è chiuso e la vite frontale della piastra laterale è allentata.
- L'uscita della pompa principale adeguatamente ventilata.

AVVERTENZA **Lo scarico della pompa principale contiene i solventi e le sostanze chimiche che si stanno analizzando. Se si utilizza la pompa principale standard, contiene anche tracce dell'olio della pompa. Se si analizzano solventi tossici o si analizzano sostanze chimiche tossiche, rimuovere il separatore dell'olio (pompa standard) e installare un tubo (11-mm id) per dirigere gli scarichi della pompa principale all'esterno del laboratorio o in una cappa aspirante. Accertarsi di operare in modo conforme alle normative locali. Il separatore dell'olio fornito con la pompa standard ferma soltanto l'olio della pompa, non trattiene né filtra le sostanze chimiche tossiche.**

AVVERTENZA **Se il gas di trasporto è l'idrogeno, non avviare il flusso del gas di trasporto finché non è stata completata la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Se le pompe a vuoto spinto sono spente, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

Procedura di messa a vuoto

Il data system o il pannello di controllo locale agevolano la procedura di messa a vuoto dell'MSD, rendendola quasi del tutto automatica. Dopo aver chiuso la valvola di ventilazione ed attivato l'interruttore di alimentazione (premendo contemporaneamente la piastra laterale), l'MSD avvia automaticamente la procedura di messa a vuoto. Il software del data system controlla e visualizza lo stato del sistema durante la messa a vuoto. Quando la pressione è sufficientemente bassa, il programma attiva i riscaldatori della sorgente ionica e del filtro di massa e richiede all'utente di attivare il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD. L'MSD si arresterà se la procedura di messa a vuoto non è eseguita correttamente.

Tramite i menu o i monitor MS, il data system può visualizzare:

- Velocità per gli MSD con pompa turbo (rotazione espressa in percentuale)
- Pressione della pompa principale per gli MSD con pompa a diffusione
- Pressione della camera dell'analizzatore (vuoto) per gli MSD dotati del misuratore di vuoto Micro Ion G3397A opzionale

Anche l'LCP può visualizzare questi dati.

Controllo delle temperature

Le temperature dell'MSD sono controllate tramite il data system. L'MSD è dotato di riscaldatori indipendenti e sensori della temperatura per la sorgente ionica e il filtro di massa a quadrupolo. È possibile regolare i valori e visualizzare le temperature dal data system o dal pannello di controllo locale.

Normalmente, il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD è alimentato e controllato dalla zona riscaldata Thermal Aux #2 del GC. Nel caso dei GC serie 6850, il riscaldatore è collegato alla zona termica ausiliaria. Nel caso dei GC serie 7820, invece, il riscaldatore è collegato alla zona termica dell'iniettore posteriore per i modelli ad un iniettore oppure alla zona termica con regolazione delle valvole manuale per i modelli a doppio iniettore. La temperatura dell' interfaccia GC/MSD può essere impostata dal data system oppure dal GC.

Controllo del flusso della colonna

Il flusso del gas di trasporto è controllato dalla pressione di mandata nel GC. Per una determinata pressione di mandata, il flusso della colonna diminuirà con l'aumentare della temperatura del forno GC. Con il controllo pneumatico elettronico (EPC) e la modalità della colonna impostata su **Constant Flow** il flusso della colonna è mantenuto costante indipendentemente dalla temperatura.

L'MSD può essere utilizzato per misurare il flusso effettivo della colonna. Iniettare una ***piccola*** quantità d'aria o di un'altra sostanza chimica non trattenuta e controllare quanto tempo impiega a raggiungere l'MSD. Con questo dato temporale è possibile calcolare il flusso della colonna. Vedere la pagina 71.

Ventilazione dell'MSD

Un programma nel data system guida l'utente lungo tutta la procedura di ventilazione. Disattiva i riscaldatori del GC e dell'MSD e il riscaldatore della pompa a diffusione o la pompa turbo a tempo debito. Consente inoltre di monitorare le temperature nell'MSD ed indica quando ventilare l'MSD.

Una ventilazione non corretta ***danneggerà*** l'MSD. Una pompa a diffusione diffonderà nuovamente il fluido vaporizzato della pompa sull'analizzatore se l'MDS viene ventilato prima che la pompa a diffusione sia completamente raffreddata. Una pompa turbo verrà danneggiata se è ventilata mentre ruota ad una velocità superiore del 50% a quella del normale funzionamento.

AVVERTENZA **Accertarsi che l'interfaccia GC/MSD e le zone dell'analizzatore siano raffreddate (sotto ai 100 °C) prima di ventilare l'MSD. Una temperatura di 100 °C è sufficientemente elevata per provocare ustioni; indossare sempre guanti di stoffa quando si toccano le parti dell'analizzatore.**

AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, prima di spegnere l'MSD occorre chiudere il flusso del gas di trasporto. Se la pompa principale è spenta, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

ATTENZIONE Non ventilare mai l'MSD facendovi entrare l'aria da una delle estremità del tubo di raccordo della pompa principale. Utilizzare la valvola di ventilazione oppure rimuovere il dado della colonna e la colonna.

Non ventilare mentre la pompa turbo ruota ancora ad una velocità superiore del 50% a quella del normale funzionamento.

Non superare il massimo flusso di gas totale consigliato. Vedere "Modelli e caratteristiche di MSD serie 5975".

Visualizzare la temperatura e lo stato di vuoto dell'analizzatore dell'MSD

È possibile eseguire questa operazione anche dal pannello di controllo locale. Per maggiori informazioni vedere il manuale *Guida introduttiva alla ChemStation* per G1701EA GC/MSD.

Procedura

1 Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu Instrument (Figura 13).

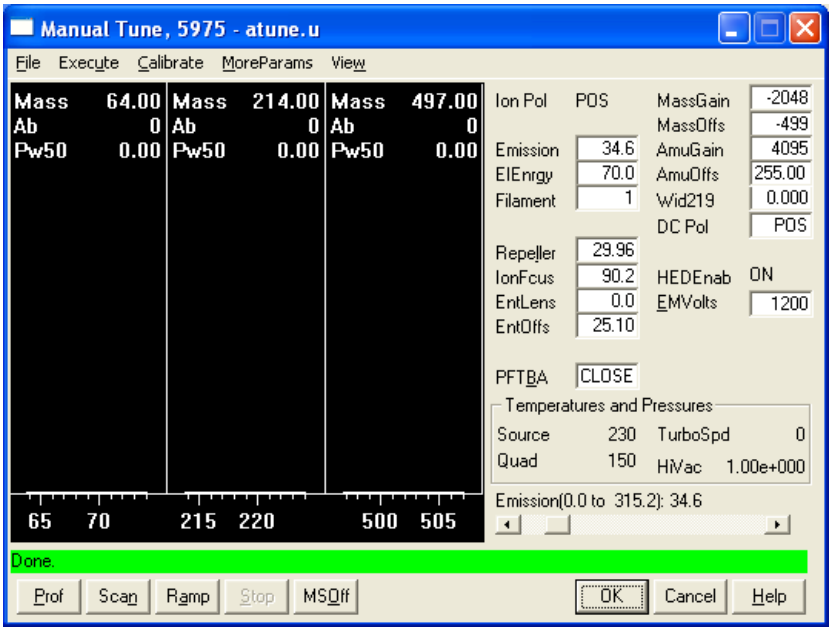


Figura 13 Parametri di calibrazione

2 Selezionare il file di calibrazione da utilizzare con il metodo utilizzato dalla finestra di dialogo **Load MS Tune File**.

3 Le temperature dell'analizzatore e lo stato di vuoto sono visualizzati nel campo **Zones**.

A meno che non sia appena stata avviata la procedura di messa a vuoto, la pressione della pompa principale deve essere inferiore a 300 mTorr, ovvero la pompa turbo deve ruotare almeno all'80% della velocità massima. I riscaldatori dell'MSD rimangono spenti finché la pompa a diffusione o la pompa turbo non ha raggiunto una velocità inferiore all'80%. Normalmente, la pressione della pompa principale sarà inferiore a 100 mTorr, ovvero la pompa turbo avrà una velocità del 100%.

I riscaldatori dell'MSD si attivano alla fine della procedura di messa a vuoto e si disattivano all'inizio del ciclo di ventilazione. I valori di regolazione riportati non subiranno variazioni durante la ventilazione o la messa a vuoto anche se entrambe le zone dell'MSD sono disattivate.

Impostare i monitor della temperatura e dello stato di vuoto dell'MSD

Un monitor visualizza il valore corrente di un singolo parametro dello strumento. È possibile aggiungerli alla finestra di controllo standard dello strumento e impostarli in modo che il colore del parametro cambi qualora il suo valore superi un limite definito dall'utente.

Procedura

1. Selezionare **MS Monitors** dal menu Instrument.
2. Nella casella **Edit MS Monitors**, sotto **Type**, selezionare **Zone**.
3. Sotto **Parameter**, selezionare **MS Source** e fare clic su **Add**.
4. Sotto **Parameter**, selezionare **MS Quad** e fare clic su **Add**.
5. Sotto **Parameter**, selezionare **Foreline** (oppure **TurboSpd**) e fare clic su **Add**.
6. Selezionare eventuali altri monitor da aggiungere e fare clic su **Add**.
7. Fare clic su **OK**. I nuovi monitor saranno aggiunti uno sopra l'altro nell'angolo inferiore destro della finestra Instrument Control. È necessario spostarli per visualizzarli tutti.
8. Fare clic su ogni monitor e trascinarlo nella posizione desiderata. La Figura 14 illustra un modo di disporre i monitor.

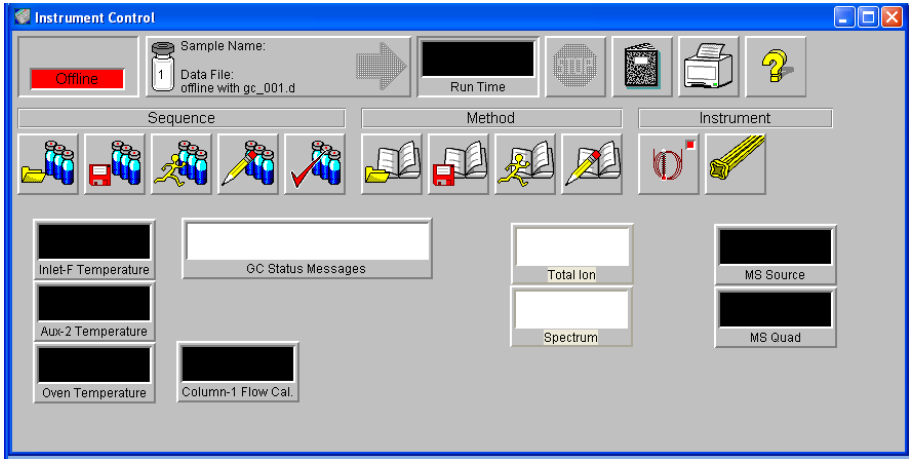


Figura 14 Disposizione dei monitor

9. Per includere in modo permanente le nuove impostazioni nel metodo, selezionare **Save** dal menu Method.

Impostare le temperature dell'analizzatore dell'MSD

I valori di regolazione per le temperature della sorgente ionica e del filtro di massa (quad) dell'MSD sono memorizzati nel file di regolazione (*.u) corrente. Quando si carica un metodo, i valori di regolazione del file di calibrazione associato ad esso sono scaricati automaticamente.

Procedura

1 Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu Instrument.

2 Selezionare **Temperatures** dal menu **MoreParams** (Figura 15).

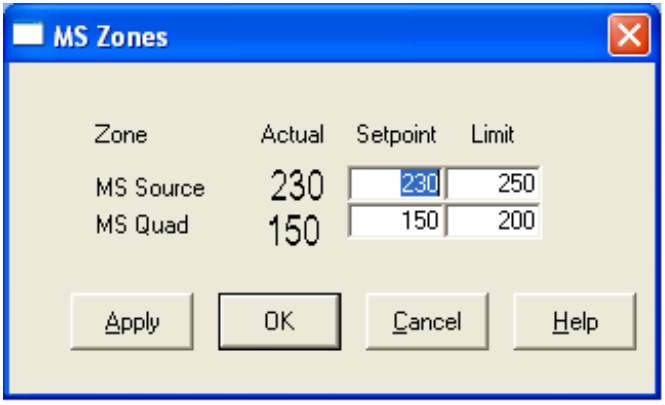


Figura 15 Impostazione delle temperature

3 Digitare le temperature desiderate per sorgente e filtro di massa (Source e Quad) nei campi dei valori di regolazione. Vedere la Tabella 12 per i valori di regolazione consigliati.

L'interfaccia GC/MSD, la sorgente ionica e le zone riscaldate a quadrupolo interagiscono. I riscaldatori dell'analizzatore potrebbero non essere in grado di controllare con precisione le temperature se il valore di regolazione di una zona è molto diverso da quello di una zona adiacente.

AVVERTENZA **Non superare 200 °C per il quadrupolo o 350 °C per la sorgente.**

4 Per chiudere la schermata fare clic su:

- **Apply** per inviare i nuovi valori di regolazione della temperatura all'MSD.
- **OK** per modificare il file di calibrazione attualmente caricato senza scaricare alcun dato nell'MSD (usare **Apply**).
- **Cancel** per uscire dal pannello senza modificare il file di calibrazione attualmente caricato o scaricare alcun dato nell'MSD.

5 Quando verrà visualizzata la finestra di dialogo **Save MS Tune File**, fare clic su **OK** per salvare le modifiche nello stesso file oppure digitare un nuovo nome per il file e fare clic su **OK**.

Tabella 12 Impostazioni consigliate per la temperatura

	funzionamento EI	Funzionamento PCI	funzionamento NCI
MS Source	230	250	150
MS Quad	150	150	150

Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD dalla ChemStation

Èanche possibile utilizzare il pannello di controllo locale per eseguire questa operazione. Vedere la "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)".

Procedura

1 Selezionare **View>Instrument Control**.

2 Selezionare **Instrument>GC Edit Parameters.**

3 Selezionare l'icona **Aux** per modificare la temperatura dell'interfaccia (Figura 16).

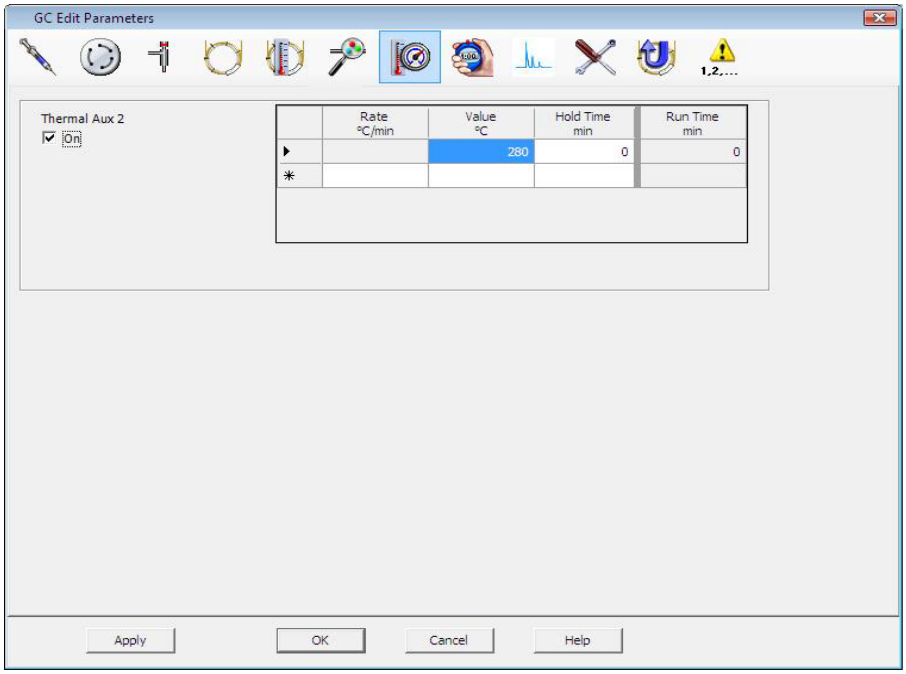


Figura 16 Impostazione della temperatura dell'interfaccia

4 Assicurarsi che la casella **On** sia contrassegnata e digitare il valore di regolazione nella colonna **Value °C**.

280 °C è un valore di regolazione comune. I limiti sono 0 °C e 350 °C. Un valore di regolazione inferiore alla temperatura ambiente disattiva il riscaldatore dell'interfaccia.

ATTENZIONE Non superare mai la temperatura massima della colonna.

5 Fare clic su **Apply** per scaricare i valori di regolazione o su **OK** per scaricare i valori di regolazione e chiudere la finestra.

6 Per includere in modo permanente le nuove impostazioni nel metodo, selezionare **Save** dal menu Method.

ATTENZIONE Accertarsi che il gas di trasporto sia attivato e che la colonna sia stata spurgata dell'aria prima di riscaldare l'interfaccia GC/MSD o il forno GC.

Monitorare la pressione del vuoto spinto

Il monitoraggio della pressione richiede un misuratore di vuoto Micro-Ion G3397A opzionale.

Materiali richiesti

- Misuratore di vuoto Micro-Ion (G3397A)

AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, non attivare il misuratore di vuoto Micro-Ion se vi è la possibilità che l'idrogeno si sia accumulato nella camera dell'analizzatore. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

Procedura

1. Avviare e mettere a vuoto l'MSD (pagina 89).
2. Nella vista Tune and Vacuum Control, selezionare **Turn Vacuum Gauge on/off** dal menu Vacuum.
3. Nella vista Instrument Control è possibile impostare un monitor MS per la lettura. È possibile leggere il vuoto spinto anche sull'LCP o dalla schermata Manual Tune.

La massima influenza sulla pressione operativa in modalità EI è data dal flusso del gas di trasporto (colonna). Nella Tabella 13 sono elencate le pressioni tipiche di vari flussi del gas di trasporto elio. Queste pressioni sono approssimative e possono variare da strumento a strumento anche del 30%.

Tabella 13 Lettura del misuratore di vuoto Micro-Ion

Velocità di flusso colonna, mL/min	Lettura misuratore, Torr Pompa turbo *ad alta efficienza*	Lettura misuratore, Torr Pompa turbo *standard*	Lettura misuratore, Torr *Pompa a* diffusione	Lettura pompa principale, Torr *Pompa a* diffusione
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			

Se la pressione è costantemente più alta dei valori riportati, consultare la guida in linea del software ChemStation MSD per informazioni sulla risoluzione dei problemi riguardanti fughe d'aria e vuoto spinto.

Misurare la velocità lineare del flusso della colonna

Con le colonne capillari, come quelle utilizzate con l'MSD, spesso si misura la velocità lineare invece della velocità del flusso volumetrico.

Procedura

1. Impostare Data Acquisition per gli iniettori manuali splitless e il monitoraggio ionico selezionato (SIM) di *m/z* 28.
2. Premere **Prep Run** sul tastierino del GC.
3. Iniettare 1 µL di aria nell'iniettore GC e premere **Start Run**.
4. Attendere finché non viene eluito un picco a *m/z* 28. Notare il tempo di ritenzione.
5. Calcolare la velocità lineare media.

   $$\textit{Velocità lineare media (cm/s)} = \frac{100\ L}{t}$$

   dove:

   L = Lunghezza della colonna in metri

   t = Tempo di ritenzione in secondi

   Accertarsi di considerare qualsiasi pezzo della colonna eliminato. Una sezione di 1 metro eliminata da una colonna di 25 metri può generare un errore del 4%.
6. Utilizzare questa velocità per verificare i calcoli del flusso della ChemStation MSD (pagina 72).

   Se i numeri non corrispondono, fare clic su **Change** per calibrare le dimensioni della colonna.
7. Per calcolare la velocità del flusso volumetrico.

   $$\textit{Velocità di flusso colonna (mL/min)} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

   dove:

   D = Diametro interno della colonna in millimetri

   L = Lunghezza della colonna in metri

   t = Tempo di ritenzione in minuti

Confermare il flusso della colonna

Il flusso volumetrico può essere calcolato dalla pressione di mandata della colonna se si conoscono le dimensioni della colonna.

Procedura

1. Nella vista Instrument Control, selezionare **Instrument>GC Edit Parameters.**
2. Fare clic sull'icona **Columns** (la Figura 17 mostra un esempio).
3. Selezionare la colonna corretta.

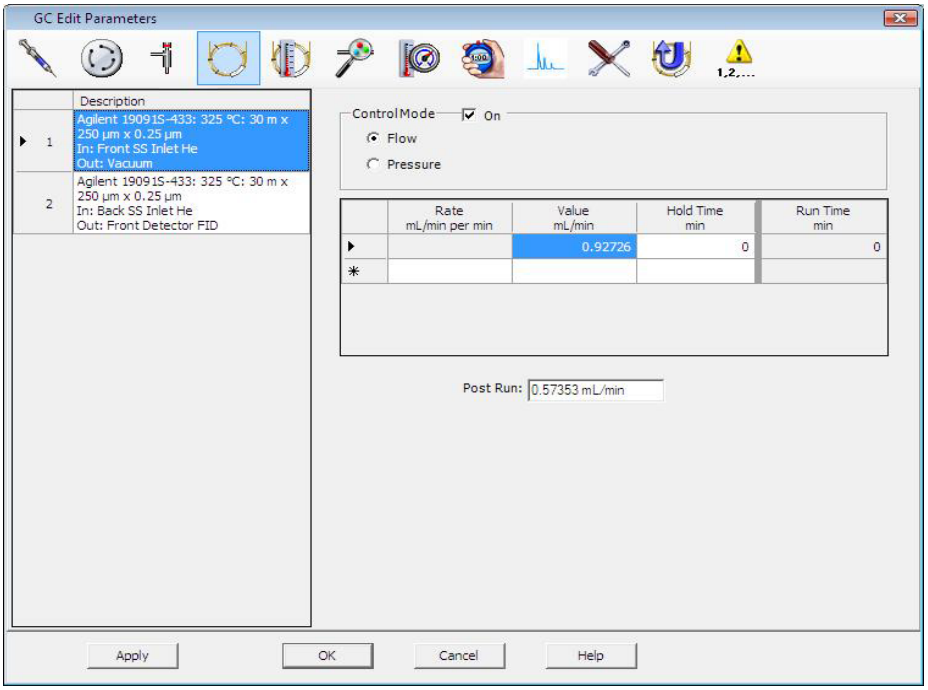


Figura 17 Calcolo del flusso della colonna

Per calibrare l'MSD

È possibile utilizzare il pannello di controllo locale per eseguire l'autocalibrazione correntemente caricata nella memoria del PC. Vedere la "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)".

Procedura

1. Nella vista Instrument Control, verificare che sia caricato il file di calibrazione corretto. Per la maggior parte delle applicazioni, ATUNE.U (**Autotune** consente di ottenere i risultati migliori. STUNE.U (**Standard Tune**) non è consigliata poiché potrebbe ridurre la sensibilità.

   Considerare l'autocalibrazione (GAIN.U+HiSense.U). Esegue la calibrazione su un guadagno invece che un'abbondanza target. Offre un'eccellente riproducibilità, sia dell'abbondanza run-to-run che tra strumenti diversi.
2. Impostare il sistema mantenendo invariate le condizioni (la temperatura del forno e il flusso della colonna del GC, nonché le temperature dell'analizzatore MSD) che si utilizzeranno per l'acquisizione dei dati.
3. Selezionare **Tune MSD** per eseguire una calibrazione completa, oppure **Quick Tune** per regolare l'ampiezza del picco, l'asse di massa e l'abbondanza senza modificare i parametri della sorgente ionica. Se il sistema è configurato per CI, da questa finestra sarà possibile accedere al pannello di calibrazione CI. La calibrazione verrà avviata immediatamente.
4. Attendere che sia completata l'ottimizzazione e sia stato generato il report.

   Salvare i report sulla calibrazione. Per visualizzare la cronologia dei risultati di calibrazione, selezionare **Checkout>View Previous Tunes...**.

Per calibrare manualmente l'MSD o per eseguire particolari calibrazioni automatiche, andare alla finestra Tune and Vacuum Control View.

Da questo menu Tune, oltre alle calibrazioni disponibili tramite Instrument Control, è possibile selezionare calibrazioni automatiche per risultati spettrali specifici, quali **DFTPP Tune** o **BFB Tune**.

Vedere i manuali o la guida in linea forniti con il software ChemStation MSD per ulteriori informazioni sulla calibrazione.

Verificare le prestazioni del sistema

Materiali richiesti

- 1 pg/µL (0,001 ppm) di campione di OFN (5188-5348).

Verificare le prestazioni della calibrazione

1. Verificare che il sistema sia stato messo a vuoto per almeno 60 minuti.
2. Impostare la temperatura del forno GC a 150 °C e il flusso della colonna a 1,0 mL/min.
3. Nella vista Instrument Control, selezionare **Checkout Tune** dal menu Checkout. Il software eseguirà un'autocalibrazione e stamperà il report.
4. Al termine dell'autocalibrazione, salvare il metodo e selezionare **Evaluate Tune** dal menu Checkout.

   Il software valuterà l'ultima autocalibrazione e stamperà un report sulla verifica del sistema e nello specifico sulla calibrazione.

Verificare le prestazioni della sensibilità

1. Impostare l'iniezione di 1 µL di OFN con l'ALS oppure manualmente.
2. Nella vista Instrument Control, selezionare **Sensitivity Check** dal menu Checkout.
3. Fare clic sulle opportune icone nella finestra Instrument | Edit per modificare il metodo relativo al tipo di iniezione.
4. Fare clic su **OK** per eseguire il metodo.

   Al termine del metodo verrà stampato un report di valutazione.

   Verificare che il rapporto segnale /rumore rms soddisfi le specifiche. Le specifiche sono pubblicate nel sito Web di Agilent Web all'indirizzo www.agilent.com/chem.

Test a massa elevata (MSD serie 5975)

Condizioni di impostazione

1. Ottenere un campione di PFHT (5188-5357).
2. Caricare il file di calibrazione ATUNE.U quindi effettuare l'autocalibrazione dell'MSD.
3. Risolvere il metodo PFHT.M sotto x5975PFHT.M dove x è il numero dello strumento utilizzato.
4. Aggiornare e salvare il metodo.

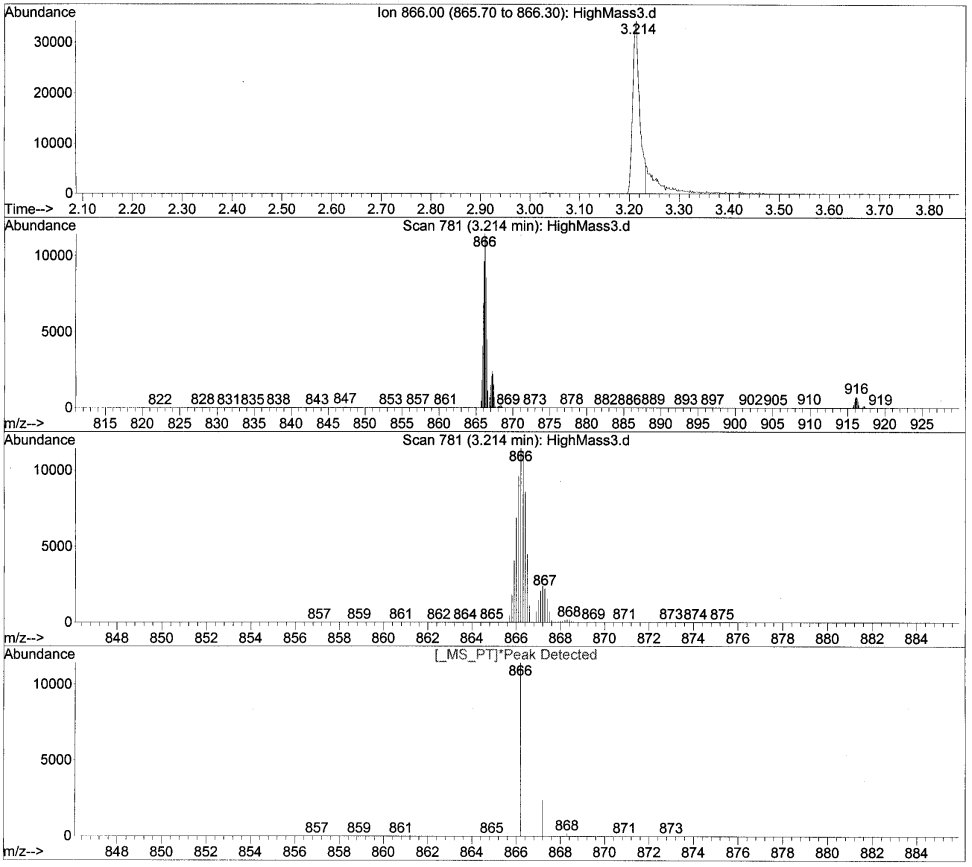
Controllo ad elevata massa

1. Caricare il campione in una fiala e collocarlo in posizione 2.
2. Selezionare **High Mass Check** dal menu **Checkout**.
3. Seguire le istruzioni visualizzate.
4. L'analisi viene completata e i risultati stampati entro 5 minuti.

Risultati

```
                    *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

Figura 18 Report su PFHT a massa elevata

I risultati indicheranno la quantità consigliata per regolare la correzione dell'UMA per la massa elevata. Se i risultati sono compresi entro 5 unità della quantità target, non occorrono regolazioni.

Regolazioni

1. Verificare che il file ATUNE.U sia stato caricato.
2. Selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu Instrument tramite Instrument Control.
3. Fare clic su **MoreParams** e selezionare **DynamicRamping Params...**
   a. Selezionare la correzione dell'UMA dalla casella di riepilogo a discesa.
   b. Se i valori del lato destro sono grigi, selezionare la casella **Enable Dynamic Ramping For This Lens**.
   c. Immettere la correzione consigliata e fare clic su **OK.**
4. Fare clic su **OK** nella finestra Edit Parameters. Verrà visualizzata la finestra di dialogo Save MS Tune File.

   È possibile sovrascrivere il file ATUNE.U esistente per includervi la regolazione della massa elevata oppure salvare il file con un nuovo nome, ad esempio, ATUNEHIGH.U.

NOTA Ogni volta che si esegue un file ATUNE.U verrà sovrascritta la correzione dell'UMA che era stata immessa. Per questo motivo, può essere opportuno rinominare il file.

5. Caricare il PFHT.M e il file di calibrazione salvato, quindi salvare il metodo.
6. Analizzare nuovamente la miscela del test (ripetere il test ad elevata massa). Se la correzione è compresa entro 5 unità, non occorrono ulteriori regolazioni.

Rimuovere i pannelli dell'MSD

Materiali richiesti

- Cacciavite, Torx T-15 (8710-1622)

Se occorre rimuovere uno dei pannelli dell'MSD seguire queste procedure (Figura 19):

Per rimuovere il pannello superiore dell'analizzatore



Rimuovere le cinque viti e sollevare il pannello.

Per rimuovere il pannello della finestra dell'analizzatore



1 Premere l'area arrotondata sulla parte superiore della finestra.
2 Sollevare la finestra in avanti e rimuoverla dall'MSD.

AVVERTENZA **Non rimuovere nessun altro dei pannelli, perché coprono parti attraversate da tensioni pericolose.**

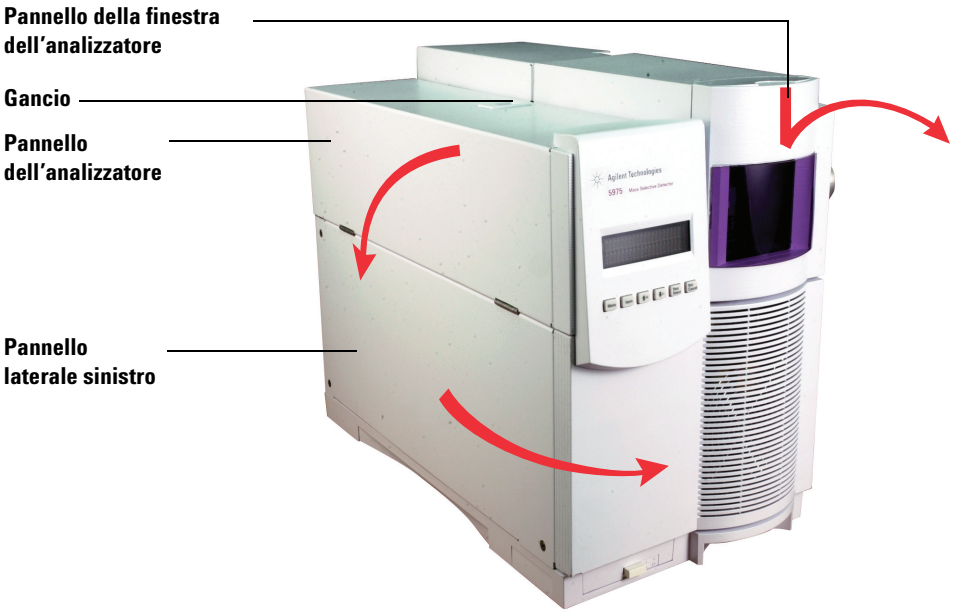


Figura 19 Rimozione dei pannelli

ATTENZIONE Non applicare troppa forza per evitare di rompere le linguette di plastica che fissano il pannello alla struttura portante.

Ventilare l'MSD

Procedura

1 Selezionare **Vent** dal menu Vacuum nel software. Seguire le istruzioni visualizzate.

2 Impostare il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD e le temperature del forno GC a temperatura ambiente.

AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, prima di spegnere l'MSD occorre chiudere il flusso del gas di trasporto. Se la pompa principale è spenta, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

ATTENZIONE Prima di chiudere il flusso del gas di trasporto, assicurarsi che il forno del GC e l'interfaccia GC/MSD siano freddi.

3 Alla richiesta del sistema, spegnere l'interruttore di alimentazione dell'MSD.

4 Scollegare il cavo di alimentazione dell'MSD.

AVVERTENZA **Quando l'MSD è ventilato non mettere la ChemStation nella vista Instrument Control, altrimenti si attiverà il riscaldatore dell'interfaccia.**

5 Rimuovere il pannello della finestra dell'analizzatore (pagina 78).

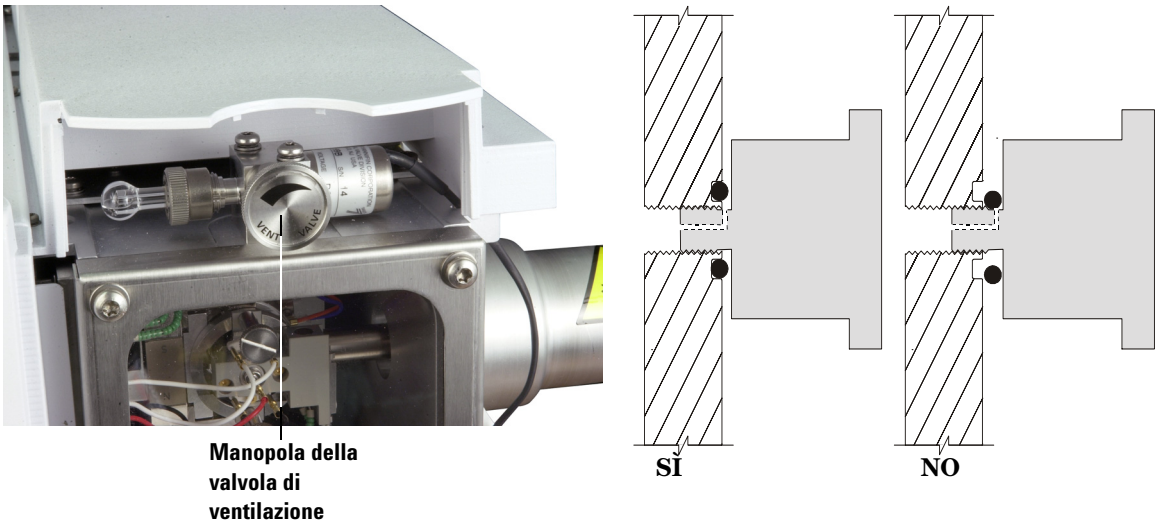


Figura 20 Ventilazione dell'MSD

6 Ruotare la manopola della valvola di ventilazione (Figura 20) in senso antiorario *solo* per ¾ di giro o finché non si sente il sibilo dell'aria che fluisce nella camera dell'analizzatore.

Non ruotare troppo la manopola, perché la guarnizione O-ring potrebbe uscire dalla propria sede. Prima di eseguire la procedura di messa a vuoto stringere nuovamente la manopola.

AVVERTENZA **Lasciare che l'analizzatore si raffreddi fino a raggiungere quasi la temperatura ambiente prima di toccarlo.**

ATTENZIONE Indossare sempre guanti puliti quando si maneggiano le parti all'interno della camera dell'analizzatore.

AVVERTENZA **Quando l'MSD è ventilato non mettere la ChemStation nella vista Instrument Control, altrimenti si attiverà il riscaldatore dell'interfaccia.**

Aprire la camera dell'analizzatore

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Bracciale, antistatico
  - Piccolo (9300-0969)
  - Medio (9300-1257)
  - Grande (9300-0970)

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche (vedere la pagina 129) prima di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura



1 Ventilare l'MSD (pagina 80).

2 Scollegare il cavo di controllo della scheda secondaria e il cavo di alimentazione dalla scheda secondaria.

3 Allentare le viti della piastra laterale (Figura 21) se sono strette.

La vite della piastra posteriore deve essere allentata durante il normale utilizzo e stretta soltanto durante la spedizione. La vite della piastra laterale anteriore deve essere stretta soltanto per il funzionamento CI o se si utilizza l'idrogeno o altre sostanze infiammabili o tossiche come gas di trasporto.

ATTENZIONE Nel passaggio successivo, se si incontra resistenza, **fermarsi**. Non cercare di forzare l'apertura della piastra laterale. Verificare che l'MSD sia ventilato. Verificare che le viti della piastra sia anteriore che laterale siano completamente allentate.

4 Rimuovere *con delicatezza* la piastra laterale.

AVVERTENZA **L'analizzatore, l'interfaccia GC/MSD ed altri componenti della camera dell'analizzatore funzionano a temperature molto elevate. Non toccare nessun componente finché non si è certi che sia freddo.**

ATTENZIONE Indossare sempre guanti puliti per evitare contaminazioni quando si eseguono operazioni nella camera dell'analizzatore.

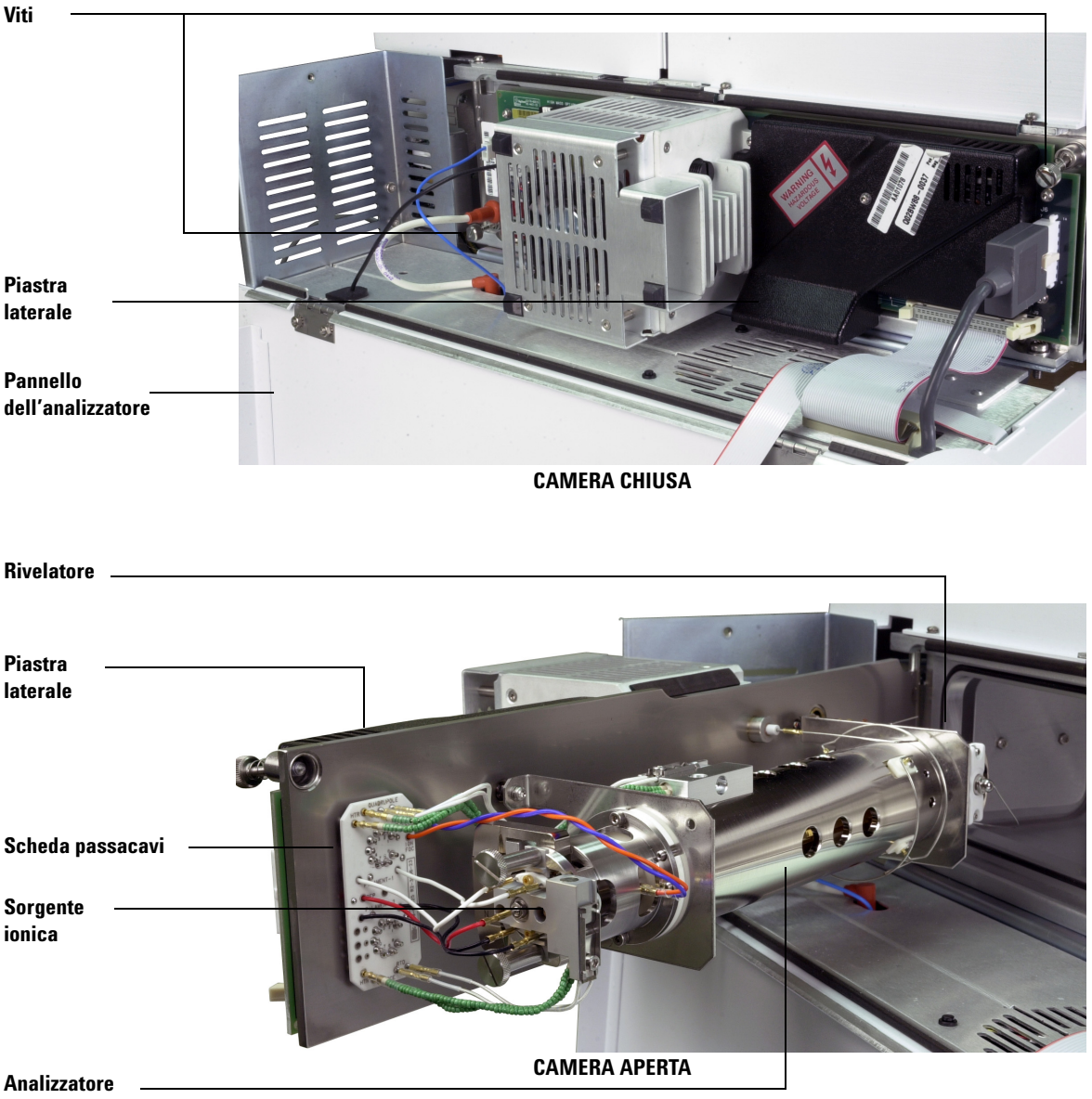


Figura 21 La camera dell'analizzatore

Chiudere la camera dell'analizzatore

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)

Procedura

1 Accertarsi che tutti i fili elettrici siano collegati correttamente. Il cablaggio è lo stesso sia per le sorgenti EI che CI.

Il cablaggio è descritto nella Tabella 14 e illustrato nella Figura 22 e nella Figura 23. Il termine "scheda" nella tabella si riferisce alla scheda di passacavi che si trova vicino alla sorgente ionica.

Tabella 14 Cablaggi dell'analizzatore

Descrizione del cavo	Collegato a	Si connette a
Verde con perline (2)	Riscaldatore quad	Scheda, in alto a sinistra (RIS)
Bianco con rivestimento intrecciato (2)	Sensore quad	Scheda, in alto (RTD)
Bianco (2)	Scheda, al centro (FILAMENTO-1)	Filamento 1 (in alto)
Rosso (1)	Scheda, al centro a sinistra (REP)	Repeller
Nero (2)	Scheda, al centro (FILAMENTO-2)	Filamento 2 (in basso)
Arancione (1)	Scheda, in alto a destra (FOC ION)	Lente focale ionica
Blu (1)	Scheda, in alto a destra (LENTE INGR)	Lente di ingresso
Verde con perline (2)	Riscaldatore sorgente ionica	Scheda, in basso a sinistra (RIS)
Bianco (2)	Sensore sorgente ionica	Scheda, in basso (RTD)

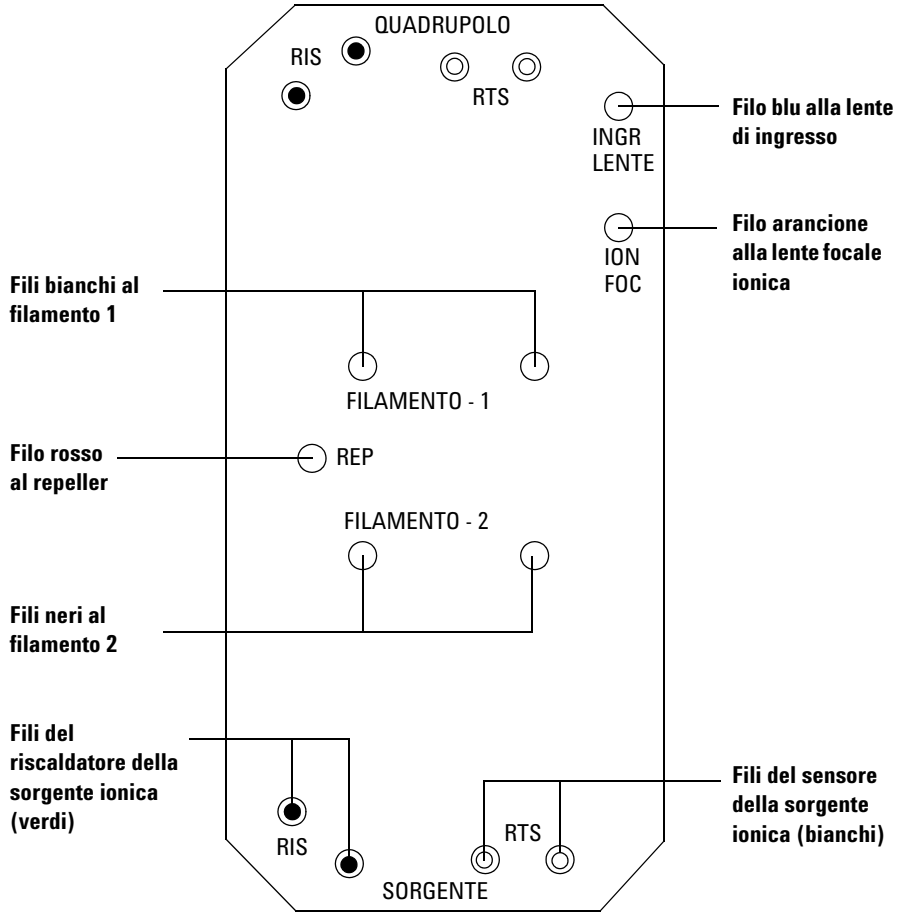


Figura 22 Cablaggio della scheda passacavi

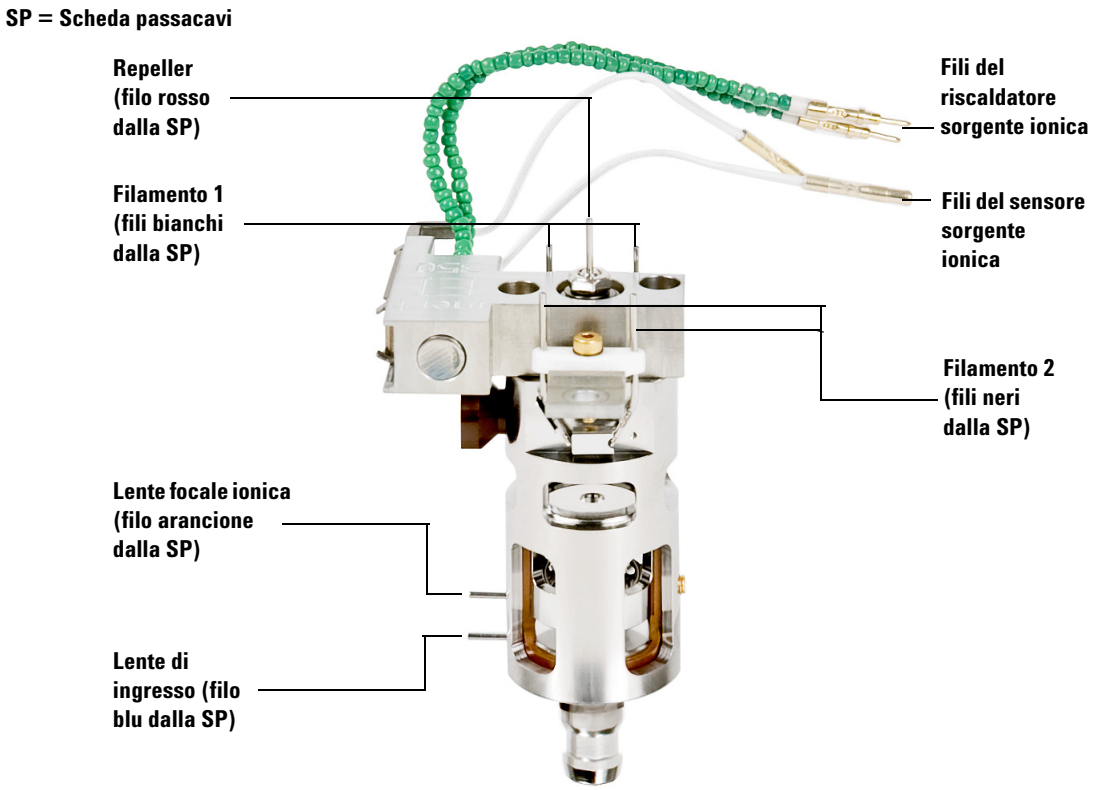


Figura 23 Cablaggio della sorgente ionica

2 Controllare la guarnizione O-ring della piastra laterale.

Accertarsi che la guarnizione O-ring abbia un rivestimento ***molto*** leggero di grasso Apiezon L a vuoto spinto. Se la guarnizione O-ring è molto secca potrebbe non sigillare perfettamente, se ha un aspetto lucido significa che il grasso è in eccesso (per istruzioni sulla lubrificazione, consultare il manuale 5975 MSD Maintenance and Troubleshooting).

3 Chiudere la piastra laterale.

4 Ricollegare il cavo di controllo della scheda secondaria e il cavo di alimentazione alla scheda secondaria.

5 Accertarsi che la valvola di ventilazione sia chiusa.

6 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD (pagina 89).

7 Se è attiva la modalità CI oppure se si utilizza l'idrogeno o altre sostanze infiammabili o tossiche come gas di trasporto, stringere a mano*delicatamente* la vite anteriore della piastra laterale.

AVVERTENZA **La vite anteriore deve essere stretta se si utilizza la modalità CI oppure l'idrogeno (o altri gas pericolosi) come gas di trasporto del GC. Nell'improbabile eventualità di un'esplosione potrebbe impedire l'apertura della piastra laterale.**

ATTENZIONE Non stringere eccessivamente la vite, potrebbe causare fuoriuscite d'aria o impedire una corretta esecuzione della procedura di messa a vuoto. Non stringere la vite con un cacciavite.

8 Completata la procedura di messa a vuoto dell'MSD, chiudere il pannello dell'analizzatore.

Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD

È possibile eseguire questa operazione anche dal pannello di controllo locale. Vedere la "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)".

AVVERTENZA **Accertarsi che l'MSD soddisfi tutte le condizioni elencate nell'introduzione a questo capitolo (pagina 56) prima di avviare la procedura di messa a vuoto dell'MSD. In caso contrario, si corre il pericolo di lesioni personali.**

AVVERTENZA **Se il gas di trasporto è l'idrogeno, non avviare il flusso del gas di trasporto finché non è stata completata la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Se le pompe a vuoto spinto sono spente, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

Procedura



1. Chiudere la valvola di ventilazione.
2. Inserire il cavo di alimentazione dell'MSD.
3. Selezionare **Tune and Vacuum Control** dal menu View.

   Selezionare **Pump Down** dal menu Vacuum.
4. Alla richiesta del sistema, accendere l'MSD.
5. Esercitare una leggera pressione sulla scheda laterale per verificare che sia correttamente sigillata. Premere la scatola metallica sulla scheda laterale.

   La pompa principale gorgoglierà per circa un minuto. Se il rumore persiste, significa che nel sistema vi è una ***grossa*** fuoriuscita d'aria, probabilmente dalla guarnizione della piastra laterale, dal dado della colonna sull'interfaccia o dalla valvola di ventilazione.

6 Dopo aver stabilito la comunicazione con il PC, fare clic su **OK**.

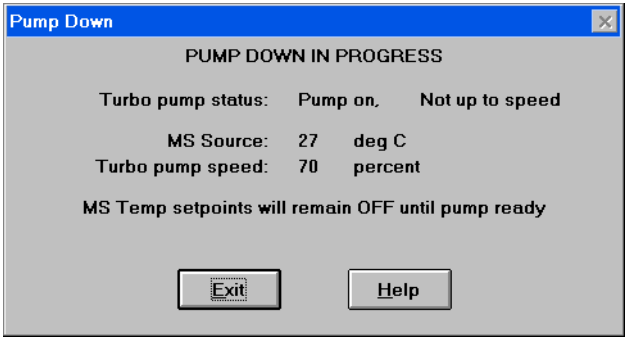


Figura 24 Procedura di messa a vuoto

ATTENZIONE Entro 10 - 15 minuti la pompa di diffusione dovrebbe essere calda o la pompa turbo raggiungere l'80% della velocità 80% (Figura 24). Alla fine, la pompa deve raggiungere il 95% della velocità massima. Se queste condizioni non sono soddisfatte, il sistema elettronico dell'MSD disattiverà la pompa principale e per ripartire da questa condizione sarà necessario spegnere e riaccendere l'MSD. Se la procedura di messa a vuoto dell'MSD non avviene correttamente, consultare il manuale o la Guida in linea per informazioni sulla risoluzione dei problemi connessi alle fuoriuscite d'aria e altri problemi riguardanti il vuoto.

7 Alla richiesta del sistema, accendere il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD e il forno del GC. Al termine, fare clic su **OK**.

Il software attiverà i riscaldatori della sorgente ionica e del filtro di massa (quad). I valori di regolazione della temperatura sono memorizzati nel file di calibrazione (*.u) attualmente impostato.

ATTENZIONE Non attivare nessuna delle zone riscaldate del GC finchè il flusso del gas di trasporto non è attivato. Riscaldando una colonna senza il flusso del gas di trasporto la si danneggia.

8 Dopo aver visualizzato il messaggio **Okay to run**, lasciar trascorrere 2 ore affinché l'MSD raggiunga l'equilibrio termico. I dati acquisiti prima che l'MSD abbia raggiunto l'equilibrio termico potrebbero non essere riproducibili.

Spostare o immagazzinare l'MSD

Materiali richiesti

- Boccola, vuota (5181-3308)
- Dado della colonna d'interfaccia (05988-20066)
- Chiave fissa da 1/4"e 5/16" (8710-0510)

Procedura

1. Ventilare l'MSD (pagina 80).
2. Rimuovere la colonna e installare una boccola vuota e il dado dell'interfaccia.
3. Stringere la valvola di ventilazione.
4. Togliere l'MSD dal GC (consultare il manuale 5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance).
5. Scollegare il cavo del riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD dal GC.
6. Installare il dado dell'interfaccia con la boccola vuota.
7. Aprire il pannello dell'analizzatore (pagina 78).
8. Stringere manualmente le viti della piastra laterale (Figura 25).

ATTENZIONE Non stringere eccessivamente le viti della piastra laterale, altrimenti si rischia di rovinare la filettatura nella camera dell'analizzatore. e di deformare la piastra laterale provocando fuoriuscite di sostanze.

9. Inserire il cavo di alimentazione dell'MSD.
10. Accendere l'MSD per ottenere una certa condizione di vuoto. Verificare che la velocità della pompa turbo sia superiore al 50% o che la pressione della pompa principale sia ~1 Torr.
11. Spegnere l'MSD.
12. Chiudere il pannello dell'analizzatore.
13. Disconnettere i cavi di LAN, connessione remota e alimentazione.

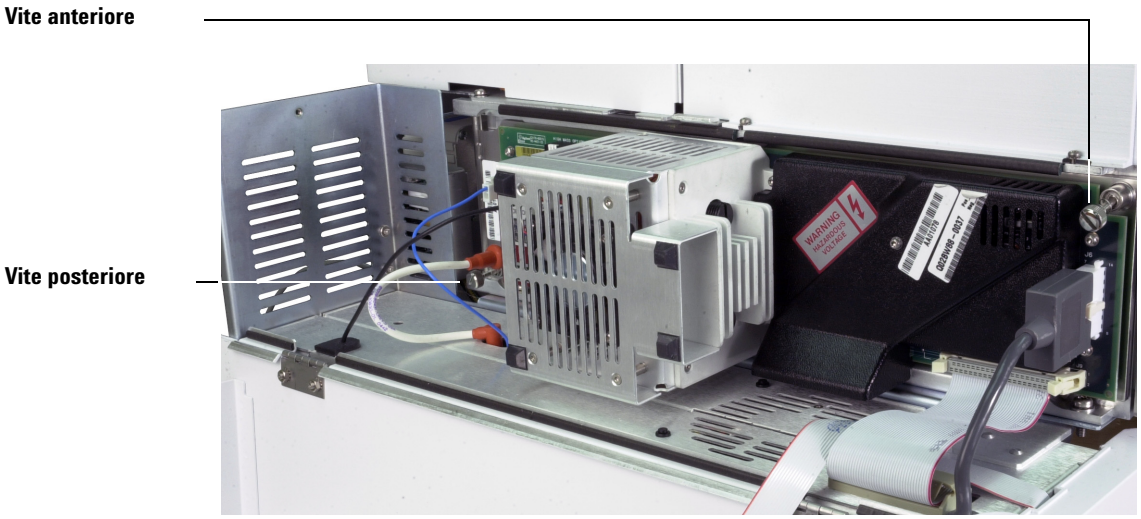


Figura 25 Viti della piastra laterale

Ora l'MSD può essere immagazzinato o spostato. La pompa principale non può essere scollegata, ma deve essere spostata con l'MSD. Accertarsi che l'MSD resti in posizione verticale e non sia mai inclinato su un fianco o rovesciato.

ATTENZIONE L'MSD deve essere sempre in posizione verticale. Se si deve spedire l'MSD altrove, contattare il servizio Agilent Technologies per avere informazioni sull'imballaggio e la spedizione.

Impostare la temperatura dell'interfaccia dal GC

La temperatura dell'interfaccia può essere impostata direttamente dal GC. Per i modelli Agilent 7890A e 6890, impostare la temperatura Aux #2. Per il modello 6850, utilizzare il controller palmare opzionale per impostare la temperatura termica ausiliaria. Consultare la documentazione utente del GC per informazioni più dettagliate.

ATTENZIONE Non superare mai la temperatura massima della colonna.

ATTENZIONE Accertarsi che il gas di trasporto sia attivato e che la colonna sia stata spurgata dell'aria prima di riscaldare l'interfaccia GC/MSD o il forno GC.

Per includere in modo permanente i nuovi valori di regolazione nel metodo corrente, fare clic su **Save** nel menu Method. In caso contrario, al successivo caricamento di un metodo tutti i suoi valori di regolazione sovrascriveranno quelli impostati dalla tastiera del GC.

4
Funzionamento in modalità CI (a ionizzazione chimica)

Indicazioni generali 96
Interfaccia GC/MSD CI 97
Funzionamento dell'MSD CI 99
Passare dalla sorgente EI alla sorgente CI 100
Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD CI 101
Impostare il software per il funzionamento CI 102
Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente 104
Impostare il flusso del gas reagente metano 107
Utilizzare altri gas reagenti 109
Passare dalla sorgente CI alla sorgente EI 113
Autocalibrazione CI 114
Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano) 116
Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano) 118
Verificare le prestazioni PCI 120
Verificare le prestazioni NCI 121
Monitorare la pressione del vuoto spinto 122

Questo capitolo fornisce informazioni e istruzioni per il funzionamento degli MSD CI serie 5975 in modalità CI, ovvero a ionizzazione chimica. La maggior parte delle informazioni fornite nel capitolo precedente sono ancora pertinenti.

I temi trattati riguardano quasi esclusivamente la ionizzazione chimica del metano, tranne una sessione in cui è descritto l'utilizzo di altri gas reagenti.

Il software contiene istruzioni per impostare il flusso del gas reagente e per eseguire le calibrazioni automatiche CI. Le calibrazioni automatiche sono fornite per la CI positiva (PCI) con gas reagente metano e per la CI negativa (NCI) con qualsiasi gas reagente.

Indicazioni generali

- Utilizzare sempre metano purissimo (e gli altri gas reagenti, se possibile). Il metano deve essere puro almeno al 99.9995%.
- Verificare sempre che l'MSD funzioni perfettamente in modalità EI prima di passare alla modalità CI. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema".
- Accertarsi che la sorgente ionica CI e la guarnizione dell'interfaccia GC/MSD siano installate.
- Controllare che non vi siano perdite dai tubi del gas reagente. Tale verifica è effettuata in modalità PCI, controllando che vi sia *m/z* 32 dopo la pre-calibrazione del metano.

Interfaccia GC/MSD CI

L'interfaccia GC/MSD CI (Figura 26) è un condotto riscaldato nell'MSD per la colonna capillare. È fissato al lato destro della camera dell'analizzatore con una guarnizione O-ring ed è dotato di un coperchio di protezione che deve essere lasciato al suo posto.

Un'estremità dell'interfaccia passa attraverso il lato GC fino all'interno del forno ed è filettata per poter essere collegata alla colonna con un dado e una boccola. L'altra estremità dell'interfaccia si inserisce nella sorgente ionica. Gli ultimi 1 o 2 millimetri della colonna capillare si estendono oltre l'estremità del tubo guida fino all'interno della camera di ionizzazione.

Il gas reagente viene introdotto nell'interfaccia. La guarnizione isolante del gruppo interfaccia si estende all'interno della camera di ionizzazione. Una guarnizione a molla impedisce al gas reagente di fuoriuscire dalla guarnizione isolante. Il gas reagente entra nel corpo dell'interfaccia e si mescola con il gas di trasporto e il campione nella sorgente ionica.

L'interfaccia GC/MSD è riscaldata da un riscaldatore a cartuccia elettrico. Normalmente, il riscaldatore è alimentato e controllato dalla zona riscaldata Thermal Aux#2 del GC. Nel caso dei GC serie 6850, il riscaldatore è collegato alla zona termica ausiliaria. La temperatura dell'interfaccia può essere impostata dalla ChemStation dell'MSD o dal gascromatografo. Un sensore (termocoppia) nell'interfaccia controlla la temperatura.

Questa interfaccia è utilizzata anche per il funzionamento EI negli MSD CI.

L'interfaccia deve operare a una temperatura compresa tra 250 ° e 350 °C. Entro questi limiti, la temperatura dell'interfaccia deve essere leggermente superiore della temperatura massima del forno GC, ma ***mai*** superiore alla temperatura massima della colonna.

Vedere anche

"Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MSD".

ATTENZIONE Non superare la temperatura massima della colonna nell'interfaccia GC/MSD, nel forno GC o nell'iniettore.

AVVERTENZA **L'interfaccia GC/MSD opera a temperature elevate. Non toccarla per evitare ustioni.**

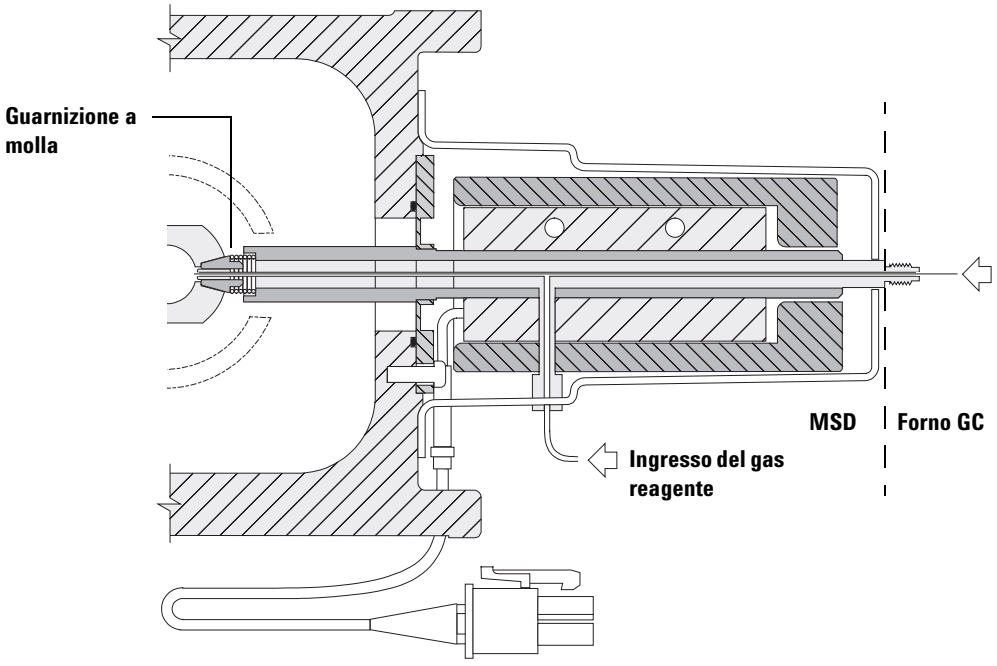


Figura 26 L'interfaccia GC/MSD CI

Funzionamento dell'MSD CI

Il funzionamento dell'MSD in modalità CI è leggermente più complesso rispetto alla modalità EI. Dopo la calibrazione, il flusso del gas, la temperatura della sorgente (Tabella 15) e l'energia degli elettroni potrebbero richiedere un'ulteriore ottimizzazione in funzione dell'analita specifico.

Tabella 15 Temperature per il funzionamento CI

	Sorgente ionica	Quadrupolo	Interfaccia GC/MSD
PCI	250 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

Avvio del sistema in modalità PCI

Attivando prima il sistema in modalità PCI è possibile eseguire le seguenti operazioni:

- Impostare l'MSD prima con il metano, anche se si utilizzerà un altro gas reagente.
- Controllare la guarnizione dell'interfaccia esaminando il rapporto *m/z* 28-27 (nel pannello di regolazione del flusso di metano).
- Capire se c'è una grossa fuoriuscita d'aria monitorando gli ioni a *m/z* 19 (acqua protonata) e 32.
- Confermare che l'MS sta generando ioni "reali" e non soltanto rumore di fondo.

È quasi impossibile eseguire operazioni di diagnostica del sistema in NCI. In NCI non vi sono ioni di gas reagente da monitorare. È difficile diagnosticare fuoriuscite d'aria e capire se si è creato un buon isolamento tra l'interfaccia e il volume di ioni.

Passare dalla sorgente EI alla sorgente CI

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI.

Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Procedura

1. Ventilare l'MSD. Vedere la pagina 80.
2. Aprire l'analizzatore.
3. Rimuovere la sorgente ionica EI. Vedere la pagina 132.

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra. Vedere la "Scarica elettrostatica". Adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

4. Installare la sorgente ionica CI. Vedere la pagina 140.
5. Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia. Vedere la pagina 141.
6. Chiudere l'analizzatore.
7. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere la pagina 101.

Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD CI

È possibile eseguire questa operazione anche dal pannello di controllo locale. Vedere la "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)".

Procedura

1. Seguire le istruzioni per l'MSD EI. Vedere "Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD".

   Quando il sistema richiede di attivare il riscaldatore dell'interfaccia e il forno GC, eseguire le seguenti operazioni:

2. Controllare il misuratore di vuoto, se presente, per verificare che la pressione diminuisca.
3. Premere **Shutoff Valve** per chiudere l'erogazione di gas e le valvole di esclusione.
4. Verificare che il file **PCICH4.U** sia caricato e accettare i valori di regolazione della temperatura.

   Avviare sempre il sistema e verificarne le prestazioni in modalità PCI prima di passare alla modalità NCI.

5. Impostare l'interfaccia GC/MSD a 280 °C.
6. Impostare **Gas A** al 20%.
7. Lasciar degassare e spurgare il sistema per almeno 2 ore. Se si intende passare al funzionamento NCI, migliore sensibilità, lasciar degassare l'MSD per una notte.

Impostare il software per il funzionamento CI

Procedura

1. Passare alla vista Tune and Vacuum Control.
2. Selezionare **Load Tune Values** dal menu File.
3. Selezionare il file di calibrazione **PCICH4.U**.
4. Se non è mai stata eseguita l'autocalibrazione CI per questo file di calibrazione, il sistema visualizzerà una serie di finestre di dialogo. *Accettare i valori predefiniti a meno che non si abbiano motivi ben fondati per modificarli.*

   I valori di calibrazione hanno un notevole impatto sulle prestazioni dell'MSD. Iniziare sempre con i valori predefiniti quando si imposta per la prima volta la modalità CI, quindi effettuare le regolazioni richieste dalle applicazioni specifiche. Vedere la Tabella 16 per i valori predefiniti della finestra Tune Control Limits.

NOTA Questi limiti sono utilizzato soltanto nell'autocalibrazione. *Non* devono essere confusi con i parametri impostati Edit MS Parameters o con quelli presenti nel report sulla calibrazione.

Tabella 16 Limiti di controllo predefiniti della calibrazione, utilizzati solo nell'autocalibrazione CI

Gas reagente	Metano		Isobutano		Ammoniaca	
Polarità degli ioni	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Abbondanza target	$1x10^6$	$1x10^6$	N/D	$1x10^6$	N/D	$1x10^6$
Picco target	0.6	0.6	N/D	0.6	N/D	0.6
Repeller massimo	4	4	N/D	4	N/D	4
Corrente di emissione massima, µA	240	50	N/D	50	N/D	50
Energia degli elettroni max.	240	240	N/D	240	N/D	240

Note per la Tabella 16:

- **N/D** Non disponibile. Non sono generati ioni PFDTD nella PCI con nessun gas reagente che non sia il metano, pertanto l'autocalibrazione CI non è disponibile con queste configurazioni.
- **Polarità degli ioni** Impostare sempre nella PCI utilizzando prima il metano, quindi passare alla polarità e al gas reagente desiderati.
- **Abbondanza target** Regolare aumentando o diminuendo per ottenere l'abbondanza del segnale desiderata. Se l'abbondanza del segnale è più elevata sarà più elevata anche l'abbondanza del rumore. Si può regolare per l'acquisizione dei dati impostando l'EMV nel metodo.
- **Picco target** Valori di picco più elevati consentono una maggiore sensibilità, valori più bassi offrono una migliore risoluzione.
- **Corrente di emissione massima** Il valore ottimale della corrente di emissione massima per l'NCI è molto legata alla specificità del composto e deve essere selezionata in modo empirico. La corrente di emissione ottimale per i pesticidi, ad esempio, può essere di circa 200 µA.

Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente

I flussi di gas reagente sono controllati dal software (Figura 27).

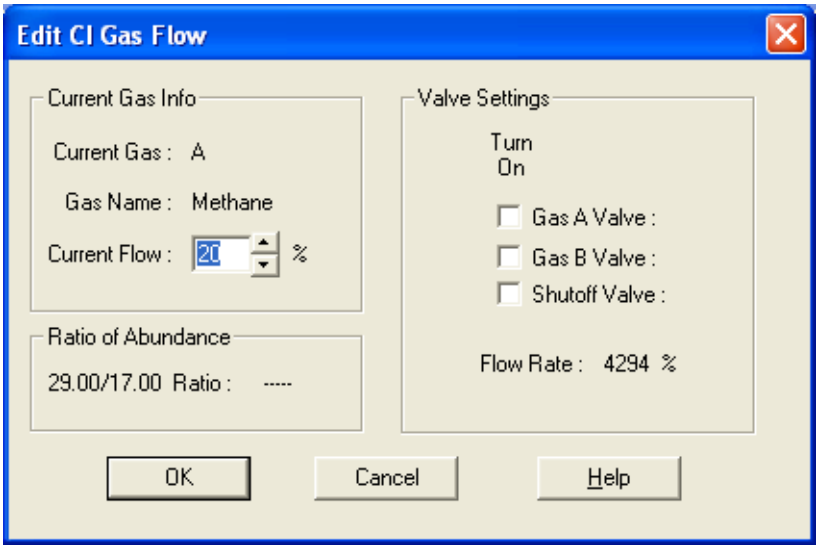


Figura 27 Controllo del flusso CI

Il riquadro Valve Settings regola quanto segue:

Gas A (o B) Valve Il flusso di gas corrente, se esistente, viene disattivato. Il sistema svuota i tubi del gas per 6 minuti, quindi attiva il gas selezionato (A o B). L'operazione serve a ridurre il mix di gas nei tubi.

Shutoff Valve Quando si seleziona l'opzione Shutoff Valve, il sistema disattiva il flusso di gas corrente lasciando aperta la valvola di esclusione (Figura 28). L'operazione serve a rimuovere qualsiasi residuo di gas nei tubi. Il tempo normale di evacuazione sono 6 minuti, trascorsi i quali la valvola di blocco si chiude.

L'hardware di controllo del flusso memorizza l'impostazione del flusso per ciascun gas. Quando si seleziona un gas la scheda di controllo imposta automaticamente lo stesso flusso utilizzato per quel gas l'ultima volta.

Il modulo di controllo del flusso

Il modulo di controllo del flusso di gas reagente CI (Figura 28 e Tabella 17) regola il flusso del gas reagente nell'interfaccia GC/MSD CI. Il modulo di flusso è composto da un controller del flusso di massa (MFC), le valvole di selezione del gas, la valvola di calibrazione CI, la valvola di blocco, i circuiti elettronici di controllo e le tubazioni.

Il pannello posteriore è dotato di raccordi per gli iniettori Swagelok per il metano (**CH4**) e per un **ALTRO** gas reagente. Il software fa riferimento ad essi definendoli **Gas A** e **Gas B**, rispettivamente. Se non si utilizza un secondo gas reagente, tappare l'**ALTRO** raccordo per impedire l'immissione accidentale di aria nell'analizzatore. Erogare i gas reagenti da 25 a 30 psi (170 - 205 kPa).

La valvola di blocco impedisce la contaminazione del modulo di controllo del flusso da parte dell'atmosfera mentre l'MSD viene ventilato o da parte dell'PFTBA durante il funzionamento EI. Sui monitor dell'MSD apparirà **On** come **1** e **Off** come **0** (vedere la Tabella 17).

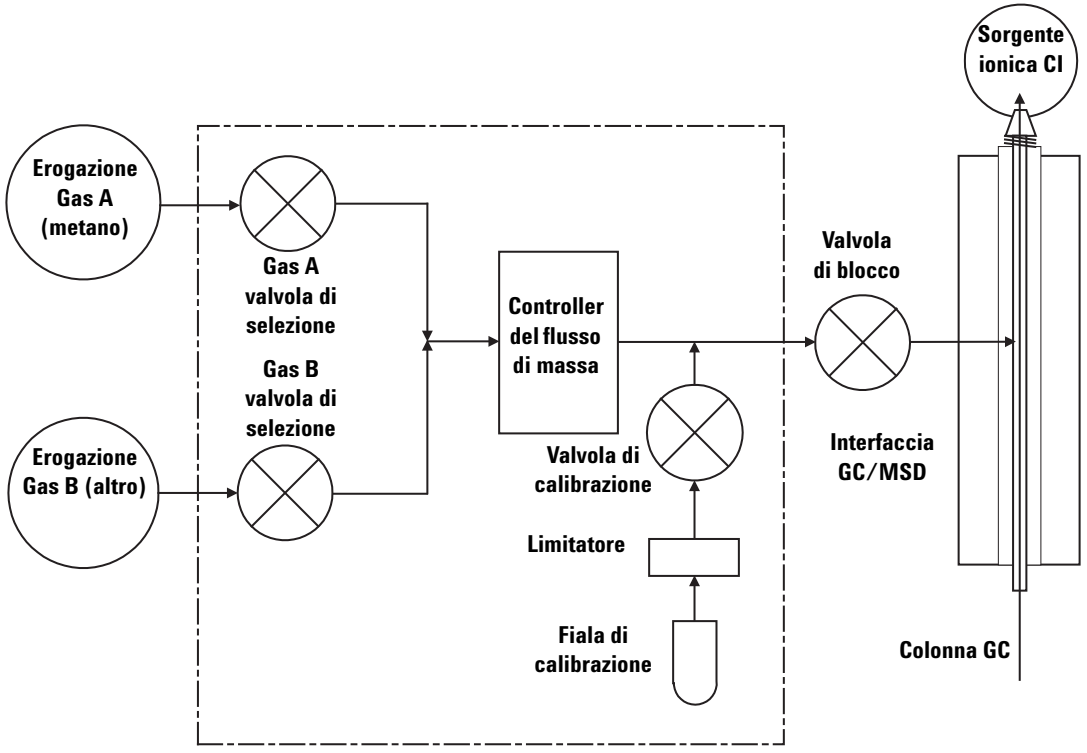


Figura 28 Schema del modulo di controllo del flusso di gas reagente

Tabella 17 Diagramma dello stato del modulo di controllo del flusso

Risultato	Flusso Gas A	Flusso Gas B	Spurgo con Gas A	Spurgo con Gas B	Pompaggio modulo di flusso	Standby, ventilazione o modalità EI
Gas A	Aperta	Chiusa	Aperta	Chiusa	Chiusa	Chiusa
Gas B	Chiusa	Aperta	Chiusa	Aperta	Chiusa	Chiusa
MFC	On → val.reg.	On → val.reg.	On → 100%	On → 100%	On → 100%	Off →0%
Valvola di blocco	Aperta	Aperta	Aperta	Aperta	Aperta	Chiusa

Gli stati **Open** e **Closed** sono riportati nei monitor come **1** e **0** rispettivamente.

Impostare il flusso del gas reagente metano

Il flusso del gas reagente deve essere regolato per ottenere la massima stabilità prima di calibrare il sistema CI. Eseguire l'impostazione ***iniziale*** con il metano in modalità ionizzazione chimica positiva (PCI). La modalità di ionizzazione chimica negativa (NCI) non consente alcuna procedura di regolazione, poiché non genera ioni reagenti negativi.

La regolazione del flusso di gas reagente metano avviene in tre fasi: impostazione del controllo del flusso, pre-calibrazione sugli ioni del gas reagente e regolazione del flusso per i parametri stabili degli ioni del gas reagente, per il metano, *m/z* 28/27.

Il sistema guiderà l'utente lungo la procedura di regolazione del flusso.

ATTENZIONE Dopo aver commutato il sistema dalla modalità EI a CI o dopo averlo ventilato per qualsiasi motivo, è necessario lasciar degassare l'MSD per almeno 2 ore prima di eseguire la calibrazione.

Procedura

1. Selezionare **Gas A**. Seguire le istruzioni e le richieste della procedura guidata di calibrazione.
2. Impostare il flusso al 20% per gli MSD PCI/NCI.
3. Esaminare il controller del misuratore di vuoto per verificare che la pressione sia corretta. Vedere la pagina 122.
4. Selezionare **Methane Pretune** dal menu Setup.

   La precalibrazione del metano regola lo strumento per consentire un monitoraggio ottimale del rapporto di ioni del reagente metano *m/z* 28/27.
5. Esaminare la scansione visualizzata del profilo degli ioni del reagente (Figura 29).
   - Accertarsi che non vi sia alcun picco visibile a *m/z* 32. Un picco in corrispondenza di tale valore indica una fuoriuscita d'aria. Se è visibile un simile picco, individuare e riparare la fuoriuscita prima di proseguire. Il funzionamento in modalità CI in presenza di una fuoriuscita d'aria comporta la rapida contaminazione della sorgente ionica.
   - Accertarsi che il picco a 19 *m/z* (acqua protonata) sia inferiore del 50% al picco a 17 *m/z* .

6 Eseguire la regolazione del flusso di metano.

ATTENZIONE Proseguendo con l'autocalibrazione CI se l'MSD ha una fuoriuscita d'aria o grandi quantità d'acqua si genererà una ***grave*** contaminazione della sorgente ionica. In tale evenienza, sarà necessario ***ventilare l'MSD*** e ***pulire la sorgente ionica***.

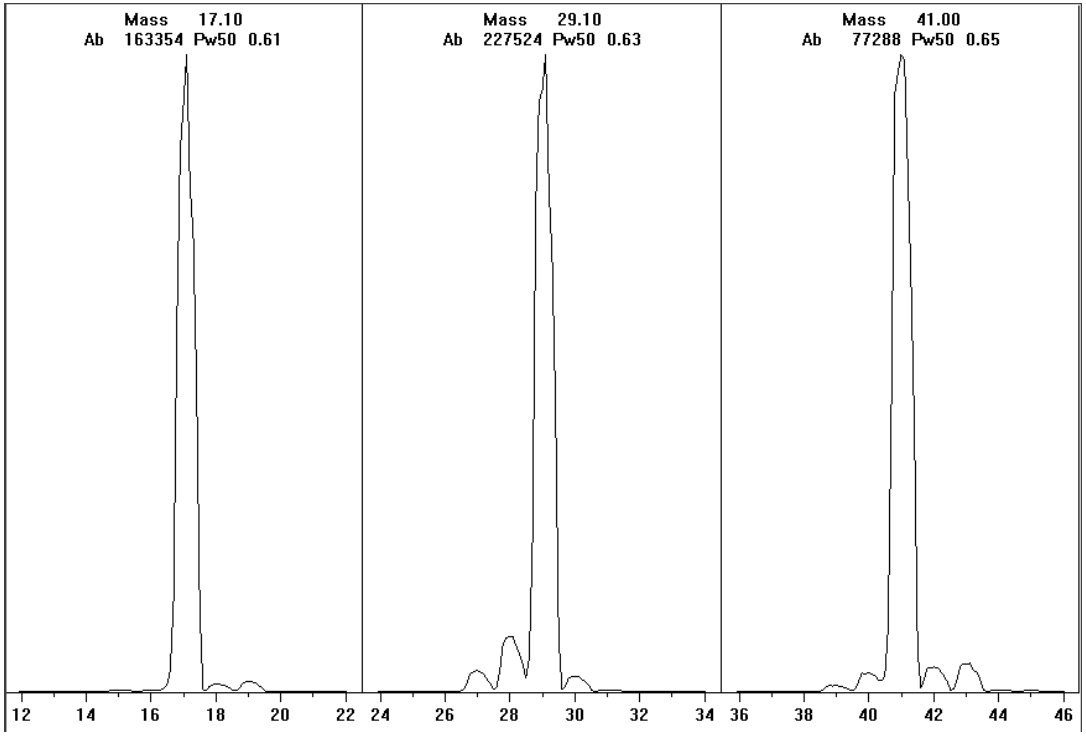


Figura 29 Scansione degli ioni del reagente

Pre-calibrazione del metano dopo più di un giorno di degassamento

Si noti il basso valore di abbondanza di *m/z* 19 e l'assenza di qualsiasi picco visibile a *m/z* 32. L'MSD probabilmente mostrerà più acqua all'inizio, ma il valore di abbondanza di *m/z* 19 dovrà comunque essere inferiore al 50% di *m/z* 17.

Utilizzare altri gas reagenti

Questa sezione descrive l'utilizzo di isobutano o ammoniaca come gas reagente. Prima di cercare di utilizzare altri gas reagenti è necessario avere acquisito familiarità con l'MSD serie 5975 equipaggiato CI con il metano come gas reagente.

ATTENZIONE Non utilizzare l'ossido di di azoto come gas reagente perché riduce drasticamente la durata del filamento.

Se si cambia il gas reagente dal metano all'isobutano o all'ammoniaca si cambia anche la chimica del processo di ionizzazione e le rese dei vari ioni. Nell'*Appendice A*, "Teoria della ionizzazione chimica è fornita una descrizione generale delle principali reazioni di ionizzazione chimica incontrate. Se non si ha esperienza di ionizzazione chimica si suggerisce di consultare quella parte prima di procedere.

ATTENZIONE Non tutte le operazioni di impostazione possono essere eseguite in tutte le modalità con tutti i gas reagenti. Per maggiori dettagli consultare la Tabella 18.

Tabella 18 Gas reagenti

Gas reagente/modalità	Masse degli ioni reagenti	PFDTD Ioni calibranti	Flusso ioni reg.: Rapporto MSD EI/PCI/NCI Pompa turbo ad alta efficienza Flusso consigliato: 20% PCI 40% NCI
Metano/PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1,5 – 5,0
Metano/NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/D
Isobutano/PCI	39, 43, 57	N/D	57/43: 5,0 – 30,0
Isobutano/NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/D
Ammoniaca/PCI	18, 35, 52	N/D	35/18: 0,1 – 1,0
Ammoniaca/NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/D

* Non sono generati ioni PFDTD con nessun gas reagente che non sia il metano. Calibrare con il metano e utilizzare gli stessi parametri per l'altro gas.

† Non sono generati ioni **negativi** del gas reagente. Per eseguire la pre-calibrazione in modalità negativa, utilizzare gli ioni del rumore di fondo: 17 (OH-), 35 (Cl-) e 235 (ReO3-). Questi ioni non possono essere utilizzati per la regolazione del flusso del gas reagente. Impostare il flusso al 40% per l'NCI ed effettuare le necessarie regolazioni per ottenere risultati accettabili per l'applicazione.

CI con isobutano

L'isobutano (C_4H_{10}) è comunemente utilizzato per la ionizzazione chimica quando si desidera una minore frammentazione nello spettro della ionizzazione chimica. Ciò è dovuto al fatto che l'affinità del protone dell'isobutano è superiore a quella del metano, di conseguenza viene trasferita meno energia nella reazione di ionizzazione.

L'aggiunta e il trasferimento del protone sono i meccanismi di ionizzazione associati più di frequente all'isobutano. Il campione stesso influisce sul meccanismo predominante.

CI con ammoniaca

L'ammoniaca (NH_3) è comunemente utilizzata per la ionizzazione chimica quando si desidera una minore frammentazione nello spettro della ionizzazione chimica. Ciò è dovuto al fatto che l'affinità del protone dell'ammoniaca è superiore a quella del metano, di conseguenza viene trasferita meno energia nella reazione di ionizzazione.

Poiché molti composti di interesse presentano un'affinità di protone insufficiente, lo spettro della ionizzazione chimica con l'ammoniaca spesso si ottiene dall'aggiunta di NH_4^+ e poi, in alcuni casi, dalla successiva perdita d'acqua. Lo spettro di ioni con il reagente ammoniaca hanno ioni principali a *m/z* 18, 35 e 52, corrispondenti a NH_4^+, $NH_4(NH_3)^+$ e $NH_4(NH_3)_2^+$.

Per regolare l'MSD per la ionizzazione chimica con isobutano o ammoniaca, seguire questa procedura:

Procedura

1. Dalla vista Tune and Vacuum Control, eseguire un'autocalibrazione standard PCI con metano e PFDTD.
2. Dal menu Setup, scegliere **CI Tune Wizard** e quando il sistema lo richiede, selezionare **Isobutane** oppure **Ammonia**. Il menu verrà modificato in funzione del gas selezionato, quindi scegliere gli opportuni parametri di calibrazione predefiniti.
3. Selezionare **Gas B**. Seguire le istruzioni e le richieste della procedura guidata, quindi impostare il flusso di gas al 20%.

   Se si utilizza un file di calibrazione già esistente, assicurarsi di salvarlo con un nuovo nome se non si vogliono sovrascrivere i valori esistenti. Accettare la temperatura e le altre impostazioni predefinite.
4. Fare clic su **Isobutane** (o **Ammonia**) **Flow Adjust** nel menu Setup.

L'autocalibrazione CI per l'isobutano o l'ammoniaca non è disponibile nella PCI.

Se si desidera eseguire una NCI con isobutano o ammoniaca, caricare il file **NCICH4.U** o un file di calibrazione NCI esistente per il gas specifico.

NOTA Ricordarsi di leggere la seguente nota applicativa: *Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5975 Series MSDs (5989-5170EN).*

ATTENZIONE L'utilizzo dell'ammoniaca influisce sui requisiti di manutenzione dell'MSD. Vedere "Manutenzione CI" per ulteriori informazioni.

ATTENZIONE La pressione dell'erogazione di ammoniaca deve essere inferiore a 5 psig. Pressioni più elevate possono provocare la condensazione dell'ammoniaca dallo stato gassoso allo stato liquido.

Mantenere sempre il serbatoio di ammoniaca in posizione verticale, sotto il livello del modulo di flusso. Avvolgere il tubo di erogazione dell'ammoniaca di alcuni giri verticali intorno ad una lattina o bottiglia. Così facendo, se vi è dell'ammoniaca liquida non potrà arrivare al modulo di flusso.

L'ammoniaca tende a consumare i fluidi e le guarnizioni della pompa a vuoto. La CI con ammoniaca rende necessari interventi più frequenti di manutenzione del sistema (vedere il manuale 5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance).

ATTENZIONE Quando si utilizza l'ammoniaca per 5 o più ore al giorno è necessario introdurre aria nella pompa principale per almeno 1 ora al giorno per ridurre al minimo i danni alle guarnizioni della pompa. Spurgare sempre l'MSD con metano dopo aver utilizzato l'ammoniaca.

Nella CI si utilizza spesso come gas reagente una miscela composta dal 5% di ammoniaca e dal 95% di elio oppure dal 5% di ammoniaca e dal 95% di metano. Questa miscela contiene abbastanza ammoniaca per ottenere una buona ionizzazione chimica riducendo al minimo gli effetti negativi.

CI con anidride carbonica

L'anidride carbonica è utilizzata spesso come gas reagente per la CI, in quanto presenta evidenti vantaggi in termini di disponibilità e sicurezza.

Passare dalla sorgente CI alla sorgente EI

Procedura

1. Dalla vista Tune and Vacuum Control, ventilare l'MSD. Vedere la pagina 80. Il sistema richiederà di eseguire le opportune operazioni.
2. Aprire l'analizzatore.
3. Rimuovere la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI. Vedere la pagina 141.
4. Rimuovere la sorgente ionica CI. Vedere la pagina 140.
5. Installare la sorgente ionica EI. Vedere la pagina 134.
6. Collocare la sorgente ionica CI e la guarnizione di isolamento dell'interfaccia nella scatola di immagazzinaggio della sorgente ionica.
7. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere la pagina 89.
8. Caricare il file di calibrazione EI.

ATTENZIONE Indossare sempre quanti puliti quando si tocca l'analizzatore o qualsiasi parte da inserire nella camera dell'analizzatore.

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore. Vedere la pagina 129.

Autocalibrazione CI

Dopo aver eseguito la regolazione del flusso del gas reagente, è necessario calibrare le lenti e l'elettronica dell'MSD (Tabella 19). Il calibrante utilizzato è il perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxidodecane (PFDTD). Invece di riempire interamente la camera a vuoto, il PFDTD viene introdotto direttamente nella camera di ionizzazione attraverso l'interfaccia GC/MSD per mezzo del modulo di controllo del flusso di gas.

ATTENZIONE Dopo aver commutato la sorgente dalla modalità EI a CI o dopo aver effettuato la ventilazione per qualsiasi altro motivo, è necessario lasciar spurgare e degassare l'MSD per almeno 2 ore prima di eseguire la calibrazione. Si raccomanda di degassare più a lungo prima di analizzare campioni che richiedono la massima sensibilità.

Esiste un'autocalibrazione PCI solo per il metano, poiché nella modalità positiva non sono prodotti ioni PFDTD da altri gas. Gli ioni di PFDTD sono visibili nella modalità NCI per qualsiasi gas reagente. Eseguire sempre prima la calibrazione per PCI con metano, indipendentemente dalla modalità o dal gas reagente che si intende utilizzare per l'analisi.

Non vi sono criteri riguardanti le prestazioni della calibrazione, se l'autocalibrazione CI viene completata, significa che ha avuto esito positivo.

Tuttavia, un valore EMVolt (tensione dell'elettromoltiplicatore) pari o superiore a 2600 V, indica l'esistenza di un problema. Se il metodo richiede che l'EMVolt sia impostato a +400, è possibile che la sensibilità durante l'acquisizione dei dati non sia adeguata.

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere la pagina 74. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Tabella 19 Impostazioni dei gas reagenti

Gas reagente	Metano		Isobutano		Ammoniaca		EI
Polarità degli ioni	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	N/D
Emissione	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
Energia degli elettroni	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Filamento	1	1	1	1	1	1	1 o 2
Repeller	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Focus ionico	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Correzione lente di ingresso	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volt EM	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Valvola di blocco	Aperta	Aperta	Aperta	Aperta	Aperta	Aperta	Chiusa
Selezione gas	A	A	B	B	B	B	Nessuno
Flusso consigliato	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/D
Temp. sorgente	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
Temp. quad	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
Temp. interfaccia	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
Autocalibrazione	Sì	Sì	No	Sì	No	Sì	Sì

N/D Non disponibile

Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere la pagina 74. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Procedura

1. Verificare prima che l'MSD funzioni correttamente in modalità EI. Vedere la pagina 74.
2. Caricare il file di calibrazione **PCICH4.U** (o un file di calibrazione esistente per il gas reagente utilizzato).

   Se si utilizza un file di calibrazione già esistente, assicurarsi di salvarlo con un nuovo nome se non si vogliono sovrascrivere i valori esistenti.
3. Accettare le impostazioni predefinite.
4. Eseguire l'impostazione con il metano. Vedere la pagina 107.
5. Sotto il menu Tune, fare clic su **CI Autotune**.

ATTENZIONE Evitare di calibrare più spesso di quanto non sia strettamente necessario; in tal modo, è possibile ridurre al minimo il rumore di fondo del PFDTD ed evitare la contaminazione della sorgente ionica.

Non vi sono criteri riguardanti le prestazioni della calibrazione, se l'autocalibrazione viene completata, significa che ha avuto esito positivo (Figura 30). Tuttavia, se la calibrazione imposta la tensione dell'elettromoltiplicatore (EMVolt) a o sopra 2600 V, potrebbe non essere possibile acquisire i dati correttamente se il metodo richiede di impostare il valore di EMVolt a "+400" o superiore.

Il report sull'autocalibrazione contiene informazioni relative all'aria e all'acqua presente nel sistema.

Il rapporto 19/29 indica l'abbondanza dell'acqua.

Il rapporto 32/29 indica l'abbondanza dell'ossigeno.

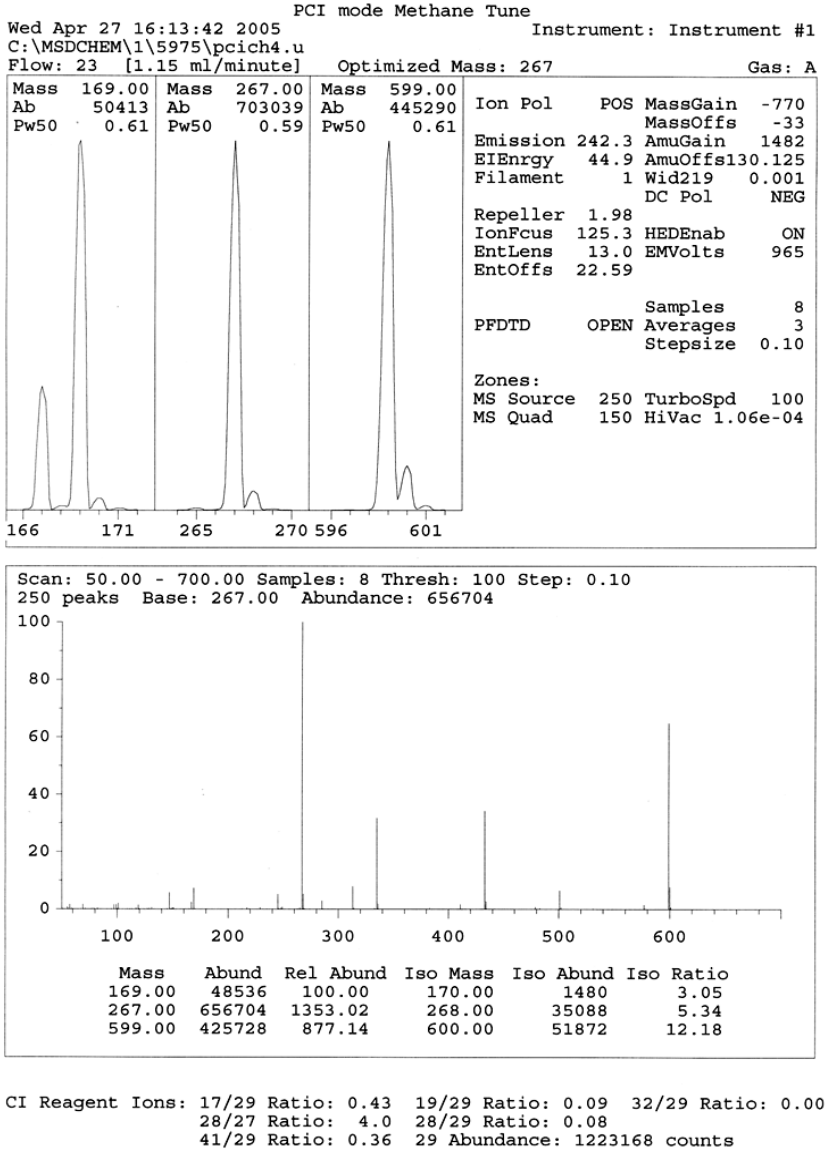


Figura 30 Autocalibrazione PCI

Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere la pagina 74. Impostare sempre l'MSD CI nella PCI utilizzando prima il metano come gas reagente, anche se si intende utilizzare un altro gas reagente o passare alla modalità NCI.

Procedura

1. Dalla vista Tune and Vacuum Control, caricare il file **NCICH4.U** (o un file di calibrazione esistente per il gas reagente utilizzato).
2. Dal menu Setup, selezionare **CI Tune Wizard** e seguire le indicazioni.

   Accettare la temperatura e le altre impostazioni predefinite.

   Se si utilizza un file di calibrazione già esistente, assicurarsi di salvarlo con un nuovo nome se non si vogliono sovrascrivere i valori esistenti.
3. Sotto il menu Tune, fare clic su **CI Autotune**.

ATTENZIONE Evitare di calibrare se non è strettamente necessario; in tal modo, è possibile ridurre al minimo il rumore di fondo del PFDTD ed evitare la contaminazione della sorgente ionica.

Non vi sono criteri riguardanti le prestazioni della calibrazione, se l'autocalibrazione viene completata, significa che ha avuto esito positivo (Figura 31). Tuttavia, se la calibrazione imposta la tensione dell'elettromoltiplicatore (EMVolt) a o sopra 2600 V, potrebbe non essere possibile acquisire i dati correttamente se il metodo richiede di impostare il valore di EMVolt a "+400" o superiore.

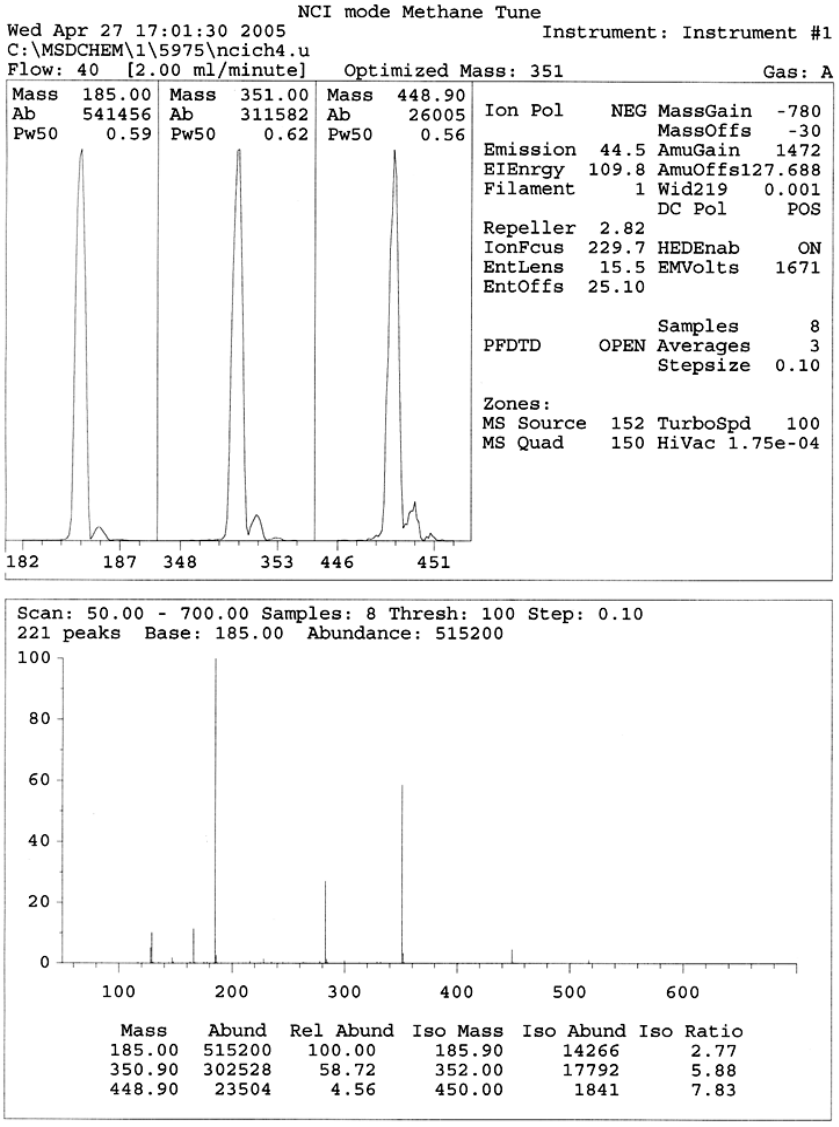


Figura 31 Autocalibrazione NCI

Verificare le prestazioni PCI

Materiali richiesti

- Benzofenone, 100 pg/µL (8500-5440)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere la pagina 74. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Procedura

1. Verificare prima che l'MSD funzioni correttamente in modalità EI.
2. Verificare che sia caricato il file di calibrazione **PCICH4.U**.
3. Selezionare **Gas A** e impostare il flusso al 20%.
4. Nella vista Tune and Vacuum Control, eseguire la configurazione CI. Vedere la pagina 114.
5. Eseguire l'autocalibrazione CI. Vedere la pagina 114.
6. Eseguire il metodo di sensibilità PCI **BENZ_PCI.M** utilizzando 1 µL di 100 pg/µL benzofenone.
7. Verificare che il sistema sia conforme alle specifiche di sensibilità pubblicate. Le specifiche sono pubblicate nel sito Web di Agilent all'indirizzo www.agilent.com/chem.

Verificare le prestazioni NCI

Questa procedura riguarda ***solo*** gli MSD EI/PCI/NCI.

Materiali richiesti

- Octafluoronaftalene (OFN), 100 fg/µL (5188-5347)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere la pagina 74. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Procedura

1. Verificare che l'MSD funzioni correttamente in modalità EI.
2. Caricare il file di calibrazione **NCICH4.U**, quindi accettare i valori di regolazione della temperatura.
3. Selezionare **Gas A** e impostare il flusso al 40%.
4. Nella vista Tune and Vacuum Control, eseguire l'autocalibrazione CI. Vedere la pagina 118.

   Si osservi che non esistono criteri per eseguire con successo l'autocalibrazione nella CI, se l'autocalibrazione viene completata, significa che ha avuto esito positivo.
5. Eseguire il metodo di sensibilità NCI: OFN_NCI.M utilizzando 2 µL di 100 fg/µL OFN.
6. Verificare che il sistema sia conforme alle specifiche di sensibilità pubblicate. Le specifiche sono pubblicate nel sito Web di Agilent all'indirizzo www.agilent.com/chem.

Monitorare la pressione del vuoto spinto

AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, non attivare il misuratore di vuoto Micro-Ion se vi è la possibilità che l'idrogeno si sia accumulato nel collettore. Leggere la sezione "Sicurezza dell'idrogeno" prima di far funzionare l'MSD utilizzando l'idrogeno come gas di trasporto.**

Procedura

1. Avviare e mettere a vuoto l'MSD. Vedere la pagina 101.
2. Nella vista Tune and Vacuum Control, selezionare **Turn Vacuum Gauge on/off** dal menu Vacuum.
3. Nella vista Instrument Control è possibile impostare un monitor MS per la lettura. È possibile leggere il vuoto spinto anche sull'LCP o dalla schermata Manual Tune.

Il controller del misuratore non si attiverà se la pressione nell'MSD è all'incirca superiore a 8×10^{-3} Torr. Il controller del misuratore è calibrato per l'azoto, ma tutte le pressioni elencate in questo manuale si riferiscono all'elio.

La massima influenza sulla pressione operativa è data dal flusso del gas di trasporto (colonna). Nella Tabella 20 sono elencate le pressioni tipiche di vari flussi del gas di trasporto elio. Le pressioni sono approssimative e variano da strumento e strumento.

Valori tipici della pressione

Utilizzare il misuratore di vuoto Micro-Ion G3397A. Si noti che il controller del flusso di massa è calibrato per il metano e che il misuratore di vuoto è calibrato per l'azoto, perciò i valori riportati non sono esatti, ma solo indicativi dei valori tipici (Tabella 20). Sono stati rilevati in presenza delle seguenti condizioni. Si noti che quelle riportate sono le tipiche temperature PCI:

Temperatura sorgente	250 °C
Temperatura del quad	150 °C
Temperatura dell'interfaccia	280 °C
Flusso del gas di trasporto elio	1 mL/min

Tabella 20 Valori di flusso e pressione

	Pressione (Torr)	
	Metano	**Ammoniaca**
MFC (%)	MSD EI/PCI/NCI (Pompa turbo ad alta efficienza)	MSD EI/PCI/NCI (Pompa turbo ad alta efficienza)
10	$5{,}5 \times 10^{-5}$	$5{,}0 \times 10^{-5}$
15	$8{,}0 \times 10^{-5}$	$7{,}0 \times 10^{-5}$
20	$1{,}0 \times 10^{-4}$	$8{,}5 \times 10^{-5}$
25	$1{,}2 \times 10^{-4}$	$1{,}0 \times 10^{-4}$
30	$1{,}5 \times 10^{-4}$	$1{,}2 \times 10^{-4}$
35	$2{,}0 \times 10^{-4}$	$1{,}5 \times 10^{-4}$
40	$2{,}5 \times 10^{-4}$	$2{,}0 \times 10^{-4}$

Acquisire dimestichezza con i valori riportati sul ***proprio*** sistema in condizioni operative e fare attenzione alle ***variazioni*** che potrebbero indicare un problema relativo al vuoto o al flusso di gas. I valori possono variare anche del 30% a seconda del MSD e controller del misuratore utilizzati.

5
Manutenzione generale

Prima di iniziare 126
Manutenzione del sistema a vuoto 131

Prima di iniziare

È possibile eseguire autonomamente la maggior parte delle operazioni di manutenzione richieste dall'MSD. Per tutelare la propria sicurezza è opportuno leggere tutte le informazioni riportate in questa introduzione prima di eseguire qualsiasi intervento di manutenzione.

Piano di manutenzione

Gli interventi di manutenzione più comuni sono elencati nella Tabella 21. L'esecuzione di questi interventi rispettando la pianificazione contribuisce a ridurre i problemi operativi, prolungare la vita del sistema e diminuire i costi operativi complessivi.

Prendere nota delle operazioni effettuate relative alle prestazioni del sistema (report di calibrazione) e alla manutenzione. In tal modo, sarà più facile individuare eventuali variazioni rispetto al normale funzionamento e adottare le opportune contromisure.

Tabella 21 Piano di manutenzione

Operazione	Ogni settimana	Ogni 6 mesi	Ogni anno	Se necessario
Calibrare IMSD'				X
Controllare il livello dell'olio della pompa principale	X			
Controllare le fiale di calibrazione		X		
Sostituire l'olio della pompa principale*		X		
Sostituire il fluido della pompa a diffusione			X	
Controllare la pompa principale a secco				X
Pulire la sorgente ionica				X
Controllare le trappole del gas di trasporto nel GC e nell'MSD				X
Sostituire le parti usurate				X
Lubrificare le guarnizioni O-ring della piastra laterale o della valvola di ventilazione†				X
Sostituire la fornitura del gas reagente CI				X
Sostituire le forniture del gas del GC				X

* Ogni 3 mesi per gli MSD CI che utilizzano l'ammoniaca come gas reagente.

† Le guarnizioni del sistema a vuoto che non siano gli O-ring della piastra laterale e della valvola di ventilazione non richiedono lubrificazione. Se lubrificate, potrebbero non funzionare più correttamente.

Strumenti, parti di ricambio e forniture

Alcuni degli strumenti, delle parti di ricambio e delle forniture richieste si trovano nel kit fornito con il GC, con l'MSD o nel kit di strumenti dell'MSD. Il resto, deve essere procurato a parte. Ogni procedura di manutenzione comprende un elenco dei materiali richiesti per eseguirla.

Precauzioni per l'alta tensione

Ogni volta che si collega l'MSD alla corrente, anche se l'interruttore di alimentazione è spento, è presente tensione potenzialmente pericolosa (120 V CA o 200/240 V CA) su:

- Il cablaggio e i fusibili tra l'ingresso del cavo di alimentazione nello strumento e l'interruttore di alimentazione

Quando il pulsante di alimentazione è acceso, sono presenti tensioni potenzialmente pericolose anche su:

- Le schede dei circuiti elettronici
- Il trasformatore toroidale
- Fili e cavi che collegano queste schede
- Fili e cavi che collegano queste schede e i connettori sul pannello posteriore dell'MSD
- Alcuni connettori sul pannello posteriore (ad esempio, la presa d'ingresso dell'alimentazione principale)

Normalmente, tutte queste parti sono schermate da pannelli di sicurezza. Quando i pannelli di sicurezza sono posizionati correttamente, dovrebbe essere difficile venire accidentalmente in contatto con tensioni pericolose.

AVVERTENZA **Non eseguire interventi di manutenzione con l'MSD acceso o collegato alla presa di corrente se non espressamente richiesto da una procedura descritta in questo capitolo.**

Alcune procedure descritte in questo capitolo richiedono di accedere all'interno dell'MSD mentre l'alimentatore è acceso. Non rimuovere nessuno dei pannelli di sicurezza dei componenti elettronici durante queste procedure. Per ridurre il rischio di scossa elettrica, seguire attentamente le procedure.

Temperature pericolose

Molte parti dell'MSD funzionano a o raggiungono temperature elevate che possono causare gravi ustioni. Tra queste parti vi sono:

- Interfaccia GC/MSD
- le parti dell'analizzatore
- le pompe a vuoto

AVVERTENZA **Non toccare mai queste parti mentre l'MSD è acceso. Una volta spento l'MSD, attendere che le parti si siano raffreddate prima di toccarle.**

AVVERTENZA **Il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD è alimentato dalla zona termica del GC. Il riscaldatore dell'interfaccia può rimanere acceso e raggiungere una temperatura pericolosamente elevata anche se l'MSD è spento. L'interfaccia GC/MSD è ben isolata e anche dopo essere stata spenta si raffredda molto lentamente.**

AVVERTENZA **La pompa principale può causare ustioni se viene toccata mentre è in funzione, per questo motivo è dotata di una protezione che impedisce all'utente di toccarla.**

Anche gli iniettori e il forno GC funzionano a temperature molto elevate. Avere le stesse precauzioni nell'avvicinarsi a queste parti. Per ulteriori informazioni consultare la documentazione fornita con il GC.

Residui chimici

Soltanto una piccola parte del campione è ionizzato dalla sorgente ionica. La maggior parte di qualsiasi campione passa attraverso la sorgente ionica senza essere ionizzato e viene pompato via dal sistema a vuoto. Di conseguenza, lo scarico della pompa principale contiene tracce del gas di trasporto e dei campioni. Lo scarico dalla pompa principale standard contiene anche piccole gocce di olio della pompa.

Con la pompa principale standard viene fornito anche un separatore dell'olio. Il separatore ferma ***soltanto*** le gocce d'olio della pompa, ma ***non*** trattiene nessun'altra sostanza chimica. Non utilizzare il separatore dell'olio se si utilizzano solventi tossici o si analizzano sostanze chimiche tossiche. Per tutte le pompe principali installare un tubo di raccordo che porti gli scarichi della pompa all'esterno o in una cappa aspirante con scarico esterno. Per la pompa principale standard ciò richiede la rimozione del separatore dell'olio. Accertarsi di operare in modo conforme alle normative locali sulla qualità dell'aria.

AVVERTENZA **Il separatore dell'olio fornito con la pompa standard ferma soltanto l'olio della pompa, non trattiene né filtra le sostanze chimiche tossiche. Rimuovere il separatore dell'olio se si utilizzano solventi tossici o si analizzano sostanze chimiche tossiche. Non utilizzare il separatore se si ha un MSD CI. Installare un tubo di raccordo per dirigere gli scarichi della pompa principale all'esterno o in una cappa aspirante.**

I fluidi presenti nella pompa a diffusione e nella pompa principale standard raccolgono anche tracce dei campioni analizzati. Tutti i fluidi della pompa utilizzati devono essere considerati pericolosi e, come tali, opportunamente maneggiati. Smaltire correttamente i fluidi utilizzati, come previsto dalle normative locali.

AVVERTENZA **Utilizzare guanti resistenti ai prodotti chimici e occhiali protettivi quando si sostituisce il fluido della pompa. Evitare qualsiasi contatto con il fluido.**

Scarica elettrostatica

Tutti le schede dei circuiti stampati nell'MSD contengono componenti che possono essere danneggiati dalle scariche elettrostatiche (ESD). Non maneggiare né toccare le schede dei circuiti se non è strettamente necessario. Inoltre, fili, contatti e cavi possono condurre scariche elettrostatiche alle schede elettroniche alle quali sono connessi. Ciò vale soprattutto per i contatti del filtro di massa (quadrupolo) che possono condurre scariche elettrostatiche a componenti sensibili della scheda secondaria. I danni derivanti dall'elettricità statica possono non causare un guasto immediato, ma ripercuotersi negativamente sulle prestazioni e sulla stabilità dell'MSD in modo graduale.

Quando si lavora sulle o vicino alle schede dei circuiti stampati o quando si lavoro su componenti con fili, contatti o cavi connessi ad esse, indossare sempre un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche. Il bracciale antistatico deve essere collegato a una presa per scariche elettrostatiche. Se ciò non fosse possibile, collegarlo a un componente conduttore (metallico) del pezzo su cui si sta lavorando, ma ***non*** a componenti elettronici, fili esposti o tracce, né pin dei connettori.

Adottare precauzioni supplementari, come un tappetino antistatico con messa a terra, se si deve lavorare su componenti o unità che sono state rimosse dall'MSD, ad esempio, sull'analizzatore.

ATTENZIONE

Il bracciale antistatico, per essere efficace, deve essere aderente (non troppo stretto). Un bracciale allentato protegge poco o non protegge affatto.

Le misure antistatiche non sono efficaci al 100%. Evitare quanto più possibile di maneggiare le schede dei circuiti elettronici e prenderle soltanto per le estremità. Non toccare mai componenti, tracce esposte o pin dei connettori e dei cavi.

Manutenzione del sistema a vuoto

Manutenzione periodica

Come già riportato nella Tabella 21, alcuni interventi di manutenzione del sistema a vuoto devono essere effettuati periodicamente. Essi includono:

- Controllo del fluido della pompa principale (ogni settimana)
- Controlla della fiala di calibrazione (ogni 6 mesi)
- Introduzione di aria nella pompa principale (tutti i giorni negli MSD che utilizzano l'ammoniaca come gas reagente)
- Sostituzione dell'olio della pompa principale (ogni 6 mesi; ogni 3 mesi per gli MSD CI che utilizzano l'ammoniaca come gas reagente)
- Serraggio delle viti della scatola dell'olio della pompa principale (primo cambio d'olio l'installazione)
- Sostituzione del fluido della pompa a diffusione (una volta all'anno)
- Sostituzione della pompa principale a secco (in genere ogni 3 anni)

La mancata esecuzione di questi interventi secondo la pianificazione può peggiorare le prestazioni dello strumento ed anche danneggiarlo.

Altre procedure

Interventi quali la sostituzione del misuratore di vuoto della pompa principale o di un misuratore di vuoto Micro-Ion devono essere eseguiti soltanto all'occorrenza. Vedere il manuale *5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance* e la Guida in linea del software ChemStation MSD per i sintomi che indicano la necessità di questo tipo di intervento.

Ulteriori informazioni

Per ulteriori informazioni sulle posizioni o funzioni dei componenti del sistema a vuoto, consultare il manuale *5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance*.

Molte delle procedure descritte in questo capitolo sono illustrate con video sui DVD Hardware User Information & Instrument Utilities e 5975 Series MSD User Information per Agilent GC/GCMSD.

Per rimuovere la sorgente ionica EI

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Pinzette a becco lungo (8710-1094)

Procedura



1 Ventilare l'MSD. Vedere la pagina 80.

2 Aprire la camera dell'analizzatore. Vedere la pagina 82.

Accertarsi di aver indossato un bracciale antistatico e di aver presto altre misure antistatiche prima di toccare i componenti dell'analizzatore.

3 Scollegare i sette fili dalla sorgente ionica. Non piegare i fili più del necessario (Figura 32 e Tabella 22).

Tabella 22 Fili della sorgente ionica

Colore del filo	Si connette a	Numero di fili
Blu	Lente di ingresso	1
Arancione	Focus ionico	1
Bianco	Filamento 1 (filamento in alto)	2
Rosso	Repeller	1
Nero	Filamento 2 (filamento in basso)	2

ATTENZIONE Tirare i connettori, non i fili.

4 Individuare i fili del riscaldatore e del sensore della temperatura della sorgente ionica che vanno alla scheda passante e scollegarli là.

5 Rimuovere le viti che tengono in posizione la sorgente ionica.

6 Estrarre la sorgente ionica dal radiatore della sorgente.

AVVERTENZA **Le temperature operative dell'analizzatore sono elevate. Non toccare nessun componente finché non si è certi che sia freddo.**

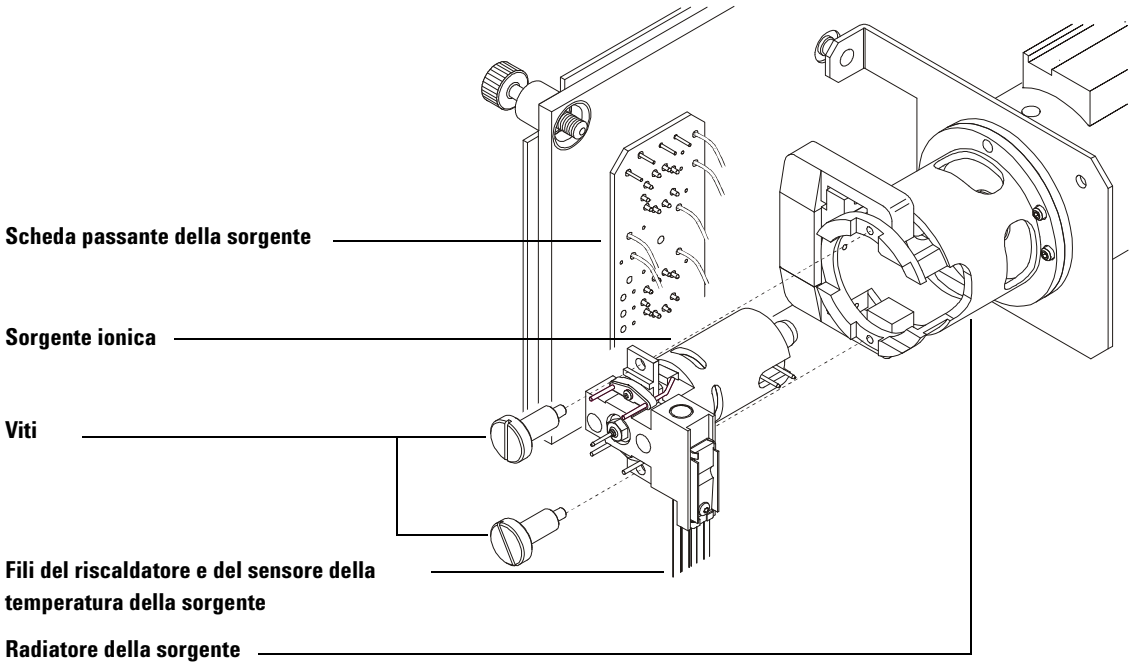


Figura 32 Rimozione della sorgente ionica

Per riassemblare la sorgente ionica EI

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Pinzette a becco lungo (8710-1094)

Procedura



1. Far scorrere la sorgente ionica nel radiatore (Figura 33).
2. Installare e stringere manualmente le viti della sorgente, senza esercitare eccessiva forza.
3. Collegare i fili della sorgente ionica come descritto nella sezione "Chiudere la camera dell'analizzatore". Chiudere la camera dell'analizzatore.

4 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere la pagina 89.

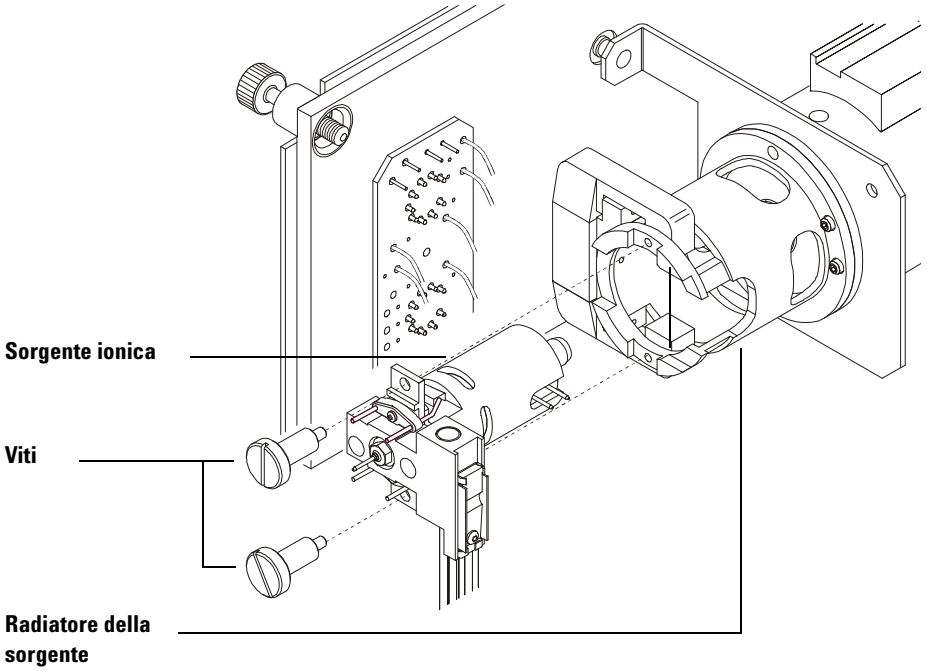


Figura 33 Installazione della sorgente ionica EI

5 Manutenzione generale

6
Manutenzione CI

Informazioni generali 138
Pulizia della sorgente ionica 138
Ammoniaca 138
Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI 139
Indicazioni 139
Installazione della sorgente ionica CI 140
Installazione della guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI 141

Questo capitolo descrive le procedure e i requisiti di manutenzione che riguardano esclusivamente gli MSD serie 5975 dotati di hardware per la ionizzazione chimica (CI).

Informazioni generali

Pulizia della sorgente ionica

L'effetto principale che il funzionamento in modalità CI ha sull'MSD è la necessità di una più frequente pulizia della sorgente ionica. Nel funzionamento CI la camera della sorgente ionica si contamina più rapidamente rispetto al funzionamento EI, poiché la ionizzazione chimica richiede pressioni più elevate della sorgente.

AVVERTENZA **Eseguire sempre le procedure di manutenzione che utilizzano solventi pericolosi sotto una cappa aspirante. Accertarsi di far funzionare l'MSD in una stanza ben aerata.**

Ammoniaca

L'ammoniaca, utilizzata come gas reagente, aumenta la necessità di manutenzione della pompa principale. Con l'ammoniaca l'olio della pompa principale si esaurisce più rapidamente. Pertanto, l'olio della pompa a vuoto principale standard deve essere controllato e sostituito con maggior frequenza.

Spurgare sempre l'MSD con metano dopo aver utilizzato l'ammoniaca.

Accertarsi di installare l'ammoniaca in modo che il serbatoio sia in posizione verticale. Questo accorgimento evita che l'ammoniaca liquida scorra nel modulo di flusso.

Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI

L'impostazione dell'MSD per il funzionamento in modalità CI richiede particolare attenzione per evitare contaminazioni e fuoriuscite d'aria.

Indicazioni

- Prima di ventilare in modalità EI, verificare che il sistema GC/MSD funzioni correttamente. Vedere la "Verificare le prestazioni del sistema".
- Verificare che i tubi dell'iniettore del gas reagente siano dotati di purificatori del gas (non applicabili per l'ammoniaca).
- Utilizzare gas reagenti purissimi, almeno al 99,99% per il metano e quanto più puri possibile per gli altri gas.

Installazione della sorgente ionica CI

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura

1. Ventilare l'MSD ed aprire la camera dell'analizzatore. Vedere la pagina 82.
2. Rimuovere la sorgente ionica EI. Vedere la pagina 132.
3. Rimuovere la sorgente ionica CI dalla scatola di immagazzinaggio ed inserirla nel radiatore della sorgente ionica.
4. Reinstallare le viti (Figura 34).
5. Collegare i fili come descritto nella sezione "Chiudere la camera dell'analizzatore".

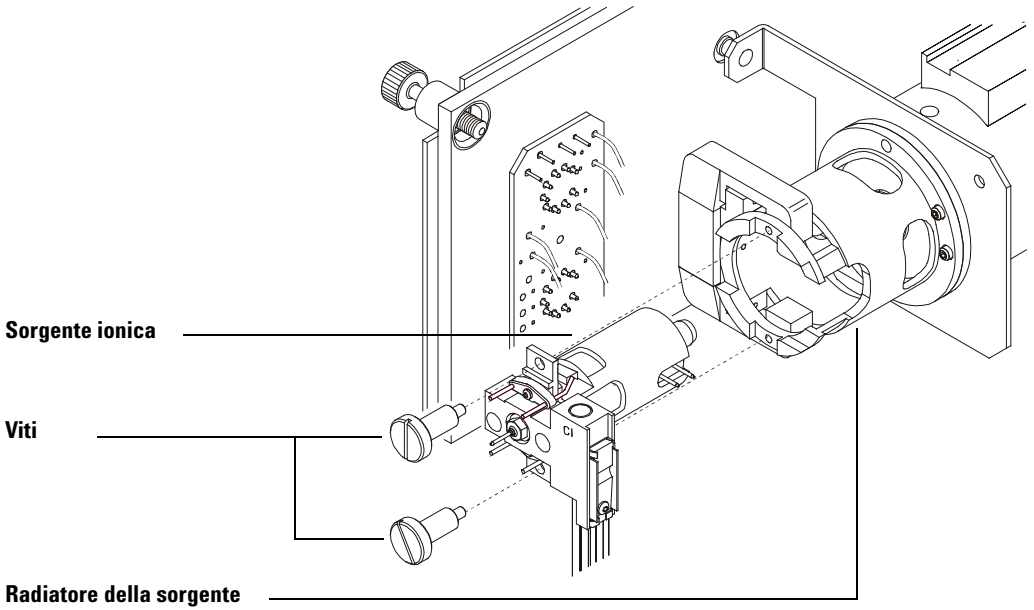


Figura 34 Installazione della sorgente ionica CI

Installazione della guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI

Materiali richiesti

- Guarnizione di isolamento dell'interfaccia (G1099-60412)

  Per il funzionamento CI è necessario che sia installata la guarnizione di isolamento dell'interfaccia, in quanto si deve raggiungere un'adeguata pressione della sorgente ionica.

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura



1. Rimuovere la guarnizione dalla scatola di immagazzinaggio della sorgente ionica.
2. Verificare che la sorgente ionica CI sia installata.
3. Posizionare la guarnizione sopra l'estremità dell'interfaccia. Per rimuovere la guarnizione, ripetere la procedura in senso inverso.
4. Controllare ***con delicatezza*** l'allineamento dell'analizzatore e dell'interfaccia.

   Quando è correttamente allineato, l'analizzatore può essere chiuso completamente senza incontrare nessun'altra resistenza eccetto la tensione della molla della guarnizione di isolamento dell'interfaccia.

ATTENZIONE Forzando la chiusura dell'analizzatore se l'allineamento non è corretto si danneggerà la guarnizione o l'interfaccia o la sorgente ionica oppure si impedirà l'isolamento della piastra laterale.

5. È possibile allineare l'analizzatore e l'interfaccia muovendo la piastra laterale sul cardine. Se l'analizzatore non si chiude ancora, contattare il servizio di assistenza Agilent Technologies.

A
Teoria della ionizzazione chimica

Panoramica sulla ionizzazione chimica 144
Teoria della CI positiva 146
Teoria della CI negativa 153

Panoramica sulla ionizzazione chimica

La ionizzazione chimica (CI) è una tecnica per creare gli ioni utilizzata nelle analisi effettuate con la spettrometria di massa. Vi sono differenze significative tra la ionizzazione chimica e la ionizzazione a impatto (EI). Questa sezione descrive i meccanismi più comuni della ionizzazione chimica.

Nella EI, elettroni con energia relativamente elevata (70 eV) entrano in collisione con le molecole del campione da analizzare. Tali collisioni producono (principalmente) ioni positivi. Con la ionizzazione, le molecole di una determinata sostanza si frammentano secondo schemi abbastanza prevedibili. La EI è un processo diretto; l'energia viene trasferita per impatto dagli elettroni alle molecole del campione.

Per la CI, oltre al campione e al gas di trasporto, nella camera di ionizzazione sono introdotte grandi quantità di gas reagente. Data la presenza di una quantità di gas reagente così superiore al campione, la maggior parte degli elettroni emessi entra in collisione con le molecole del gas reagente, formando ioni del reagente. Questi ioni reagiscono tra loro in processi di reazione primari e secondari che stabiliscono un equilibrio e reagiscono anche in vari modi con le molecole del campione formando gli ioni del campione. La formazione degli ioni CI comporta molta meno energia ed è molto più "delicata" rispetto alla ionizzazione a impatto. Poiché la CI genera una frammentazione molto inferiore, gli spettri CI solitamente mostrano un'elevata abbondanza dello ione molecolare. Per questa ragione, la CI viene spesso utilizzata per determinare i pesi molecolari dei composti campione.

Il metano è il più comune gas reagente per la CI. Presenta schemi di ionizzazione con determinate caratteristiche. Altri gas reagenti presentano altri schemi e possono offrire maggiore sensibilità per determinati campioni. I gas reagenti alternativi più comuni sono l'isobutano e l'ammoniaca. L'anidride carbonica viene utilizzata spesso nella ionizzazione chimica negativa. Altri gas reagenti meno comuni sono l'anidride carbonica, l'idrogeno, il freon, il trimetilsilano, l'ossido di azoto e la metilammina. Con ciascun gas reagente si ha una reazione di ionizzazione differente.

AVVERTENZA **L'ammoniaca è tossica e corrosiva. L'utilizzo dell'ammoniaca richiede manutenzione e misure di sicurezza speciali.**

La contaminazione con acqua nei gas reagenti riduce drasticamente la sensibilità della CI. Un grande picco a m/z 19 (H_30^+) nella CI positiva indica contaminazione con acqua. In concentrazioni sufficientemente elevate, soprattutto se associata al

calibrante, la contaminazione con acqua ha come conseguenza una grave contaminazione della sorgente ionica. La contaminazione con acqua è la più comune subito dopo aver connesso nuovi tubi o cilindri di un gas reagente. Questo tipo di contaminazione spesso diminuisce se si lascia fluire il gas reagente per alcune ore, spurgando il sistema.

Riferimenti sulla ionizzazione chimica

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.

Teoria della CI positiva

La CI positiva (PCI) si esegue con le stesse polarità di tensione dell'analizzatore della ionizzazione a impatto (EI). Per la PCI, il gas reagente è ionizzato mediante collisione con gli elettroni emessi. Gli ioni del gas reagente reagiscono chimicamente con le molecole del campione (come donatori di protoni) per formare gli ioni del campione. La formazione di ioni mediante PCI è più "delicata" rispetto alla ionizzazione a impatto, in quanto produce minor frammentazione. Questa reazione solitamente genera elevata abbondanza dello ione molecolare e per questo motivo viene utilizzata spesso per determinare il peso molecolare dei campioni.

Il gas reagente più comune è il metano. La PCI con metano produce ioni quasi con qualsiasi molecola di campione. Altri gas reagenti, quali l'isobutano o l'ammoniaca, sono più selettive e causano una frammentazione ancora minore. A causa dell'elevato rumore di fondo derivante dagli ioni del gas reagente, la PCI non è particolarmente sensibile e i limiti di rivelazione sono piuttosto alti.

Durante la ionizzazione chimica positiva hanno luogo quattro processi di ionizzazione fondamentali con pressioni della sorgente ionica comprese tra 0,8 e 2,0 Torr. Essi sono:

- Trasferimento di protoni
- Estrazione dell'idruro
- Addizione
- Scambio di carica

In funzione del gas reagente utilizzato, è possibile utilizzare uno o più di questi quattro processi per spiegare i prodotti della ionizzazione osservati negli spettri di massa ottenuti.

Nella Figura 35 sono illustrati gli spettri di metile stearato ottenuti con EI, PCI con metano e PCI con ammoniaca. Il semplice schema di frammentazione, la grande abbondanza dello ione $[MH]^+$ e la presenza dei due ioni addotti sono tipici della ionizzazione chimica con il metano come gas reagente.

La presenza di aria o di acqua nel sistema, soprattutto con il PFDTD come calibrante, contamina rapidamente la sorgente ionica.

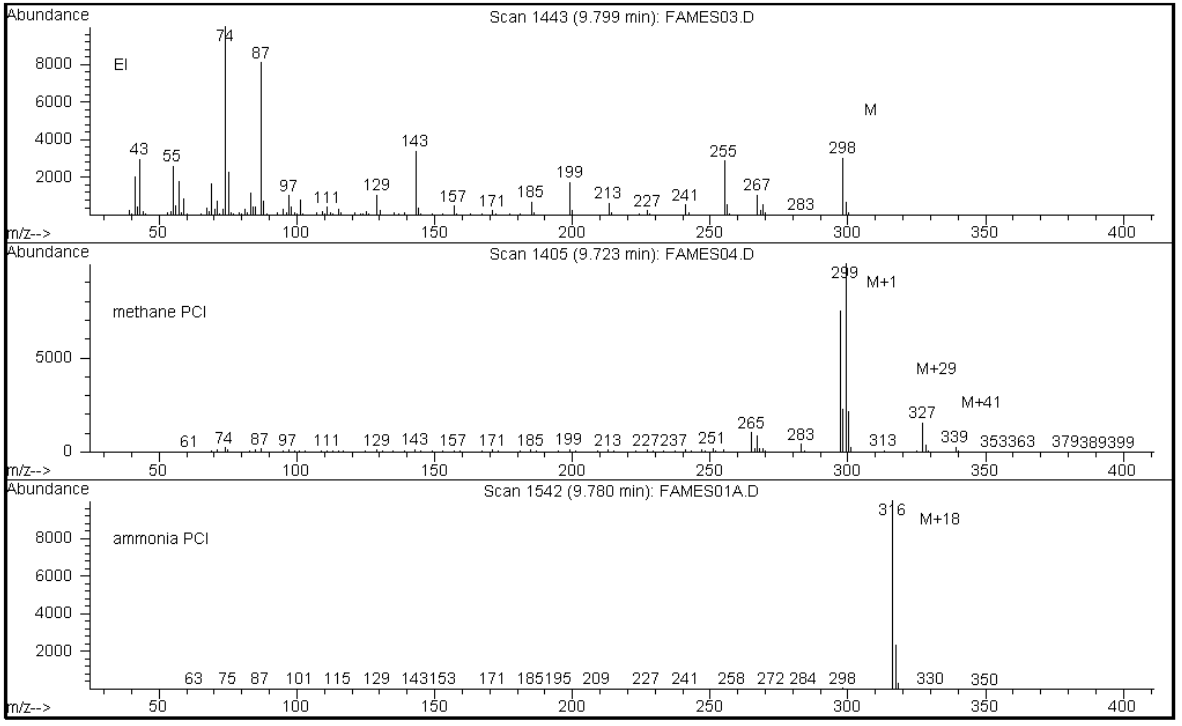


Figura 35 Metile stearato (MW = 298): EI, PCI con metano e PCI con ammoniaca

Trasferimento di protoni

Il trasferimento di protoni si può esprimere come

$$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$$

dove il gas reagente B ha subito la ionizzazione dando luogo alla protonazione. Se l'affinità protonica dell'analita (campione) M è maggiore di quella del gas reagente, il gas reagente protonato trasferirà i suoi protoni all'analita formando uno ione analita a carica positiva.

L'esempio utilizzato più spesso è il trasferimento di protoni dal CH_5^+ all'analita molecolare, che produce lo ione molecolare protonato MH^+.

Le affinità protoniche relative del gas reagente e dell'analita governano la reazione di trasferimento dei protoni. Se l'analita ha un'affinità protonica superiore a quella del gas reagente, può aver luogo il trasferimento di protoni. Il metano (CH_4) è il gas reagente più comune perché la sua affinità protonica è molto bassa.

Le affinità protoniche si possono definire in base alla reazione:

$$B + H^+ \rightarrow BH^+$$

dove le affinità protoniche sono espresse in kcal/mole. L'affinità protonica del metano è 127 kcal/mole. Nelle tabelle 23 e 24 sono elencate le affinità protoniche di diversi gas reagenti possibili e di diversi piccoli composti organici con vari gruppi funzionali.

Lo spettro di massa generato dalla reazione di trasferimento di protoni dipende da diversi criteri. Se la differenza nelle affinità protoniche è grande (come nel caso del metano), potrebbe esserci un eccesso rilevante di energia nello ione molecolare protonato, con una conseguente possibile frammentazione. Per questa ragione, per alcune analisi, si può preferire al metano l'isobutano che ha affinità protonica pari a 195 kcal/mole. L'ammoniaca ha un'affinità protonica di 207 kcal/mole, perciò è meno probabile che possa protonare la maggior parte degli analiti. Solitamente, la ionizzazione chimica con trasferimento di protoni è considerata di tipo "soft", ma il grado di delicatezza dipende dall'affinità protonica sia dell'analita che del gas reagente, oltre che da altri fattori tra i quali la temperatura della sorgente ionica.

Tabella 23 Affinità protonica del gas reagente

Specie	Affinità protonica kcal/mole	Ione reagente formato
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

Tabella 24 Affinità protoniche dei composti organici selezionati per la PCI

Molecola	Affinità protonica (kcal/mole)	Molecola	Affinità protonica (kcal/mole)
Acetaldeide	185	Metilammina	211
Acido acetico	188	Cloruro di metile	165
Acetone	202	Acetonitrile	186
Benzene	178	Solfuro di metile	185
2-Butanolo	197	Metilciclopropano	I80
Ciclopropano	179	Nitroetano	185
Dimetiletere	190	Nitrometano	180
Etano	121	n-propil acetato	207
Etilformiato	198	Propilene	179
Acido formico	175	Toluene	187
Acido bromidrico	140	*trans*-2-butene	180
Acido cloridrico	141	Acido trifluoroacetico	167

Tabella 24 Affinità protoniche dei composti organici selezionati per la PCI (segue)

Molecola	Affinità protonica (kcal/mole)	Molecola	Affinità protonica (kcal/mole)
Alcool isopropilico	190	Xilene	187
Metanolo	182		

Estrazione dell'idruro

Nella formazione degli ioni reagenti si possono formare vari ioni reagenti che presentano elevati affinità con lo ione idruro (H^-). Se l'affinità con lo ione idruro di uno ione reagente è superiore all'affinità con lo ione idruro dello ione formato dalla perdita di H^- dell'analita, allora le leggi della termodinamica sono favorevole a questo processo di ionizzazione chimica. Gli esempi includono l'estrazione dell'idruro degli alcani nella ionizzazione chimica con metano. Nella CI con metano, sia CH_5^+ e $C_2H_5^+$ sono in grado di realizzare l'estrazione dell'idruro. Queste specie presentano grandi affinità con lo ione idruro, il che genera la perdita di H^- per gli alcani a catena lunga, secondo la reazione generale

$$R^+ + M \rightarrow [M-H]^+ + RH$$

Per il metano, R^+ è CH_5^+ e $C_2H_5^+$, ed M è un alcano a catena lunga. Nel caso di CH_5^+, la reazione procede formando $[M-H]^+ + CH_4 + H_2$. Gli spettri che si ottengono dall'estrazione dell'idruro mostreranno un picco M–1 *m/z* risultante dalla perdita di H^-. La reazione è esotermica perciò si osserva spesso la frammentazione dello ione $[M-H]^+$.

Spesso nello spettro del campione può essere evidente la ionizzazione sia con estrazione dell'idruro che con trasferimento di protoni. Esemplificativo è lo spettro della CI con metano di esteri di metile a catena lunga, dove ha luogo sia l'estrazione dell'idruro dalla catena di idrocarburi che il trasferimento di protoni alla funzione estere. Nello spettro del metile stearato della PCI con metano, ad esempio, il picco MH^+ a *m/z* 299 è creato dal trasferimento di protoni e il picco $[M-1]^+$ a *m/z* 297 è creato dall'estrazione dell'idruro.

Addizione

Per molti analiti le reazioni della ionizzazione chimica di trasferimento di protoni ed estrazione dell'idruro non sono termodinamicamente favoriti. In questi casi, gli ioni del gas reagente sono spesso sufficientemente reattivi per combinarsi con le molecole dell'analita per condensazione o associazione (reazioni di addizione). Gli ioni risultanti vengono definiti ioni addotti. Gli ioni addotti si osservano nella ionizzazione chimica con metano in presenza di ioni di $[M+C_2H_5]^+$ e di $[M+C_3H_5]^+$, che generano picchi di massa M+29 e M+41 *m/z*.

Le reazioni di addizione sono particolarmente importanti nella CI con ammoniaca. Infatti, poiché l'NH_3 ha un'elevata affinità protonica, sono pochi i composti organici soggetti a trasferimento di protoni con il gas reagente ammoniaca. Nella CI con ammoniaca, in seguito ad una serie di reazioni della

molecola ionica, si ha la formazione di NH_4^+, $[NH_4NH_3]^+$ e $[NH_4(NH_3)_2]^+$. In particulare, lo ione di ammonio NH_4^+ darà origine ad uno ione intenso $[M+NH_4]^+$ che si osserva a M+18 *m/z*, per condensazione o associazione. Se questo ione risultante è instabile, si potrà osservare una successiva frammentazione. È un fenomeno comune anche la perdita neutra di H_2O o di NH_3, che si osserva come conseguente perdita di 18 o 17 *m/z*, rispettivamente.

Scambio di carica

La ionizzazione con scambio di carica si può descrivere con la reazione:

$$X^{+\bullet} + M \rightarrow M^{+\bullet} + X$$

dove X^+ è il gas reagente ionizzato ed M è l'analita d'interesse. Tra gli esempi di gas reagenti utilizzati per la ionizzazione con scambio di carica vi sono i gas nobili (elio, neon, argon, cripton, xenon e radon), l'azoto, l'anidride carbonica, il monossido di carbonio, l'idrogeno ed altri gas che non reagiscono "chimicamente" con l'analita. Ciascuno di questi gas reagenti, una volta ionizzato, ha un'energia di ricombinazione che si esprime come:

$$X^{+\bullet} + e^- \rightarrow X$$

o semplicemente la ricombinazione del reagente ionizzato con un elettrone per formare una specie neutra. Se questa energia è maggiore dell'energia richiesta per rimuovere un elettrone dall'analita, la prima reazione sopra indicata è esotermica e termodinamicamente possibile.

La ionizzazione chimica con scambio di carica non è ampiamente utilizzata per le applicazioni analitiche generiche. Tuttavia, può essere utilizzata in alcuni casi quando altri processi di ionizzazione chimica non sono termodinamicamente favoriti.

Teoria della CI negativa

La ionizzazione chimica negativa (NCI) è eseguita con le polarità della tensione dell'analizzatore invertite per selezionare gli ioni negativi. Esistono molteplici meccanismi chimici per l'NCI, ma non tutti offrono gli incrementi sostanziali della sensibilità spesso associati all'NCI. I quattro meccanismi (reazioni) più comuni sono i seguenti:

- Cattura degli elettroni
- Cattura dissociativa degli elettroni
- Formazione della coppia ionica
- Reazioni della molecola ionica

In tutti questi casi, tranne nelle reazioni della molecola ionica, il gas reagente svolge una funzione diversa da quella che svolge nella PCI. Nella NCI il gas reagente viene spesso definito gas tampone. Quando il gas reagente è bombardato da elettroni ad alta energia provenienti dal filamento, avviene la seguente reazione:

$$\text{Gas reagente} + e^-_{(230eV)} \rightarrow \text{ioni reagenti} + e^-_{(termico)}$$

Se il gas reagente è il metano (Figura 36), la reazione è:

$$CH_4 + e^-_{(230eV)} \rightarrow CH_4^+ + 2e^-_{(termico)}$$

Gli elettroni termici presentano livelli di energia inferiori rispetto agli elettroni provenienti dal filamento. Sono questi elettroni termici che reagiscono con le molecole del campione.

Non sono generati ioni negativi del gas reagente. Ciò previene quel genere di rumore di fondo che si osserva nella modalità PCI ed è il motivo per cui la NCI ha limiti di rivelazione molto inferiori. I prodotti della NCI si possono rivelare quando l'MSD funziona nella modalità negativa. Tale modalità operativa inverte la polarità di tutte le tensioni dell'analizzatore.

L'anidride carbonica è utilizzata spesso come gas tampone nella NCI, in quanto presenta evidenti vantaggi in termini di costo, disponibilità e sicurezza rispetto ad altri gas.

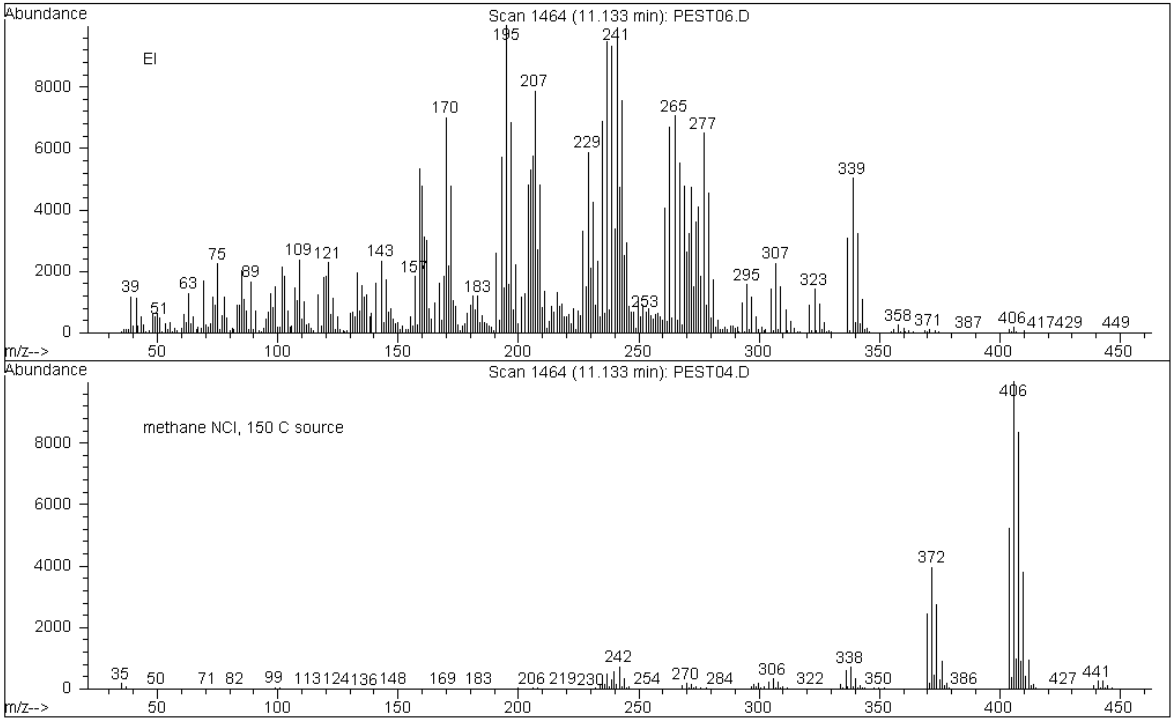


Figura 36 Endosulfan I (MW = 404): EI e NCI con metano

Cattura degli elettroni

La cattura degli elettroni è il meccanismo di maggior interesse nell'NCI. La cattura degli elettroni (spesso si fa riferimento ad essa con l'acronimo HPECMS, spettrometria di massa con cattura degli elettroni ad alta pressione) offre la sensibilità elevata per cui è nota la NCI. Per alcuni campioni, in presenza di condizioni ideali, la cattura degli elettroni può fornire una sensibilità da 10 a 1000 volte superiore rispetto alla ionizzazione positiva.

Si noti che tutte le reazioni associate alla CI positiva si verificano anche nella modalità NCI, solitamente con contaminanti. Gli ioni positivi che si formano non lasciano la sorgente ionica a causa delle tensioni invertite delle lenti e la loro presenza può soffocare la reazione di cattura degli elettroni.

La reazione di cattura degli elettroni si descrive così:

$$MX + e^{-}_{(termico)} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

dove MX è la molecola del campione e l'elettrone è un elettrone termico (lento) generato dall'interazione tra gli elettroni ad energia elevata ed il gas reagente.

In alcuni casi, l'anione radicale $MX^{-\bullet}$ non è stabile. In questi casi, può verificarsi la reazione inversa:

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

La reazione inversa viene talvolta definita autodistacco. In genere, la reazione inversa avviene molto rapidamente, perciò, c'è poco tempo per stabilizzare l'anione instabile attraverso collisioni o altre reazioni.

La cattura degli elettroni è favorita soprattutto dalle molecole contenenti etero-atomi. Ad esempio: azoto, ossigeno, fosforo, zolfo, silicio e soprattutto gli alogeni: fluoro, cloro, bromo e iodio.

La presenza di ossigeno, acqua o di quasi tutti gli altri contaminanti interferisce con la reazione di cattura degli elettroni. I contaminanti fanno sì che lo ione negativo sia formato dalla reazione della molecola ionica più lenta, che in genere produce meno sensibilità. È necessario ridurre al minimo tutte le potenziali fonti di contaminazione, soprattutto l'ossigeno (aria) e l'acqua.

Cattura dissociativa degli elettroni

La cattura dissociativa degli elettroni è nota anche come cattura dissociativa con risonanza. Si tratta di un processo simile alla cattura degli elettroni, con la sola differenza che durante la reazione, la molecola del campione si frammenta ovvero si dissocia. Il risultato è tipicamente un anione e un radicale neutro. La cattura dissociativa degli elettroni è illustrata dall'equazione della reazione:

$$MX + e^-_{(termico)} \rightarrow M^\bullet + X^-$$

Questa reazione non offre la stessa sensibilità della cattura degli elettroni e gli spettri di massa generati presentano minore abbondanza dello ione molecolare.

Come con la cattura degli elettroni, i prodotti della cattura dissociativa degli elettroni non sempre sono stabili e talvolta ha luogo la reazione inversa. Tale reazione inversa è chiamata anche reazione di distacco associativo. L'equazione della reazione inversa è la seguente:

$$M^\bullet + X^- \rightarrow MX + e^-$$

Formazione della coppia ionica

Ad un'osservazione superficiale, la formazione della coppia ionica è del tutto simile alla cattura dissociativa degli elettroni. La reazione di formazione della coppia ionica è rappresentata dall'equazione:

$$MX + e^-_{(termico)} \rightarrow M^+ + X^- + e^-$$

Come con la cattura dissociativa degli elettroni, si ha la frammentazione della molecola del campione; tuttavia, diversamente da essa, l'elettrone non viene catturato dai frammenti, ma la molecola del campione si frammenta in modo tale che gli elettroni si distribuiscano non uniformemente e si generino ioni positivi e negativi.

Reazioni della molecola ionica

Le reazioni della molecola ionica si hanno quando nella sorgente ionica CI sono presenti ossigeno, acqua ed altri contaminanti. Le reazioni della molecola ionica sono da due a quattro volte più lente delle reazioni di cattura degli elettroni e non offrono la sensibilità elevata propria delle reazioni con cattura degli elettroni Le reazioni della molecola ionica si possono descrivere con l'equazione generale:

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

dove X^- è per lo più un alogeno o un gruppo idrossile creato dalla ionizzazione di contaminanti da parte degli elettroni del filamento. Le reazioni della molecola ionica competono con le reazioni di cattura degli elettroni: maggiore il numero delle reazioni della molecola ionica, minore il numero delle reazioni di cattura degli elettroni.

A Teoria della ionizzazione chimica



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli Stati Uniti, febbraio 2010



G3170-94036