



**Agilent 7200 Q-TOF  
GC/MS (квадрупольная  
времяпролетная  
ГХ/МС система  
высокого разрешения)**

**Руководство  
пользователя**



**Agilent Technologies**

## Примечания

© Agilent Technologies, Inc. 2012

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

## Номер документа

G3850-91005

## Редакция

Редакция 1-я, февраль 2012 г.  
Отпечатано в США

Agilent Technologies  
5301 Stevens Creek Boulevard  
Santa Clara, CA 95052

## Гарантия

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

## Технологические лицензии

Оборудование и/или программное обеспечение, описанные в данном документе, защищены лицензиями и могут использоваться или копироваться только в соответствии с нормами и требованиями этих лицензий.

## Правовые ограничения

Ограниченные права правительства США. Права на программное обеспечение и технические данные включают только те, что получает конечный пользователь. Компания Agilent представляет пользовательскую лицензию на программу и технические данные в соответствии с FAR 12.211 (технические данные) и 12.212 (программное обеспечение) и, для

министерства обороны, по DFARS 252.227-7015 (технические данные) и DFARS 227.7202-3 (программное обеспечение и компьютерная документация).

## Предупреждения о безопасности

### ВНИМАНИЕ

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

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

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

## О данном руководстве

Данное руководство содержит информацию об управлении Agilent 7200 Q-TOF GC/MS (квадрупольной времяпролетной ГХ/МС системой высокого разрешения).

### 1 Введение 9

В первой главе дается общая информация о приборе 7200 Q-TOF GC/MS, включая описание оборудования и общие меры предосторожности.

### 2 Установка колонок ГХ 25

В главе 2 описывается, как подготовить капиллярную колонку для использования с МС, установить ее в печи ГХ и подсоединить к МС через интерфейс ГХ/МС.

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ) 43

В главе 3 описываются основные задачи, такие как установка температуры, мониторинг давления, настройка, вентилирование и откачка.

### 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ) 71

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

### 5 Использование сменного ионного источника 89

В главе 5 описывается, как заменить сменный ионный источник.

### 6 Общее техобслуживание 103

В главе 6 описываются операции техобслуживания прибора 7200 Q-TOF GC/MS.

## Оперативная документация для пользователя

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



DVD по системам Agilent и их принадлежностям, поставляемый с вашим прибором, содержит полное собрание оперативной справки, видеоматериалов и книг по приборам Agilent 7890A ГХ, 7200 Q-TOF GC/MS, 7693 АС и 7683 АС. Включены локализованные версии наиболее важной информации, такой как:

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

# Содержание

## 1 Введение

Используемые сокращения	10
Прибор 7200 Q-TOF GC/MS	12
Описание оборудования	15
Важнейшие меры предосторожности	16
Нормативная сертификация по безопасности	19
Назначение	22
Чистка/утилизация продукта	22
Чистка/утилизация продукта	22
Пролитая жидкость	22
Перемещение или хранение МС	23

## 2 Установка колонок ГХ

Колонки	26
Подготовка капиллярной колонки к установке	29
Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока	31
Подготовка капиллярной колонки	33
Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС	35
Подготовка краев колонки для использования с фитингом СФТ	38

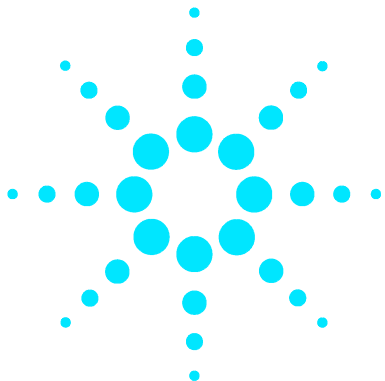
## 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Управление МС из системы обработки данных	44
Интерфейс ГХ/МС	44
Перед включением ГХ/МС	46
Откачка	47

Контроль температуры	47
Контроль потока в колонке	47
Контроль потока в ячейке столкновений	48
Вентилирование МС	49
Типовое давление вакуума в режиме ЭУ	50
Установка мониторов слежения за температурой МС и состоянием вакуума	51
Установка температуры анализатора МС	54
Установка температуры интерфейса ГХ/МС с MassHunter	56
Конфигурирование газа ячейки столкновений	59
Установка скорости потока газа ячейки столкновений	60
Автоматическая настройка МС для режима ЭУ	61
Снятие верхней крышки СИИ	64
Открытие боковой панели для доступа к камере анализатора	65
Откачка МС	66
Вентилирование МС	69
<b>4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)</b>	
Настройка вашего МС для работы в режиме ХИ	72
Интерфейс ХИ ГХ/МС	73
Работа в режиме ХИ МС	75
Давление высокого вакуума в режиме ХИ	76
Другие газы-реагенты	77
Автоматическая настройка ХИ	79
Модуль контроля потока	81
Переключение от режима ЭУ к режиму ХИ	82

	Управление модулем контроля потока газа-реагента	84
	Установка потока газа-реагента	86
	Автоматическая настройка ХИ	87
<b>5</b>	<b>Использование сменного ионного источника</b>	
	Сменный ионный источник	90
	Смена ионного источника	92
	Установка устройства извлечения СИИ	95
	Удаление источника из камеры анализатора	97
	Смена ионного источника на устройстве извлечения СИИ	99
	Установка ионного источника в камере анализатора	101
	Удаление устройства извлечения СИИ из прибора	102
<b>6</b>	<b>Общие техобслуживание</b>	
	Перед началом техобслуживания	104
	График техобслуживания	104
	Техобслуживание вакуумной системы	109
	Техобслуживание анализатора	110
	Разборка ионного источника ЭУ	112
	Сборка ионного источника ЭУ	114
	Разборка ионного источника ХИ	117
	Сборка ионного источника ХИ	119
	Чистка ионного источника	121
	Удаление нити накала	126
	Установка нити накала	128





# 1

## Введение

Используемые сокращения	10
Прибор 7200 Q-TOF GC/MS	12
Описание оборудования	15
Важнейшие меры предосторожности	16
Нормативная сертификация по безопасности	19
Назначение	22
Чистка/утилизация продукта	22
Пролитая жидкость	22
Перемещение или хранение МС	23

В этом разделе приводится общая информация о приборе 7200 Q-TOF GC/MS, включая описание оборудования и общие меры предосторожности.



## Используемые сокращения

При описании данного продукта используются сокращения, приводимые в [Таблица 1](#).

**Таблица 1** Сокращения

Сокращение	Определение
ПерТ	Переменный ток
АС	Автосамплер
БФБ	Бромфторбензол (калибрующее вещество)
ЯС	Ячейка столкновений
ХИ	Химическая ионизация
ПосТ	Постоянный ток
ДФТФФ	Декафтортрифенилфосфин (калибрующее вещество)
ЭУ	Электронный удар (ионизация)
ЭПУ	Электронное пневматическое управление
ЭВ	Электрон-вольт
ГХ	Газовая хроматография
ВД	Внутренний диаметр
ЛС	Локальная сеть
$m/z$ (м/з)	Отношение массы к заряду
КМР	Контроллер массового расхода
МС	Масс-спектрометр
ОХИ	Отрицательная химическая ионизация
ОФН	Октофторнафтаген (калибрующее вещество)
ПХИ	Положительная химическая ионизация
ПФДТД	Перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибрующее вещество)
ПФТБА	Перфтортрибутиламин (калибрующее вещество)

**Таблица 1** Сокращения (продолжение)

<b>Сокращение</b>	<b>Определение</b>
К-ВП (Q-TOF)	Квадрупольный времяпролетный (блок)
КФМ (Quad)	Квадрупольный фильтр масс
РЧ	Радиочастота
УРЧ	Усилитель радиочастот
ВП (TOF)	Времяпролетный
Торр	Единица давления, 1 мм рт. ст.
Турбо	Турбомолекулярный вакуумный насос

## Прибор 7200 Q-TOF GC/MS

Прибор 7200 Q-TOF GC/MS представляет собой автономный капиллярный ГХ-детектор, использующийся вместе с газовым хроматографом Agilent 7890A серии. Система имеет следующие особенности:

- Три турбомолекулярных вакуумных насоса
- Форвакуумный насос
- Независимо от МС нагреваемый источник электронной или химической ионизации
- Щуп сменного ионного источника (СИИ) с байонетом и охлаждающей камерой, позволяющими быстро менять ионный источник (ЭИ – ХИ) с минимальной потерей вакуума в приборе.
- Независимо от МС нагреваемый гиперболический квадрупольный фильтр масс, который можно нагревать до высокой температуры, минимизируя загрязнение, характерное для анализа при низкой температуре.
- Ячейка столкновений с одним гексаполем
- Ионно-фокусирующий ограничитель
- Вакуумная времяпролетная трубка с двухступенчатым ионным зеркалом
- Электронные блоки с быстрым откликом, позволяющие достигать высокой скорости взятия проб
- Аналого-цифровой детектор
- Независимо от ГХ нагреваемый интерфейс ГХ/МС с автоматическим отводом во время смены ионного источника

### Физическое описание

Прибор 7200 Q-TOF GC/MS имеет примерно 48 см в высоту, 71 см в ширину и 89 см в глубину без пролетной трубки и рукоятки СИИ. Пролетная трубка выступает на 84 см над верхней кромкой прибора. Рукоятка СИИ при подсоединении выступает на 48 см от передней стенки прибора.

Основной блок прибора весит 152 кг. Подсоединенный форвакуумный насос весит дополнительные 11 кг.

Главные компоненты прибора: основной блок/крышка, вакуумная система, интерфейс ГХ/МС, сменный ионный источник, электронные блоки времяпролетной трубки, квадрупольный фильтр масс, ячейка столкновений, детектор.

## Вакуумметр

Прибор 7200 Q-TOF GC/MS может быть оборудован ионным вакуумметром. Программное обеспечение MassHunter может использоваться для считывания давления (высокого вакуума) в вакуумном коллекторе (манифолде), на выходе турбомолекулярного вакуумного насоса и во времяпролетной трубке.

## Режимы ионизации

Прибор 7200 Q-TOF GC/MS может поставляться в двух конфигурациях ионизации:

- Пакет G3850AA 7200 Q-TOF GC/MS ЭУ СИИ
- Пакет G3851AA 7200 Q-TOF GC/MS ЭУ/ХИ СИИ

Для заказа доступен набор для апгрейда, который позволяет преобразовать систему ЭУ в систему ЭУ/ХИ. Этот набор добавляет к системе 7200 Q-TOF GC/MS:

- Ионный источник ХИ
- Модуль управления потоком газа-реагента с трубкой и кабелем
- Обновление панели служб
- Новые ребра для поддержки крышки
- Новая маршрутизация для блока IRM

Для системы ХИ требуется и прилагается очиститель метана/изобутана, удаляющий кислород, воду, углеводороды и соединения серы.

Система МС ХИ оптимизирована для получения относительно высокого давления ионного источника, требуемого для ХИ, с одновременным поддержанием высокого вакуума в ячейке столкновений, квадруполе и времяпролетной трубке. Специальные уплотнения вдоль пути потока газа-реагента и очень маленькие отверстия в ионном источнике удерживают газы источника в ионизационном объеме достаточно долго для того, чтобы произошли

соответствующие реакции. Интерфейс имеет специальный тракт для газа-реактанта. На край интерфейса надевается изолирующее уплотнение, используемое и для ХИ, и для ЭУ.

Переключение между источниками ХИ и ЭУ с новым сменным источником занимает менее получаса. СИИ позволяет прибору оставаться в режиме вакуума и обеспечивает очистку камеры охлаждения азотом, чтобы быстро охладить ионный источник без вентилирования прибора. Данная функция позволяет экономить время по сравнению с традиционными системами.

## Описание оборудования

На [рисунк 1](#) показана типовая система Agilent 7200 Q-TOF GC/MS.

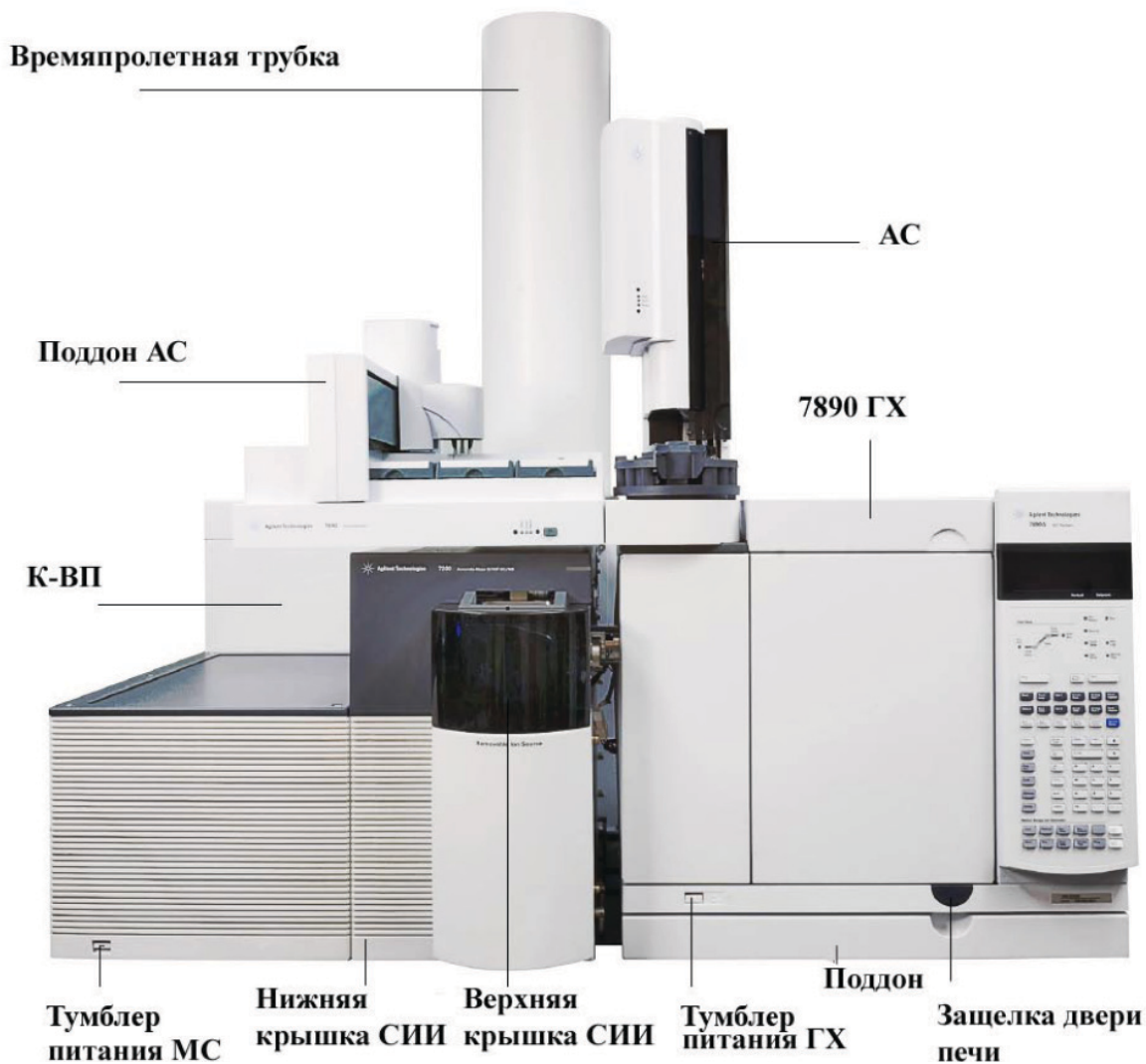


Рисунок 1 Система 7200 Q-TOF GC/MS

## Важнейшие меры предосторожности

При использовании МС важно помнить о некоторых важных мерах предосторожности.

### Многие внутренние детали МС находятся под высоким напряжением

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

- Разводке между кабелем питания прибора и розеткой,
- На самой розетке электропитания и
- На проводах, ведущих от розетки к тумблеру питания.

При включенном тумблере питания, потенциально опасное напряжение имеется на:

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

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

## Электростатический разряд опасен для электронных плат МС

Печатные платы МС могут быть повреждены электростатическим разрядом. Не дотрагивайтесь до плат, если это не является необходимым. Если вы собираетесь касаться их, наденьте антистатические браслеты и примите другие меры предосторожности.

### Предупреждение взрыва

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Использование водорода с данным прибором запрещено.

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Верхний винт, имеющий головку с накаткой, на дверце переднего анализатора и верхний винт на дверце заднего анализатора **ДОЛЖНЫ** быть затянуты рукой. Не перетягивайте винты; это может вызвать попадание воздуха в систему.

Вы **ДОЛЖНЫ** оставить закрепленными транспортировочные кронштейны верхней плиты камеры ячейки столкновений. Не удаляйте кронштейны с верхней плиты во время обычной работы; они удержат верхнюю плиту в случае взрыва.

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Если вы не соблюдаете описанные выше меры, риск травмы в случае взрыва сильно возрастает.

### Многие детали очень горячие

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

- Инжекторы
- Печь и ее блоки
- Клапанную коробку
- Гайки колонки, подсоединяющие колонку к инжектору, детектору или интерфейсу МС.
- Форвакуумный насос
- Линию передачи ГХ/МС

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

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

**Не касайтесь форвакуумного насоса во время его работы, чтобы не получить ожоги.**

---

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

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

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

Промасленная ветошь, бумажные полотенца и другие абсорбенты в поддоне могут воспламениться и повредить насос и другие блоки МС. **Горючие материалы (основа которых может быть горючая и негорючая) располагающиеся под, над или вокруг форвакуумного насоса, создают риск возгорания. Держите поддон чистым, не оставляйте в нем абсорбирующий материал, такой как бумажные полотенца и т.д.**


---

## Нормативная сертификация по безопасности

7200 Q-TOF GC/MS соответствует следующим стандартам:

- Канадской ассоциации по стандартам (CSA): CAN/CSA-C22.2 No. 61010-1-04
- CSA/Национальной испытательной лаборатории (NRTL): UL 61010-1
- Международной электротехнической комиссии (IEC): 61010-1
- Евронормам (EN): 61010-1

7200 Q-TOF GC/MS соответствует следующим нормативам по электромагнитной совместимости (EMC) и внешним радиопомехам (RFI):

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

Данное устройство ISM соответствует канадскому стандарту ICES-001.



Система 7200 Q-TOF GC/MS разработана и производится в соответствии с системой контроля качества ISO 9001.

## Информация

Прибор 7200 Q-TOF GC/MS отвечает следующей классификации по IEC: оборудование класса 1, лабораторное оборудование, категория установки II, степень загрязнения среды 2.

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

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

## Символы

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

См. соответствующие инструкции.



Указывает на горячие поверхности



Указывает на опасное напряжение



Указывает на терминал заземления



Указывает на потенциальную опасность взрыва



от



Указывает на радиоактивную опасность



Указывает на опасность электростатического разряда



Указывает, что вы не должны выбрасывать данный электрический продукт в бытовой сборник отходов



## Электромагнитная совместимость

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

- Данный прибор не должен создавать вредных помех
- Данный прибор должен принимать любые помехи, включая те, что могут вызвать нежелательные операции

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

- 1 Переместить радиоприемник или антенну.
- 2 Удалить прибор от радио или телеприемника.
- 3 Подсоединить прибор к другому гнезду питания, чтобы прибор и радио или телеприемники были включены в различные сети питания.
- 4 Проверить сертификацию всех периферийных устройств.
- 5 Проверить, чтобы для подсоединения прибора и периферийных устройств использовались соответствующие кабели.
- 6 Обратиться к дилеру Agilent Technologies или опытному инженеру за помощью.

Изменения или модификации оборудования, не одобренные Agilent Technologies, могут привести к нарушению условий гарантии.

## Декларация звукового излучения

### Звуковое давление

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

## Назначение

Продукты компании Agilent должны использоваться только для тех целей, указанных в справочных руководствах. Любое другое применение может привести к повреждению продукта или травме оператора. Компания Agilent не отвечает за любые повреждения, вызванные, полностью или частично, нецелесообразным применением продуктов, неуполномоченными изменениями, настройками или модификациями продуктов, несоответствием описанным в руководствах процедурам или использованием продуктов с нарушением законов, правил и норм.

## Чистка/утилизация продукта

Продукты компании Agilent должны использоваться только для целей, указанных в справочных руководствах. Любое другое применение может привести к повреждению продукта или травме оператора. Компания Agilent не отвечает за любые повреждения, вызванные, полностью или частично, нецелесообразным применением продуктов, неуполномоченными изменениями, настройками или модификациями продуктов, несоответствием описанным в руководствах процедурам или использованием продуктов с нарушением законов, правил и норм.

## Чистка/утилизация продукта

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

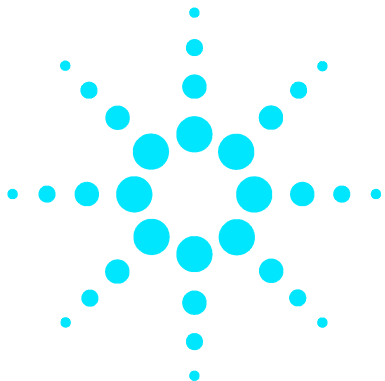
## Пролитая жидкость

Не проливайте жидкость на прибор.

## Перемещение или хранение МС

Наилучшим способом поддержания функциональности МС является его хранение откаченным до вакуума, в нагретом состоянии, с пропусканием через него газа-носителя. Если вы планируете переместить или удалить ваш МС на длительное хранение, следует соблюдать некоторые меры предосторожности. МС должен оставаться в рабочем положении; он требует специальных мер предосторожности при перемещении. МС не должен оставаться вентилируемым в атмосферу на длительный период времени. Более подробная информация приводится в главе "Перемещение или хранение МС" в руководстве по техобслуживанию и устранению ошибок прибора Agilent 7200 Q-TOF GC/MS.

**1 Введение**  
Перемещение или хранение МС



## 2 Установка колонок ГХ

Колонки **26**

Подготовка капиллярной колонки к установке **29**

Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без  
разделения потока **31**

Подготовка капиллярной колонки **33**

Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС **35**

Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT **38**

Перед началом работы с системой ГХ/МС вы должны выбрать, установить и подготовить колонку ГХ. В этой главе описывается, как установить и подготовить колонку.



## Колонки

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

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

Помните, что поток в колонке сильно зависит от температуры. См. раздел **“Калибровка колонки,”** на странице 57 о том, как измерить действительный поток в колонке. Используйте калькулятор потока в программе и **Таблица 2** для определения приемлемого потока колонки. Для ожидаемого давления потока на выходе из колонки используйте величины, приведенные в **Таблица 3** для режима ЭУ и **Таблица 6** для режима ХИ.

**Таблица 2** Потоки газа

Функция	
Насос глубокого вакуума 1	Турбо с разделением потока
Насос глубокого вакуума 2	Турбо с разделением потока
Насос глубокого вакуума 3	Турбо
Оптимальный поток газа-носителя, мл/мин	1...1.5
Поток газа-реагента, мл/мин	1.5
Максимальный рекомендованный поток газа, мл/мин*	2.0
Максимальный поток газа, мл/мин <sup>†</sup>	2.4
Максимальный внутренний диаметр колонки	0.32 мм (30 м)

\* Общий поток газа в МС = поток колонки + потока газа в ячейке столкновений + поток газа-реагента (если используется) + поток в устройстве Agilent Quick Swap (если используется)

† Ожидайте ухудшения спектральных характеристик и чувствительности

## Подготовка колонок

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

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

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

## Подготовка ферул

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

## Советы и рекомендации

- Процедура установки колонки для 7200 Q-TOF GC/MS отличается от процедуры установки в других МС. Операции установки, используемые для другого прибора, могут *не дать* результата или даже повредить колонку или МС.
- Вы можете удалить старые ферулы из гаек крепления колонки обычной канцелярской кнопкой.
- Всегда используйте газ-носитель, имеющий чистоту не менее 99.9995%.
- Вследствие термического расширения новые ферулы могут ослабевать после нескольких циклов нагрева и охлаждения. Проверьте плотность посадки ферул после двух-трех циклов нагрева.
- Надевайте перчатки во время работы с колонками, особенно если касаетесь края, вставляемого в интерфейс ГХ/МС.

## 2 Установка колонок ГХ

### Колонки

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

использование водорода с данным прибором запрещено.

---

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

## Подготовка капиллярной колонки к установке

### Требуемые материалы

- Капиллярная колонка
- Резец для колонки, керамический (5181-8836) или алмазный (5183-4620)
- Ферулы
  - внутренний  $\varnothing$  0.27 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.10 мм (5062-3518)
  - внутренний  $\varnothing$  0.37 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.20 мм (5062-3516)
  - внутренний  $\varnothing$  0.40 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.25 мм (5181-3323)
  - внутренний  $\varnothing$  0.5 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.32 мм (5062-3514)
  - внутренний  $\varnothing$  0.8 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.53 мм (5062-3512)
- Перчатки, чистые
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Входная гайка колонки (5181-8830 для Agilent 7890A)
- Лупа
- Септа (может быть старой, использованной входной септой)

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

ГХ имеет при работе высокую температуру. Для предупреждения ожогов не касайтесь каких-либо деталей ГХ, если не уверены, что они остыли.

---

## 2 Установка колонок ГХ

### Подготовка капиллярной колонки к установке

#### Процедура

#### ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с блоками ГХ или камерами анализатора.

- 1 Охладите печь до комнатной температуры.
- 2 Надев чистые перчатки, установите септу, входную гайку колонки и подготовленную ферулу на свободный конец колонки (**Рисунок 2**). Суженный конец ферулы должен быть направлен в сторону от гайки колонки.



**Рисунок 2** Подготовка капиллярной колонки к установке

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

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



### Требуемые материалы

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

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

### Порядок выполнения операции

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

ГХ имеет при работе высокую температуру. Для предупреждения ожогов не касайтесь каких-либо деталей ГХ, если не уверены, что они остыли.

- 1 Подготовьте колонку к установке. См. "**Требуемые материалы,**" на странице 29.
- 2 Установите колонку так, чтобы она выступала на 4...6 мм от края ферулы (**Рисунок 3**).
- 3 Установите колонку в инжектор.
- 4 Переведите гайку вверх по колонке к основанию инжектора и затяните ее рукой.
- 5 Отрегулируйте позицию колонки так, чтобы септа стала заподлицо с нижним краем гайки колонки.
- 6 Затяните гайку колонки дополнительно на 1/4...1/2 оборота. Колонка не должна перемещаться под легким нажимом.
- 7 Запустите поток газа-носителя.
- 8 Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропанол. Осмотрите систему на наличие пузырей.

## 2 Установка колонок ГХ

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

Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока



**Рисунок 3** Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока

## Подготовка капиллярной колонки



### Требуемые материалы

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

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Использование водорода с данным прибором запрещено.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

ГХ имеет при работе высокую температуру. Для предупреждения ожогов не касайтесь каких-либо деталей ГХ, если не уверены, что они остыли.

## Порядок выполнения операции

- 1 Установите колонку в инжекторе ГХ. (**“Установка капиллярной колонки в инжектор с разделением/без разделения потока,”** на странице 31).
- 2 Установите минимальную скорость 30 см/с или рекомендованную производителем колонки. Дайте газу-носителю протечь через колонку в течение 15-30 минут при комнатной температуре для удаления воздуха.
- 3 Запрограммируйте печь на повышение температуры от комнатной до максимальной предельной температуры колонки.
- 4 Нагрейте устройство со скоростью 10...15° С/мин.
- 5 Удерживайте максимальную температуру в течение 30 минут.

### ВНИМАНИЕ

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

- 6 Установите температуру печи ГХ на 30 °С и подождите, пока ГХ не будет готов к работе.

## 2 Установка колонок ГХ

### Подготовка капиллярной колонки

- 7 Подсоедините колонку к интерфейсу ГХ. (Смотрите [“Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС,”](#) на странице 35.)

#### **Смотрите также**

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

## Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС



В данном разделе описывается установка капиллярной колонки непосредственно в линии передачи с помощью гайки. Если вы используете приспособление быстрой смены Quick Swap или соединитель Purge Ultimate Union (PUU), смотрите **“Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT,”** на странице 38.

### Agilent 7890A ГХ

#### Требуемые материалы

- Резец для колонки, керамический (5181-8836) или алмазный (5183-4620)
- Уплотнительные втулки
  - внутренний  $\varnothing$  0.3 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.10 мм (5062-3518)
  - внутренний  $\varnothing$  0.4 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.20 и 0.25 мм (5062-3516)
  - внутренний  $\varnothing$  0.5 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.32 мм (5181-3323)
  - внутренний  $\varnothing$  0.8 мм для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.53 мм (5062-3514)
- Фонарик
- Лупа
- Перчатки, чистые
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Интерфейсная гайка колонки (05988-20066)
- Защитные очки
- Гаечный ключ, с открытым концом, 1/4 дюйма и 5/16 дюймов (8710-0510)

## 2 Установка колонок ГХ

### Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС

#### ВНИМАНИЕ

- Измерительный инструмент для колонки  
Всегда надевайте перчатки, если работаете с внутренними блоками ГХ или камерами анализатора.

#### Порядок выполнения операции

- 1 Подготовьте колонку (Смотрите "["Подготовка капиллярной колонки,"](#)" на странице 33)

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

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

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Внутри камеры анализатора имеются точки высокого напряжения, которые могут приводить к фатальному поражению электротоком. Никогда не открывайте дверцу камеры анализатора. Если требуется доступ к внутренним блокам, обученный сервис-техник должен сначала отсоединить прибор от электропитания.

- 2 Если вы не используете приспособление Quick Swap, выполните вентилирование МС. Смотрите "["Вентилирование МС,"](#)" на странице 49).

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

АГХ имеет при работе высокую температуру. Для предупреждения ожогов не касайтесь каких-либо деталей ГХ, если не уверены, что они остыли.

- 3 Наденьте интерфейсную гайку и кондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Суженный конец ферулы должен быть направлен к гайке.
- 4 Вставьте колонку в измерительный инструмент и выведите конец колонки на 10-15 мм от края инструмента.

- 5** Используйте резец колонки для надреза колонки на расстоянии 2 см от края.
- 6** Удерживая колонку у резца, сломайте колонку о край резца.
- 7** Осмотрите край на наличие зазубрин. Если торец разлома шероховатый и грязный, повторите шаги 4 и 5.
- 8** Протрите край колонки спиртом.
- 9** Вставьте колонку в инструмент так, чтобы ее край выступал на 1-2 мм.
- 10** Затяните фитинг рукой.
- 11** Затяните соединение на 1/4 - 1/2 оборота для закрепления ферулы на колонке.
- 12** Вставьте колонку в интерфейс ГХ/МС.
- 13** Затяните гайку рукой. Проверьте, чтобы колонка не переместилась во время затяжки гайки.
- 14** Проверьте печь ГХ. Колонка не должна касаться стенок печи.
- 15** Затяните гайку на 1/4 - 1/2 оборота.
- 16** Проверьте затяжку гайки после одного – двух циклов нагрева. Затяните соединение при необходимости.

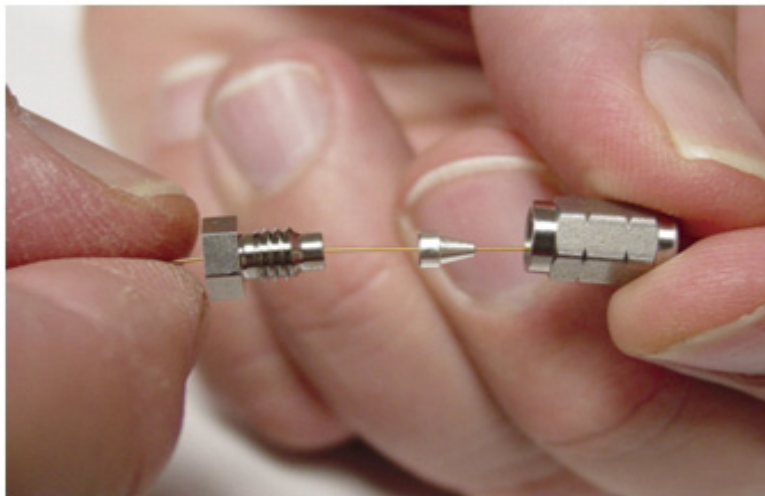
# Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT

## Требуемые материалы

- Ферулы (SilTite)
  - для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.1... 0.25 мм, упаковка из 10 шт. (5188-5361)
  - для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.32 мм, упаковка из 10 шт. (5188-5362)
  - для колонок с внутренним  $\varnothing$  0.53 мм, упаковка из 10 шт. (5188-5363)
- Обжимная гайка
- Гаечный ключ на 1/4" и 5/16" (8710-0510)

## Порядок выполнения операции

- 1 Возьмите соответствующую металлическую ферулу.
- 2 Пропустите конец колонки через внутреннюю гайку и ферулу SilTite, оставив примерно 1 см кварцевой капиллярной колонки выступать из ферулы. Накрутите обжимную гайку или обжимной инструмент на внутреннюю гайку выступающей колонки (смотрите [Рисунок 4](#)).



**Рисунок 4** Затяжка внутренней гайки

**ВНИМАНИЕ**

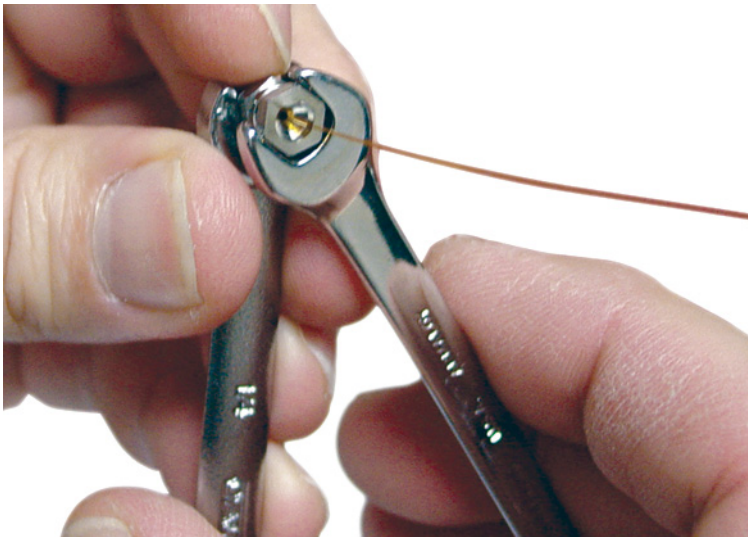
Ферулы SilTite очень тонкие. Аккуратно выполняйте инструкции следующего пункта, чтобы не перетянуть ферулу.

- 3 С помощью двух ключей затяните гайку, периодически проверяя зажатие колонки ферулой (смотрите **Рисунок 5**). С момента, когда ферула начнет зажимать колонку, затяните гайку еще на 45 или 60

## 2 Установка колонок ГХ

### Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT

градусов (поворот на одну грань гайки). Если колонка вытягивается рукой, она не затянута достаточным образом.



**Рисунок 5** Затяжка внутренней гайки

4 Снимите затяжную гайку или обжимной инструмент (**Рисунок 6**).



**Рисунок 6** Снятие зажимной гайки или зажимного инструмента

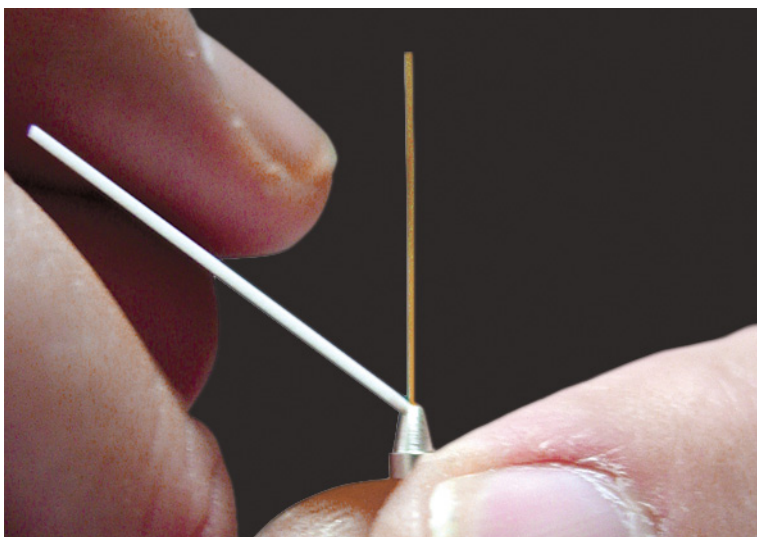
## Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT

- 5 С помощью резца подрежьте колонку у малого конца ферулы, оставляя примерно 0.3 мм колонки выступать из ферулы (**Рисунок 7**).

Важно, чтобы одна сторона керамического резца использовалась для подрезания колонки, а другая для надевания ферулы SilTite. Это поможет сохранить остроту керамического края, необходимую для получения ровного края среза.

## Примечание

Важно, чтобы колонка не выступала из ферулы более, чем на 0.5 мм.

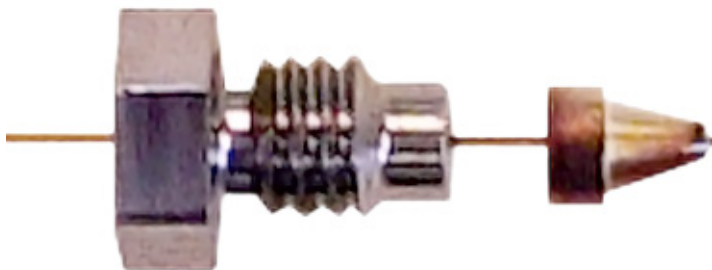


**Рисунок 7** Керамический резец и колонка

## 2 Установка колонок GX

### Подготовка краев колонки для использования с фитингом CFT

- 6** Проверьте край колонки с помощью лупы. Он не должен быть идеально квадратным, но под ферулой не должно быть трещин. На **Рисунок 8** показан подготовленный край колонки.



**Рисунок 8** Край колонки с внутренней гайки и обжатой ферулой SiTite

- 7** Подсоедините колонку к приспособлению Quick Swap или PUU с внутренними гайками и обжатыми ферулами SiTite (**Рисунок 9**). Затяните гайки рукой. Затем затяните гайки ключом на 15-20°.



**Рисунок 9** Собранный соединитель Union с колонками



### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Управление МС из системы обработки данных	44
Интерфейс ГХ/МС	44
Перед включением ГХ/МС	46
Откачка	47
Контроль температуры	47
Контроль потока в колонке	47
Контроль потока в ячейке столкновений	48
Вентилирование МС	49
Типовое давление вакуума в режиме ЭУ	50
Установка мониторов слежения за температурой МС и состоянием вакуума	51
Установка температуры анализатора МС	54
Установка температуры интерфейса ГХ/МС с MassHunter	56
Конфигурирование газа ячейки столкновений	59
Установка скорости потока газа ячейки столкновений	60
Автоматическая настройка МС для режима ЭУ	61
Снятие верхней крышки СИИ	64
Открытие боковой панели для доступа к камере анализатора	65
Откачка МС	66
Вентилирование МС	69

В этом разделе описываются некоторые типовые операции с 7200 Q-TOF GC/MS системой в режиме ЭУ.



## Управление МС из системы обработки данных

Программное обеспечение Agilent MassHunter автоматизирует такие задачи, как откачку, удаление ионного источника, мониторинг давления, установку температуры, настройку и выпуск газа. Эти задачи описываются в настоящей главе. Дополнительная информация приводится в других руководствах и в оперативной справке программы MassHunter.

### ВНИМАНИЕ

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

Ваш прибор 7200 Q-TOF GC/MS поставляется в двух конфигурациях. Пакет 7200 Q-TOF GC/MS ЭУ СИИ (G3850AA) работает в режиме ЭУ с высокочувствительным сменным ионным источником (СИИ) с устройством извлечения. Пакет 7200 Q-TOF GC/MS ЭУ/ХИ СИИ (G3851AA) обеспечивает возможность работы в режимах ЭУ или ХИ, с использованием новой технологии СИИ. Тип используемой ионизации задается в программе в файле настройки вашего метода.

## Интерфейс ГХ/МС

Интерфейс ГХ/МС (**Рисунок 10**) представляет собой нагреваемый канал, ведущий в МС от капиллярной колонки. Интерфейс навинчивается на правую сторону передней камеры анализатора и имеет уплотнительное кольцо. Также имеется защитная крышка, которая должна быть оставлена на месте.

Один конец интерфейса ГХ/МС проходит через боковую стенку газового хроматографа и входит в корпус печи ГХ. Это конец имеет резьбу, чтобы обеспечить подсоединение колонки с гайкой и ферулой. Другой конец интерфейса соединяется с ионным источником. Последние 1...2 мм капиллярной колонки выступают от края направляющей трубки и входят в ионизационную камеру. При смене ионного источника интерфейс автоматически выводится из ионного источника по команде из программы MassHunter. После этого ионный источник может свободно входить в камеру анализатора и выходить из нее.

Интерфейс ГХ/МС нагревается патронным электрическим нагревательным элементом. Обычно нагреватель получает питание и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 ГХ. Температура

интерфейса может устанавливаться в программе MassHunter или с клавиатуры ГХ. Датчик (термопара) в интерфейсе используется для слежения за температурой.

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

## Смотри также

**“Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС,”** на странице 35.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

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

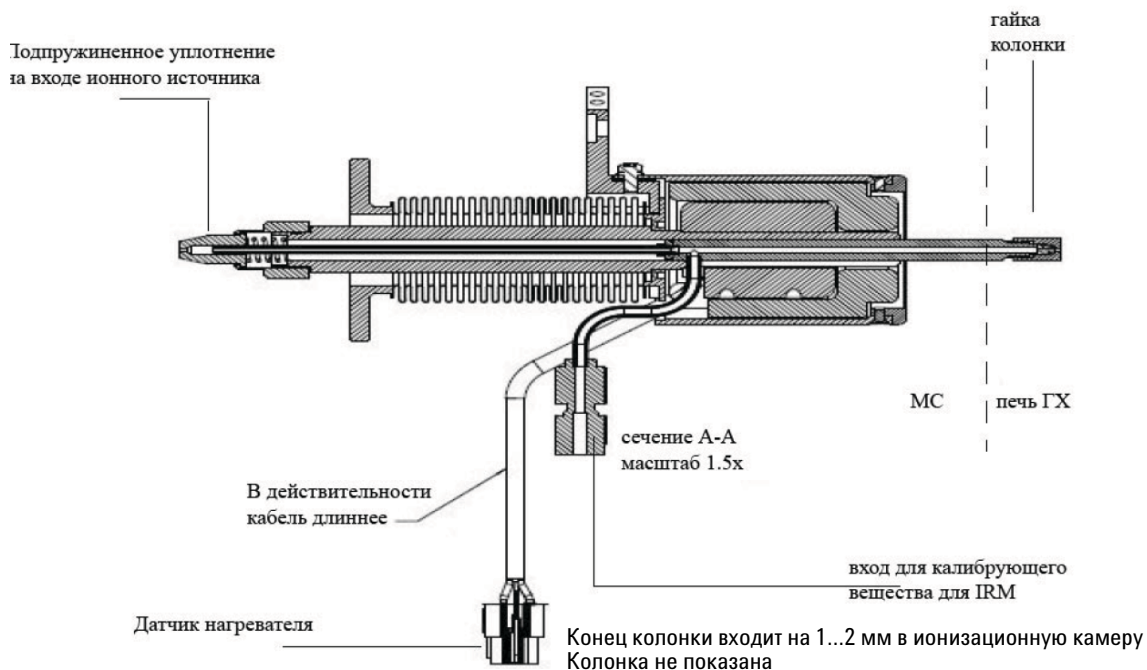


Рисунок 10 Интерфейс ГХ/МС

## Перед включением ГХ/МС

Проверьте следующее до включения МС.

- Все уплотнительные кольца и фитинги должны находиться на месте и быть надежно закреплены. Передний винт боковой дверцы не должен быть затянут, если не используются опасные газ-носитель или газы-реагенты.
- МС должен быть подсоединен к заземленной розетке.
- Интерфейс ГХ/МС должен выходить в печь ГХ.
- Откондиционированная капиллярная колонка должна быть установлена в инжекторе ГХ и в интерфейсе ГХ/МС.
- ГХ должен быть включен, но нагреваемые зоны для интерфейса ГХ/МС, инжектора ГХ и печи отключены.
- Газ-носитель, имеющий чистоту не хуже 99.9995%, должен быть подведен к ГХ с рекомендуемыми газоуловителями.
- Использование водорода с данным прибором запрещено.
- Выход форвакуумного насоса должным образом должен обеспечивать выхлоп наружу.

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

#### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

**Использование водорода с данным прибором запрещено.**

## Откачка

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

С помощью мониторов МС система обработки данных может выводить:

- Скорость двигателя турбонасоса МС.
- Давление в камере анализатора (вакуум)
- Температуру квадруполя и ионного источника

## Контроль температуры

Температура МС контролируется системой обработки данных. МС имеет независимые нагреватели и датчики температуры для ионного источника и квадруполя фильтра масс. Вы можете регулировать установочные значения и следить за температурой из системы обработки данных.

Интерфейс ГХ/МС нагревается и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 ГХ. У Температура интерфейса ГХ/МС может устанавливаться в системе обработки данных или с клавиатуры ГХ.

## Контроль потока в колонке

Поток газа-носителя контролируется давлением в головке ГХ инжектора. Для данного давления в головке ГХ инжектора поток в колонке уменьшается с ростом температуры печи ГХ. С помощью

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ)

#### Контроль потока в ячейке столкновений

электронного пневматического управления (ЭПУ) и режима колонки, установленного на **Constant Flow** (постоянный поток), поддерживается постоянный поток в колонке независимо от температуры.

МС может использоваться для измерения действительного потока в колонке. Вы вводите малый объем воздуха или другого не удерживаемого колонкой химического вещества и определяете время, которое потребуется для его подхода к МС. По этому времени можно рассчитать поток в колонке. Смотрите **“Калибровка колонки,”** на странице 57.

## Контроль потока в ячейке столкновений

Поток газа в ячейке столкновений контролируется модулем ЭПУ, расположенным в ГХ. В ячейке столкновений используется азот. Давление газа на выходе ЭПУ управляет потоком газа. Эта давление контролируется системой MassHunter или с клавиатуры ГХ. Смотрите **“Установка скорости потока газа ячейки столкновений,”** на странице 60.

## Вентилирование МС

Программа обработки данных поможет вам выполнить вентилярование МС. Эта программа отключает нагреватели ГХ и МС и турбонасос в требуемые моменты времени.

МС *будет* поврежден, если вентилярование выполнить некорректно. Турбомолекулярный насос повреждается, если МС вентилируется во время вращения лопастей насоса со скоростью, превышающей 50% от его обычной рабочей скорости.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

**Использование водорода с данным прибором запрещено.**

### ВНИМАНИЕ

Не вентилируйте МС, позволяя воздуху войти через один из концов шланга форвакуумной линии. Используйте выпускной клапан или снимите гайку колонки и колонку. Не превышайте максимальный рекомендованный общий поток газа. См. "[Таблица 2](#)"

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

#### Типовое давление вакуума в режиме ЭУ

## Типовое давление вакуума в режиме ЭУ

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ЭУ оказывают потоки газа-носителя (колонка) и газа в ячейке столкновений. В **Таблица 3** приводится типовое давление для различных потоков гелия и водорода в ячейке столкновений. Эти значения давления приблизительны и могут меняться в зависимости от прибора в пределах до 30%.

**Таблица 3** Влияние потоков газа-носителя и газа в ячейке столкновений на вакуум

Скорость потока в колонке, (мл/мин)	Поток газа в ячейке столкновения включен $N_2 = 1.5$ мл/мин			Поток газа в ячейке столкновения выключен		
	Грубый вакуум	Вакуум в квадруполе	Времяпролётный вакуум	Грубый вакуум	Вакуум в квадруполе	Времяпролётный вакуум
0.5	$1.16 \cdot 10^{-1}$	$3.41 \cdot 10^{-5}$	$4.20 \cdot 10^{-7}$	$8.29 \cdot 10^{-2}$	$3.17 \cdot 10^{-7}$	$2.15 \cdot 10^{-7}$
0.7	$1.18 \cdot 10^{-1}$	$3.41 \cdot 10^{-5}$	$4.20 \cdot 10^{-7}$	$8.67 \cdot 10^{-2}$	$3.45 \cdot 10^{-7}$	$2.15 \cdot 10^{-7}$
1	$1.22 \cdot 10^{-1}$	$3.43 \cdot 10^{-5}$	$4.22 \cdot 10^{-7}$	$9.17 \cdot 10^{-2}$	$3.79 \cdot 10^{-7}$	$2.16 \cdot 10^{-7}$
1.2	$1.24 \cdot 10^{-1}$	$3.43 \cdot 10^{-5}$	$4.22 \cdot 10^{-7}$	$9.49 \cdot 10^{-2}$	$4.06 \cdot 10^{-7}$	$2.16 \cdot 10^{-7}$
2	$1.32 \cdot 10^{-1}$	$3.44 \cdot 10^{-5}$	$4.22 \cdot 10^{-7}$	$1.07 \cdot 10^{-1}$	$5.17 \cdot 10^{-7}$	$2.17 \cdot 10^{-7}$
3	$1.42 \cdot 10^{-1}$	$3.44 \cdot 10^{-5}$	$4.25 \cdot 10^{-7}$	$1.19 \cdot 10^{-1}$	$6.51 \cdot 10^{-7}$	$2.20 \cdot 10^{-7}$
4	$1.50 \cdot 10^{-1}$	$3.46 \cdot 10^{-5}$	$4.27 \cdot 10^{-7}$	$1.29 \cdot 10^{-1}$	$7.84 \cdot 10^{-7}$	$2.21 \cdot 10^{-7}$

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

## Установка мониторов слежения за температурой МС и состоянием вакуума

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

### Порядок выполнения операций

- 1 В панели **Instrument Control** программы MassHunter щелкните по иконке **Method**.
- 2 Выберите **Method > Edit Monitors** для вывода диалогового окна **Select Monitors**. Смотрите [Рисунок 11](#).

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ)

Установка мониторов слежения за температурой МС и состоянием вакуума

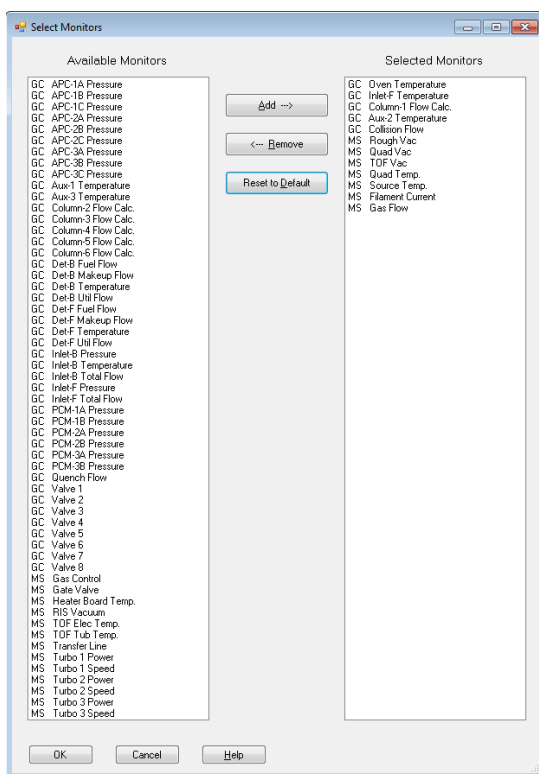


Рисунок 11 Диалоговое окно выбора мониторов

- 3 В столбце **Available Monitors** выберите **MS Rough Vac** и щелкните по кнопке **Add** для перемещения выбранной опции в столбец **Selected Monitors**.
- 4 В столбце **Available Monitors** выберите **MS Quad Vac** и щелкните по кнопке **Add** для перемещения выбранной опции в столбец **Selected Monitors**.
- 5 В столбце **Available Monitors** выберите **MS TOF Vac** и щелкните по кнопке **Add** для перемещения выбранной опции в столбец **Selected Monitors**.

## Установка мониторов слежения за температурой МС и состоянием вакуума

- 6 В столбце **Available Monitors** выберите **MS Quad Temp** и щелкните по кнопке **Add** для перемещения выбранной опции в столбец **Selected Monitors**.
- 7 В столбце **Available Monitors** выберите **MS Source Temp** и щелкните по кнопке **Add** для перемещения выбранной опции в столбец **Selected Monitors**.
- 8 Выберите любой другой монитор, который хотите добавить в столбец **Available Monitors**.
- 9 Щелкните по **OK**. Новые мониторы будут расположены друг над другом в нижнем правом углу окна **Instrument Control**.
- 10 Выберите **Window > Arrange Plots and Monitors** или щелкните и перетащите любой монитор в требуемое положение. Смотрите **Рисунок 12** как пример размещения мониторов.

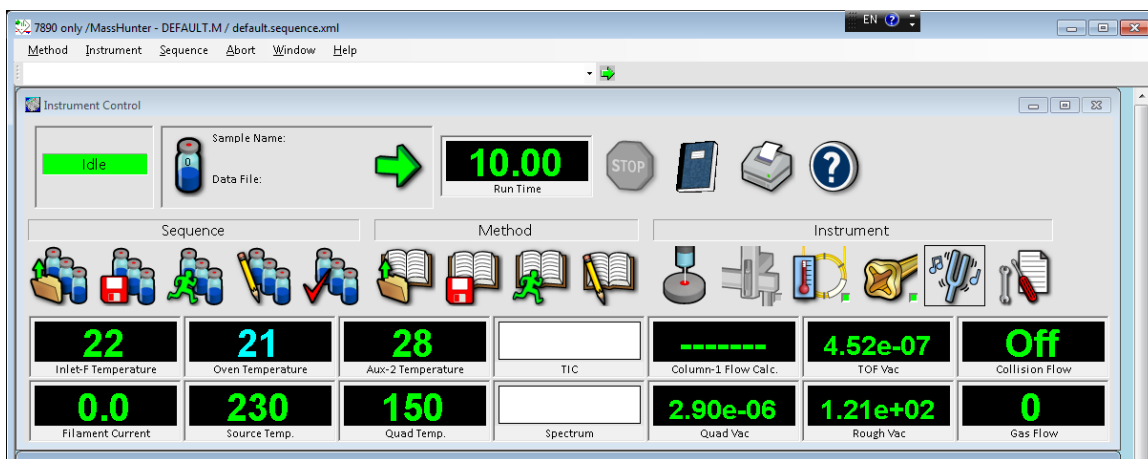


Рисунок 12 Расположение мониторов

- 11 Для того, чтобы новые установки стали частью метода, выберите **Save** в меню **Method**.

## Установка температуры анализатора МС

Установочные значения температуры для ионного источника МС и квадруполя сохраняются в текущем файле настройки. При загрузке метода установочные значения файла, связанные с этим методом, загружаются автоматически.

### Порядок выполнения операции

- 1 В окне **Instrument Control** выберите иконку **MS Tune** для вывода диалогового окна **Tune**. Выберите закладку **Manual Tune**, затем выберите закладку **Ion Source** для вывода параметров ионного источника.
- 2 Введите установочное значение температуры в поле **Source Temp**. См. **Таблица 4** с рекомендованными значениями.
- 3 Выберите закладку **Quadrupole** для вывода параметров МС.
- 4 Введите установочное значение температуры в поле **Quad Temp**. См. **Таблица 4** с рекомендованными значениями.
- 5 Выберите закладку **Files and Reports**, затем щелкните по кнопке **Save** для сохранения файла настройки с данными изменениями.

**Таблица 4** Рекомендованные установки температуры

Зона	Операции ЭУ
MS Source (ионный источник)	230 °C
MS Quad (квадруполь)	150 °C

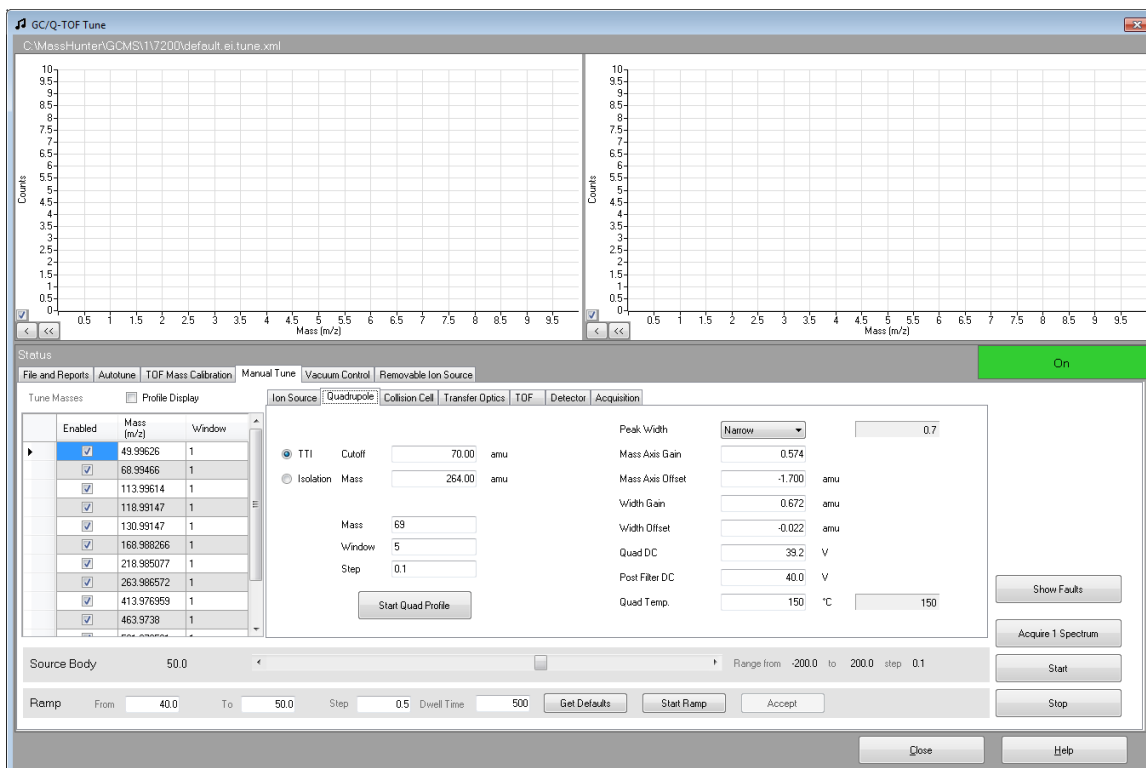


Рисунок 13 Установка температуры

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

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

Не превышайте 200 °С для квадруполя или 350 °С для источника.

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ)

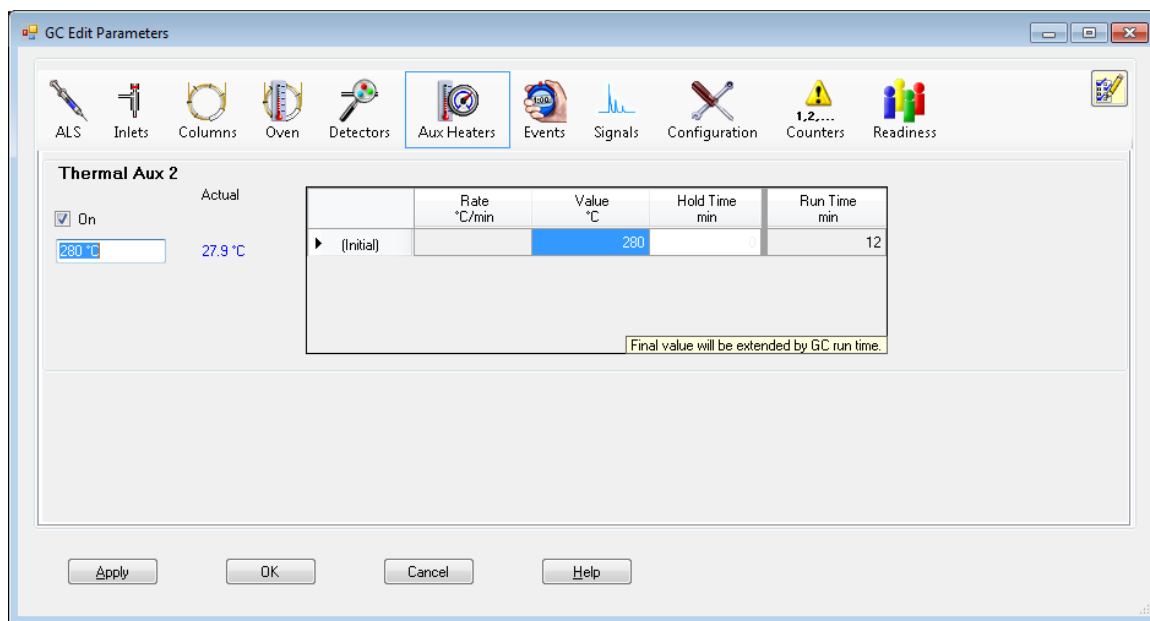
Установка температуры интерфейса ГХ/МС с MassHunter

## Установка температуры интерфейса ГХ/МС с MassHunter

Вы можете также для выполнения данной задачи использовать панель **GC Control**.

### Порядок выполнения операции

- 1 Выберите **Instrument>GC Parameters** в панели **Instrument Control**.
- 2 Щелкните по иконке **Aux Temperatures** для редактирования температуры интерфейса (**Рисунок 14**). В данном примере показана температура интерфейса, сконфигурированная как **Thermal Aux 2**.



**Рисунок 14** Установка температуры интерфейса

### ВНИМАНИЕ

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

**ВНИМАНИЕ**

Никогда не превышайте максимальную допустимую температуру для колонки.

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

Типовое установочное значение равно 280 °C. Предельные значения равны 0 и 400 °C. Установка на температуру ниже комнатной выключает нагреватель интерфейса.

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

## Калибровка колонки

Перед использованием с МС капиллярная колонка должна быть откалибрована.

### Процедура

- 1 Установите функцию сбора данных на ручную инъекцию без разделения потока и выберите ионный мониторинг на  $m/z$  28.
- 2 Нажмите на [**Prep Run**] на клавиатуре ГХ.
- 3 Введите 1 мкл воздуха в инжектор ГХ и нажмите на [**Start Run**]
- 4 Подождите, пока пик не вымоется у  $m/z$  28. Отметьте время удержания.



- 5 На панели **Instrument Control** выберите.
- 6 Выберите закладку **Configuration**.
- 7 Выберите закладку **Column** и щелкните по кнопке **Inventory**, проверив, чтобы используемый вам столбец попал в Inventory (реестр). Выберите калибруемый столбец и щелкните по **Install Selected Column**.
- 8 Выделите столбец в списке реестра и выберите кнопку **Calibrate**.

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ)

#### Установка температуры интерфейса ГХ/МС с MassHunter

9 Выберите кнопку **Calc Length**.

10 В диалоговом окне **Calculate Column Length** введите записанное время удержания в поле **Holdup Time**.

Проверьте, чтобы другие выведенные параметры (температура, входное и выходное давление, тип газа) соответствовали тем, что были использованы рабочим методом при определении времени удержания. Измените параметр, если он отличается от использованного в вашем методе.

Calculate Column Length

GC Conditions

If measurement was made under conditions different from loaded method, please enter them below.

Temperature: 80 °C

Pressure into column: 10.558 psi

Pressure out of column: 0 psi

Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 1.2896 min

	Current	Calculated
► Length	30 m	30 m
Diameter	250 µm	250 µm
Holdup	1.2896 min	1.2896 min

OK Cancel

Рисунок 15 Диалоговое окно расчета длины колонки

11 Когда появится новая длина колонки, щелкните по **OK** для сохранения изменений.

12 Щелкните по **OK** в окне **Calibrate Columns** для сохранения калибровки.

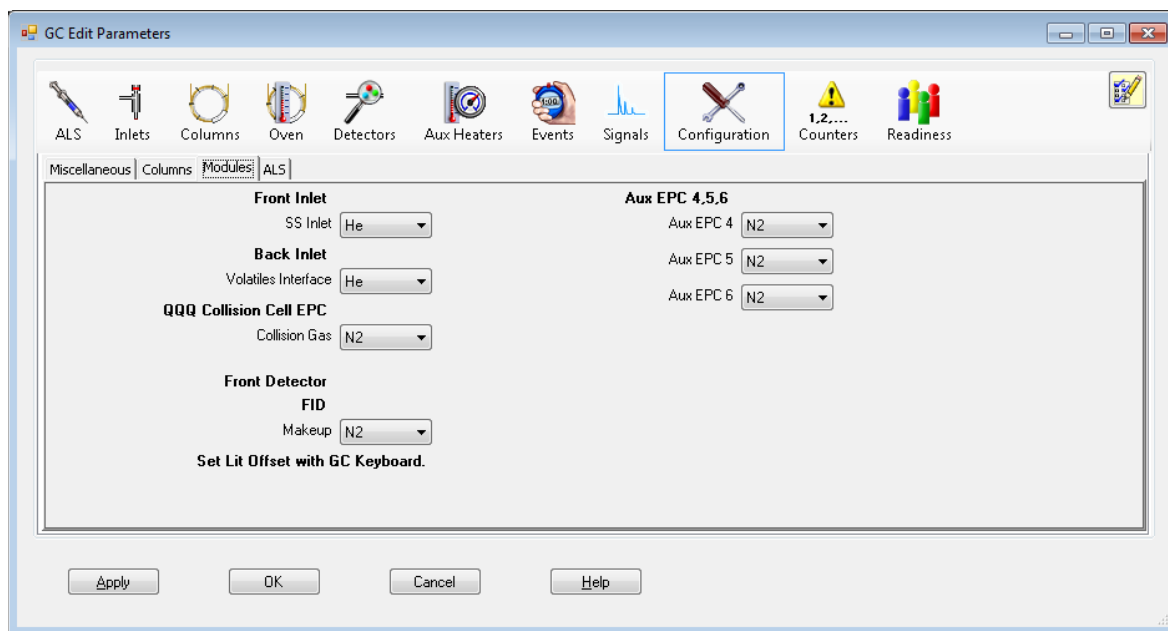
## Конфигурирование газа ячейки столкновений

1 На панели программы сбора данных **MassHunter Instrument**



**Control** выберите

2 Выберите закладку **Modules** для вывода соответствующего окна.  
См. [Рисунок 16](#)



**Рисунок 16** Конфигурирование газа ячейки столкновений

3 В ниспадающем меню Collision Cell EPC выберите  $N_2$  в качестве газа ячейки столкновений.

4 Щелкните по ОК для сохранения конфигурации.

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ) Установка скорости потока газа ячейки столкновений

## Установка скорости потока газа ячейки столкновений

- 1 На панели программы сбора данных MassHunter **Instrument Control** выберите **Instrument > GC Parameters**.
- 2 Щелкните по иконке **CFT** для вывода окна **CFT**. Смотрите **Рисунок 17**.
- 3 Выберите в списке **Collision Cell EPC**.
- 4 Введите требуемые скорости потока газа в поле **N2 Collision Gas**.
- 5 Отметьте контрольную кнопку **N2 Collision Gas On** для выбора N2 в качестве газа ячейки столкновений.
- 6 Щелкните по **Apply** для загрузки установочных значений или по **OK** для загрузки установочных значений и закрытия окна.
- 7 Для сохранения новых установок как части метода выберите **Save** в меню **Method**.

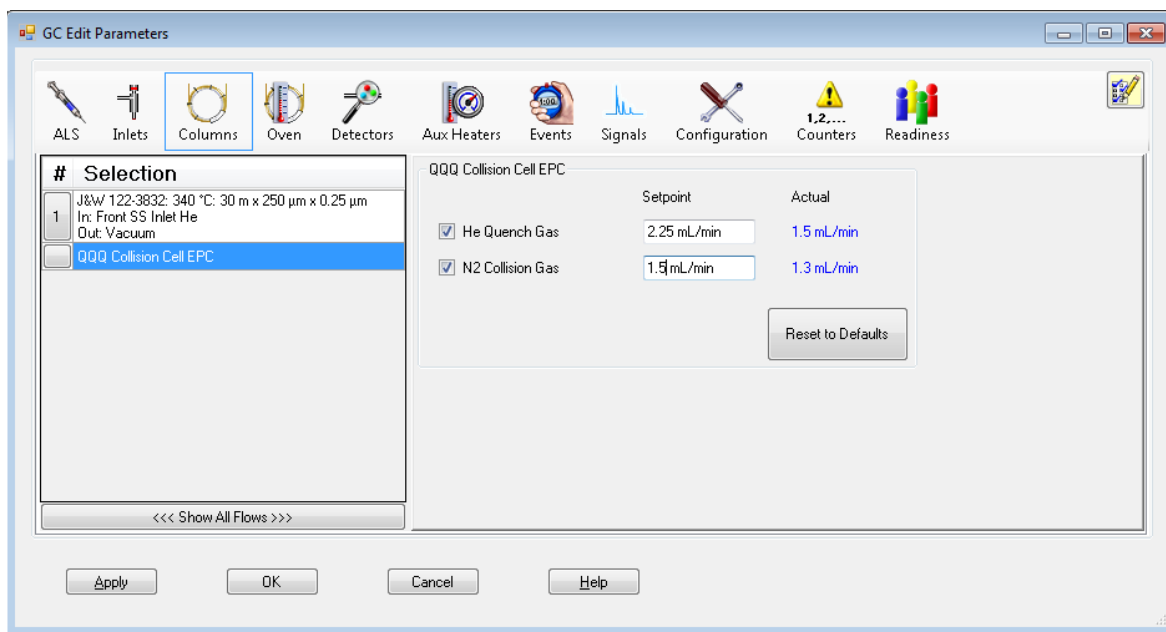


Рисунок 17 Установка скорости потока газа ячейки столкновений

## Автоматическая настройка МС для режима ЭУ

МС может настраиваться с использованием программного обеспечения MassHunter.

### Процедура

- 1 Установите систему в те же самые условия (температура печи ГХ и поток в колонке, температура анализатора МС), что использовались во время сбора данных.
- 2 На панели **Instrument Control** щелкните по иконке **MS Tune** для вывода диалогового окна **GC/Q-TOF Tune**.
- 3 В левом верхнем углу диалогового окна **GC/Q-TOF Tune** выводится текущий файл настройки. Проверьте, чтобы был загружен требуемый файл.
- 4 При необходимости загрузите новый файл настройки, щелкнув по закладке **Files and Reports** и затем щелкнув по кнопке **Load** в области **Tune File**. Выберите файл настройки и щелкните по **OK**.

Файл настройки должен соответствовать типу ионного источника анализатора. Если вы используете ионный источник ЭУ, выберите файл настройки, созданный для ионного источника ЭУ.

- 5 Щелкните по закладке **Autotune** и выберите **El high sensitivity autotune** для ионного источника ЭУ высокой чувствительности с устройством извлечения переменного напряжения.
- 6 Отметьте контрольную кнопку **Tune from default settings**, если вы запускаете систему после вентилирования, техобслуживания или отключения питания. Если вы уберете отметку с контрольной кнопки **Tune from default settings**, процесс автоматической настройки запустится с предыдущими значениями настройки.
- 7 Отметьте контрольную кнопку **Save tune file when done** для сохранения новых параметров настройки, сгенерированных автоматической процедурой. Не отмечайте эту кнопку, если вы хотите просмотреть отчет перед сохранением новых сгенерированных параметров.
- 8 Отметьте контрольную кнопку **Print autotune report** для автоматической распечатки отчета о настройке.
- 9 Щелкните по кнопке **Autotune** для запуска процедуры автоматической настройки. В строке **Status** будет выводиться

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

#### Автоматическая настройка МС для режима ЭУ

текущий шаг процесса, а график настраиваемого параметра для данного шага будет отображаться в верхней части окна. При соответствующем задании по завершению процедуры будет распечатан отчет.

Для остановки процесса до завершения автоматического выбора параметра щелкните по кнопке **Abort Tune**. При этом будут использоваться параметры из последней успешно завершенной процедуры автоматической настройки.

- 10 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, и вы не выбрали контрольное окошко **Save tune file when done**, сохраните настройки щелчком по закладке **Files and Report** с последующим щелчком по **Save**.

Дополнительная информация по автоматической настройке приводится в справочном руководстве или оперативной справке по программе сбора данных MassHunter.

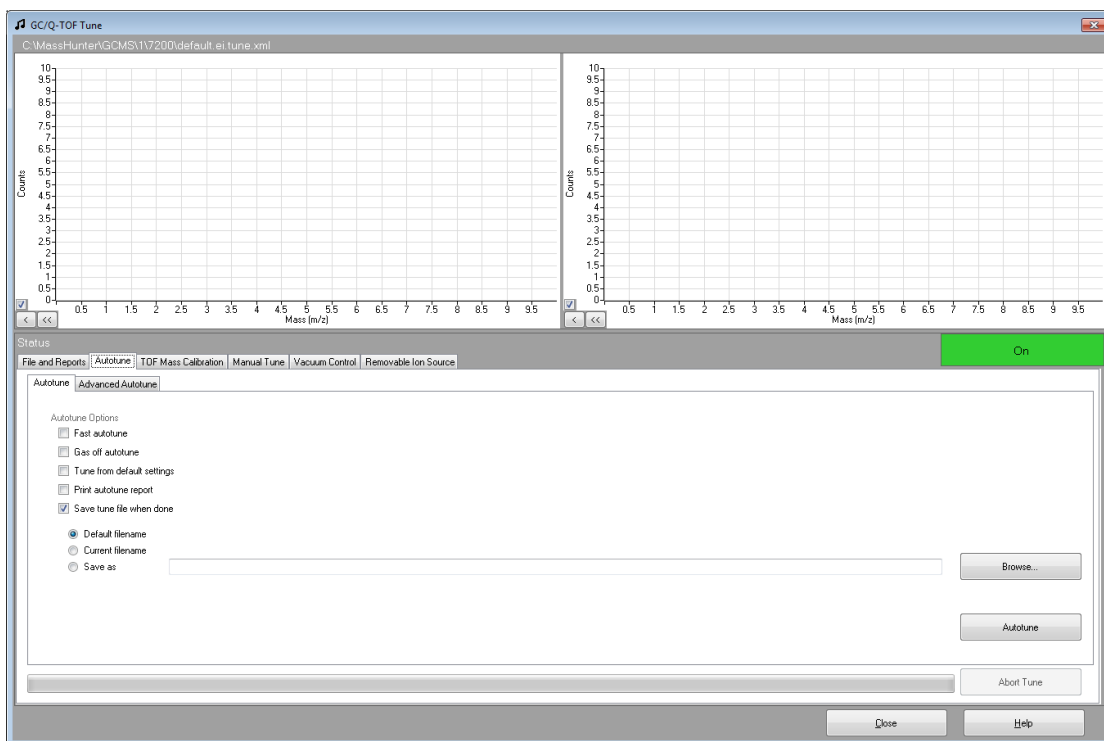


Рисунок 18 Автоматическая настройка МС

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

#### Снятие верхней крышки СИИ

## Снятие верхней крышки СИИ



Верхняя крышка СИИ находится на передней части прибора (**Рисунок 19**). Снимите ее для получения доступа к защелкам на крышке анализатора, для подсоединения щупа СИИ или для получения доступа к виае калибровки ЭУ. Снимайте верхнюю крышку СИИ только для этих операций.

#### Порядок выполнения операции

- 1 Возьмитесь за крышку с внешних углов.
- 2 Поднимите ее вверх и снимите ее с прибора.



**Рисунок 19** Верхняя крышка СИИ

## Открытие боковой панели для доступа к камере анализатора



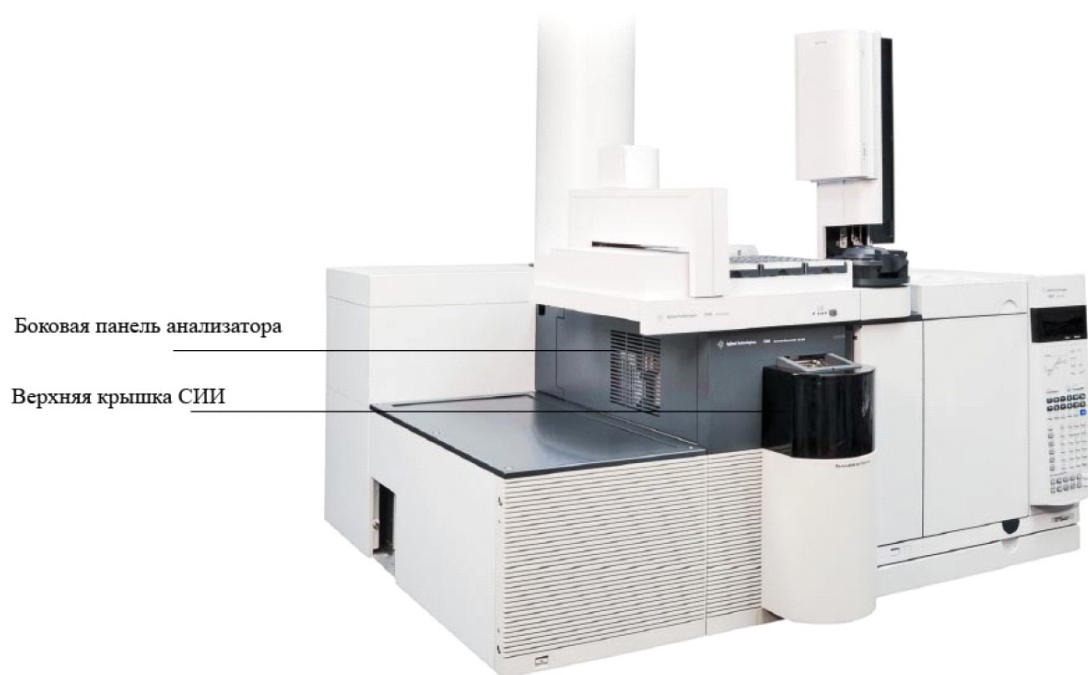
Боковая панель (**Рисунок 20**) должна открываться только для доступа к боковой дверце анализатора. Это необходимо для откачки, чистки или доступа к винтам дверцы. Снимайте панель анализатора только для этих операций

### Процедура

- 1 Снимите верхнюю крышку СИИ для доступа к защелкам панели анализатора. См. **“Снятие верхней крышки СИИ,”** на странице 64.
- 2 Откройте защелки панели анализатора на передней части прибора.
- 3 Снимите панель анализатора.

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЗУ)

Открытие боковой панели для доступа к камере анализатора



**Рисунок 20** Крышка и панель

## Откачка МС

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Перед запуском откачки МС проверьте, чтобы были выполнены все условия, перечисленные в введении к данной главе. Несоблюдение указанных условий может привести к травме оператора.

---

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Использование водорода с данным прибором запрещено.

---

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Внутри камеры анализатора имеются точки опасного напряжения. Не открывайте дверцу камеры анализатора без необходимости. Если требуется доступ к внутренним блокам анализатора, квалифицированный инженер должен вначале отсоединить прибор от сети питания.

---

### Процедура

- 1 Откройте панель анализатора для доступа к плате квадруполя. Смотрите **“Открытие боковой панели для доступа к камере анализатора,”** на странице 65.
- 2 Подсоедините кабель питания к заземленной розетке.
- 3 Включите тумблер питания К-ВП (Q-TOF) (**Рисунок 20**).
- 4 Слегка нажмите на металлический бокс на плате возбудителя квадруполя для проверки герметизации.

### ВНИМАНИЕ

Не давите на предохранительную крышку платы нити, нажимая на платы анализатора. Эта крышка не предназначена для выдерживания больших усилий.

---

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

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ) Откачка МС

- 5 Запустите программу сбора данных **MassHunter**. Если К-ВП сконфигурирован для обоих источников, ЭУ и ХИ, вам будет предложено выбрать тип текущего установленного источника. Щелкните по типу вашего источника.
- 6 Выберите иконку **MS Tune** в панели **Instrument Control**.
- 7 Выберите закладку **Vacuum Control**.
- 8 Щелкните по кнопке **Pumpdown**.

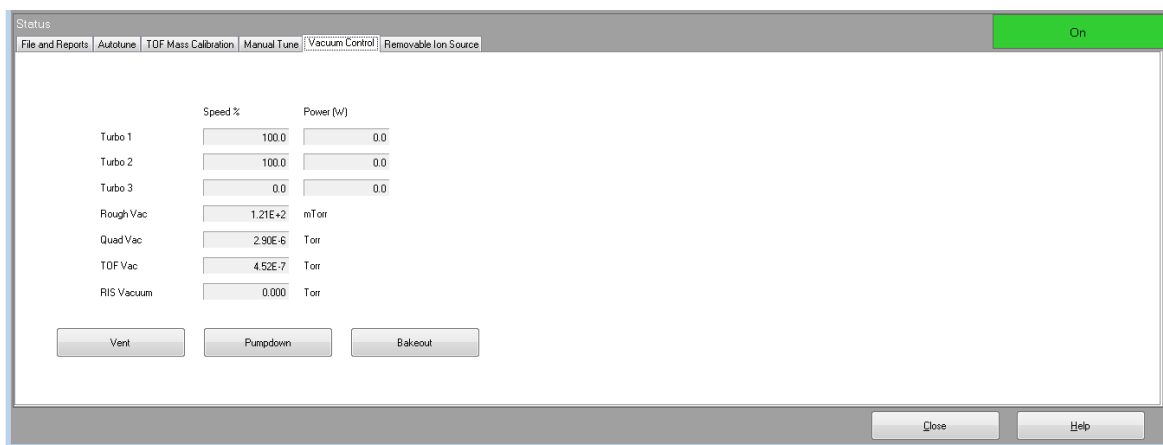


Рисунок 21 Окно контроля вакуума

#### ВНИМАНИЕ

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

Через 10...15 минут скорость турбонасоса должна дойти до 80% (Рисунок 21). В конечном счете, скорость насоса должна достичь 95%. Если этого не происходит, электроника МС выключает форвакуумный насос. Для того, чтобы выйти из этого состояния, вы должны вмешаться в цикл работы МС. Если МС не откачивает систему корректно, см. справочное руководство или оперативную справку по устранению ошибок при достижении вакуума

- 9 Включите поток газа-носителя после того, как вакуумные насосы проработают в течение 15 минут.

- 10 При появлении сообщения включите нагреватель интерфейса ГХ/МС и печи ГХ. Затем щелкните по **ОК**. Программа включит нагреватели ионного источника и масс-фильтра (квадруполь). Установочные значения температуры сохраняются в текущем файле автонастройки.
- 11 После появления сообщения **Okay to run** подождите 2 часа до достижения МС температурного равновесия. Данные, собранные до достижения равновесия, могут не быть воспроизводимыми.
- 12 Настройка МС. (Смотрите "**Автоматическая настройка МС для режима ЭУ,**" на странице 61 или "**Автоматическая настройка ХИ,**" на странице 87.

## Вентилирование МС

- 1 Щелкните по иконке **MS Tune** на панели **Instrument Control**.
- 2 Выберите закладку **Vacuum Control**. Смотрите **Рисунок 21**.
- 3 Установите температуру нагревателя интерфейса ГХ/МС и печи ГХ на комнатную.
- 4 Когда температура ГХ достигнет 30 °С, выключите поток газа-носителя.
- 5 Щелкните по кнопке **Vent**.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

**Использование водорода с данным прибором запрещено.**

### ВНИМАНИЕ

Проверьте, чтобы печь ГХ и интерфейс ГХ/МС остыли перед выключением потока газа-носителя.

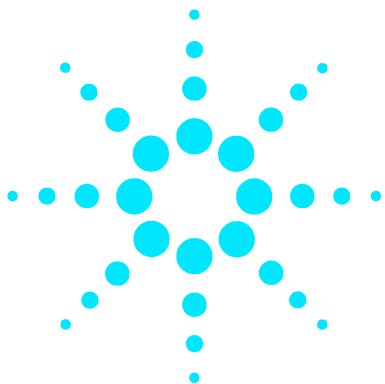
- 6 Выключите МС, нажав на выключатель питания (**Рисунок 1**).
- 7 Отсоедините кабель питания МС.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

**Не касайтесь анализатора, пока он не остынет до комнатной температуры.**

### ВНИМАНИЕ

Во время вентиляции МС не входите в программу в окно **Instrument Control**, чтобы не вызвать включение нагревателя интерфейса и не повредить колонку.



## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Настройка вашего МС для работы в режиме ХИ	72
Интерфейс ХИ ГХ/МС	73
Работа в режиме ХИ МС	75
Давление высокого вакуума в режиме ХИ	76
Другие газы-реагенты	77
Автоматическая настройка ХИ	79
Модуль контроля потока	81
Переключение от режима ЭУ к режиму ХИ	82
Управление модулем контроля потока газа-реагента	84
Установка потока газа-реагента	86
Автоматическая настройка ХИ	87

В этой главе даются инструкции для работы 7200 Q-TOF GC/MS системы в режиме химической ионизации (ХИ). Большая часть информации предыдущей главы также пригодна как справочная.

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

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



## Настройка вашего МС для работы в режиме ХИ

Настройка вашего МС для работы в режиме ХИ требует специальных мер предосторожности, чтобы исключить загрязнение и попадание воздуха.

- Используйте метан только высокой чистоты (и другие газы-реагенты, если применяются). Метан должен иметь чистоту не менее 99.9995%.
- Всегда проверяйте работу МС в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ.
- Проверьте, чтобы был установлен ионный источник ХИ.
- Поверьте, чтобы линия подачи газа-реагента не допускала проникновения воздуха. Это определяется в режиме ПХИ проверкой для  $m/z$  32 после предварительной настройки подачи метана.
- Проверьте, чтобы линия подачи газа-реагента имела газоочистители (не применяются для аммиака).

## Интерфейс ХИ ГХ/МС

Интерфейс ХИ ГХ/МС (**Рисунок 22**) представляет собой нагреваемый канал, ведущий в МС от капиллярной колонки. Интерфейс навинчивается на правую сторону камеры анализатора и имеет уплотнительное кольцо. Также имеется защитная крышка, которая должна быть оставлена на месте.

Один конец интерфейса проходит через боковую сторону газового хроматографа и входит в печь ГХ. Это конец имеет резьбу, чтобы обеспечить подсоединение колонки с гайкой и ферулой. Другой конец интерфейса соединяется с ионным источником. Последние 1...2 мм капиллярной колонки выступают над краем направляющей трубки и входят в ионизационную камеру. При смене ионного источника интерфейс автоматически отводится от источника по команде программы MassHunter. После этого источник свободно входит в камеру и выходит из нее.

Газ-реагент также подается в интерфейс. Уплотнение предупреждает вытекание газа-реагента наружу. Газ-реагент входит в корпус интерфейса и смешивается с газом-носителем и пробой в ионном источнике.

Интерфейс ГХ/МС нагревается патронным электрическим нагревательным элементом. Обычно элемент получает электропитание и управляется нагреваемой зоной Thermal Aux #2 газового хроматографа. Температура интерфейса может устанавливаться с MassHunter или с клавиатуры газового хроматографа. Датчик (термопара) в интерфейсе используется для слежения за температурой.

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

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

#### 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ) Интерфейс ХИ ГХ/МС

### Смотрите также

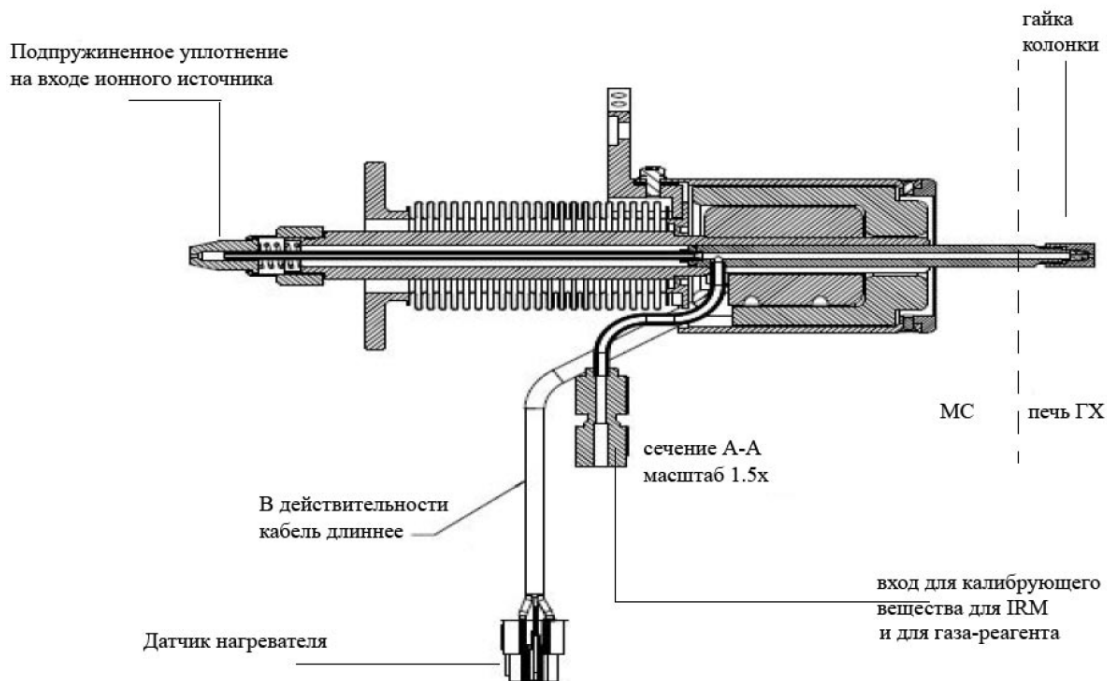
“Установка капиллярной колонки в интерфейсе ГХ/МС,” на странице 35.

#### ВНИМАНИЕ

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

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

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



Колонка не показана.

Рисунок 22 Интерфейс ХИ ГХ/МС

## Работа в режиме ХИ МС

Управление вашего ГХ/МС в режиме ХИ чуть более сложное, чем в режиме ЭУ. После настройки может потребоваться оптимизировать поток газа, температуру источника ([Таблица 5](#)) и энергию электрона для вашего конкретного анализируемого вещества.

**Таблица 5** Температура для режима ХИ

	<b>Ионный источник</b>	<b>анализатор</b>	<b>Интерфейс ГХ/МС</b>
ПХИ	300 °С	150 °С	280 °С
ОХИ	150 °С	150 °С	280 °С

### Запуск системы в режиме ПХИ

При запуске системы вы можете начать работу в режиме ПХИ или ОХИ.

В зависимости от применяемой схемы используйте следующие скорости потока во время запуска системы:

- скорость потока реактивного газа в режиме ПХИ до 20 (1 мл/мин)
- скорость потока реактивного газа в режиме ОХИ до 40 (2 мл/мин)

## Давление высокого вакуума в режиме ХИ

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ХИ оказывают потоки газа-реактанта и газа ячейки столкновений. В [Таблица 6](#) приводятся типовые значения давления для различных потоков газа-реактанта в зависимости от скорости потока газа ячейки столкновений. Выполните измерения на вашей системе при рабочих условиях и отметьте изменения, которые могут указывать на проблемы с вакуумом или потоком газа. Измерения для различных МС могут отличаться на 30%.

### Analyzer vacuum with reagent gas flowing

Отметим, что контроллер массового расхода (КМР) калибруется с метаном, а вакуумметр калибруется с азотом, поэтому эти измерения не являются точными, но представляют собой типовые наблюдаемые значения ([Таблица 6](#)). Данные значения получены при следующих условиях. Отметим, что это типовые температуры ПХИ.

Температура источника	300 °C
Температура квадруполя	150 °C
Температура интерфейса	280 °C ...320 °C
Скорость потока газа-носителя гелия	1 мл/мин

**Таблица 6** Типовое значение вакуума с потоком реактивного газа

КМР (%)	Газ в ячейке столкновений подается N <sub>2</sub> = 1.5, He = 2.25		Газ в ячейке столкновений отключен	
	Форвакуумный насос	Насос высокого вакуума	Форвакуумный насос	Насос высокого вакуума
10	$1.77 \times 10^{-1}$	$7.15 \times 10^{-5}$	$1.33 \times 10^{-1}$	$2.56 \times 10^{-6}$
15	$1.86 \times 10^{-1}$	$7.19 \times 10^{-5}$	$1.43 \times 10^{-1}$	$3.00 \times 10^{-6}$
20	$1.94 \times 10^{-1}$	$7.23 \times 10^{-5}$	$1.53 \times 10^{-1}$	$3.45 \times 10^{-6}$
25	$2.02 \times 10^{-1}$	$7.27 \times 10^{-5}$	$1.63 \times 10^{-1}$	$3.86 \times 10^{-6}$
30	$2.10 \times 10^{-1}$	$7.31 \times 10^{-5}$	$1.71 \times 10^{-1}$	$4.30 \times 10^{-6}$
35	$2.18 \times 10^{-1}$	$7.39 \times 10^{-5}$	$1.80 \times 10^{-1}$	$4.76 \times 10^{-6}$
40	$2.25 \times 10^{-1}$	$7.43 \times 10^{-5}$	$1.88 \times 10^{-1}$	$5.18 \times 10^{-6}$

## Другие газы-реагенты

В этом разделе описывается использование изобутана или аммиака в качестве газов-реагентов. Перед использованием этих газов вы должны изучить работу 7200 Q-TOF GC/MS с метаном в качестве газа-реагента.

### ВНИМАНИЕ

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

Смена газа-реагента от метана к изобутану или аммиаку изменяет химию ионизационного процесса и приводит к образованию других ионов. Принципиальные химические реакции при ионизации описываются в *теоретическом руководстве по Agilent 7200 Q-TOF GC/MS* системе. Если вы не знакомы с химической ионизацией, рекомендуется сначала изучить этот материал.

### ХИ с изобутаном

Изобутан ( $C_4H_{10}$ ) наиболее часто используется для химической ионизации, когда требуется меньшая фрагментация спектра химической ионизации. Это определяется тем, что протонное сродство изобутана выше, чем у метана; следовательно, при ионизационной реакции переносится меньше энергии.

Добавление и перенос протонов являются механизмами ионизации, наиболее часто ассоциируемыми с изобутаном. Проба сама определяет тот из механизмов, который будет доминировать.

### ХИ с аммиаком

Аммиак ( $NH_3$ ) обычно используется для химической ионизации, когда требуется меньшая фрагментация спектра химической ионизации. Это определяется тем, что протонное сродство аммиака выше, чем у метана; следовательно, при ионизационной реакции переносится меньше энергии.

Поскольку многие соединения имеют недостаточное протонное сродство, ионизационные спектры аммиака часто формируются в результате добавления  $NH_4^+$  и затем, в некоторых случаях,

## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

### Другие газы-реагенты

последующей потери воды. Ионные спектры аммиака имеют принципиальные ионы у  $m/z$  18, 35 и 52, соответствующие  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$  и  $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$

#### ВНИМАНИЕ

Применение аммиака влияет на требования к техобслуживанию МС. См. **Chapter 6**, "Общее техобслуживание."

#### ВНИМАНИЕ

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

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

Аммиак может приводить к деградации уплотнений и масла вакуумных насосов. ХИ с аммиаком требует более частого техобслуживания. (См. справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию прибора 7200 Q-TOF GC/MS.)

#### ВНИМАНИЕ

При использовании аммиака в течение 5 или более часов в день, форвакуумный насос должен быть балластирован (прочищен воздухом) в течение не менее 1 часа в день для минимизации повреждения уплотнений насоса. Всегда очищайте МС метаном после использования аммиака.

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

## ХИ с диоксидом углерода

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

## Автоматическая настройка ХИ

После установки потока газа-реагента оптика и электроника МС должны быть настроены ([Таблица 7](#)). В качестве калибровочного вещества используется перфторо-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо заполнения всей вакуумной камеры ПФДТД вводится непосредственно в ионизационную камеру через интерфейс ГХ/МС посредством модуля управления потоком газа.

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

### ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу МС в режиме ЭУ перед переключением на режим ХИ.

---

## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

### Автоматическая настройка ХИ

**Таблица 7** Настройки, принимаемые по умолчанию ХИ

Параметр	Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
Ионная полярность	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	N/A
Эмиссия	150 мкА	50 мкА	150мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	35 мкА
Энергия электрона	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	70 эВ
Нить	1	1	1	1	1	1	1 или2
Отражатель	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	30 В
Ионный фокус	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	90 В
Смещение входной линзы	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	25 В
Запорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Предлагаемый поток	20%	40%	20%	40%	20%	40%	Не определен
Температура источника	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	230 °С
Температура квадруполя	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С
Температура интерфейса	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С
Автонастройка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да

## Модуль контроля потока

Модуль контроля потока газа-реагента ХИ регулирует поток газа-реагента в интерфейс ХИ ГХ/МС. Модуль состоит из контроллера массового расхода (КМР), клапанов выбора газа, калибровочного клапана ХИ, запорного клапана, управляющих электронных блоков и трубопровода.

На приборе имеются входные фитинги Swagelok для подвода газа-реагента ХИ. Программное обеспечение обозначает его как газ-реагент С1. Подача газа-реагента происходит под давлением 25...30 пси (170...205 кПа).

## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Переключение от режима ЭУ к режиму ХИ

# Переключение от режима ЭУ к режиму ХИ

### ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте работу ГХ/МС в режиме ЭУ перед переключением на режим ХИ.

### ВНИМАНИЕ

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

### Порядок выполнения операции

- 1 Смените источник. Смотрите **“Сменный ионный источник,”** на странице 90.
- 2 Загрузите соответствующий метод ПХИ или ОХИ для использования с источником ХИ.
- 3 Щелкните по иконке **MS Tune** в панели **Instrument Control** для вывода диалогового окна **Tune** и выберите закладку **Autotune**.  
Метод выбирает процедуру автонастройки ПХИ или ОХИ и требуемый газ-реагент.
- 4 Отметьте контрольную кнопку **Tune from default settings**, поскольку вы смените ионный источник.
- 5 Выберите контрольную кнопку **Print autotune report** для автоматической печати отчета о настройке.
- 6 Щелкните по кнопке **Autotune** для запуска автоматической настройки. По завершении процедуры будет распечатан отчет.
- 7 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, сохраните настройку щелчком по закладке **Files and Report**, затем щелкните по кнопке **Save**.

**Таблица 8** Пределы контроля, принимаемые по умолчанию и используемые только при автонастройке в режиме ХИ

Газ-реагент	Метан		Аммиак	
	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Ионная полярность	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Целевое содержание	$1 \times 10^6$	$1 \times 10^6$	Не определено	$1 \times 10^6$
Целевая ширина пика	0.7	0.7	Не определено	0.7
Максимальный отражатель	4	4	Не определено	4
Максимальный эмиссионный ток, мкА	240	50	Не определено	50
Максимальная энергия электрона, эВ	240	240	Не определено	240

**Примечания к Таблица 8:**

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

## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ) Управление модулем контроля потока газа-реагента

# Управление модулем контроля потока газа-реагента

## Процедура

- 1 На панели **Instrument Control** выберите иконку **MS Tune** для вывода диалогового окна **GC/Q-TOF Tune**. Выберите закладку **Manual Tune** и затем закладку **Ion Source** для вывода параметров ионного источника.

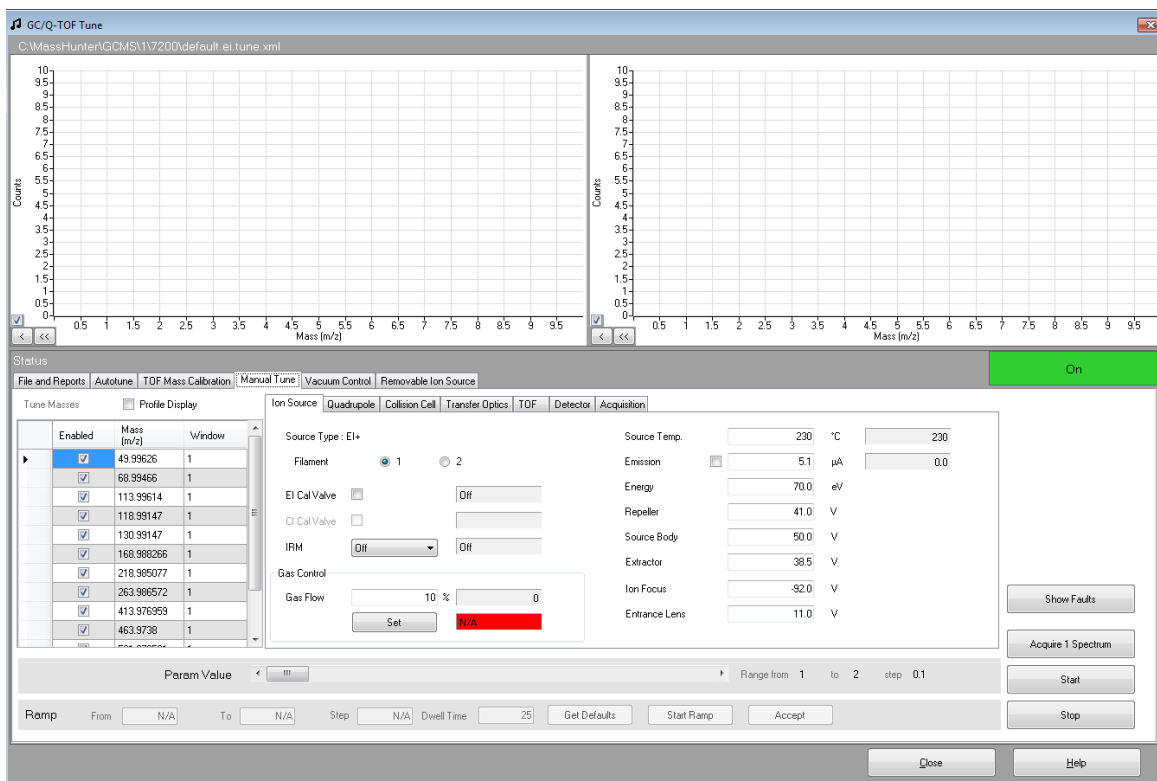


Рисунок 23 Контроль потока в режиме ХИ

- 2 Используйте следующие параметры в области **CI Reagent Gas Control** для управления потоком газа.

**CI Reagent** – выбор газа-реагента в ниспадающем меню.

**CI Gas Flow** – ввод процента от максимального потока по объему для выбранного газа-реагента. Действительный %, переносимый контроллером потока, показан рядом с этим значением. 20% рекомендуются для ПХИ и 40% для ОХИ.

Кнопка **Set** – открывает клапан подачи выбранного газа-реагента и управляет потоком газа-реагента до введенного установочного значения.

Кнопка **Off** – выключает подачу газа-реагента.

Кнопка **Purge** – открывает клапан выбранного газа-реагента на 6 минут для очистки системы от нежелательных соединений.

Кнопка **Pumpout** – закрывает оба клапана газа-реагента на 4 минуты и удаляет из системы газы-реагенты. В конце цикла клапаны газа-реагента открываются.

## Установка потока газа-реагента

#### ВНИМАНИЕ

После смены источника от ЭУ к ХИ или вентилирования по другой причине МС должен отжигаться в течение не менее 2 часов перед настройкой.

---

#### ВНИМАНИЕ

Продолжение автонастройки ХИ, если МС пропускает воздух или имеет большое количество воды, приводит к **серьезному** загрязнению ионного источника. Если это случится, вам придется выполнить **вентилирование МС и чистку ионного источника**.

---

### Процедура

- 1 На панели **Instrument Control** выберите иконку **MS Tune** для вывода диалогового окна **GC/Q-TOF Tune**. Выберите закладку **Manual Tune** и затем закладку **Ion Source** для вывода параметров ионного источника.
- 2 В области **CI Reagent Gas Control** выберите требуемый газ-реагент.
- 3 Введите установочное значение потока газа-реагента в поле **CI Gas Flow**. Это значение вводится как процент от максимальной скорости потока. Рекомендуется 20% для ПХИ и 40% для ОХИ.
- 4 Щелкните по кнопке **Set**. Выводится индикация **Flow Set**.  
Газ-реагент втекает в ионный источник со скоростью, выводимой рядом с этим установочным значением.
- 5 Щелкните по закладке **Files and Reports**, затем щелкните по кнопке **Save** для сохранения изменений в текущем загруженном файле настройки.

## Автоматическая настройка ХИ

### ВНИМАНИЕ

Всегда проверяйте характеристики МС в режиме ЭУ перед переключением в режим ХИ.

### ВНИМАНИЕ

Избегайте делать настройку чаще, чем необходимо; это позволит минимизировать фоновый шум ПФДТД и предупредить загрязнение ионного источника.

- 1 Проверьте, чтобы МС корректно работал в режиме ЭУ.
- 2 На панели **Instrument Control** выберите иконку **MS Tune** для вывода диалогового окна **GC/Q-TOF Tune**.
- 3 При необходимости загрузите новый файл настройки, щелкнув по закладке **Files and Reports** и затем щелкнув по кнопке **Load** в области **Tune File**. Выберите файл настройки и щелкните по **OK**.

Файл настройки должен соответствовать типу ионного источника анализатора. Для ионного источника ХИ выберите файл настройки, созданный для положительного или отрицательного источника ХИ.

- 4 Щелкните по закладке **Autotune** и выберите **PCI source** для положительного источника ХИ или **NCI source** для отрицательного ионного источника ХИ.
- 5 Выберите требуемый газ-реагент из ниспадающего меню в области **CI Reagent Gas**.
- 6 Если требуются файл журнала или связанные файлы данных настройки, щелкните по закладке **Files and Reports** и в разделе **Log Files**, щелкните по кнопке **Browse** для создания директории и файлов для записи журнала. Щелкните по требуемым контрольным кнопкам файлов данных и журнала.
- 7 Щелкните по закладке **Manual Tune** и выберите закладку **Ion Source**. В разделе **CI Reagent Gas** выберите газ-реагент и затем введите скорость **CI Gas Flow 20%** для положительного источника или **40%** для отрицательного источника. Щелкните по закладке **Autotune** для возврата.

## 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

### Автоматическая настройка ХИ

- 8 Отметьте контрольную кнопку **Tune from default settings**, если вы запускаете систему после вентилирования, техобслуживания или отключения питания. Если вы уберете отметку с контрольной кнопки **Tune from default settings**, процесс автоматической настройки запустится с предыдущими значениями настройки.
- 9 Отметьте контрольную кнопку **Save tune file when done** для сохранения новых параметров настройки, сгенерированных автоматической процедурой. Не отмечайте эту кнопку, если вы хотите просмотреть отчет перед сохранением новых сгенерированных параметров.
- 10 Отметьте контрольную кнопку **Print autotune report** для автоматической распечатки отчета о настройке.
- 11 Щелкните по кнопке **Autotune** для запуска процедуры автоматической настройки. В строке **Status** будет выводиться текущий шаг процесса, а график настраиваемого параметра для данного шага будет отображаться в верхней части окна. При соответствующем задании по завершению процедуры будет распечатан отчет.

Для остановки процесса до завершения автоматического выбора параметра щелкните по кнопке **Abort Autotune**. При этом будут использоваться параметры из последней успешно завершенной процедуры автоматической настройки.

- 12 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, и вы не выбрали контрольную кнопку **Save tune file when done**, сохраните настройки щелчком по закладке **Files and Report** с последующим щелчком по **Save**.



## 5 Использование сменного ионного источника

- Сменный ионный источник **90**
- Смена ионного источника **92**
- Установка устройства извлечения СИИ **95**
- Удаление источника из камеры анализатора **97**
- Смена ионного источника на устройстве извлечения СИИ **99**
- Установка ионного источника в камере анализатора **101**
- Удаление устройства извлечения СИИ из прибора **102**

В этой главе описывается работа со сменным ионным источником.



## Сменный ионный источник

Сменный ионный источник (СИИ) является термином, обозначающим особенность конструкции системы Agilent 7200 Q-TOF GC/MS, позволяющую менять ионный источник без вентилирования прибора с помощью устройства извлечения СИИ. Источник необходимо снимать с прибора периодически для выполнения чистки и техобслуживания или для смены режимов ионизации. СИИ минимизирует время, необходимое для выполнения этих задач. Этот процесс управляется с программы MassHunter, позволяющей выполнять очистку, управление клапанами и откачку автоматически.

Устройство извлечения СИИ состоит из байонета СИИ, установленного на источнике, рукоятки для ввода и вывода источника из прибора и охлаждающей камеры для охлаждения источника перед его снятием (**Рисунок 24**). Весь процесс управляется с MassHunter.

Охлаждающая камера СИИ установлена на приборе для вентилирования и очистки источника азотом во время его смены. Автоматический запорный клапан изолирует охлаждающую камеру от прибора для того, чтобы не требовалось вентилировать прибор во время этого процесса. Вентилируется только маленькая охлаждающая камера СИИ.

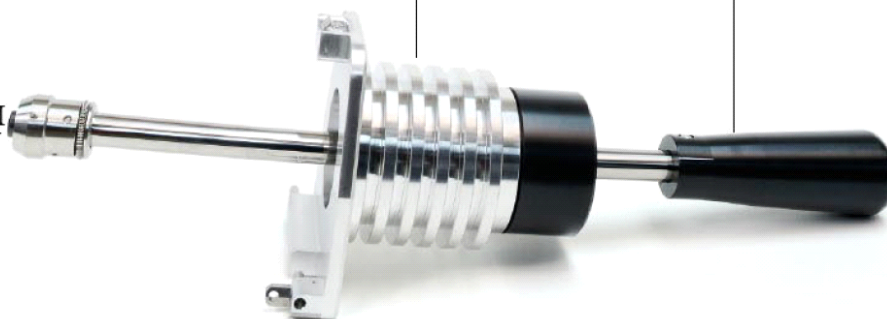
#### ВНИМАНИЕ

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

Рукоятка СИИ

Охлаждающая камера СИИ

Байонет СИИ



**Рисунок 24** Устройство извлечения СИИ

## Смена ионного источника

Процедура смены ионного источника описана в данном разделе и в справке программы MassHunter. Процесс в основном автоматический, за исключением использования устройства извлечения СИИ для снятия и установки ионного источника. Очистка камеры, охлаждение источника и откачка выполняются с использованием программы.

### Порядок выполнения операции



- 1 В окне управления программы MassHunter щелкните по иконке **MS Tune** для вывода диалогового окна **GC/Q-TOF Tune**.
- 2 Щелкните по закладке **Removable Ion Source** в окне **GC/Q-TOF Tune**. (Рисунок 25).

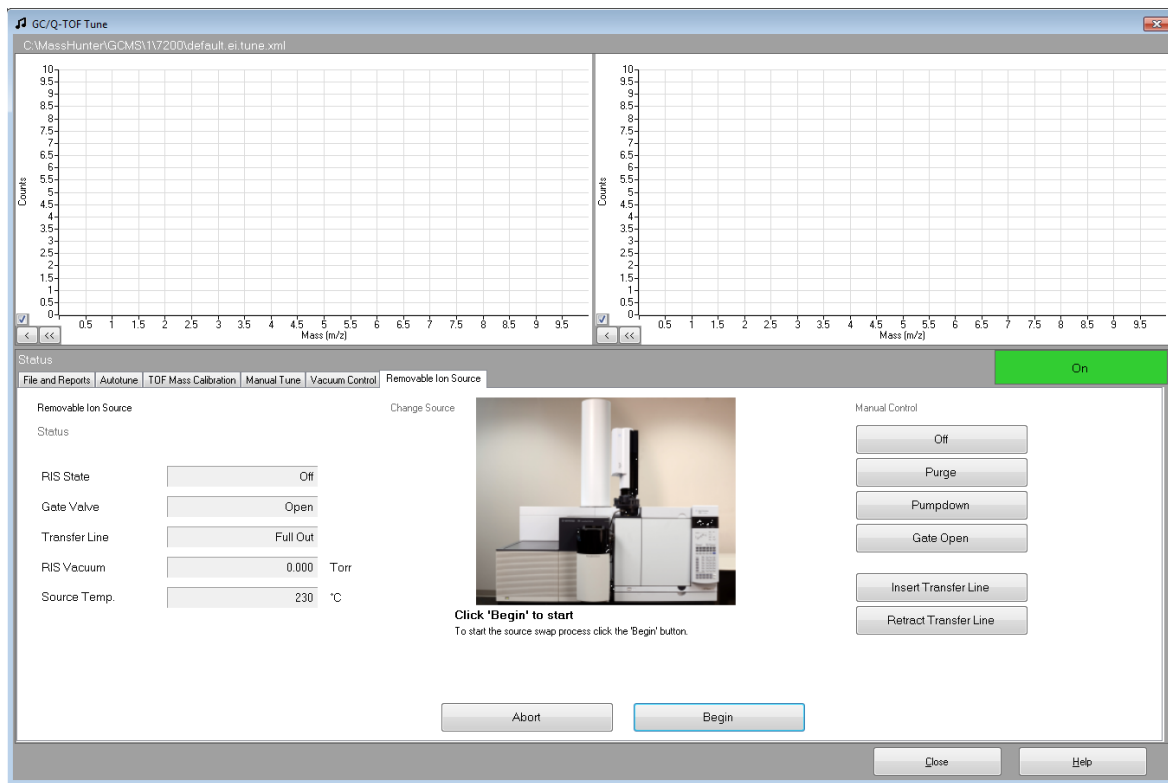


Рисунок 25 Диалоговое окно GC/Q-TOF Tune

- 3 Щелкните по кнопке **Begin** для очистки прибора.
- 4 При появлении на экране соответствующего указания снимите дверцу камеры СИИ и подсоедините устройство извлечения СИИ. Смотрите **“Установка устройства извлечения СИИ,”** на странице 95.
- 5 Щелкните по кнопке **Next** для очистки камеры и откачки.
- 6 Когда система будет готова для снятия источника, щелкните по **Next** для удаления линии передачи и открытия запорного клапана. Область **Status** СИИ в закладке **GC/Q-TOF Tune** должна показывать опцию **Gate Valve как Open**, а **Transfer Line** как **Full Out**.
- 7 При появлении на экране соответствующего указания удалите источник. Смотрите **“Удаление источника из камеры анализатора,”** на странице 97.
- 8 После вывода источника в камеру щелкните по **Next** для закрытия запорного клапана и очистки охлаждающей камеры. Очистка занимает примерно 10 минут.
- 9 При появлении на экране соответствующего указания откройте охлаждающую камеру и смените ионный источник. См. **“Смена ионного источника на устройстве извлечения СИИ,”** на странице 99.
- 10 После замены источника и закрытия дверцы охлаждающей камеры щелкните по **Next** для выполнения очистки и откачки.
- 11 При появлении на экране соответствующего указания о том, что система готова к установке источника, щелкните по **Next** для отвода линии передачи и открытия запорного клапана.
- 12 При появлении на экране соответствующего указания установите ионный источник в камеру анализатора. Смотрите **“Установка ионного источника в камере анализатора,”** на странице 101.
- 13 Проверьте состояние СИИ (**Status**), чтобы выводилось значение температуры источника. Это свидетельствует о том, что источник полностью установлен в его гнезде.

**ВНИМАНИЕ**

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

## 5 Использование сменного ионного источника

### Смена ионного источника

- 14 Щелкните по **Next** для закрытия запорного клапана и вентилирования охлаждающей камеры СИИ.
- 15 Удалите устройство извлечения СИИ и установите крышку камеры СИИ. Смотрите **“Удаление устройства извлечения СИИ из прибора,”** на странице 102.
- 16 Щелкните по **Next** для откачки камеры, закрытой крышкой.
- 17 При появлении на экране соответствующего указания щелкните по **Finish**.

## Установка устройства извлечения СИИ



Данная процедура является частью автоматизированной серии операций, контролируемых программой MassHunter. Ваше участие в этой процедуре предполагает лишь снятие дверцы крышки СИИ после соответствующего указания с экрана.

### Процедура

- 1 При появлении на экране соответствующего указания снимите верхнюю крышку СИИ (Смотрите **“Снятие верхней крышки СИИ,”** на странице 64.)
- 2 Откройте защелку на правой стороне дверцы СИИ дверцы крышки СИИ.
- 3 Откройте дверцу.
- 4 Поднимите дверцу крышки СИИ вверх для снятия ее с петель.

### ВНИМАНИЕ

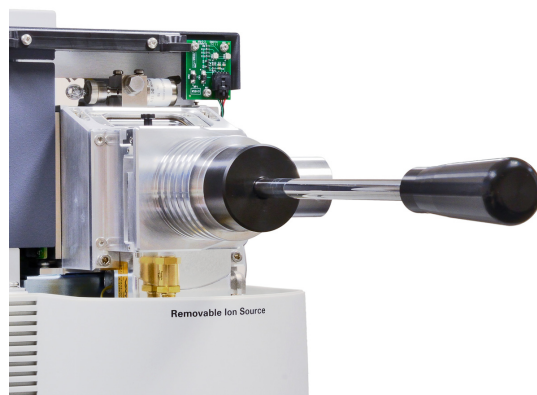
Программное обеспечение и оборудование периодически модернизируются. Если инструкции в данных процедурах не соответствуют вашему программному обеспечению MassHunter, смотрите справочные руководства и оперативную справку, поставляемую с программой.

- 5 Удерживая устройство извлечения СИИ за рукоятку, подведите охлаждающую камеру СИИ к камере СИИ прибора. Удерживайте рукоятку перпендикулярно передней части прибора так, чтобы внешний край охлаждающей камеры оказался заподлицо с отверстием камеры СИИ на передней части прибора.
- 6 Выровняйте штифты на петле зонда с пазами на петле инструмента.
- 7 Введите штифты в петлю.
- 8 Закройте дверцу камеры охлаждения и зафиксируйте ее защелкой на правой стороне.
- 9 Вернитесь к **пункту 5** раздела **“Смена ионного источника,”** на странице 92.

**5** **Использование сменного ионного источника**  
Установка устройства извлечения СИИ



**Рисунок 26** Дверца СИИ



**Рисунок 27** Установленный щуп СИИ

## Удаление источника из камеры анализатора

Данная процедура является частью автоматизированной серии операций, контролируемых программой MassHunter. Ваше участие в этой процедуре предполагает лишь выполнение определенных действий после соответствующего указания с экрана. Область **Status СИИ** в закладке **GC/Q-TOF Tune** должна показывать опцию **Gate Valve** как **Open**, а Transfer Line как **Full Out**.

### Процедура



- 1 Удерживая рукоятку СИИ, поверните направляющую, в виде белой линии на рукоятке СИИ, в позицию на 2 часа, если смотреть с верхней части рукоятки. Это необходимо для выравнивания байонета СИИ перед подсоединением источника.

Направляющая СИИ  
(белая линия на рукоятке)

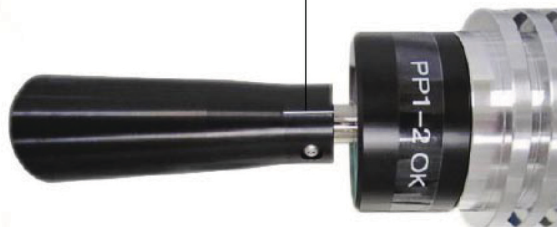


Рисунок 28 Направляющая СИИ

### ВНИМАНИЕ

Если рукоятка полностью выведена, старайтесь не нажать на нее сбоку, поскольку это может привести к повреждению уплотнения и попаданию воздуха в охлаждающую камеру.

## 5 Использование сменного ионного источника

### Удаление источника из камеры анализатора

#### ВНИМАНИЕ

Не пытайтесь направить ионный источник вручную. Аккуратно нажимайте на рукоятку СИИ и дайте байонету СИИ свободно войти в гнездо. Если все выполнять правильно, байонет легко входит в посадочное место.

- 2 Удерживая рукоятку СИИ в ее позиции, слегка надавите на нее и дайте байонету СИИ войти в камеру анализатора. Проверьте, чтобы рукоятка была полностью выведена, а байонет правильным образом вошел в отверстия корпуса ионного источника.
- 3 После ввода ионного источника поверните рукоятку СИИ против часовой стрелки так, чтобы направляющая линия заняла позицию на 12 часов, фиксируя ионный источник.
- 4 Потяните рукоятку СИИ к себе, удерживая положение направляющей линии на 12 часов, для ввода ионного источника в охлаждающую камеру СИИ.
- 5 Вернитесь к [пункту 8](#) раздела **“Смена ионного источника,”** на странице 92.

## Смена ионного источника на устройстве извлечения СИИ

Данная процедура является частью автоматизированной серии операций, контролируемых программой MassHunter. Ваше участие в этой процедуре предполагает лишь выполнение определенных действий после соответствующего указания с экрана. Область **Status СИИ** в закладке **GC/Q-TOF Tune** должна показывать опцию **Gate Valve** как **Open**, а **RIS vacuum** как **0.000 Torr**.

### ВНИМАНИЕ

При несоблюдении правил техобслуживание источника может вызвать загрязнение МС. При работе с источником всегда надевайте чистые резиновые перчатки.



- 1 Откройте защелку на правой стороне охлаждающей камеры СИИ.
- 2 Отведите охлаждающую камеру СИИ, чтобы рукоятка СИИ стала параллельно с передней панелью прибора.
- 3 Зафиксируйте охлаждающую камеру СИИ в открытой позиции, закрепив блокирующий штифт на петле.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

**Прибор 7200 Q-TOF GC/MS работает при высокой температуре. Перед удалением источника из охлаждающей камеры СИИ проверьте, чтобы он остыл.**

- 4 Зажмите рукоятку СИИ одной рукой, а корпус ионного источника другой.
- 5 Удерживая ионный источник, поверните рукоятку СИИ против часовой стрелки так, чтобы направляющая линия встала на позицию на 2 часа. Это положение позволит штифту байонета СИИ выйти из дорожки на корпусе ионного источника.
- 6 Аккуратно выньте ионный источник из байонета СИИ и отложите в сторону.
- 7 Выньте новый ионный источник из упаковки. Источник остается подсоединенным к крышке. Поверните крышку по часовой стрелке для отделения источника от крышки.

## **5** **Использование сменного ионного источника**

### **Смена ионного источника на устройстве извлечения СИИ**

- 8** Поверните рукоятку СИИ так, чтобы направляющая линия установилась в позицию на 2 часа.
- 9** Направьте штифт байонета СИИ в дорожки на нижней части корпуса ионного источника.
- 10** Надежно удерживая ионный источник, поверните рукоятку СИИ против часовой стрелки так, чтобы направляющая линия оказалась в позиции на 12 часов, фиксируя ионный источник в байонете.
- 11** Полностью выведите рукоятку СИИ, чтобы ионный источник целиком оказался в охлаждающей камере.
- 12** Поднимите установочный штифт на петле охлаждающей камеры СИИ и переведите его в закрытое положение.
- 13** Зафиксируйте охлаждающую камеру СИИ на приборе с помощью защелки на правой стороне дверцы.
- 14** Вернитесь к **пункту 10** раздела **“Смена ионного источника,”** на странице 92.

## Установка ионного источника в камере анализатора

Данная процедура является частью автоматизированной серии операций, контролируемых программой MassHunter. Ваше участие в этой процедуре предполагает лишь выполнение определенных действий после соответствующего указания с экрана. Область **Status СИИ** в закладке **GC/Q-TOF Tune** должна показывать опцию **Gate Valve** как **Open**, а **Transfer Line** как **Full Out**.

### ВНИМАНИЕ

Проходя мимо прибора при полностью выведенной рукоятке СИИ, будьте аккуратны, чтобы не повредить прибор. Рукоятка в закрытом состоянии выступает на 48 см от передней панели прибора.

### ВНИМАНИЕ

Не пытайтесь направить ионный источник вручную. Аккуратно нажимайте на рукоятку СИИ и дайте байонету СИИ свободно войти в гнездо. Если все выполнять правильно, байонет легко входит в посадочное место.

### Процедура



- 1 Проверьте, чтобы направляющая линия на рукоятке СИИ находилась в позиции на 12 часов. Аккуратно толкните рукоятку в направлении камеры анализатора и дайте ей войти в нее, чтобы ионный источник оказался в своем гнезде.
- 2 С полностью выведенной рукояткой СИИ поверните ее по часовой стрелке до совмещения направляющей линии с позицией на 2 часа для высвобождения корпуса ионного источника из байонета СИИ.
- 3 Потяните рукоятку к себе, чтобы она полностью вошла в охлаждающую камеру СИИ.
- 4 Вернитесь к **пункту 13** раздела **“Смена ионного источника,”** на странице 92.

## Удаление устройства извлечения СИИ из прибора

Данная процедура является частью автоматизированной серии операций, контролируемых программой MassHunter. Ваше участие в этой процедуре предполагает лишь выполнение определенных действий после соответствующего указания с экрана. Область **Status СИИ** в закладке **GC/Q-TOF Tune** должна показывать опцию **Gate Valve** как **Open**, а **RIS vacuum** как **0.000 Torr**.

### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

**Прибор 7200 Q-TOF GC/MS работает при высокой температуре. Перед удалением источника из охлаждающей камеры СИИ проверьте, чтобы он остыл.**



- 1 Откройте защелку на правой стороне устройства извлечения СИИ и откройте дверцу.
- 2 Поднимите устройство извлечения СИИ вверх для снятия его с петель.
- 3 Вместо устройства установите дверцу камеры СИИ.
- 4 Выровняйте штифты петель на дверце камеры СИИ с отверстиями на петле прибора и вставьте штифты в петлю.
- 5 Закройте дверцу камеры СИИ и зафиксируйте ее защелкой на правой стороне.
- 6 Вернитесь к **пункту 16** раздела "Смена ионного и **"Смена ионного источника,"** на странице 92



## 6 Общее техобслуживание

Перед началом техобслуживания	104
Техобслуживание вакуумной системы	109
Техобслуживание анализатора	110
Разборка ионного источника ЭУ	112
Сборка ионного источника ЭУ	114
Разборка ионного источника ХИ	117
Сборка ионного источника ХИ	119
Чистка ионного источника	121
Удаление нити накала	126
Установка нити накала	128



## Перед началом техобслуживания

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

### График техобслуживания

Общие задачи техобслуживания перечислены в **Таблица 9**. Выполнение этих задач может уменьшить вероятность проблем, продлить срок службы системы и уменьшить операционные расходы.

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

**Таблица 9** График техобслуживания

Задача	Еженедельно	Раз в полгода	Ежегодно	По необходимости
Настройка МС				X
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	X			
Проверка калибровочной виалы (виал)		X		
Замена масла в форвакуумном насосе *		X		
Проверка форвакуумного насоса				X
Чистка ионного источника				X
Проверка ловушки (ловушек) газа-носителя в ГХ и МС				X
Замена изношенных деталей				X
Проверка уплотнений на щупе СИИ			X	
Проверка виалы IRM		X		X
Замена источников газа-носителя для ГХ				X

\* Или при необходимости

## Инструменты, запасные части, запасы

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

## Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

При подключении МС, даже если переключатель питания выключен, потенциально опасное напряжение (120 В~ или 200/240 В~) присутствует в разводке и на предохранителях, в точках входа кабеля питания в прибор и на переключателе питания.

При включении переключателя питания потенциально опасное напряжение имеется на:

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

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

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

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

## Опасная температура

Многие блоки МС работают или достигают температуры, способной причинить серьезные ожоги. Эти блоки включают, но не ограничиваются этим:

- Интерфейс ГХ/МС
- Блоки анализатора
- Вакуумные насосы

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

Если дотронуться до форвакуумного насоса во время его работы, можно получить ожоги.

---

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

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

## Химические остатки

Лишь малая часть вашей пробы ионизируется ионным источником. Большая же часть проходит через источник, не ионизируясь. Далее она выводится вакуумной системой. В результате выхлоп из

форвакуумного насоса содержит следы газа-носителя и вашей пробы. Выхлоп из стандартного форвакуумного насоса содержит также капли масла.

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

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

**Маслоуловитель, поставляемый со стандартным форвакуумным насосом, улавливает только масло насоса. Он не задерживает и не фильтрует токсические химикаты. Если вы используете токсичные растворители или анализируете токсичные химические вещества, установите шланг для вывода выхлопа насоса наружу или вытяжной колпак.**

---

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

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

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

---

## Чистка ионного источника

Основным следствием работы МС в режиме ХИ является потребность в более частой чистке ионного источника. При работе в режиме ХИ камера ионного источника подвергается более быстрому загрязнению, чем в режиме ЭУ поскольку для ХИ требуется более высокое давление в источнике.

### **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

**Выполняйте процедуры техобслуживания с использованием опасных растворителей под вытяжным колпаком. МС должен устанавливаться в хорошо вентилируемой комнате.**

---

## Аммиак

Аммиак, используемый как газ-реагент, увеличивает потребность в техобслуживании форвакуумного насоса. Аммиак вызывает ускоренное старение масла насоса. Следовательно, масло в стандартном форвакуумном насосе следует проверять и менять чаще.

После использования аммиака очищайте МС метаном.

Проверьте, чтобы резервуар с аммиаком находился в вертикальном положении. Это предотвратит втекание жидкого аммиака в модуль потока.

## Техобслуживание вакуумной системы

### Периодическое техобслуживание

Как указано в [Таблица 9](#), некоторые задачи техобслуживания вакуумной системы должны выполняться периодически. Эти задачи включают:

- Проверку уровня масла форвакуумного насоса (каждую неделю)
- Проверку калибровочной виалы (виал) (каждые 6 месяцев)
- Замену масла в форвакуумном насосе и замену фильтра масляного тумана (каждые 6 месяцев или при необходимости)

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

### Другие процедуры

Такая задача, как замена вакуумметра, должна выполняться только при необходимости. См. справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию Agilent 7200 Q-TOF GC/MS системы и оперативную справку программного обеспечения MassHunter относительно симптомов, указывающих на необходимость данного вида техобслуживания.

### Дополнительная информация

Если вам требуется дополнительная информация о расположении или функциях компонентов вакуумной системы, смотрите справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию Agilent 7200 Q-TOF GC/MS системы.

Большинство процедур в данной главе иллюстрируются видеоклипами с DVD-дисков по 7200 серии.

## Техобслуживание анализатора

### Периодичность

Ни один из компонентов анализатора не требует периодического техобслуживания. Некоторые задачи, однако, должны выполняться, когда поведение МС указывает на то, что это необходимо. Эти задачи включают:

- Чистку ионных источников
- Замену нитей

В справочном руководстве по устранению ошибок и техобслуживанию Agilent 7200 Q-TOF GC/MS системы приводится информация о симптомах, указывающих на потребность в техобслуживании. Дополнительная информация приводится в оперативной справке программы MussHunter.

### Меры предосторожности

Сохраняйте компоненты в чистоте во время техобслуживания анализатора. Никогда не открывайте камеру анализатора. За его дверцей нет блоков, которые доступны для обслуживания пользователем.

#### ВНИМАНИЕ

Если не соблюдать эти меры предосторожности, в МС могут попасть загрязнители.

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Анализаторы имеют при работе высокую температуру. Не дотрагивайтесь до их деталей, если не уверены, что они остыли.

### Электростатический разряд

Провода, контакты и кабели анализатора могут проводить ЭСР к тем электронным платам, к которым они подсоединены. Это особенно верно для фильтра масс (квадруполь) и контактных проводов ячейки столкновений, которые могут переносить ЭСР к чувствительным

компонентам на плате возбуждителя квадруполя. Повреждение ЭСР может вызвать немедленный сбой, но обычно разряд постепенно ухудшает характеристики и стабильность вашего МС.

**ВНИМАНИЕ**

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

---

### **Блоки анализатора, которые не следует трогать**

Фильтр масс (квадруполь) и ячейка столкновений не требуют периодического техобслуживания. В общем случае, фильтры масс не следует никогда трогать. В случае крайнего загрязнения их можно почистить, но чистка должна выполняться только представителем сервисной службы компании Agilent Technologies. Никогда не касайтесь керамического изолятора ВЭД.

**ВНИМАНИЕ**

Неправильное обращение или чистка фильтра масс могут повредить их и оказать серьезный негативный эффект на характеристики прибора. Не открывайте дверцу анализатора и не дотрагивайтесь до керамического изолятора ВЭД.

---

## **Дополнительная информация**

Если вам требуется дополнительная информация о расположении или функциях компонентов анализатора, см. *справочное руководство по теории Agilent 7200 Q-TOF GC/MS системы*.

## Разборка ионного источника ЭУ



### Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Торцевой шестигранный ключ, 1.5 мм (8710-1570)
- Торцевой шестигранный ключ, 2.0 мм (8710-1804)
- Ключ на 10 мм (8710-2353)
- Гаечный ключ, 5.5 мм (8710-1220)
- Пинцет (8710-2460)

### Порядок выполнения операции

- 1 Снимите ионный источник. См. **“Смена ионного источника,”** на странице 92.
- 2 Удалите нить накала. См. **“Удаление нити накала,”** на странице 126.
- 3 Отделите блок изоляции и фокусировки от корпуса источника. (Смотрите **Рисунок 29.**)
- 4 Снимите два винта с изолятора ионной фокусировки и отделите его от фокусирующей линзы.
- 5 Снимите линзу устройства извлечения и ее изолятор с корпуса источника.
- 6 Снимите два винта с корпуса байонета СИИ на нижней части корпуса источника и снимите корпус байонета.
- 7 Снимите корпус отражателя с корпуса источника.
- 8 Разберите корпус отражателя, сняв отражатель, его колпачок, кольцевой нагреватель и блок датчика. (Смотрите **Рисунок 29.**)
- 9 Снимите кнопку засечки с колпачка отражателя, открутив крепежный винт. (Смотрите **Рисунок 29.**)



Рисунок 29 Разборка ионного источника ЭУ

## Сборка ионного источника ЭУ



### Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Торцевой шестигранный ключ, 1.5 мм (8710-1570)
- Торцевой шестигранный ключ, 2.0 мм (8710-1804)
- Ключ на 10 мм (8710-2353)

### Порядок выполнения операции

#### ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с камерой анализатора, чтобы исключить загрязнение.

- 1 Соберите блок отражателя, подсоединив отражатель к колпачку и закрепив кнопку засечки винтом.
- 2 Выровняйте датчик нагревателя с корпусом источника.
- 3 Наденьте колпачок отражателя на датчик нагревателя и установите керамический изолятор отражателя сверху, выровняв отверстия под винты.
- 4 Установите корпус байонета СИИ над керамический изолятором отражателя и закрепите его винтами с шайбами.
- 5 Подсоедините изолятор линзы устройства извлечения к линзе и наденьте их на другой конец корпуса источника (**Рисунок 29**).
- 6 Установите изолятор ионной фокусировки на фокусирующей линзе и закрепите его двумя винтами.
- 7 Установите блок ионной фокусировки сверху блока линзы устройства извлечения на корпусе источника.
- 8 Установите и закрепите нити двумя винтами.

**ВНИМАНИЕ**

При установке не перетягивайте гайку отражателя, чтобы керамические изоляторы не повредились во время нагрева источника. Гайка должна быть затянута ручным усилием.

---

**6**    **Общее техобслуживание**  
Сборка ионного источника ЭУ



**Рисунок 30**    Сборка источника ЭУ

## Разборка ионного источника ХИ



### Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Торцевой шестигранный ключ, 1.5 мм (8710-1570)
- Торцевой шестигранный ключ, 2.0 мм (8710-1804)
- Ключ на 10 мм (8710-2353)
- Гаечный ключ, 5.5 мм (8710-1220)
- Пинцет (8710-2460)

### Порядок выполнения операции

- 1 Снимите ионный источник ХИ. См. **“Смена ионного источника,”** на странице 92.
- 2 Удалите нить накала. См. **“Удаление нити накала,”** на странице 126.
- 3 Снимите фокусирующую линзу и изолятор (Смотрите **Рисунок 31.**)
- 4 Снимите два винта с изолятора ионной фокусировки и отделите его от фокусирующей линзы.
- 5 Снимите два винта с корпуса байонета СИИ и снимите корпус отражателя.
- 6 Разберите корпус отражателя, сняв керамический изолятор и блок нагревателя с отражателя (Смотрите **Рисунок 31.**)
- 7 Снимите отражатель с корпуса источника.

**6**    **Общее техобслуживание**  
Разборка ионного источника ХИ



**Рисунок 31**    Разборка ионного источника ХИ

## Сборка ионного источника ХИ



### Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Торцевой шестигранный ключ, 1.5 мм (8710-1570)
- Торцевой шестигранный ключ, 2.0 мм (8710-1804)
- Ключ на 10 мм (8710-2353)

### Порядок выполнения операции

#### ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с камерой анализатора, чтобы исключить загрязнение.

- 1 Установите блок керамического нагревателя сверху отражателя, выровняв канавки на отражателе с отверстием на блоке нагревателя. (**Рисунок 32**)
- 2 Установите отражатель на корпусе источника. (**Рисунок 32**)
- 3 Установите собранные детали в корпусе байонета СИИ, стороной нагревателя вперед.
- 4 Выровняйте гнездо интерфейса в корпусе источника с центрирующей канавкой в корпусе байонета СИИ. Закрепите блок двумя винтами.
- 5 Совместите ионную фокусировку и изолятор ионной фокусировки и закрепите их двумя винтами.

#### ВНИМАНИЕ

При установке не перетягивайте гайку отражателя, чтобы керамические изоляторы не повредились во время нагрева источника. Гайка должна быть затянута ручным усилием.

- 6 Установите нить.

**6** **Общее техобслуживание**  
Сборка ионного источника ХИ

**7** Установите блок ионной фокусировки на корпусе источника с изолятором, прижатым к корпусу. Проверьте, чтобы все штифты были направлены одинаково.

**8** Закрепите сборку двумя винтами.



**Рисунок 32** Сборка ионного источника ХИ

## Чистка ионного источника

### Частота чистки

Поскольку операции с ионным источником ИИ происходят при намного более высоком давлении, чем с источником ЭУ, он требует более частой чистки, чем источник ЭУ. Чистка источника не является процедурой, выполняемой по графику. Источник должен очищаться, как только обнаруживаются аномалии, вызванные его загрязнением. См. справочное руководство по устранению ошибок и техобслуживанию 7200 Q-TOF GC/MS системы относительно симптомов, указывающих на необходимость чистки ионного источника.

**Визуальный осмотр не может дать представление о загрязнении источника. Он может не показывать загрязнения, но, тем не менее, требовать чистки.** Вашим гидом в этом должны стать аналитические характеристики.

### Требуемые материалы

- Абразивная бумага (5061-5896)
- Корундовый абразивный порошок (8660-0791)
- Алюминиевая фольга, чистая
- Салфетки, чистые (05980-60051)
- Ватные тампоны (5080-5400)
- Стекланные флаконы, 500 мл
- Перчатки, чистые без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Растворители
  - Ацетон, качества ЧДА (чистого для анализа)
  - Метанол, качества ЧДА
  - Метиленхлорид, качества ЧДА
- Ультразвуковая баня



### Подготовка

- 1 Разберите ионный источник. См. **“Разборка ионного источника ЭУ,”** на странице 112 или **“Разборка ионного источника ХИ,”** на странице 117.
- 2 Соберите следующие детали для чистки, если вы очищаете ионный источник ЭУ высокой чувствительности (**Рисунок 33**).
  - Отражатель
  - Корпус источника
  - Линзу устройства извлечения
  - Линзу ионной фокусировки

Соберите следующие детали для чистки, если вы очищаете ионный источник ХИ:

- Отражатель
- Корпус источника
- Линзу ионной фокусировки

Указанные детали контактируют с пробой или ионным лучом. Другие детали обычно не требуют чистки.

#### ВНИМАНИЕ

Если изоляторы загрязнены, очистите их ватным тампоном, смоченным в метаноле качества ЧДА. Если этот метод не помогает, замените изоляторы. Не очищайте их абразивными средствами или ультразвуком.

Чистка ионного источника ХИ аналогична чистке ионного источника ЭУ, за исключением следующего:

- Ионный источник ХИ может выглядеть незагрязненным, но отложения, оставленные при химической ионизации, могут быть и они трудно удаляются. Тщательно очищайте ионный источник.
- Используйте зубочистку для чистки входного отверстия для электронов в корпусе источника.
- Не используйте галодированные растворители. Для конечного промывания используйте гексан.

**ВНИМАНИЕ**

Не используйте галодированные растворители для чистки ионного источника ХИ.



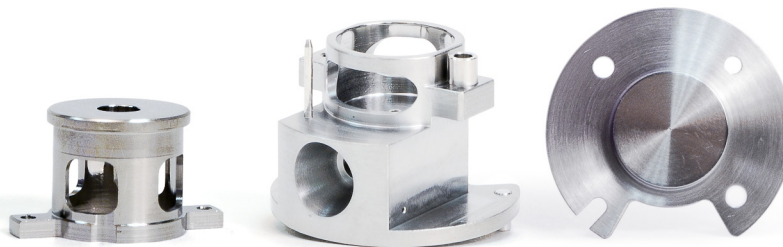
Линза ионной  
фокусировки

Линза устройства  
извлечения

Корпус источника

Отражатель

**Рисунок 33** Очищаемые детали ионного источника ЭУ с устройством извлечения



Линза ионной фокусировки

Корпус источника

Отражатель

**Рисунок 34** Очищаемые детали ионного источника ХИ

**ВНИМАНИЕ**

Нити, блок нагревателя источника и изоляторы не должны чиститься ультразвуком. При загрязнении замените эти компоненты.

---

**3** Если загрязнение очень сильное, например вызванное обратным потоком масла в анализатор, подумайте о замене загрязненных деталей.

**4** Очистите с помощью абразивного средства поверхности, находящиеся в контакте с пробой или ионным лучом.

Смочите ватный тампон корундовой абразивной смеси с метанолом. Для удаления налета приложите достаточное усилие. Полировка деталей не требуется; маленькие царапины не ухудшают характеристики. Очистите также те поверхности, где электроны входят в корпус источника.

**5** Удалите все абразивные остатки метанолом качества ЧДА. Проверьте, чтобы все абразивные частицы были удалены до ультразвуковой чистки. Если метанол теряет прозрачность или содержит видимые частицы, повторите промывку.

**6** Отделите детали, подлежащие абразивной чистке, от остальных узлов.

**ВНИМАНИЕ**

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с камерой анализатора для предупреждения ее загрязнения.

---

**7** Очистите ультразвуком детали (каждую из групп по отдельности) в течение 15 минут в каждом из следующих растворителей:

- Метиленхлориде (качества ЧДА)
- Ацетоне (качества ЧДА)
- Метаноле (качества ЧДА)

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**

**Все указанные растворители опасны. Работайте под вытяжным колпаком и примите другие меры предосторожности.**

---

- 8 Поместите детали в чистый флакон. Закройте флакон чистой алюминиевой фольгой (матовой поверхностью вниз).
- 9 Высушите чистые детали в печи при 100 °С в течение 5-6 минут.

## Удаление нити накала



### Требуемые материалы

- Перчатки, чистые без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Торцевой шестигранный ключ, 1.5 мм (8710-1570)
- Пинцет (8710-2460)

### Процедура

#### ВНИМАНИЕ

Всегда надевайте чистые перчатки при работе с камерой анализатора для предупреждения ее загрязнения.

- 1 Снимите ионный источник. Смотрите **“Смена ионного источника,”** на странице 92.
- 2 Снимите винты, крепящие нить накала к корпусу ионного источника. (Смотрите **Рисунок 35**)
- 3 Снимите нить накала с корпуса ионного источника. (Смотрите **Рисунок 35**)

#### ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

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

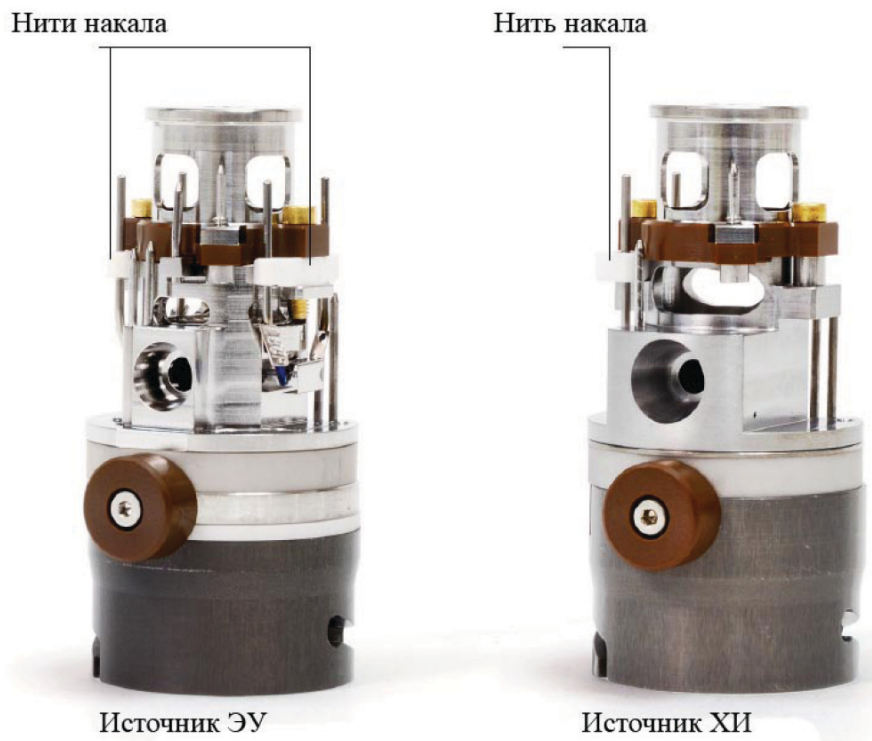


Рисунок 35 Смена нити накала

## Установка нити накала

### Требуемые материалы

- Блок нити, ЭУ (G3170-60050)
- Блок нити, ХИ (G1099-80053)
- Перчатки, чистые без ворса
  - Большие (8650-0030)
  - Маленькие (8650-0029)
- Пинцет (8710-2460)

### Процедура

- 1 Удалите старую нить накала. (Смотрите **“Удаление нити накала,”** на странице 126.)
- 2 Установите новую нить в ее позицию в корпусе ионного источника. (Смотрите **Рисунок 35.**)
- 3 Закрепите нить на корпусе ионного источника винтом.
- 4 После установки нити проверьте, чтобы она не была заземлена на корпусе источника.
- 5 Переустановите ионный источник. (Смотрите **“Смена ионного источника,”** на странице 92.)
- 6 Выполните автоматическую настройку МС.

#### ВНИМАНИЕ

Не перетягивайте винт, имеющий головку с накаткой, чтобы не вызвать разгерметизацию и попадание воздуха, препятствующие успешной откачке. Не затягивайте винт отверткой.

---





**Agilent Technologies**

© Agilent Technologies, Inc.

Отпечатано в США, декабрь 2012