

Масс-селективный детектор Agilent Серии 5977

Руководство по эксплуатации

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 компании Agilent Technologies, Inc.

Каталожный номер документа

G3870-91003

Издание

Первое издание, декабрь 2012 г.

Напечатано в США

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

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 для конкретных целей. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки в этом документе, а также за случайный или преднамеренный ущерб, полученный в связи с предоставлением, исполнением или использованием данного документа или любых приведенных в нем сведений. Если между компанией Agilent и пользователем заключено отдельное письменное соглашение, содержащее условия гарантии, которые связаны с приведенными в этом документе условиями и противоречат им, приоритетными будут условия гарантии, приведенные в отдельном соглашении.

Предупреждения о безопасности

ВНИМАНИЕ!

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

ОСТОРОЖНО!

Надпись «ОСТОРОЖНО!» 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 предупреждением «ОСТОРОЖНО!», допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

О данном руководстве

В этом руководстве приведены сведения о работе и техническом обслуживании масс-селективных детекторов (МСД) Agilent серии 5977.

1 «Введение»

В главе 1 приведена общая информация об МСД серии 5977, в том числе описание оборудования, общие предупреждения о безопасности и информация о безопасности при работе с водородом.

2 «Установка колонок ГХ»

В главе 2 приведена информация о подготовке капиллярной колонки для использования с МСД, установке колонки в термостат ГХ и подключению к МСД через интерфейс ГХ/МСД.

3 «Эксплуатация в режиме электронной ионизации (ЭИ)»

В главе 3 приведено описание основных задач, например, установка температуры, мониторинг давления, настройка, напуск и откачка. Большая часть сведений из данной главы относится также к операциям в режиме ХИ.

4 «Работа в режиме химической ионизации (ХИ)»

В главе 4 приведено описание дополнительных задач, необходимых для работы в режиме ХИ.

5 «Общее обслуживание»

В главе 5 приведено описание процедур технического обслуживания, общих для приборов ЭУ и ХИ.

6 «Обслуживание ХИ»

В главе 6 приведено описание процедур технического обслуживания, относящихся только к ХИ МСД.

Электронная документация для пользователей

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



К прибору прилагается DVD-диск с программами и информацией для пользователя, который содержит обширный набор справочных сведений, видеоматериалов и книг для **ГХ 7890B**, **ГХ 7820**,**МСД серии 5977** и **АПЖМ 7693B**. Также включены локализованные версии наиболее необходимой информации, в том числе следующие сведения.

- Документация «Знакомство с ГХ»
- Руководства по безопасности и соответствию нормам
- Информация об установке
- Руководства по эксплуатации ГХ
- Информация об обслуживании
- Сведения об устранении неполадок

Содержание

1 Введение

Версия МСД серии 5977 10

Используемые сокращения 11

МСД серии 5977 13

Описание оборудования МСД 16

Важные предупреждения о безопасности 18

Меры предосторожности при работе с водородом 20

Меры предосторожности при работе с ГХ 21

Сертификаты безопасности и соответствия нормам 26

Очистка и утилизация прибора 29

Проливание жидкости 29

Транспортировка или хранение МСД 29

Замена основных предохранителей 30

2 Установка колонок ГХ

Колонки 34

Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока 37

Кондиционирование капиллярной колонки 40

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС 41

Подготовка концов колонки для использования с фитингом CFT 44

3 Эксплуатация в режиме электронной ионизации (ЭИ)

Управление МСД из системы обработки данных 50

Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ) 50

Режимы работы 50

Сообщения о состоянии на ЛПУ 52
Просмотр состояния системы при запуске 53
Меню ЛПУ 54
Интерфейс ЭУ ГХ/МСД 57
Перед включением МСД 58
Откачка 60
Контроль температуры 60
Контроль потока в колонке 61
Напуск в МСД 61
Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки 62
Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума 63
Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором 66
Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter 68
Контроль давления высокого вакуума 70
Калибровка линейной скорости потока в колонке 72
Настройка МСД в режиме ЭУ 74
Проверка работоспособности системы 76
Тестирование больших масс (МСД серии 5977) 77
Снятие крышек МСД 80
Напуск в МСД 81
Открытие камеры анализатора 83
Закрытие камеры анализатора 86
Откачка МСД в режиме ЭУ 89
Транспортировка или хранение МСД 92

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Работа в режиме ХИ 97

Интерфейс ГХ/МСД для ХИ 98

Автоматическая настройка ХИ 100

Работа в режиме МСД ХИ 102

Переключение от стандартного или инертного источника ЭУ к источнику ХИ 103

Переключение от источника ЭУ экстрактора к источнику ХИ 104

Откачка МСД в режиме ХИ 105

Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ 106

Управление модулем контроля потока газа-реагента 108

Установка потока метана как газа-реагента 112

Использование других газов-реагентов 115

Переключение от источника ХИ к стандартному или инертному источнику ЭУ 118

Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ экстрактора 119

Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана) 120

Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента) 122

Проверка работоспособности в режиме ПХИ 124

Проверка работоспособности в режиме ОХИ 125

Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ 126

5 Общее обслуживание

Перед началом обслуживания 130

Обслуживание вакуумной системы 135

Обслуживание анализатора 136

Извлечение ионного источника ЭУ 138

Разборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ 141

Разборка ионного источника ЭУ экстрактора 144

Очистка ионного источника ЭУ 147

Сборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ 151

Сборка ионного источника ЭУ экстрактора 155

Замена нити накала в источнике ЭУ 158

Установка ионного источника ЭУ 160

Замена рожка для электронного умножителя 162

6 Обслуживание ХИ

Общая информация 166

Настройка МСД для работы в режиме ХИ 166

Установка ионного источника ХИ 167

Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора 169

Извлечение ионного источника ХИ 171

Разборка ионного источника ХИ 173

Очистка ионного источника ХИ 176

Сборка ионного источника ХИ 178

Установка ионного источника ХИ 181

Замена нити накала в источнике ХИ 182

1 Введение

Версия МСД серии 5977 10
Используемые сокращения 11
МСД серии 5977 13
Описание оборудования МСД 16
Важные предупреждения о безопасности 18
Меры предосторожности при работе с водородом 20
Сертификаты безопасности и соответствия нормам 26
Очистка и утилизация прибора 29
Проливание жидкости 29
Транспортировка или хранение МСД 29

В этой главе приведена общая информация об МСД серии 5977, в том числе описание оборудования, общие предупреждения о безопасности и информация о безопасности при работе с водородом.

Версия МСД серии 5977

МСД серии 5977 имеют высокопроизводительный турбомолекулярный (турбо) насос, или диффузионный насос и возможность выбора трех форвакуумных насосов. Кроме этого есть два типа анализаторов (из нержавеющей стали или инертного) и четыре типа ионных источников. Серийный номер на этикетке (Таблица 1) обозначает тип МСД.

Таблица 1 Используемые насосы высокого вакуума

Наименование модели	Номер прибора	Описание	Режим ионизации
5977E MSD Diff Pump 7820 GC	G7035A	Диффузионный насос	Электронная ионизация (ЭИ)/из нержавеющей стали
5977E MSD Turbo Pump 7820 GC	G7036A	Производительный турбомолекулярный насос	Электронная ионизация (ЭИ)/из нержавеющей стали
5977A VL inert MSD Диффузионный насос для ЭУ в ГХ 7890	G7037A	Диффузионный насос МСД	Электронная ионизация (ЭИ)/инертный
5977A inert MSD EI Turbo 7890 GC	G7038A	Производительный турбомолекулярный насос МСД	Электронная ионизация (ЭИ)/инертный
5977A extractor MSD EI Perf Turbo 7890 GC	G7039A	Производительный турбомолекулярный насос МСД	Электронная ионизация (ЭИ)/экстрактор
5977A EI/CI MSD 7890 GC	G7040A	Производительный турбомолекулярный насос МСД	Электронная ионизация (ЭИ)/экстрактор Химическая ионизация/ ПХИ, ОХИ

Используемые сокращения

В данном документе используются сокращения, приведенные в Таблица 2. Они объединены в один список для удобства.

Таблица 2 Сокращения

Сокращение	Определение
m/z (м/з)	Отношение массы к заряду
АПЖМ	Автоматический пробоотборник для жидких материалов
БФБ	Бромфторбензол (калибрующее вещество)
ВД	Внутренний диаметр
ВЭД	Высокоэнергетический динод (относится к детектору и его источнику питания)
ГХ	Газовый хроматограф
ДН	Диффузионный насос
ДФТФФ	Декафтортрифенилфосфин (калибрующее вещество)
ЗПУ	Зонд прямой установки
КМР	Контроллер массового расхода
КФМ	Квадрупольный фильтр масс
ЛПУ	Локальная панель управления (на МСД)
LAN	Локальная сеть
мм рт.ст.	Единица измерения давления, столб ртути высотой 1 мм рт. ст.
МСД	Масс-селективный детектор
НЭУ	Напряжение электронного умножителя
ОФН	Октофторнафтален (калибрующее вещество)
ОХИ	Химическая ионизация с образованием положительных ионов
ПерТ	Переменный ток
ПосТ	Постоянный ток

Таблица 2 Сокращения (продолжение)

Сокращение	Определение
ПФГТ	2,4,6-трис (перфторгептил)-1,3,5-триазин (калибрующее вещество)
ПФДТД	Перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибрующее вещество)
ПФТБА	Перфтортрибутиламин (калибрующее вещество)
ПХИ	Химическая ионизация с образованием отрицательных ионов
РЧ	Радиочастота
Турбо	Турбомолекулярный вакуумный насос
УМРЧ	Усилитель мощности радиочастоты
ХИ	Химическая ионизация
эВ	Электрон-вольт
ЭПУ	Электронное пневматическое управление
ЭУ	Электронная ионизация
ЭУм	Электронный умножитель (детектор)

МСД серии 5977

МСД серии 5977 — это автономный детектор для капиллярной газовой хроматографии, предназначенный для использования с газовым хроматографом Agilent (Таблица 3). Компоненты МСД:

- Локальная панель управления (ЛПУ) для локального наблюдения и работы с МСД.
- Один из двух видов насосов высокого вакуума.
- Один из четырех форвакуумных насосов.
- Три разных типа ионных источников для ионизации электронным ударом, независимо нагреваемых МСД: стандартный (из нержавеющей стали), инертный и для экстракции.
- Гиперболический квадрупольный фильтр масс, независимо нагреваемый МСД.
- Электронный умножитель (детектор) с высокоэнергетическим динодом (ВЭД).
- Интерфейс ГХ/МСД, независимо нагреваемый ГХ.
- Доступны режимы химической ионизации (ПХИ/ОХИ), которые служат для добавления источника химической ионизации (ХИ), контроллера потока газа-реагента и трубок, а также калибровки настроек ХИ.

Физическое описание

Размеры МСД серии 5977 приблизительно составляют 41 см в высоту, 30 см в ширину, и 54 см в глубину. Масса прибора составляет 39 кг при использовании диффузионных насосов, 44 кг при наличии стандартного производительного турбомолекулярного насоса ЭУ и 49 кг при установке производительного турбомолекулярного насоса ЭУ/ХИ. Кроме того, подключенный форвакуумный насос (для предварительной откачки) весит 11 кг (стандартный насос), и как правило размещается на полу за МСД.

Базовые компоненты прибора приведены ниже: блоки рамы и крышки, локальная панель управления, вакуумная система, интерфейс ГХ, электронный блок и анализатор.

Локальная панель управления

Локальная панель управления позволяет следить за состоянием МСД и управлять им. С помощью ЛПУ можно настраивать МСД, запускать метод или последовательность, а также следить за состоянием прибора.

Вакуумметр

МСД серии 5977 может иметь ионный микровакуумметр. С помощью программного обеспечения MassHunter можно считывать давление (высокий вакуум) в вакуумном коллекторе. В данном руководстве приведено описание работы вакуумметра-контроллера.

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

Таблица 3 Модели и характеристики МСД серии 5977

	Модель					
Компонент	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Насос высокого вакуума	Диффузионный	Производительный турбо	Диффузионный	Производительный турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин	1	от 1 до 2	1	от 1 до 2	от 1 до 2	от 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин*	1,5	4	1,5	4	4	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин†	2	6,5	2	6,5	6,5	6,5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0,25 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,25 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)
Возможность ХИ	Нет	Нет	Нет	Нет	Нет	Да
Инертный материал	Нет	Нет	Да	Да	Нет	Нет
Совместимость с ГХ	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Отдельное уплотнение наконечника интерфейса	Нет	Нет	Нет	Нет	Да	Да

Таблица 3 Модели и характеристики МСД серии 5977 (продолжение)

	Модель					
Компонент	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Доступные форвакуумные насосы	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C
Возможность ЗПУ‡ (сторонние поставщики)	Да	Да	Да	Да	Да	Да

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

† Снизятся спектральные характеристики и чувствительность.

‡ Зонд прямой установки.

Описание оборудования МСД

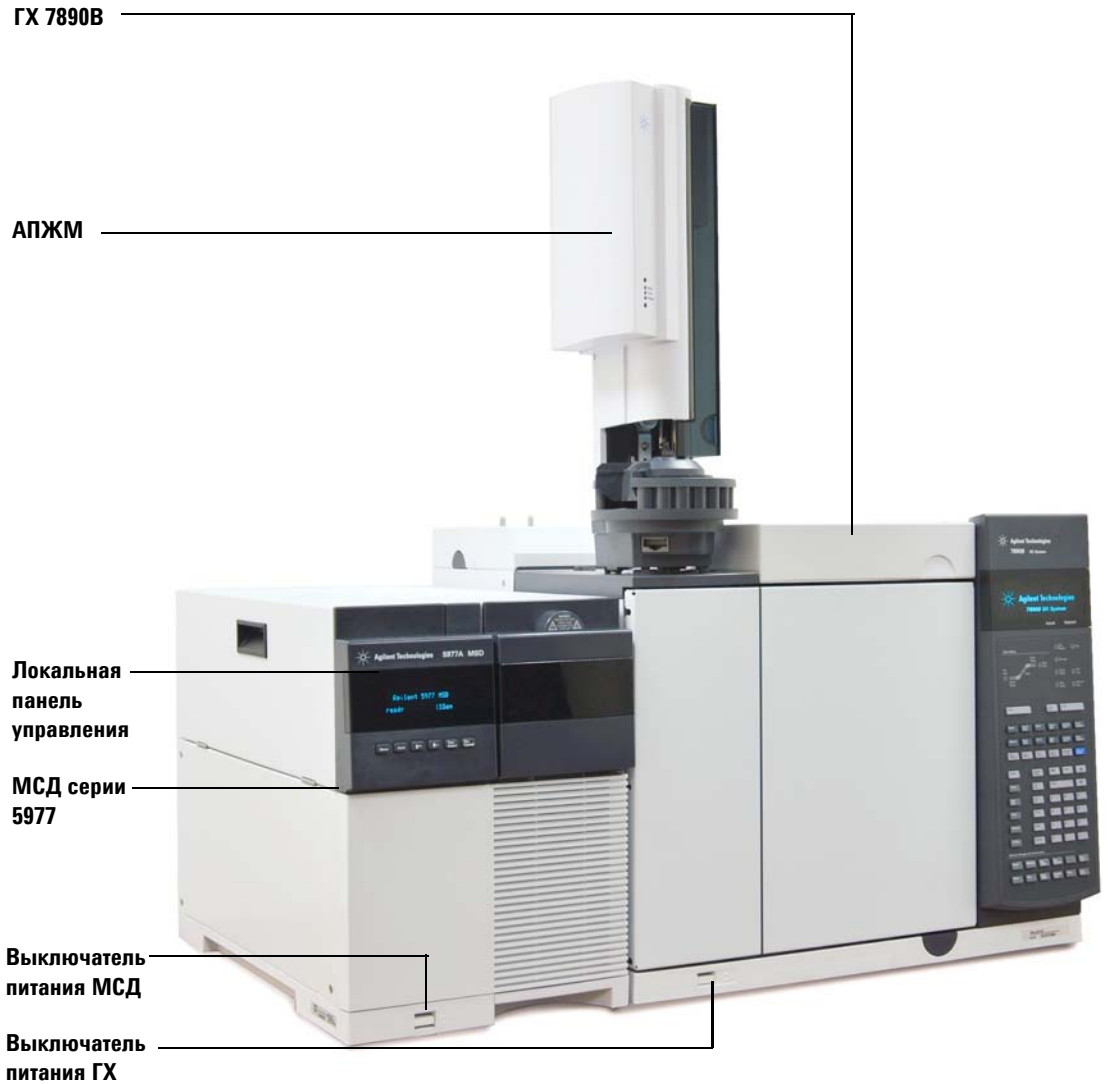


Рис. 1 Система ГХ/МСД серии 5977 с ГХ Agilent 7890B

С помощью прибора для ХИ МСД серии 5977 обеспечивается получение высококачественных классических спектров ХИ, включающих в себя молекулярные ионы-аддукты. В приборе можно использовать различные газы-реагенты.

В данном руководстве термин «МСД ХИ» обозначает МСД G7040A и модернизированные G7038A и МСД G7039A. Кроме того, если не указано иное, этот термин также относится к модулям потоков для этих приборов.

При использовании системы ХИ серии 5977, МСД серии 5977 получает следующее.

- Интерфейс ГХ/МСД для ЭУ/ХИ
- Ионный источник ХИ и уплотнение наконечника интерфейса, которые могут использоваться с источником ХИ экстрактора
- Модуль управления потоком газа-реагента
- Двухполярный блок питания ВЭД для ПХИ и ОХИ

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

Вакуумметр-контроллер высокого вакуума (G3397A) ***требуется*** для МСД ХИ, а также рекомендуется для ЭУ.

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

Интерфейс ХИ имеет специальные трубки для газа-реагента. На наконечнике интерфейса ГХ/МСД устанавливается изоляционный уплотнитель с пружиной.

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

Важные предупреждения о безопасности

При использовании МСД всегда следует помнить некоторые предупреждения о безопасности.

Многие внутренние компоненты МСД находятся под опасным напряжением

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

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

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

- все электронные платы внутри прибора;
- внутренние провода и кабели, подключенные к этим платам;
- провода, соединяющие нагревающиеся компоненты (термостат, детектор, канал ввода или клапанная коробка).

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

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

Статическое электричество опасно для электронных компонентов МСД

Печатные платы МСД могут быть повреждены зарядом статического электричества. Прикасайтесь к платам только в том случае, когда это необходимо. При работе с ними наденьте заземленный браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества.

Многие компоненты очень сильно нагреваются

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

- Каналы ввода ГХ.
- Термостат и его содержимое, в том числе гайки колонки, используемые для крепления колонки к каналу ввода ГХ, интерфейсу ГХ/МСД или детектору ГХ.
- Детектор ГХ.
- Клапанная коробка ГХ.
- Форвакуумный насос.
- Нагреваемый ионный источник МСД, интерфейс и квадрупольный фильтр масс.

Перед работой с этими компонентами, всегда охлаждайте их до комнатной температуры. Они охладятся быстрее, если для нагреваемой зоны установить комнатную температуру. Когда температура зоны достигнет заданного значения, отключите зону. При обслуживании компонентов, которые сильно нагреваются, используйте гаечный ключ и надевайте термозащитные перчатки. При возможности, охладите компоненты прибора, прежде чем приступить к их обслуживанию.

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

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

Масляный поддон под стандартным форвакуумным насосом может вызвать пожар

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

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

Меры предосторожности при работе с водородом

ОСТОРОЖНО! **Использование водорода в качестве газа-носителя в газовых хроматографах представляет потенциальную опасность.**

ОСТОРОЖНО! **При использовании водорода (H_2) в качестве газа-носителя или основного газа помните, что водород может попасть в термостат ГХ и привести к взрыву. Поэтому начинайте подачу газа только после того, как будут подключены все компоненты. При подаче водорода в прибор фитинги канала ввода и колонки детектора должны быть постоянно подключены к колонке или закрыты.**

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

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

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

Меры предосторожности при работе с ГХ

При использовании водорода в качестве газа-носителя, снимите большую круглую пластиковую крышку линии передачи МСД, расположенную на левой боковой панели ГХ. Эта крышка может сместиться в маловероятном случае взрыва.

Опасности, связанные с работой ГХ/МСД

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

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

Накопление водорода в МСД

ОСТОРОЖНО! **МСД не может обнаруживать утечки в потоках газа канала ввода и/или детектора. По этой причине фитинги колонки всегда должны быть подключены к колонке, закрыты крышками или заглушками.**

Всем пользователям должны быть известны события, вызывающие накопление водорода (Таблица 4), а также меры предосторожности, которые следует предпринять при накоплении водорода, либо появлении признаков накопления. Обратите внимание, что описанные события относятся ко *всем* масс-спектрометрам, в том числе к МСД.

Таблица 4 События, вызывающие накопление водорода

Событие	Результаты
Выключение масс-спектрометра	Масс-спектрометр может быть выключен намеренно. а также случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. В приборе есть функция безопасности, отключающая поток газа-носителя в случае выключения форвакуумного насоса МСД. Однако если эта функция не сработает, то водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Закрытие автоматического стопорного клапана масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры оснащены автоматическими стопорными клапанами диффузионного насоса. В этих приборах при соответствующих действиях оператора или различных сбоях стопорные клапаны могут закрыться. При закрытии стопорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Закрытие ручных стопорных клапанов масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры имеют ручные стопорные клапаны диффузионного насоса. В этих приборах оператор может закрыть стопорные клапаны. При закрытии стопорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.

Таблица 4 События, вызывающие накопление водорода (продолжение)

Событие	Результаты
Отключение газового хроматографа	ГХ может быть выключен намеренно. Он также может быть выключен случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. Разные хроматографы работают различным образом. При выключении ГХ 7890, оснащенного электронным контроллером давления (ЭКД), контроллер давления останавливает поток газа-носителя. Если поток газа-носителя **не** контролируется электронным контроллером давления ГХ, интенсивность потока увеличивается до максимального уровня. Этот поток может быть настолько сильным, что некоторые масс-спектрометры не смогут откачивать весь газ, в результате чего водород будет накапливаться в масс-спектрометре. Если в этот момент масс-спектрометр будет также выключен, водород может накопиться достаточно быстро.
Отключение электричества	При отключении электричества газовый хроматограф и масс-спектрометр выключаются. Однако в этом случае подача газа-носителя может продолжаться. Как указано выше, в некоторых газовых хроматографах при отключении электричества интенсивность потока газа-носителя может увеличиться до максимального уровня. В результате этого водород может накопиться в масс-спектрометре.

ОСТОРОЖНО! **Если в масс-спектрометре накопился водород, при его удалении необходимо действовать очень осторожно. Неправильный запуск масс-спектрометра, наполненного водородом, может привести к взрыву.**

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

Меры предосторожности

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

Меры предосторожности при работе с оборудованием

ОБЯЗАТЕЛЬНО закручивайте передний винт с накатанной головкой на боковой пластине рукой. Не перетягивайте винты. Это может привести к утечке воздуха.

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

Необходимо снять пластиковую крышку, надетую на стеклянное окно спереди МСД 5977. Эта крышка может сместиться в маловероятном случае взрыва.

Общие меры предосторожности при работе в лаборатории

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

Меры предосторожности при работе с прибором

- Отключайте подачу водорода на источнике водорода каждый раз при выключении ГХ или МСД.
- Отключайте подачу водорода на источнике водорода каждый раз при напуске в МСД (не нагревайте капиллярную колонку без газа-носителя).

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

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

Сертификаты безопасности и соответствия нормам

МСД серии 5977 соответствует следующим стандартам безопасности:

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

МСД 5977 соответствует следующим требованиям к электромагнитной совместимости (EMC) и высокочастотным помехам (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: группа 1, класс A
- IEC/EN 61326
- Австралия/Новая Зеландия

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

МСД серии 5977 разработан и изготовлен с использованием системы контроля качества, соответствующей ISO 9001.

Информация

МСД Agilent Technologies серии 5977 соответствует следующей категории по классификации Международной электротехнической комиссии (IEC): оборудование класса I, лабораторное оборудование, категория установки II, степень загрязнения 2.

Данный прибор разработан и испытан в соответствии с признанными стандартами в области безопасности и предназначен для использования в помещении. При использовании прибора способом, не предусмотренным изготовителем, доступные в приборе средства защиты могут быть нарушены. При нарушении работы средств обеспечения безопасности МСД, отсоедините прибор от всех источников тока и не допускайте его случайного использования.

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

Условные обозначения

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

Дополнительные сведения см. в прилагаемых инструкциях.



Обозначает высокую температуру поверхности.



Обозначает опасное напряжение.



Обозначает зажим заземления.



Обозначает опасность потенциального взрыва.



или



Обозначает опасность радиации.



Обозначает опасность поражения статическим электричеством.



Обозначает, что данное электрическое/электронное изделие нельзя выбрасывать вместе с обычными бытовыми отходами.



Электромагнитная совместимость

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

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

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

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

Свидетельство соответствия требованиям к акустическому давлению

Акустическое давление

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

Schalldruckpegel

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

Очистка и утилизация прибора

Для очистки прибора отсоедините его от источника электропитания и протрите влажной тканью без ворсинок. Чтобы получить информацию об утилизации прибора, обратитесь в местное торговое представительство компании Agilent.

Проливание жидкости

Не проливайте жидкость на МСД.

Транспортировка или хранение МСД

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

Замена основных предохранителей

Необходимые материалы

- Предохранитель, T12,5 A, 250 В (2110-1398) — 2 шт.
- Отвертка с прямым наконечником (8730-0002)

Наиболее вероятная причина перегорания основных предохранителей — неисправность форвакуумного насоса. При перегорании основных предохранителей в МСД осмотрите форвакуумный насос.

Процедура

1 Провентилируйте МСД и отключите шнур питания от электрической розетки.

Если один из основных предохранителей перегорел, МСД автоматически выключится, но из соображений безопасности его нужно выключить вручную и отключить шнур питания. В камеру анализатора необязательно впускать воздух.

ОСТОРОЖНО! **Ни в коем случае не заменяйте основные предохранители, когда МСД подключен к источнику питания.**

ОСТОРОЖНО! **Если при использовании водорода в качестве газа-носителя ГХ происходит сбой в энергоснабжении, этот газ может скопиться в камере анализатора. В таком случае необходимо предпринять дальнейшие меры предосторожности. См. «Меры предосторожности при работе с водородом» on page 20.**

2 Поворачивайте один из патронов предохранителей (Рис. 2, на стр. 31) против часовой стрелки, пока патрон не выйдет из отверстия. Патроны предохранителей оснащены пружиной.

3 Извлеките из патрона старый предохранитель.

4 Установите в патрон новый предохранитель.

5 Установите патрон предохранителя на место.

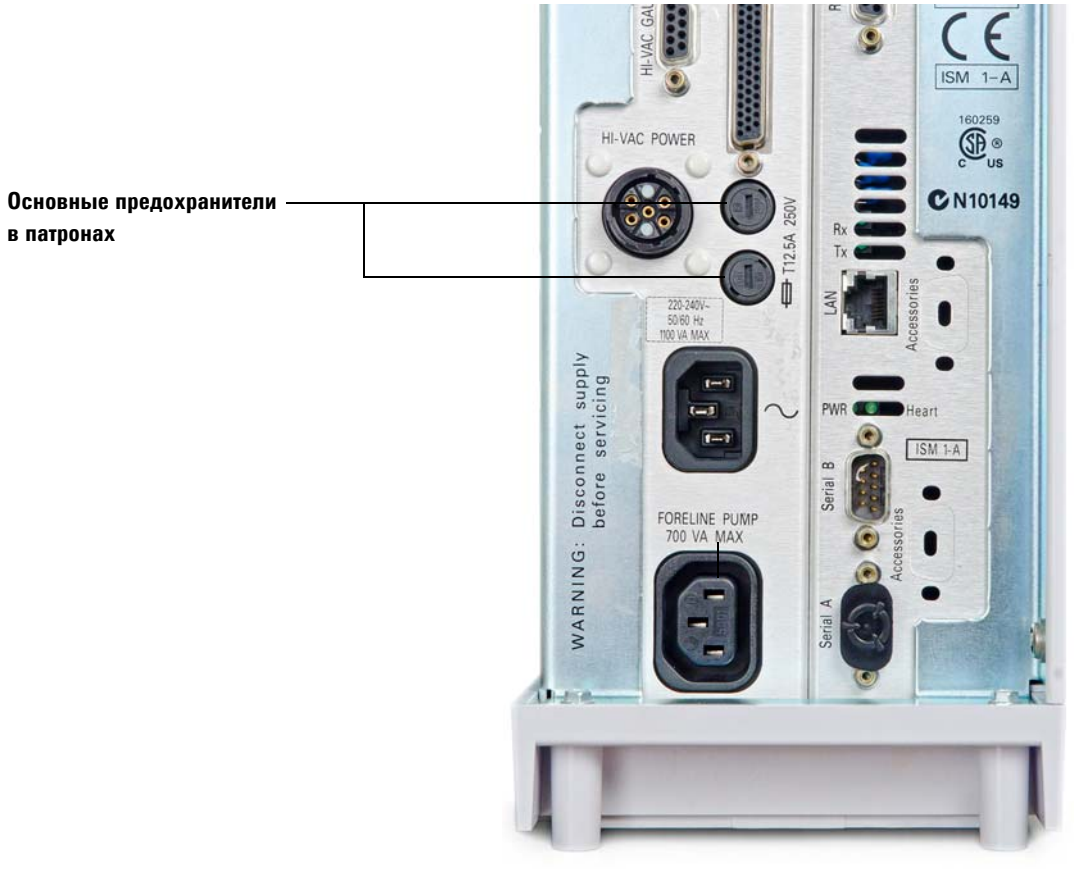


Рис. 2 Основные предохранители

6 Повторите действия 3–5, чтобы установить другой предохранитель. Всегда заменяйте оба предохранителя.

7 Подключите шнур питания МСД к электрической розетке.

8 Откачайте газы из МСД.

1 Введение

2
Установка колонок ГХ

Колонки 34
Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока 37
Кондиционирование капиллярной колонки 40
Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС 41
Подготовка концов колонки для использования с фитингом CFT 44

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

Колонки

С МСД могут использоваться разные типы колонок ГХ, но с некоторыми ограничениями.

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

Помните, что скорость потока во многом зависит от температуры термостата. См. главу «Калибровка линейной скорости потока в колонке» на стр. 72, чтобы получить информацию о том, как измерить скорость потока в колонке. Чтобы определить, обеспечит ли колонка приемлемую скорость потока при существующем давлении в головке, используйте программное обеспечение Flow Calculation и данные, которые содержит Таблица 5.

Таблица 5 Скорость потоков газа

	Модель					
Компонент	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Насос высокого вакуума	Диффузионный	Производительный турбо	Диффузионный	Производительный турбо	Производительный турбо	Производительный турбо
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин	1	от 1 до 2	1	от 1 до 2	от 1 до 2	от 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин*	1,5	4	1,5	4	4	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин†	2	6,5	2	6,5	6,5	6,5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0,25 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,25 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)
Возможность ХИ	Нет	Нет	Нет	Нет	Нет	Да

Таблица 5 Скорость потоков газа (продолжение)

	Модель					
Компонент	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Совместимость с ГХ	7820	7820	7890	7890	7890	7890

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

† Снизятся спектральные характеристики и чувствительность.

Кондиционирование колонок

Прежде чем подсоединить колонку к интерфейсу ГХ/МСД, необходимо выполнить кондиционирование колонки. См. «Кондиционирование капиллярной колонки» на стр. 40.

Небольшая часть неподвижной фазы капиллярной колонки часто уносится газом-носителем. Это называется уносом неподвижной фазы из колонки. Унос неподвижной фазы из колонки оставляет следы неподвижной фазы в ионном источнике МСД. Это снижает чувствительность МСД и приводит к необходимости очистки ионного источника.

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

Кондиционирование ферул

Неоднократное нагревание ферул до максимальной рабочей температуры перед установкой поможет снизить их химическое выпотевание.

Полезные советы

- Процесс установки колонки для МСД серии 5977 отличается от процесса в предыдущих моделях МСД. Использование предыдущего процесса может быть ***бесполезным*** и привести к повреждению колонки или МСД.
- Старые ферулы можно удалить из гайки колонки с помощью булавки.
- Всегда используйте чистый газ-носитель (минимум на 99,9995%).
- Вследствие термального расширения новые ферулы могут ослабнуть после нескольких нагреваний и остываний. Проверяйте плотность после двух-трех нагревательных циклов.
- Всегда используйте перчатки при работе с колонками, будьте особенно внимательны при обращении с концом колонки, который будет помещен в интерфейс ГХ/МСД.

ОСТОРОЖНО! **Если в качестве газа-носителя используется водород, не включайте поток газа до тех пор, пока не будет установлена колонка, а в МСД не будет выполнена откачка. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. См. «Меры предосторожности при работе с водородом».**

ОСТОРОЖНО! **Всегда надевайте защитные очки при работе с капиллярными колонками. Будьте осторожны, чтобы не пораниться о конец колонки.**

Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока

Требуемые материалы

- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Метрическая линейка
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)
- Капиллярная колонка
- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- ферулы
  - ВД 0,27 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3518)
  - ВД 0,37 мм для колонок с ВД 0,20 мм (5062-3516)
  - ВД 0,40 мм для колонок с ВД 0,25 мм (5181-3323)
  - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3514)
  - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Гайка впускного канала колонки (5181-8830 для ГХ Agilent серии 7890 и 7820)
- Лупа
- Септа (можно использовать септу, бывшую в употреблении)

Для получения сведений об установке колонок в каналы ввода других типов см. инструкцию к газовому хроматографу.

ОСТОРОЖНО! **ГХ работает при высоких температурах. Чтобы избежать ожогов, не дотрагивайтесь до любых частей ГХ до их полного остывания.**

ОСТОРОЖНО! **Всегда надевайте защитные очки при работе с капиллярными колонками. Будьте осторожны, чтобы не пораниться о конец колонки.**

ВНИМАНИЕ! Всегда надевайте чистые перчатки при работе с внутренними компонентами ГХ или камер анализатора.

Процедура



1 Охладите термостат до комнатной температуры.

2 Наденьте септу, гайку колонки и откондиционированную ферулу (работая в чистых перчатках) на свободный конец колонки (Рис. 3). Зауженный конец ферулы должен находится в обратном направлении по отношению к гайке колонки.

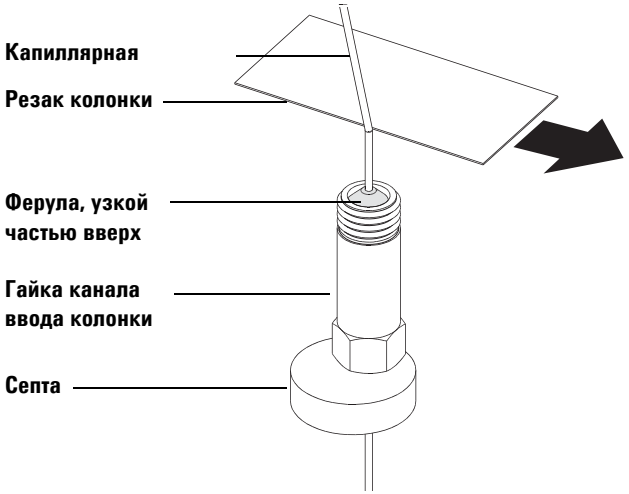


Рис. 3 Подготовка капиллярной колонки к установке

3 С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстояние 2 см от конца.

4 Отломайте конец колонки. Держите колонку большим пальцем на стороне, противоположной от резака. Обломите конец колонки о край резака.

5 Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 3 и 4.

6 Протрите свободный конец колонки тканью без ворсинок, смоченной метиловым спиртом.

7 Установите колонку так, чтобы ее конец выступал над концом sферулы на 4 – 6 мм (Рис. 4).



Рис. 4 Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока

8 Сдвиньте септу, чтобы гайка и ферула оказались в нужном положении.

9 Вставьте колонку в канал ввода.

10 Сдвиньте гайку вверх по колонке к основанию канала ввода и закрутите ее вручную.

11 Расположите колонку так, чтобы септа находилась на одном уровне с нижней частью гайки колонки.

12 Затяните гайку колонки еще на четверть или половину оборота гаечным ключом. Колонка не должна свободно скользить.

13 Запустите поток газа-носителя.

14 Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропиловый спирт. Должны быть видны пузырьки.

См. также

Для получения дополнительных сведений об установке капиллярной колонки, см. документ *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis* (Оптимизация впрыскиваний без деления потока на ГХ для осуществления высокопроизводительного МС-анализа), номер публикации 5988-9944EN.

Кондиционирование капиллярной колонки

Требуемые материалы

- Газ-носитель (с чистотой 99,9995% или выше)
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

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

ОСТОРОЖНО! **ГХ работает при высоких температурах. Чтобы избежать ожогов, не дотрагивайтесь до любых частей ГХ до их полного остывания.**

Процедура



1. Вставьте колонку в канал ввода ГХ. (См. «Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока» на стр. 37.)
2. Установите минимальную скорость 30 см/с или скорость, рекомендованную производителем колонки. Чтобы удалить воздух, пропустите газ по колонке в течение 15 – 30 минут при комнатной температуре.
3. Постепенно поднимите температуру термостата от комнатной до максимально возможной температуры для колонки.
4. Поднимите температуру со скоростью от 10°C/мин до 15°C/мин.

5 Поддерживайте максимальную температуру в течение 30 минут.

ВНИМАНИЕ! Не допускайте превышения максимальной температуры колонки в интерфейсе ГХ/МС, термостате ГХ или канале ввода.

6 Установите температуру термостата ГХ на 30°C и дождитесь готовности ГХ.

7 Подсоедините колонку к интерфейсу ГХ. (См. «Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС» на стр. 41.)

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС



Данная процедура представляет собой установку капиллярной колонки непосредственно в линию передачи с гайкой колонки. Если используется дополнительный модуль с технологией капиллярного потока Agilent Quick Swap или комплект Purged Ultimate Union (PUU), см. «Подготовка концов колонки для использования с фитингом CFT» на стр. 44.

ГХ Agilent серии 7890

Требуемые материалы

- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- ферулы
  - ВД 0,3 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3507)
  - ВД 0,4 мм для колонок с ВД 0,20 мм и 0,25 мм (5062-3508)
  - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3506)
  - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);

- Гайка колонки интерфейса (05988-20066)
- Защитные очки
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)
- Средство измерения колонки

ВНИМАНИЕ! Всегда надевайте чистые перчатки при работе с внутренними компонентами ГХ или камер анализатора.

Процедура

1 Выполните кондиционирование колонки. (См. «Кондиционирование капиллярной колонки» на стр. 40.)

ОСТОРОЖНО! **Анализатор, интерфейс ГХ/МС и другие компоненты камеры анализатора работают при очень высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

ОСТОРОЖНО! **Компоненты камеры анализатора находятся под опасным напряжением, что может привести к смертельной травме. Ни в коем случае не открывайте крышку камеры анализатора. Если к камере необходим доступ, обученный квалифицированный специалист сначала должен отключить прибор от источника питания.**

2 Если используется дополнительный модуль Quick Swap, выполните напуск в МС. Для получения сведений о вентиляции МС, см. «Напуск в МСД» на стр. 81.

ОСТОРОЖНО! **ГХ работает при высоких температурах. Чтобы избежать ожогов, не дотрагивайтесь до любых частей ГХ до их полного остывания.**

3 Наденьте сквозную гайку и муфту, соответствующую условиям применения, на свободный конец колонки ГХ. Суженный конец муфты должен быть направлен в сторону гайки.

4 С помощью резака колонки отметьте 2 см от ее конца.

5 Прижав большим пальцем колонку к резаку, переломите ее о кромку резака.

6 Осмотрите конец на наличие зазубренных краев или неровностей. Если место перелома шероховатое и неровное, повторите действия 4 и 5.

7 Протрите конец спиртом.

8 Вставьте колонку в средство измерения колонки.

9 Подвиньте колонку так, чтобы ее конец выступал из этого средства на 1–2 мм.

10 Вручную затяните гайку.

11 Затяните ферулу к колонке на четверть или половину оборота гаечным ключом.

12 Наденьте колонку на интерфейс ГХ/МС.

13 Вручную затяните гайку. Убедитесь, что положение колонки не изменится, когда гайка будет затянута.

14 Проверьте термостат ГХ, чтобы убедиться, что колонка не касается стенок термостата.

15 Затяните гайку на четверть или половину оборота.

16 Проверьте тугость гайки после одного-двух нагревательных циклов. Затяните соединение при необходимости.

Подготовка концов колонки для использования с фитингом CFT

Требуемые материалы

- ферулы SilTite:
  - Для колонок с диаметром 0,1 – 0,25 мм, 10 шт. в упаковке (5188-5361);
  - Для колонок с диаметром 0,32 мм, 10 шт. в упаковке (5188-5362);
  - Для колонок с диаметром 0,53 мм, 10 шт. в упаковке (5188-5363);
- Обжимная гайка
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

Процедура

1 Возьмите соответствующую металлическую ферулу.

2 Пропустите конец трубки через внутреннюю гайку и ферулу SilTite, оставив примерно 1 см трубки из плавленого кварца за ферулой. Накрутите инструмент для предварительного обжима ферулы на внутреннюю гайку выступающей трубки (см. Рис. 5).

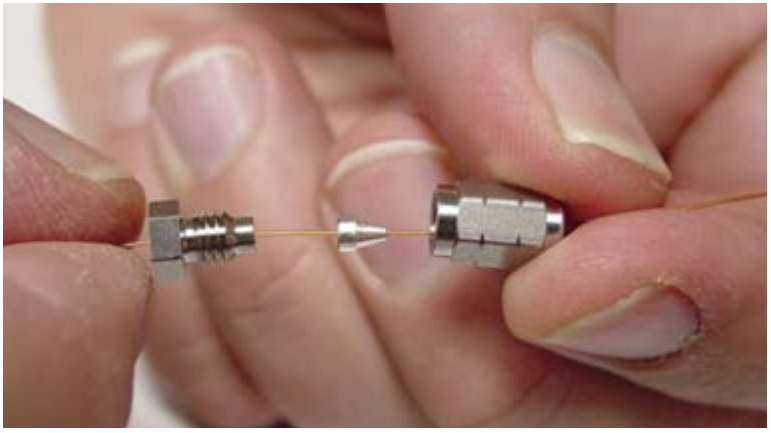


Рис. 5 Соберите внутреннюю гайку, ферулу и обжимную гайку.

ВНИМАНИЕ! ферулы SilTite очень тонкие. Аккуратно выполните инструкции следующего шага, чтобы не перетянуть ферулу.

3 С помощью ключа и инструмента для предварительного обжима ферулы, слегка и одновременно затяните гайку, периодически проверяя зажатие колонки ферулой (см. Рис. 6). Как только ферула начнет сжимать трубку, запомните положение гаек и затяните одну из гаек, повернув ее на 45 – 60 градусов, но не более 60 градусов (поворот на одну грань гайки). Если колонка вытягивается рукой, она не затянута достаточным образом.

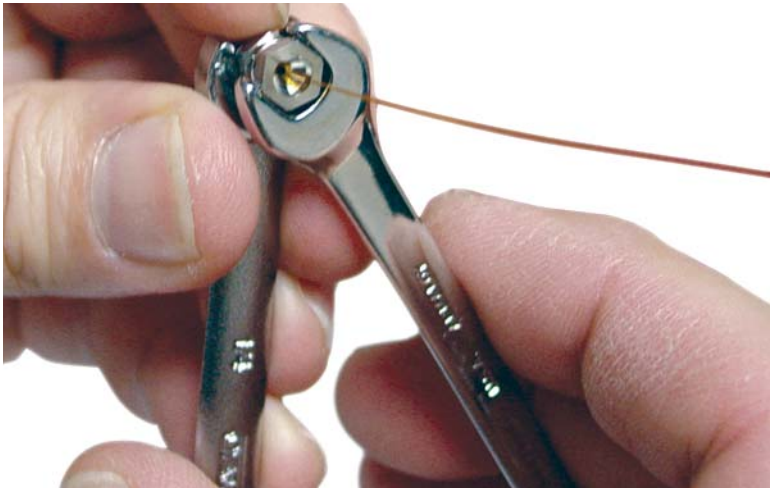


Рис. 6 Затягивание внутренней гайки

4 Удалите обжимную гайку (Рис. 7).



Рис. 7 Снятый инструмент для предварительного обжима ферулы

5 С помощью керамического резака колонки отрежьте трубку со стороны тонкого конца ферулы так, чтобы примерно 0,3 мм трубки выступало из ферулы (Рис. 8).

Важно, чтобы одна сторона керамического резака колонки использовалась только для подрезания колонки, а другая — для надевания края металлической ферулы SilTite. Это поможет сохранить остроту керамического края, необходимую для получения ровных надрезов колонки.

ЗАМЕЧАНИЯ

Важно, чтобы длина кончика трубки не превышала 0,5 мм от конца ферулы.

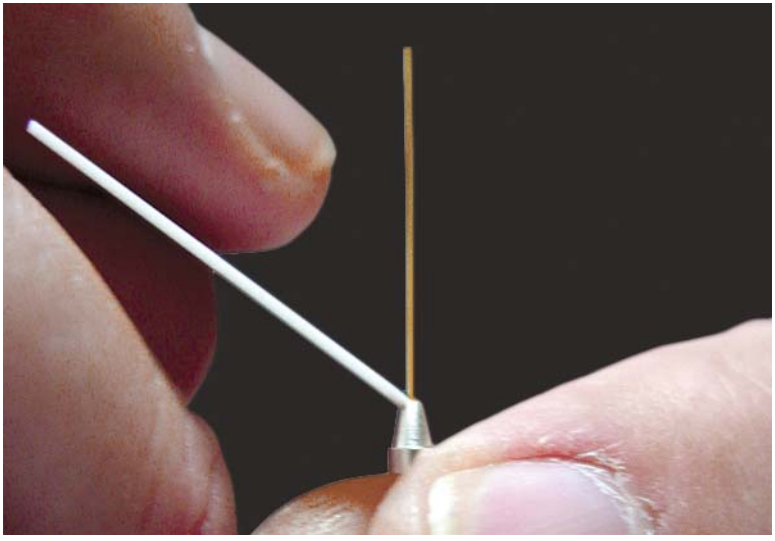


Рис. 8 Керамический резак колонки и ферула

6 Проверьте конец трубки с помощью увеличительного стекла. Конец трубки необязательно должен быть идеально ровным, но на нем не должно быть трещин, уходящих под ферулу. На рис. Рис. 9 показан подготовленный край трубки.



Рис. 9 Край трубки с внутренней гайкой и обжатой ферулой SilTite

7 Подсоедините колонку к модулю Quick Swap или PUU с внутренними гайками и обжатыми ферулами SilTite (Рис. 10). Вручную затяните гайки. Затем затяните гайки ключом всего на 15 – 20 градусов.



Рис. 10 Собранный комплект Ultimate Union с колонками



3 Эксплуатация в режиме электронной ионизации (ЭИ)

Управление МСД из системы обработки данных 50
Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ) 50
Интерфейс ЭУ ГХ/МСД 57
Перед включением МСД 58
Откачка 60
Контроль температуры 60
Контроль потока в колонке 61
Напуск в МСД 61
Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки 62
Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума 63
Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором 66
Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter 68
Контроль давления высокого вакуума 70
Калибровка линейной скорости потока в колонке 72
Настройка МСД в режиме ЭУ 74
Проверка работоспособности системы 76
Тестирование больших масс (МСД серии 5977) 77
Снятие крышек МСД 80
Напуск в МСД 81
Открытие камеры анализатора 83
Закрытие камеры анализатора 86
Откачка МСД в режиме ЭУ 89
Транспортировка или хранение МСД 92

В данной главе приведено описание выполнения основных стандартных процедур ГХ/МСД Agilent 5977 с помощью ионизации электронным ударом.

Управление МСД из системы обработки данных

Программное обеспечение рабочей станции Agilent MassHunter автоматизирует такие задачи, как откачку, удаление ионного источника, мониторинг давления, установку температуры, настройку и напуск в МСД. Описание этих задач приведено в этой главе. Дополнительная информация приведена в других руководствах и интерактивной справке программы MassHunter.

ВНИМАНИЕ! Программное и микропрограммное обеспечение периодически обновляются. Если инструкции, приведенные в данных процедурах не соответствуют используемой на рабочей станции программе MassHunter, см. руководства и интерактивную справку, поставляемые с программным обеспечением.

Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ)

Локальная панель управления (ЛПУ) отображает состояние МСД и позволяет подавать команды МСД без использования программного обеспечения Agilent MassHunter.

Программа Agilent MassHunter может располагаться в любом месте локальной сети (ЛС) и может не находиться физически рядом с прибором. Поскольку ЛПУ взаимодействует с программным обеспечением через ЛС, можно использовать функции программы MassHunter, такие как настройка и запуск цикла, непосредственно с МСД. ЛПУ имеет ограниченный набор функций. Для полного управления прибором используется программа MassHunter.

Режимы работы

ЛПУ работает в двух режимах: Status (Состояние) и Menu (Меню).

Режим *Status* (Состояние) не требует взаимодействия с пользователем, а просто отображает состояние МСД или разных коммуникационных соединений. Если нажать клавишу [**Menu**] (Меню), а затем клавишу [**No/Cancel**] (Нет/Отмена), произойдет возврат к режиму Status (Состояние).

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

Чтобы выбрать элемент меню, выполните следующее:

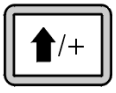


Нажмите клавишу [**Menu**] (Меню), пока не появится нужное меню.



Нажмите клавишу [**Item**] (Пункт), пока не отобразится нужный пункт меню.

Чтобы выбрать необходимые параметры или отреагировать на запросы системы, используйте следующие клавиши:



Клавиша [**Up**] (Вверх) позволяет увеличить отображаемое значение или выполнить прокрутку вверх (например, в списке сообщений).



Клавиша [**Down**] (Вниз) позволяет уменьшить отображаемое значение или выполнить прокрутку вниз (например, в списке сообщений).



Клавиша [**Yes/Select**] (Да/Выбрать) позволяет принять текущее значение.



Клавиша [**No/Cancel**] (Нет/Отмена) позволяет вернуться в режим Status (Состояние).

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

Нажатие клавиши [**Menu**] (Меню), а затем [**No/Cancel**] (Нет/Отмена), всегда обеспечивает возврат к режиму Status (Состояние).

Двойное нажатие клавиши [**No/Cancel**] (Нет/Отмена), всегда обеспечивает возврат к режиму Status (Состояние).

Сообщения о состоянии на ЛПУ

На ЛПУ могут отображаться следующие сообщения, информирующие о состоянии системы МСД. Если ЛПУ находится в режиме Menu (Меню), перейдите по меню, чтобы вернуться в режим Status (Состояние). Никакие сообщения не будут отображаться, если в программе MassHunter не запущен сеанс интерактивного управления прибором.

ChemStation Loading <время>

Запускается программное обеспечение Agilent MassHunter.

Executing <тип> tune

Выполняется процедура настройки (тип = QuickTune (Быстрая настройка) или Autotune (Автоматическая настройка)).

Instrument Available <время>

Программное обеспечение Agilent MassHunter не запущено.

Loading Method <название метода>

Параметры метода передаются на МСД.

Loading MSD Firmware

Выполняется инициализация микропрограммного обеспечения МСД.

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

Server not Found (Сервер не найден)
Check LAN Connection (Проверьте соединение ЛС)

Seeking Server (Идет поиск сервера)
Bootp Query xxx (Запрос на загрузку xxx)

Эти сообщения указывают на то, что служба Windows не назначила МСД уникальный IP-адрес. Если сообщения появляются даже после входа в учетную запись программы MassHunter, см. главу «Устранение неполадок» руководства по установке программного обеспечения.

Loading OS

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

<метод> Complete <время>

Запуск цикла и последующая обработка данных выполнены. Это сообщение появляется в случае, когда цикл был завершен преждевременно.

Method Loaded <имя метода>

Параметры метода переданы на МСД.

MS locked by <имя компьютера>

Параметры масс-спектрометра можно изменить только с помощью программы MassHunter.

Press Sideplate

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

Run: <метод> Acquiring <файл данных>

Выполняется цикл. Данные передаются в указанный файл данных.

Просмотр состояния системы при запуске

1 В процессе запуска на ЛПУ отображаются следующие сообщения:
   - **Press sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**

2 Продолжайте прижимать боковую пластину МСД, пока не появится сообщение **MSD Ready** (МСД готов). Это поможет прибору быстрее выполнить откачку.

Меню ЛПУ

Для доступа к параметру меню нажмите клавишу [**Menu**] (Меню), пока не появится необходимое меню, а затем нажмите клавишу [**Item**] (Пункт), пока не отобразится требуемый пункт меню. Таблица 6 и Таблица 11 содержат список меню и параметров.

ЗАМЕЧАНИЯ

Многие параметры меню, особенно меню ChemStation, MS Parameters (Параметры МС) и Maintenance (Обслуживание), неактивны, когда прибор получает данные.

Таблица 6 Меню ChemStation

Команда	Описание
Run Method	Отображает название текущего метода и запускает анализ.
Run Sequence	Отображает текущую последовательность и запускает ее.
Run Current Tune	Отображает текущий файл настройки и запускает автоматическую настройку (только в режиме ЭУ; настройку ХИ необходимо запускать из программы MassHunter).
# of Messages	Показывает количество сообщений и текст последнего сообщения. Чтобы просмотреть предыдущие сообщения, используйте клавиши со стрелками (до 20 последних сообщений).
Release ChemStation	Позволяет отключить программное обеспечение MassHunter от МСД.
Connection Status	Отображает состояние подключения МСД к ЛС. Remote (Удаленное) — обозначает подключение к открытому сеансу MassHunter Local (Локальное) — обозначает отсутствие подключения к сеансу MassHunter
Name of Instrument	При подключении к открытому сеансу MassHunter отображает название прибора. Имя прибора назначается в диалоговом окне конфигурации в программном обеспечении MassHunter.

Таблица 7 Меню Maintenance (Обслуживание)

Команда	Описание
Prepare to vent	Напоминает о необходимости выключить ГХ, затем готовит прибор к напуску при нажатии **[Yes/Select]** (Да/Выбрать).
Pumpdown	Запускает процесс откачки.
Hi Vac Soft Start (Запуск ПО Hi Vac)	

Таблица 8 Меню MS Parameters (Параметры МС)

Команда	Описание
High Vacuum Pressure	Только если установлен микро-ионный вакуумметр.
Turbo Pump Speed	Отображает производительность турбомолекулярного насоса.
MSD Fault Status	Сообщает общий код ошибки (число) в десятичном и шестнадцатеричном форматах для всех возможных комбинаций неисправностей.
Ion Source Temp, °C	Отображает и устанавливает температуру ионного источника.
Quadrupole Temp, °C	Отображает и устанавливает температуру квадрупольного фильтра масс.
CI Reagent	Отображает газ-реагент ХИ и его расход (если установлено соответствующее оборудование).

ЗАМЕЧАНИЯ

Параметры масс-спектрометра невозможно изменить с ЛПУ, пока сеанс программы MassHunter подключен к МСД.

Таблица 9 Меню Network (Сеть)

Команда	Описание
MSD IP via keyboard	Отображает IP-адрес, назначенный МСД и запрограммированный в программе MassHunter.
Gateway IP Address	Отображает IP-адрес шлюза, назначенный МСД.
Subnet Mask	Отображает маску подсети, назначенную МСД.

Таблица 9 Меню Network (Сеть) (продолжение)

Команда	Описание
GC Dcomm IP Address (IP-адрес Dcomm ГХ)	Отображение IP-адреса
ChemStation IP (IP-адрес ChemStation)	Отображает IP-адрес, назначенный ГХ.
Ping gateway	Проверяет связь со шлюзом.
Ping ChemStation	Проверяет связь с программой MassHunter.
Ping GC	Проверяет связь с ГХ.
MAC Address	Отображает MAC-адрес смарт-карты, установленной в МСД.
Reboot with new network settings	Позволяет перезагрузить систему и сохранить новые параметры сети.

Таблица 10 Меню Version (Версия)

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

Таблица 11 Меню Controller (Контроллер)

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

Интерфейс ЭУ ГХ/МСД

Интерфейс ГХ/МСД (Рис. 11, на стр. 58) — это нагреваемый канал МСД для капиллярной колонки. Он закреплен на правой стороне камеры анализатора, имеет кольцевой уплотнитель и оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

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

Интерфейс ГХ/МСД нагревается патронным электрическим нагревателем. Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной № 2 газового хроматографа. Температуру интерфейса можно установить в программном обеспечении MassHunter и газовом хроматографе. Датчик (термопара), встроенный в интерфейс, отслеживает температуру.

Интерфейс ГХ/МСД имеет рабочий диапазон температур от 250 ° C до 350 °C Поэтому температура интерфейса должна быть несколько выше максимальной температуры термостата ГХ, но ***никогда*** не превышать максимальную температуру колонки.

Устройство сопряжения ГХ/МСД с ЭИ можно использовать только с ионным источником ЭИ. Существуют два типа концевых уплотнений, которые следует применять с источниками ЭИ. Концевое уплотнение не требуется для стандартных и инертных источников ЭИ. В источнике-экстракторе системы, которая работает только в режиме ЭИ, используется концевое уплотнение (G3870-20542). В источнике-экстракторе и источнике ХИ системы, работающей в режимах ЭИ и ХИ, используется концевое уплотнение для ХИ (G1999-60412).

См. также

«Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС» на стр. 41.

ОСТОРОЖНО! **Интерфейс ГХ/МСД работает при высокой температуре. Прикосновение к горячему интерфейсу может привести к ожогам.**

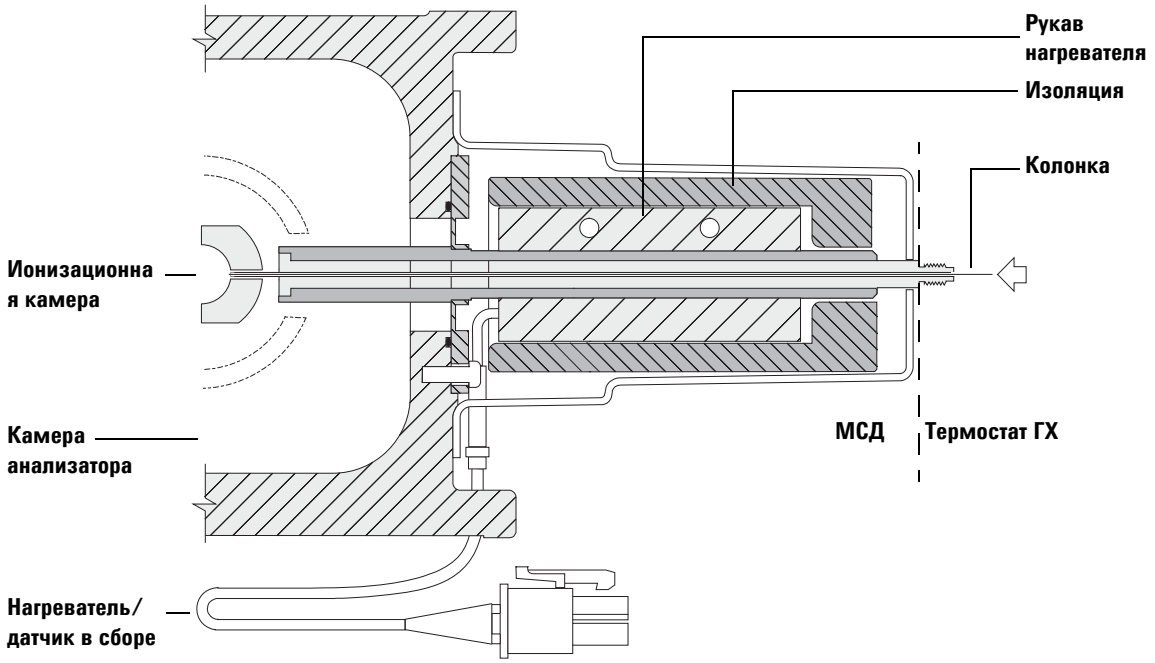


Рис. 11 Интерфейс ЭУ ГХ/МСД

Перед включением МСД

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

- Клапан напуска должен быть закрыт (ручка повернута до конца по часовой стрелке).

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

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Прочтите «Меры предосторожности при работе с водородом», перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Откачка

Откачку МСД можно выполнить с помощью системы данных или ЛПУ. Этот процесс в целом выполняется автоматически. Когда клапан напуска будет перекрыт и включится питание (при одновременном нажатии на боковую пластину), МСД самостоятельно выполнит откачку. Программное обеспечение системы данных отслеживает и отображает состояние системы во время откачки. Когда давление понижается на достаточный уровень, программа включает нагреватели ионного источника и фильтра масс и предложит включить нагреватель интерфейса ГХ/МСД. МСД автоматически выключится, если нельзя будет выполнить откачку надлежащим образом.

С помощью меню и мониторов МС, система данных может отобразить:

- Обороты двигателя турбомолекулярного насоса МСД (скорость вращения в процентах).
- Форвакуумное давление диффузионного насоса МСД.
- Давление (вакуум) камеры анализатора для МСД с установленным дополнительным контроллером микро-ионного вакуумметра G3397A.

ЛПУ также может отображать эти данные.

Контроль температуры

Контроль температуры МСД осуществляется с помощью системы данных. МСД оснащена независимыми нагревателями и датчиками температуры для ионного источника и квадрупольного фильтра масс. Локальная панель управления или система данных позволяют регулировать заданные значения и наблюдать за показаниями температуры.

Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной № 2 газового хроматографа. В ГХ серии 7820, нагреватель подключен к термозоне заднего канала ввода (для моделей с одним каналом ввода) или термозоне ручного клапана (для моделей с двумя каналами ввода). Температуру интерфейса ГХ/МСД можно установить и наблюдать с помощью системы данных или газового хроматографа.

Контроль потока в колонке

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

МСД можно использовать для измерения фактического потока. Для этого следует ввести ***небольшое*** количество воздуха или другого нейтрального, незадерживаемого вещества и отследить время, которое ему потребуется, чтобы достичь МСД. Выполнив такое измерение, можно рассчитать поток через колонку. См. «Калибровка линейной скорости потока в колонке» на стр. 72.

Напуск в МСД

В состав системы данных входит программа, позволяющая выполнить вентиляцию. Она отключает нагреватели ГХ и МСД и диффузионный насос или турбомолекулярный насос в нужный момент. Программа также позволяет отслеживать температуры в МСД и подает сигнал, когда следует выполнять напуск в МСД.

Неправильный Напуск в МСД ***приведет*** к его повреждению. Диффузионный насос направит распыленную жидкость назад в анализатор, если выполнять напуск в МСД до того, как диффузионный насос полностью охладится. Турбомолекулярный насос будет поврежден, если во время напуска будет работать со скоростью более чем 50% от нормальной частоты вращения.

ОСТОРОЖНО! **Убедитесь, что интерфейс ГХ/МСД и зоны анализатора являются холодными (температура ниже 100 °C), прежде чем приступать к напуска МСД. Температура 100 °C может вызвать ожоги кожи. Работать с деталями анализатора следует в защитных перчатках.**

ОСТОРОЖНО!

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

ВНИМАНИЕ!

Никогда не выполняйте напуск в МСД через рукав форвакуумного насоса. Используйте клапан напуска или снимите гайку колонки и колонку.

Не выполняйте напуск, если обороты турбомолекулярного насоса превышают 50% от его нормальной частоты вращения.

Не превышайте максимально рекомендованную величину потока газа. См. «Модели и характеристики МСД серии 5977».

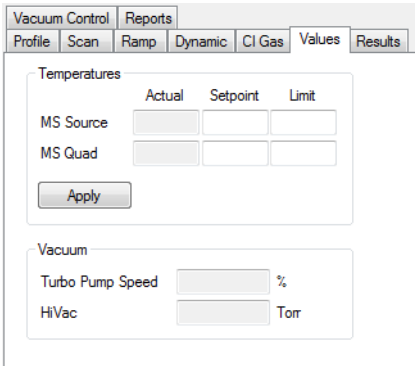
Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки

Для выполнения этой задачи можно также воспользоваться ЛПУ. См. «Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ)» на стр. 50.

Процедура

1 В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **Edit Tune Parameters** (Изменить параметры настройки) в меню Instrument (Прибор) для отображения диалогового окна **Manual Tune** (Ручная настройка).

2 Перейдите на вкладку **Values** (Значения) для просмотра показателей температуры МСД и вакуума.



3 Чтобы изменить температуру, введите новые параметры в полях **Setpoint** (Заданное значение) или **Limit** (Предел) и нажмите кнопку **Apply** (Применить).

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

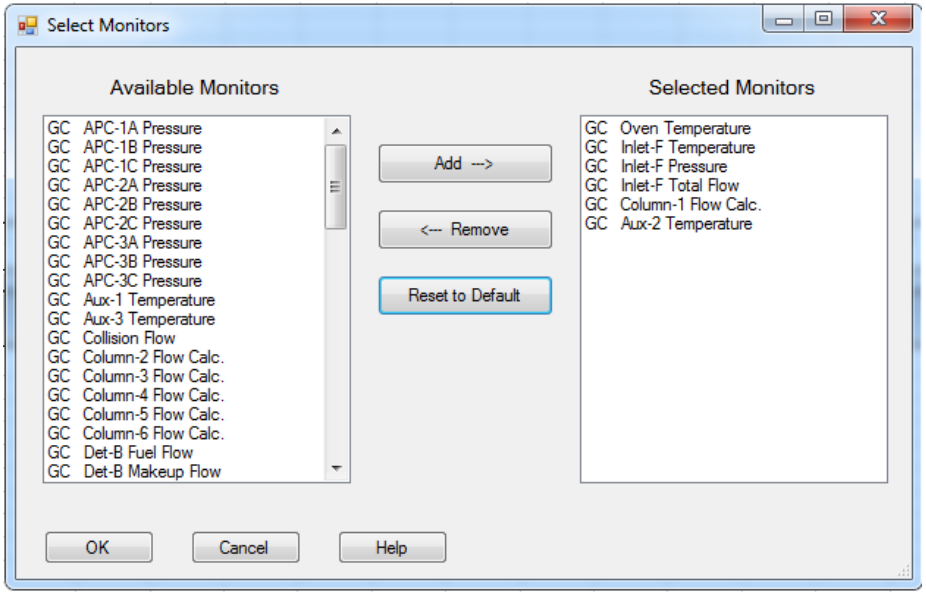
Нагреватели МСД включатся в конце цикла откачки и выключатся в начале цикла напуска. Указанные заданные значения не изменятся во время напуска или откачки, даже если обе зоны МСД будут выключены.

Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума

На мониторе отображается текущее значение одного параметра прибора. Их можно добавить в стандартном окне управления прибором. Мониторы можно настроить на изменение цвета, если фактические параметры выходят за пределы значений, заданных пользователем.

Процедура

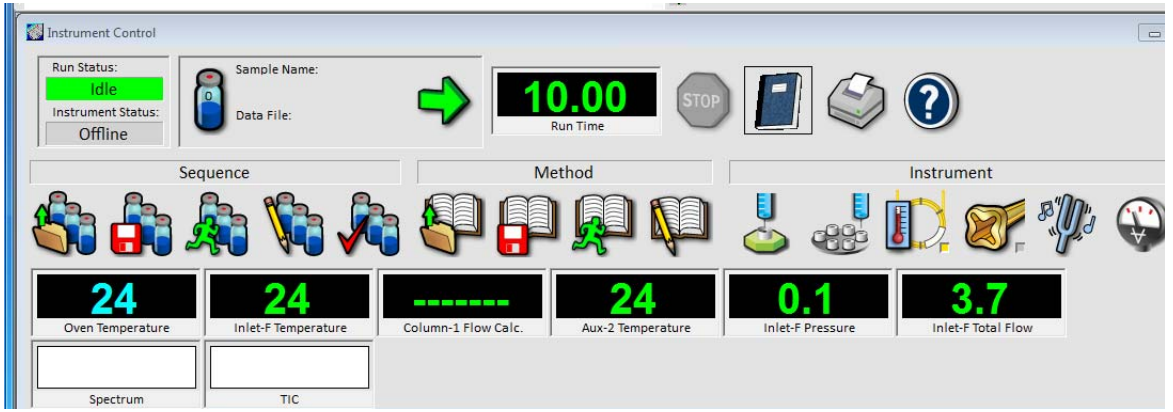
4 В режиме просмотра **Instrument Control** (Управление прибором), выберите **Edit Monitors** (Редактировать мониторы) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **Select Monitors** (Выбрать мониторы).



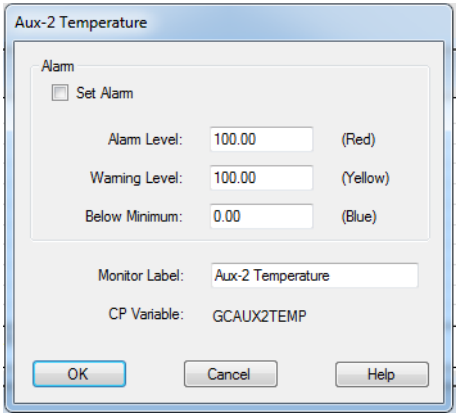
5 В столбце **Available Monitors** (Доступные мониторы), выберите монитор и нажмите кнопку **Add** (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец **Selected Monitors** (Выбранные мониторы). Повторите процедуру для добавления дополнительных мониторов.

6 Нажмите кнопку **OK**. Новые мониторы будут размещаться поверх друг друга в нижнем правом углу окна **Instrument Control** (Управление прибором).

7 Выберите команды **Window** (Окно)**>Arrange Monitors** (Упорядочить мониторы) или щелкните и перетащите любой монитор в нужное положение.



8 Чтобы установить сигнал монитора, дважды щелкните монитор, отображаемый в режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), чтобы открыть диалоговое окно свойств монитора для установки сигналов.



a Установите флажок **Set Alarm** (Установить сигнал).

b Установите в полях **Warning Level** (Уровень предупреждения), **Alarm Level** (Уровень тревоги) и **Below Minimum** (Меньше минимума) соответствующие значения.

c В поле **Monitor Label** (Метка монитора) введите описание, если метка по умолчанию не соответствует описанию.

d Нажмите кнопку **OK** для завершения настройки сигнала монитора.

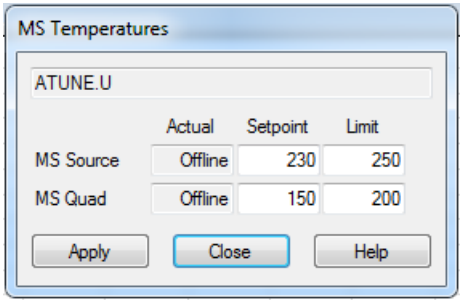
9 Чтобы сделать новые установки частью метода, сохраните Method (Метод).

Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором

Заданные значения температур ионного источника и (квадрупольного) фильтра масс хранятся в текущем файле настроек с расширением *.u. При загрузке метода, заданные значения из файла настроек, связанные с методом, загружаются автоматически.

Процедура

1 В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **MS Temperatures** (Температура МС) в меню **Instrument** (Прибор).



2 Введите величины температур **MS Source** (Источник МС) и **MS Quad** (Квадрупольный фильтр МС) (КФМ МС) в полях **Setpoint** (Заданное значение) и **Limit** (Предел).

Таблица 12 Рекомендуемые значения температур

	Работа в режиме ЭУ	Работа в режиме ПХИ	Работа в режиме ОХИ
Источник МС	230	250	150
КФМ МС	150	150	150

Нагреваемые зоны интерфейса ГХ/МСД, ионного источника и квадрупольного фильтра масс взаимодействуют. Нагреватели анализатора могут оказаться неспособными точно контролировать температуру, если заданное значение для одной из зон значительно отличается от смежной зоны.

ВНИМАНИЕ! Не превышайте температуру 200 °C для КФМ или 350 °C — для источника.

3 Чтобы отправить параметры новой температуры в текущий загруженный файл настроек и загрузить параметры в МСД, нажмите кнопку **Apply** (Применить).

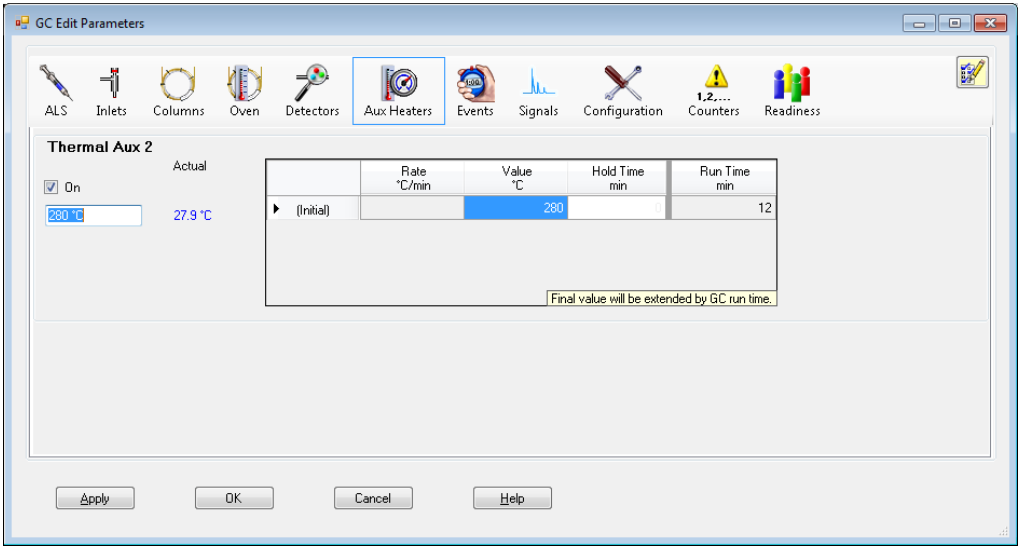
4 Нажмите кнопку **Close** (Закрыть), чтобы закрыть диалоговое окно. Если изменения были внесены в любые параметры, появится диалоговое окно **Save MS Tune File** (Сохранить файл настроек МС). Нажмите кнопку **OK**, чтобы сохранить изменения в этот файл или сохраните файл под новым именем, а затем нажмите кнопку **OK**. Нажмите кнопку **Cancel** (Отмена), чтобы отменить изменение параметров.

Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter

Процедура

1 В режиме просмотра **Instrument Control** (Управление прибором), выберите команды **Instrument** (Прибор)**>GC Edit Parameters** (Редактировать параметры ГХ).

2 Щелкните значок **Aux Heater** (Дополнительный нагреватель) для редактирования температуры интерфейса.



3 Выберите **On** (Вкл.), чтобы включить нагреватель и введите заданное значение в столбце **Value °C** (Значение °C).

Заданное значение обычно составляет 280 °C. Пределы составляют 0 °C и 350 °C. При настройке температуры ниже температуры окружающей среды, отключается нагреватель интерфейса.

ВНИМАНИЕ!

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

Никогда не превышайте максимальную температуру колонки при настройке температуры интерфейса ГХ/МС.

4 Нажмите кнопку **Apply** (Применить), чтобы загрузить заданные значения, или **OK**, чтобы загрузить заданные значения и закрыть окно.

5 Чтобы сделать новые установки частью метода, выберите **Save** (Сохранить) в меню Method (Метод).

Контроль давления высокого вакуума

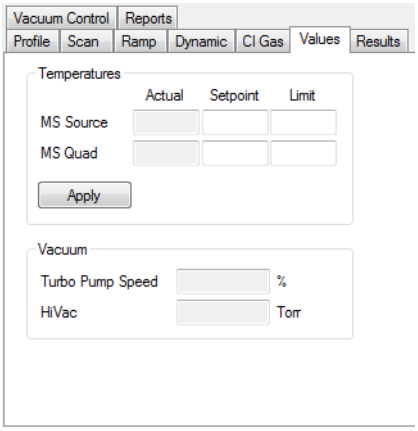
Для контроля за давлением требуется микро-ионный вакуумметр G3397A.

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя не следует включать микро-ионный вакуумметр, если существует возможность скопления водорода в камере анализатора. Прочтите «Меры предосторожности при работе с водородом», перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура

1. Запустите МСД и выполните откачку («Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89).
2. В режиме просмотра Tune (Настройка) и Vacuum Control (Управление вакуумом) выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** (Включить/выключить вакуумметр) в меню **Vacuum** (Вакуум).
3. Выберите **Manual Tune** (Ручная настройка) в меню **Parameters** (Параметры) для отображения диалогового окна Manual Tune (Ручная настройка).
4. Перейдите на вкладку **Values** (Значения) для просмотра показаний HiVac (Высокий вакуум).



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

Таблица 13 Показания микро-ионного вакуумметра

Скорость потока в колонке (мл/мин)	**Показания дополнительного вакуумметра, мм рт.ст.** *Производительный* **турбомолекулярный насос**	**Показания вакуумметра, мм рт.ст.** *Диффузионный* **насос**	**Показания форвакуумного давления, мм рт.ст.** *Диффузионный* **насос**
0,5	3,18E–06	2,18E–05	34,7
0,7	4,42E–06	2,59E–05	39,4
1	6,26E–06	3,66E–05	52,86
1,2	7,33E–06	4,46E–05	60,866
2	1,24E–05	7,33E–05	91,784
3	1,86E–05	1,13E–04	125,76
4	2,48E–05		
6	3,75E–05		

Если давление постоянно выше, чем указанное в таблице, см. справочную систему программного обеспечения MassHunter для получения сведений об устранении попадания воздуха и других неисправностей вакуумной системы.

В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) можно настроить монитор МС для отображения показаний значения вакуума. Показания вакуума также можно считывать с ЛПУ или экрана Manual Tune (Ручная настройка).

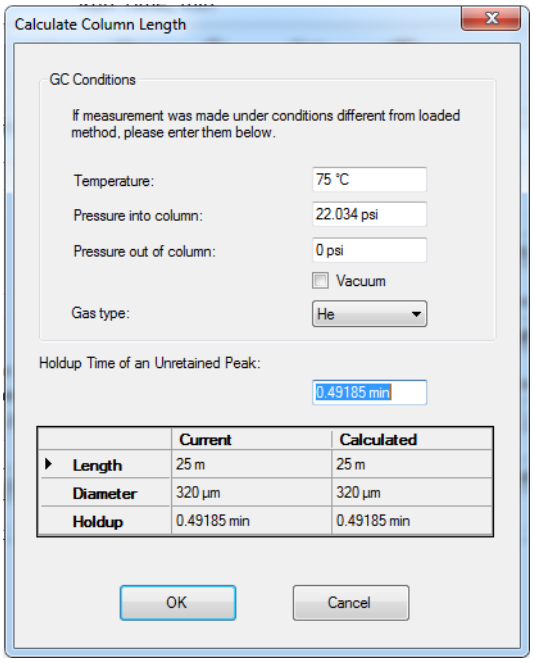
Калибровка линейной скорости потока в колонке

Капиллярную колонку необходимо откалибровать перед тем, как использовать ее с МС.

Процедура

1. Установите сбор данных на ручной впуск без деления потока и ионное наблюдение в реальном времени *m/z* 28.
2. Нажмите **[Prep Run]** (Предварительный цикл) на клавиатуре ГХ.
3. Введите 1 мл воздуха в канал ввода ГХ и нажмите **[Start Run]** (Запустить цикл).
4. Дождитесь элюирования пика на *m/z* 28. Засеките время удерживания.
5. В режиме просмотра **Instrument Control** (Управление прибором) выберите **GC Parameters** (Параметры ГХ) в меню **Instrument** (Прибор).
6. Перейдите на вкладку **Configuration** (Конфигурация), затем выберите вкладку **Columns** (Колонки).
7. Выберите в таблице установленную колонку.
8. Нажмите кнопку **Calibrate** (Калибровка) для отображения диалогового окна **Calibrate Column** (Калибровка колонки).

9 Нажмите кнопку **Calc Length** (Рассчитать длину) в разделе **Если известно время выдержки неудерживаемого пика** для отображения диалогового окна **Calculate Column Length** (Рассчитать длину колонки).



10 Проверьте, чтобы другие приведенные параметры (температура, входное и выходное давление, тип газа) соответствовали значениям, использованным в методе определения времени удерживания. Измените параметр, если он отличается от использованного в методе пользователя.

11 Введите в поле **Holdup Time** (Время удерживания) записанное время удерживания. Переместите указатель мыши к полю, содержащему другой параметр. В поле должна появиться длина откалиброванной колонки.

12 Нажмите кнопку **OK**, чтобы сохранить изменения и закрыть диалоговое окно.

13 Нажмите кнопку **OK** в диалоговом окне **Calibrate Columns** (Калибровка колонок), чтобы сохранить калибровку.

У капиллярных колонок, например, используемых с этим МСД, довольно часто измеряют линейную скорость, а не объемную скорость потока.

Расчет средней линейной скорости.

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

где:

L = длина колонки в метрах

t = время удерживания в минутах

Расчет объемной скорости потока.

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

где:

D = внутренний диаметр колонки в миллиметрах

L = длина колонки в метрах

t = время удерживания в секундах

Настройка МСД в режиме ЭУ

Также можно использовать ЛПУ для запуска автоматической настройки, загруженной в программу MassHunter. См. «Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ)» на стр. 50.

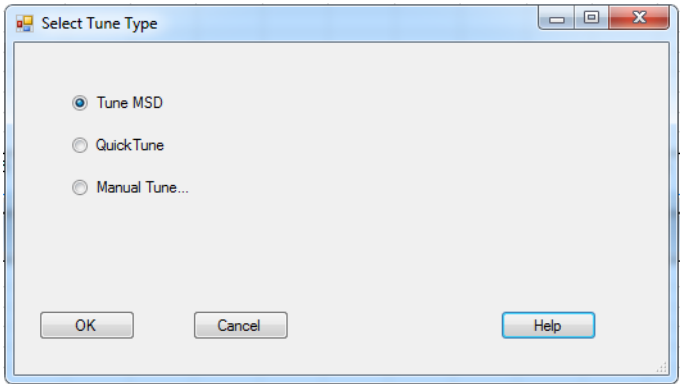
Процедура

1. Загрузите метод, который будет использоваться для сбора данных.
2. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) убедитесь, что нужный файл настроек отображается в строке заголовка. Для большинства приложений, файл настройки ATUNE.U **(Autotune)** обеспечивает хорошие результаты. Файл настройки STUNE.U **(Standard Tune)** (Стандартная настройка) не рекомендуется, поскольку может приводить к снижению чувствительности.

3 Чтобы выбрать другой файл настроек, выберите **MS Tune File** (Файл настроек МС) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **Select Tune File** (Выбрать файл настроек). В области **Settings** (Настройки) появятся критические параметры выбранного файла настроек.

   Файл настроек должен соответствовать типу ионного источника в анализаторе. При использовании ионного источника ЭУ, выберите файл настроек, созданный для данного источника.

4 Щелкните значок **MS Tune** (Настройка МС) для отображения диалогового окна **Select Tune Type** (Выбрать тип настройки).



5 Выберите **Tune MSD** (Настроить МСД), чтобы выполнить полную автоматическую настройку или **Quick Tune** (Быстрая настройка), чтобы настроить ширину пика, назначение массы и интенсивность без изменения соотношения ионов.

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

7 Дождитесь завершения настройки и создания отчета.

8 Чтобы оценить результаты настройки, выберите **Evaluate Tune** (Оценить настройку) в меню **Checkout** (Проверка).

Чтобы просмотреть историю результатов настройки, выберите в режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) команды **Checkout** (Проверка)**>View Previous Tunes...** (Просмотреть предыдущие настройки...).

Чтобы настроить МСД вручную или выполнить особые виды автоматической настройки, в меню **View** (Вид) выберите режим просмотра **Tune and Vacuum Control** (Управление настройкой и вакуумом). Для получения дополнительных сведений о настройке, см. руководства и интерактивную справку к программному обеспечению MassHunter.

Проверка работоспособности системы

Требуемые материалы

- 1 пг/мл проба ОФН (0,001 частей на млн) (5188-5348)

Проверьте работоспособность настроек

1. Убедитесь, что откачка производится не менее 60 минут.
2. Установите температуру термостата ГХ 150 °C и поток в колонке 1,0 мл/мин.
3. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) выберите **Checkout Tune** (Проверка настройки) в меню Checkout (Проверка). Программное обеспечение произведет автоматическую настройку и напечатает отчет.
4. После завершения автоматической настройки, сохраните метод, а затем выберите **Evaluate Tune** (Оценить настройку) в меню **Checkout** (Проверка).

   Программное обеспечение выполнит оценку последней автоматической настройки и напечатает отчет проверки системы и настройки.

Проверка уровня чувствительности

1. Введите 1 мл ОФН с помощью АПЖМ или вручную.
2. В режиме просмотра Instrument Control (управление прибором) выберите **Sensitivity Check** (Проверка чувствительности) в меню **Checkout** (Проверка). Система отобразит диалоговое окно **Alert** (Сигнал), напоминающее о решении метода OFN_SN и помещении пробы ОФН в виалу 1, после завершения настройки АПЖМ.
3. Необходимо разрешить использование этого метода для оборудования и поместить пробу в положение виалы1.

4 Нажмите кнопку **OK**, чтобы запустить метод.

После завершения метода будет напечатан отчет об оценке.

Убедитесь, что соотношение «сигнал-шум» соответствует спецификации. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Тестирование больших масс (МСД серии 5977)

Требуемые материалы

- Калибровочная проба ФГТ (5188-5357)

Процедура

1 Загрузите файл настройки ATUNE.U и выполните автоматическую настройку МСД. См. «Настройка МСД в режиме ЭУ» на стр. 74.

2 Получите решение метода x\5977\PFHT.M, где x — номер используемого прибора.

3 Обновите и сохраните метод.

4 Загрузите калибровочную пробуФГТ в виалу и поместите в положение 2.

5 В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) выберите **High Mass Check** (Проверка большой массы) в меню **Checkout** (Проверка).

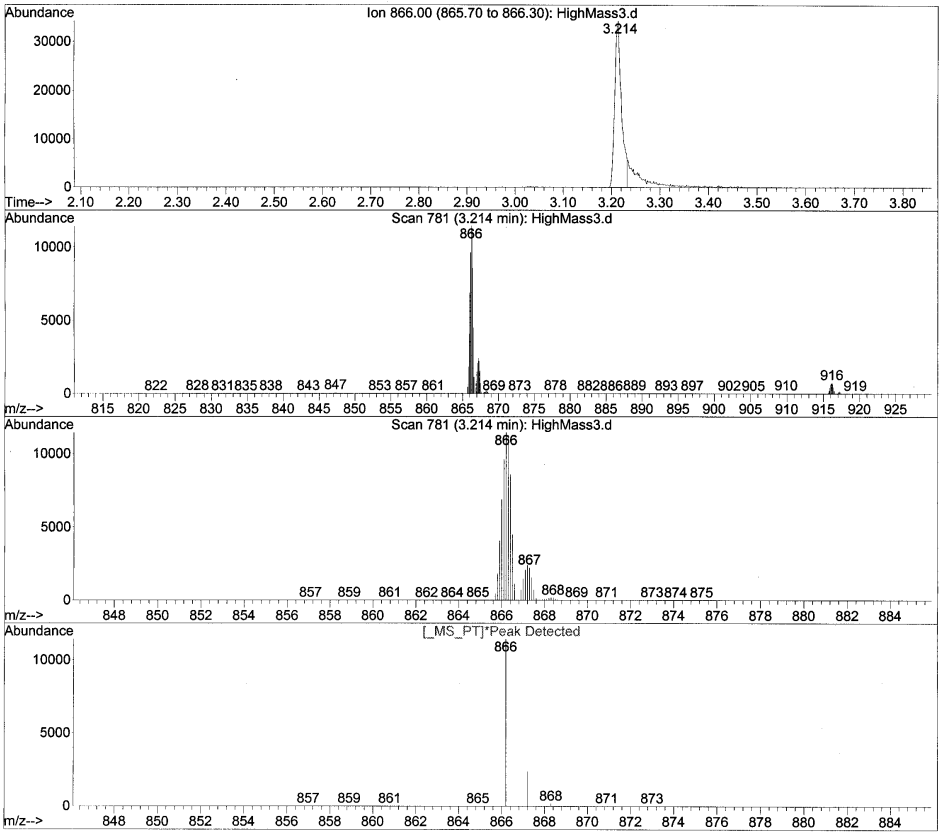
6 Следуйте инструкциям, отображаемым на экране.

7 Цикл завершен, а результаты будут напечатаны в течение 5 минут. См. «Отчет большой массы ПФГТ» на стр. 78.

Результаты

```
                    *PFHT HIGH MASS REPORT

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



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

Рис. 12 Отчет большой массы ПФГТ

Результаты отразят рекомендуемые настройки смещения атомной единицы массы (АЕМ) для большой массы. Если результаты находятся в пределах 5 единиц от заданного значения, настройка не требуется.

Настройки

1. Убедитесь, что файл ATUNE.U загружен.
2. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **Edit Tune Parameters** (Изменить параметры настройки) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **Manual Tune** (Ручная настройка).
3. Выберите вкладу **Dynamic** (Динамический), а затем перейдите на подвкладку **Amu Offset** (Смещение АЕМ).
4. Установите флажок **Enable This Lens** (Включить линзу).
5. Введите в рекомендованном динамическом смещении значение **Voltage (V)** (Напряжение, В), затем нажмите кнопку **OK.**
6. Нажмите кнопку **Save** (Сохранить), чтобы сохранить динамическое **Amu Offset** (Смещение АЕМ) для большой массы.

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

   Каждый раз, при выполнении файла ATUNE.U будет перезаписываться введенное **Amu Offset** (Смещение атомной массы). Поэтому рекомендуется сохранять настройки под другим именем.
7. Нажмите кнопку **Done** (Готово), чтобы закрыть диалоговое окно Manual Tune (Ручная настройка).
8. Загрузите PFHT.M и сохраненный файл настроек, затем сохраните метод.
9. Перезапустите смесь тестов (повторите проверку большой массы). Если поправка находится в пределах 5 единиц, дальнейшая настройка не требуется.

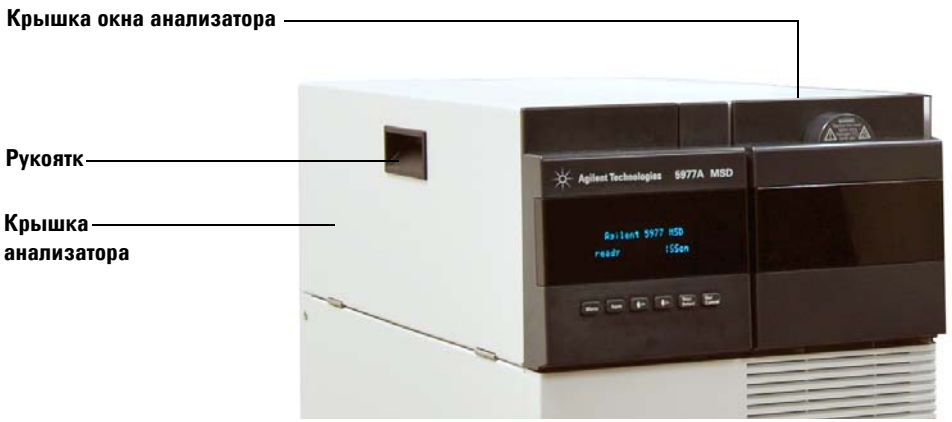
Снятие крышек МСД

Если необходимо снять одну из крышек МСД, воспользуйтесь следующими процедурами.

Снятие верхней крышки анализатора

Нажмите снизу на закругленную верхнюю часть окна, слегка наклоните окно вперед и снимите его с МСД.

ВНИМАНИЕ! Не применяйте излишние усилия во избежание поломки пластиковых петель, которыми крепится крышка к корпусу.



Снятие крышки анализатора

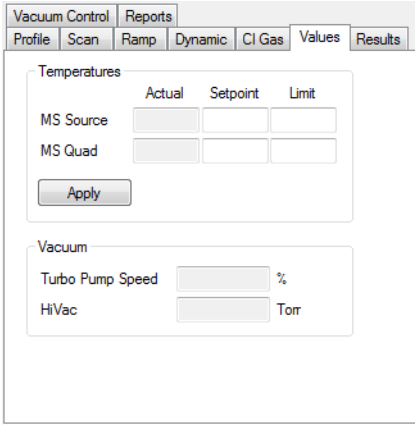
Потяните ручку сбоку МСД влево, затем вниз, чтобы отпустить магнитную защелку и открыть крышку. Теперь крышка удерживается на месте петлями.

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

Напуск в МСД

Процедура

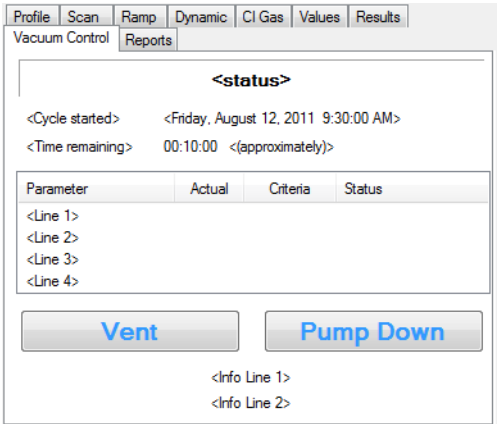
1. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **GC Parameters** (Параметры ГХ) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **GC Parameters** (Параметры ГХ). Выберите **Oven** (Термостат) и установите значение комнатной температуры термостата. Также выберите **Oven, Thermal Aux (MSD Transfer line, and Inlet** (Термостат, Дополнительная нагреваемая зона (Линия передачи МСД и Канал ввода)) и установите их температуру на значение комнатной температуры. Нажмите кнопку **OK**, чтобы закрыть диалоговое окно и отправить ГХ данные температуры.
2. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **Edit Tune Parameters** (Изменить параметры настройки) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **Manual Tune** (Ручная настройка).
3. Перейдите на вкладку **Values** (Значения) и установите температуру MS Source (Источник МС) и MS Quad (Квадрупольный фильтр МС), равную значению температуры окружающей среды (комнатной), затем нажмите кнопку **Apply** (Применить), чтобы загрузить эти настройки в МСД.



ОСТОРОЖНО! **При использовании водорода в качестве газа-носителя, поток газа-носителя должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Прочтите «Меры предосторожности при работе с водородом», перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.**

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

4 В диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка) перейдите на вкладку **Vacuum Control** (Управление вакуумом).



5 Снимите крышку окна анализатора (см. «Снятие крышек МСД» на стр. 80)

6 Нажмите кнопку **Vent** (Напуск), чтобы начать автоматическое выключение МСД. Следуйте предоставленным инструкциям.

7 Поверните ручку клапана напуска против часовой стрелки *только* на 3/4 оборота, или пока не услышите шипящий звук воздуха, поступающего в камеру анализатора.



Не поворачивайте ручку слишком далеко, это может привести к выпадению кольцевого уплотнителя из паза. Перед откачкой убедитесь, что ручка затянута.

Открытие камеры анализатора

Требуемые материалы

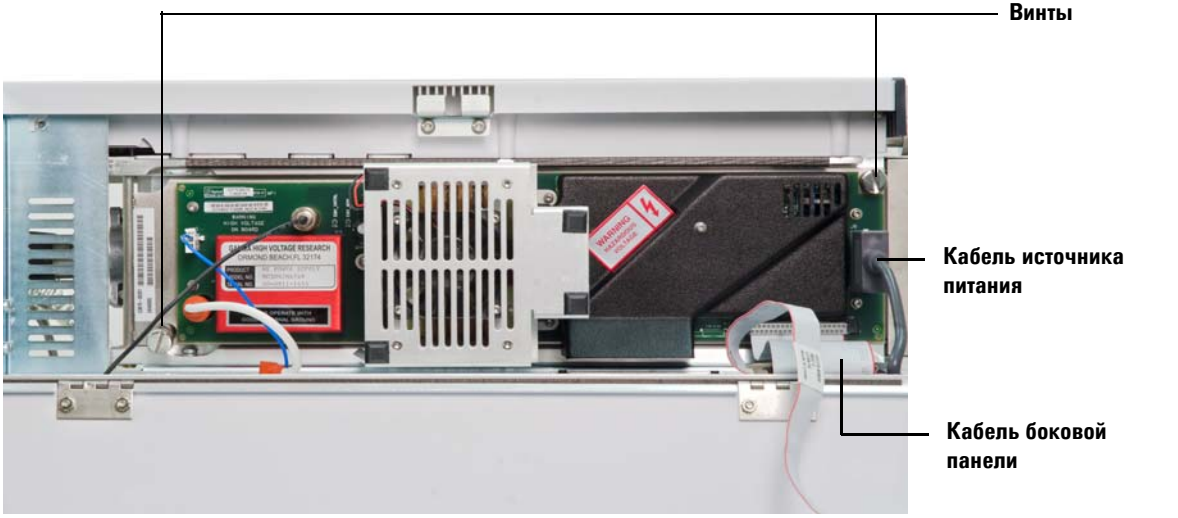
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029).
- Антистатический браслет:
  - Маленький (9300-0969);
  - Средний (9300-1257);
  - Большой (9300-0970).

ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества (см. стр. 134), прежде чем открывать камеру анализатора.

Процедура

1 Напуск в МСД (см. «Напуск в МСД» на стр. 81).

2 Отсоедините от боковой панели кабель управления и кабель источника питания.



3 Ослабьте винты боковой панели, если они затянуты.

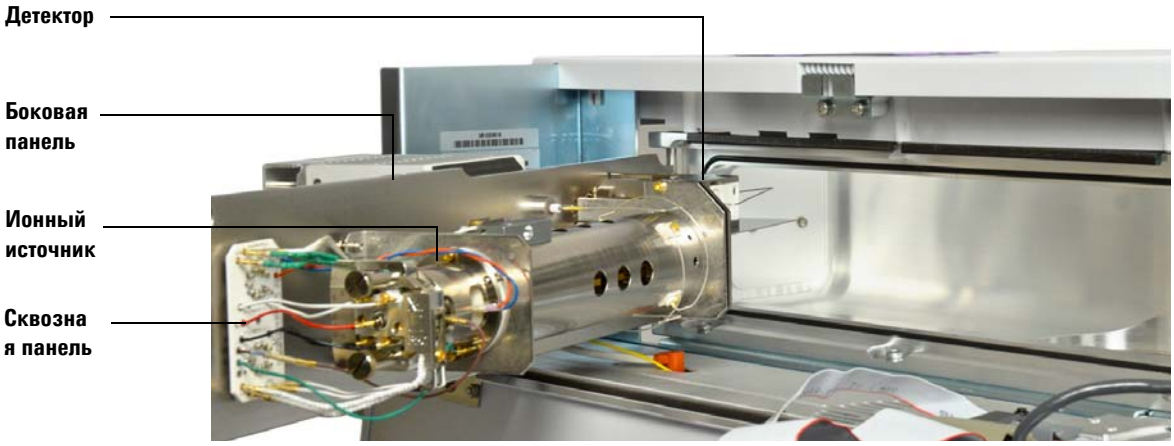
Задний винт боковой панели должен быть ослаблен при нормальной эксплуатации. Его затягивают только при транспортировке. Передний винт боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме ХИ, а также при использовании огнеопасного или токсичного газа-носителя.

ВНИМАНИЕ! На следующем шаге, если почувствуете сопротивление — **остановитесь**. Не пытайтесь открыть панель силой. Убедитесь, что выполнен напуск в МСД. Убедитесь, что передний и задний винты боковой панели полностью ослаблены.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор, интерфейс ГХ/МСД и другие компоненты камеры анализатора работают при высокой температуре. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

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

4 *Осторожно* снимите боковую панель.



Закрытие камеры анализатора

Требуемые материалы



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

Процедура

1 Убедитесь, что все внутренние электрические выводы анализатора подсоединены необходимым образом. Разводка проводов одинакова для источников ЭУ и ХИ. В источнике ЭУ экстрактора находится дополнительный провод от линзы экстрактора.

Сведения о разводке приведены в Таблица 14, а схема показана на Рис. 13, на стр. 87 и Рис. 14, на стр. 88. Слово «панель» в таблице обозначает сквозную панель, расположенную рядом с ионным источником.

Таблица 14 Разводка проводов анализатора

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

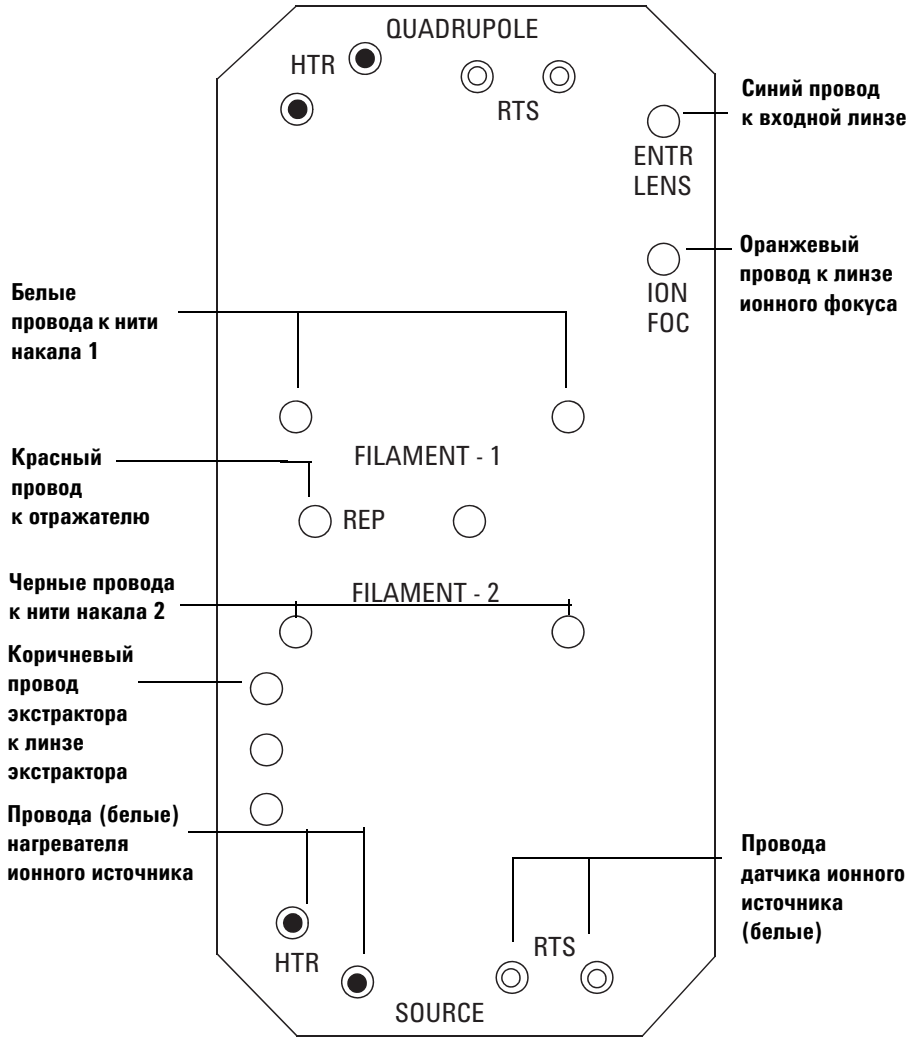


Рис. 13 Разводка сквозной панели



Рис. 14 Разводка проводов ионного источника

Проверьте кольцевой уплотнитель на боковой панели. Убедитесь, что кольцо покрыто ***очень*** тонким слоем смазки для высокого вакуума Apiezon L. Если уплотнитель загрязнен, он может не обеспечивать герметичность. Если уплотнитель блестит, значит, на нем слишком много смазки. См. инструкции по смазке в Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977.

2 Закройте боковую панель.

3 Повторно подключите кабеля управления боковой панели.

4 Убедитесь, что клапан напуска закрыт.

5 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

6 Если в режиме ХИ в качестве газа-носителя используется водород или другой горючий либо токсичный газ, *осторожно* затяните передний винт боковой панели вручную.

ОСТОРОЖНО! **Передний винт боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме ХИ, или при использовании водорода (или другого опасного газа) в качестве газа-носителя. В маловероятном случае взрыва, он предотвратит открытие боковой панели.**

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

7 После выполнения откачки на МСД, закройте крышку анализатора.

Откачка МСД в режиме ЭУ

Для выполнения этой задачи можно также воспользоваться ЛПУ.
См. «Управление МСД с помощью локальной панели управления (ЛПУ)» на стр. 50.

ОСТОРОЖНО! **Перед запуском и откачкой МСД убедитесь, что соблюдены все условия, перечисленные во введении данной главы (стр. стр. 57). Несоблюдение этого условия может привести к травме.**

ОСТОРОЖНО! **При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Прочтите «Меры предосторожности при работе с водородом», перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.**

Процедура

1 Снимите крышку окна анализатора (см. «Снятие крышек МСД» на стр. 80)

2 Закройте клапан напуска, повернув ручку по часовой стрелке.



3 Подключите кабель питания МСД.

4 Нажмите кнопку подачи питания, расположенную спереди МСД.

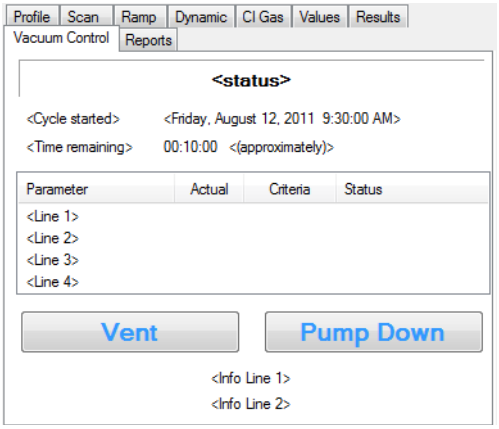
5 Слегка нажмите на боковую панель, чтобы обеспечить герметичность. Нажмите на металлическую коробку на боковой панели.

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

6 Запустите программное обеспечение MassHunter.

7 В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором), выберите **Edit Tune Parameters** (Изменить параметры настройки) в меню **Instrument** (Прибор) для отображения диалогового окна **Manual Tune** (Ручная настройка).

8 В диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка) перейдите на вкладку **Vacuum Control** (Управление вакуумом).



9 Выберите **Pump Down** (Откачка) на вкладке **Vacuum** (Вакуум) и выполняйте указания системы.

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

10 Когда появится соответствующее приглашение, включите нагреватель интерфейса ГХ/МСД и термостат ГХ. Нажмите кнопку **OK**, когда это будет выполнено.

Программное обеспечение включит нагреватели ионного источника и (квадрупольного) фильтра масс. Заданные значения температур хранятся в текущем файле автоматических настроек с расширением *.u.

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

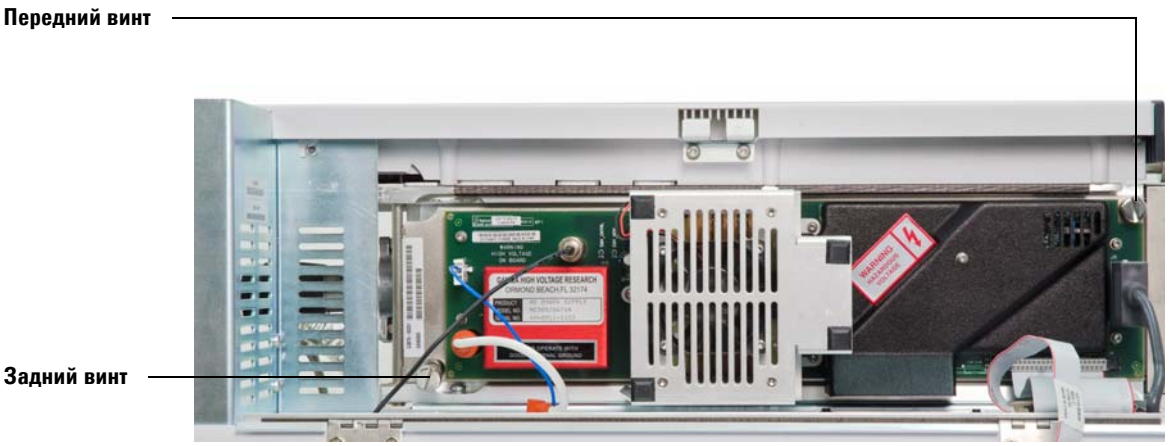
Транспортировка или хранение МСД

Требуемые материалы

- ферула-заглушка (5181-3308)
- Гайка колонки интерфейса (05988-20066)
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

Процедура

1. Выполните напуск в МСД (стр. «Напуск в МСД» на стр. 81).
2. Снимите колонку и установите ферулу-заглушку и гайку интерфейса.
3. Затяните клапан напуска.
4. Отсоедините МСД от ГХ (см. Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977).
5. Отключите кабель нагревателя интерфейса ГХ/МСД от ГХ.
6. Откройте крышку анализатора (стр. «Снятие крышек МСД» на стр. 80).
7. Вручную затяните винты боковой панели.



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

8 Подключите кабель питания МСД к источнику электропитания.

9 Включите МСД, чтобы создать низкий вакуум. Убедитесь, что обороты турбомолекулярного насоса превышают 50% или форвакуумное давление составляет ~1 мм рт.ст.

10 Выключите МСД.

11 Закройте крышку анализатора.

12 Отсоедините кабели ЛС, управления и питания.

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

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

3 Эксплуатация в режиме электронной ионизации (ЭИ)

4
Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Работа в режиме ХИ 97
Интерфейс ГХ/МСД для ХИ 98
Автоматическая настройка ХИ 100
Работа в режиме МСД ХИ 102
Переключение от стандартного или инертного источника ЭУ к источнику ХИ 103
Переключение от источника ЭУ экстрактора к источнику ХИ 104
Откачка МСД в режиме ХИ 105
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ 106
Управление модулем контроля потока газа-реагента 108
Установка потока метана как газа-реагента 112
Использование других газов-реагентов 115
Переключение от источника ХИ к стандартному или инертному источнику ЭУ 118
Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ экстрактора 119
Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана) 120
Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента) 122
Проверка работоспособности в режиме ПХИ 124
Проверка работоспособности в режиме ОХИ 125
Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ 126

В этой главе приведена информация и рекомендации по управлению МСД ХИ серии 5977 в режиме химической ионизации (ХИ). Большинство сведений из предыдущей главы также будут полезны.

Основной материал главы относится к химической ионизации метаном, однако, в одном разделе описывается использование других газов-реагентов.

Программное обеспечение содержит инструкции по управлению газовым потоком и выполнению автоматической настройки ХИ. Параметры автоматической настройки доступны для ХИ с образованием положительных ионов (ПХИ) с газом-реагентом метаном и ХИ с образованием отрицательных ионов (ОХИ) с любым газом-реагентом.

Работа в режиме ХИ

- Всегда используйте максимально чистый метан (относится и к другим видам газов-реагентов, если применимо). Чистота метана должна быть как минимум 99,9995%.
- Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. «Проверка работоспособности системы» на стр. 76.
- Убедитесь, что ионный источник ХИ и уплотнитель наконечника интерфейса ГХ/МСД установлены.
- Убедитесь, что трубки для газа-реагента герметичны и в них нет утечек воздуха. Это можно определить в режиме ПХИ с помощью *m/z* 32 после предварительной подготовки метана.
- Убедитесь, что линия канала ввода газа-реагента оснащена очистителями газа (не применяются для аммиака).

Интерфейс ГХ/МСД для ХИ

Интерфейс ГХ/МСД для ХИ (Рис. 15) – это нагреваемый канал МСД для капиллярной колонки. Он закреплен на правой стороне камеры анализатора и оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

Один конец устройства проходит через стенку ГХ и углубляется в термостат. Этот конец имеет резьбу для присоединения к колонке с помощью гайки и ферулы. Другой конец интерфейса входит в ионный источник. Последние 1 – 2 миллиметра капиллярной колонки выходят за пределы направляющей трубы и входят в ионизационную камеру.

Газ-реагент подсоединен к интерфейсу. Наконечник интерфейса в сборе находится внутри ионизационной камеры. Уплотнитель с пружиной задерживает газ-реагент и не позволяет ему просачиваться от источника ХИ к наконечнику. Газ-реагент поступает в корпус интерфейса и смешивается с газом-носителем и пробой в ионном источнике.

Интерфейс ГХ/МСД нагревается патронным электрическим нагревателем. Обычно нагреватель питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной № 2 газового хроматографа. Температуру интерфейса можно установить в программном обеспечении MassHunter и газовом хроматографе. Датчик (термопара), встроенный в интерфейс, отслеживает температуру.

Этот интерфейс также используется для управления электронным ударом в режиме МСД ХИ. Уплотнитель наконечника ХИ, необходимый для работы в режиме химической ионизации, может оставаться на месте при использовании источника ЭУ экстрактора. Его можно легко заменить на стандартный или инертный источник ЭУ.

Интерфейс имеет рабочий диапазон температур от 250° до 350°C. Поэтому температура интерфейса должна быть несколько выше максимальной температуры термостата, но ***никогда*** не превышать максимальную температуру колонки.

ВНИМАНИЕ! Не допускайте превышения максимальной температуры колонки в интерфейсе ГХ/МСД, термостате ГХ или канале ввода.

ОСТОРОЖНО! **Интерфейс ГХ/МСД работает при высокой температуре. Прикосновение к горячему интерфейсу может привести к ожогам.**

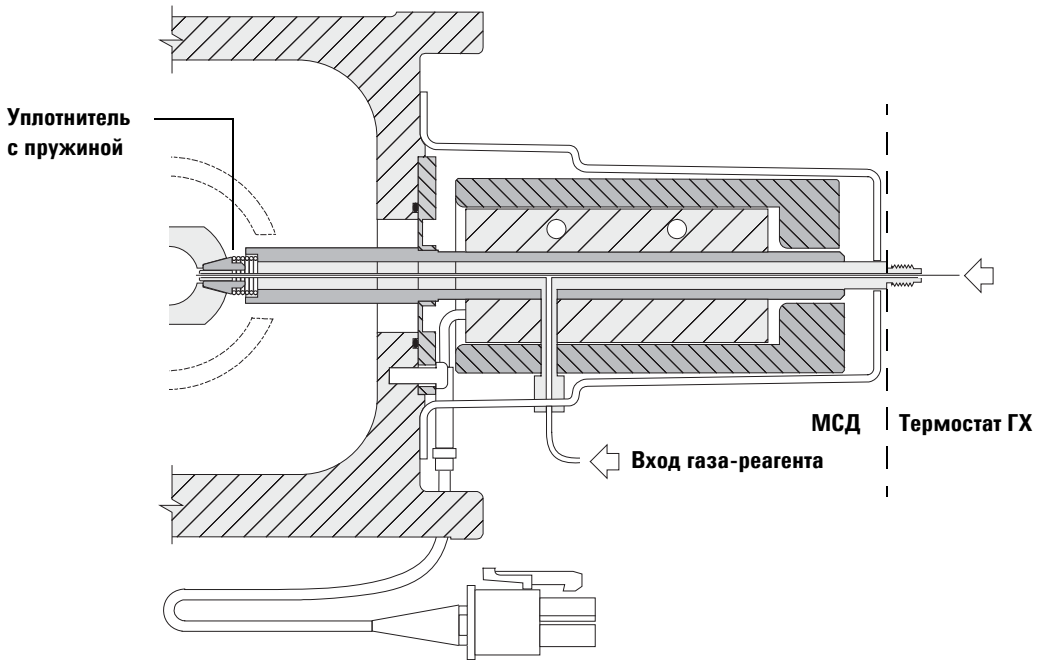


Рис. 15 Интерфейс ГХ/МСД для ХИ

См. также

«Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС» на стр. 41.

Автоматическая настройка ХИ

Завершив регулировку потока газа-реагента, необходимо выполнить настройку линз и электронных компонентов МСД. См. «Настройки газа-реагента» на стр. 101. В качестве калибрующего вещества используется перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо полного заполнения камеры калибрующим веществом, подайте ПФДТД напрямую в ионизационную камеру через интерфейс ГХ/МСД с помощью модуля управления потоком газа.

ВНИМАНИЕ! Каждый раз при переключении от источника ЭУ к источнику ХИ или после вентиляции по какой-либо другой причине необходимо продувать МС и выполнять его отжиг не менее 2 х часов, прежде чем выполнять настройку. Более длительный отжиг рекомендуется для работы с пробами, требующими оптимальной чувствительности.

Автоматическая настройка ПХИ предусмотрена только для метана, т.к. при работе в режиме с образованием положительных ионов газы не образуют другие ионы ПФДТД. Ионы ПФДТД видимы в ОХИ любого газа-реагента. Сначала всегда настраивайте ПХИ метана, несмотря на режим или газ-реагент, который планируете использовать для анализа.

Критериев работоспособности настройки не существует. Если автоматическая настройка ХИ завершена, значит, она пройдена.

Однако значение ЭУм вольт (напряжение электронного умножителя), равное или превышающее 2600 В, указывает на наличие проблемы. Если для метода требуется значение ЭУм + 400 вольт, возможно, полученные данные недостаточно чувствительны.

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. «Проверка работоспособности системы» на стр. 76. Всегда настраивайте в ПХИ режим МСД ХИ первым, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Таблица 15 Настройки газа-реагента

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Н/Д
Эмиссия	150 μA	50 μA	150 μA	50 μA	150 μA	50 μA	35 μA
Энергия электронов	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	70 эВ
Нить накала	1	1	1	1	1	1	1 или 2
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
ЭУм вольт	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Стопорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Выбор типа газа	A	A	B	B	B	B	Нет
Предполагаемый поток	20%	40%	20%	40%	20%	40%	Н/Д
Температура источника	250°C	150°C	250°C	150°C	250°C	150°C	230°C
Температура КФМ	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
Температура интерфейса	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C
Автоматическая настройка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да

Н/Д Не доступно

Работа в режиме МСД ХИ

Управление МСД в режиме ХИ немного сложнее, чем управление в режиме ЭУ. После выполнения настройки, возможно, потребуется оптимизировать газовый поток, температуру источника (Таблица 16) и энергию электронов специально в соответствии с определенным анализируемым веществом.

Таблица 16 Температура для работы в режиме ХИ

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

Запуск системы в режиме ПХИ

При включении системы в режиме ПХИ можно выполнить следующие действия.

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

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

В зависимости от вида применения, во время запуска системы используйте скорость потока газа-реагента, как приведено ниже:

- Установка потока газа-реагента (до 20) в режиме ПХИ (1 мл/мин);
- Установка потока газа-реагента (до 40) в режиме ОХИ (2 мл/мин).

Переключение от стандартного или инертного источника ЭУ к источнику ХИ

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ).

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

Процедура

1. Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.
2. Откройте анализатор. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.
3. Извлеките ионный источник ЭУ. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.

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

4. Установите ионный источник ХИ. См. «Установка ионного источника ХИ» на стр. 167.
5. Установите уплотнитель наконечника интерфейса ХИ/экстрактора (номер части G1999-60412). См. «Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора» на стр. 169.
6. Закройте анализатор. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.
7. Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ХИ» на стр. 105.

Переключение от источника ЭУ экстрактора к источнику ХИ

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ).

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

ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет. См. «Статическое электричество» на стр. 134. Примите меры безопасности для защиты от статического электричества ***перед*** открытием камеры анализатора.

Процедура

1. Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.
2. Откройте анализатор. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.
3. Извлеките ионный источник ЭУ экстрактора. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.
4. Извлеките коричневый провод экстрактора из сквозной панели и поместите его на хранение с источником ЭУ экстрактора. См. Рис. 13, на стр. 87.
5. Установите ионный источник ХИ. См. «Установка ионного источника ХИ» на стр. 167.
6. Закройте анализатор. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.
7. Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ХИ» на стр. 105.

Откачка МСД в режиме ХИ

При выполнении этой процедуры предполагается, что прибор будет настроен с помощью ПХИ с использованием метана, после стабилизации системы.

Процедура

1 Выполните инструкции для МСД в режиме ЭУ. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

Когда программное обеспечение предложит включить нагреватель интерфейса и термостат ГХ, выполните следующие действия.

2 В диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка) перейдите на вкладку **Values** (Значения), чтобы наблюдать за уменьшением давления (с установленным вакуумметром для измерения высокого вакуума).

3 В диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка) перейдите на вкладку **CI Gas** (Газ в режиме ХИ) в области **Valve Settings** (Настройки клапанов) и закройте **Gas Valve A** (Газовый клапан А), **Gas Valve B** (Газовый клапан В) и **ShutOff Valve** (Стопорный клапан).

4 Убедитесь, что файл **PCICH4.U** загрузился (вверху слева в диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка)) и перейдите на вкладку **Values** (Значения), чтобы принять заданные значения температуры.

Всегда начинайте работу и проверяйте работоспособность системы в режиме ПХИ перед переключением в ОХИ.

5 Установите температуру интерфейса ГХ/МСД 280°C.

6 Установите значение **Gas A (methane)** (Газ А (метан)) 20%.

7 Оставьте систему на минимум 2 часа для промывки и отжига. Если будет выполняться работа в режиме ОХИ, для достижения лучшей чувствительности оставьте МСД в процессе отжига на ночь.

Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы ГХ/МС в режиме электронного удара (ЭУ).

Процедура

1 Переключитесь в режим просмотра **Tune and Vacuum Control** (Управление настройкой и вакуумом) и выберите **Load Tune Parameters** (Загрузить параметры настройки) в меню **File** (Файл). Загрузите файл настроек **PCICH4.U**.

2 Если данный файл для автоматической настройки ХИ используется впервые, программа подскажет дальнейшие действия с помощью диалоговых окон. *Примите все значения по умолчанию, изменяйте значения только в том случае, если это крайне необходимо.*

Значения настройки оказывают очень большое влияние на работу МСД. Настраивая ХИ в первый раз, всегда используйте значения по умолчанию, а затем выполните необходимые корректировки в соответствии с конкретными условиями. См. Таблица 17 для получения сведений о значениях по умолчанию в диалоговом окне Tune Control Limits (Пределы управления настройкой). Данные пределы используются только для автоматической настройки. *Не* следует путать эти настройки с другими параметрами, настраиваемыми в окне Edit MS Parameters (Редактировать параметры МС) или содержащимися в отчете о настройке.

Таблица 17 Пределы управления настройкой по умолчанию, используются только для автоматической настройки ХИ

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак	
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Заданное значение интенсивности	$1x10^6$	$1x10^6$	Н/Д	$1x10^6$	Н/Д	$1x10^6$
Заданная ширина пика	0,6	0,6	Н/Д	0,6	Н/Д	0,6
Максимальный показатель отражателя	4	4	Н/Д	4	Н/Д	4
Максимальный ток эмиссии, мкА	240	50	Н/Д	50	Н/Д	50
Максимальная энергия электронов, эВ	240	240	Н/Д	240	Н/Д	240

Примечания Таблица 17:

- **Н/Д** Не доступно. Ионы ПФДТД формируются в режиме ПХИ с помощью любого газа-реагента, поэтому автоматическая настройка ХИ не выполняется в данной конфигурации.
- **Полярность ионов** При запуске в режиме ПХИ всегда начинайте с метана, а затем переходите на нужную полярность и газ-реагент.
- **Заданное значение интенсивности** Настраивается ниже или выше для получения сигнальной интенсивности. Более высокая интенсивность сигнала вызывает более высокий уровень интенсивности шума. Настройка осуществляется для сбора данных путем установки потенциала напряжения электронного умножителя в методе.
- **Заданная ширина пика** Повышенный показатель дает более высокую чувствительность, пониженное значение дает лучшее расщепление.
- **Максимальный ток эмиссии** Это очень сложный показатель для ОХИ, который должен подбираться опытным путем. Например, оптимальный показатель тока эмиссии для пестицидов может составлять 200 мкА.

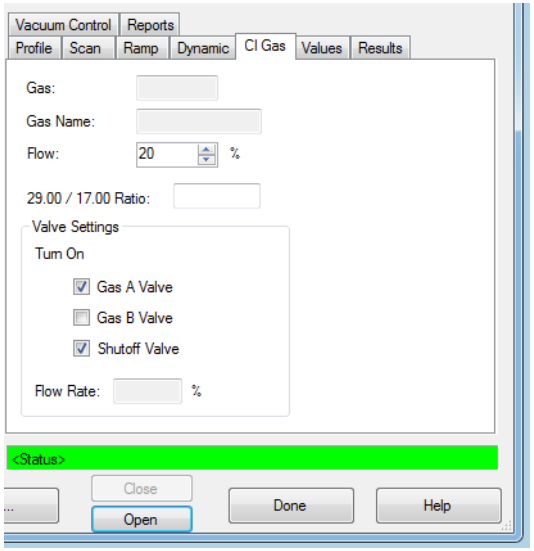
Управление модулем контроля потока газа-реагента

ВНИМАНИЕ! Каждый раз при переключении системы с режима ЭУ на режим ХИ или после напуска по какой-либо другой причине необходимо выполнять отжиг МС не менее 2 часов, прежде чем выполнять настройку.

ВНИМАНИЕ! Продолжение работы с автоматической настройкой ХИ при наличии протечки воздуха или большого количества воды в МС, вызовет *серьезное* засорение ионного источника. В этом случае необходимо *выполнить напуск в МС* и *очистить ионный источник*.

Процедура

1 В диалоговом окне **Manual Tune** (Ручная настройка) перейдите на вкладку **CI Gas** (Газ в режиме ХИ), чтобы перейти к настройкам параметров контроля потока газа в режиме ХИ.



2 В области **Valve Settings** (Настройки клапанов) выберите газ-реагент для текущего файла настроек. При выборе **Gas A Valve** (Клапан газа А) или **Gas B Valve** (Клапан газа В) в поле **Gas** (Газ), появится соответствующий клапан газа **A** или **B**, а также название газа в поле **Gas Name** (Название газа).

   Система очищает газовые линии в течение 6 минут, затем включает выбранный газ (А или В). Это происходит для того, чтобы снизить смешивание газов в линиях.

3 Введите в поле **Flow** (Поток) заданное значение потока газа-реагента. Значение должно быть в процентном отношении от максимальной скорости потока. Рекомендованное значение потока составляет 20% для источника ПХИ и 40% для ОХИ.

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

4 Чтобы начать подачу потока газа-реагента, выберите **Shutoff Valve** (Запорный клапан).

   Система отключит поток подаваемого газа и оставит открытым запорный клапан (Рис. 16). Это происходит для того, чтобы удалить остаточный газ из линий. Как правило, время очистки составляет 6 минут, затем запорный клапан закрывается.

Модуль управления газовым потоком

Модуль управления потоком газа-реагента ХИ регулирует подачу газа-реагента в интерфейс ГХ/МСД. Этот модуль состоит из контроллера массового расхода (КМР), газовых клапанов, калибровочного клапана ХИ, стопорного клапана, управляющего электронного компонента и трубок. См. Рис. 16 и Таблица 18 на стр. 114.

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

Стопорный клапан защищает модуль управления газовым потоком от попадания воздуха при напуске в МСД или от попадания ПФТБА при работе в режиме ЭУ.

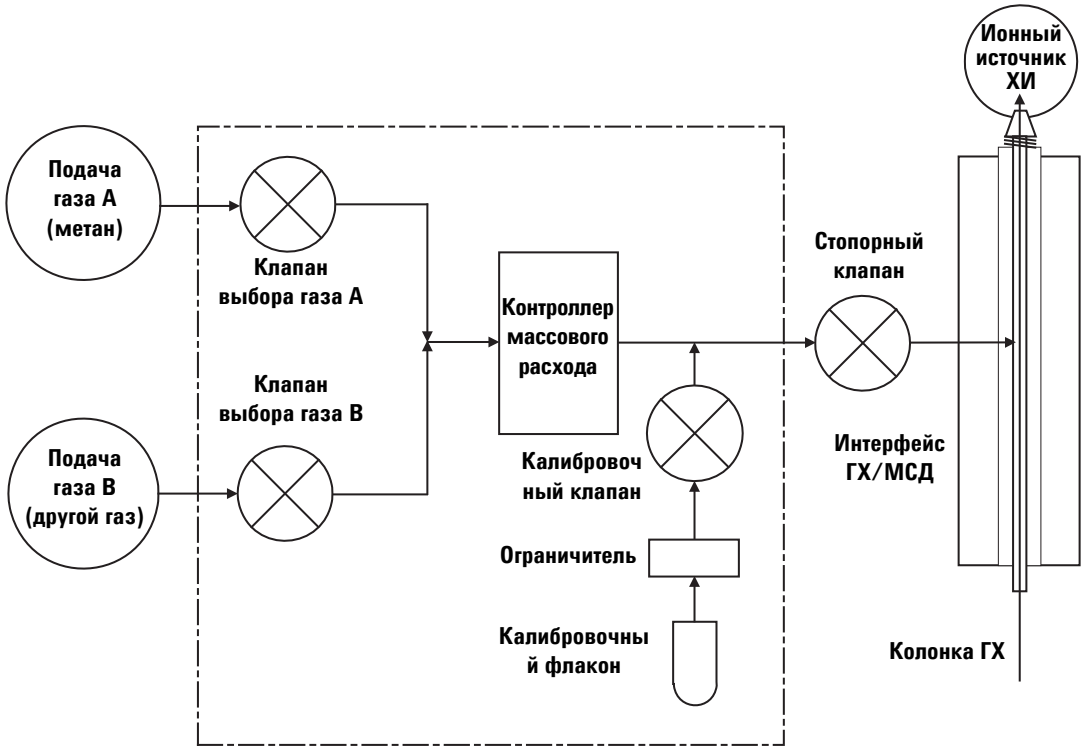


Рис. 16 Схема модуля управления потоком газа-реагента

Таблица 18 Диаграмма состояния модуля управления потоком

Результат	Поток газа A	Поток газа B	Очистка газом A	Очистка газом B	Откачка из модуля потока	Ждущий режим, напуск или режим ЭУ
Газ A	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт	Закрыт
Газ B	Закрыт	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт
КМР	Вкл. → заданное значение	Вкл. → заданное значение	Вкл. → 100%	Вкл. → 100%	Вкл. → 100%	Выкл. → 0%
Стопорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт

Состояния **Open** (Открыт) и **Closed** (Закрыт) отображаются на экране как **1** и **0** соответственно.

Установка потока метана как газа-реагента

Перед настройкой системы ХИ необходимо настроить поток газа-реагента, чтобы обеспечить максимальную стабильность. Выполните ***первоначальную*** настройку для метана в режиме химической ионизации с образованием положительных ионов (ПХИ). Процедура настройки недоступна в режиме химической ионизации с образованием отрицательных ионов (ОХИ), т.к. в этом режиме отсутствуют отрицательные реагентные ионы.

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

Система данных подскажет порядок действий во время настройки потока.

Процедура

1. Выполните стандартную автоматическую настройку. используя источник ЭУ, сохраните отчет и запишите давление. См. «Настройка МСД в режиме ЭУ» на стр. 74.
2. Выполните вентиляцию системы. См. «Напуск в МСД» на стр. 61.
3. Установите источник ХИ. «Установка ионного источника ХИ» на стр. 167.
4. Выполните откачку системы. См. «Откачка МСД в режиме ХИ» на стр. 105.
5. Дождитесь пока показатель давления станет примерно равным записанному значению для автоматической настройки ЭУ. См. «Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ» на стр. 126.
6. В режиме просмотра Manual Tune (Ручная настройка) в меню **Execute** (Выполнить) выберите **Bake out MSD** (Отжиг МСД) для отображения диалогового окна **Specify Bake Out parameters** (Задать параметры прогрева). Установите время отжига не меньше 2 часов, настройте другие параметры и нажмите кнопку **OK**, чтобы начать процедуру.

ВНИМАНИЕ!

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

Продолжение работы с автоматической настройкой ХИ при наличии протечки воздуха или большого количества воды в МСД, вызовет *серьезное* засорение ионного источника. В этом случае необходимо *выполнить напуск в МСД* и *очистить ионный источник*.

7 Выберите **Methane Pretune** (Предварительная настройка для метана) в меню Setup (Настройка) и выполняйте указания системы. Для получения дополнительных сведений см. интерактивную справку к программному обеспечению MassHunter.

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

8 Изучите график профиля ионов-реагентов на дисплее.

- Убедитесь, что в отметке *m/z* 32 нет видимых пиков. Пик в данной отметке свидетельствует о наличии протечки воздуха. Устраните протечку, прежде чем продолжать работу. При работе в режиме ХИ с протечкой воздуха, ионный источник быстро загрязняется.
- Убедитесь, что пик *m/z* 19 (протонированная вода) на 50% меньше, чем пик *m/z* 17.

9 При появлении приглашения, нажмите кнопку **OK**, чтобы отрегулировать поток метана.

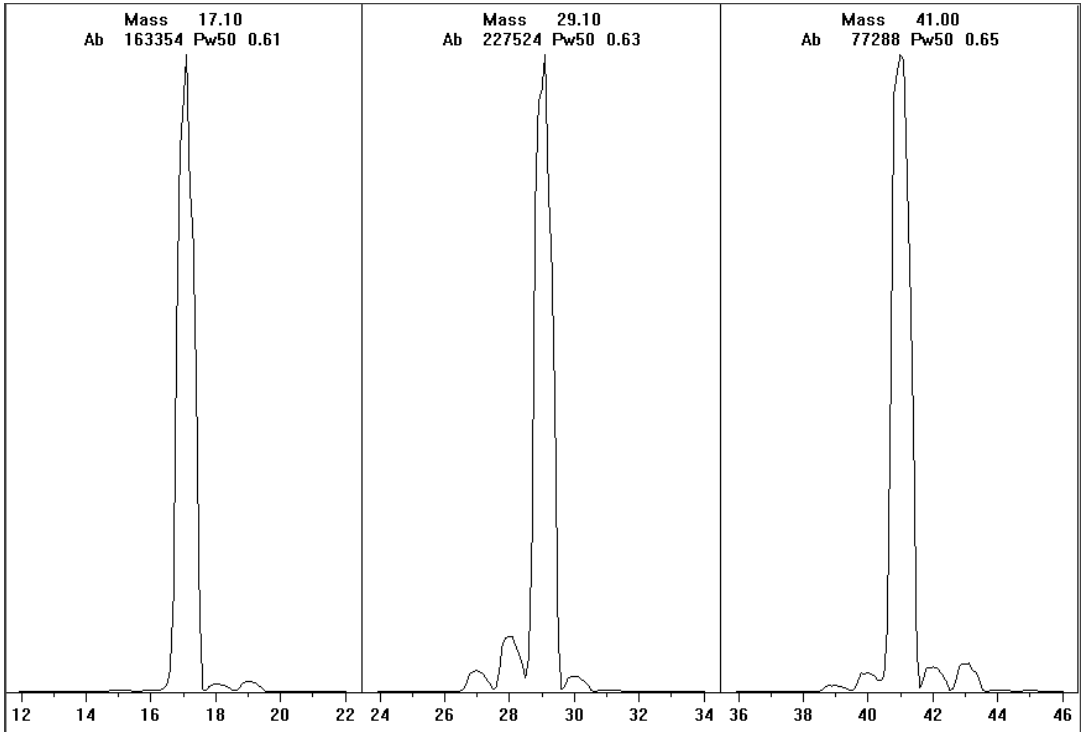


Рис. 17 Графики ионов-реагентов после очень длительного отжига

Предварительная настройка для метана, если прошло более суток после отжига

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

Использование других газов-реагентов

В этой главе приведено описание использования изобутана или аммиака в качестве газов-реагентов. Перед применением других газов-реагентов требуется ознакомиться с работой МСД серии 5977, оснащенного системой ХИ с использованием метана в качестве газа-реагента.

ВНИМАНИЕ! Не используйте закись азота в качестве газа-реагента. Она значительно сокращает срок службы нити накала.

Замена газа-реагента с метана на другой газ, например изобутан или аммиак, меняет химию процесса ионизации и образует другие ионы на выходе. Общее описание основных реакций химической ионизации приведено в Руководстве по концепциям серии 5977. При отсутствии опыта в химической ионизации рекомендуется ознакомиться с этой информацией перед тем, как продолжить.

ВНИМАНИЕ! Не все действия по настройке можно выполнять во всех режимах и со всеми газами-реагентами. Для получения подробной информации см. Таблица 19.

Таблица 19 Газы-реагенты

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

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

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

ХИ с изобутаном

Для химической ионизации обычно используется изобутан (C_4H_{10}), если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация. Это вызвано тем, что сродство к протону у изобутана выше, чем сродство к протону у метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

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

ХИ с аммиаком

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

Поскольку многие интересующие исследователей вещества имеют недостаточное сродство к протону, спектры химической ионизации аммиака часто возникают при добавлении NH_4^+, и затем в некоторых случаях, от последующей потери воды. Спектры реагент-ионов аммиака имеют основные ионы при *m/z* 18, 35 и 52, соответствующие NH_4^+, $NH_4(NH_3)^+$ и $NH_4(NH_3)_2^+$.

Чтобы настроить МСД для химической ионизации изобутана или аммиака, выполните следующую процедуру:

Процедура

1 Выполните стандартную автоматическую настройку ХИ с образованием положительных ионов с метаном и ПФДТД. См. «Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)» на стр. 120.

2 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) в меню **Tune**, щелкните **Tune Wizard** (Мастер настройки) и при появлении приглашения выберите **Isobutane** (Изобутан) или **Ammonia** (Аммиак). При этом меню изменится для использования выбранного газа, и будут выбраны используемые по умолчанию параметры настройки.

3 При появлении приглашения, выберите **Gas B** (Газ B). (порт, к которому подсоединена трубка подачи изобутана или аммиака). Следуйте инструкциям и запросам мастера настройки и установите поток газа на 20%.

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

4 Щелкните **Isobutane** (or **Ammonia**) **Flow Adjust** (Настройка потока изобутана или аммиака) в меню **Execute** (Выполнить).

В режиме ПХИ не существует автоматической настройки ХИ для изобутана или аммиака.

Если требуется запустить ОХИ с изобутаном или аммиаком, загрузите файл **NCICH4.U** или существующий файл настроек ОХИ для определенного газа. Для получения дополнительных сведений о работе в режиме ХИ с использованием аммиака, см. указание по применению «Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs» (Применение газа-реагента аммиака для химической ионизации на МСД Agilent серии 5977) (5989-5170EN).

ВНИМАНИЕ! Использование аммиака влияет на требования к обслуживанию МСД. Для получения дополнительной информации см. «Обслуживание ХИ».

ВНИМАНИЕ! Давление подачи аммиака должно быть меньше, чем 5 psig. Более высокие давления могут привести к сжатию аммиака и переход из газообразного состояния в жидкое.

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

Аммиак имеет тенденцию разрушать жидкости вакуумного насоса и уплотнители. ХИ аммиака вызывает необходимость более часто выполнять обслуживание вакуумной системы. (См. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977*).

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

ХИ с диоксидом углерода

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

Переключение от источника ХИ к стандартному или инертному источнику ЭУ

Процедура

ВНИМАНИЕ! Всегда надевайте чистые перчатки при контакте с анализатором или другими внутренними компонентами камеры анализатора.

ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества ***прежде*** чем открыть камеру анализатора. См. «Статическое электричество» на стр. 134.

1. В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81. Программа предложит соответствующие действия.
2. Откройте анализатор. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.
3. Снимите уплотнитель наконечника интерфейса ХИ/экстрактора. См. «Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора» на стр. 169.
4. Установите ионный источник ЭУ. См. «Установка ионного источника ЭУ» на стр. 160.
5. Поместите ионный источник ХИ и уплотнитель наконечника интерфейса в коробку для хранения ионного источника.

6 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

7 Загрузите файл настроек ЭУ.

Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ экстрактора

ВНИМАНИЕ! Всегда надевайте чистые перчатки при контакте с анализатором или другими внутренними компонентами камеры анализатора.

ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества ***прежде*** чем открыть камеру анализатора. См. «Статическое электричество».

Процедура

1 В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81. Программа предложит соответствующие действия.

2 Откройте анализатор. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

3 Извлеките ионный источник ХИ. См. «Извлечение ионного источника ХИ» на стр. 171. Здесь нет необходимости извлекать уплотнитель наконечника, в отличие от процедуры со стандартным или инертным источником ЭУ. Уплотнитель наконечника интерфейса ХИ плотно прижмется к источнику ЭУ экстрактора.

4 Установите источник ЭУ экстрактора. См. «Установка ионного источника ЭУ» на стр. 160.

5 Найдите коричневый провод экстрактора в коробке хранения и подсоедините его к линзе экстрактора и панели источника.

6 Поместите ионный источник ХИ в коробку для хранения.

7 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

8 Загрузите файл настроек ЭУ.

Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)

ВНИМАНИЕ!

Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). Всегда настраивайте в ПХИ режим МСД ХИ первым, даже если планируется использовать режим ОХИ.

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

Процедура

1. Сначала убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ. См. «Проверка работоспособности системы» на стр. 76.
2. Загрузите файл настроек **PCICH4.U** или существующий файл настроек для используемого газа-реагента.

   Если используется существующий файл настроек, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.
3. Примите значения по умолчанию.
4. Выполните настройку для метана. См. «Установка потока метана как газа-реагента» на стр. 112.
5. В меню **Tune** (Настройка) нажмите **CI Autotune** (Автоматическая настройка ХИ).

Критериев работоспособности настройки не существует. Если автоматическая настройка ХИ завершена, значит, она пройдена (Рис. 18). Если при настройке устанавливается напряжение ЭУм 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает ЭУм вольт «+400» или выше.

В отчете автоматической настройки содержится информацию о воздухе и воде в системе. См. «Отчет автоматической настройки ПХИ» на стр. 121.

Отношение 19/29 указывает на содержание воды.

Отношение 32/29 указывает на содержание кислорода.

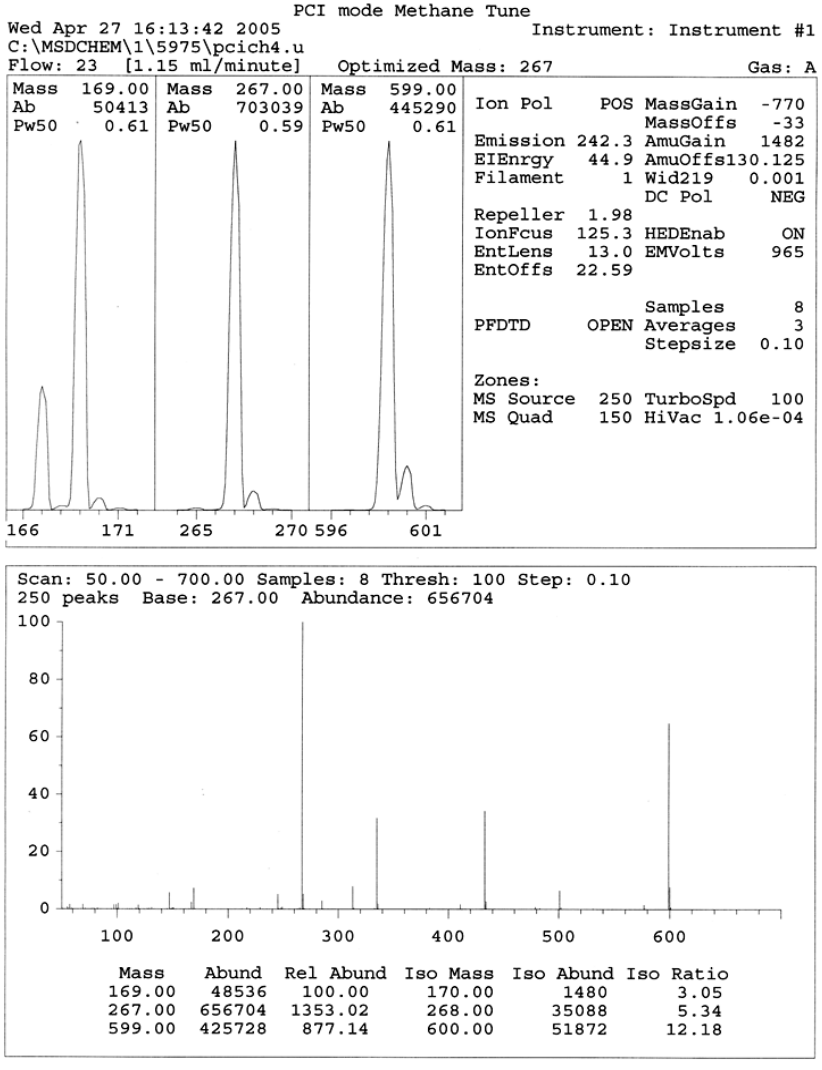


Рис. 18 Отчет автоматической настройки ПХИ

Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. «Проверка работоспособности системы» на стр. 76. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в режиме ПХИ с использованием метана в качестве газа-реагента, даже если планируется использовать другой газ-реагент или режим ОХИ.

Процедура

1. В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) загрузите файл **NCICH4.U** (или существующий файл настроек для используемого газа-реагента).
2. В меню Setup (Настройка) выберите **CI Tune Wizard** (Мастер настройки ХИ) и выполняйте указания системы.

   Примите выбранные по умолчанию значения температуры и других настроек.

   Если используется существующий файл настроек, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.
3. В меню Tune (Настройка) нажмите **CI Autotune** (Автоматическая настройка ХИ).

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

Критериев работоспособности настройки не существует. Если автоматическая настройка ХИ завершена, значит, она пройдена (Рис. 19). Если при настройке устанавливается напряжение ЭУм 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает ЭУм вольт «+400» или выше.

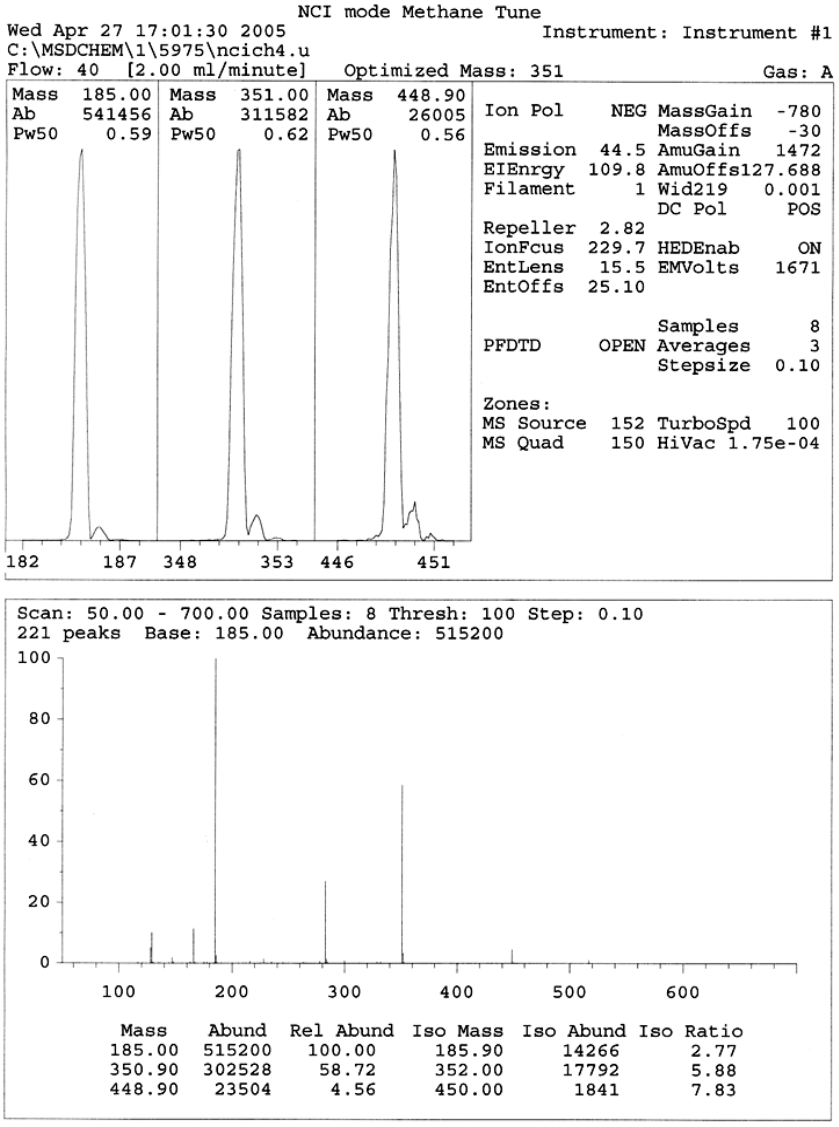


Рис. 19 Автоматическая настройка ОХИ

Проверка работоспособности в режиме ПХИ

Требуемые материалы

- Бензофенон, 100 пг/мл (8500-5440)

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. стр. 76. Всегда настраивайте в ПХИ режим МСД ХИ первым, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

1. Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
2. Убедитесь, что загружен файл настроек **PCICH4.U**.
3. Выберите **Gas A** (Газ А) и установите поток на 20%.
4. В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) выполните настройку ХИ. См. «Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ экстрактора» на стр. 119.
5. Запустите автоматическую настройку ХИ. См. «Автоматическая настройка ХИ» на стр. 100.
6. Запустите метод чувствительности ПХИ **BENZ_PCI.M**, используя 1 мл бензофенона 100 пг/мл.
7. Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Проверка работоспособности в режиме ОХИ

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

Требуемые материалы

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

ВНИМАНИЕ! Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ, всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. «Проверка работоспособности системы». Всегда настраивайте в ПХИ режим МСД ХИ первым, даже если планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

1. Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
2. Загрузите файл настроек **NCICH4.U** и примите заданные значения температуры.
3. Выберите **Gas A** (Газ А) и установите поток на 40%.
4. В режиме просмотра Tune and Vacuum Control (Управление настройкой и вакуумом) запустите автоматическую настройку ХИ. См. «Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)».

   Обратите внимание, что не существует никаких критериев «прохождения» проверки автоматической настройки ХИ. Если автоматическая настройка завершена, значит, она пройдена.
5. Запустите метод чувствительности ОХИ: OFN_NCI.M, используя 2 мл ОФН 100 фг/мл.
6. Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ

ОСТОРОЖНО! **При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте микро-ионный вакуумметр, если существует вероятность, что водород накопился в коллекторе. Прочтите «Меры предосторожности при работе с водородом», перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.**

Процедура

1. Запустите МСД и выполните откачку. См. «Откачка МСД в режиме ХИ» на стр. 105.
2. В режиме просмотра Tune (Настройка) и Vacuum Control (Управление вакуумом) выберите **Turn Vacuum Gauge on/off** (Включить/выключить вакуумметр) в меню **Vacuum** (Вакуум).
3. В режиме просмотра Instrument Control (Управление прибором) можно настроить монитор МС для считывания. Показания вакуума также можно считывать с ЛПУ или экрана Manual Tune (Ручная настройка).

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

Наибольшее влияние на рабочее давление оказывает поток газа-носителя (в колонке). Таблица 20, на стр. 127 содержит данные о типичном давлении для различных значений потока газа-носителя (гелия). Эти данные являются приблизительными и отличаются для различных приборов.

Типичные показания давления

Используйте микро-ионный вакуумметр G3397A. Обратите внимание, что регулятор расхода массы откалиброван для метана, а вакуумметр — для азота, поэтому данные значения являются не точными, но могут использоваться в качестве ориентира (Таблица 20, на стр. 127). Они были получены в следующих условиях. Обратите внимание, что это типичные температуры ПХИ:

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

Таблица 20 Настройки контроллера массового расхода и типичные показания давления

КМР	Давление (мм рт.ст.)	
(%)	Метан	Аммиак
	МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ (производительный турбомолекулярный насос)	МСД ЭУ/ПХИ/ОХИ (производительный турбомолекулярный насос)
10	$5{,}5 \times 10^{-5}$	$5{,}0 \times 10^{-5}$
15	$8{,}0 \times 10^{-5}$	$7{,}0 \times 10^{-5}$
20	$1{,}0 \times 10^{-4}$	$8{,}5 \times 10^{-5}$
25	$1{,}2 \times 10^{-4}$	$1{,}0 \times 10^{-4}$
30	$1{,}5 \times 10^{-4}$	$1{,}2 \times 10^{-4}$
35	$2{,}0 \times 10^{-4}$	$1{,}5 \times 10^{-4}$
40	$2{,}5 \times 10^{-4}$	$2{,}0 \times 10^{-4}$

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

5
Общее обслуживание

Перед началом обслуживания 130
Обслуживание вакуумной системы 135
Обслуживание анализатора 136
Извлечение ионного источника ЭУ 138
Разборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ 141
Разборка ионного источника ЭУ экстрактора 144
Очистка ионного источника ЭУ 147
Сборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ 151
Сборка ионного источника ЭУ экстрактора 155
Замена нити накала в источнике ЭУ 158
Установка ионного источника ЭУ 160
Замена рожка для электронного умножителя 162

Перед началом обслуживания

Многие процедуры обслуживания МСД можно выполнять самостоятельно. Перед выполнением любых действий по обслуживанию, прочтите всю информацию в этой главе, чтобы обеспечить собственную безопасность.

Таблица 21 Запланированное обслуживание

Задача	Каждую неделю	Каждые 6 месяцев	Каждый год	При необходимости
Настройка МСД				X
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	X			
Проверка калибровочных флаконов		X		
Замена масла в форвакуумном насосе*		X		
Замена жидкости диффузионного насоса			X	
Проверка сухого форвакуумного насоса				X
Замена уплотнителя наконечника сухого форвакуумного насоса			X	
Замена выпускного фильтра сухого форвакуумного насоса				X
Замена синего масляного фильтра DS42 форвакуумного насоса				X
Очистка ионного источника				X
Проверка ловушек газа-носителя на ГХ и МСД				X
Замена изношенных частей				X
Смазка боковой панели или кольцевых уплотнителей клапана напуска†				X
Замена газа-реагента ХИ				X
Замена газовых расходных материалов ГХ				X

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

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

Запланированное обслуживание

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

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

Инструменты, запасные части и расходные материалы

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

Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

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

- Электропроводка и предохранители между разъемом кабеля питания и выключателем питания

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

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

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

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

Некоторые процедуры в этой главе требуют доступа к внутренней части МСД при включенном питании прибора. Не снимайте защитные крышки с любых электронных компонентов при выполнении этих процедур. Чтобы уменьшить риск поражения током будьте осторожны при выполнении процедур.

Опасная температура

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

- Интерфейс ГХ/МСД
- Компоненты анализатора
- Вакуумные насосы

ОСТОРОЖНО! **Никогда не прикасайтесь к этим компонентам, когда МСД включен. После выключения МСД, дождитесь, чтобы эти компоненты остыли, перед его обслуживанием.**

ОСТОРОЖНО! **Нагреватель интерфейса ГХ/МСД питается от термозоны ГХ. Нагреватель интерфейса может быть включен и иметь высокую температуру, даже если МСД выключен. Интерфейс ГХ/МСД хорошо изолирован. Даже после выключения он остывает очень медленно.**

ОСТОРОЖНО! **Форвакуумный насос может привести к ожогу, если прикоснуться к нему во время работы. Он оснащен защитной перегородкой, защищающей пользователя от прикосновения к насосу.**

Каналы ввода ГХ и термостат ГХ также работают при очень высоких температурах. Соблюдайте вышеприведенные меры предосторожности при работе с этими компонентами. Для получения дополнительных сведений см. документацию, прилагаемую к ГХ.

Химический остаток

Только небольшая часть образца ионизируется ионным источником. Большая часть любых проб проходит через ионный источник без ионизации. Ее удаляют с помощью вакуумной системы. В результате этого, отработанные газы из форвакуумного насоса будут содержать следы газа носителя и проб. Отработанные газы из стандартного форвакуумного насоса также содержат мелкие капли масла из форвакуумного насоса.

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

ОСТОРОЖНО! **Масляная ловушка, поставляемая со стандартным форвакуумным насосом, останавливает только масло данного насоса. Она не улавливает и не отфильтровывает токсичные вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются токсичные химические вещества, не используйте эту ловушку для масла. Не используйте ловушку при работе с МСД ХИ. Установите гибкий шланг, чтобы выводить откачиваемые форвакуумным насосом газы вне помещения на открытый воздух или в вытяжное устройство.**

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

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

Статическое электричество

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

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

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

ВНИМАНИЕ!

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

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

Обслуживание вакуумной системы

Периодическое обслуживание

Как указано ранее Таблица 21, некоторые задачи обслуживания вакуумной системы должны выполняться периодически. Они включают следующее:

- Проверка жидкости форвакуумного насоса (каждую неделю)
- Проверка калибровочных виал (каждые 6 месяцев)
- Балластировка форвакуумного насоса (ежедневно для МСД, использующих аммиак в качестве газа-реагента)
- Замена масла в форвакуумном насосе (каждые 6 месяцев; каждые 3 месяца для МСД ХИ, использующих аммиак в качестве газа-реагента)
- Затягивание винтов масляного контейнера форвакуумного насоса (первая замена масла после установки)
- Замена жидкости диффузионного насоса (один раз в год)
- Замена уплотнителей сухого форвакуумного насоса (один раз в год)

Невыполнение этих действий в необходимые сроки может привести к снижению работоспособности, а также повреждению прибора.

Другие процедуры

Такие задачи, как замена вакуумметра форвакуумного насоса или микро-ионного вакуумметра, следует выполнять только по мере необходимости. Для получения сведений о признаках, указывающих на необходимость выполнить обслуживание, см. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977* и интерактивную справку к программному обеспечению MassHunter.

Дополнительная информация

Если требуется дополнительная информация о местонахождении или функциях вакуумных компонентов системы, см. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977*.

Большинство процедур, описанных в этой главе показаны в видеороликах, содержащихся на DVD-дисках Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Utilities (Программы и документация пользователя оборудования ГХ/ГХМСД и ГХ Agilent) и 5977 Series MSD User Information (Документация пользователя МСД серии 5977).

Обслуживание анализатора

Планирование

Для компонентов анализатора не требуется периодического обслуживания. Однако необходимо выполнять некоторые действия, если режим работы МСД указывает на их необходимость. Они включают следующее:

- Очистка ионного источника
- Замена нитей накала
- Замена рожка для электронного умножителя

В Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок содержится информация о симптомах, указывающих на необходимость обслуживания анализатора. В интерактивной справке к программному обеспечению MassHunter содержится более обширная информация по устранению неполадок.

Меры предосторожности

Чистота

Содержите компоненты в чистоте во время обслуживания анализатора. Процедура обслуживания анализатора включает открытие камеры анализатора и извлечение его внутренних компонентов. Во время процедуры обслуживания анализатора будьте осторожны, чтобы не загрязнить анализатор или внутреннее пространство камеры анализатора. Всегда надевайте чистые перчатки во время процедуры обслуживания анализатора. Завершив очистку, необходимо выполнить тщательный отжиг компонентов перед их повторной установкой на место. После очистки, компоненты анализатора нужно поместить на чистую, безворсовую ткань.

ВНИМАНИЕ! Неправильно выполненное обслуживание анализатора может привести к загрязнению МСД.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор работает при высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

Статическое электричество может повредить некоторые компоненты

Провода, контакты и кабеля, подключенные к компонентам анализатора могут проводить статическое электричество (СЭ) к платам электронных приборов, с которыми они соединены. Это особенно относится к проводам квадрупольного фильтра масс (КФМ), которые могут провести статическое электричество к чувствительным компонентам печатной платы. СЭ не может сразу вызвать неисправность, однако, оно постепенно ухудшает работу и стабильность МСД. Для получения дополнительной информации см. стр. 134.

ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет (см. стр. 134) и примите меры безопасности для защиты от статического электричества ***перед*** открытием камеры анализатора.

Некоторые компоненты анализатора нельзя разбирать

Квадрупольному фильтру масс (КФМ) не требуется периодическое обслуживание. В большинстве случаев КФМ не следует разбирать. В случае чрезмерного загрязнения, его можно очистить, но такую процедуру должен выполнять обученный представитель сервисной службы Agilent Technologies. Не трогайте керамический изолятор высокоэнергетического динода (ВЭД).

ВНИМАНИЕ! Неправильное обращение или очистка фильтра масс может повредить его, а также повлиять серьезным и отрицательным образом на работу прибора. Не трогайте керамический изолятор ВЭД.

Дополнительная информация

Если требуется дополнительная информация о местонахождении или функциях компонентов анализатора, см. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977.*

Большинство процедур, описанных в этой главе показаны в видеороликах.

Извлечение ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Острогубцы (8710-1094).

Процедура



1 Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.

2 Откройте камеру анализатора. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

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

3 Если используется стандартный источник ЭУ, отсоедините семь проводов от ионного источника. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (Рис. 20, на стр. 140 и Таблица 22).

Таблица 22 Провода стандартного ионного источника ЭУ

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Ионный фокус	1
Белый	Нить накала 1 (верхняя нить)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить накала 2 (нижняя нить)	2

ВНИМАНИЕ! При отсоединении проводов удерживайте разъемы, а не провода.

4 Если используется ионный источник ЭУ экстрактора, отсоедините восемь проводов от ионного источника. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (Рис. 20, на стр. 140 и Таблица 23).

Таблица 23 Провода ионного источника ЭУ экстрактора

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Ионный фокус	1
Белый	Нить накала 1 (верхняя нить)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить накала 2 (нижняя нить)	2
Коричневый	Линза экстрактора	1

5 Проследите, как идут провода нагревателя ионного источника и температурного датчика к сквозной панели. Отсоедините их от панели.

6 Открутите винты, удерживающие ионный источник.

7 Извлеките ионный источник из радиатора.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор работает при высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

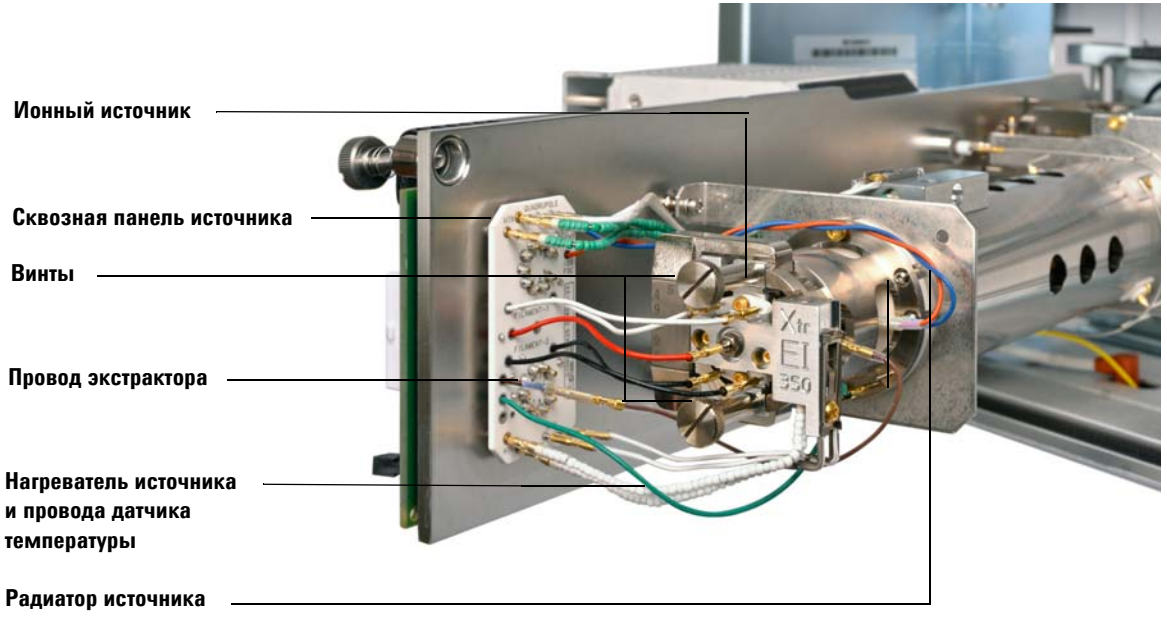


Рис. 20 Извлечение ионного источника ЭУ

Разборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353).

Процедура

1 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.

2 Извлеките два позолоченных винта из нитей накала, затем извлеките нити накала из источника. См. Рис. 21, на стр. 142.



3 Ослабьте два позолоченных винта в блоке нагревателя источника и отсоедините блок отражателя от корпуса источника. Блок отражателя состоит из блока нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним.

4 Открутите гайку отражателя и извлеките шайбы, затем снимите отражатель с блока нагревателя источника.

5 Извлеките изоляторы отражателя и блок отражателя, вставленный в блок нагревателя источника.

6 Извлеките из боковой стороны корпуса источника золотистый установочный винт.

7 Нажмите на выдвижную пластину, чтобы извлечь входную линзу, линзу для ионной фокусировки, выдвижные цилиндр и пластину из другой стороны корпуса источника.

8 Выкрутите интерфейсное гнездо. Для граней этого гнезда подойдет рожковый ключ.

9 Извлеките из изолятора линз входную линзу и линзу для ионной фокусировки.

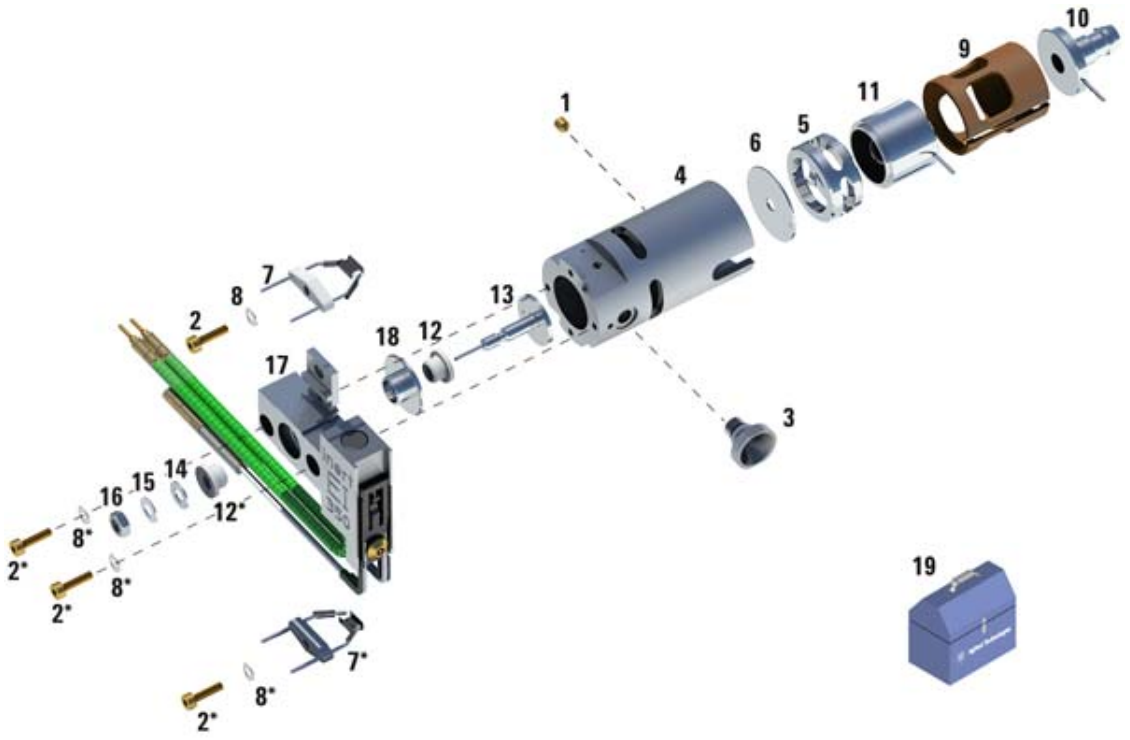


Рис. 21 Разборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ

Таблица 24 Список компонентов стандартного или инертного ионного источника ЭУ (Рис. 21)

Номер компонента	Описание компонента
1	Позолоченный стопорный винт
2	Позолоченный винт
3	Разъем интерфейса
4	Корпус источника
5	Вставной цилиндр

Таблица 24 Список компонентов стандартного или инертного ионного источника ЭУ (Рис. 21) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента
6	Вставная пластина
7	4-х витковая нить накала
8	Тарельчатая шайба
9	Изолятор линзы
10	Входная линза
11	Линза ионного фокуса
12	Изолятор отражателя
13	Отражатель
14	Плоская шайба
15	Тарельчатая пружина
16	Гайка отражателя
17	Блок нагревателя источника
18	Вставка блока отражателя

Разборка ионного источника ЭУ экстрактора

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)

Процедура

1 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.

2 Извлеките нити накала, для этого открутите два позолоченных винта и отделите нити накала от источника. См. Рис. 22, на стр. 145.



3 Ослабьте два позолоченных винта в блоке нагревателя источника и отсоедините блок отражателя от корпуса источника. Блок отражателя состоит из блока нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним.

4 Извлеките из боковой стороны корпуса источника золотистые установочные винты.

5 Потяните входную линзу и линзу для ионной фокусировки, чтобы извлечь их из корпуса источника.

6 Извлеките линзу и изолятор экстрактора.

7 Отделите входную линзу и линзу для ионной фокусировки от изолятора линз.

8 Сначала извлеките из узла блока нагревателя источника гайку, шайбы и изоляторы отражателя, а затем — сам отражатель.

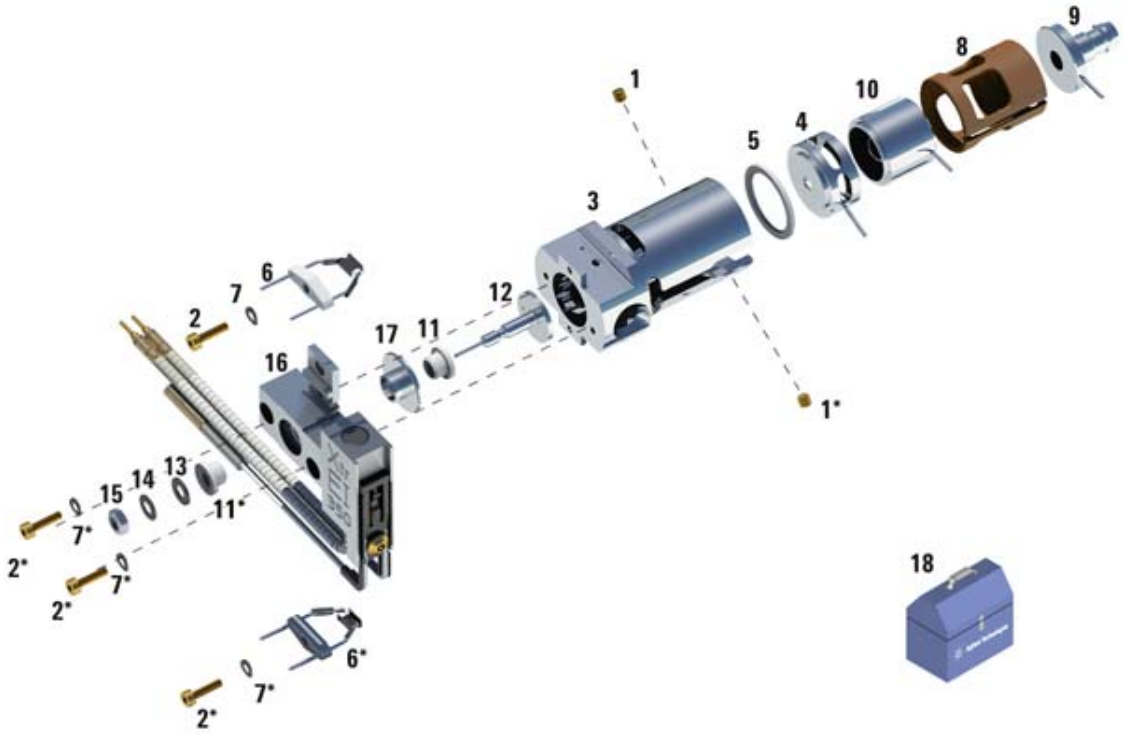


Рис. 22 Разборка источника ЭУ экстрактора

Таблица 25 Список компонентов ионного источника экстрактора Рис. 22

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорные винты
2	Винты
3	Корпус источника
4	Линза экстрактора
5	Изолятор линзы экстрактора
6	Нити накала

Таблица 25 Список компонентов ионного источника экстрактора Рис. 22 (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента
7	Тарельчатая шайба
8	Изолятор линзы
9	Входная линза
10	Линза ионного фокуса
11	Изолятор отражателя
12	Отражатель
13	Плоская шайба
14	Тарельчатая пружина
15	Гайка отражателя
16	Блок нагревателя источника
17	Изолятор

Очистка ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Наждачная бумага (5061-5896);
- Алюминиевый абразивный порошок (8660-0791);
- Алюминиевая фольга, чистая;
- Спецодежда, чистая (05980-60051);
- Ватные палочки (5080-5400);
- Стеклянные химические стаканы объемом 500 мл;
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Растворители:
  - Ацетон, чистый для анализа;
  - Метиловый спирт, чистый для анализа;
  - Хлористый метилен, чистый для анализа;
- Ультразвуковая ванна.

Подготовка

1 Разберите ионный источник. См. «Разборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ» на стр. 141 или «Разборка ионного источника ЭУ экстрактора» на стр. 144.



2 Соберите следующие компоненты стандартного или инертного источника ЭУ для очистки: (Рис. 23, на стр. 149)

- Отражатель
- Разъем интерфейса
- Корпус источника
- Вставная пластина
- Вставной цилиндр
- Линза ионного фокуса
- Входная линза

3 Соберите следующие компоненты источника ЭУ экстрактора для очистки: (Рис. 23, на стр. 149)

- Отражатель
- Изолятор
- Корпус источника
- Линза экстрактора
- Линза ионного фокуса
- Входная линза

Это именно те компоненты, которые контактируют с пробой или ионным пучком. Другие части, как правило, не требуют очистки.

ВНИМАНИЕ! Если изоляторы загрязнены, очистите их ватной палочкой, смоченной в метиловом спирте (ч.д.а.). Если изоляторы не удается очистить, замените их. Не подвергайте изоляторы абразивной или ультразвуковой очистке.



Рис. 23 Компоненты, которые нужно подвергнуть очистке

Процедура

ВНИМАНИЕ! Нити накала, блок нагревателя источника и изоляторы нельзя чистить ультразвуком. При сильном загрязнении данных компонентов, замените их.

1 При серьезном загрязнении, например, обратный поток масла в анализатор, необходимо рассмотреть возможность замены загрязненных компонентов.



2 Выполните абразивную очистку поверхностей, контактирующих с пробой или ионным пучком.

Используйте ватную палочку, смоченную абразивной суспензией или алюминиевым порошком с метиловым спиртом (ч.д.а.). Протирайте с нажимом, чтобы удалить все выцветшие пятна. Полировка компонентов не требуется т.к. небольшие царапины не влияют на работоспособность. С помощью абразивного метода очистите выцветшие пятна там, где электроны от нитей накала попадают в корпус источника.

3 Смойте абразивный остаток с помощью метилового спирта (ч.д.а.).

Убедитесь, что ***весь*** абразивный остаток смыт ***перед*** тем, как проводить ультразвуковую очистку. Если метиловый спирт помутнеет или в нем будут содержаться видимые частицы, промойте компоненты три раза.

4 Разделите компоненты на те, которые были очищены абразивным и неабразивным методом.



5 Выполните ультразвуковую очистку компонентов (каждую группу по отдельности) в течение 15 минут. Очистите грязные компоненты с помощью трех растворителей в порядке, приведенном ниже. Очищайте компоненты в течение 15 минут в каждом растворителе:

- Хлористый метилен (чистый для анализа);
- Ацетон (чистый для анализа);
- Метиловый спирт (чистый для анализа).

Для обычной очистки будет достаточно метилового спирта.

ОСТОРОЖНО! **Все три вышеприведенных растворителя являются опасными. Примите соответствующие меры предосторожности и работайте в помещении с вытяжным устройством.**

6 Поместите компоненты в чистый химический стакан. Накройте химический стакан чистой алюминиевой фольгой ***с зазором*** (матовой поверхностью вниз).

7 Высушите очищенные компоненты в термостате при температуре 100 °C в течение 5 – 6 минут.

ОСТОРОЖНО! **Дождитесь остывания компонентов, прежде чем взять их.**

ЗАМЕЧАНИЯ Соблюдайте осторожность во избежание повторного загрязнения очищенных и высушенных компонентов. Наденьте новые и чистые перчатки, прежде чем взять компоненты. Не кладите очищенные части на грязную поверхность. Положите их на чистую, безворсовую ткань.

Сборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)

Процедура



1 Соберите узел отражателя.

   a Установите вставку блока отражателя в узел блока нагревателя источника. См. Рис. 24, на стр. 153.

   b Установите изоляторы отражателя в узел блока нагревателя источника и вставку блока отражателя.

   c Установите отражатель так, чтобы он проходил через соответствующие изоляторы, наденьте плоскую и тарельчатую пружинную шайбы на конец оси отражателя, после чего вручную затяните гайку отражателя.

2 Вставьте в корпус источника выдвижные пластину и цилиндр. См. Рис. 24, на стр. 153.

3 Соберите линзу для ионной фокусировки, входную линзу и изоляторы линз.

4 Вставьте собранные детали в корпус источника.

5 Установите установочный винт, фиксирующий линзы.

ВНИМАНИЕ! Не затягивайте гайку отражателя слишком сильно, иначе изоляторы отражателя могут треснуть при нагреве источника. Закручивайте гайку только вручную.

6 Установите интерфейсное гнездо.

7 Прикрепите узел отражателя к корпусу источника с помощью двух золотистых винтов и пружинных шайб.

8 Установите катоды с помощью двух золотистых винтов и пружинных шайб.

ВНИМАНИЕ! Не затягивайте разъем интерфейса слишком сильно. Чрезмерное затягивание может привести к тому, что резьба войдет в интерфейс.

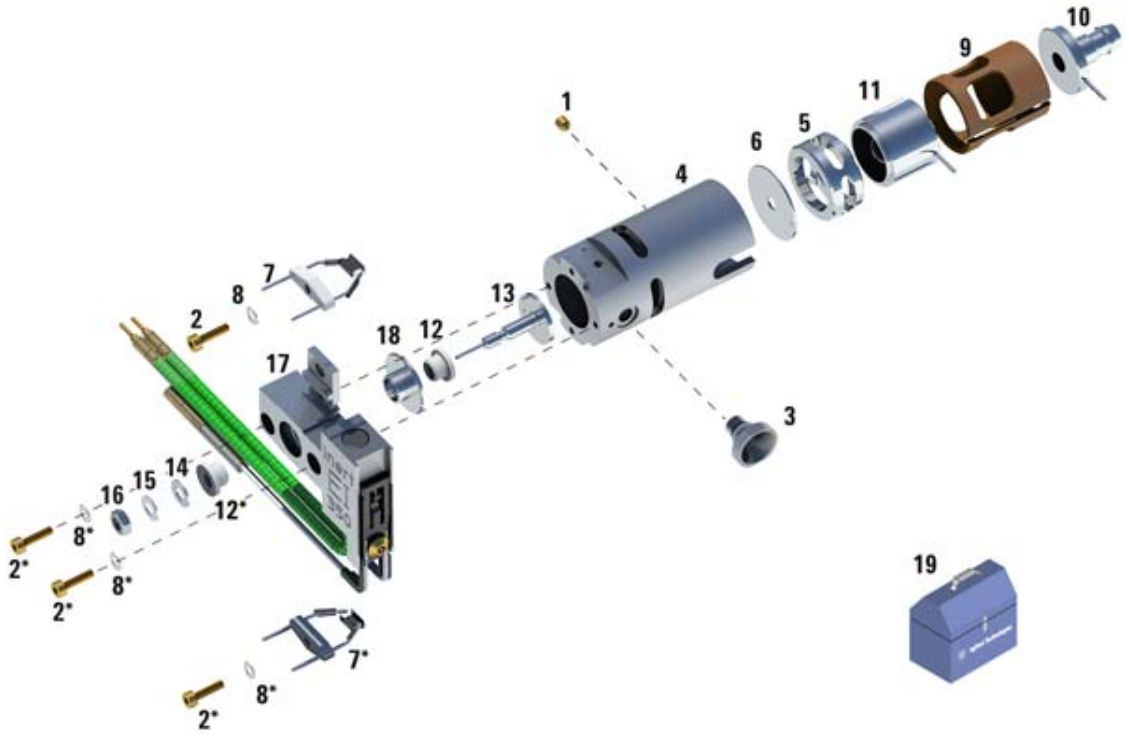


Рис. 24 Сборка стандартного или инертного ионного источника ЭУ

Таблица 26 Список компонентов стандартного или инертного ионного источника ЭУ (Рис. 24)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорный винт
2	Стопорный винт
3	Разъем интерфейса
4	Корпус источника
5	Вставной цилиндр
6	Вставная пластина

Таблица 26 Список компонентов стандартного или инертного ионного источника ЭУ (Рис. 24) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента
7	4-х витковая нить накала
8	Тарельчатая шайба
9	Изолятор линзы
10	Входная линза
11	Линза ионного фокуса
12	Изолятор отражателя
13	Отражатель
14	Тарельчатая пружина
15	Плоская шайба
16	Гайка отражателя
17	Блок нагревателя источника
18	Вставка блока отражателя

Сборка ионного источника ЭУ экстрактора

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)

Процедура



1. Вставьте в корпус источника керамическую шайбу.
2. Вставьте в корпус источника линзу экстрактора плоской стороной вперед (Рис. 25).
3. Вставьте в изолятор входную линзу и линзу для ионной фокусировки в показанном порядке (Рис. 25).
4. Вставьте в корпус источника изолятор, в котором размещены линза для ионной фокусировки и входная линза. При этом линза для ионной фокусировки должна прилегать к линзе экстрактора (Рис. 25).
5. Установите два золотистых винта, фиксирующих линзы.
6. Соберите узел отражателя.
   a. Установите вставку блока отражателя в узел блока нагревателя источника. См. Рис. 24, на стр. 153.
   b. Установите изоляторы отражателя в узел блока нагревателя источника и вставку блока отражателя.
   c. Установите отражатель так, чтобы он проходил через соответствующие изоляторы, наденьте плоскую и тарельчатую пружинную шайбы на конец оси отражателя, после чего вручную затяните гайку отражателя.

ВНИМАНИЕ! Не затягивайте гайку отражателя слишком сильно, иначе изоляторы отражателя могут треснуть при нагреве источника. Закручивайте гайку только вручную.

7 Прикрепите узел отражателя к корпусу источника с помощью двух золотистых винтов и пружинных шайб.

8 Вставьте нити накала и закрепите их с помощью двух позолоченных винтов и плоских шайб.

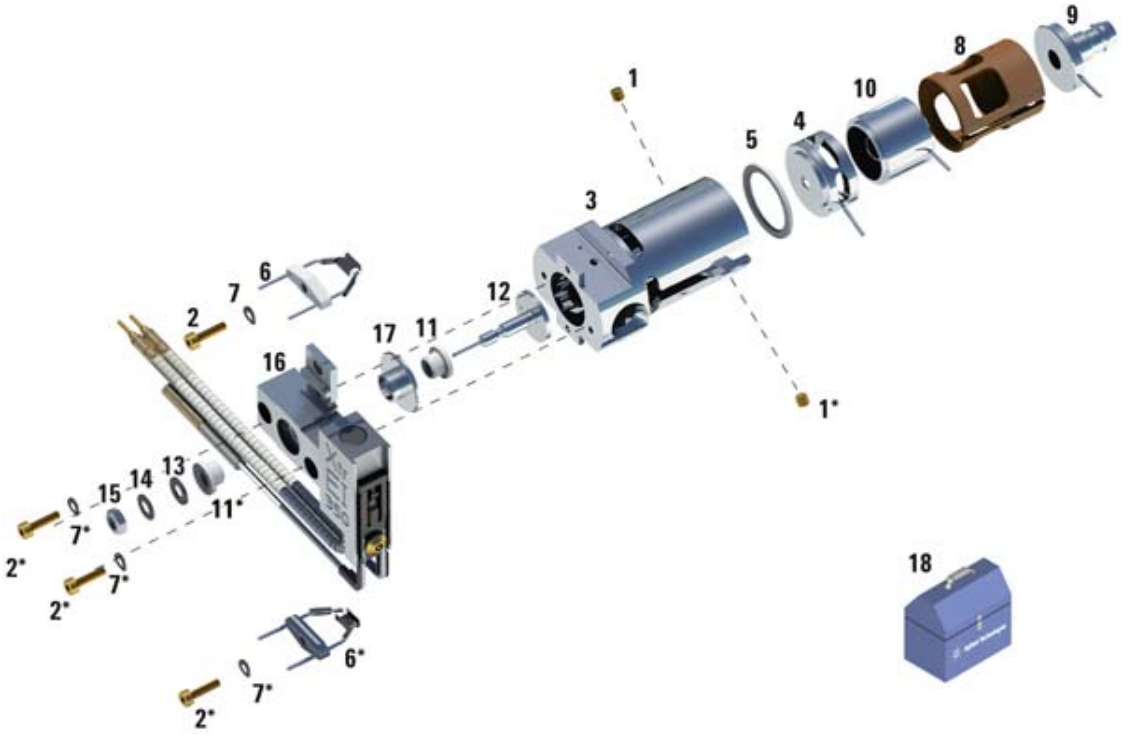


Рис. 25 Сборка источника ЭУ экстрактора

Таблица 27 Список компонентов ионного источника (Рис. 25)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорные винты
2	Винты
3	Корпус источника
4	Линза экстрактора
5	Изолятор линзы экстрактора
6	Нити накала
7	Тарельчатая шайба
8	Изолятор линзы
9	Входная линза
10	Линза ионного фокуса
11	Изолятор отражателя
12	Отражатель
13	Плоская шайба
14	Тарельчатая пружина
15	Гайка отражателя
16	Блок нагревателя источника
17	Вставка блока отражателя

Замена нити накала в источнике ЭУ

Требуемые материалы

- Блок нитей накала (G2590-60053);
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)

Процедура

1 Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 61.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор работает при высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

2 Откройте камеру анализатора. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

3 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.

4 Открутите позолоченный винт и снимите шайбу, чтобы достать нити накала.

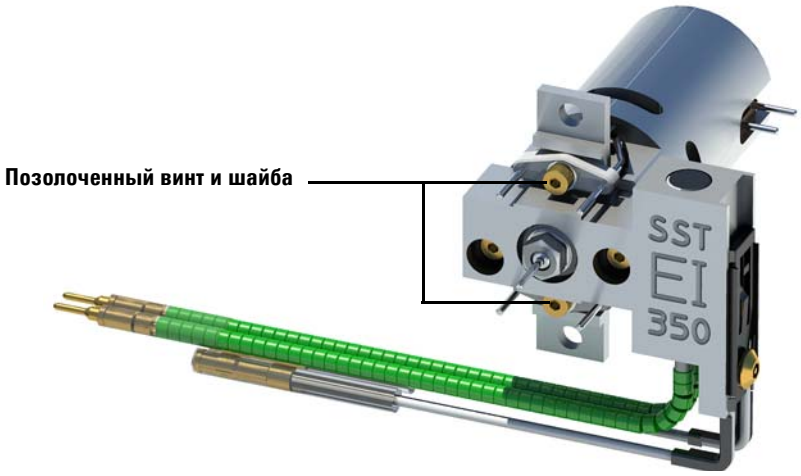


Рис. 26 Замена катода

5 Закрепите новые нити накала с помощью позолоченного винта и шайбы.

6 Завершив установку нити накала, проверьте, чтобы она не замыкалась на корпус источника.

7 Установите ионный источник. См. «Установка ионного источника ЭУ» на стр. 160.

8 Закройте камеру анализатора. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

9 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

10 Выполните автоматическую настройку МСД. См. «Настройка МСД в режиме ЭУ» на стр. 74.

11 В диалоговом окне Manual Tune (Ручная настройка), параметр **Filament** (Нить накала) позволяет присвоить номер нити накала **1** или **2**. В зависимости от номера, присвоенного во время предыдущей автоматической настройки, введите другой номер нити накала.

12 Выполните повторную автоматическую настройку МСД.

13 Введите номер нити накала, который дал лучшие результаты.

Если возникнет необходимость использовать первый номер нити накала, повторно запустите автоматическую настройку, чтобы убедиться, что параметры настройки соответствуют нити накала.

14 Выберите **Save Tune Parameters** (Сохранить параметры настройки) в меню **File** (Файл).

Установка ионного источника ЭУ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Острогубцы (8710-1094).

Процедура

1 Вставьте ионный источник в радиатор источника.

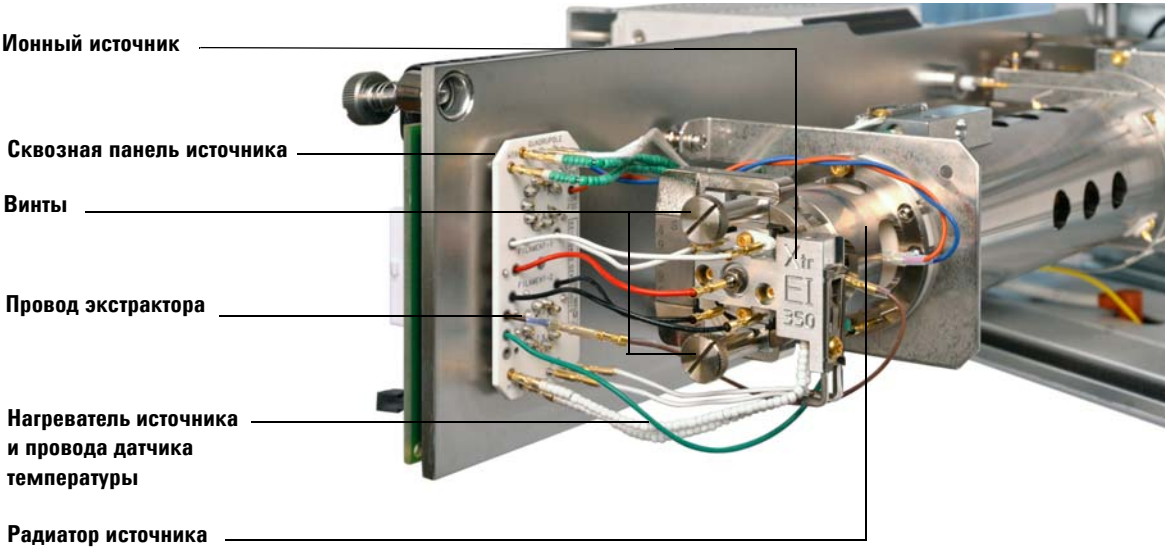


Рис. 27 Установка ионного источника ЭИ

2 Установите и вручную затяните винты источника. Не затягивайте винты слишком сильно.

3 Соедините провода ионного источника, как показано на Рис. 14, на стр. 88.

4 Закройте камеру анализатора. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

Замена рожка для электронного умножителя

Требуемые материалы

- Рожок для электронного умножителя (G3170-80103)
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029).

Процедура



1 Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.

2 Откройте камеру анализатора. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

3 Откройте фиксатор. Поднимите рычажок фиксатора и поверните фиксатор в сторону от рожка для электронного умножителя.



Рис. 28 Рожок электронного умножителя

4 Извлеките рожок для электронного умножителя.

5 Установите новый рожок для электронного умножителя.

6 Закройте фиксатор.

Сигнальный контакт рожка должен находиться ***снаружи*** петли колодки с зажимом. ***Не*** устанавливайте сигнальный контакт внутри петли колодки с зажимом. Неправильная установка приведет к плохой чувствительности или отсутствию сигнала.

7 Закройте камеру анализатора. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

8 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ЭУ» на стр. 89.

5 Общее обслуживание

6 Обслуживание ХИ

Общая информация 166
Настройка МСД для работы в режиме ХИ 166
Установка ионного источника ХИ 167
Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора 169
Извлечение ионного источника ХИ 171
Разборка ионного источника ХИ 173
Очистка ионного источника ХИ 176
Сборка ионного источника ХИ 178
Установка ионного источника ХИ 181
Замена нити накала в источнике ХИ 182

В этой главе приведено описание процедур обслуживания и требования, относящиеся к МСД серии 5977, оснащенному оборудованием для химической ионизации.

Общая информация

Очистка ионного источника

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

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

Аммиак

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

После использования аммиака всегда продувайте МСД с помощью метана.

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

Настройка МСД для работы в режиме ХИ

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

Рекомендации

- Перед вентиляцией в режиме ЭУ для установки источника ХИ, убедитесь, что система ГХ/МСД работает правильно.
  См. «Проверка работоспособности системы» на стр. 76.

- Убедитесь, что линии канала ввода газа-реагента оснащены очистителями газа (это не касается аммиака).
- Используйте сверхчистые газы-реагенты с показателем 99,99% или выше для метана и максимально высоким показателем для других газов-реагентов.

Установка ионного источника ХИ

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

Процедура

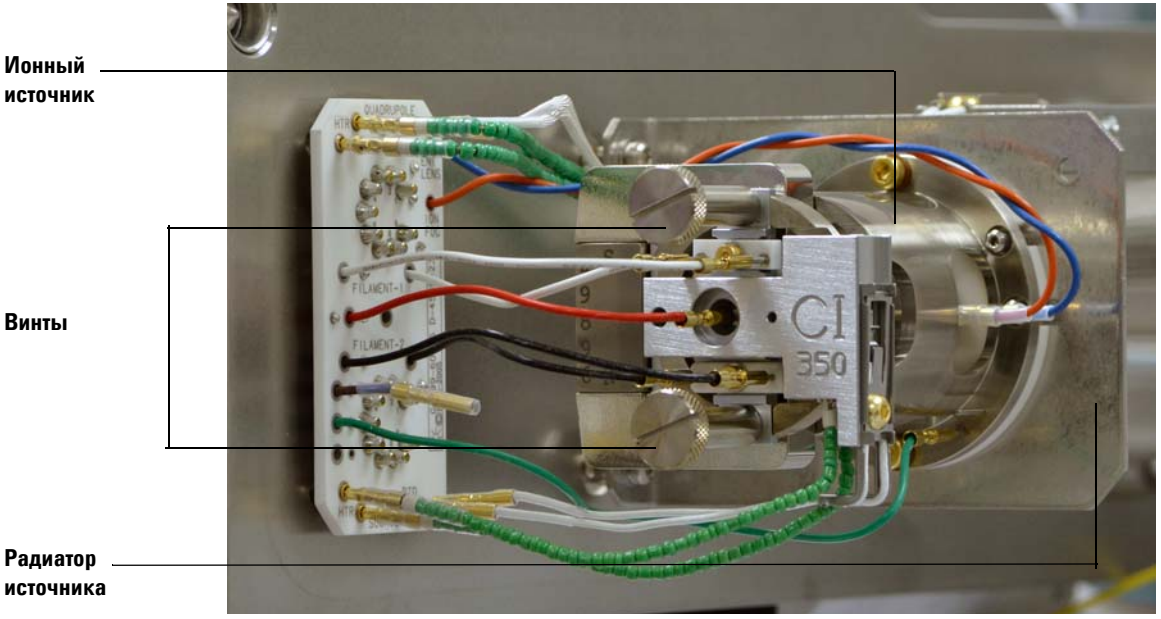


1 Выполните напуск в МСД и откройте анализатор. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.

2 Извлеките ионный источник ЭУ. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 138.

3 Извлеките ионный источник ХИ из коробки для хранения и вставьте его в радиатор.

4 Закрутите винты.



5 Подсоедините провода, как описано в главе «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

6 Вставьте уплотнитель наконечника интерфейса. См. «Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора» на стр. 169.

Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора

Требуемые материалы

- Уплотнитель наконечника интерфейса (G1999-60412)

  Для источников ХИ и экстракции должен быть установлен уплотнитель наконечника интерфейса.

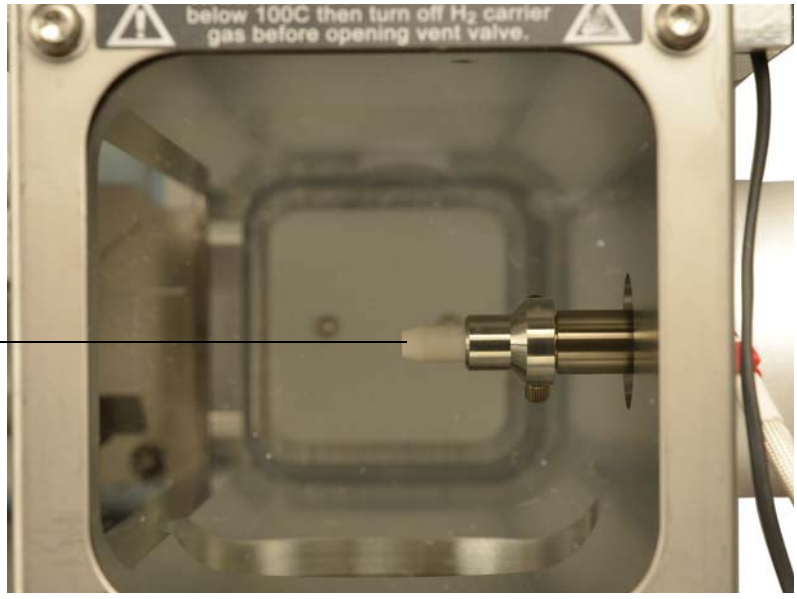
ВНИМАНИЕ! Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет и примите меры безопасности для защиты от статического электричества ***перед*** открытием камеры анализатора.

Процедура



1 Убедитесь, что установлен источник ЭУ экстрактора или источник ХИ. Не устанавливайте уплотнитель наконечника, если уже установлен стандартный источник ЭУ SST или инертный источник ЭУ.

2 Извлеките уплотнитель наконечника ХИ/экстрактора из коробки для хранения ионного источника и вставьте его на конец интерфейса.



Уплотнитель наконечника ХИ/экстрактора

3 ***Аккуратно*** проверьте, что анализатор и интерфейс выровнены.

Когда анализатор правильно выровнен, его можно полностью закрыть и при этом не будет ощущаться никакого сопротивления, кроме напряжения от уплотнителя наконечника интерфейса.

ВНИМАНИЕ! Если компоненты не выровнены, излишнее усилие при закрытии анализатора может привести к повреждению уплотнителя, интерфейса или ионного источника, либо к отсутствию уплотнения на боковой плате.

4 Для выравнивания анализатора и интерфейса можно поворачивать боковую плату на петле. Если анализатор по-прежнему не будет закрываться, свяжитесь с представителем сервисной службы Agilent Technologies.

Извлечение ионного источника ХИ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Острогубцы (8710-1094).

Процедура



1 Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 81.

2 Откройте камеру анализатора. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

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

3 Отсоедините семь проводов от ионного источника. С помощью острогубцев потяните металлические разъемы у источника.

Не сгибайте провода больше, чем необходимо. Для получения сведений о цветовой маркировке проводов см. Таблица 28.

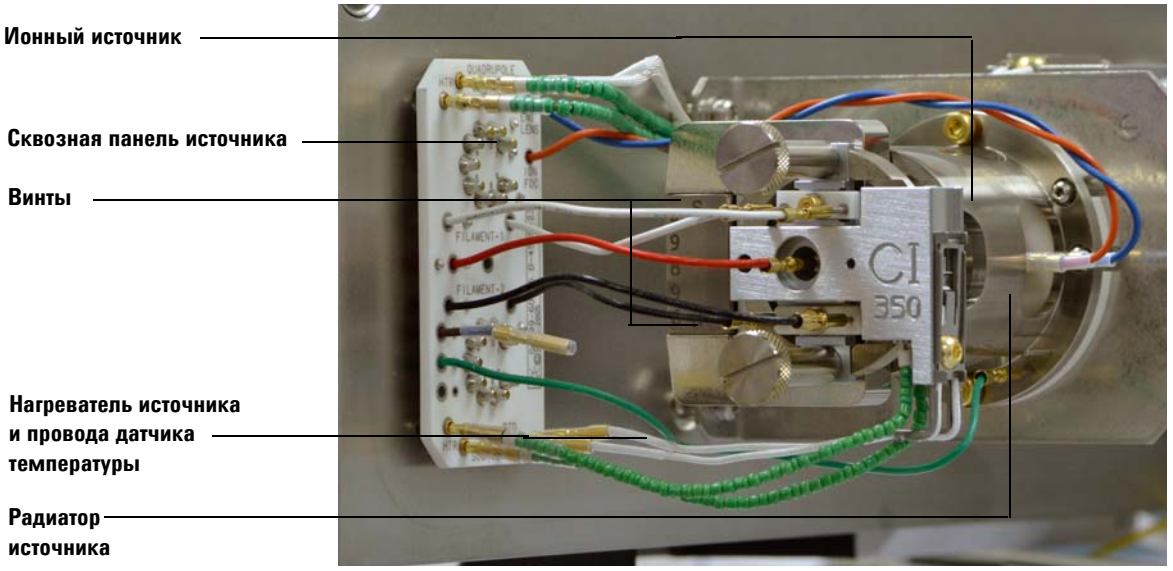


Таблица 28 Провода стандартного ионного источника ХИ

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Ионный фокус	1
Белый	Нить накала 1 (верхняя нить)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить накала 2 (нижняя нить)	2

4 Проследите, как идут провода нагревателя ионного источника и температурного датчика к сквозной панели. С помощью острогубцев потяните металлические разъемы, чтобы извлечь четыре провода из соединений сквозной панели.

ВНИМАНИЕ! При отсоединении проводов удерживайте разъемы, а не провода.

5 Открутите винты, удерживающие ионный источник.

6 Извлеките ионный источник из радиатора.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор работает при высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

Разборка ионного источника ХИ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)

Процедура



1 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ХИ» на стр. 171.

2 Извлеките нити накала. См. Рис. 29, на стр. 174.

3 Отделите блок отражателя от корпуса источника. Блок отражателя состоит из блока нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним.

4 Извлеките отражатель и керамический изолятор и отделите их.

5 Открутите стопорный винт, удерживающий линзы.

6 Извлеките блок линзы из корпуса источника.

7 Извлеките вставной цилиндр и вставную пластину из корпуса источника.

8 Отделите линзу ионного фокуса, входную линзу и изолятор.

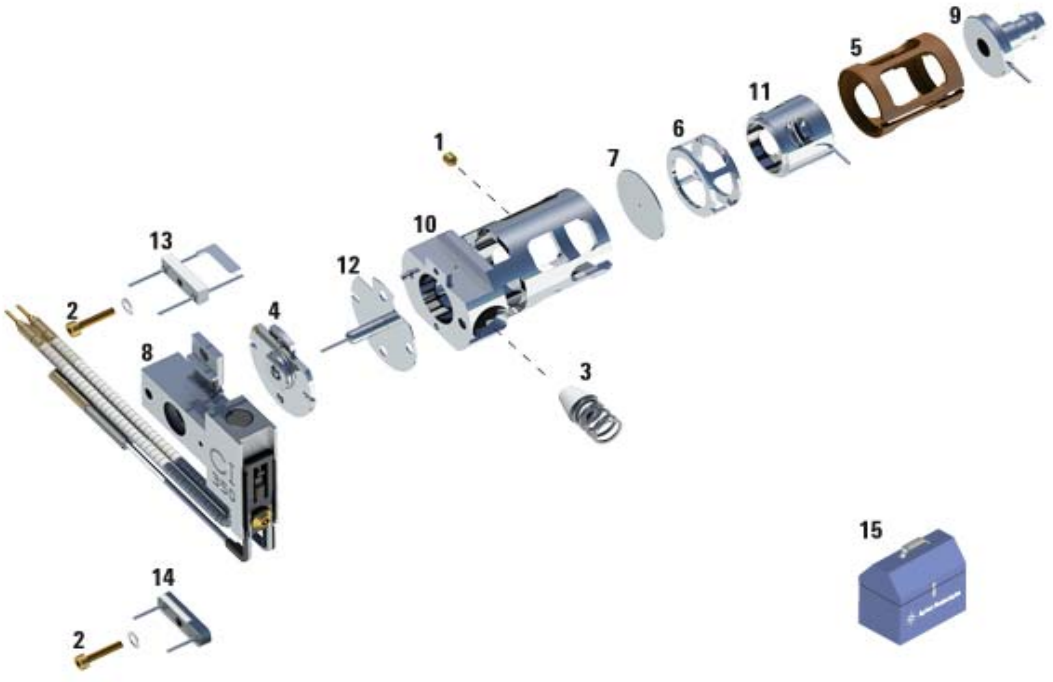


Рис. 29 Разборка ионного источника ХИ

Таблица 29 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 29)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорный винт
2	Винт нити накала
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ

Таблица 29 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 29) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента
4	Изолятор отражателя ХИ
5	Изолятор линзы ХИ
6	Вставной цилиндр ХИ
7	Вставная пластина ХИ
8	Блок нагревателя источника ХИ
9	Входная линза
10	Корпус источника ХИ
11	Линза ионного фокуса ХИ
12	Отражатель ХИ
13	Нить накала ХИ
14	Заглушка нити накала

Очистка ионного источника ХИ

Требуемые материалы

- Наждачная бумага (5061-5896);
- Алюминиевый абразивный порошок (8660-0791);
- Алюминиевая фольга, чистая;
- Спецодежда, чистая (05980-60051);
- Ватные палочки (5080-5400);
- Стеклянные химические стаканы объемом 500 мл;
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Растворители:
  - Ацетон, чистый для анализа;
  - Метиловый спирт, чистый для анализа;
  - Хлористый метилен, чистый для анализа;
- Ультразвуковая ванна.

Подготовка

1 Разберите ионный источник. См. «Разборка ионного источника ХИ» на стр. 173.



2 Соберите следующие компоненты источника ХИ для очистки: (Рис. 30, на стр. 177)
   - Отражатель
   - Корпус источника
   - Вставная пластина
   - Вставной цилиндр
   - Линза ионного фокуса
   - Входная линза

Это именно те компоненты, которые контактируют с пробой или ионным пучком. Другие части, как правило, не требуют очистки.

3 Очистите компоненты, как описано на «Очистка ионного источника ЭУ» на стр. 147.

ВНИМАНИЕ! Если изоляторы загрязнены, очистите их ватной палочкой, смоченной в метиловом спирте (ЧДА). Если изоляторы не удается очистить, замените их. Не подвергайте изоляторы абразивной или ультразвуковой очистке.



Рис. 30 Компоненты источника ХИ, которые нужно подвергнуть очистке

Сборка ионного источника ХИ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)

Процедура



1. Соберите линзу для ионной фокусировки, входную линзу и изолятор линз.
2. Вставьте в корпус источника выдвижные пластину и цилиндр (Рис. 31, на стр. 179).
3. Вставьте в корпус источника собранные детали линз.
4. Установите установочный винт, фиксирующий линзы.
5. Установите в корпус источника отражатель, изоляторы отражателя, шайбу, гайку отражателя и блок нагревателя источника.

ВНИМАНИЕ! Не затягивайте гайку отражателя слишком сильно, иначе изоляторы отражателя могут треснуть при нагреве источника. Закручивайте гайку только вручную.

6. Переустановите катоды, используя золотистый винт и пружинную шайбу.

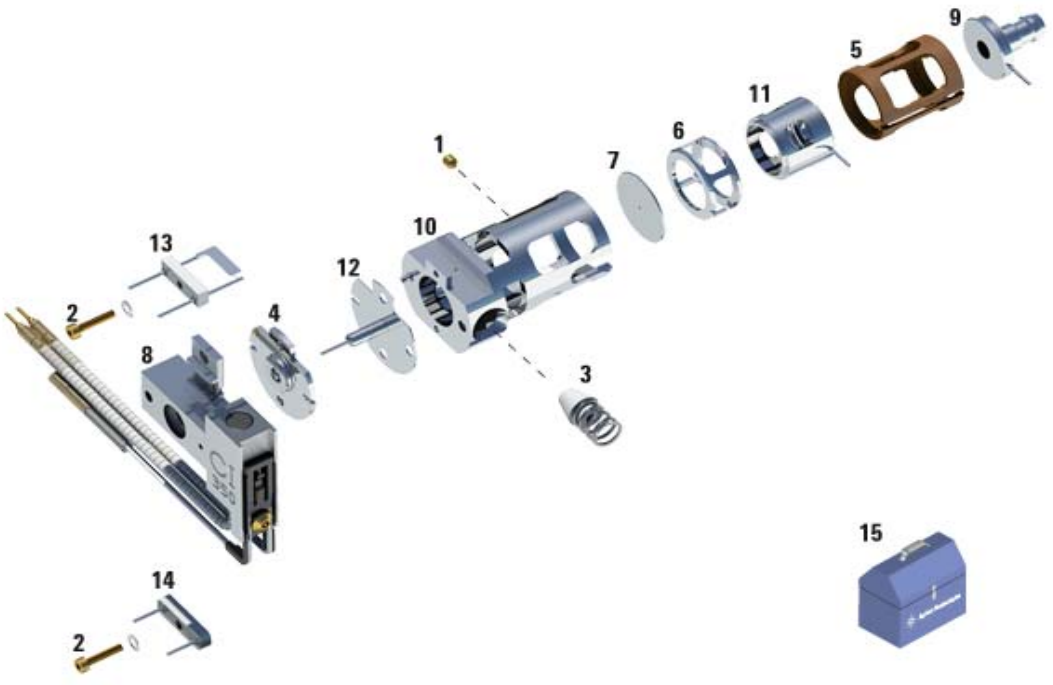


Рис. 31 Сборка ионного источника ХИ

Таблица 30 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 31)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорный винт
2	Винт нити накала
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ
4	Изолятор отражателя ХИ

Таблица 30 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 31) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента
5	Изолятор линзы ХИ
6	Вставной цилиндр ХИ
7	Вставная пластина ХИ
8	Блок нагревателя источника ХИ
9	Входная линза
10	Корпус источника ХИ
11	Линза ионного фокуса ХИ
12	Отражатель ХИ
13	Нить накала ХИ
14	Заглушка нити накала

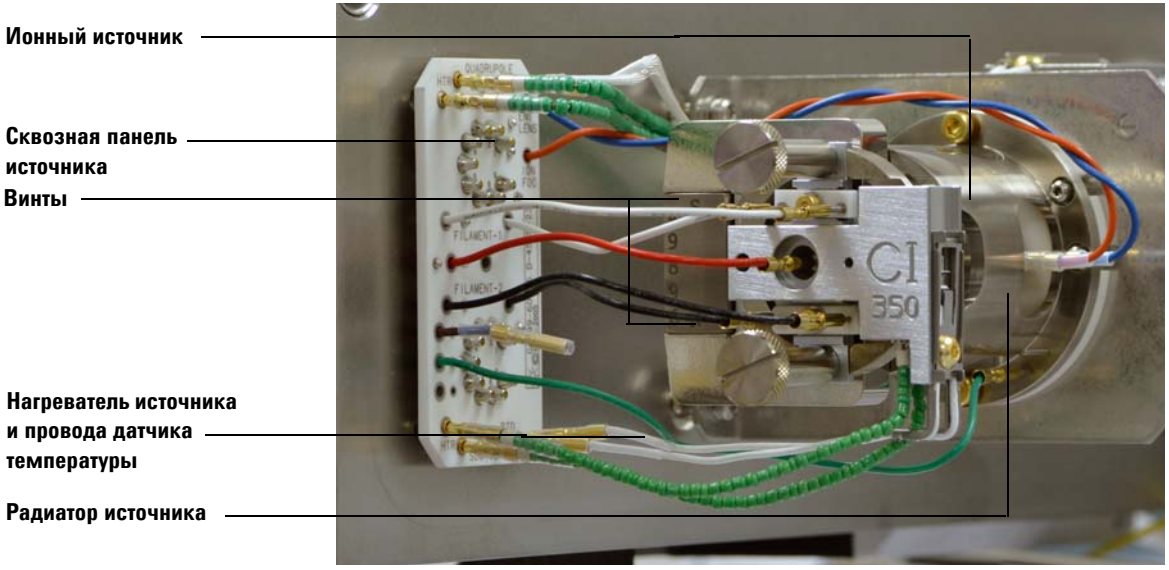
Установка ионного источника ХИ

Требуемые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Острогубцы (8710-1094).

Процедура

1 Вставьте ионный источник в радиатор источника.



2 Установите и вручную затяните винты источника. Не затягивайте винты слишком сильно.

3 Соедините провода ионного источника, как показано на «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

4 Закройте камеру анализатора. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

Замена нити накала в источнике ХИ

Требуемые материалы

- Блок нитей накала (G2590-60053);
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)

Процедура

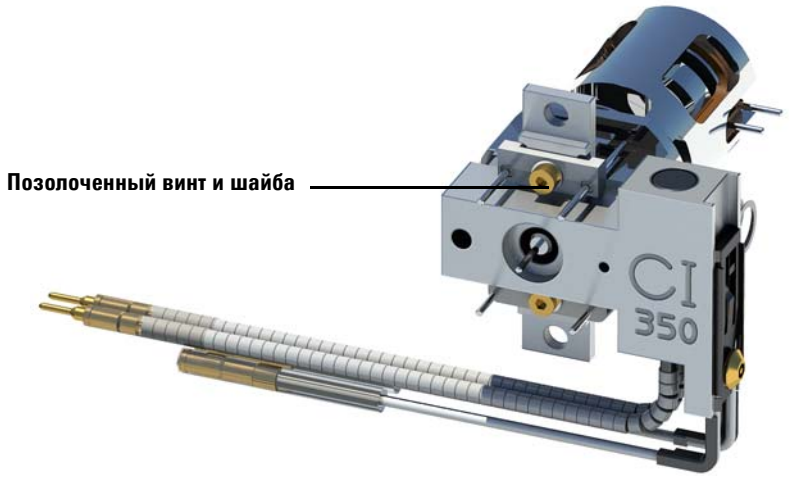
1 Выполните напуск в МСД. См. «Напуск в МСД» на стр. 61.

ОСТОРОЖНО! **Анализатор работает при высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.**

2 Откройте камеру анализатора. См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 83.

3 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ХИ» на стр. 171.

4 Открутите позолоченный винт и снимите шайбу, чтобы достать нить накала.



5 Закрепите новую нить накала с помощью позолоченного винта и шайбы.

6 Завершив установку нити накала, проверьте, чтобы она не замыкалась на корпус источника.

7 Установите ионный источник. См. «Установка ионного источника ХИ» на стр. 167.

8 Закройте камеру анализатора. См. «Закрытие камеры анализатора» на стр. 86.

9 Выполните откачку МСД. См. «Откачка МСД в режиме ХИ» на стр. 105.

10 Выполните автоматическую настройку ПХИ с помощью метана. См. «Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)» на стр. 120.

11 Выберите **Save Tune Parameters** (Сохранить параметры настройки) в меню **File** (Файл).



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Отпечатано в США, декабрь 2012 г.