

Agilent 5977 Serie MSD

Benutzerhandbuch



Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Gemäß der Urheberrechtsgesetzgebung in den USA und internationaler Urheberrechtsgesetzgebung darf dieses Handbuch, auch auszugsweise, nicht ohne vorherige Vereinbarung und schriftliche Genehmigung seitens Agilent Technologies, Inc. vervielfältigt werden (darunter fällt auch die Speicherung auf elektronischen Medien sowie die Übersetzung in eine Fremdsprache).

Handbuch Teile-Nr.

G3870-92003

Ausgabe

Zweite Auflage, Mai 2013

Erste Ausgabe, Februar 2013

Gedruckt in USA

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

Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Darüber hinaus übernimmt Agilent im gesetzlich maximal zulässigen Rahmen keine Garantien, weder ausdrücklich noch stillschweigend, bezüglich dieses Handbuchs und beliebiger hierin enthaltener Informationen, inklusive aber nicht beschränkt auf stillschweigende Garantien hinsichtlich Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler oder beiläufig entstandene Schäden oder Folgesachschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine separate schriftliche Vereinbarung mit Garantiebedingungen bezüglich des in diesem Dokument enthaltenen Materials besteht, die zu diesen Bedingungen im Widerspruch stehen, gelten die Garantiebedingungen in der separaten Vereinbarung.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

Der Hinweis **VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift **VORSICHT** erst fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise vollständig verstanden haben und einhalten können.

WARNUNG

WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Sie macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zu Verletzungen oder zum Tod führen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **WARNUNG** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

Informationen zu diesem Handbuch

Dieses Handbuch enthält Informationen zum Betrieb und zur Wartung der Systeme des massenselektiven Detektors (MSD) der Serie 5977 von Agilent.

1 "Einführung"

Kapitel 1 enthält allgemeine Informationen zu MSDs der Serie 5977, einschließlich einer Beschreibung der Hardware, allgemeiner Sicherheitshinweise und Sicherheitsinformationen zu Wasserstoff.

2 "Installieren von GC-Säulen"

In Kapitel 2 wird erläutert, wie eine Kapillarsäule für die Verwendung mit dem MSD vorbereitet, diese im GC-Ofen installiert und mit dem MSD über die GC/MSD-Verbindung verbunden wird.

3 "Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)"

Kapitel 3 beschreibt die grundlegenden Aufgaben, wie z. B. Einstellen von Temperaturen, Überwachen von Drücken, Tuning, Entlüften und Abpumpen. Viele der in diesem Kapitel enthaltenen Informationen beziehen sich auf den EI-Betrieb.

4 "Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)"

In Kapitel 4 werden zusätzliche Aufgaben erläutert, die für den Betrieb im CI-Modus erforderlich sind.

5 "Allgemeine Wartung"

Kapitel 5 beschreibt die Wartungsprozeduren, die sich sowohl auf EI- als auch CI-Geräte beziehen.

6 "CI-Wartung"

Kapitel 6 befasst sich mit den Wartungsprozeduren, die nur auf CI-MSDs zutreffen.

Online-Informationen für den Benutzer

Die Dokumentation für Ihre Agilent Geräte ist nun jederzeit in einem Dokument verfügbar.



Die Software-DVD, die zum Lieferumfang Ihres Geräts gehört, bietet eine umfangreiche Sammlung an Online-Hilfen, Videos und Büchern für den Agilent **7890B GC, 7820 GC, MSD der Serie 5977 und 7693B ALS**. Hierzu gehören auch lokalisierte Versionen der wichtigsten Informationen, wie z.B.:

- „Erste Schritte“-Dokumentation
- Sicherheits- und Ausführungsrichtlinien
- Installationsinformationen
- Betriebsanweisungen
- Wartungsinformationen
- Details zur Fehlersuche

Inhalt

1 Einführung

MSD-Version der Serie 5977	10
Verwendete Abkürzungen	11
Der MSD der Serie 5977	13
Beschreibung der MSD-Hardware	16
Wichtige Sicherheitshinweise	18
Wasserstoff-Sicherheit	21
GC-Vorsichtsmaßnahmen	22
Sicherheits- und Ausführungszertifizierungen	28
Reinigung/Recycling des Produkts	31
Verschütten von Flüssigkeiten	31
Transportieren oder Aufbewahren des MSD	31
Austausch der primären Sicherungen	32

2 Installieren von GC-Säulen

Säulen	36
Installieren einer Kapillarsäule mit einem Split/Splitless-Einlass	38
So konditionieren Sie eine Kapillarsäule	42
Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung	43

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

Betrieb des MSD über das Datensystem	48
Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld	48
Betriebsmodi	48
Statusmeldungen im lokalen Bedienfeld	50
Anzeigen des Systemstatus während des Startvorgangs	51

Menüs im lokalen Bedienfeld	52
Die EI-GC/MSD-Verbindung	55
Vor dem Einschalten des MSD	57
Abpumpen	58
Steuern der Temperaturen	58
Steuern des Säulenflusses	59
Entlüften des MSD	59
Anzeigen von MSD-Temperatur und Vakuum im Dialogfeld „Manual Tune“	61
Einstellen von Überwachungen für MSD-Temperatur und den Vakuumstatus	63
Einstellen von Analysatortemperaturen in der Ansicht „Instrument Control“	65
Einstellen der Temperatur der GC/MSD-Verbindung über MassHunter	67
Überwachen des Hochvakuumdrucks	69
Messen der linearen Geschwindigkeit des Säulenflusses	72
Tuning des MSD im EI-Modus	75
Überprüfen der Systemleistung	77
Testen von hohen Massen (MSDs der Serie 5977)	78
Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung	81
Entlüften des MSD	82
Öffnen der Analysatorkammer	85
Schließen der Analysatorkammer	88
Abpumpen des MSD im EI-Modus	92
Transportieren und Aufbewahren des MSD	95

4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)

- Allgemeine Richtlinien 98
- Die CI-GC/MSD-Verbindung 99
- CI-Autotune 101
- Betrieb des CI-MSD 103
- Umschalten von der Standard- oder inerten EI-Quelle zur CI-Quelle 104
- Umschalten von der Extraktor-EI-Quelle zur CI-Quelle 105
- Abpumpen des MSD im CI-Modus 106
- Einrichten der Software für den CI-Betrieb 107
- Bedienen des Steuerungsmoduls für den Reagensgasfluss 109
- Einrichten eines Reagensgasflusses mit Methan 112
- Verwenden anderer Reagensgase 114
- Umschalten von der CI-Quelle zur Standard- oder inerten EI-Quelle 118
- Umschalten von der CI-Quelle zur Extraktor-EI-Quelle 119
- Durchführen eines PCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan) 120
- Durchführen eines NCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan als Reagensgas) 122
- Überprüfen der PCI-Leistung 124
- Überprüfen der NCI-Leistung 125
- Überwachen des Hochvakuumdrucks im CI-Modus 126

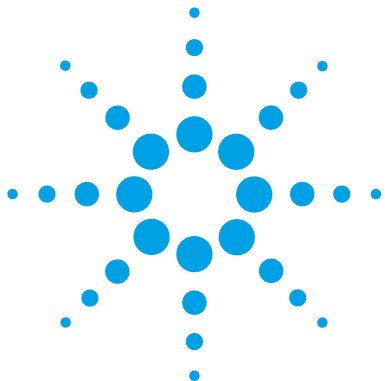
5 Allgemeine Wartung

- Vor dem Start 130
- Warten des Vakuumsystems 135
- Wartung des Analysators 136

Ausbauen der EI-Ionenquelle	138
Zerlegen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle	141
Ausbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle	144
Reinigen der EI-Ionenquelle	147
Zusammenbauen einer Standard- oder inerten EI-Ionenquelle	152
Zusammenbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle	155
Austauschen eines Glühdrahts in einer EI-Quelle	158
Einbauen der EI-Ionenquelle	161
Austauschen des Trichters des Elektronenervielfachers	162

6 CI-Wartung

Allgemeine Informationen	166
Einrichten des MSD für den CI-Betrieb	167
Installieren der CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung	167
Entfernen der CI-Ionenquelle	169
Zerlegen der CI-Ionenquelle	171
Reinigen der CI-Ionenquelle	174
Zusammenbauen der CI-Ionenquelle	176
Einbauen der CI-Ionenquelle	179
Austauschen eines Glühdrahts in einer CI-Quelle	180



1 Einführung

MSD-Version der Serie 5977	10
Verwendete Abkürzungen	11
Der MSD der Serie 5977	13
Beschreibung der MSD-Hardware	16
Wichtige Sicherheitshinweise	18
Wasserstoff-Sicherheit	21
Sicherheits- und Ausführungszertifizierungen	28
Reinigung/Recycling des Produkts	31
Verschütten von Flüssigkeiten	31
Transportieren oder Aufbewahren des MSD	31

Dieses Kapitel enthält allgemeine Informationen zu MSDs der Serie 5977, einschließlich einer Beschreibung der Hardware, allgemeiner Sicherheitshinweise und Sicherheitsinformationen zu Wasserstoff.



MSD-Version der Serie 5977

MSDs der Serie 5977 sind mit einer Hochleistungs-Turbomolekularpumpe (Turbo­pumpe) oder einer Diffusionspumpe sowie einer Auswahl aus drei Vorpumpen ausgestattet. Darüber hinaus gibt es zwei Typen von Analysatoren (Edelstahl oder inert) und vier Typen von Ionenquellen. Auf dem Etikett mit der Seriennummer wird die Produkt­nummer (Tabelle 1) angegeben, die angibt, um welchen MSD-Typ es sich handelt.

Tabelle 1 Verfügbare Hochvakuumpumpen

Modellname	Produkt­nummer	Beschreibung	Ionisationsmodus
5977E MSD Diff Pump for 7820 GC	G7035A	Diffusionspumpe	Elektronenionisation (EI)/Rostfreier Stahl
5977E MSD Turbo Pump for 7820 GC	G7036A	Leistungs-Turbopumpe	Elektronenionisation (EI)/Rostfreier Stahl
5977A VL inert MSD EI Diffusion Pump for 7890 GC	G7037A	Diffusionspumpe für MSD	Elektronenionisation (EI)/inert
5977A inert MSD EI Turbo for 7890 GC	G7038A	Leistungs-Turbopumpe für MSD	Elektronenionisation (EI)/inert
5977A extractor MSD EI Perf Turbo for 7890 GC	G7039A	Leistungs-Turbopumpe für MSD	Elektronenionisation (EI)/Extraktor
5977A EI/CI MSD for 7890 GC	G7040A	Leistungs-Turbopumpe für MSD	Elektronenionisation (EI)/Extraktor Chemische Ionisation/ PCI, NCI

Verwendete Abkürzungen

Die in Verbindung mit den Erläuterungen zu diesem Produkt verwendeten Abkürzungen sind in [Tabelle 2](#) aufgeführt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden diese dort zusammengefasst.

Tabelle 2 Abkürzungen

Abkürzung	Definition
AC	Alternating Current (Wechselstrom)
ALS	Automatic Liquid Sampler (Automatischer Flüssigprobengeber)
BFB	Bromofluorobenzol (Kalibrant)
CI	Chemische Ionisation
DC	Direct Current (Gleichstrom)
DFTPP	Dekafluorotriphenylphosphin (Kalibrant)
DIP	Direct Insertion Probe (Direkteinführungssonde)
DP	Diffusionspumpe
EI	Elektronenionisation
EM	Electron Multiplier (Elektronenvervielfacher) (Detektor)
EMV	Electron Multiplier Voltage (Elektronenvervielfacherspannung)
EPC	Electronic Pneumatic Control (elektronische Pneumatiksteuerung)
eV	Elektronenvolt
GC	Gaschromatograph
HED	High-Energy Dynode (energiereiche Dynode) (bezieht sich auf den Detektor und seine Stromversorgung)
ID	Innendurchmesser
LAN	Local Area Network (lokales Netzwerk)
LCP	Local Control Panel (lokales Bedienfeld am MSD)
<i>m/z</i>	Mass-to-Charge-Ratio (Masse-/Ladungsverhältnis)
MFC	Massenfluss-Controller

Tabelle 2 Abkürzungen (Fortsetzung)

Abkürzung	Definition
MSD	Massenselektiver Detektor
NCI	Negative CI
OFN	Oktafluoronaphthalen (Kalibrant)
PCI	Positive CI
PFDTD-	Perfluor-5,8-Dimethyl-3,6,9-Trioxydodekan (Kalibrant)
PFHT	2,4,6-Tris(Perfluorheptyl)-1,3,5-Triazin (Kalibrant)
PFTBA	Perfluortributylamin (Kalibrant)
Quad	Quadrupolmassenfilter
RF	Radio Frequency (Hochfrequenz)
RFPA	Radio Frequency Power Amplifier (Hochfrequenzleistungsverstärker)
Torr	Druckeinheit, 1 mm Hg
Turbo	Turbomolekular(pumpe)

Der MSD der Serie 5977

Der MSD der Serie 5977 ist ein eigenständiger Kapillar-GC-Detektor für den Einsatz in Verbindung mit einem Agilent Gaschromatographen (Tabelle 3). Merkmale des MSD:

- Lokales Bedienfeld (Local Control Panel = LCP) für die lokale Überwachung und Bedienung des MSD
- Eine von zwei unterschiedlichen Hochvakuumpumpen
- Eine von vier unterschiedlichen Vorpumpen
- Drei verschiedene Typen über den MSD unabhängig beheizte Ionenquellen für die Elektronenionisation (EI): Standard (Edelstahl), inert und Extraktion
- Über den MSD unabhängig beheizter, hyperbolischer Quadrupolmassenfilter
- Elektronenvervielfacher-Detektor mit energiereicher Dynode (High-Energy Dynode = HED)
- Über den GC unabhängig beheizte GC/MSD-Verbindung
- Optionale chemischer Ionisationsmodi (PCI/NCI) verfügbar, die eine chemische Ionisationsquelle (CI), einen Reagensgasfluss-Controller und Leitungen sowie eine CI-Tuning-Kalibrierung hinzufügen

Physische Beschreibung

Das Gehäuse des MSD der Serie 5977 hat eine Höhe von ca. 41 cm, eine Breite von 30 cm und eine Tiefe von 54 cm. Das Gewicht beträgt bei Diffusionspumpenmodellen 39 kg. Die Zentraleinheit der standardmäßigen Turbopumpe wiegt 44 kg, die Zentraleinheit der EI/CI-Leistungs-Turbopumpe 49 kg. Die angeschlossene Vorpumpe wiegt weitere 11 kg (Standardpumpe) und befindet sich meist hinter dem MSD auf dem Boden.

Die grundlegenden Komponenten des Geräts sind: das Chassis/die Abdeckung, das lokale Bedienfeld, das Vakuumsystem, die GC-Verbindung, die Elektronik und der Analysator.

Lokales Bedienfeld

Das lokale Bedienfeld ermöglicht die lokale Überwachung und Bedienung des MSD. Sie können den MSD tunen, eine Methode oder Sequenz ausführen und den Gerätestatus überwachen.

Vakuummessvorrichtung

Der MSD der Serie 5977 kann mit einer Ionen-Vakuummessvorrichtung ausgestattet werden. Die MassHunter Data Acquisition-Software kann verwendet werden, um den Druck (Hochvakuum) in der Vakuumkammer abzulesen. Die Bedienung der Messvorrichtung wird in diesem Handbuch beschrieben.

Die Messvorrichtung ist für den chemischen Ionisationsbetrieb (CI-Betrieb) **erforderlich**.

Tabelle 3 Modelle und Merkmale des MSD der Serie 5977

Merkmal	Modell					
	G7035A	G7036A	G7037A	G7038A	G7039A	G7040A
Hochvakuumpumpe	Diffusion	Leistungs-Turbo	Diffusion	Leistungs-Turbo	Leistungs-Turbo	Leistungs-Turbo
Optimaler Helium-Säulenfluss ml/Min	1	1 bis 2	1	1 bis 2	1 bis 2	1 bis 2
Maximal empfohlener Gasfluss, ml/Min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Max. Gasfluss, ml/Min [†]	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
Max. ID der Säule	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
CI-fähig	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Ja
Inertes Material	Nein	Nein	Ja	Ja	Nein	Nein
GC-Kompatibilität	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Gesonderte Dichtung für die Spitze	Nein	Nein	Nein	Nein	Ja	Ja

Tabelle 3 Modelle und Merkmale des MSD der Serie 5977 (Fortsetzung)

Merkmal	Modell					
	G7035A	G7036A	G7037A	G7038A	G7039A	G7040A
Verfügbare Vorpumpen	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C
DIP [†] -fähig (Fremdhersteller)	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja

* Gesamter Gasfluss in den MSD: Säulenfluss plus Reagensgasfluss (sofern zutreffend).

† Leistungsver schlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

‡ Direkteinführungssonde

Beschreibung der MSD-Hardware

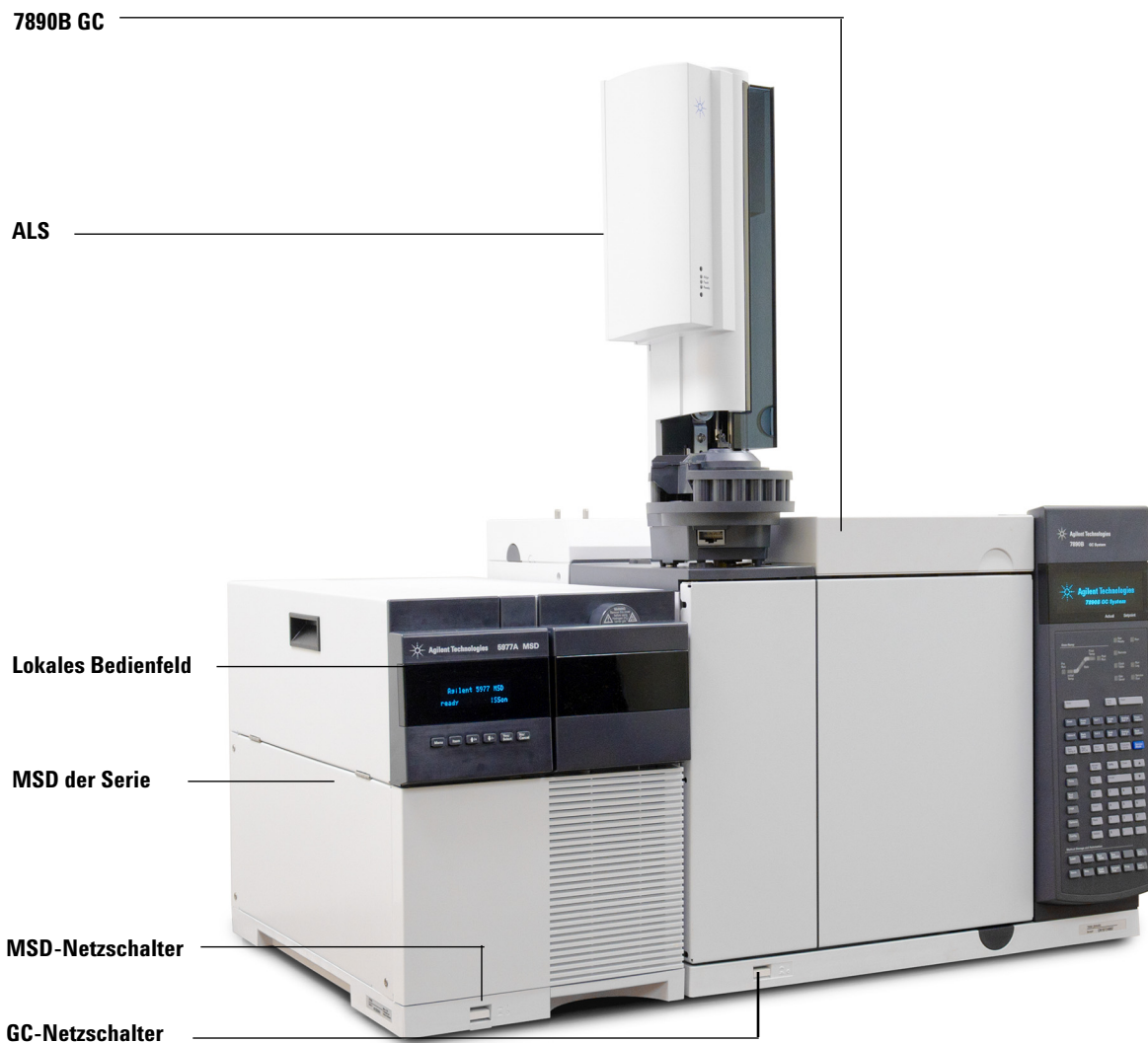


Abb. 1 GC-/MSD-System der Serie 5977 mit Agilent 7890B GC

Mit der CI-Hardware kann der MSD der Serie 5977 qualitativ hochwertige, klassische CI-Spektren erzeugen, die molekulare Addukt-Ione enthalten. Es können verschiedene Reagensgase verwendet werden.

In diesem Handbuch bezieht sich die Bezeichnung „CI MSD“ auf den G7040A MSD und auf die erweiterten G7038A und G7039A MSDs. Außerdem bezieht sich das Handbuch auch (sofern nichts anderes angegeben) auf die Flussmodule für diese Geräte.

Mit dem CI-System der Serie 5977 wird dem MSD der Serie 5977 Folgendes hinzugefügt:

- EI/CI-GC/MSD-Verbindung
- CI-Ionenquelle mit einer Dichtung für die Spitze der Verbindung, die auch mit einer Extraktor-EI-Quelle verwendet werden kann
- Steuerungsmodul für den Reagensgasfluss
- Bipolare HED-Stromversorgung für den PCI- und NCI-Betrieb

Ein Methan-/Isobutangasreiniger ist vorhanden und wird **benötigt**. Dieser entfernt Sauerstoff-, Wasser-, Kohlenwasserstoff- und Schwefelverbindungen.

Eine Hochvakuum-Messvorrichtung (G3397B) wird für den CI-MSD **benötigt** und auch für den EI empfohlen.

Das MSD-CI-System wurde optimiert, um den für die CI benötigten relativ hohen Druck der Quelle zu erreichen, während gleichzeitig das hohe Vakuum im Quadrupol und Detektor erhalten bleibt. Spezielle Dichtungen im Flussweg des Reagensgases und extrem kleine Öffnungen an der Ionenquelle sorgen dafür, dass die Quellgase im Ionisationsvolumen ausreichend lange verbleiben, damit die entsprechenden Reaktionen auftreten können.

Die CI-Verbindung besitzt spezielle Leitungen für Reagensgase. Eine gefederte Isolierdichtung passt auf das Ende der GC-/MDS-Verbindung.

Das Hin- und Herschalten zwischen CI- und EI-Quellen dauert weniger als eine Stunde, wenngleich eine 1- bis 2-stündige Wartezeit erforderlich ist, um die Reagensgasleitungen zu spülen und Wasserrückstände sowie andere Verunreinigungen durch Austrocknen zu entfernen. Das Umschalten von PCI zu NCI dauert ca. 2 Stunden, damit die Ionenquelle abkühlt.

Wichtige Sicherheitshinweise

Es gibt einige wichtige Sicherheitshinweise, die bei Verwendung des MSD immer zu beachten sind.

An vielen internen Bauteilen des MSD liegen gefährliche Spannungen an

Wenn der MSD am Stromnetz angeschlossen ist, liegen an folgenden Bereichen mögliche gefährliche Spannungen an – auch, wenn das Gerät ausgeschaltet ist:

- Die Verkabelung zwischen dem MSD-Netzkabel und dem Netzteil, das Netzteil selbst und die Verkabelung vom Netzteil zum Netzschalter.

Wenn der Netzschalter eingeschaltet ist, liegen an folgenden Bereichen mögliche gefährliche Spannungen an:

- Alle Elektronikplatinen im Gerät.
- Die internen Drähte und Kabel, die mit diesen Platinen verbunden sind.
- Die Drähte für eine Heizung (Ofen, Detektor, Einlass oder Ventilgehäuse).

WARNUNG

Alle diese Teile sind durch Abdeckungen abgeschirmt. Wenn die Abdeckungen vorhanden sind, ist eine versehentliche Berührung von Stellen, an welchen gefährliche Spannungen anliegen, nur schwer möglich. Sofern nichts anderes angegeben wird, entfernen Sie niemals eine Abdeckung, wenn Detektor, Einlass oder Ofen eingeschaltet sind.

WARNUNG

Wenn die Isolierung des Netzkabels abgewetzt oder verschlissen ist, muss das Kabel ersetzt werden. Wenden Sie sich an Ihren Agilent Vertriebsbeauftragten.

Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des MSD

Die Leiterplatinen im MSD können durch elektrostatische Entladungen beschädigt werden. Berühren Sie die Platinen nur dann, wenn dies absolut notwendig ist. Wenn Sie diese anfassen müssen, tragen Sie eine Erdungsmanschette, und halten Sie antistatische Vorsichtsmaßnahmen ein.

Viele Bauteile werden gefährlich warm

Viele Bauteile des GC/MSD arbeiten mit Temperaturen, die so hoch sind, um zu ernsthaften Verbrennungen zu führen. Zu diesen Teilen gehören unter anderem:

- Die GC-Einlässe
- Der GC-Ofen und sein Inhalt einschließlich der Säulenmuttern, mit denen die Säule an einem GC-Einlass, einer GC-/MS-Verbindung oder einem GC-Detektor befestigt ist
- Der GC-Detektor
- Das GC-Ventilgehäuse
- Die Vorpumpe
- Die beheizte MSD-Ionenquelle, Verbindung und der Quadrupol

Kühlen Sie diese Bereiche des Systems auf Raumtemperatur ab, bevor Sie an diesen Arbeiten vornehmen. Diese kühlen schneller ab, wenn Sie zuerst die Temperatur der beheizten Zone auf Raumtemperatur einstellen. Schalten Sie die Zone aus, nachdem diese den Sollwert erreicht hat. Wenn Sie an heißen Teilen Wartungsarbeiten durchführen müssen, verwenden Sie einen Schraubenschlüssel, und tragen Sie Handschuhe. Kühlen Sie das Bauteil des Geräts, an dem Sie Wartungsarbeiten durchführen möchten, nach Möglichkeit immer ab, bevor Sie mit den Arbeiten daran beginnen.

WARNUNG

Gehen Sie beim Arbeiten hinter dem Gerät vorsichtig vor. Während der Abkühlzyklen tritt am GC heiße Luft aus, die zu Verbrennungen führen kann.

WARNUNG

Die Isolierungen an den Einlässen, Detektoren, Ventilgehäusen des GC und die Isolierungskappen bestehen aus hitzebeständigen Keramikfasern. Um ein Einatmen von Faserpartikeln zu vermeiden, sind die folgenden Sicherheitsprozeduren einzuhalten: lüften Sie Ihren Arbeitsbereich; tragen Sie ein Oberteil mit langen Ärmeln, Handschuhe, Schutzbrille und einen Einwegatemschutz; entsorgen Sie Isoliermaterial in einer verschweißten Kunststofftüte; waschen Sie Ihre Hände mit Seife und kaltem Wasser, nachdem Sie mit der Isolierung in Berührung gekommen sind.

Die Ölpfanne unter der standardmäßigen Vorpumpe kann eine Brandgefahr darstellen

Ölige Lappen, Papierhandtücher und ähnliche absorbierende Stoffe, die sich in der Ölpfanne befinden, können sich entzünden und die Pumpe und andere Bauteile des MSD beschädigen.

WARNUNG

Brennbare Materialien (oder leicht entflammbares/nicht entflammbares Dochtmaterial), die sich unter, über oder um die Vorpumpe herum befinden, stellen eine Brandgefahr dar. Halten Sie die Pfanne sauber, lassen Sie aber kein absorbierendes Material, wie z. B. Papierhandtücher, darin liegen.

Wasserstoff-Sicherheit

WARNUNG

Die Verwendung von Wasserstoff als GC-Trägergas birgt potentielle Gefahren.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff (H₂) als Träger- oder Brenngas verwenden, muss Ihnen bewusst sein, dass Wasserstoffgas in den Ofen des GC strömen und dort eine Explosion auslösen kann. Stellen Sie deshalb sicher, dass die Gasversorgung solange geschlossen bleibt, bis Sie alle Verbindungen hergestellt haben. Stellen Sie weiterhin sicher, dass immer, wenn dem Gerät Wasserstoffgas zugeführt wird, die Armaturen an Einlass und Detektorsäule entweder an eine Säule angeschlossen oder verschlossen sind.

Wasserstoff ist entzündbar. In geschlossenen Räumen können undichte Stellen eine Feuer- oder Explosionsgefahr verursachen. Bei jeder Anwendung, in der Sie Wasserstoff verwenden, müssen Sie erst alle Anschlüsse, Leitungen und Ventile auf undichte Stellen untersuchen, bevor Sie mit dem Gerät arbeiten. Schalten Sie die Wasserstoffversorgung stets an ihrer Quelle aus, bevor Sie Arbeiten am Gerät vornehmen.

Wasserstoff ist ein häufig verwendetes GC-Trägergas. Wasserstoff ist potentiell explosiv und hat auch andere gefährliche Eigenschaften:

- Wasserstoff ist in vielen Konzentrationen brennbar. Bei Atmosphärendruck ist Wasserstoff in Konzentrationen von 4% bis 74,2% nach Volumen brennbar.
- Wasserstoff hat von allen Gasen die höchste Brenngeschwindigkeit.
- Wasserstoff hat eine sehr niedrige Zündenergie.
- Wasserstoff, der sich mit hohem Druck schnell ausdehnen kann, kann sich selbst entzünden.
- Wasserstoff brennt mit einer nicht leuchtenden Flamme, die in hellem Licht unter Umständen unsichtbar ist.

GC-Vorsichtsmaßnahmen

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, entfernen Sie die große, runde Kunststoffabdeckung für die Übertragungsleitung auf der linken Seitenabdeckung des GC. Im unwahrscheinlichen Fall einer Explosion kann sich diese Abdeckung ggf. lösen.

Gefahren im Zusammenhang mit dem GC/MSD-Betrieb

Wasserstoff birgt eine Reihe von Gefahren. Einige sind allgemeiner Natur, andere treten nur im Zusammenhang mit dem Betrieb eines GC oder GC/MSD auf. Zu den Gefahren gehören unter anderem:

- Die Verbrennung von austretendem Wasserstoff
- Die Verbrennung aufgrund schneller Ausdehnung von Wasserstoff aus einem Hochdruckzylinder
- Ansammlung von Wasserstoff im GC-Ofen mit anschließender Verbrennung (siehe GC-Dokumentation und das Hinweisschild an der oberen Kante der Ofentür des GC)
- Ansammlung von Wasserstoff im MSD mit anschließender Verbrennung

Wasserstoffansammlung in einem MSD

WARNUNG

Der MSD kann keine Lecks in Einlass- und/oder Detektorgasströmen feststellen. Aus diesem Grund ist es äußerst wichtig, dass die Säulenarmaturen entweder stets an eine Säule angeschlossen oder mit einer Kappe oder einem Stopfen verschlossen sind.

Alle Benutzer müssen die Mechanismen kennen, die zu einer Wasserstoffansammlung führen können (Tabelle 4), und wissen, welche Vorkehrungen zu treffen sind, wenn bekannt ist oder vermutet wird, dass sich Wasserstoff angesammelt hat. Berücksichtigen Sie, dass diese Mechanismen für *alle* Massenspektrometer gelten, auch für den MSD.

Tabelle 4 Mechanismen der Wasserstoffansammlung

Mechanismus	Ergebnisse
Ausschalten des Massenspektrometers	Ein Massenspektrometer kann bewusst ausgeschaltet werden. Er kann aber auch versehentlich durch einen internen oder externen Fehler ausgeschaltet werden. Es gibt eine Sicherheitsfunktion, die den Fluss des Trägergases beim einem Ausfall der MSD-Vorpumpe einstellt. Sollte diese Funktion jedoch versagen, ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.
Schließen der automatischen Abstellventile des Massenspektrometers	Einige Massenspektrometer sind mit automatischen Abstellventilen für die Diffusionspumpe ausgestattet. Bei diesen Geräten können die Abstellventile bewusst durch den Benutzer geschlossen werden, es können aber auch verschiedene Fehler auftreten, die das Schließen der Ventile verursachen. Beim Schließen der Abstellventile wird der Trägergasfluss nicht abgestellt. Infolgedessen ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.
Schließen der manuellen Abstellventile des Massenspektrometers	Einige Massenspektrometer sind mit manuellen Abstellventilen für die Diffusionspumpe ausgestattet. Bei diesen Geräten kann der Benutzer die Abstellventile schließen. Durch das Schließen der Abstellventile wird der Trägergasfluss nicht abgestellt. Infolgedessen ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.
Ausschalten des GC	Ein GC kann absichtlich ausgeschaltet werden. Er kann aber auch versehentlich durch einen internen oder externen Fehler ausgeschaltet werden. Verschiedene GCs reagieren unterschiedlich. Wenn ein mit elektronischer Druckprogrammierung ausgestatteter 7890 GC ausgeschaltet wird, stoppt die Druckprogrammierung den Trägergasfluss. Wird der Trägerfluss des GC nicht über eine Druckprogrammierung gesteuert, steigt der Fluss bis zu seinem maximalen Wert an. Dieser Fluss kann das Pumpvolumen einiger Massenspektrometer übersteigen, sodass sich Wasserstoff im Massenspektrometer ansammeln kann. Wenn das Massenspektrometer gleichzeitig ausgeschaltet wird, kann es zu einer sehr schnellen Ansammlung kommen.

Tabelle 4 Mechanismen der Wasserstoffansammlung (Fortsetzung)

Mechanismus	Ergebnisse
Stromausfall	Bei Stromausfall werden sowohl der GC als auch das Massenspektrometer ausgeschaltet. Das Trägergas wird jedoch nicht unbedingt abgestellt. Wie bereits beschrieben kann in einigen GCs ein Stromausfall dazu führen, dass der Trägergasfluss auf den maximalen Wert ansteigt. Infolgedessen ist eine Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.

WARNUNG

Wenn sich Wasserstoff in einem Massenspektrometer angesammelt hat, ist bei dessen Beseitigung äußerste Vorsicht geboten. Das unsachgemäße Starten eines mit Wasserstoff gefüllten Massenspektrometers kann eine Explosion verursachen.

WARNUNG

Nach einem Stromausfall beginnt das Massenspektrometer nach dem Starten möglicherweise von selbst mit dem Abpumpen. Dies bedeutet jedoch nicht, dass der gesamte Wasserstoff aus dem System entfernt wurde oder dass die Explosionsgefahr gebannt ist.

Vorschriften

Befolgen Sie die folgenden Vorschriften, wenn Sie ein GC/MSD-System mit Wasserstoff als Trägergas betreiben.

Gerätevorschriften

Sie MÜSSEN sicherstellen, dass die Flügelmutter an der vorderen Seitenplatte handfest angezogen ist. Ziehen Sie die Flügelmutter nicht zu fest an, dies kann ein Luftleck verursachen.

WARNUNG

Wenn Sie Ihren MSD nicht wie oben beschrieben zu sichern, erhöht dies das Risiko eines Personenschadens im Falle einer Explosion erheblich.

Sie müssen die Kunststoffabdeckung über dem Glasfenster auf der Vorderseite eines 5977 MSD entfernen. Im unwahrscheinlichen Fall einer Explosion kann sich diese Abdeckung ggf. lösen.

Allgemeine Laborvorschriften

- Vermeiden Sie undichte Stellen in den Trägergasleitungen. Führen Sie regelmäßige Überprüfungen auf Wasserstofflecks mit speziellen Geräten für Undichtigkeitsprüfungen durch.
- Entfernen Sie so viele Zündquellen wie möglich aus Ihrem Labor (offene Flammen, Geräte mit möglichem Funkenflug, Quellen statischer Elektrizität, etc.).
- Sorgen Sie dafür, dass in einem Hochdruckzylinder befindlicher Wasserstoff nicht direkt in die Atmosphäre entweichen kann (Gefahr der Selbstentzündung).
- Verwenden Sie einen Wasserstoffgenerator anstelle von Wasserstoffflaschen.

Bedienvorschriften

- Stellen Sie die Wasserstoffzufuhr jedes Mal an der Quelle ab, wenn Sie den GC oder MSD ausschalten.
- Stellen Sie die Wasserstoffzufuhr jedes Mal an der Quelle ab, wenn Sie den MSD entlüften (heizen Sie die Kapillarsäule nicht ohne Trägergasfluss).
- Stellen Sie die Wasserstoffzufuhr jedes Mal an der Quelle ab, wenn Sie die Abstellventile des MSDs schließen (heizen Sie die Kapillarsäule nicht ohne Trägergasfluss).
- Stellen Sie bei einem Stromausfall die Wasserstoffzufuhr an der Quelle ab.
- Vorgehensweise nach einem Stromausfall bei unbeaufsichtigtem GC/MSD, auch nach einem bereits erfolgten Neustart des Systems:
 - 1 Stellen Sie die Wasserstoffzufuhr unverzüglich an der Quelle ab.
 - 2 Schalten Sie den GC aus.
 - 3 Schalten Sie den MSD aus, und lassen Sie ihn eine Stunde lang abkühlen.
 - 4 Entfernen Sie **alle** möglichen Zündquellen aus dem Raum.
 - 5 Öffnen Sie die Vakuumkammer des MSD.
 - 6 Warten Sie mindestens 10 Minuten, damit der gesamte Wasserstoff entweichen kann.

7 Starten Sie den GC und den MSD wie immer.


Wenn Sie Wasserstoffgas verwenden, überprüfen Sie das System auf undichte Stellen, um einer möglichen Feuer- und Explosionsgefahr vorzubeugen. Beachten Sie dabei die lokalen Umweltschutz-, Gesundheits- und Sicherheitsrichtlinien. Prüfungen auf undichte Stellen sollten Sie immer durchführen, wenn Sie einen Tank gewechselt oder die Gasleitungen gewartet haben. Stellen Sie sicher, dass die Auslassleitung stets in eine Abzugshaube entlüftet wird.

Sicherheits- und Ausführungszertifizierungen

Der MSD der Serie 5977 entspricht den folgenden Sicherheitsstandards:

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

Der MSD der Serie 5977 entspricht den folgenden Vorschriften zur elektromagnetischen Übereinstimmung (Electromagnetic Compatibility = EMC) und der Störung durch hochfrequente Strahlungen (Radio Frequency Interference = RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Gruppe 1, Klasse A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

Das ISM-Gerät entspricht der kanadischen Vorschrift „Canadian ICES-001“. (Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.)



Der MSD der Serie 5977 wurde unter Einhaltung eines gemäß ISO 9001 zertifizierten Qualitätssystems konstruiert und gefertigt.

Informationen

Der MSD der Serie 5977 von Agilent Technologies erfüllt die folgenden IEC-Klassifikationen (International Electro-Technical Commission): Gerät der Klasse I, Laborausstattung, Installationskategorie II, Emissionsgrad 2.

Diese Einheit wurde in Übereinstimmung mit anerkannten Sicherheitsstandards konstruiert und getestet und für den Einsatz im Innenbereich konzipiert. Wenn das Gerät auf eine Art und Weise verwendet wird, die vom Hersteller als solche nicht vorgesehen ist, kann dies den vom Gerät gebotenen Schutz beeinträchtigen. Wann auch immer der Sicherheitsschutz des MSD beeinträchtigt wird, ziehen Sie das Gerät von allen Stromquellen ab, und sichern Sie das Gerät vor unberechtigter Benutzung.

Wenden Sie sich bezüglich Wartungsarbeiten an qualifiziertes Wartungspersonal. Das Austauschen von Bauteilen oder das Durchführen nicht zulässiger Modifikationen am Gerät kann eine Sicherheitsgefahr darstellen.

Symbole

Während aller Betriebs-, Wartungs- und Reparaturphasen dieses Geräts müssen die in diesem Handbuch aufgeführten oder am Gerät angebrachten Warnhinweise eingehalten werden. Wenn diese Vorsichtsmaßnahmen nicht eingehalten werden, führt dies zu einer Verletzung der Sicherheitsstandards der Konstruktion und der vorgesehenen Verwendung des Geräts. Agilent Technologies haftet nicht, wenn der Kunde diese Anforderungen nicht einhält.

Weitere Informationen finden Sie in den begleitenden Anweisungen.



Weist auf eine heiße Oberfläche hin.



Weist auf gefährliche Spannungen hin.



Weist auf einen Masse-(Erdungs-)Anschluss hin.



Weist auf eine mögliche Explosionsgefahr hin.



Oder



Weist auf eine Gefahr durch Radioaktivität hin.



Weist auf eine Gefahr durch elektrostatische Entladung hin.



Weist darauf hin, dass Sie dieses elektrische/elektronische Produkt nicht über den Hausmüll entsorgen dürfen.



Elektromagnetische Übereinstimmung

Dieses Gerät entspricht den Anforderungen gemäß CISPR 11. Der Betrieb unterliegt den beiden folgenden Bedingungen:

- Dieses Gerät kann keine schädlichen Störstrahlungen verursachen.
- Dieses Gerät muss sämtliche Störstrahlungen aufnehmen, einschließlich Störstrahlungen, die durch einen unerwünschten Betrieb verursacht werden.

Wenn dieses Gerät schädliche Störstrahlungen bei Radio- oder Fernsehempfang verursacht, was durch Aus- und Einschalten des Geräts ermittelt werden kann, sollte der Benutzer eine oder mehrere der folgenden Maßnahmen ergreifen:

- 1 Radio oder Antenne an einen anderen Ort stellen.
- 2 Den Abstand zwischen dem Gerät und dem Radio- oder Fernsehgerät vergrößern.
- 3 Das Gerät an einer anderen Steckdose anschließen, sodass dieses Gerät und das Radio- oder Fernsehgerät an unterschiedlichen Stromkreisen angeschlossen sind.
- 4 Sicherstellen, dass alle Peripheriegeräte ebenfalls zertifiziert sind.
- 5 Sicherstellen, dass die geeigneten Kabel verwendet werden, um das Gerät mit den Peripherievorrichtungen zu verbinden.
- 6 Kontakt mit dem Händler der Vorrichtungen, mit Agilent Technologies oder einem erfahrenen Techniker bezüglich Unterstützung aufnehmen.
- 7 Änderungen oder Modifikationen, die von Agilent Technologies nicht ausdrücklich als zulässig genehmigt sind, können zu einer Aufhebung der Befugnis für den Betrieb des Geräts führen.

Erklärung zur Geräuschemission

Schalldruck

Schalldruck $L_p < 70$ dB gemäß EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 70$ dB gemäß EN 27779:1991.

Reinigung/Recycling des Produkts

Um die Einheit zu reinigen, ziehen Sie das Netzkabel ab, und wischen Sie das Gerät mit einem feuchten, fusselreichen Lappen ab. Bezüglich Recycling wenden Sie sich bitte an Ihren lokalen Agilent Vertriebsbeauftragten.

Verschütten von Flüssigkeiten

Verschütten Sie keine Flüssigkeiten auf dem MSD.

Transportieren oder Aufbewahren des MSD

Um eine einwandfreie Funktion des MSD zu gewährleisten, sollte sich dieser in einem abgepumpten und warmen Zustand mit einem Trägergasfluss befinden. Wenn Sie den MSD transportieren oder aufbewahren wollen, sind einige weitere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten. Der MSD muss immer aufrecht aufgestellt sein; dies ist besonders beim Transport zu beachten. Der MSD darf nicht für längere Zeit in die Atmosphäre entlüftet werden.

Austausch der primären Sicherungen

Benötigte Materialien

- Sicherung, T12,5A, 250 V (2110-1398) – 2 erforderlich
- Schraubendreher, Längsschlitz (8730-0002)

Der wahrscheinlichste Grund für den Ausfall der primären Sicherungen ist ein Problem mit der Trockenvorpumpe. Wenn die primären Sicherungen in Ihrem MSD ausfallen, überprüfen Sie die Vorpumpe.

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD und trennen Sie das Netzkabel von der Steckdose.

Wenn eine der primären Sicherungen ausfällt, ist der MSD schon ausgeschaltet, doch sicherheitshalber sollten Sie den MSD trotzdem ausschalten und das Netzkabel ziehen. Es ist nicht notwendig, Luft in die Analysatorkammer zu lassen.

WARNUNG

Tauschen Sie die primären Sicherungen niemals aus, während der MSD mit einer Spannungsquelle verbunden ist.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als GC-Trägergas verwenden, kann ein Ausfall der Stromversorgung dazu führen, dass Wasserstoff sich in der Analysatorkammer ansammelt. In diesem Fall sind weitere Vorsichtsmaßnahmen erforderlich. Siehe ["Wasserstoff-Sicherheit"](#) auf Seite 21.

- 2 Drehen Sie einen der Sicherungshalter ([Figure 2](#) auf Seite 33) gegen den Uhrzeigersinn, bis er herauspringt. Die Sicherungshalter sind gefedert.
- 3 Entfernen Sie die alte Sicherung aus dem Sicherungshalter.
- 4 Installieren Sie eine neue Sicherung im Sicherungshalter.
- 5 Bringen Sie den Sicherungshalter wieder an.

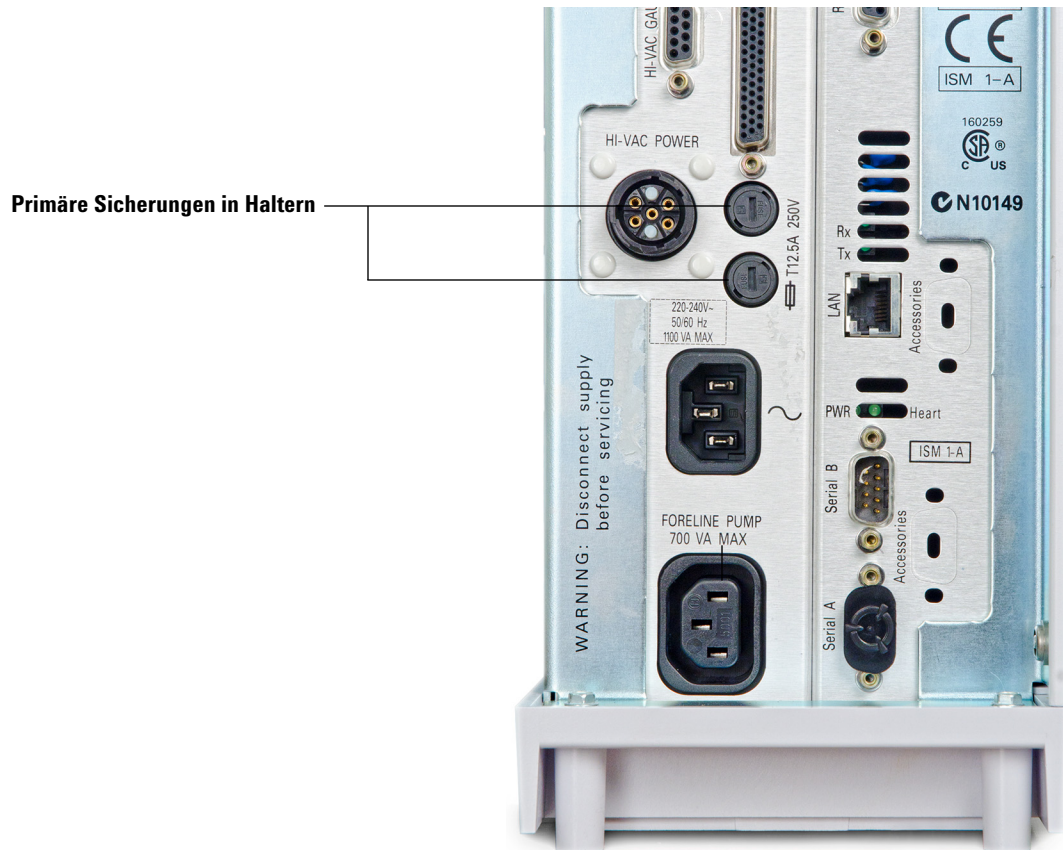
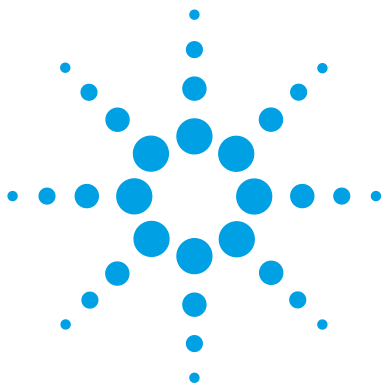


Abb. 2 Primäre Sicherungen

- 6 Wiederholen Sie die Schritte 3 bis 5 für die andere Sicherung. Tauschen Sie stets beide Sicherungen aus.
- 7 Stecken Sie das MSD-Netzkabel wieder in die Steckdose.
- 8 Pumpen Sie den MSD ab.



2 Installieren von GC-Säulen

Säulen	36
Installieren einer Kapillarsäule mit einem Split/Splitless-Einlass	38
So konditionieren Sie eine Kapillarsäule	42
Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung	43

Bevor Sie Ihr GC/MSD-System in Betrieb nehmen können, müssen Sie eine GC-Säule auswählen, installieren und konditionieren. In diesem Kapitel wird erläutert, wie Sie eine Säule installieren und konditionieren. Für eine korrekte Säulen- und Flussauswahl muss Ihnen bekannt sein, welche Art von Vakuumsystem Ihr MSD besitzt. Auf dem Schild mit der Seriennummer im unteren vorderen Bereich der linken Seitenabdeckung ist auch die Modellnummer angegeben.



Säulen

In Verbindung mit dem MSD können viele Typen von GC-Säulen verwendet werden, jedoch sind einige Einschränkungen zu beachten.

Während des Tunings oder der Datenerfassung darf die Geschwindigkeit des Säulenflusses im MSD den max. empfohlenen Fluss nicht übersteigen. Deshalb sind bezüglich Säulenlänge und -fluss Einschränkungen zu beachten. Wenn der empfohlene Fluss überschritten wird, führt dies zu einer Verschlechterung der Systemleistung bezüglich Massenspektrum und Empfindlichkeit.

Bedenken Sie, dass Säulenflüsse abhängig von der Ofentemperatur stark variieren können. Siehe „[Messen der linearen Geschwindigkeit des Säulenflusses](#)“ auf Seite 72 für Anweisungen dazu, wie der tatsächliche Fluss in einer Säule gemessen wird. Verwenden Sie die „Flow Calculation Software“, und beachten Sie [Tabelle 5](#), um zu ermitteln, ob eine bestimmte Säule einen akzeptablen Fluss mit realistischem Vordruck aufweist.

Tabelle 5 Gasflüsse

Merkmal	Modell					
	G7035A	G7036A	G7037A	G7038A	G7039A	G7040A
Hochvakuumpumpe	Diffusion	Leistungs-Turbo	Diffusion	Leistungs-Turbo	Leistungs-Turbo	Leistungs-Turbo
Optimaler Helium-Säulenfluss mL/Min	1	1 bis 2	1	1 bis 2	1 bis 2	1 bis 2
Max. empfohlener Gasfluss ml/Min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Max. Gasfluss, mL/Min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
Max. ID der Säule	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
Cl-fähig	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Ja
GC-Kompatibilität	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* Gesamter Gasfluss in den MSD: Säulenfluss plus Reagensgasfluss (sofern zutreffend).

† Leistungsverschlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

Konditionieren von Säulen

Es ist wichtig, dass eine Säule konditioniert wird, bevor diese an der GC/MSD-Verbindung angeschlossen wird. Siehe „[So konditionieren Sie eine Kapillarsäule](#)“ auf Seite 42.

Ein kleiner Teil der stationären Phase einer Kapillarsäule wird häufig durch das Trägergas entfernt. Dies wird als Säulenbluten bezeichnet. Beim Säulenbluten werden Spuren der stationären Phase in der MSD-Ionenquelle abgelagert. Hierdurch verringert sich die Empfindlichkeit des MSD, und die Ionenquelle muss gereinigt werden.

Das Säulenbluten tritt häufig in neuen oder schlecht verbundenen Säulen auf. Es ist viel schlechter, wenn beim Erwärmen der Säule Spuren von Sauerstoff im Trägergas vorhanden sind. Um das Säulenbluten zu minimieren, sollten alle Kapillarsäulen konditioniert werden, **bevor** sie in der GC/MSD-Verbindung installiert werden.

Konditionieren von Ferrulen

Das mehrmalige Aufheizen von Ferrulen auf ihre maximal erwartete Betriebstemperatur vor ihrer Installation kann dazu führen, dass sich das chemische „Bluten“ aus den Ferrulen verringert.

Tipps und Hinweise

- Für MSDs der Serie 5977 sind die Vorgehensweisen für die Säuleninstallation ggf. anders als bei früheren MSDs. Die Anwendung der Vorgehensweise von einem anderen Gerät funktioniert ggf. **nicht** und kann auch zu Schäden an der Säule oder am MSD führen.
- Sie können mit einer einfachen Reißzwecke alte Ferrulen aus Säulenmuttern entfernen.
- Verwenden Sie immer ein Trägergas mit einer Reinheit von mindestens 99,999 %.
- Aufgrund einer Ausdehnung durch Wärme sind neue Ferrulen ggf. lose, nachdem diese mehrere Male aufgeheizt und abgekühlt wurden. Prüfen Sie die Dichtigkeit nach zwei oder drei Aufwärmzyklen.
- Tragen Sie immer saubere Handschuhe, wenn Sie Säulen anfassen. Dies gilt besonders für das Ende, das in der GC/MSD-Verbindung eingesetzt wird.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas einsetzen, starten Sie den Trägerfluss erst dann, wenn die Säule im MSD installiert ist und der MSD abgepumpt wurde. Wenn die Vakuumpumpen ausgeschaltet sind, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Siehe „Wasserstoff-Sicherheit“.

WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Gehen Sie achtsam vor, damit Sie sich mit dem Ende der Säule nicht stechen.

Installieren einer Kapillarsäule mit einem Split/Splitless-Einlass

Benötigte Materialien

- Saubere Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Metrisches Lineal
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)
- Kapillarsäule
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Ferrule
 - 0,27 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3518)
 - 0,37 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm (5062-3516)
 - 0,40 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,25 mm (5181-3323)
 - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3514)
 - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Einlasssäulenmutter (5181-8830 für die Agilent Serien 7890 und 7820)
- Vergrößerungsglas
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlassseptum sein)

Um die Säulen in anderen Arten von Einlässen zu installieren, lesen Sie die Benutzerinformationen zum Gaschromatographen.

WARNUNG

Der GC arbeitet mit hohen Temperaturen. Um Verbrennungen zu vermeiden, berühren Sie Teile des GC erst dann, wenn Sie sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Gehen Sie achtsam vor, damit Sie sich mit dem Ende der Säule nicht stechen.

VORSICHT

Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie Teile berühren, die in die GC- oder Analysatorkammer gestellt werden.

Vorgehensweise

- 1 Lassen Sie den Ofen auf Raumtemperatur abkühlen.
- 2 Ziehen Sie Handschuhe an, und schieben Sie Septum, Säulenmutter und konditionierte Ferrule auf das freie Ende der Säule (Abb. 3). Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss von der Säulenmutter weg zeigen.

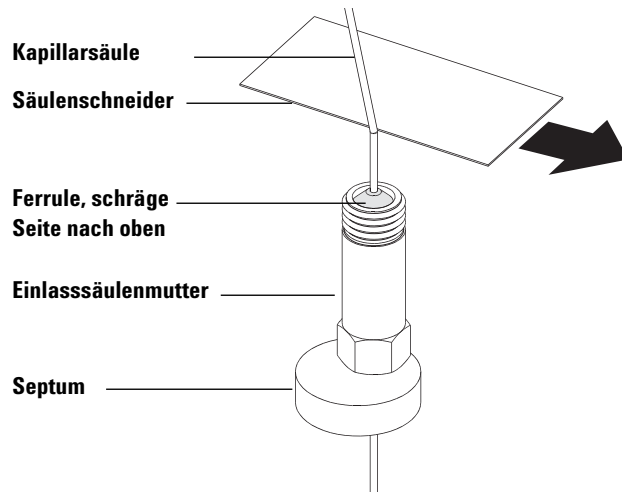


Abb. 3 Vorbereiten einer Kapillarsäule für die Installation

2 Installieren von GC-Säulen

- 3 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukerben.
- 4 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie die Säule an der Kante des Säulenschneiders.
- 5 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 3 und 4.
- 6 Wischen Sie die Außenseite des freien Endes der Säule mit einem fusselfreien, mit Methanol angefeuchteten Tuch ab.
- 7 Positionieren Sie die Säule so, dass sie 4 bis 6 mm über das Ende der Ferrule hinaussteht (Abb. 4).

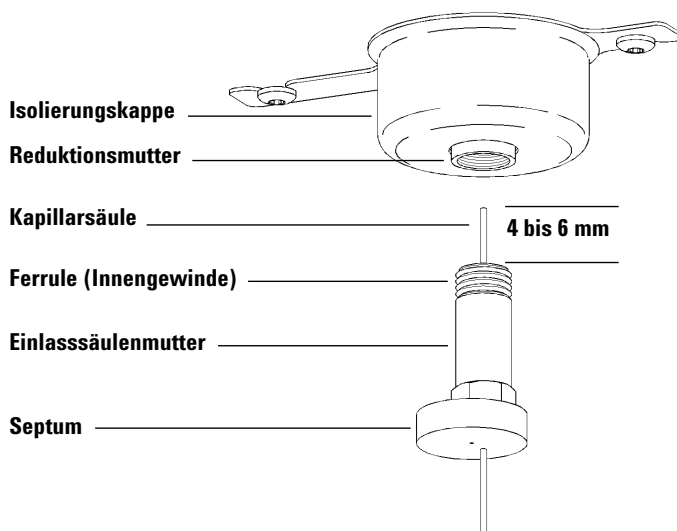


Abb. 4 Installieren einer Kapillarsäule für einen Split-Einlass/splitlosen Einlass

- 8 Schieben Sie das Septum, um die Mutter und die Ferrule in die korrekte Position zu platzieren.
- 9 Führen Sie die Säule in den Einlass ein.
- 10 Schieben Sie die Mutter in der Säule nach oben bis zum Einlassboden, und ziehen Sie die Mutter handfest an.
- 11 Passen Sie die Säulenposition so an, dass das Septum gleichmäßig mit der Unterseite der Säulenmutter ausgerichtet ist.

- 12** Ziehen Sie die Säulenmutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung fest. Die Säule darf sich durch einen sanften Ruck nicht verschieben.
- 13** Starten Sie den Trägergasfluss.
- 14** Prüfen Sie den Fluss, indem Sie das freie Ende der Säule in Isopropanol eintauchen. Achten Sie auf Luftblasen.

Weitere Themen

Weitere Informationen zum Installieren einer Kapillarsäule finden Sie im Anwendungshinweis *Optimieren von splitlosen Injektionen an Ihrem GC für die Hochleistungs-MS-Analyse* mit der Agilent Technologies-Publikationsnummer 5988-9944EN.

So konditionieren Sie eine Kapillarsäule

Benötigte Materialien

- Trägergas (mit einer Reinheit von 99,9995 % oder höher)
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)

WARNUNG

Konditionieren Sie Ihre Kapillarsäule nicht mit Wasserstoff. Eine Wasserstoffansammlung im GC-Ofen kann zu einer Explosion führen. Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas vorsehen, konditionieren Sie zuerst die Säule mit einem extrem reinen Edelgas (99,999% oder höher) wie Helium, Stickstoff oder Argon.

WARNUNG

Der GC arbeitet mit hohen Temperaturen. Um Verbrennungen zu vermeiden, berühren Sie Teile des GC erst dann, wenn Sie sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

Vorgehensweise

- 1 Installieren Sie die Säule im GC-Einlass. (Siehe auch „[Installieren einer Kapillarsäule mit einem Split/Splitless-Einlass](#)“ auf Seite 38.)
- 2 Stellen Sie eine minimale Geschwindigkeit von 30 cm/s ein, oder folgen Sie der Empfehlung des Säulenherstellers. Lassen Sie bei Raumtemperatur für 15 bis 30 Minuten Gas durch die Säule fließen, um Luft zu entfernen.
- 3 Programmieren Sie den Ofen von Raumtemperatur auf die Maximaltemperatur für die Säule.
- 4 Erhöhen Sie die Temperatur mit einer Rate von 10 bis 15 °C/min.
- 5 Halten Sie die Maximaltemperatur für 30 Minuten.

VORSICHT

Überschreiten Sie auf keinen Fall die maximale Säulentemperatur, weder in der GC/MS-Verbindung noch im GC-Ofen oder Einlass.

- 6 Stellen Sie die GC-Ofentemperatur auf 30 °C, und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist.
- 7 Bringen Sie die Säule an der GC-Verbindung an. (Siehe „[Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung](#)“ auf Seite 43.)

Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung



Diese Prozedur gilt für die Anbringung einer Kapillarsäule mit einer Säulenmutter direkt an der Übertragungsleitung.

Agilent Serie 7890 GC

Benötigte Materialien

- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Ferrule
 - 0,3 mm Innendurchmesser (ID), für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3507)
 - 0,4 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm und 0,25 mm (5062-3508)
 - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3506)
 - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Taschenlampe
- Vergrößerungsglas
- Saubere Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Verbindungssäulenmutter (05988-20066)
- Schutzbrille
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)
- Säulenmesswerkzeug

VORSICHT

Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie Teile berühren, die in die GC- oder Analysatorkammer gestellt werden.

Vorgehensweise

- 1 Die Säule konditionieren. (Siehe auch „[So konditionieren Sie eine Kapillarsäule](#)“ auf Seite 42.)

WARNUNG

Der Analysator, die GC/MS-Verbindung und andere Bauteile in der Analysatorkammer arbeiten bei extrem hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

WARNUNG

In der Analysatorkammer herrschen gefährliche elektrische Spannungen, die zu schweren Verletzungen führen können. Öffnen Sie die Analysatorkammer auf gar keinen Fall. Falls ein Zugang unbedingt erforderlich sein sollte, muss geschultes Servicepersonal zunächst das Instrument vom Stromnetz trennen.

- 2 Wenn Sie Quick Swap nicht verwenden, entlüften Sie den MS. Informationen hierzu finden Sie unter „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82.

WARNUNG

Der GC arbeitet mit hohen Temperaturen. Um Verbrennungen zu vermeiden, berühren Sie Teile des GC erst dann, wenn Sie sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

- 3 Schieben Sie eine Verbindungsmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der GC-Säule. Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss zur Mutter hin zeigen.
- 4 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukerben.
- 5 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie die Säule an der Kante des Säulenschneiders.
- 6 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 4 und 5.
- 7 Wischen Sie das Ende der Säule mit Alkohol ab.
- 8 Führen Sie die Säule in das Säulenmesswerkzeug ein.

- 9** Schieben Sie die Säule so, dass sie 1–2 mm über das Ende des Werkzeugs hinaussteht.
- 10** Ziehen Sie die Armatur handfest an.
- 11** Ziehen Sie um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung an, um die Ferrule an der Säule zu befestigen.
- 12** Schieben Sie die Säule in die GC/MS-Verbindung.
- 13** Ziehen Sie die Mutter handfest an. Stellen Sie sicher, dass sich die Position der Säule beim Anziehen der Mutter nicht verändert.
- 14** Prüfen Sie am GC-Ofen, dass die Säule nicht die Ofenwände berührt.
- 15** Ziehen Sie die Mutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung an.
- 16** Prüfen Sie die Dichtheit der Mutter nach einem oder zwei Aufwärmzyklen. Ziehen Sie sie anschließend den Anforderungen entsprechend erneut fest.

2 Installieren von GC-Säulen



3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- Betrieb des MSD über das Datensystem 48
- Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld 48
- Die EI-GC/MSD-Verbindung 55
- Vor dem Einschalten des MSD 57
- Abpumpen 58
- Steuern der Temperaturen 58
- Steuern des Säulenflusses 59
- Entlüften des MSD 59
- Anzeigen von MSD-Temperatur und Vakuum im Dialogfeld
„Manual Tune“ 61
- Einstellen von Überwachungen für MSD-Temperatur und den
Vakuumstatus 63
- Einstellen von Analysatortemperaturen in der Ansicht „Instrument
Control“ 65
- Einstellen der Temperatur der GC/MSD-Verbindung über MassHunter 67
- Überwachen des Hochvakuumdrucks 69
- Messen der linearen Geschwindigkeit des Säulenflusses 72
- Tuning des MSD im EI-Modus 75
- Überprüfen der Systemleistung 77
- Testen von hohen Massen (MSDs der Serie 5977) 78
- Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung 81
- Entlüften des MSD 82
- Öffnen der Analysatorkammer 85
- Schließen der Analysatorkammer 88
- Abpumpen des MSD im EI-Modus 92
- Transportieren und Aufbewahren des MSD 95



In diesem Kapitel werden einige grundlegende Betriebsabläufe für den Agilent 5977 GC/MSD bei Verwenden der Elektronenstoßionisation beschrieben.

Betrieb des MSD über das Datensystem

Die Agilent MassHunter Data Acquisition Workstation automatisiert Aufgaben wie das Abpumpen, Ausbauen der Ionenquelle, Überwachen von Einstellungen, Festlegen von Temperaturen, Tuning und Entlüften des MSD. Diese Aufgaben werden in diesem Kapitel beschrieben. Weitere Informationen sind in den Handbüchern und in der Online-Hilfe zur MassHunter Workstation-Software enthalten.

VORSICHT

Die Software und die Firmware werden regelmäßig aktualisiert. Wenn die in diesen Vorgehensweisen beschriebenen Schritte nicht mit Ihrer MassHunter Workstation-Software übereinstimmen, finden Sie weitere Informationen in den Handbüchern und der Online-Hilfe zur Software.

Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld

Das lokale Bedienfeld zeigt den Status des MSD an oder löst eine Aufgabe am MSD ohne Verwendung der Agilent MassHunter Data Acquisition-Software aus. Die Agilent MassHunter Data Acquisition-Software kann an einer beliebigen Stelle im lokalen Netzwerk des Standorts befinden, sodass sich die Data Acquisition-Software nicht unbedingt in der unmittelbaren Nähe des Geräts befinden muss. Da das lokale Bedienfeld über das lokale Netzwerk mit der Data Acquisition-Software kommuniziert, können Sie direkt am MSD auf die Funktionen der Data Acquisition-Software (wie z.B. Tuning und Starten einer Analyse) zugreifen. Am lokalen Bedienfeld stehen nur bestimmte Funktionen zur Verfügung. Die Data Acquisition-Software bietet eine umfassende Steuerung der meisten Gerätesteueroberationen.

Betriebsmodi

Das lokale Bedienfeld besitzt zwei Betriebsmodi: „Status“ und „Menü“.
Der *Status*-Modus erfordert keine Interaktion und zeigt einfach den aktuellen Status des MSD-Geräts oder seine verschiedenen Kommunikationsverbindungen an. Wenn Sie [**Menu**] und dann [**No/Cancel**] wählen, kehren Sie zum Statusmodus zurück.

Im *Menü*-Modus können Sie verschiedene Aspekte des GC/MSD abfragen und einige Aktionen starten, wie das Ausführen einer Methode oder Sequenz oder das Vorbereiten des Systems für das Entlüften.

Rufen Sie eine bestimmte Menüoption wie folgt auf:

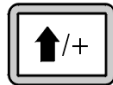


Drücken Sie auf [**Menu**], bis das gewünschte Menü erscheint.

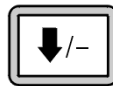


Drücken Sie auf [**Item**], bis der gewünschte Menüeintrag erscheint.

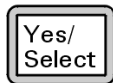
Verwenden Sie eine oder mehrere der folgenden Tasten, um auf Aufforderungen zu reagieren oder Optionen auszuwählen:



Verwenden Sie [**Up**], um den angezeigten Wert zu erhöhen oder um beispielsweise in einer Meldungsliste nach oben zu blättern.



Verwenden Sie [**Down**], um den angezeigten Wert zu verringern oder um beispielsweise in einer Meldungsliste nach unten zu blättern.



Verwenden Sie [**Yes/Select**], um den aktuellen Wert zu akzeptieren.



Verwenden Sie [**No/Cancel**], um zum Statusmodus zurückzukehren.

Nach Ihrer Auswahl oder nachdem Sie alle verfügbaren Menüs durchlaufen haben, kehrt die Anzeige automatisch zum Statusmodus zurück.

Wenn Sie [**Menu**] und dann [**No/Cancel**] wählen, erscheint immer der Statusmodus.

Wenn Sie [**No/Cancel**] zweimal drücken, kehren Sie immer zum Statusmodus zurück.

Statusmeldungen im lokalen Bedienfeld

Die folgenden Meldungen können im lokalen Bedienfeld erscheinen, um Sie über den Status des MSD-Systems zu informieren. Wenn sich das lokale Bedienfeld derzeit im Menümodus befindet, durchlaufen Sie die Menüs, um zum Statusmodus zurückzukehren. Es werden keine Meldungen angezeigt, wenn derzeit in der MassHunter Data Acquisition-Software keine Online-Gerätesitzung läuft.

ChemStation Loading <Zeitstempel>

Die Agilent MassHunter Data Acquisition-Software wird gestartet.

Executing <Typ>tune

Es wird ein Tuning-Vorgang ausgeführt (Typ = QuickTune oder Autotune).

Instrument Available <Zeitstempel>

Die Agilent MassHunter Data Acquisition-Software ist nicht aktiv.

Loading Method <Name der Methode>

Methodenparameter werden an den MSD gesendet.

Loading MSD Firmware

Die Firmware des MSD wird initialisiert.

Die folgenden Meldungen erscheinen am lokalen Bedienfeld abwechselnd, wenn der MSD seine Startsequenz *NICHT* korrekt durchführen konnte:

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Diese Meldungen geben an, dass der MSD seine eindeutige IP-Adresse vom Windows-Dienst nicht empfangen hat. Wenn die Meldungen immer noch erscheinen, nachdem Sie Ihren Account im MassHunter Data Acquisition-Programm angemeldet haben, schlagen Sie im Abschnitt „Fehlerbehebung“ im Software-Installationshandbuch nach.

Loading OS

Das Betriebssystem der Gerätesteuerung wird initialisiert.

<Methode> Complete <Zeitstempel>

Die Analyse und die nachfolgende Datenverarbeitung ist abgeschlossen.
Die gleiche Meldung erscheint, wenn die Analyse vorzeitig beendet wurde.

Method Loaded <Name der Methode>

Methodenparameter wurden an den MSD gesendet.

MS locked by <Computername>

MS-Parameter können nur in der MassHunter Data Acquisition-Software geändert werden.

Press Sideplate

Eine Meldung während des Startvorgangs, um daran zu erinnern, dass Sie auf die Seitenabdeckung am MSD drücken müssen, um eine adäquate Vakuumabdichtung zu gewährleisten.

Run: <Methode> Acquiring <Datendatei>

Eine Analyse wird durchgeführt; Daten werden von der angegebenen Datendatei erfasst.

Anzeigen des Systemstatus während des Startvorgangs

- 1 Die folgenden Meldungen werden während des Startvorgangs am lokalen Bedienfeld angezeigt:
 - **Press sideplate**
 - **Loading OS**
 - **Press sideplate**
 - **Loading MSD Firmware**
- 2 Drücken Sie weiterhin auf die Seitenabdeckung des MSD, bis die Meldung **MSD Ready** erscheint. Hierdurch kann das Gerät noch schneller abpumpen.

Menüs im lokalen Bedienfeld

Um eine bestimmte Menüoption aufzurufen, drücken Sie [**Menu**], bis das gewünschte Menü erscheint, drücken Sie dann [**Item**], bis der gewünschte Menüeintrag erscheint. [Tabelle 6](#) bis [Tabelle 11](#) listen die Menüs und die Auswahloptionen auf.

HINWEIS

Viele Menüeinträge (insbesondere an der ChemStation, MS Parameter und Wartungsmenüs) haben keine Auswirkung, wenn das Gerät Daten erfasst.

Tabelle 6 Menü „ChemStation“

Aktion	Beschreibung
Run Method	Zeigt den aktuellen Methodennamen an und startet eine Analyse.
Run Sequence	Zeigt die aktuelle Sequenz an und startet eine Sequenz.
Run Current Tune	Zeigt die aktuelle Tune-Datei an und startet einen Autotune-Vorgang (nur EI-Modus. CI-Tune muss in der MassHunter Data Acquisition-Software gestartet werden).
# of Messages	Zeigt die Anzahl der Meldungen und den Text der letzten Meldung an. Blättern Sie mit den Pfeiltasten durch die vorherigen Meldungen (bis zu 20).
Release ChemStation	Unterbricht die Verbindung der MassHunter Data Acquisition-Software mit dem MSD.
Connection Status	Zeigt den Verbindungsstatus des lokalen Netzwerks für den MSD an. Remote = mit der Online-Sitzung der MassHunter Data Acquisition-Software verbunden Lokal = nicht mit der Online-Sitzung der MassHunter Data Acquisition-Software verbunden
Name of Instrument	Zeigt den Namen des Geräts an, wenn dies mit der Online-Sitzung der MassHunter Data Acquisition-Software verbunden ist. Der Name des Geräts ist der Name, der dem MSD über das Dialogfenster „Configuration“ in der MassHunter Data Acquisition-Software zugewiesen wurde.

Tabelle 7 Menü „Maintenance“

Aktion	Beschreibung
Prepare to vent	Erinnert Sie daran, dass Sie den GC herunterfahren und dann das Gerät für das Entlüften vorbereiten, wenn [Yes/Select] gedrückt wird.
Abpumpen	Startet eine Abpumpsequenz.
Hi Vac Soft Start	

Tabelle 8 Menü „MS Parameters“

Aktion	Beschreibung
High Vacuum Pressure	Nur, wenn die Mikro-Ionen-Vakuummessvorrichtung installiert ist.
Turbo Pump Speed	Zeigt die Geschwindigkeit der Turbopumpe an.
MSD Fault Status	Gibt einen zusammengefassten Fehlerstatuscode (Nummer) im dezimalen („dec“) und hexadezimalen („hex“) Format an, der alle möglichen Fehlerkombinationen abdeckt.
Ion Source Temp, °C	Zeigt die Ionenquellentemperatur an und stellt diese ein.
Quadrupole Temp, °C	Zeigt die Quadrupoltemperatur an und stellt diese ein.
CI Reagent	Zeigt das CI-Reagensgas und die Flussrate an (sofern installiert).

HINWEIS

MS-Parameter können nicht über das lokale Bedienfeld eingestellt werden, wenn eine MassHunter Data Acquisition-Sitzung mit einer Verbindung zum MSD online ausgeführt wird.

Tabelle 9 Menü „Network“

Aktion	Beschreibung
MSD IP via keyboard	Zeigt die IP-Adresse des MSD an und wird über die MassHunter Data Acquisition-Software programmiert.
Gateway IP Address	Zeigt die Gateway-IP-Adresse für den MSD an.
Subnet Mask	Zeigt die Subnetzmaske für den MSD an.
GC Comm IP Address	Zeigt die IP-Adresse an.
ChemStation IP	Zeigt die IP-Adresse der MassHunter Data Acquisition-Software an.

Tabelle 9 Menü „Network“ (Fortsetzung)

Aktion	Beschreibung
GC IP Address	Zeigt die IP-Adresse für den GC an.
Ping gateway	Prüft die Kommunikation mit dem Gateway.
Ping ChemStation	Prüft die Kommunikation mit der MassHunter Data Acquisition-Software.
Ping GC	Prüft die Kommunikation mit dem GC.
MAC Address	Zeigt die MAC-Adresse der SmartCard im MSD an.
Reboot with new network settings	Startet das System neu und speichert die neuen Netzwerkeinstellungen.

Tabelle 10 Menü „Version“

Aktion	Beschreibung
Control firmware	Zeigt die Version der MSD-Firmware an.
Operating system	Zeigt die Betriebssystemversion der MassHunter Data Acquisition-Software an.
Front panel	Zeigt die Version des lokalen Bedienfelds an.
Log amplifier	Zeigt die Informationen zur Version an.
Sideboard	Zeigt den Sideboard-Typ an.
Mainboard	Zeigt den Mainboard-Typ an.
Serial number	Diese wird dem MSD über das Dialogfenster „Configuration“ in der MassHunter Data Acquisition-Software zugewiesen.

Tabelle 11 Menü „Controller“

Aktion	Beschreibung
Reboot controller	Startet die LAN/MS-Steuerkarte.
Test LCP?	Startet einen Diagnosetest der zweizeiligen Anzeige.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Prüft den Status des HTTP-Servers.

Die EI-GC/MSD-Verbindung

Die GC/MSD-Verbindung ([Abbildung 5](#) auf Seite 56) ist eine Heizleitung in den MSD für die Kapillarsäule. Sie ist an der rechten Seite der Analysatorkammer mit einer O-Ringdichtung verschraubt. Sie besitzt eine Schutzabdeckung, die immer installiert bleiben muss.

Ein Ende der GC/MSD-Verbindung verläuft durch die Seite des Gaschromatographen und in den GC-Ofen. Dieses Ende besitzt ein Gewinde, um so eine Verbindung der Säule mit einer Mutter und einer Ferrule zu ermöglichen. Das andere Ende der Verbindung passt in die Ionenquelle. Die letzten 1 bis 2 Millimeter der Kapillarsäule erstrecken sich über das Ende der Führungsröhre und in die Ionisationskammer hinein.

Die GC/MSD-Verbindung wird über eine elektrische Patronenheizung beheizt. Normalerweise wird die Heizung über die mit „Thermal Aux #2“ beheizte Zone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die Verbindungstemperatur kann in der MassHunter Data Acquisition-Software oder am Gaschromatographen eingestellt werden. Ein Fühler (Thermopaar) in der Verbindung überwacht die Temperatur.

Die GC/MSD-Verbindung sollte in einem Bereich zwischen 250 ° bis 350 °C betrieben werden. Aufgrund dieser Einschränkung sollte die Verbindungstemperatur etwas höher als die maximale GC-Ofentemperatur, jedoch **niemals** höher als die maximale Säulentemperatur liegen.

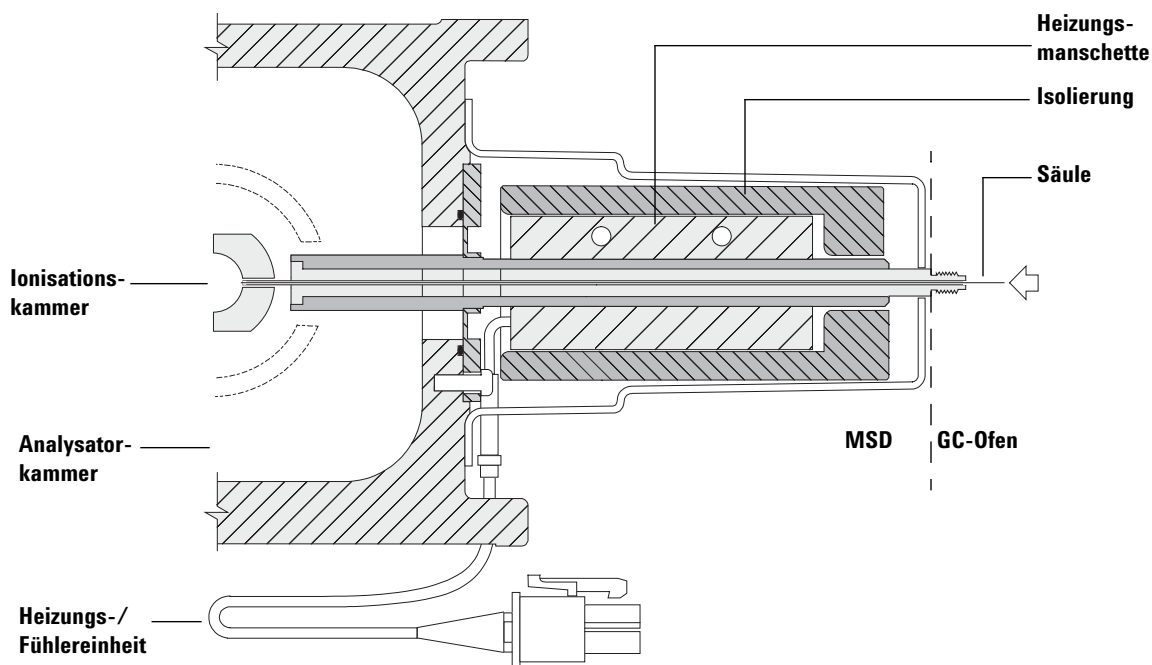
Die EI-GC/MSD-Verbindung kann nur mit einer EI-Ionenquelle verwendet werden. Es gibt zwei Typen von Dichtungen an der Spitze, die mit EI-Quellen verwendet werden können. Die Standard-/inerten EI-Quellen benötigen keine Dichtung an der Spitze. Die Extraktor-Quelle an einem ausschließlichen EI-System verwendet eine Dichtung an der Spitze (G3870-20542). Die Extraktor-Quelle und die CI-Quelle an einem EI/CI-System verwenden die CI-Dichtung an der Spitze (G1999-60412).

Weitere Themen

„Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung“ auf Seite 43.

WARNUNG

Die GC/MSD-Verbindung arbeitet mit hohen Temperaturen. Falls Sie diese berühren, wenn diese erwärmt ist, werden Sie sich verbrennen.



Säulenende ragt 1 bis 2 mm in die Ionisationskammer.

Abb. 5 Die EI-GC/MSD-Verbindung

Vor dem Einschalten des MSD

Stellen Sie sicher, dass Sie **vor** dem Einschalten oder vor der Bedienung des MSD folgende Schritte durchgeführt haben.

- Das Entlüftungsventil muss geschlossen sein (der Drehknopf ist im Uhrzeigersinn bis zum Anschlag zuge dreht).
- Alle anderen Luftabdichtungen und sonstigen Dichtungen müssen angebracht und vollständig dicht sein. (Die Schraube für die vordere Seitenabdeckung sollte nicht angezogen sein, sofern nicht gefährliche Träger- oder Reagentengase verwendet werden.)
- Der MSD ist an einer geerdeten Steckdose angeschlossen.
- Die GC/MSD-Verbindung führt in den GC-Ofen.
- Eine konditionierte Kapillarsäule ist im GC-Einlass und in der GC/MSD-Verbindung installiert.
- Der GC ist eingeschaltet, jedoch sind die Heizzonen bei der GC/MSD-Verbindung, dem GC-Einlass und dem Ofen ausgeschaltet.
- Das Trägergas mit einer Reinheit von mindestens 99,9995 % wird über die empfohlenen Filter in den GC eingespeist.
- Bei Verwendung von Wasserstoff als Trägergas muss der Trägergasfluss ausgeschaltet sein, und die Rändelschraube auf der vorderen Seitenabdeckung muss leicht festgezogen sein.
- Die Öffnung der Vorpumpe ist korrekt entlüftet.

WARNUNG

Die Abluft aus der Vorpumpe enthält Lösungsmittel und die von Ihnen analysierten Chemikalien. Wenn Sie die standardmäßige Vorpumpe verwenden, sind auch Spuren von Pumpenöl enthalten. Wenn Sie giftige Lösungsmittel verwenden oder giftige Chemikalien analysieren, entfernen Sie das Ölventil (Standardpumpe), und installieren Sie einen Schlauch (ID von 11-mm), um so die Abluft der Vorpumpe nach außen oder in eine Abzugshaube abzuführen. Stellen Sie sicher, dass regionale Vorschriften eingehalten werden. Der Ölfilter für die standardmäßige Pumpe hält nur das Öl der Pumpe zurück. Giftige Chemikalien werden nicht gefiltert.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas einsetzen, starten Sie den Trägergasfluss erst nach dem Abpumpen des MSD. Wenn die Vakuumpumpen ausgeschaltet sind, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

Abpumpen

Das Datensystem oder lokale Bedienfeld ermöglichen das Abpumpen des MSD. Der Prozess ist zum Großteil automatisiert. Nachdem Sie das Entlüftungsventil geschlossen und den Hauptnetzschalter eingeschaltet haben (während Sie auf die Seitenabdeckung drücken), pumpt der MSD von selbst ab. Die Datensystem-Software überwacht den Systemstatus während des Abpumpens und zeigt diesen an. Wenn der Druck niedrig genug ist, schaltet das Programm die Ionenquellen- und Massensfilterheizungen ein, und fordert Sie dazu auf, die GC/MSD-Verbindungsheizung einzuschalten. Der MSD wird ausgeschaltet, wenn dieser nicht korrekt abpumpen kann.

Mithilfe der Menüs oder der MS-Überwachungsfunktionen kann das Datensystem Folgendes anzeigen:

- Motorgeschwindigkeit für Turbopumpen-MSDs (Drehgeschwindigkeit in Prozent)
- Vorpumpendruck für Diffusionspumpen-MSDs
- Druck der Analysatorkammer (Vakuum) für MSDs mit dem optionalen G3397B Mikro-Ionen-Vakuummeter

Das lokale Bedienfeld kann diese Daten auch anzeigen.

Steuern der Temperaturen

MSD-Temperaturen werden über das Datensystem gesteuert. Der MSD besitzt unabhängige Heizungen und Temperaturfühler für die Ionenquelle und den Quadrupolmassenfilter. Sie können die Sollwerte anpassen und diese Temperaturen am Datensystem oder im lokalen Bedienfeld anzeigen.

Normalerweise wird die Heizung der GC/MSD-Verbindung über die mit „Thermal Aux #2“ beheizte Zone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Bei GCs der Serie 7820 wird die Heizung entweder mit der hinteren Einlassheizzone für Einzeleinlassmodelle oder mit der manuellen Ventilheizzone für Doppeleinlassmodelle verbunden. Die Temperatur der GC/MSD-Verbindung kann am Datensystem oder am GC eingestellt und überwacht werden.

Steuern des Säulenflusses

Der Trägergasfluss wird über den Einlassdruck im GC gesteuert. Bei einem bestimmten Einlassdruck verringert sich der Säulenfluss, wenn sich die GC-Ofentemperatur erhöht. Mit der elektronischen Pneumatiksteuerung (Electronic Pneumatic Control = EPC) und wenn der Säulenmodus auf **Constant Flow** eingestellt ist, wird unabhängig von der Temperatur der gleiche Säulenfluss beibehalten.

Der MSD kann verwendet werden, um den tatsächlichen Säulenfluss zu messen. Sie injizieren eine *kleine* Menge Luft oder anderer nicht zurückbehaltener Chemikalien und messen die Zeit, bis der MSD erreicht wird. Mit dieser Zeitmessung können Sie den Säulenfluss berechnen. Siehe „Messen der linearen Geschwindigkeit des Säulenflusses“ auf Seite 72.

Entlüften des MSD

Ein Programm im Datensystem führt Sie durch den Entlüftungsprozess. Er schaltet die GC- und MSD-Heizungen und die Diffusionspumpenheizung oder die Turbopumpe zum korrekten Zeitpunkt aus. Er überwacht außerdem die Temperaturen im MSD und zeigt an, wenn der MSD zu entlüften ist.

Der MSD *wird* durch fehlerhaftes Entlüften beschädigt. Eine Diffusionspumpe leitet verdampfte Pumpenflüssigkeit in den Analysator zurück, wenn der MSD vor dem vollständigen Abkühlen der Diffusionspumpe entlüftet wird. Eine Turbopumpe wird beschädigt, wenn die normale Betriebsgeschwindigkeit um über 50 % während der Entlüftung überschritten wird.

WARNUNG

Stellen Sie sicher, dass die GC/MSD-Verbindung und die Analysatorzonen abgekühlt sind (unter 100 °C), bevor Sie den MSD entlüften. Eine Temperatur von 100 °C reicht für Hautverbrennungen aus; tragen Sie immer Schutzhandschuhe, wenn Sie Bauteile des Analysators anfassen.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, muss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD der Trägergasfluss ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt [„Wasserstoff-Sicherheit“](#), bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

VORSICHT

Entlüften Sie den MSD niemals, indem Sie durch eines der Enden des Vorpumpenschlauchs Luft transportieren. Verwenden Sie das Entlüftungsventil oder entfernen Sie die Säulenmutter und die Säule.

Führen Sie keine Entlüftung durch, wenn die Betriebsgeschwindigkeit der Turbopumpe bei über 50 % liegt.

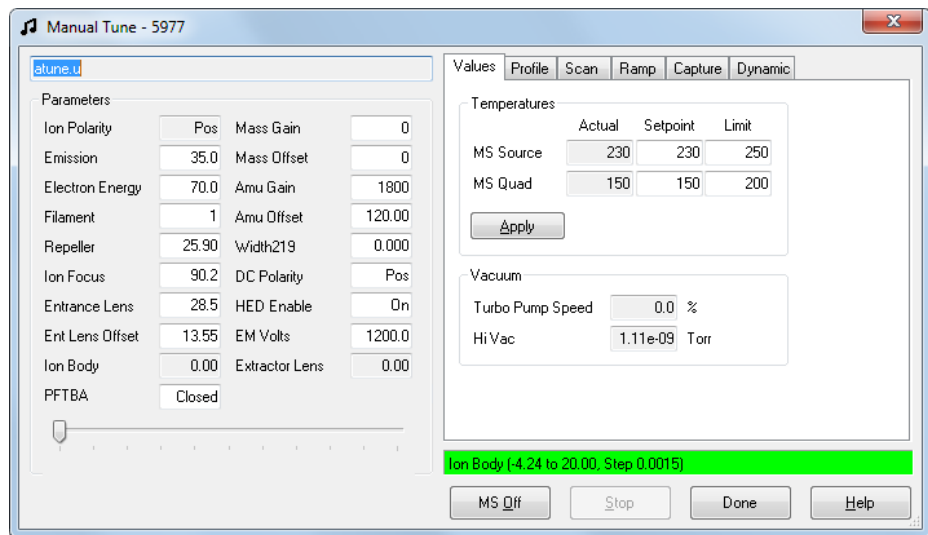
Überschreiten Sie nicht den maximal empfohlenen gesamten Gasfluss. Siehe [„Modelle und Merkmale des MSD der Serie 5977“](#).

Anzeigen von MSD-Temperatur und Vakuum im Dialogfeld „Manual Tune“

Sie können diese Aufgabe auch am lokalen Bedienfeld durchführen. Siehe „Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld“ auf Seite 48.

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü „Instrument“ die Option **Edit Tune Parameters** aus, um das Dialogfeld **Manual Tune** anzuzeigen.
- 2 Klicken Sie auf die Registerkarte **Values**, um „MSD Temperatures“ und „Vacuum“ anzuzeigen.



- 3 Um die Einstellungen **Setpoint** oder **Limit** für eine Temperatur zu ändern, geben Sie die neuen Parameter ein und klicken Sie auf **Apply**.

Sofern Sie noch nicht mit dem Abpumpen begonnen haben, sollte der Vordruck unter 300 mTorr liegen, oder die Turbopumpe muss mit mindestens 80 % ihrer Geschwindigkeit arbeiten. Die MSD-Heizungen bleiben solange ausgeschaltet, wie die Diffusionspumpe kalt ist oder sich die Turbopumpe mit

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

weniger als 80 % ihrer normalen Geschwindigkeit dreht. Normalerweise liegt der Vordruck unter 100 mTorr oder die Geschwindigkeit der Turbopumpe liegt bei 100 %.

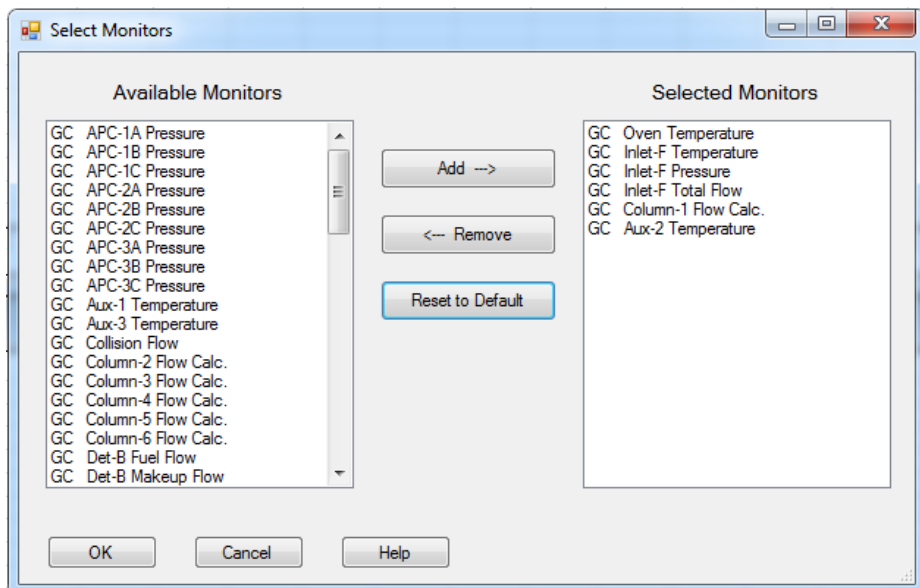
Die MSD-Heizungen schalten am Ende des Abpumpzyklus ein und zu Beginn des Entlüftungszyklus aus. Die angegebenen Sollwerte ändern sich nicht durch das Entlüften oder Abpumpen, selbst wenn beide MSD-Zonen ausgeschaltet sind.

Einstellen von Überwachungen für MSD-Temperatur und den Vakuumstatus

Eine Überwachung zeigt den aktuellen Wert eines einzelnen Geräteparameters an. Dieser kann in das standardmäßige Gerätesteuerungsfenster aufgenommen werden. Überwachungen können so eingestellt werden, dass sie die Farbe ändern, wenn der tatsächliche Parameter über einen benutzerdefinierten Grenzwert hinaus von seinem Sollwert abweicht.

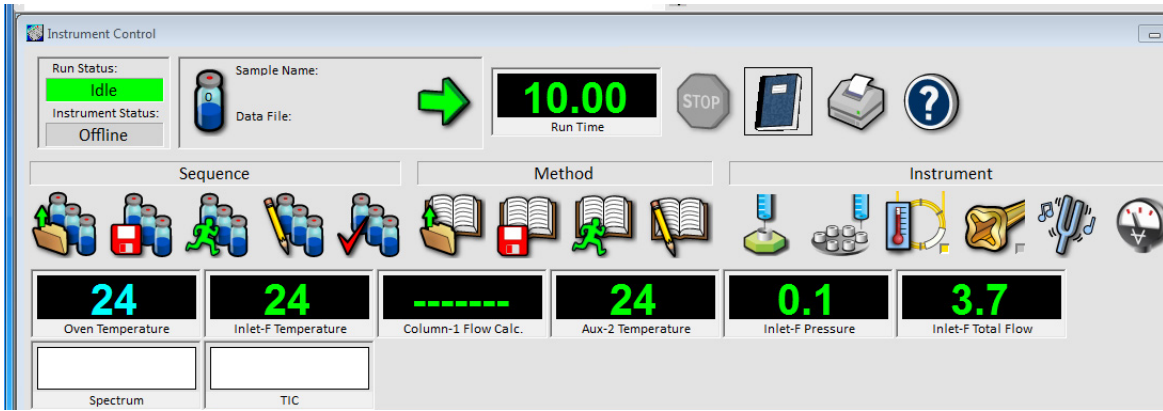
Vorgehensweise

- 4 Wählen Sie in der Ansicht **Instrument Control** im Menü **Instrument** die Option **Edit Monitors** aus, um das Dialogfeld **Select Monitors** anzuzeigen.

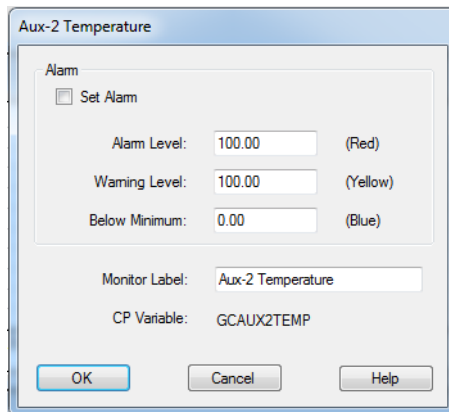


- 5 Wählen Sie in der Spalte **Available Monitors** eine Überwachung aus und klicken Sie auf die Schaltfläche **Add**, um die Auswahl in die Spalte **Selected Monitors** zu verschieben. Wiederholen Sie diesen Vorgang für weitere Überwachungen.
- 6 Klicken Sie auf **OK**. Die neuen Überwachungen werden in der unteren rechten Ecke des Fensters **Instrument Control** als Stapel angezeigt.
- 7 Klicken Sie auf **Window > Arrange Monitors**, oder klicken Sie auf die gewünschte Überwachung und ziehen Sie sie an die gewünschte Position.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)



- 8 Doppelklicken Sie zum Einstellen des Alarms einer Überwachung auf eine in der Ansicht „Instrument Control“ angezeigte Überwachung, um das Dialogfeld zum Einstellen ihres Alarms zu öffnen.



- a Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Set Alarm**.
 - b Legen Sie **Warning Level**, **Alarm Level** und **Below Minimum** auf die gewünschten Werte fest.
 - c Geben Sie in das Feld **Monitor Label** einen aussagekräftigen Text ein, wenn die Standardbeschriftung nicht geeignet ist.
 - d Klicken Sie auf **OK**, um die Konfiguration des Alarms der Überwachung zu beenden.
- 9 Damit die neuen Einstellungen Teil der Methode werden, speichern Sie die Methode.

Einstellen von Analysortemperaturen in der Ansicht „Instrument Control“

Sollwerte für die MSD-Ionenquellen- und Massenfilter-(Quad-)Temperaturen werden in der aktuellen Tune-Datei (*.u) gespeichert. Wenn eine Methode geladen wird, werden die Sollwerte aus der mit dieser Methode verknüpften Tune-Datei automatisch heruntergeladen.

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Instrument** die Option **MS Temperatures** aus.

	Actual	Setpoint	Limit
MS Source	Offline	230	250
MS Quad	Offline	150	200

- 2 Geben Sie in die Felder **Setpoint** und **Limit** die Temperaturen für **MS Source** und **MS Quad** (Massenfilter) ein

Tabelle 12 Empfohlene Temperatureinstellungen

	EI-Betrieb	PCI-Betrieb	NCI-Betrieb
MS Source	230	250	150
MS Quad	150	150	150

GC/MSD-Verbindung, Ionenquelle und Quadrupolheizzone interagieren miteinander. Die Analysatorheizungen können ggf. die Temperaturen nicht exakt steuern, wenn der Sollwert für eine Zone erheblich vom Sollwert einer angrenzenden Zone abweicht.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

VORSICHT

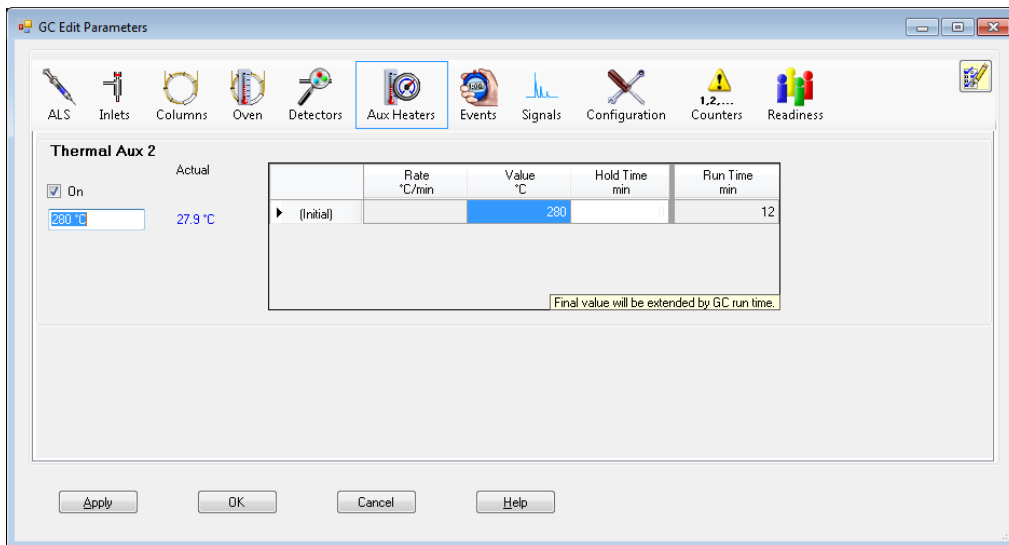
Wählen Sie keinen höheren Wert als 200 °C für den Quadrupol oder 350 °C für die Quelle.

- 3 Zum Übertragen der neuen Temperaturparameter in die aktuell geladene Tune-Datei und Herunterladen dieser Parameter in den MSD klicken Sie auf **Apply**.
- 4 Klicken Sie auf **Close**, um das Dialogfeld zu schließen. Wenn Parameter geändert wurden, wird das Dialogfeld **Save MS Tune File** angezeigt. Klicken Sie auf **OK**, um Ihre Änderungen in derselben Datei zu speichern, oder geben Sie einen neuen Dateinamen ein und klicken Sie auf **OK**. Klicken Sie auf **Cancel**, um etwaige Änderungen an Parametern zu verwerfen.

Einstellen der Temperatur der GC/MSD-Verbindung über MassHunter

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht **Instrument Control** die Option **Instrument > GC Edit Parameters** aus.
- 2 Klicken Sie auf das Symbol **Aux Heater**, um die Verbindungstemperatur zu bearbeiten.



- 3 Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **On**, um die Heizung einzuschalten, und geben Sie den Sollwert in die Spalte **Value °C** ein.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

Der typische Sollwert ist 280 °C. Die Grenzwerte sind 0 °C und 350 °C. Durch einen Sollwert unter der Umgebungstemperatur wird die Verbindungsheizung ausgeschaltet.

VORSICHT

Stellen Sie sicher, dass das Trägergas eingeschaltet ist und Luft aus der Säule entfernt wurde, bevor Sie die GC/MS-Verbindung oder den GC-Ofen aufheizen.

Überschreiten Sie beim Einstellen der GC/MS-Verbindungstemperatur nicht die Maximaltemperatur für Ihre Säule.

- 4 Klicken Sie auf **Apply**, um die Sollwerte herunterzuladen, oder klicken Sie auf **OK**, um die Sollwerte herunterzuladen und das Fenster zu schließen.
- 5 Damit die neuen Einstellungen Bestandteil der Methode werden, wählen Sie **Save** im Menü „Method“.

Überwachen des Hochvakuumdrucks

Für die Drucküberwachung wird der optionale G3397B Mikro-Ionen-Vakuummeter benötigt.

WARNUNG

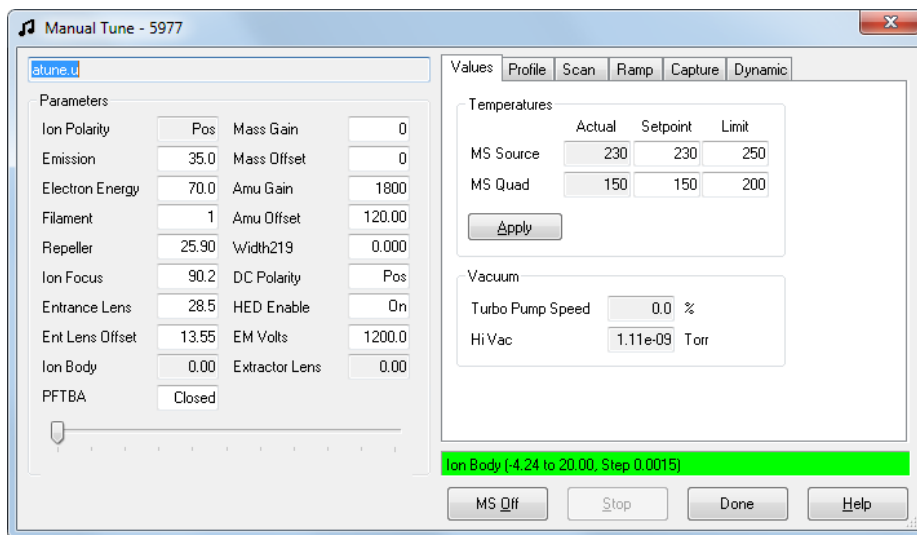
Sofern Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, schalten Sie das Mikro-Ionen-Vakuummeter nicht aus, wenn sich in der Analysatorkammer möglicherweise Wasserstoff angesammelt hat. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

Vorgehensweise

- 1 Starten Sie den MSD, und pumpen Sie den MSD ab („Abpumpen des MSD im EI-Modus“ auf Seite 92).
- 2 Wählen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ im Menü **Vacuum** die Option **Turn Vacuum Gauge on/off** aus.
- 3 Wählen Sie im Menü **Parameters** die Option **Manual Tune** aus, um das Dialogfeld „Manual Tune“ anzuzeigen.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- 4 Klicken Sie auf die Registerkarte **Values**, um den Messwert „HiVac“ anzuzeigen.



Den größten Einfluss auf den Betriebsdruck im EI-Modus hat der Trägergasfluss (Säulenfluss). [Tabelle 13](#) listet die typischen Drücke für verschiedene Gasflüsse mit Helium als Trägergas auf. Diese Drücke sind ungefähre Werte und variieren von Gerät zu Gerät um ca. 30%.

Tabelle 13 Messwerte des Ionen-Vakuummeters

Säulenflussrate, ml/Min	Optionaler Messwert an der Messvorrichtung, Torr <i>Leistungs-Turbopumpe</i>	Messwert an der Messvorrichtung, Torr <i>Diffusions-Pumpe</i>	Vordruckmesswert, Torr <i>Diffusions-Pumpe</i>
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

Tabelle 13 Messwerte des Ionen-Vakuummeters

Säulenflussrate, ml/Min	Optionaler Messwert an der Messvorrichtung, Torr Leistungs-Turbopumpe	Messwert an der Messvorrichtung, Torr Diffusions-Pumpe	Vordruckmesswert, Torr Diffusions-Pumpe
3	1.86E-05	1.13E-04	125.76
4	2.48E-05		
6	3.75E-05		

Wenn der Druck konstant über den aufgelisteten Werten liegt, lesen Sie in der Online-Hilfe der MassHunter Data Acquisition-Software die Informationen zur Fehlerbehebung bei Luftlecks und anderen Vakuumproblemen.

In der Ansicht „Instrument Control“ können Sie eine MS-Überwachung zum Anzeigen dieses Vakuummesswerts einrichten. Das Vakuum kann auch am lokalen Bedienfeld oder im Bildschirm „Manual Tune“ abgelesen werden.

Messen der linearen Geschwindigkeit des Säulenflusses

Kapillarsäulen müssen vor Verwendung mit dem MS kalibriert werden.

Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie „Data Acquisition“ für die splitlose, manuelle Injektion ein, und richten Sie eine Echtzeitausgabe zur Überwachung von m/z 28 ein.
- 2 Drücken Sie im GC-Tastenfeld auf **[Prep Run]**.
- 3 Injizieren Sie 1 μL Luft in den GC-Einlass, und drücken Sie **[Start Run]**.
- 4 Warten Sie, bis eine Spitze bei m/z 28 eluiert. Beachten Sie die Retentionszeit.
- 5 Wählen Sie in der Ansicht **Instrument Control** im Menü **Instrument** die Option **GC Parameters** aus.
- 6 Wählen Sie erst die Registerkarte **Configuration** und dann die Registerkarte **Columns** aus.
- 7 Wählen in der Tabelle Ihre installierte Säule aus.
- 8 Klicken Sie auf die Schaltfläche **Calibrate**, um das Dialogfeld **Calibrate Column** einzublenden.

- 9 Klicken Sie im Abschnitt **If unretained peak holdup time is known** auf die Schaltfläche **Calc Length**, um das Dialogfeld **Calculate Column Length** anzuzeigen.

Calculate Column Length

GC Conditions

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

Temperature: 75 °C

Pressure into column: 22.034 psi

Pressure out of column: 0 psi

Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 0.49185 min

	Current	Calculated
► Length	25 m	25 m
Diameter	320 µm	320 µm
Holdup	0.49185 min	0.49185 min

OK Cancel

- 10 Überprüfen Sie, ob die aufgeführten Parameter (Temperatur, Einlass-/Auslassdruck und Gastyp) denjenigen entsprechen, die in der Methode zum Bestimmen der Retentionszeit verwendet wurden. Ändern Sie Parameter, die sich von denjenigen unterscheiden, die Sie in Ihrer Methode verwendet haben.
- 11 Geben Sie in das Feld **Holdup Time** die aufgezeichnete Retentionszeit ein. Bewegen Sie den Cursor in das Feld eines anderen Parameters. Die kalibrierte Säulenlänge wird angezeigt.
- 12 Klicken Sie auf **OK**, um die Änderungen zu speichern und das Dialogfeld zu schließen.
- 13 Klicken Sie im Dialogfeld **Calibrate Columns** auf **OK**, um die Kalibrierung zu speichern.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

Mit Kapillarsäulen (wie denen, die mit dem MSD verwendet werden) wird häufig die lineare Geschwindigkeit und nicht die volumetrische Flussrate gemessen.

Berechnen der mittleren linearen Geschwindigkeit

$$\text{Mittlere, lineare Geschwindigkeit (cm/s)} = \frac{100 L}{t}$$

wobei:

L = Länge der Säule in Metern

t = Retentionszeit in Sekunden

Berechnen der volumetrische Flussrate

$$\text{Volumetrische Flussrate (ml/Min)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

wobei:

D = Innendurchmesser der Säule in Millimeter

L = Säulenlänge in Meter

t = Retentionszeit in Minuten

Tuning des MSD im EI-Modus

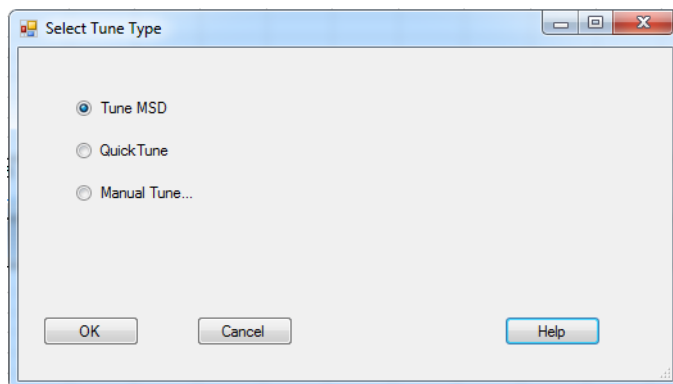
Sie können auch über das lokale Bedienfeld den derzeit in MassHunter geladenen Autotune-Vorgang ausführen. Siehe „Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld“ auf Seite 48.

Vorgehensweise

- 1 Laden Sie die Methode, die zur Datenerfassung verwendet wird.
- 2 Prüfen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ in der Titelleiste, ob die ordnungsgemäße Tune-Datei geladen ist. Bei den meisten Anwendungen wird mit ATUNE.U (**Autotune**) das beste Ergebnis erzielt. STUNE.U (**Standard Tune**) wird nicht empfohlen, da dies zu einer geringeren Empfindlichkeit führen kann.
- 3 Zum Auswählen einer anderen Tune-Datei wählen Sie im Menü **Instrument** den Befehl **MS Tune File** aus, um das Dialogfeld **Select Tune File** auszuwählen. Im Bereich **Settings** werden die wichtigen Parameter für eine ausgewählte Datei angezeigt.

Die Tune-Datei muss dem Typ der Ionenquelle im Analysator entsprechen. Wenn Sie eine EI-Ionenquelle verwenden, wählen Sie eine Tune-Datei aus, die für eine EI-Ionenquelle erstellt wurde.

- 4 Klicken Sie auf das Symbol **MS Tune**, um das Dialogfeld **Select Tune Type** anzuzeigen.



3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- 5 Wählen Sie **Tune MSD**, um einen vollständigen Tune-Vorgang durchzuführen, oder **Quick Tune**, um Peak-Breite, Massenzuordnung und Intensität ohne geänderte Ionenverhältnisse einzustellen.
- 6 Klicken Sie auf **OK**, um das Dialogfeld zu schließen und den Tune-Vorgang zu starten. Wenn die MDS-Temperaturen nicht stabil sind, werden Sie aufgefordert, zu warten oder die Wartezeit zu überspringen, indem Sie auf **Override** klicken.
- 7 Warten Sie, bis der Tune-Vorgang abgeschlossen und der Bericht erstellt wurde.
- 8 Wählen Sie im Menü **Checkout** die Option **Evaluate Tune** aus, um die Tune-Ergebnisse zu prüfen.

Um den Verlauf der Tune-Ergebnisse anzuzeigen, wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ **Checkout>View Previous Tunes...** aus.

Um Ihren MSD manuell zu tunen oder um spezielle Autotune-Vorgänge durchzuführen, wählen Sie im Menü **View** den Befehl **Tune and Vacuum Control**. Die Handbücher und Online-Hilfe zur MassHunter Data Acquisition-Software enthalten weitere Informationen zum Tuning.

Überprüfen der Systemleistung

Benötigte Materialien

- 1 pg/ μ L (0,001 ppm) OFN-Probe (5188-5348)

Überprüfen der Tune-Leistung

- 1 Stellen Sie sicher, dass das System mindestens 60 Minuten lang abgepumpt wurde.
- 2 Stellen Sie die GC-Ofentemperatur auf 150 °C und den Säulenfluss auf 1.0 ml/Min ein.
- 3 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü „Checkout“ die Option **Checkout Tune** aus. Die Software führt einen Autotune-Vorgang durch und druckt den Bericht.
- 4 Speichern Sie die Methode nach Abschluss des Autotune-Vorgangs, und wählen Sie dann im Menü **Checkout** die Option **Evaluate Tune** aus.

Die Software wertet den letzten Autotune-Vorgang aus und druckt den Bericht "System Verification – Tune".

Überprüfen der Empfindlichkeitsleistung

- 1 Richten Sie das System so ein, dass 1 μ L von OFN injiziert wird, entweder mit dem automatischen Probengeber oder manuell.
- 2 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Checkout** die Option **Sensitivity Check** aus. Das System zeigt im Dialogfeld **Alert** eine Erinnerung an das Auflösen der Methode „OFN_SN“ und Füllen der OFN-Probe in Probenfläschchen 1, wenn ein ALS konfiguriert ist.
- 3 Lösen Sie bei Bedarf Ihre Hardware mit dieser Methode auf und füllen Sie die Probe in der Position von Probenfläschchen 1 ab.
- 4 Klicken Sie auf **OK**, um die Methode auszuführen.

Nach Abschluss der Methode wird ein Auswertungsbericht gedruckt.

Überprüfen Sie, ob das Signal/Rausch-Verhältnis den veröffentlichten Spezifikationen entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Agilent-Website unter www.agilent.com/chem.

Testen von hohen Massen (MSDs der Serie 5977)

Benötigte Materialien

- FHT-Kalibrierungsprobe (5188-5357)

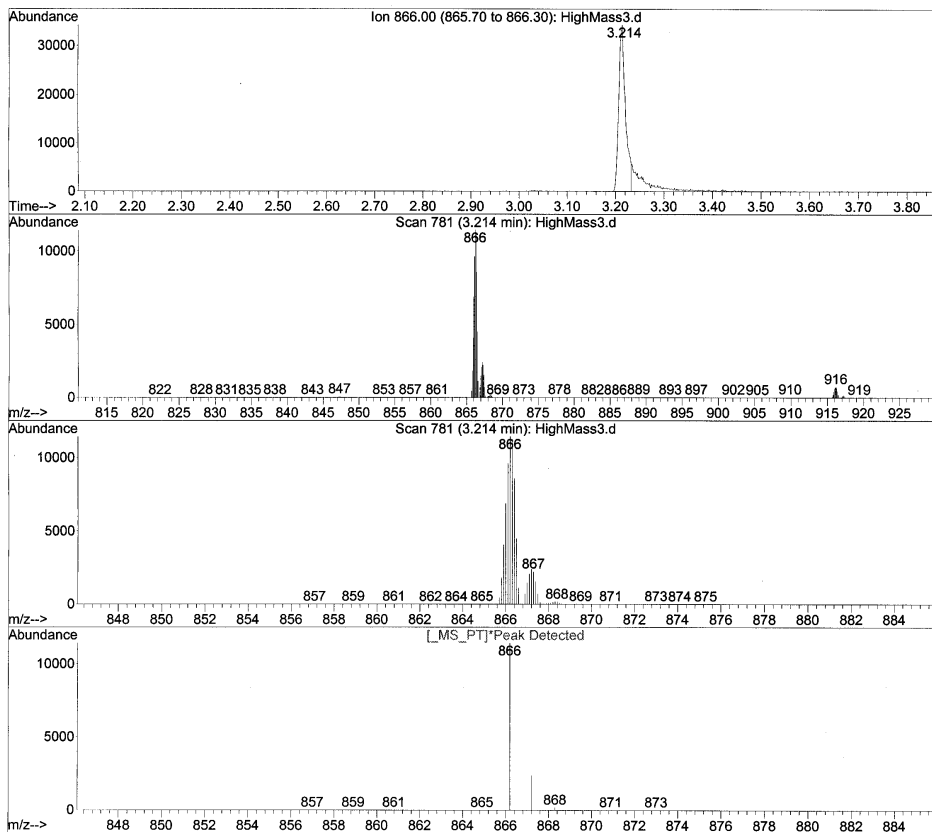
Vorgehensweise

- 1 Laden Sie die Tune-Datei „ATUNE.U“, und führen Sie dann einen Autotune-Vorgang für den MSD aus. Siehe [„Tuning des MSD im EI-Modus“](#) auf Seite 75.
- 2 Lösen Sie die Methode „PFHT.M“ unter „x\5977\PFHT.M“ auf, wobei x der verwendeten Gerätenummer entspricht.
- 3 Aktualisieren und speichern Sie die Methode.
- 4 Füllen Sie die FHT-Kalibrierungsprobe in ein Probenfläschchen und platzieren Sie dieses in Position 2.
- 5 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Checkout** die Option **High Mass Check** aus.
- 6 Folgen Sie den Anweisungen am Bildschirm.
- 7 Nach 5 Minuten ist die Analyse abgeschlossen und die Ergebnisse werden gedruckt. Siehe [„PFHT-Bericht für hohe Massen“](#) auf Seite 79.

Ergebnisse

*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

Abb. 6 PFHT-Bericht für hohe Massen

Die Ergebnisse enthalten die empfohlene Menge, um den AMU-Offset für hohe Massen anzupassen. Wenn Ihre Ergebnisse im Bereich von 5 Einheiten der Zielmenge liegen, sind keine Anpassungen erforderlich.

Anpassungen

- 1 Stellen Sie sicher, dass ATUNE.U geladen wurde.
- 2 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Instrument** die Option **Edit Tune Parameters** aus, um das Dialogfeld **Manual Tune** anzuzeigen.
- 3 Klicken Sie auf die Registerkarte **Dynamic** und dann auf die Unterregisterkarte **Amu Offset**.
- 4 Aktivieren Sie das Kontrollkästchen **Enable This Lens**.
- 5 Geben Sie den empfohlenen dynamischen Offset **Voltage (V)** ein, und klicken Sie auf **OK**.
- 6 Klicken Sie auf **Speichern**, um diesen dynamischen **Amu Offset** für die hohe Masse zu speichern.

Sie können die vorhandene ATUNE.U-Datei überschreiben, um so eine Anpassung für hohe Massen aufzunehmen, oder speichern Sie diese Datei unter einem neuen Namen, z. B. ATUNEHIGH.U.

Bei jeder Durchführung eines ATUNE.U-Vorgangs wird dieser eingegebene dynamische **AMU-Offset** überschrieben. Aus diesem Grund sollten Sie die Tune-Datei umbenennen.

- 7 Klicken Sie auf **Done**, um das Dialogfeld „Manual Tune“ zu schließen.
- 8 Laden Sie die PFHT.M-Datei und anschließend die gespeicherte Tune-Datei, und speichern Sie dann die Methode.
- 9 Führen Sie Testkombinationen erneut aus (wiederholen Sie den Checkout von hohen Massen). Wenn die Korrektur im Bereich von 5 Einheiten liegt, sind keine weiteren Anpassungen erforderlich.

Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung

Beachten Sie diese Vorgehensweisen, wenn Sie eine der MSD-Gehäuseabdeckungen abnehmen müssen:

Abnehmen der Fensterabdeckung des Analysators



Drücken Sie den abgerundeten Bereich am oberen Abschnitt des Fensters nach unten. Heben Sie das Fenster nach vorne und den MSD heraus.

VORSICHT

Wenden Sie keine zu große Kraft an, da sonst die Kunststoffstifte brechen können, mit denen die Abdeckung an der Zentraleinheit angebracht wird.

Fensterabdeckung des Analysators

Griff

Analysatorabdeckung



Öffnen der Analysatorkammer



Ziehen Sie den Griff an der Seite des MSD nach links unten, um die magnetische Verriegelung freizugeben, und öffnen Sie die Abdeckung. Die Abdeckung wird von ihren Scharnieren in Position gehalten.

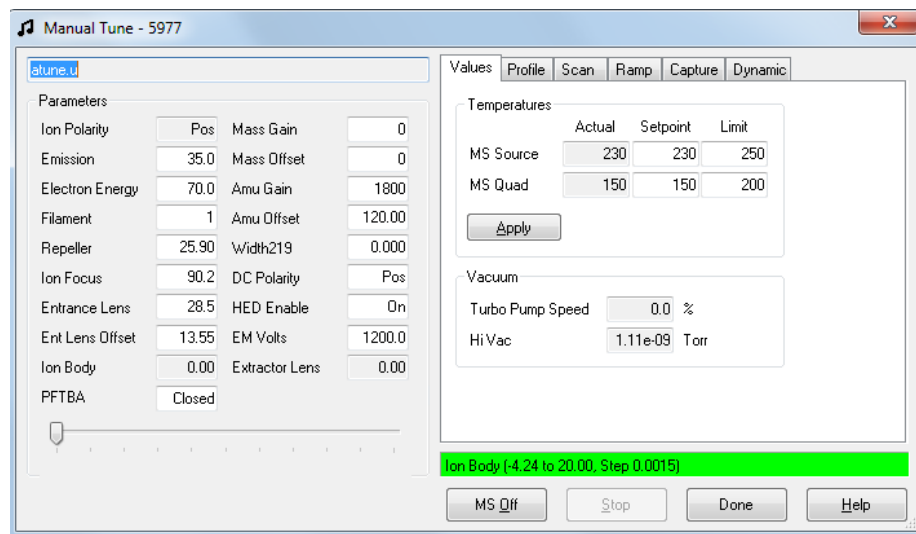
WARNUNG

Entfernen Sie keine anderen Abdeckungen. Unter diesen Abdeckungen liegen gefährliche Spannungen an.

Entlüften des MSD

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Instrument** die Option **GC Parameters** aus, um das Dialogfeld **Manual Tune** anzuzeigen. Wählen Sie **Oven** aus und stellen Sie die Ofentemperatur auf Raumtemperatur ein. Wählen Sie auch **Oven, Thermal Aux, MSD Transfer line, and Inlet** aus und legen Sie diese Temperaturen auf Raumtemperatur fest. Klicken Sie auf **OK**, um das Dialogfeld zu schließen und diese Temperatur an den GC zu übermitteln.
- 2 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Instrument** die Option **Edit Tune Parameters** aus, um das Dialogfeld **Manual Tune** anzuzeigen.
- 3 Wählen Sie die Registerkarte **Values** aus und stellen Sie die Temperaturen „MS Source“ und „MS Quad“ auf Raumtemperatur ein. Klicken Sie auf **Apply**, um diese Einstellungen an den MSD zu übertragen.



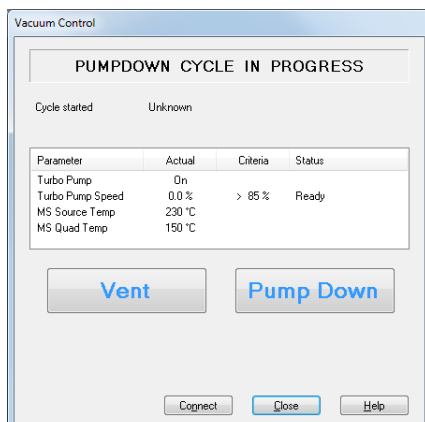
WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, muss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD der Trägergasfluss ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

VORSICHT

Vergewissern Sie sich, dass der GC-Ofen und die GC/MSD-Verbindung kalt sind, bevor Sie den Trägergasfluss ausschalten, um Schäden an der Säule zu vermeiden.

4 Wählen Sie im Dialogfeld **Manual Tune** die Registerkarte **Vacuum Control** aus.



5 Nehmen Sie die Fensterabdeckung des Analysators ab (siehe „Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung“ auf Seite 81).



6 Klicken Sie auf **Event**, um das automatische Herunterfahren des MSD einzuleiten. Folgen Sie den angezeigten Anweisungen.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- 7 Drehen Sie auf Aufforderung den Regler am Entlüftungsventil *nur* eine 3/4-Umdrehung entgegen dem Uhrzeigersinn bzw. bis Sie das Zischen eines Luftstroms in die Analysatorkammer hören.



Drehen Sie den Regler *nicht* zu weit auf, da sich sonst der O-Ring aus seiner Vertiefung lösen kann. Stellen Sie sicher, dass der Drehknopf wieder geschlossen ist, bevor Sie die Pumpe aktivieren.

Öffnen der Analysatorkammer



Benötigte Materialien

- Saubere, fussfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Antistatische Erdungsmanschette
 - Klein (9300-0969)
 - Mittelgroß (9300-1257)
 - Groß (9300-0970)

VORSICHT

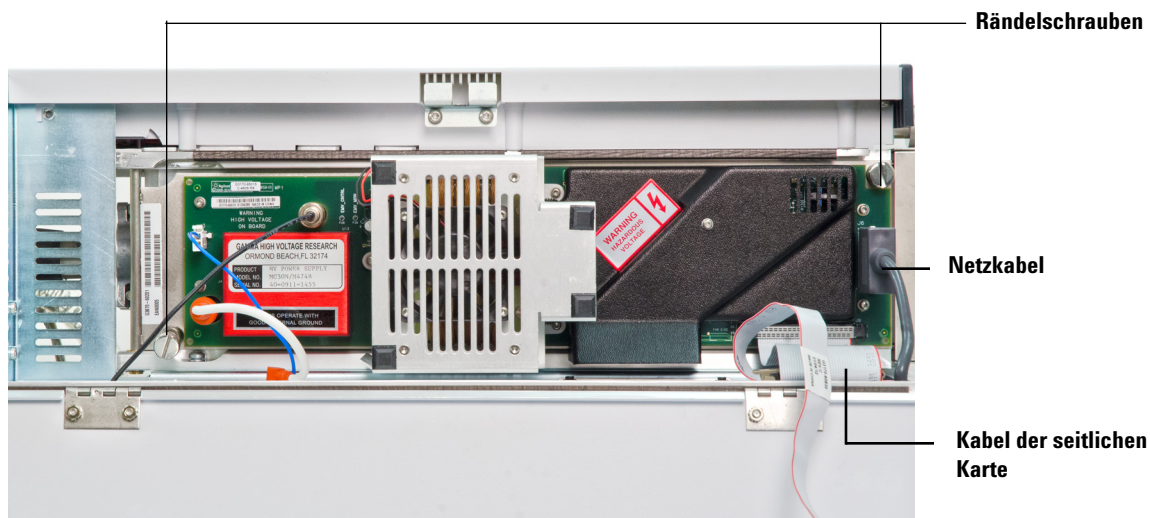
Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette, und beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen (siehe [Seite 134](#)), bevor Sie die Analysatorkammer öffnen.

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD („[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82).

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- 2 Ziehen Sie das Steuerungskabel der seitlichen Karte und das Netzkabel von der seitlichen Karte ab.



- 3 Lösen Sie die Rändelschrauben der Seitenabdeckung, sofern diese angezogen sind.

Die hintere Rändelschraube der Seitenabdeckung sollte während der normalen Verwendung nicht angezogen sein. Sie dient nur als Transportsicherung. Die vordere Rändelschraube der Seitenabdeckung sollte nur für den CI-Betrieb angezogen sein oder wenn Wasserstoff oder andere entflammare oder giftige Substanzen als Trägergas verwendet werden.

VORSICHT

Wenn Sie im nächsten Schritt einen Widerstand spüren, **unterbrechen Sie den Vorgang**. Wenden Sie keine Kraft an, um die Seitenabdeckung zu öffnen. Stellen Sie sicher, dass der MSD entlüftet ist. Stellen Sie sicher, dass die hintere und vordere Schraube der Seitenabdeckung vollständig gelöst sind.

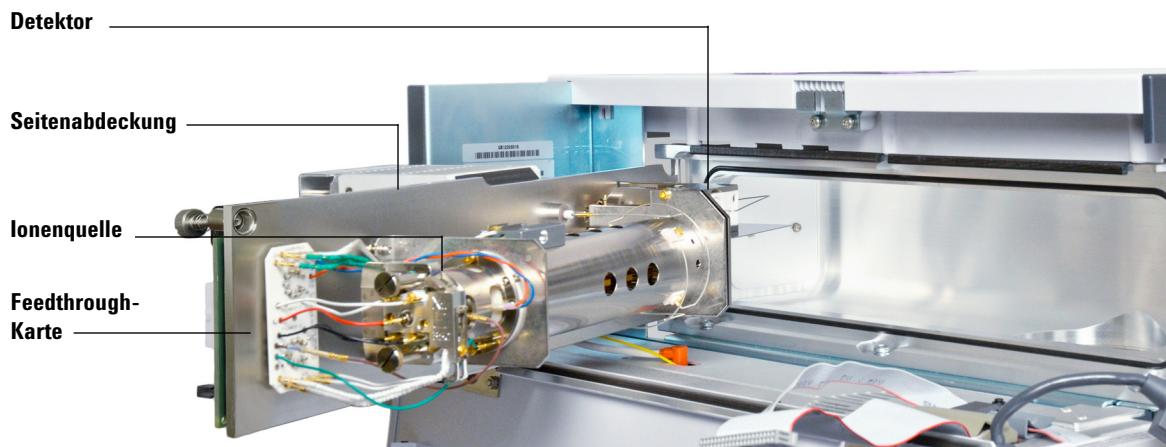
WARNUNG

Der Analysator, die GC/MSD-Verbindung und andere Bauteile in der Analysatorkammer arbeiten bei extrem hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

VORSICHT

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analysatorkammer eine Verunreinigung zu verhindern.

4 Klappen Sie die Seitenabdeckung *vorsichtig* auf.



Schließen der Analysatorkammer

Benötigte Materialien



- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)

Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass alle elektrischen Leitungen des Analysators korrekt angeschlossen sind. Bei EI- und CI-Standardquellen ist die Verkabelung jeweils gleich. Die Extraktor-EI-Quelle hat ein zusätzliches Kabel, das zur Extraktorlinse führt.

Die Verkabelung wird in [Tabelle 14](#) beschrieben und ist in [Abbildung 7](#) auf Seite 89 und [Abbildung 8](#) auf Seite 90 dargestellt. Der Begriff „Karte“ in der Tabelle bezieht sich auf die Feedthrough-Karte, die sich neben der Ionenquelle befindet.

Tabelle 14 Analysatorverkabelung

Kabelbeschreibung	Angeschlossen an	Verbindung mit
Grün mit Wulst (2)	Quadheizung	Karte, oben links (HTR)
Weiß mit geflochtener Hülle (2)	Quadfühler	Karte, oben (RTD)
Weiß (2)	Karte, Mitte (FILAMENT-1)	Glühdraht 1 (oben)
Rot (1)	Karte, Mitte links (REP)	Repeller
Schwarz (2)	Karte, Mitte (FILAMENT-2)	Glühdraht 2 (unten)
Orange (1)	Karte, oben rechts (ION FOC)	Ionenfokuslinse
Blau (1)	Karte, oben rechts (ENT LENS)	Eintrittslinse
Grün mit Wulst (2)	Ionenquellenheizung	Karte, unten links (HTR)
Weiß (2)	Ionenquellenfühler	Karte, unten (RTD)
Braun (1)	Extraktorlinse (nur Extraktor-EI-Quelle)	Karte, mitte links

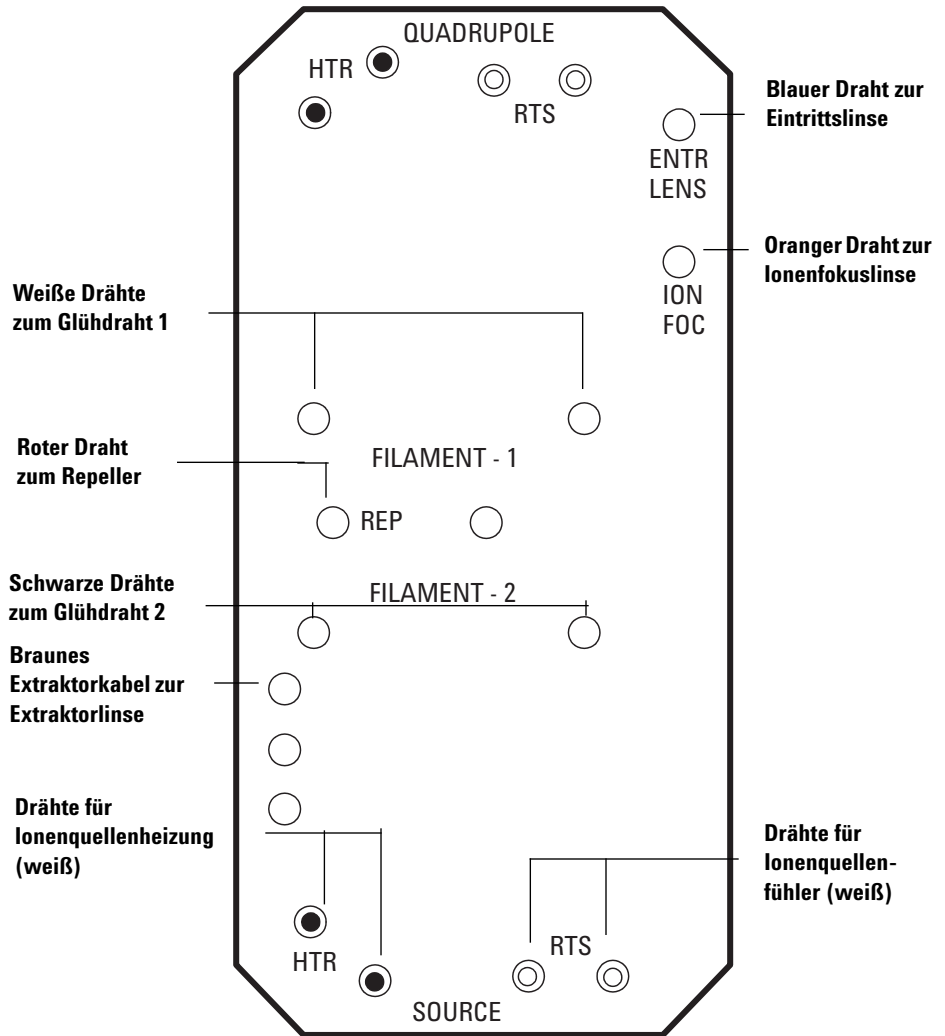


Abb. 7 Verdrahtung der Feedthrough-Karte

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

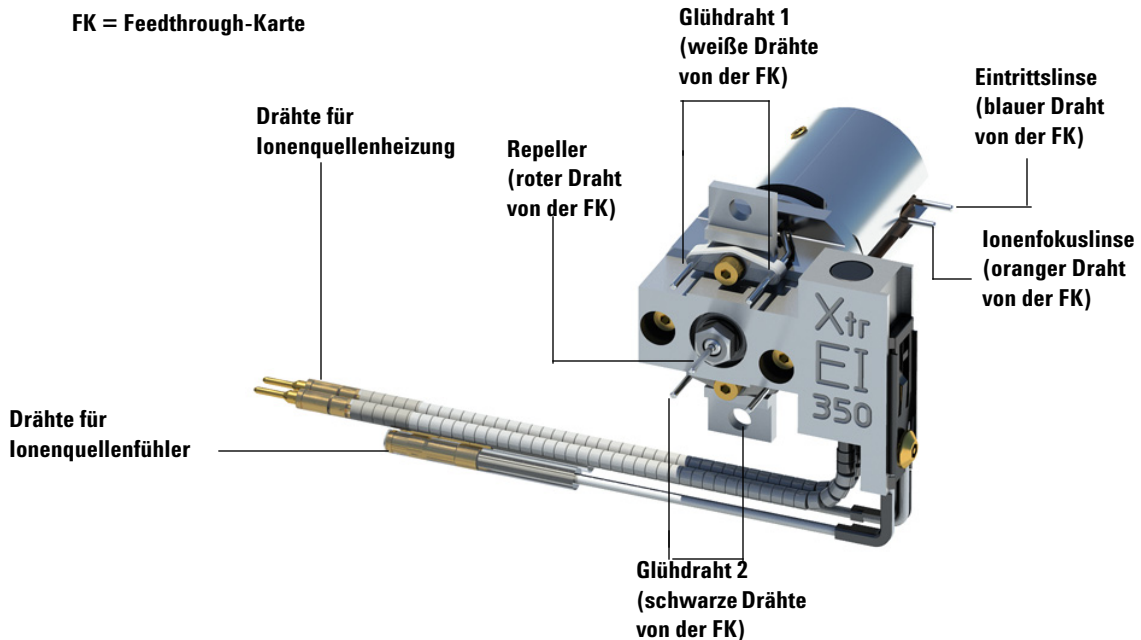


Abb. 8 Verdrahtung der Ionenquelle

Prüfen Sie den O-Ring der Seitenabdeckung. Stellen Sie sicher, dass auf dem O-Ring eine **extrem** dünne Schicht von Apiezon L Fett für ein hohes Vakuum aufgetragen ist. Wenn der O-Ring extrem trocken ist, dichtet dieser ggf. nicht korrekt. Wenn der O-Ring glänzt, wurde zu viel Fett aufgetragen. Anweisungen zum Schmieren finden Sie im „5977 Series MSD Maintenance and Troubleshooting Manual“.

- 2 Schließen Sie die Seitenabdeckung.
- 3 Schließen Sie die Steuerungskabel für die seitliche Karte wieder an.
- 4 Stellen Sie sicher, dass das Entlüftungsventil geschlossen ist.
- 5 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „Abpumpen des MSD im EI-Modus“ auf Seite 92.

- 6 Wenn Sie im CI-Modus arbeiten oder wenn Wasserstoff oder andere entflammbare oder giftige Substanzen als Trägergas verwendet werden, ziehen Sie die vordere Rändelschraube der Seitenabdeckung *vorsichtig* handfest an.

WARNUNG

Die vordere Rändelschraube muss beim CI-Betrieb, oder wenn Wasserstoff (oder andere gefährliche Gase) als GC-Trägergas verwendet werden, angezogen werden. Im unwahrscheinlichen Fall einer Explosion kann diese ein Öffnen der Seitenabdeckung verhindern.

VORSICHT

Ziehen Sie die Rändelschraube nicht zu fest an; dies kann zu Luftlecks führen oder ein ordnungsgemäßes Abpumpen verhindern. Ziehen Sie die Rändelschraube nicht mit einem Schraubendreher an.

- 7 Nachdem der MSD abgepumpt wurde, schließen Sie die Analysatorabdeckung.

Abpumpen des MSD im EI-Modus

Sie können diese Aufgabe auch am lokalen Bedienfeld durchführen. Siehe „Betrieb des MSD über das lokale Bedienfeld“ auf Seite 48.

WARNUNG

Stellen Sie sicher, dass alle in der Einführung dieses Kapitels aufgeführten Bedingungen erfüllt sind (Seite 55), bevor Sie den MSD starten und abpumpen. Andernfalls können Personen zu Schaden kommen.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas einsetzen, starten Sie den Trägergasfluss erst nach dem Abpumpen des MSD. Wenn die Vakuumpumpen ausgeschaltet sind, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

Vorgehensweise

- 1 Nehmen Sie die Fensterabdeckung des Analysators ab (siehe „Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung“ auf Seite 81).
- 2 Schließen Sie das Entlüftungsventil, indem Sie den Drehknopf im Uhrzeigersinn drehen.



Belüftungsventilregler

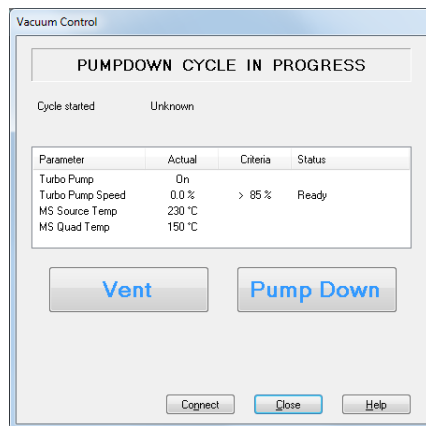


- 3 Schließen Sie das MSD-Netzkabel an.

- 4 Drücken Sie vorne auf dem MSD die Einschalttaste.
- 5 Drücken Sie leicht auf die Seitenabdeckung, um sicherzustellen, dass diese dicht ist. Drücken Sie auf das Metallgehäuse auf der seitlichen Karte.

Die Vorpumpe macht ein Gluckergeräusch. Dieses Geräusch sollte nach einer Minute aufhören. Wenn das Geräusch weiterhin zu hören ist, liegt in Ihrem System ein **großes** Luftleck vor – vermutlich an der Abdichtung der Seitenabdeckung, an der Mutter der GC/MSD-Verbindung oder am Entlüftungsventil.

- 6 Starten Sie das MassHunter Data Analysis-Programm.
- 7 Wählen Sie in der Ansicht „Instrument Control“ im Menü **Instrument** die Option **Edit Tune Parameters** aus, um das Dialogfeld **Manual Tune** anzuzeigen.
- 8 Wählen Sie im Dialogfeld **Manual Tune** die Registerkarte **Vacuum Control** aus.



- 9 Wählen Sie auf der Registerkarte **Vacuum** den Befehl **Pump Down** aus und befolgen Sie die Aufforderungen des Systems.

VORSICHT

Schalten Sie erst dann eine beheizte Zone ein, wenn der Trägergasfluss aktiviert ist. Wenn eine Säule ohne Trägergasfluss beheizt wird, kann sie hierdurch beschädigt werden.

3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

- 10 Schalten Sie bei entsprechender Aufforderung die GC/MSD-Verbindungsheizung und den GC-Ofen ein. Klicken Sie danach auf **OK**.

Die Software schaltet die Heizungen für Ionenquelle und Massenfilter (Quad) ein. Die Temperatursollwerte sind in der aktuellen Autotune-Datei (*.u) gespeichert.

- 11 Warten Sie nach Anzeige der Meldung **Okay to run** zwei Stunden, bis der MSD sein thermisches Gleichgewicht erreicht hat. Daten, die vor dem Erreichen des thermischen Gleichgewichts im MSD erfasst werden, sind möglicherweise nicht reproduzierbar.

Transportieren und Aufbewahren des MSD

Benötigte Materialien

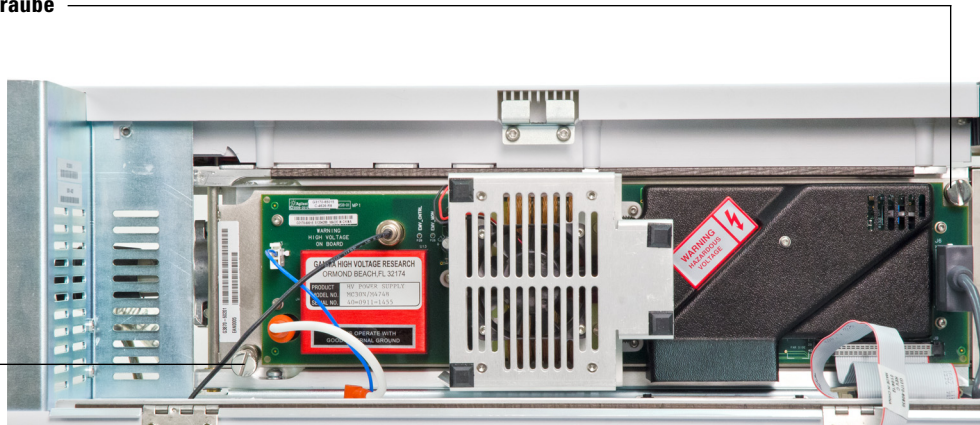
- Ferrule, leer (5181-3308)
- Verbindungssäulenmutter (05988-20066)
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll × 5/16 Zoll (8710-0510)

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD („[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82).
- 2 Entfernen Sie die Säule, und installieren Sie eine leere Ferrule und Verbindungsmutter.
- 3 Schließen Sie das Entlüftungsventil.
- 4 Ziehen Sie den MSD vom GC weg (siehe „5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual“).
- 5 Ziehen Sie das Heizungskabel für die GC/MSD-Verbindung vom GC ab.
- 6 Öffnen Sie die Analysatorabdeckung („[Abnehmen der MSD-Gehäuseabdeckung](#)“ auf Seite 81).
- 7 Ziehen Sie die Rändelschrauben an der Seitenabdeckung handfest an.

Vordere Rändelschraube

Hintere
Rändelschraube



3 Betrieb im Elektronenionisationsmodus (EI)

VORSICHT

Ziehen Sie die Rändelschrauben an der Seitenabdeckung nicht zu fest an. Durch ein übermäßiges Anziehen können die Gewinde in der Analysatorkammer überzogen werden. Dadurch verzieht sich außerdem die Seitenabdeckung, wodurch Lecks entstehen.

- 8** Schließen Sie das MSD-Netzkabel an.
- 9** Schalten Sie den MSD ein, um ein Vorvakuum zu erzeugen. Stellen Sie sicher, dass die Geschwindigkeit der Turbopumpe über 50 % oder der Vordruck bei ca. ~1 Torr liegt.
- 10** Schalten Sie den MSD aus.
- 11** Schließen Sie die Analysatorabdeckung.
- 12** Ziehen Sie die Netzwirkkabel, Fernsteuerungskabel und Netzkabel ab.

Der MSD kann jetzt transportiert oder aufbewahrt werden. Die Vorpumpe kann nicht abgezogen werden; sie muss mit dem MSD transportiert werden. Stellen Sie sicher, dass der MSD in aufrechter Position bleibt und niemals seitlich, nach vorne oder hinten gekippt wird.

VORSICHT

Der MSD muss immer in aufrechter Position bleiben. Wenn Sie den MSD an einen anderen Ort verschicken müssen, wenden Sie sich an Ihren Vertriebsbeauftragten von Agilent Technologies. Von diesem erhalten Sie Hinweise zu Verpackung und Versand.



4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)

Allgemeine Richtlinien	98
Die CI-GC/MSD-Verbindung	99
CI-Autotune	101
Betrieb des CI-MSD	103
Umschalten von der Standard- oder inerten EI-Quelle zur CI-Quelle	104
Umschalten von der Extraktor-EI-Quelle zur CI-Quelle	105
Abpumpen des MSD im CI-Modus	106
Einrichten der Software für den CI-Betrieb	107
Bedienen des Steuerungsmoduls für den Reagensgasfluss	109
Einrichten eines Reagensgasflusses mit Methan	112
Verwenden anderer Reagensgase	114
Umschalten von der CI-Quelle zur Standard- oder inerten EI-Quelle	118
Umschalten von der CI-Quelle zur Extraktor-EI-Quelle	119
Durchführen eines PCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan)	120
Durchführen eines NCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan als Reagensgas)	122
Überprüfen der PCI-Leistung	124
Überprüfen der NCI-Leistung	125
Überwachen des Hochvakuumdrucks im CI-Modus	126

Dieses Kapitel enthält Informationen und Anweisungen zum Betrieb der MSDs der Serie 5977 im chemischen Ionisationsmodus (CI). Die Informationen aus dem vorangegangenen Kapitel treffen zum Großteil auch hier zu.

Ein Großteil des Materials bezieht sich auf die chemische Methanionisation, jedoch befasst sich ein Abschnitt mit der Verwendung von anderen Reagensgasen.

Die Software enthält Anweisungen zum Einstellen des Reagensgasflusses und zum Durchführen der CI-Autotune-Vorgänge. Autotune-Vorgänge stehen für die positive CI (PCI) mit Methanreagensgas und für die negative CI (NCI) mit einem beliebigen Reagensgas zur Verfügung.



Allgemeine Richtlinien

- Verwenden Sie immer Methan höchster Reinheit (und andere Reagentgase höchster Reinheit, sofern zutreffend). Methan muss eine Reinheit von mindestens 99,9995% aufweisen.
- Stellen Sie immer sicher, dass der MSD im EI-Modus ordnungsgemäß arbeitet, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Siehe „Überprüfen der Systemleistung“ auf Seite 77.
- Stellen Sie sicher, dass die CI-Ionenquelle und die Dichtung an der Spitze der GC/MSD-Verbindung installiert sind.
- Stellen Sie sicher, dass die Reagentgasleitung keine Luftlecks aufweist. Dies wird im PCI-Modus durch eine Prüfung für m/z 32 nach dem Methan-Pre-tune ermittelt.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlassleitungen für das Reagentgas mit Gasreinigern ausgestattet sind (für Ammoniak nicht zutreffend).

Die CI-GC/MSD-Verbindung

Die CI-GC/MSD-Verbindung (Abb. 9) ist eine Heizleitung in den MSD für die Kapillarsäule. Sie ist an der rechten Seite der Analysatorkammer mit einer O-Ringdichtung verschraubt und hat eine Schutzabdeckung, die nicht entfernt werden darf.

Ein Ende der Verbindung verläuft durch die Seite des GC und endet im Ofen. Dieses Ende besitzt ein Gewinde, um so eine Verbindung der Säule mit einer Mutter und einer Ferrule zu ermöglichen. Das andere Ende der Verbindung passt in die Ionenquelle. Die letzten 1 bis 2 Millimeter der Kapillarsäule erstrecken sich über das Ende der Führungsröhre und in die Ionisationskammer hinein.

Das Reagensgas wird in die Verbindung eingespeist. Die Spitze der Verbindungseinheit verläuft in die Ionisationskammer. Eine gefederte Dichtung verhindert, dass Reagensgase an der Spitze aus der CI-Quelle austreten können. Das Reagensgas tritt am Verbindungskörper ein und vermischt sich mit dem Trägergas und der Probe in der Ionenquelle.

Die GC/MSD-Verbindung wird über eine elektrische Patronenheizung beheizt. Normalerweise wird die Heizung über die mit „Thermal Aux #2“ beheizte Zone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die Verbindungstemperatur kann in der MassHunter Data Acquisition-Software oder am Gaschromatographen eingestellt werden. Ein Fühler (Thermopaar) in der Verbindung überwacht die Temperatur.

Diese Verbindung wird auch für den EI-Betrieb in CI-MSDs verwendet. Die Dichtung für die Spitze der CI-Verbindung, die für den CI-Betrieb erforderlich ist, kann an ihrer Stelle bleiben, wenn die EI-Extraktorquelle verwendet wird. Sie kann einfach gegen eine Standard- oder inerte EI-Quelle ausgetauscht werden.

Die Verbindung sollte in einem Bereich zwischen 250 ° bis 350 °C betrieben werden. Aufgrund dieser Einschränkung sollte die Verbindungstemperatur etwas höher als die maximale GC-Ofentemperatur, jedoch **niemals** höher als die maximale Säulentemperatur liegen.

VORSICHT

Überschreiten Sie niemals die maximale Säulentemperatur, weder in der GC/MSD-Verbindung noch am GC-Ofen oder dem Einlass.

4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)

WARNUNG

Die GC/MSD-Verbindung arbeitet mit hohen Temperaturen. Falls Sie diese berühren, wenn diese erwärmt ist, werden Sie sich verbrennen.

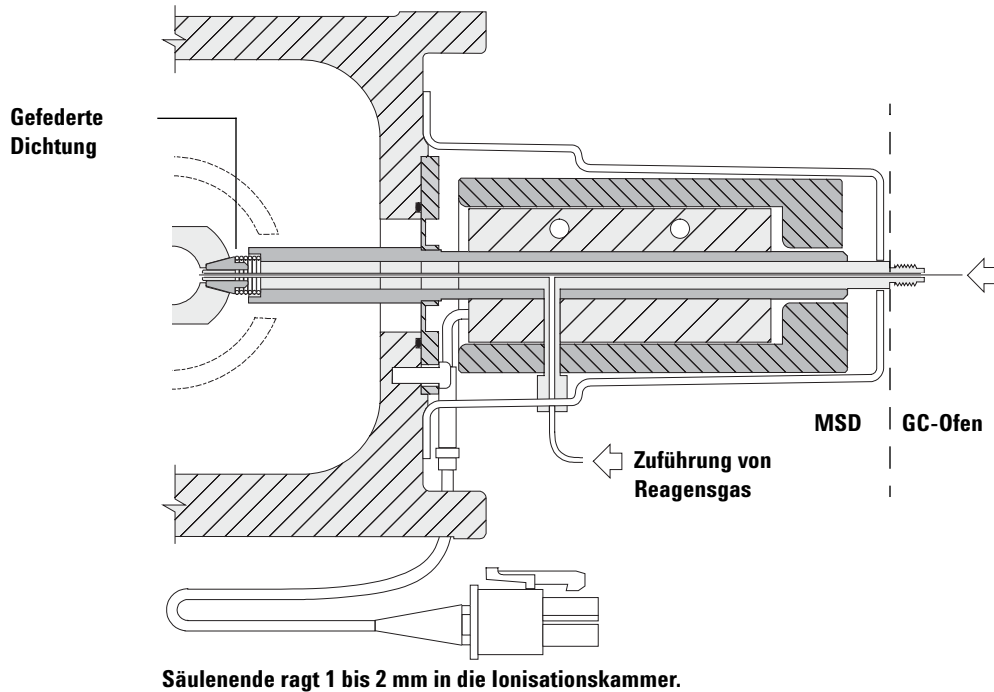


Abb. 9 Die CI-GC/MSD-Verbindung

Weitere Themen

„Installieren einer Kapillarsäule in der GC/MS-Verbindung“ auf Seite 43.

CI-Autotune

Nach dem Anpassen des Reagensgasflusses müssen die Linsen und die Elektronik des MSD getunt werden. Siehe „[Einstellungen für Reagensgase](#)“ auf Seite 102. Perfluor-5,8-Dimethyl-3,6,9-Trioxidodekan (PFDTD) wird als Kalibrant verwendet. Anstatt die gesamte Vakuumkammer zu fluten, wird das PFDTD über die GC/MSD-Verbindung direkt in die Ionisationskammer eingespeist. Dies erfolgt über das Steuerungsmodul für den Gasfluss.

VORSICHT

Nachdem die Quelle von EI in CI gewechselt wurde oder aus irgendeinem Grund eine Entlüftung erfolgte, muss der MSD vor dem Tuning mindestens 2 Stunden gespült und ausgetrocknet werden. Ein längeres Austrocknen ist empfehlenswert, bevor Sie Analysen durchführen, die eine optimale Empfindlichkeit erfordern.

PCI-Autotune ist nur für Methan verfügbar, da im positiven Modus von anderen Gasen keine PFDTD-Ione erzeugt werden. PFDTD-Ione sind in der NCI für beliebige Reagensgase sichtbar. Tunen Sie bei der PCI immer zuerst mit Methan, unabhängig davon, welcher Modus oder welches Reagensgas für die Analyse verwendet wird.

Es gibt keine Leistungskriterien für das Tuning. Wenn der CI-Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden.

Eine Elektronenvervielfacherspannung (EMVolt) größer oder gleich 2600 V weist jedoch auf ein Problem hin. Wenn für Ihre Methode die Elektronenvervielfacherspannung auf +400 eingestellt sein muss, steht Ihnen für Ihre Datenerfassung ggf. nicht die adäquate Empfindlichkeit zur Verfügung.

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Siehe „[Überprüfen der Systemleistung](#)“ auf Seite 77. Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)

Tabelle 15 Einstellungen für Reagentengase

Reagentengas	Methan		Isobutan		Ammoniak		EI
	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	
Ionenpolarität	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	-
Emission	150 μ A	50 μ A	150 μ A	50 μ A	150 μ A	50 μ A	35 μ A
Elektronenenergie	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Glühdraht	1	1	1	1	1	1	1 oder 2
Repeller	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Ionenfokus	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Eintrittslinsen-Verschiebung	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
EMVolt	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Abstellventil	Offen	Offen	Offen	Offen	Offen	Offen	Geschlossen
Gasauswahl	A	A	B	B	B	B	Keine
Empfohlene Flussrate	20%	40%	20%	40%	20%	40%	-
Quellentemp.	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
Quadtemp.	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
Verbindungs-temp.	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
Autotune	Ja	Ja	Nein	Ja	Nein	Ja	Ja

- steht für nicht verfügbar

Betrieb des CI-MSD

Der Betrieb des MSD im CI-Modus ist etwas komplizierter als der Betrieb im EI-Modus. Nach dem Tuning müssen ggf. Gasfluss, Quellentemperatur (Tabelle 16) und Elektronenenergie für Ihre spezifischen Analyseanforderungen optimiert werden.

Tabelle 16 Temperaturen für den CI-Betrieb

	Ionenquelle	Quadrupol	GC/MSD-Verbindung
PCI	250 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

Starten des Systems im PCI-Modus

Indem Sie das System zuerst im PCI-Modus starten, können Sie Folgendes durchführen:

- Den MSD zuerst mit Methan einrichten – auch dann, wenn Sie ein anderes Reagensgas verwenden werden.
- Die Dichtung an der Spitze der Verbindung prüfen, indem Sie auf ein Verhältnis von m/z 28 zu 27 achten (im Fenster für die Anpassung des Methanflusses).
- Feststellen, ob ein grobes Luftleck vorhanden ist, indem Sie die Ione bei m/z 19 (protoniertes Wasser) und 32 überwachen.
- Bestätigen, dass der MS „echte“ Ionen erzeugt und nicht nur ein Hintergrundrauschen.

In der NCI ist es nahezu unmöglich, eine Diagnose am System durchzuführen. In der NCI gibt es keine zu überwachende Reagensgasione. Es ist schwierig, ein Luftleck zu diagnostizieren und festzustellen, ob eine gute Abdichtung zwischen der Verbindung und dem Ionenvolumen hergestellt wurde.

Verwenden Sie je nach Anwendung die folgenden Flussraten für Reagensgase während des Systemstarts:

- PCI-Modus – Stellen Sie den Reagensgasfluss auf 20 (1 ml/min) ein
- NCI-Modus – Stellen Sie den Reagensgasfluss auf 40 (2 ml/min) ein

Umschalten von der Standard- oder inerten EI-Quelle zur CI-Quelle

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln.

Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82.
- 2 Öffnen Sie den Analysator. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die EI-Ionenquelle. Siehe „[Ausbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 138.

VORSICHT

Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette. Siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“. Beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen.

- 4 Installieren Sie die CI-Ionenquelle. Siehe „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169.
- 5 Bringen Sie die CI/Xtr-Dichtung an der Spitze der Verbindung an (p/n G1999-60412). Siehe „[Installieren der CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung](#)“ auf Seite 167.
- 6 Schließen Sie den Analysator. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.
- 7 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im CI-Modus](#)“ auf Seite 106.

Umschalten von der Extraktor-EI-Quelle zur CI-Quelle

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln.

Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

VORSICHT

Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette. Siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“ auf Seite 134. Beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen.

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82.
- 2 Öffnen Sie den Analysator. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die Extraktor-EI-Ionenquelle. Siehe „[Ausbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 138.
- 4 Lösen Sie das braune Extraktorkabel von der Feedthrough-Karte und lagern Sie es mit der EI-Extraktorquelle. Siehe [Abbildung 7](#) auf Seite 89.
- 5 Installieren Sie die CI-Ionenquelle. Siehe „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169.
- 6 Schließen Sie den Analysator. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.
- 7 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im CI-Modus](#)“ auf Seite 106.

Abpumpen des MSD im CI-Modus

Dieses Verfahren setzt voraus, dass das Instrument, sobald das System stabil ist, letztendlich mit Methan PCI-getunt wird.

Vorgehensweise

- 1 Folgen Sie den Anweisungen für den EI-MSD. Siehe „[Abpumpen des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 92.

Nachdem Sie von der Software aufgefordert wurden, die Verbindungsheizung und den GC-Ofen einzuschalten, führen Sie die folgenden Schritte durch.

- 2 Klicken Sie im Dialogfeld **Manual Tune** auf die Registerkarte **Values**, um zu überwachen, ob der Druck abnimmt (Hi-Vac-Messoption installiert).
- 3 Klicken Sie im Dialogfeld **Manual Tune** auf die Registerkarte **CI Gas**. Schließen Sie anschließend im Bereich **Valve Settings** die Optionen **Gas Valve A** und **Gas Valve B** und das **ShutOff Valve**.
- 4 Vergewissern Sie sich, dass **PCICH4.U** geladen ist (links oben im Dialogfeld **Manual Tune**) und klicken Sie auf die Registerkarte **Values**, um die Temperatursollwerte zu übernehmen.

Starten Sie das System immer im PCI-Modus, und überprüfen Sie stets die Leistung des Systems, bevor Sie in die NCI wechseln.

- 5 Stellen Sie die GC/MSD-Verbindung auf 280 °C ein.
- 6 Stellen Sie **Gas A (methane)** auf 20 % ein.
- 7 Lassen Sie das System mindestens 2 Stunden lang austrocknen und spülen. Wenn Sie die NCI ausführen möchten, sollten Sie den MSD über Nacht für eine bestmögliche Empfindlichkeit austrocknen.

Einrichten der Software für den CI-Betrieb

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des GC/MS im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln.

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** im Menü **File** die Option **Load Tune Parameters** und laden Sie die Tune-Datei **PCICH4.U**.
- 2 Wenn für diese Tune-Datei noch nie ein CI-Autotune-Vorgang durchgeführt wurde, zeigt die Software eine Folge von Dialogfenstern an. *Übernehmen Sie die voreingestellten Werte, sofern nicht ein wichtiger Grund vorliegt, um diese zu ändern.*

Die Tune-Werte wirken sich erheblich auf die Leistung des MSD aus. Beginnen Sie immer mit den voreingestellten Werten, wenn Sie eine CI das erste Mal einrichten, und nehmen Sie dann Anpassungen für Ihre spezifische Anwendung vor. In [Tabelle 17](#) finden Sie die voreingestellten Werte für das Feld „Tune Control Limits“. Diese Grenzwerte werden nur von Autotune verwendet. Diese dürfen *nicht* mit den unter „Edit MS Parameters“ eingestellten Parametern oder mit denen im Tune-Bericht angegebenen Parametern verwechselt werden.

Tabelle 17 Voreingestellte Grenzwerte für die Tune-Steuerung, die nur von CI-Autotune verwendet werden

Reagensgas	Methan		Isobutan		Ammoniak	
	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ
Ionenpolarität	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ	Positiv	Negativ
Intensitätsziel	1x10 ⁶	1x10 ⁶	-	1x10 ⁶	-	1x10 ⁶
Peakbreitenziel	0.6	0.6	-	0.6	-	0.6
Max. Repeller	4	4	-	4	-	4
Max. Emissionsstrom, µA	240	50	-	50	-	50
Max. Elektronenenergie, eV	240	240	-	240	-	240

Hinweise zu Tabelle 17:

- – Der Querstrich bedeutet „nicht verfügbar“ In der PCI werden keine PFDTD-Ione mit anderen Reagensgasen als Methan gebildet. Somit steht CI-Autotune für diese Konfigurationen nicht zur Verfügung.
- **Ionenpolarität** Richten Sie die PCI immer zuerst mit Methan ein, und wechseln Sie erst danach zu der gewünschten Ionenpolarität und dem gewünschten Reagensgas.
- **Intensitätsziel** Stellen Sie diesen Wert höher oder niedriger ein, um die gewünschte Signalintensität zu erzielen. Eine höhere Signalintensität führt zu einer höheren Rauschintensität. Diese wird für die Datenerfassung angepasst, indem Sie die Elektronenvervielfacherspannung in der Methode einstellen.
- **Peakbreitenziel** Höhere Peakbreitenwerte führen zu einer besseren Empfindlichkeit, niedrigere Werte führen zu einer besseren Auflösung.
- **Max. Emissionsstrom** Der optimale, maximale Emissionsstrom für die NCI ist stark von der Verbindung abhängig und muss empirisch ermittelt werden. Der optimale Emissionsstrom für Pestizide kann beispielsweise bei ca. 200 μA liegen.

Bedienen des Steuermoduls für den Reagentgasfluss

VORSICHT

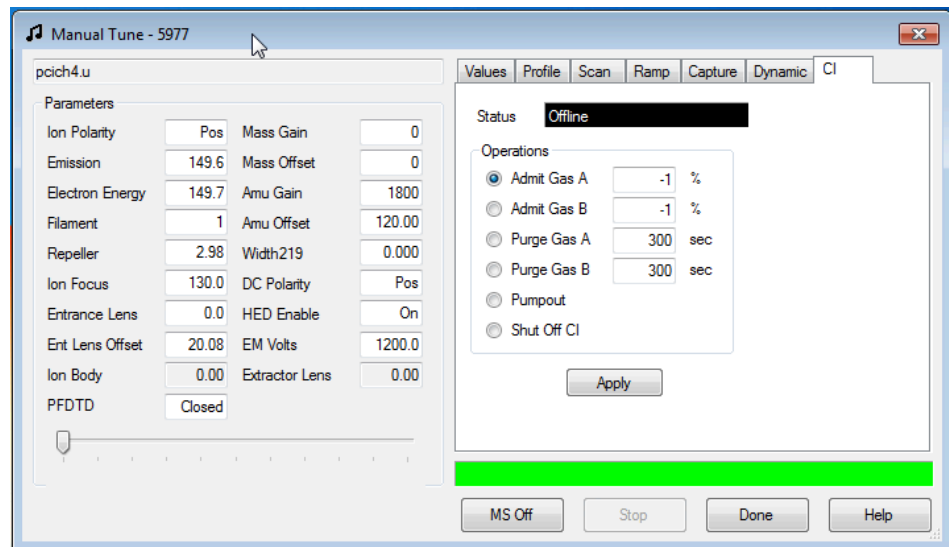
Nachdem das System vom EI- in den CI-Modus gewechselt ist oder aus einem anderen Grund entlüftet wurde, muss der MS vor dem Tuning mindestens 2 Stunden ausgetrocknet werden.

VORSICHT

Wenn Sie mit CI-Autotune fortfahren und am MS ein Luftleck vorliegt oder große Mengen an Wasser vorhanden sind, führt dies zu einer **starken** Verunreinigung der Ionenquelle. Wenn dies passiert, müssen Sie **den MS entlüften** und **die Ionenquelle reinigen**.

Vorgehensweise

- 1 Klicken Sie im Dialogfeld **Manual Tune** auf die Registerkarte **CI Gas**, um auf die Parametereinstellungen zum Steuern des CI-Gasflusses zuzugreifen.



- 2 Wählen Sie im Bereich **Valve Settings** für die aktuelle Tune-Datei ein ein Reagensgas aus. Bei Auswahl von **Gas A Valve** oder **Gas B Valve** wird das Gasventil **A** oder **B** im Feld **Gas** und der Gasname im Feld **Gas Name** angezeigt.

Das System entleert die Gasleitungen 6 Minuten lang und schaltet dann das ausgewählte Gas (A oder B) ein. Hierdurch verringert sich das Vermischen von Gasen in den Leitungen.

- 3 Geben Sie in das Feld **Flow** den Sollwerte für den Reagensgasfluss ein. Dieser Wert wird als Prozentsatz der maximalen Flussrate eingegeben. Der empfohlene Fluss ist 20 % für eine PCI-Quelle und 40 % für eine NCI-Quelle.

Die Flusststeuerungs-Hardware merkt sich die Flusseinstellung für jedes Gas. Wenn ein Gas ausgewählt ist, stellt die Steuerungskarte automatisch den gleichen Fluss ein, der auch das letzte Mal für dieses Gas verwendet wurde.

- 4 Wählen Sie **Shutoff Valve** aus, um den Reagensgasfluss zu starten.

Das System schaltet den vorhandenen Gasfluss ab und lässt das Abstellventil ([Abb. 10](#)) geöffnet. Hierdurch werden Gasrückstände aus den Leitungen entfernt. Die Entleerungsdauer beträgt normalerweise 6 Minuten; danach wird das Abstellventil geschlossen.

Das Flusststeuerungsmodul

Das Steuerungsmodul für den CI-Reagensgasfluss reguliert den Fluss des Reagensgases in die CI-GC/MSD-Verbindung. Das Flussmodul besteht aus Massenfluss-Controller (MFC), Gasauswahlventilen, CI-Kalibrierventil, Abstellventil, Steuerelektronik und Leitung. Siehe [Abb. 10](#) und [Tabelle 18](#) auf [Seite 114](#).

Auf der Rückseite befinden sich Swagelok-Einlassarmaturen für Methan (**CH₄**) und für ein anderes Reagensgas (**OTHER**). Die Software bezeichnet diese als **Gas A** bzw. **Gas B**. Wenn Sie kein zweites Reagensgas verwenden, bringen Sie auf der Armatur mit der Bezeichnung **OTHER** eine Abdeckkappe an, um eine versehentliche Luftzufuhr zum Analysator zu verhindern. Legen Sie die Reagensgase mit 25 bis 30 psi (170 bis 205 kPa) an.

Das Abstellventil verhindert ein Verunreinigen des Flusststeuerungsmoduls durch Atmosphäre während der MSD entlüftet wird oder durch PFTBA während des EI-Betriebs.

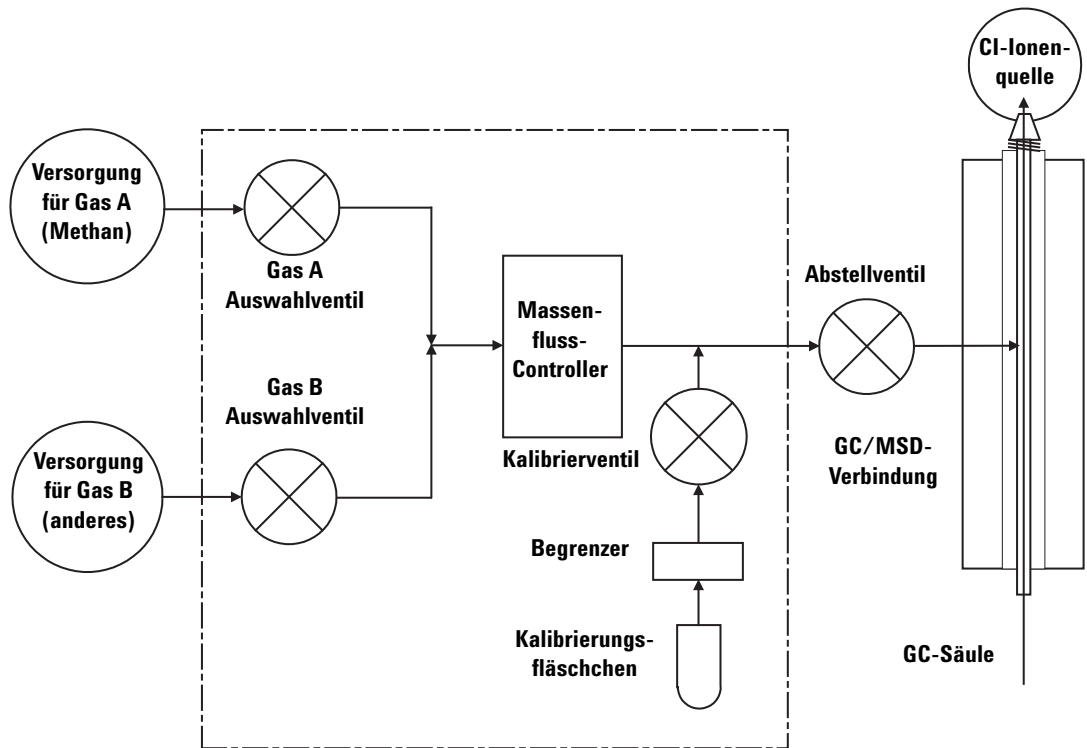


Abb. 10 Schema für das Steuerungsmodul für den Reagentgasfluss

Tabelle 18 Statusdiagramm für das Flusssteuerungsmodul

Ergebnis	Gas A Fluss	Gas B Fluss	Spülen mit Gas A	Spülen mit Gas B	Flussmodul auspumpen	Standby, entlüftet oder EI-Modus
Gas A	Offen	Geschlossen	Offen	Geschlossen	Geschlossen	Geschlossen
Gas B	Geschlossen	Offen	Geschlossen	Offen	Geschlossen	Geschlossen
MFC	Ein → Sollwert	Ein → Sollwert	Ein → 100%	Ein → 100%	Ein → 100%	Aus → 0%
Abstellventil	Offen	Offen	Offen	Offen	Offen	Geschlossen

Die Status **Offen** und **Geschlossen** werden in der Überwachung als **1** bzw. **0** angezeigt.

Einrichten eines Reagensgasflusses mit Methan

Der Reagensgasfluss muss vor dem Tuning des CI-Systems angepasst werden, um eine maximale Stabilität zu gewährleisten. Führen Sie die **anfängliche** Konfiguration mit Methan im PCI-Modus durch (positive chemische Ionisation). Für die NCI gibt es keine Prozedur für die Flussanpassung, da keine negativen Reagensione gebildet werden.

Das Anpassen des Reagensgasflusses mit Methan erfolgt in drei Schritten: Einstellen der Flusssteuerung, Pretuning an den Reagensgasionen und Anpassen des Flusses für stabile Reagensionenverhältnisse bei Methan, m/z 28/27.

Ihr Datensystem führt Sie durch die einzelnen Schritte der Flussanpassung.

Vorgehensweise

- 1 Führen Sie unter Verwendung einer EI-Quelle eine standardmäßigen Autotune-Vorgang durch, speichern Sie den Bericht und notieren Sie sich den gemeldeten Druck. Siehe „[Tuning des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 75.
- 2 Entlüften Sie das System. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 59.
- 3 Installieren Sie die CI-Quelle. „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169.
- 4 Pumpen Sie das System ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im CI-Modus](#)“ auf Seite 106.
- 5 Warten Sie, bis der Druck nahe dem zuvor aufgezeichneten Druck für den EI-Autotune-Vorgang ist. Siehe „[Überwachen des Hochvakuumdrucks im CI-Modus](#)“ auf Seite 126.
- 6 Wählen Sie in der Ansicht „Manual Tune“ im Menü **Execute** die Option **Bake out MSD**, um das Dialogfeld **Specify Bake Out parameters** anzuzeigen. Stellen Sie eine Mindestzeit von 2 Stunden ein, passen Sie die anderen Parameter an, und klicken Sie auf **OK**, um mit dem Austrocknen zu beginnen.

VORSICHT

Nachdem das System vom EI- in den CI-Modus gewechselt ist oder aus irgendeinem Grund entlüftet wurde, muss der MSD vor dem Tuning mindestens 2 Stunden ausgetrocknet werden.

Wenn Sie mit CI-Autotune fortfahren und am MSD ein Luftleck vorliegt oder große Mengen an Wasser vorhanden sind, führt dies zu einer **starken** Verunreinigung der Ionenquelle. Wenn dies passiert, müssen Sie **den MSD entlüften** und **die Ionenquelle reinigen**.

- 7 Wählen Sie im Menü „Setup“ den Befehl **Methane Pretune** aus und befolgen Sie die Aufforderungen des Systems. Weitere Informationen finden Sie in der MassHunter-Online-Hilfe.

Der Methan-Pretune-Vorgang tunt das Gerät für eine optimale Überwachung des Verhältnisses der Methanreagensione m/z 28/27.

- 8 Überprüfen Sie die angezeigte Profildarstellung der Reagensione.
- Bei m/z 32 dürfen keine sichtbaren Peaks vorhanden sein. Ein Peak an dieser Stelle bedeutet, dass ein Luftleck vorliegt. Schließen Sie das Leck, ehe Sie fortfahren. Durch den Betrieb im CI-Modus mit einem Luftleck wird die Ionenquelle schnell verunreinigt.
 - Der Peak bei m/z 19 (protoniertes Wasser) ist kleiner als 50 % des Peaks bei m/z 17.
- 9 Klicken Sie nach Aufforderung auf **OK**, um die Anpassung des Methanflusses durchzuführen.

4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)

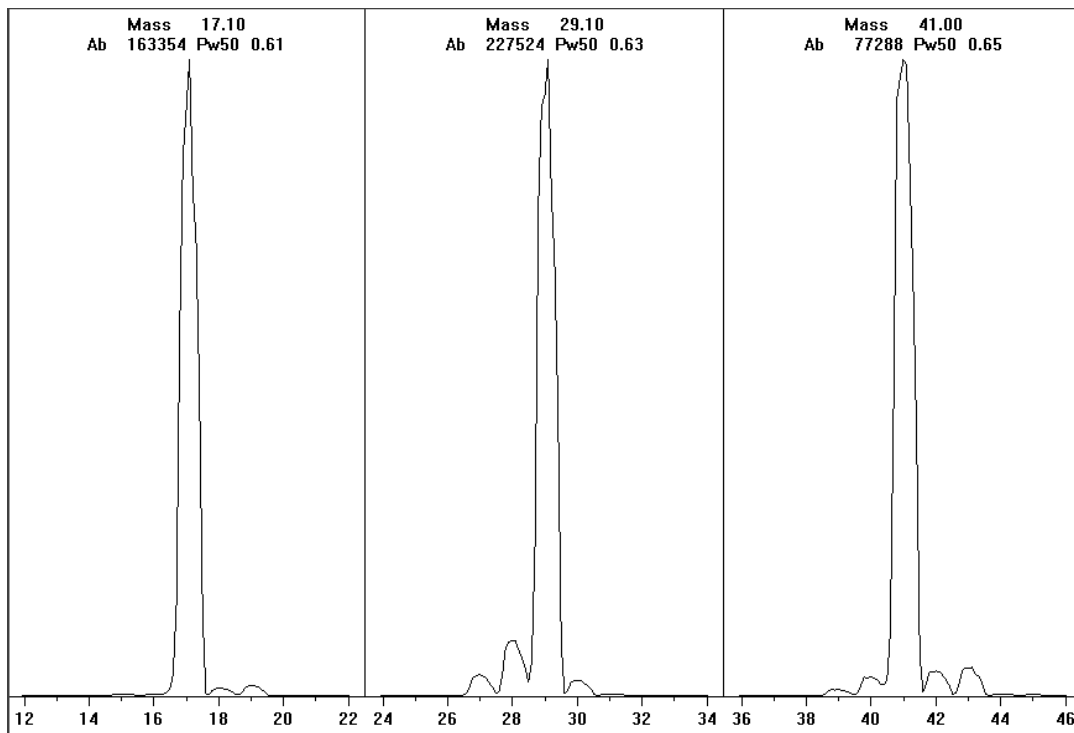


Abb. 11 Überprüfungen auf Reagenionen nach sehr langer Austrocknungsphase

Methan-Pre-tuning, wenn das Austrocknen mehr als einen Tag dauerte

Beachten Sie die niedrige Intensität von m/z 19 und das Fehlen eines sichtbaren Peaks bei m/z 32. Ihr MSD zeigt wahrscheinlich zuerst mehr Wasser an, jedoch sollte die Intensität von m/z 19 immer noch unter 50% von m/z 17 liegen.

Verwenden anderer Reagensgase

In diesem Abschnitt wird erläutert, wie Isobutan oder Ammoniak als Reagensgas verwendet werden. Bevor Sie andere Reagensgase einsetzen, sollten Sie mit dem Betrieb des mit CI ausgestatteten MSD der Serie 5977 in Verbindung mit dem Einsatz von Methan als Reagensgas vertraut sein.

VORSICHT

Verwenden Sie kein Stickstoffmonoxid als Reagensgas. Dies verkürzt die Lebensdauer des Glühdrahtes erheblich.

Durch den Wechsel des Reagensgases von Methan zu Isobutan oder Ammoniak ändert sich die chemische Zusammensetzung des Ionisationsprozesses, was auch zu anderen Ionen führt. Die wichtigsten chemischen Ionisationsreaktionen, die auftreten, werden in den allgemeinen Konzepten zum 5977 erläutert. Wenn Sie keine Erfahrung in Verbindung mit der chemischen Ionisation haben, sollten Sie dieses Material zuerst lesen, bevor Sie fortfahren.

VORSICHT

Nicht alle Konfigurationsoperationen können in allen Modi mit allen Reagensgasen durchgeführt werden. Siehe [Tabelle 19](#) für weitere Informationen.

Tabelle 19 Reagensgase

Reagensgas/Modus	Reagenionenmassen	PFTD-Kalibrantione	Flussanp.-Ione: Verhältnis EI/PCI/NCI-MSD (Leistungs-Turbopumpe) Empfohlener Fluss: 20 % PCI 40 % NCI
Methan/PCI	17, 29, 41 [*]	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
Methan/NCI	17, 35, 235 [†]	185, 351, 449	-
Isobutan/PCI	39, 43, 57	-	57/43: 5.0 – 30.0
Isobutan/NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	-
Ammoniak/PCI	18, 35, 52	-	35/18: 0.1 – 1.0
Ammoniak/NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	-

* Es werden keine PFTD-Ione mit anderen Reagensgasen als Methan gebildet. Führen Sie das Tuning mit Methan durch, und verwenden Sie die Parameter für das andere Gas.

† Es werden keine **negativen** Reagensgasione gebildet. Für ein Pretuning im negativen Modus verwenden Sie die Hintergrundione: 17 (OH-), 35 (Cl-) und 235 (ReO3-). Diese Ione können nicht für die Anpassung des Reagensgasflusses verwendet werden. Stellen Sie den Fluss auf 40% für die NCI ein, und passen Sie diesen nach Bedarf an, um akzeptable Ergebnisse für Ihre Anwendung zu erzielen.

Isobutan-CI

Isobutan (C_4H_{10}) wird häufig für die chemische Ionisation verwendet, wenn im chemischen Ionisationsspektrum eine geringere Fragmentierung gewünscht wird. Der Grund hierfür ist, dass die Protonenaffinität von Isobutan höher ist als von Methan; somit wird weniger Energie in die Ionisationsreaktion übertragen.

Addition und Protonenübertragung sind die am häufigsten mit Isobutan verknüpften Ionisationsmechanismen. Die Probe selbst beeinflusst, welcher Mechanismus dominiert.

Ammoniak-CI

Ammoniak (NH_3) wird häufig für die chemische Ionisation verwendet, wenn im chemischen Ionisationsspektrum eine geringere Fragmentierung gewünscht wird. Der Grund hierfür ist, dass die Protonenaffinität von Ammoniak höher ist als von Methan; somit wird weniger Energie in die Ionisationsreaktion übertragen.

Da viele zu untersuchende Verbindungen zu wenig Protonenaffinitäten aufweisen, resultieren chemische Ionisationsspektren mit Ammoniak häufig aus dem Hinzufügen von NH_4^+ und dann in einigen Fällen aus dem nachfolgenden Verlust von Wasser. Ionenspektren mit Ammoniak als Reagensgas enthalten hauptsächlich Ionen bei m/z 18, 35 und 52 entsprechend für NH_4^+ , $NH_4(NH_3)^+$ und $NH_4(NH_3)_2^+$.

Um Ihren MSD für die chemische Ionisation mit Isobutan oder Ammoniak anzupassen, gehen Sie wie folgt vor:

Vorgehensweise

- 1 Führen Sie einen standardmäßigen positiven CI-Autotune-Vorgang mit Methan und PFDTD aus. Siehe „Durchführen eines PCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan)“ auf Seite 120.
- 2 Klicken Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ im Menü **Tune** auf **Tune Wizard**. Wählen Sie nach Aufforderung **Isobutane** oder **Ammonia** aus. Hierdurch ändern sich die Menüs für die Verwendung des ausgewählten Gases und für die Auswahl der entsprechenden voreingestellten Tune-Parameter.

- 3 Wählen Sie nach Aufforderung **Gas B** aus. (Den Anschluss, an dem Isobutan oder Ammoniak eingespeist werden). Folgen Sie den Anweisungen im Tune Wizard und stellen Sie den Gasfluss auf 20 % ein.

Bei Verwendung einer vorhandenen Tune-Datei müssen Sie diese unter einem neuen Namen speichern, wenn Sie die vorhandenen Werte nicht überschreiben möchten. Übernehmen Sie die voreingestellte Temperatur und die anderen Einstellungen.

- 4 Klicken Sie im Menü **Execute** auf **Isobutane** (oder **Ammonia**) **Flow Adjust**.

In der PCI gibt es für Isobutan und Ammoniak keinen CI-Autotune-Vorgang.

Wenn Sie die NCI mit Isobutan oder Ammoniak ausführen möchten, laden Sie **NCICH4.U** oder eine vorhandene NCI-Tune-Datei für das spezifische Gas. Weitere Informationen zum CI-Betrieb mit Ammoniak finden Sie im Agilent Anwendungshinweis „Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs“ (Implementierung von Ammoniak als Reagensgas für die chemische Ionisation an Agilent MSDs der Serie 5977) (5989-5170EN).

VORSICHT

Der Einsatz von Ammoniak wirkt sich auf die Wartungsanforderungen des MSD aus. Weitere Informationen finden Sie unter „CI-Wartung“.

VORSICHT

Der Druck der Ammoniakversorgung muss unter 5 psig liegen. Ein höherer Druck kann dazu führen, dass das Ammoniak vom gasförmigen in den flüssigen Zustand kondensiert.

Stellen Sie den Ammoniaaktank immer senkrecht unter dem Niveau des Flussmoduls auf. Rollen Sie den Schlauch für die Ammoniakversorgung in mehrere vertikale Schleifen, indem Sie den Schlauch um eine Dose oder eine Flasche wickeln. Dies verhindert, dass flüssiges Ammoniak in das Flussmodul eindringen kann.

Ammoniak tendiert dazu, Flüssigkeiten und Dichtungen von Vakuumpumpen zu beschädigen. Bei der CI mit Ammoniak sind häufiger Wartungsarbeiten am Vakuumsystem durchzuführen. (Siehe *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual*.)

Häufig wird eine Mischung mit 5% Ammoniak und 95% Helium oder 5% Ammoniak und 95% Methan als CI-Reagensgas verwendet. Dies ist ausreichend viel Ammoniak, um eine gute chemische Ionisation zu erzielen und gleichzeitig dessen negative Auswirkungen einzugrenzen.

Kohlendioxid-CI

Kohlendioxid wird häufig als Reagensgas für die CI eingesetzt. Es bietet deutliche Vorteile bezüglich Verfügbarkeit und Sicherheit.

Umschalten von der CI-Quelle zur Standard- oder inerten EI-Quelle

Vorgehensweise

VORSICHT

Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie den Analysator oder andere Teile berühren, die in die Analysatorkammer gestellt werden.

VORSICHT

Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette, und beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen. Siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“ auf Seite 134.

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ die Option für das Entlüften des MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82. Die Software fordert Sie zu den entsprechenden Aktionen auf.
- 2 Öffnen Sie den Analysator. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung. Siehe „[Installieren der CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung](#)“ auf Seite 167.
- 4 Installieren Sie die EI-Ionenquelle. Siehe „[Einbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 161.
- 5 Platzieren Sie die CI-Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung im Aufbewahrungsbehälter der Ionenquelle.
- 6 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 92.
- 7 Laden Sie Ihre EI-Tune-Datei.

Umschalten von der CI-Quelle zur Extraktor-EI-Quelle

VORSICHT

Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie den Analysator oder andere Teile berühren, die in die Analysatorkammer gestellt werden.

VORSICHT

Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette, und beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen. Siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“.

Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ die Option für das Entlüften des MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82. Die Software fordert Sie zu den entsprechenden Aktionen auf.
- 2 Öffnen Sie den Analysator. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die CI-Ionenquelle. Siehe „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169. Es ist nicht erforderlich, wie bei der Standard- oder inerten EI-Quelle die Spitze der Dichtung zu entfernen. Die Dichtung für die Spitze der CI-Verbindung ist für die Extraktor-EI-Quelle geeignet.
- 4 Installieren Sie die Extraktor-EI-Quelle. Siehe „[Einbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 161.
- 5 Entnehmen Sie das braune Extraktorkabel der Verpackung und schließen Sie es an der Extraktorlinse und der Karte der Quelle an.
- 6 Legen Sie die CI-Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung in die Verpackung der Ionenquelle.
- 7 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 92.
- 8 Laden Sie Ihre EI-Tune-Datei.

Durchführen eines PCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan)

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

Vermeiden Sie unnötiges Tuning; hierdurch wird das PFDTD-Hintergrundrauschen minimiert, und eine Verunreinigung der Ionenquelle wird verhindert.

Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD zuerst ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet. Siehe „Überprüfen der Systemleistung“ auf Seite 77.
- 2 Laden Sie die Tune-Datei **PCICH4.U** oder eine vorhandene Tune-Datei für das verwendete Reagensgas.

Bei Verwendung einer vorhandenen Tune-Datei müssen Sie diese unter einem neuen Namen speichern, wenn Sie die vorhandenen Werte nicht überschreiben möchten.

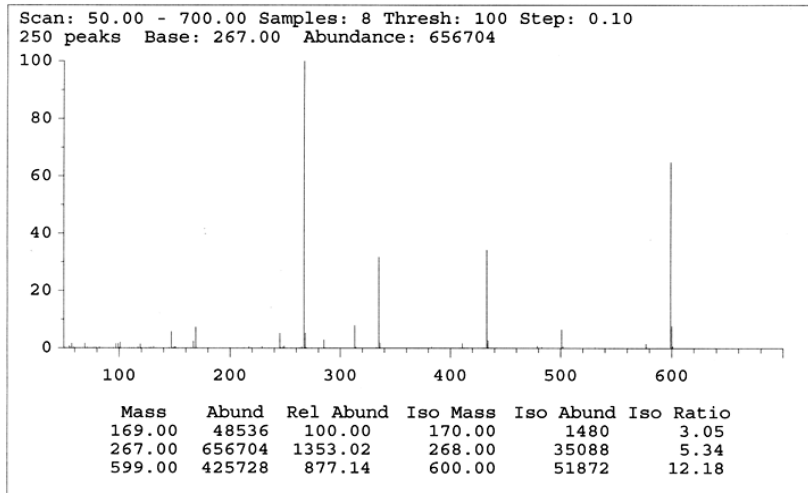
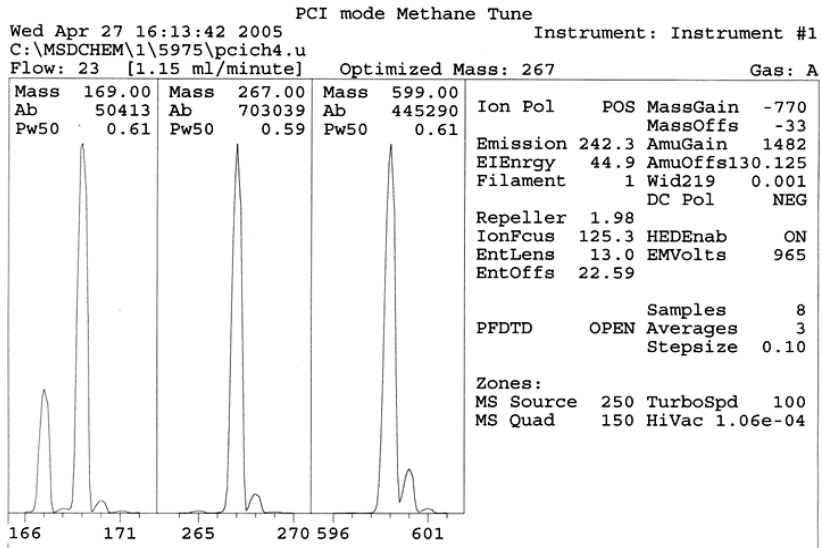
- 3 Übernehmen Sie die Voreinstellungen.
- 4 Führen Sie die Methanconfiguration durch. Siehe „Einrichten eines Reagensgasflusses mit Methan“ auf Seite 112.
- 5 Klicken Sie im Menü **Tune** auf **CI Autotune**.

Es gibt keine Leistungskriterien für das Tuning. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden (**Abb. 12**). Wenn durch das Tunen die Elektronenvervielfacherspannung (EMVolt) auf 2600 V oder höher eingestellt wird, können Sie jedoch ggf. die Daten erfolgreich erfassen, wenn in Ihrer Methode EMVolt auf "+400" oder höher eingestellt ist.

Der Autotune-Bericht enthält Informationen zu Luft und Wasser im System. Siehe „PCI-Autotune-Bericht“ auf Seite 121.

Das Verhältnis 19/29 zeigt die Intensität von Wasser.

Das Verhältnis 32/29 zeigt die Intensität von Sauerstoff.



CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00
 28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08
 41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

Abb. 12 PCI-Autotune-Bericht

Durchführen eines NCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan als Reagensgas)

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Siehe „Überprüfen der Systemleistung“ auf Seite 77. Richten Sie den CI-MSD in der PCI immer zuerst mit Methan als Reagensgas ein – auch dann, wenn Sie ein anderes Reagensgas verwenden oder die NCI durchführen werden.

Vorgehensweise

- 1 Laden Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ die Datei **NCICH4.U** (oder eine vorhandene Tune-Datei für das verwendete Reagensgas).
- 2 Wählen Sie im Menü „Setup“ den **CI Tune Wizard** aus, und folgen Sie den Aufforderungen des Systems.

Übernehmen Sie die voreingestellte Temperatur und die anderen Einstellungen.

Bei Verwendung einer vorhandenen Tune-Datei müssen Sie diese unter einem neuen Namen speichern, wenn Sie die vorhandenen Werte nicht überschreiben möchten.

- 3 Klicken Sie im Menü „Tune“ auf **CI Autotune**.

VORSICHT

Vermeiden Sie unnötiges Tuning; hierdurch wird das PFDTD-Hintergrundrauschen minimiert, und eine Verunreinigung der Ionenquelle wird verhindert.

Es gibt keine Leistungskriterien für das Tuning. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden (**Abb. 13**). Wenn durch das Tunen die Elektronenvervielfacherspannung (EMVolt) auf 2600 V oder höher eingestellt wird, können Sie jedoch ggf. die Daten erfolgreich erfassen, wenn in Ihrer Methode EMVolt auf "+400" oder höher eingestellt ist.

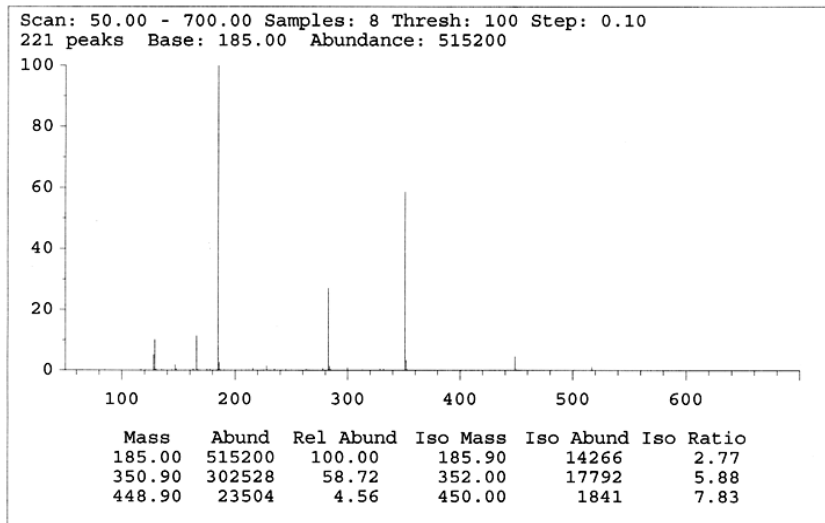
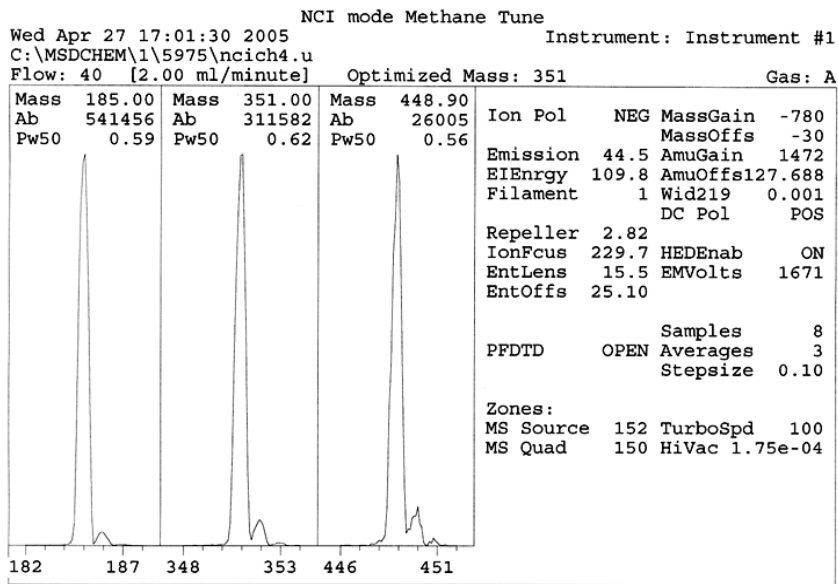


Abb. 13 NCI-Autotune

Überprüfen der PCI-Leistung

Benötigte Materialien

- Benzophenon, 100 pg/μL (8500-5440)

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Siehe [Seite 77](#). Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet.
- 2 Stellen Sie sicher, dass die Tune-Datei **PCICH4.U** geladen ist.
- 3 Wählen Sie **Gas A** aus, und stellen Sie den Fluss auf 20% ein.
- 4 Führen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ die CI-Konfiguration durch. Siehe „[Umschalten von der CI-Quelle zur Extraktor-EI-Quelle](#)“ auf Seite 119.
- 5 Führen Sie CI-Autotune aus. Siehe „[CI-Autotune](#)“ auf Seite 101.
- 6 Führen Sie die PCI-Empfindlichkeitsmethode **BENZ_PCI.M** mit 1 μL von 100 pg/μL Benzophenon aus.
- 7 Stellen Sie sicher, dass das System den veröffentlichten Spezifikationen für die Empfindlichkeit entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Agilent-Website unter www.agilent.com/chem.

Überprüfen der NCI-Leistung

Diese Vorgehensweise gilt **ausschließlich** für EI/PCI/NCI-MSDs.

Benötigte Materialien

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

VORSICHT

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. Siehe „Überprüfen der Systemleistung“. Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet.
- 2 Laden Sie die Tune-Datei **NCICH4.U**, und übernehmen Sie die Temperatursollwerte.
- 3 Wählen Sie **Gas A**, und stellen Sie den Fluss auf 40 % ein.
- 4 Führen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ den CI-Autotune-Vorgang aus. Siehe „Durchführen eines NCI-Autotune-Vorgangs (nur Methan als Reagensgas)“.

Beachten Sie, dass es für ein Bestehen des Autotune-Vorgangs in der CI keine Kriterien gibt. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden.

- 5 Führen Sie die NCI-Empfindlichkeitsmethode aus: OFN_NCI.M mit 2 μL von 100 fg/μL OFN.
- 6 Stellen Sie sicher, dass das System den veröffentlichten Spezifikationen für die Empfindlichkeit entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Agilent-Website unter www.agilent.com/chem.

Überwachen des Hochvakuumdrucks im CI-Modus

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, schalten Sie die Mikro-Ionen-Vakuummessvorrichtung nicht aus, wenn sich in der Kammer möglicherweise Wasserstoff angesammelt hat. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff als Trägergas einsetzen.

Vorgehensweise

- 1 Starten Sie den MSD, und pumpen Sie den MSD ab. Siehe „Abpumpen des MSD im CI-Modus“ auf Seite 106.
- 2 Wählen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ im Menü **Vacuum** die Option **Turn Vacuum Gauge on/off** aus.
- 3 In der Ansicht „Instrument Control“ können Sie eine MS-Überwachung für Messwerte einrichten. Das Vakuum kann auch am lokalen Bedienfeld oder im Bildschirm „Manual Tune“ abgelesen werden.

Die Messeinrichtung wird nicht eingeschaltet, wenn der Druck im MSD oberhalb von ca. 8×10^{-3} Torr liegt. Die Messvorrichtung ist für Stickstoff kalibriert, jedoch gelten die in diesem Handbuch aufgelisteten Drücke für Helium.

Den größten Einfluss auf den Betriebsdruck hat der Trägergasfluss (Säulenfluss). [Tabelle 20](#) auf Seite 127 listet die typischen Drücke für verschiedene Gasflüsse mit Helium als Trägergas auf. Diese Drücke sind ungefähre Werte und variieren von Gerät zu Gerät.

Typische Druckmesswerte

Verwenden Sie die Mikro-Ionen-Vakuummessvorrichtung G3397B. Beachten Sie, dass der Massenfluss-Controller für Methan und die Vakuummessvorrichtung für Stickstoff kalibriert ist, sodass diese Messungen nicht exakt sind, jedoch als Orientierung für typische festgestellte Messwerte dienen (Tabelle 20 auf Seite 127). Diese wurden unter den folgenden Bedingungen erfasst. Beachten Sie, dass es sich um typische PCI-Temperaturen handelt:

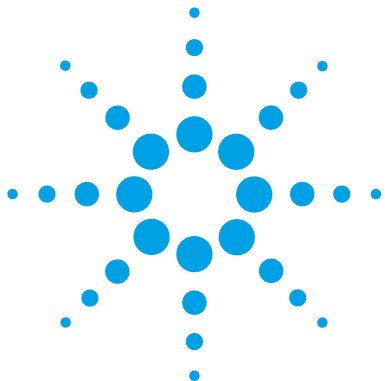
Quellentemperatur	250 °C
Quadttemperatur	150 °C
Verbindungstemperatur	280 °C
Helium-Trägergasfluss	1 ml/Min

Tabelle 20 Massenfluss-Controller-Einstellungen und typische Messwerte

MFC (%)	Druck (Torr)	
	Methan	Ammoniak
	EI/PCI/NCI-MSD (Leistungs-Turbopumpe)	EI/PCI/NCI-MSD (Leistungs-Turbopumpe)
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

Machen Sie sich mit den Messungen auf *Ihrem* System unter Betriebsbedingungen vertraut, und achten Sie auf **Veränderungen**, die auf ein Vakuum- oder Gasflussproblem hinweisen könnten. Messungen können von einem MSD zum anderen bzw. von einer Messvorrichtung zu einer anderen um bis zu 30% abweichen.

4 Betrieb im chemischen Ionisationsmodus (CI)



5 Allgemeine Wartung

Vor dem Start	130
Warten des Vakuumsystems	135
Wartung des Analysators	136
Ausbauen der EI-Ionenquelle	138
Zerlegen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle	141
Ausbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle	144
Reinigen der EI-Ionenquelle	147
Zusammenbauen einer Standard- oder inerten EI-Ionenquelle	152
Zusammenbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle	155
Austauschen eines Glühdrahts in einer EI-Quelle	158
Einbauen der EI-Ionenquelle	161
Austauschen des Trichters des Elektronenvervielfachers	162



Vor dem Start

Sie können viele der für Ihren MSD erforderlichen Wartungsarbeiten durchführen. Aus Sicherheitsgründen lesen Sie bitte diese Einführung vollständig durch, bevor Sie mit Wartungsaufgaben beginnen.

Tabelle 21 Wartungsplan

Aufgabe	Wöchentliche Wartung	Halbjährliche Wartung	Jährliche Wartung	Wartung bei Bedarf
Tunen des MSD				X
Prüfen des Ölstands der Vorpumpe	X			
Prüfen des/der Kalibrierungsfläschchen		X		
Ersetzen des Vorpumpenöls*		X		
Ersetzen des Diffusionspumpenöls			X	
Prüfen der trockenen Vorpumpe				X
Wechseln der Dichtung an der Spitze der trockenen Vorpumpe			X	
Wechseln des Abgasfilters der Vorpumpe				X
Wechseln des Filters für blauen Dunst der DS42-Vorpumpe				X
Reinigen der Ionenquelle				X
Prüfen der Trägergasventile am GC und am MSD				X
Ersetzen der Verschleißteile				X
Schmieren der O-Ringe an der Seitenplatte oder dem Entlüftungsventil†				X
Ersetzen der CI-Reagensgasversorgung				X
Ersetzen der GC-Gasversorgungen				X

* Alle 3 Monate bei CI-MSDs mit Ammoniak als Reagensgas.

† Andere Vakuumdichtungen als der O-Ring der Seitenplatte und der O-Ring des Entlüftungsventils müssen nicht geschmiert werden. Das Schmieren anderer Dichtungen kann dort zu Fehlfunktionen führen.

Wartungsplan

Typische Wartungsaufgaben sind in [Tabelle 21](#) aufgelistet. Durch die planmäßige Durchführung dieser Aufgaben können Betriebsstörungen verringert, die Lebensdauer des Systems verlängert und die gesamten Betriebskosten gesenkt werden.

Notieren Sie, welche Systemleistungs- (Tune-Berichte) und Wartungsoperationen durchgeführt wurden. Dadurch können Abweichungen vom Normalbetrieb erkannt und Maßnahmen zur Behebung ergriffen werden.

Werkzeuge, Ersatzteile und Materialien

Einige der benötigten Werkzeuge, Ersatzteile und Materialien sind im Lieferumfang des GC, des MSD oder im MSD Toolkit enthalten. Anderes Material muss separat erworben werden. Jeder Wartungsvorgang enthält eine Liste der für diesen Vorgang erforderlichen Materialien.

Vorsichtsmaßnahmen für Bereiche mit hohen Spannungen

Wenn der MSD am Stromnetz angeschlossen ist, liegen selbst bei einem ausgeschalteten Gerät potenziell gefährliche Spannungen (120 VAC oder 200/240 VAC) an folgenden Teilen/Bereichen an:

- Die Verkabelung und Sicherungen zwischen der Stelle, an der das Netzkabel am Gerät eingesteckt wird, und dem Netzschalter

Wenn der Netzschalter eingeschaltet ist, liegen an folgenden Bereichen potenziell gefährliche Spannungen an:

- Elektronische Leiterplatten
- Ringtransformator
- Drähte und Kabel zwischen den Platinen
- Drähte und Kabel zwischen diesen Platinen und den Anschlüssen auf der Rückseite des MSD
- Einige Anschlüsse auf der Rückseite (z. B. die Netzsteckdose für die Vorpumpe)

Normalerweise sind all diese Teile durch Schutzhüllen abgeschirmt. Wenn die Schutzhüllen nicht entfernt sind, ist ein versehentliches Berühren von Stellen, an welchen gefährliche Spannungen anliegen, nur schwer möglich.

WARNUNG

Führen Sie keine Wartungsarbeiten durch, wenn der MSD eingeschaltet oder sein Netzkabel angeschlossen ist, sofern Sie hierzu anhand der Vorgänge in diesem Kapitel nicht ausdrücklich aufgefordert werden.

Einige Vorgänge in diesem Kapitel erfordern den Zugang zum Innenbereich des MSD während der Netzschalter eingeschaltet ist. Entfernen Sie bei diesen Vorgängen keine Schutzabdeckungen an der Elektronik. Halten Sie sich streng an die Anweisungen, um das Risiko eines Stromschlages zu verringern.

Gefährliche Temperaturen

Viele Bauteile im MSD arbeiten mit Temperaturen, die so hoch sind, dass sich Personen ernsthaft verbrennen können. Zu diesen Teilen gehören unter anderem:

- GC/MSD-Verbindung
- Analysatorteile
- Vakuumpumpen

WARNUNG

Berühren Sie diese Teile niemals, wenn der MSD eingeschaltet ist. Nachdem der MSD ausgeschaltet wurde, dauert es einige Zeit, bis diese Teile abgekühlt sind und wieder berührt werden können.

WARNUNG

Die Heizung der GC/MSD-Verbindung wird über eine Heizzone am GC mit Strom versorgt. Die Heizung der Verbindung kann auch dann eingeschaltet und extrem warm sein, wenn der MSD ausgeschaltet ist. Die GC/MSD-Verbindung ist gut isoliert. Nach dem Abschalten kühlt diese sehr langsam ab.

WARNUNG

Wenn die Vorpumpe während des Betriebs berührt wird, kann dies zu Verbrennungen führen. Sie verfügt über eine Schutzabdeckung, damit der Benutzer nicht mit dieser in Kontakt kommt.

Die GC-Einlässe und der GC-Ofen arbeiten ebenfalls mit extrem hohen Temperaturen. Gehen Sie beim Umgang mit diesen Teilen vorsichtig vor. Die Dokumentation zum GC enthält weitere Informationen.

Chemische Rückstände

Nur ein kleiner Teil der Probe wird von der Ionenquelle ionisiert. Der Großteil der Probe durchläuft die Ionenquelle ohne ionisiert zu werden. Sie wird durch das Vakuumsystem weggepumpt. Dadurch enthält die Abluft aus der Vorpumpe Spuren des Trägergases und der Proben. Der Ablauf aus der standardmäßigen Vorpumpe enthält außerdem feine Tröpfchen des Vorpumpenöls.

Eine standardmäßigen Vorpumpe ist mit einem Ölfilter ausgestattet. Dieser Filter hält **nur** die Tröpfchen des Pumpenöls zurück. Er filtert **keine** anderen Chemikalien. Verwenden Sie diesen Ölfilter nicht, wenn Sie giftige Lösungsmittel verwenden oder giftige Chemikalien analysieren. Installieren Sie für alle Vorpumpen einen Schlauch, um die Abluft aus der Vorpumpe in den Außenbereich oder in eine in den Außenbereich führende Abzugshaube abzuleiten. Bei der standardmäßigen Vorpumpe muss hierfür der Ölfilter entfernt werden. Stellen Sie sicher, dass die örtlichen Vorschriften bezüglich der Luftqualität eingehalten werden.

WARNUNG

Der Ölfilter für die standardmäßige Vorpumpe hält nur das Vorpumpenöl zurück. Giftige Chemikalien werden nicht gefiltert. Entfernen Sie diesen Ölfilter, wenn Sie giftige Lösungsmittel verwenden oder giftige Chemikalien analysieren. Verwenden Sie den Filter nicht, wenn Sie mit einem CI-MSD arbeiten. Installieren Sie einen Schlauch, um die Abluft der Vorpumpe in den Außenbereich oder in eine Abzugshaube abzuführen.

In den Flüssigkeiten in der Diffusionspumpe und in der standardmäßigen Vorpumpe sammeln sich Spuren der zu analysierenden Proben an. Die gesamte verwendete Pumpenflüssigkeit ist als gefährlich zu betrachten und entsprechend zu behandeln. Entsorgen Sie die verwendete Flüssigkeit ordnungsgemäß wie durch örtliche Bestimmungen vorgeschrieben.

WARNUNG

Tragen Sie zum Entfernen der Pumpenflüssigkeit entsprechende chemikalienbeständige Handschuhe und eine Schutzbrille. Vermeiden Sie jeglichen Kontakt mit der Flüssigkeit.

Elektrostatische Entladung

Auf allen Leiterplatten im MSD befinden sich Bauteile, die durch elektrostatische Entladungen beschädigt werden können. Berühren Sie die Platinen nur dann, wenn dies absolut notwendig ist. Außerdem kann an Drähten, Anschlüssen und Kabeln eine elektrostatische Entladung auftreten, die auf verbundene Elektronikplatinen abgeleitet wird. Dies trifft besonders bei Anschlussdrähten von Massenfiltern (Quadrupol) zu, bei denen elektrostatische Entladungen an empfindlichen Bauteilen auf der seitlichen Karte auftreten können. Schäden, die durch elektrostatische Entladung verursacht werden, führen nicht immer sofort zu Fehlern, können aber im Laufe der Zeit zu einer verschlechterten Leistung und Stabilität Ihres MSD führen.

Wenn Sie an den Leiterplatten oder in deren Nähe Arbeiten durchführen, oder wenn Sie an Bauteilen arbeiten, deren Drähte, Anschlüsse oder Kabel mit Leiterplatten verbunden sind, müssen Sie immer eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette tragen und die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen beachten. Die Erdungsmanschette muss mit einer sicher geerdeten Masseverbindung verbunden sein. Wenn dies nicht möglich ist, sollte sie mit einem leitenden (Metall-)Teil der Baugruppe verbunden sein, an der die Arbeiten durchgeführt werden, jedoch **nicht** mit den elektronischen Komponenten, herausstehenden Drähten bzw. Leitungen oder Stiften an Anschlüssen.

Achten Sie auf zusätzliche Vorsichtsmaßnahmen, wie z. B. eine Erdungsmatte, wenn Sie an Bauteilen oder Baugruppen Arbeiten vornehmen müssen, die aus dem MSD entfernt wurden. Dies betrifft auch den Analysator.

VORSICHT

Eine Erdungsmanschette muss zur optimalen Wirkung angenehm sitzen (nicht zu fest). Eine lose anliegende Manschette bietet nur einen geringen oder gar keinen Schutz.

Die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen bieten keinen 100 %-igen Schutz. Berühren Sie elektronische Leiterplatten nur dann, wenn dies unbedingt notwendig ist, und dann auch nur an den Kanten. Berühren Sie keine Bauteile, herausstehenden Drähte oder Stifte an Anschlüssen und Kabeln.

Warten des Vakuumsystems

Regelmäßige Wartung

Wie bereits zuvor in [Tabelle 21](#) aufgelistet, müssen einige Wartungsaufgaben für das Vakuumsystem regelmäßig durchgeführt werden. Hierzu gehören:

- Prüfen der Flüssigkeit der Vorpumpe (wöchentlich)
- Prüfen der Kalibrierungsfläschchen (halbjährlich)
- Spülen der Vorpumpe mit Luft (täglich bei MSDs, die Ammoniak als Reagensgas verwenden)
- Wechseln des Öls der Vorpumpe (halbjährlich; vierteljährlich bei CI-MSDs, die Ammoniak als Reagensgas verwenden)
- Anziehen der Schrauben am Ölbehälter der Vorpumpe (erster Ölwechsel nach der Installation)
- Ersetzen der Flüssigkeit in der Diffusionspumpe (jährlich)
- Ersetzen der Dichtungen der Trockenvorpumpe (jährlich)

Wenn diese Aufgaben nicht gemäß Wartungsplan durchgeführt werden, kann dies zu einer verschlechterten Leistung des Geräts führen. Außerdem können am Gerät Schäden auftreten.

Andere Vorgehensweisen

Aufgaben, wie das Ersetzen einer Vorpumpenvakuum- oder einer Mikro-Ionen-Messvorrichtung, sollten nur bei Bedarf durchgeführt werden. Schlagen Sie im Handbuch *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance* nach, und rufen Sie die Online-Hilfe in der MassHunter Data Acquisition-Software auf, um Informationen zu Symptomen zu erhalten, ob diese Art von Wartung erforderlich ist.

Weitere verfügbare Informationen

Wenn Sie weitere Informationen zur Anordnung oder Funktion von Bauteilen des Vakuumsystems benötigen, schlagen Sie im Handbuch *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Troubleshooting* nach.

Die meisten Vorgänge in diesem Kapitel werden anhand von Videoclips auf den CDs „Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities“ and „5977 Series MSD User Information“ dargestellt.

Wartung des Analysators

Wartungsplan

Für keine der Analysatorkomponenten ist eine regelmäßige Wartung erforderlich. Einige Aufgaben müssen jedoch erfolgen, wenn das MSD-Verhalten diese als erforderlich nahelegt. Hierzu gehören:

- Reinigen der Ionenquelle
- Austauschen der Glühdrähte
- Austauschen des Trichters des Elektronenvervielfachers

Das Handbuch zu Fehlerbehebung und Wartung enthält Informationen zu Symptomen, die eine Wartung des Analysators erforderlich machen. Weitere, ausführlichere Informationen bietet der Abschnitt zur Fehlerbehebung in der Online-Hilfe der MassHunter-Software.

Vorschriften

Reinlichkeit

Halten Sie Komponenten während der Wartung des Analysators sauber. Die Wartung des Analysators umfasst das Öffnen der Analysatorkammer und Entnehmen von Teilen aus dem Analysator. Vermeiden Sie bei der Wartung des Analysators eine Verunreinigung des Analysators oder des Inneren der Analysatorkammer. Tragen Sie bei allen Verfahren zur Wartung des Analysators saubere Handschuhe. Nach der Reinigung müssen alle Teile vollständig ausgetrocknet werden, ehe sie wieder eingebaut werden. Nach ihrer Reinigung müssen die Teile des Analysators auf sauberen, fusselfreien Tüchern abgelegt werden.

VORSICHT

Bei Nichtbefolgen dieser Anweisungen können bei der Wartung des Analysators Verunreinigungen in den MSD gelangen.

WARNUNG

Der Analysator arbeitet mit hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

Einige Teile können durch elektrostatische Entladungen beschädigt werden

An Drähten, Anschlüssen und Kabeln, die mit den Komponenten des Analysators verbunden sind, kann eine elektrostatische Entladung auftreten, die auf verbundene Elektronikplatinen abgeleitet wird. Dies trifft besonders bei Anschlussdrähten von Massenfiltern (Quadrupol) zu, bei denen elektrostatische Entladungen an empfindlichen Bauteilen auf der seitlichen Karte auftreten können. Durch elektrostatische Entladung verursachte Schäden führen nicht immer sofort zu Fehlern, können aber im Laufe der Zeit Leistung und Stabilität mindern. Weitere Informationen finden Sie unter [Seite 134](#).

VORSICHT

Elektrostatische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die Seitenplatine abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette. (siehe [Seite 134](#)) und beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen.

Einige Analysatorteile dürfen nicht geändert werden

Der Massenfilter (Quadrupol) benötigt keine regelmäßige Wartung. Der Massenfilter sollte generell nicht berührt werden. Bei extremer Verunreinigung kann eine Reinigung erfolgen, die jedoch von einem geschulten Servicemitarbeiter von Agilent Technologies vorgenommen werden muss. Die keramische HED-Isolierung darf nicht berührt werden.

VORSICHT

Eine falsche Handhabung oder Reinigung des Massenfilters kann zu einer Beschädigung führen und ernste, negative Auswirkungen auf die Leistung des Instruments haben. Berühren Sie nicht die keramische HED-Isolierung.

Weitere verfügbare Informationen

Wenn Sie weitere Informationen zur Anordnung oder Funktion von Komponenten des Analysators benötigen, schlagen Sie im Handbuch *Agilent 5977 Troubleshooting and Maintenance Manual* nach.

Viele Verfahren in diesem Kapitel werden mit Videoclips veranschaulicht.

Ausbauen der EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)

Vorgehensweise



- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82.
- 2 Öffnen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.

Stellen Sie sicher, dass Sie eine antistatische Erdungsmanschette tragen und weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen getroffen haben, bevor Sie Bauteile des Analysators berühren.

- 3 Wenn Sie eine Standard-EI-Quelle verwenden, trennen Sie die sieben Kabel von der Ionenquelle. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig ([Abbildung 14](#) auf Seite 140 und [Tabelle 22](#)).

Tabelle 22 Kabel an der Standard-EI-Ionenquelle

Kabelfarbe	Verbindung mit	Anzahl der Adern
Blau	Eintrittslinse	1
Orange	Ionenfokus	1
Weiß	Glühdraht 1 (oberer Glühdraht)	2
Rot	Repeller	1
Schwarz	Glühdraht 2 (unterer Glühdraht)	2

VORSICHT

Ziehen Sie an den Anschlüssen und nicht an den Kabeln.

- 4 Wenn Sie eine Extraktor-EI-Ionenquelle verwenden, trennen Sie die acht Kabel von der Ionenquelle. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig (Abbildung 14 auf Seite 140 und Tabelle 23).

Tabelle 23 Kabel an der Extraktor-EI-Ionenquelle

Kabelfarbe	Verbindung mit	Anzahl der Adern
Blau	Eintrittslinse	1
Orange	Ionenfokus	1
Weiß	Glühdraht 1 (oberer Glühdraht)	2
Rot	Repeller	1
Schwarz	Glühdraht 2 (unterer Glühdraht)	2
Braun	Extraktorlinse	1

- 5 Führen Sie die Kabel für die Heizung und den Temperaturfühler der Ionenquelle zur Feedthrough-Karte. Ziehen Sie diese dort ab.
- 6 Entfernen Sie die Rändelschrauben, mit denen die Ionenquelle fixiert ist.
- 7 Ziehen Sie die Ionenquelle vom Quellenradiator ab.

WARNUNG

Der Analysator arbeitet mit hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

5 Allgemeine Wartung

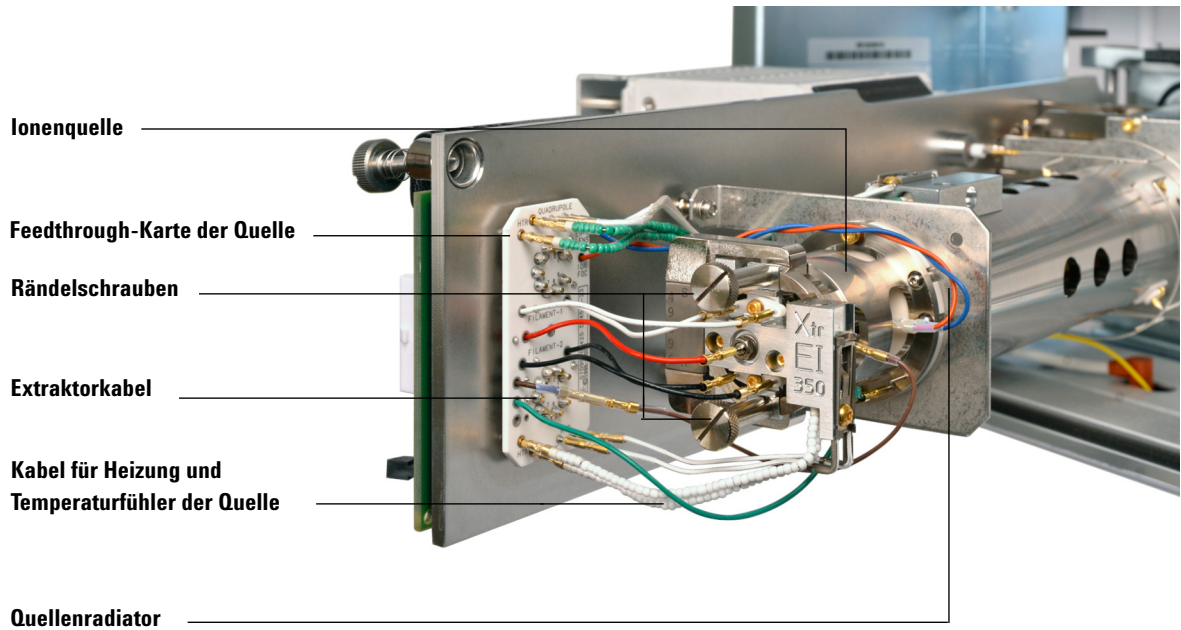



Abb. 14 Entfernen der EI-Ionenquelle

Zerlegen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe „[Ausbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 138.
- 2 Entfernen Sie die beiden goldbeschichteten Schrauben von den Glühdrähten sowie die Glühdrähte von der Quelle. Siehe [Abbildung 15](#) auf Seite 142.
- 
 3 Lösen Sie die beiden goldbeschichteten Schrauben von der Heizblockbaugruppe der Quelle und trennen Sie die Repeller-Baugruppe vom Quellengehäuse. Die Repeller-Baugruppe besteht aus der Heizblockbaugruppe der Quelle, dem Repeller und dazugehörigen Teilen.
- 4 Entfernen Sie die Repeller-Mutter und Unterlegscheiben und bauen Sie anschließend den Repeller aus der Heizblockbaugruppe der Quelle aus.
- 5 Bauen Sie die Repeller-Isolierungen und den Repeller-Block aus der Heizblockbaugruppe der Quelle aus.
- 6 Entfernen Sie die goldbeschichtete Stellschraube von der Seite des Quellengehäuses.
- 7 Drücken Sie die Einschubplatte, um die Eintrittslinse, die Ionenfokuslinse, den Einschubzylinder und die Einschubplatte am anderen Ende des Quellengehäuses zu entfernen.
- 8 Lösen Sie die Verbindungshülse. Ein 10-mm-Gabelschlüssel eignet sich hierfür.
- 9 Entfernen Sie Eintrittslinse und Ionenfokuslinse von der Linsenisolierung.

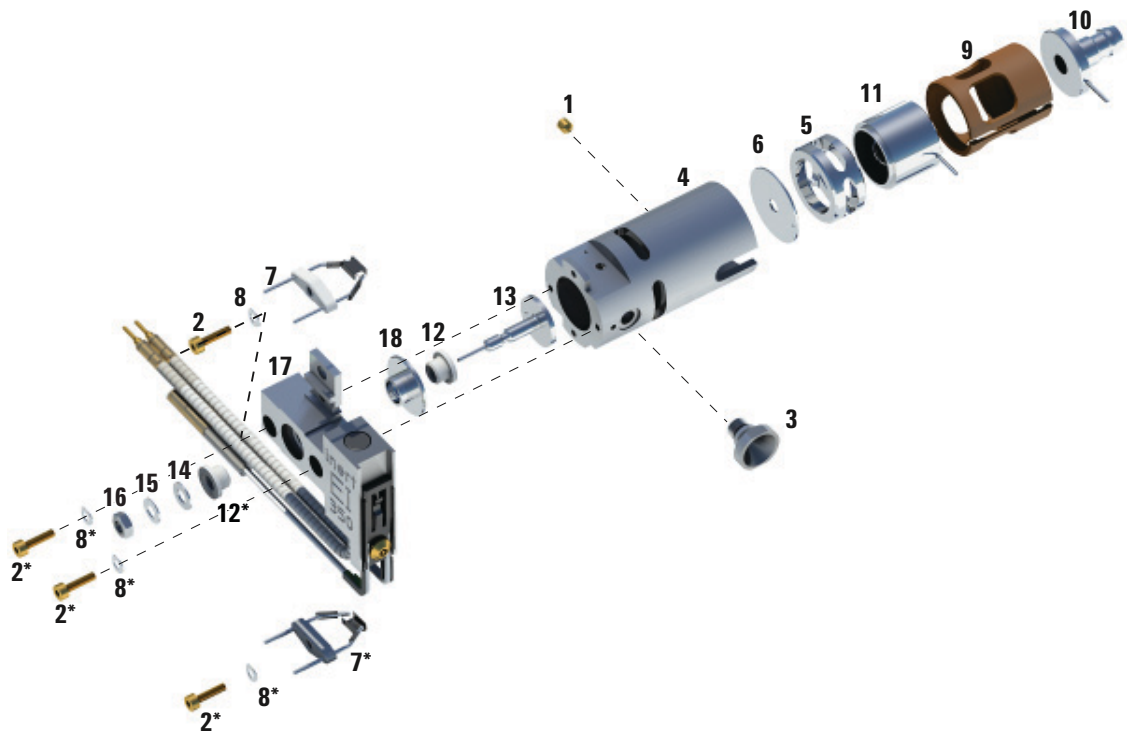


Abb. 15 Zerlegen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle

Tabelle 24 Liste der Teile der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle (Abb. 15)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Goldbeschichtete Stellschraube
2	Goldbeschichtete Schraube
3	Verbindungshülse
4	Quellengehäuse
5	Einschubzylinder
6	Einschubplatte

Tabelle 24 Liste der Teile der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle (Abb. 15) (Fortsetzung)


Teilenummer	Teilebeschreibung
7	Glühdraht mit vier Windungen
8	Federring
9	Linsenisolierung
10	Eintrittslinse
11	Ionenfokuslinse
12	Repeller-Isolierung
13	Repeller
14	Unterlegscheibe
15	Tellerfeder
16	Repeller-Mutter
17	Heizblockbaugruppe der Quelle
18	Repeller-Blockeinsatz

Ausbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe Siehe „[Ausbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 138.
- 2 Entfernen Sie die Glühdrähte, indem Sie die beiden goldbeschichteten Schrauben von den Glühdrähten sowie die Glühdrähte von der Quelle trennen. Siehe [Abbildung 16](#) auf Seite 145.
- 3  Lösen Sie die beiden goldbeschichteten Schrauben von der Heizblockbaugruppe der Quelle und trennen Sie die Repeller-Baugruppe vom Quellengehäuse. Die Repeller-Baugruppe besteht aus der Heizblockbaugruppe der Quelle, dem Repeller und dazugehörigen Teilen.
- 4 Entfernen Sie die goldbeschichteten Stellschraube von der Seite des Quellengehäuses.
- 5 Ziehen Sie an der Eintrittslinse und Ionenfokuslinse, um sie aus dem Quellengehäuse zu entfernen.
- 6 Entfernen Sie die Extraktorlinse und Isolierung.
- 7 Trennen Sie die Eintrittslinse und Ionenfokuslinse von der Linsenisolierung.
- 8 Entfernen Sie Repeller-Mutter, Unterlegscheiben und Isolierungen aus der Heizblockbaugruppe der Quelle und entfernen Sie anschließend den Repeller.

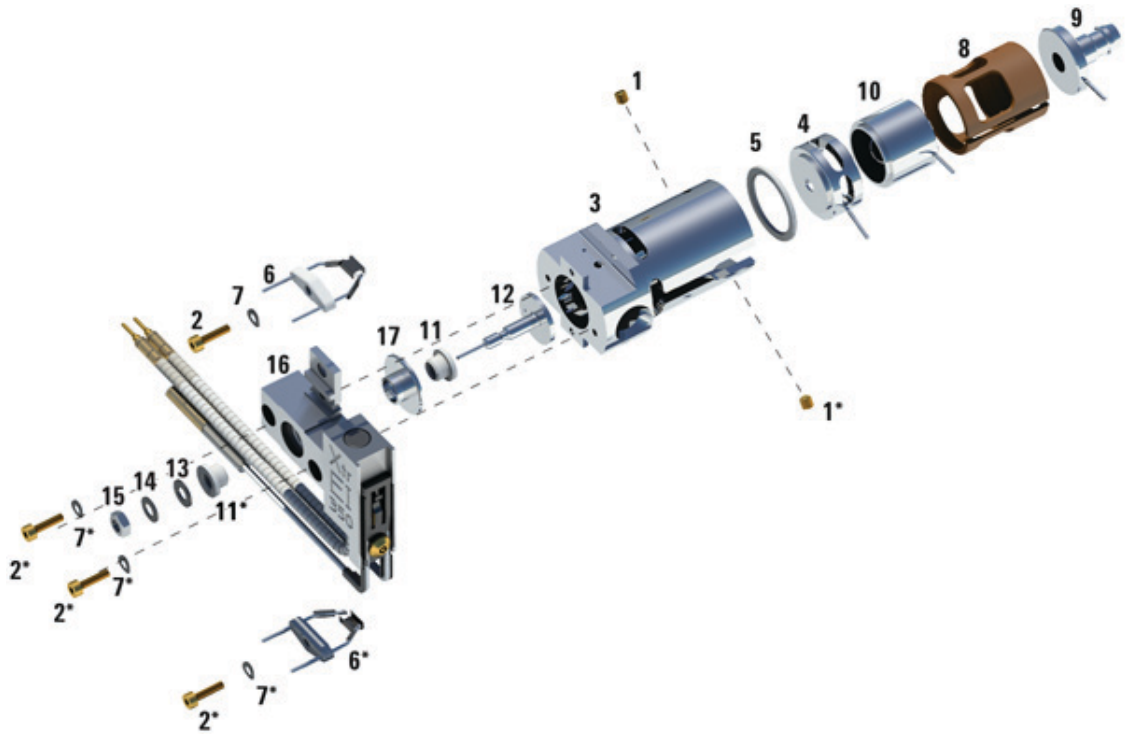


Abb. 16 Zerlegen der Extraktor-EI-Quelle

Tabelle 25 Teileliste der Extraktor-Ionenquelle [Abb. 16](#)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Stellschrauben
2	Schrauben
3	Quellengehäuse
4	Extraktorlinse
5	Extraktorlinsenisolierung
6	Glühdrähte

Tabelle 25 Teileliste der Extraktor-Ionenquelle (Fortsetzung) **Abb. 16**

Teilenummer	Teilebeschreibung
7	Federring
8	Linsenisolierung
9	Eintrittslinse
10	Ionenfokuslinse
11	Repeller-Isolierung
12	Repeller
13	Unterlegscheibe
14	Tellerfeder
15	Repeller-Mutter
16	Heizblockbaugruppe der Quelle
17	Isolierung

Reinigen der EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Schleifpapier (5061-5896)
- Aluminiumoxid-Schleifpulver (8660-0791)
- Aluminiumfolie, saubere
- Tücher, saubere (05980-60051)
- Wattestäbchen (5080-5400)
- Glasbecher, 500 ml
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Lösungsmittel
 - Reines Aceton
 - Reines Methanol
 - Reines Methylenchlorid
- Ultraschallreinigungsbad

Vorbereitung

1 Zerlegen Sie die Ionenquelle. Siehe „Zerlegen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle“ auf Seite 141 oder „Ausbauen der Extraktor-EI-Ionenquelle“ auf Seite 144.



2 Bei einer Standard- oder inerten EI-Quelle müssen die folgenden Teile gereinigt werden: (Abbildung 17 auf Seite 149)

- Repeller
- Verbindungshülse
- Quellengehäuse
- Einschubplatte
- Einschubzylinder
- Ionenfokuslinse
- Eintrittslinse

3 Bei einer Extraktor-EI-Quelle müssen die folgenden Teile gereinigt werden: (Abbildung 17 auf Seite 149)

- Repeller
- Isolierung
- Quellengehäuse
- Extraktorlinse
- Ionenfokuslinse
- Eintrittslinse

Dies sind die Teile, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berührung kommen. Für die anderen Teile ist normalerweise keine Reinigung erforderlich.

VORSICHT

Wenn Isolierungen verunreinigt sind, reinigen Sie sie mit einem mit reinem Methanol befeuchtetem Wattestäbchen. Wenn dies zur Reinigung nicht ausreicht, tauschen Sie die Isolierungen aus. Reinigen Sie die Isolierungen nicht mit Schleifmitteln oder Ultraschall.

Zu reinigende Teile der Standard- oder inerten EI-Quelle



Zu reinigende Teile der Extraktor-EI-Quelle



Abb. 17 Zu reinigende Teile der Quelle

Vorgehensweise

VORSICHT

Die Glühdrhte, Heizbaugruppe der Quelle und Isolierungen knnen nicht mit Ultraschall gereinigt werden. Tauschen Sie diese Komponenten bei groeren Verunreinigungen aus.

- 1 Erwgen Sie bei einer starken Verunreinigung, z.B. einem Olrckfluss in den Analysator, den Austausch der verunreinigten Teile.
- 2 Reinigen Sie die Oberflchen, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berhrung kommen, mit einem Schleifmittel.

Befeuchten Sie ein Wattestbchen mit einem Schleifschlamm aus Aluminiumoxidpulver und reinem Methanol. Versuchen Sie, alle Verfrbungen zu entfernen. Ein Polieren der Teile ist nicht erforderlich, da sich kleine Kratzer nicht negativ auf die Leistung auswirken. Entfernen Sie mit einem Schleifmittel ebenfalls die Verfrbungen an den Stellen, an denen Elektronen aus den Glhdrhten in das Quellengehuse gelangen.

- 3 Splen Sie smtliche Schleifmittelreste mit reinem Methanol ab.

Vergewissern Sie sich, dass **alle** Schleifmittelreste abgesplt wurden, **ehe** Sie mit der Ultraschallreinigung beginnen. Wenn das Methanol trb wird oder sichtbare Partikel enthlt, wiederholen Sie den Splvorgang dreimal.

- 4 Trennen Sie die Teile, die mit einem Schleifmittel gereinigt wurden, von den Teilen, die nicht mit einem Schleifmittel gereinigt wurden.
- 5 Reinigen Sie die Teile (jede Gruppe einzeln) 15 Minuten in einem Ultraschallbad. Wenden Sie bei verunreinigten Teilen alle drei Lsungsmittel in der gezeigten Reihenfolge jeweils 15 Minuten an:
 - Reines Methylenchlorid
 - Reines Aceton
 - Reines Methanol

Fr Routinereinigungen ist das Reinigen mit Methanol ausreichend.

WARNUNG

Alle diese Lsungsmittel sind gefhrlich. Arbeiten Sie unter einer Dunstabzugshaube, und treffen Sie alle entsprechenden Vorsichtsmanahmen.

- 6 Legen Sie die Teile in einen sauberen Becher. Decken Sie den Becher **lose** mit sauberer Aluminiumfolie ab (matte Seite nach unten)
- 7 Trocknen Sie die gereinigten Teilen in einem Ofen 5–6 Minuten bei 100 °C.

WARNUNG

Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie berühren.

HINWEIS

Achten Sie darauf, dass gereinigte und getrocknete Teile nicht erneut verunreinigt werden. Fassen Sie die Teile mit neuen, sauberen Handschuhe an. Setzen Sie die gereinigten Teile nicht auf eine verunreinigte Oberfläche, sondern nur auf saubere, fusselne Tücher.

Zusammenbauen einer Standard- oder inerten EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise



- 1 Setzen Sie die Repeller-Baugruppe zusammen.
 - a Bauen Sie den Repeller-Blockeinsatz in die Heizblockbaugruppe der Quelle ein. Siehe [Abbildung 18](#) auf Seite 153.
 - b Setzen Sie die Repeller-Isolierungen in die Heizblockbaugruppe der Quelle und den Repeller-Blockeinsatz ein.
 - c Bauen Sie den Repeller durch die Repeller-Isolierungen hindurch ein. Setzen Sie anschließend den flachen Dichtungsring gefolgt von der Tellerfeder auf das Ende des Repeller-Schafts und ziehen Sie dann die Repeller-Mutter handfest an.
- 2 Setzen Sie die Einschubplatte und den Einschubzylinder in das Quellengehäuse ein. Siehe [Abbildung 18](#) auf Seite 153.
- 3 Bauen Sie die Ionenfokuslinse, Eintrittslinse und Linsenisolierungen zusammen.
- 4 Schieben Sie die zusammengebauten Teile in das Quellengehäuse.
- 5 Bringen Sie die Stellschraube an, die die Position der Linsen fixiert.

VORSICHT

Ziehen Sie die Repeller-Mutter nicht zu fest an, da andernfalls die Repeller-Keramikisolierungen brechen, sobald sich die Quelle erwärmt. Die Mutter darf nur handfest angezogen werden.

- 6 Bauen Sie die Verbindungshülse ein.
- 7 Bringen Sie die Repeller-Baugruppe mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe am Quellengehäuse an.
- 8 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe ein.

VORSICHT

Ziehen Sie die Verbindungshülse nicht zu fest an. Bei übermäßigem Anziehen können sich die Fasern ablösen.

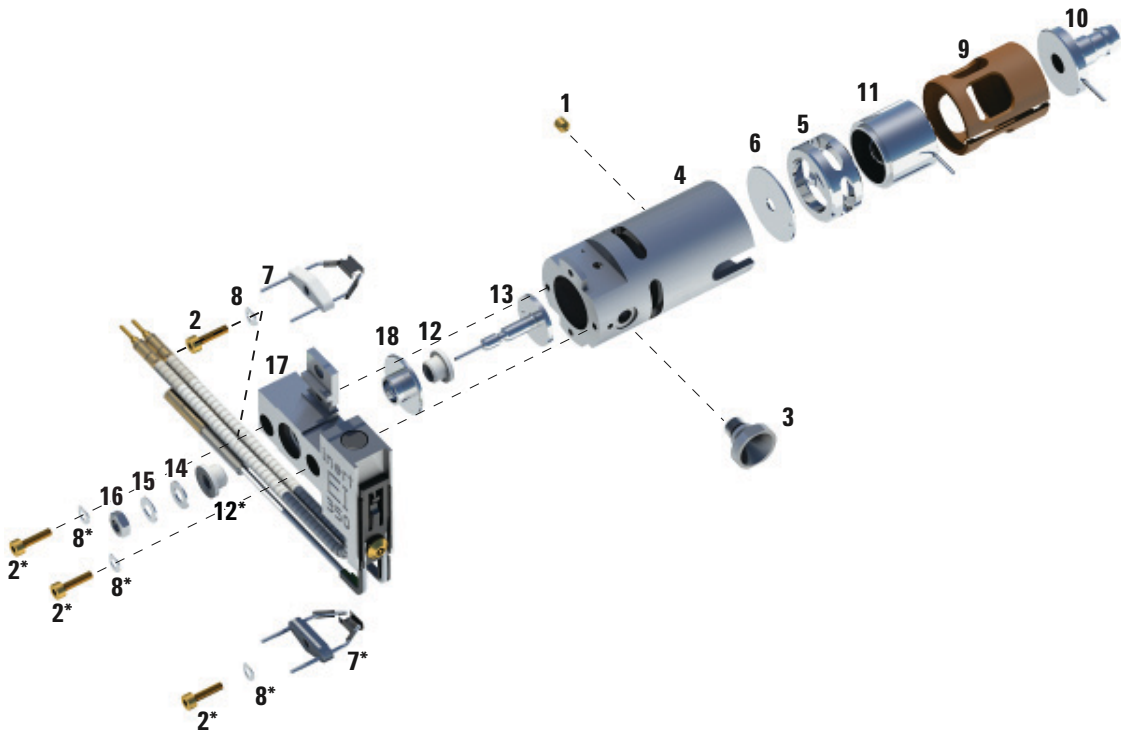


Abb. 18 Zusammenbauen der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle

Tabelle 26 Liste der Teile der Standard- oder inerten EI-Ionenquelle (Abb. 18)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Stellschraube
2	Stellschraube
3	Verbindungshülse
4	Quellengehäuse
5	Einschubzylinder
6	Einschubplatte
7	Glühdraht mit vier Windungen
8	Federring
9	Linsenisolierung
10	Eintrittslinse
11	Ionenfokuslinse
12	Repeller-Isolierung
13	Repeller
14	Tellerfeder
15	Unterlegscheibe
16	Repeller-Mutter
17	Heizblock der Quelle
18	Repeller-Blockeinsatz

Zusammenbauen der Extraktor-El-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise



- 1 Schieben Sie die Keramik-Unterlegscheibe in das Quellengehäuse.
- 2 Setzen Sie die Extraktorlinse mit der flachen Seite voran in das Quellengehäuse ein (Abb. 19).
- 3 Setzen Sie die Eintrittslinse und Ionenfokuslinse in der gezeigten Reihenfolge in die Isolierung ein (Abb. 19).
- 4 Schieben Sie die Isolierung mit der Ionenfokus- und Eintrittslinse in das Quellengehäuse ein. Drücken Sie dabei die Ionenfokuslinse gegen die Extraktorlinse (Abb. 19).
- 5 Ziehen Sie beiden goldbeschichteten Stellschrauben an, die die Position der Linsen fixieren.
- 6 Setzen Sie die Repeller-Baugruppe zusammen.
 - a Bauen Sie den Repeller-Blockeinsatz in die Heizblockbaugruppe der Quelle ein. Siehe [Abbildung 18](#) auf Seite 153.
 - b Setzen Sie die Repeller-Isolierungen in die Heizblockbaugruppe der Quelle und den Repeller-Blockeinsatz ein.
 - c Bauen Sie den Repeller durch die Repeller-Isolierungen hindurch ein. Setzen Sie anschließend den flachen Dichtungsring gefolgt von der Tellerfeder auf das Ende des Repeller-Schafts und ziehen Sie dann die Repeller-Mutter handfest an.
- 7 Bringen Sie die Repeller-Baugruppe mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe am Quellengehäuse an.
- 8 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe ein.

VORSICHT

Ziehen Sie die Repeller-Mutter nicht zu fest an, da andernfalls die Repeller-Keramikisolierungen brechen, sobald sich die Quelle erwärmt. Die Mutter darf nur handfest angezogen werden.

- 9 Bringen sie die Repeller-Baugruppe mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe am Quellengehäuse an.
- 10 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe ein.

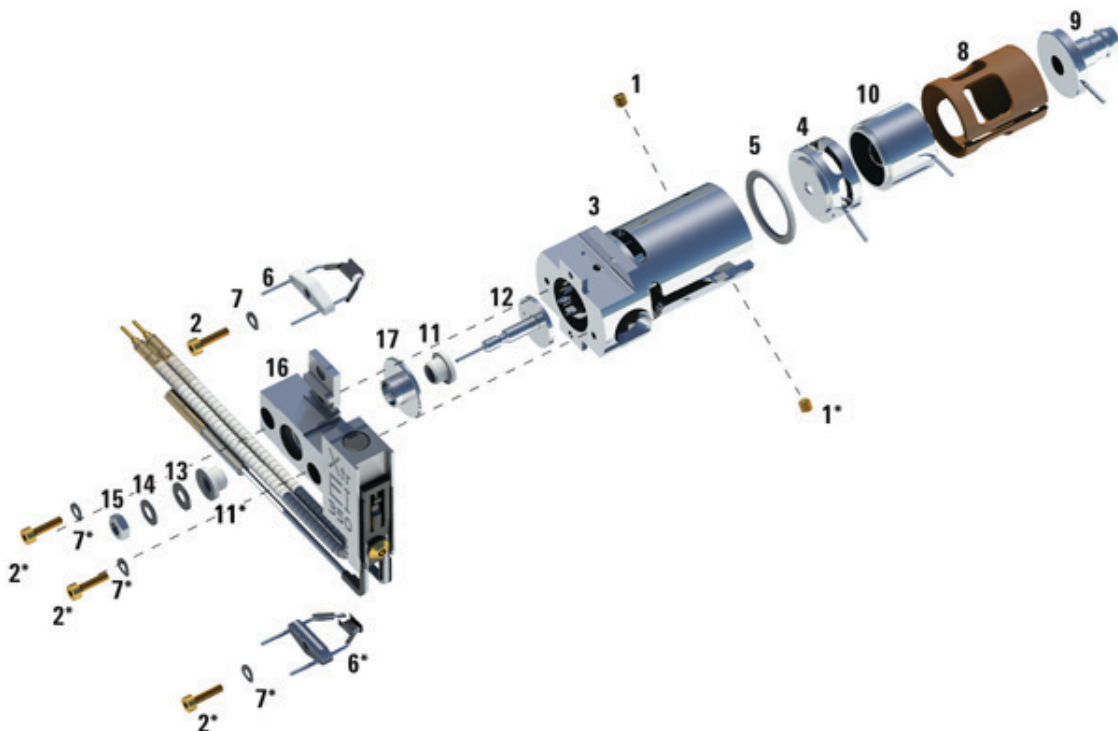


Abb. 19 Zusammenbauen der Extraktor-EI-Quelle

Tabelle 27 Teilleiste der Extraktor-Ionenquelle (Abb. 19)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Stellschrauben
2	Schrauben
3	Quellengehäuse
4	Extraktorlinse
5	Extraktorlinsenisolierung
6	Glühdrähte
7	Federring
8	Linsenisolierung
9	Eintrittslinse
10	Ionenfokuslinse
11	Repeller-Isolierung
12	Repeller
13	Unterlegscheibe
14	Tellerfeder
15	Repeller-Mutter
16	Heizblockbaugruppe der Quelle
17	Repeller-Blockeinsatz

Austauschen eines Glühdrahts in einer EI-Quelle

Benötigte Materialien

- Glühdraht-Baugruppe (G2590-60053)
- Saubere, fusselreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)

Vorgehensweise

- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 59.

WARNUNG

Der Analysator arbeitet mit hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

- 2 Öffnen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe „[Ausbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 138.

- 4 Entfernen Sie die goldbeschichtete Schraube und Unterlegscheibe der Glühdrähte.

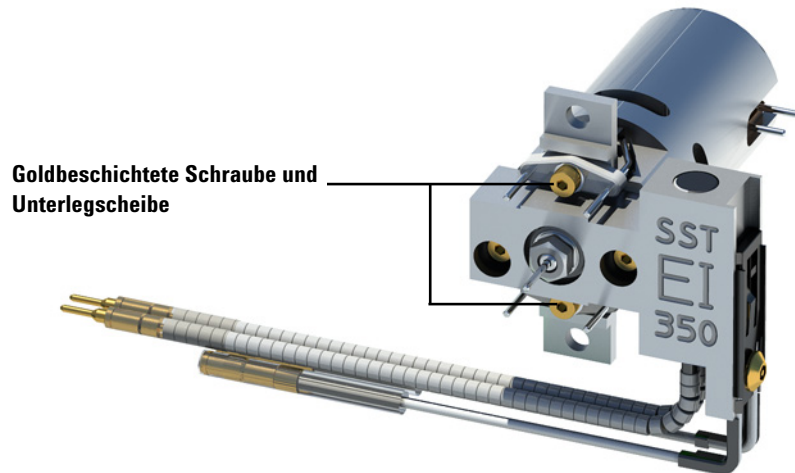


Abb. 20 Austauschen des Glühdrahts

- 5 Befestigen Sie die neuen Glühdrähte mit der goldbeschichteten Schraube und Unterlegscheibe.
- 6 Überprüfen Sie nach Einbau des Glühdrahts, dass dieser nicht am Quellengehäuse geerdet ist.
- 7 Bauen Sie die Ionenquelle ein. Siehe „[Einbauen der EI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 161.
- 8 Schließen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.
- 9 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 92.
- 10 Führen Sie einen Autotune-Vorgang für den MSD aus. Siehe „[Tuning des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 75.
- 11 Im Dialogfeld „Manual Tune“ ermöglicht der Parameter **Filament** die Eingabe von **1** oder **2** für die Glühdrahtnummer. Geben Sie abhängig von der Nummer, die im vorherigen Autotune-Vorgang gewählt wurde, die andere Glühdrahtnummer ein.
- 12 Führen Sie einen weiteren Autotune-Vorgang für den MSD aus.

13 Geben Sie die Glühdrahtnummer ein, die die besten Ergebnisse liefert.

Wenn Sie lieber die erste Glühdrahtnummer nehmen möchten, führen Sie den Autotune-Vorgang erneut aus, um sicherzustellen, dass die Tune-Parameter mit dem Glühdraht kompatibel sind.

14 Wählen Sie im Menü **File** die Option **Save Tune Parameters** aus.

Einbauen der EI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)

Vorgehensweise



- 1 Schieben Sie die Ionenquelle in den Quellenradiator.

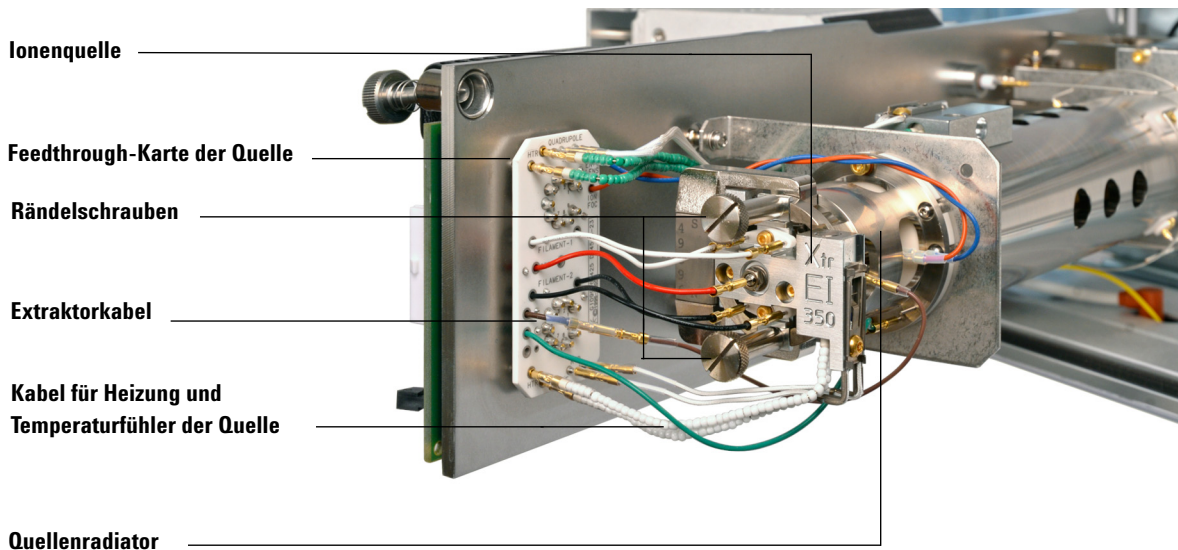


Abb. 21 Einbauen der EI-Ionenquelle

- 2 Bringen Sie die Rändelschrauben für die Quelle an, und ziehen Sie diese handfest an. Ziehen Sie die Rändelschrauben nicht zu fest an.
- 3 Schließen Sie die Kabel der Quelle wie unter [Abbildung 8](#) auf Seite 90 beschrieben an.
- 4 Schließen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.

Austauschen des Trichters des Elektronenvervielfachers

Benötigte Materialien

- Trichters des Elektronenvervielfachers (G3170-80103)
- Saubere, fussfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)

Vorgehensweise



- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „Entlüften des MSD“ auf Seite 82.
- 2 Öffnen Sie die Analysatorkammer. Siehe „Öffnen der Analysatorkammer“ auf Seite 85.
- 3 Öffnen Sie die Halterungsklammer. Heben Sie den Hebel der Klammer an und bewegen Sie die Klammer weg vom Trichter des Elektronenvervielfachers.

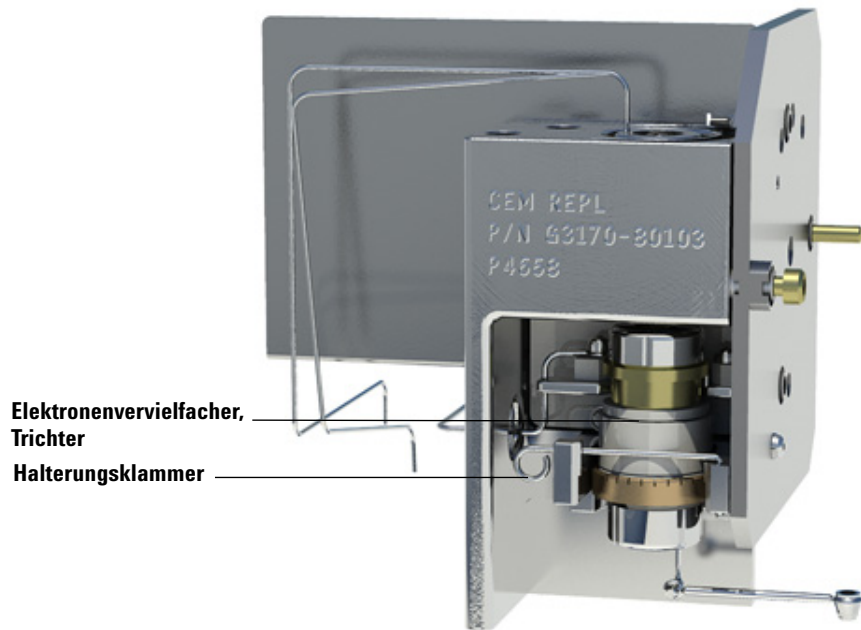


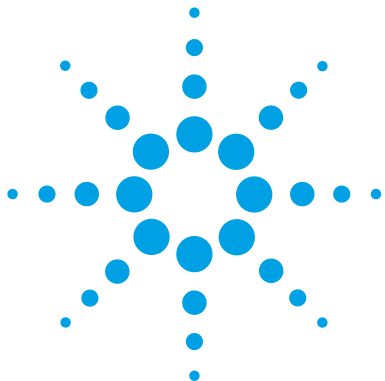
Abb. 22 Trichter des Elektronenvervielfachers

- 4 Entfernen Sie den Trichter des Elektronenvervielfachers.
- 5 Setzen Sie den neuen Trichter des Elektronenvervielfachers ein.
- 6 Schließen Sie die Halterungsklammer.

Der Signalstift des Trichters muss **außerhalb** der Schleife auf der Kontaktleiste aufliegen. **Platzieren Sie den Signalstift nicht** innerhalb der Schleife auf der Kontaktleiste. Ein falscher Einbau führt zu einer schwachen Empfindlichkeit bzw. keinem Signal.

- 7 Schließen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.
- 8 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im EI-Modus](#)“ auf Seite 92.

5 Allgemeine Wartung



6 CI-Wartung

Allgemeine Informationen	166
Einrichten des MSD für den CI-Betrieb	167
Installieren der CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung	167
Entfernen der CI-Ionenquelle	169
Zerlegen der CI-Ionenquelle	171
Reinigen der CI-Ionenquelle	174
Zusammenbauen der CI-Ionenquelle	176
Einbauen der CI-Ionenquelle	179
Austauschen eines Glühdrahts in einer CI-Quelle	180

Dieses Kapitel erläutert die Wartungsmaßnahmen und Anforderungen, die sich speziell auf MSDs der Serie 5977 beziehen, die mit der Hardware für die chemische Ionisation ausgestattet sind.



Allgemeine Informationen

Reinigen der Ionenquelle

Die Hauptauswirkung beim Betrieb des MSD im CI-Modus ist die Notwendigkeit, die Ionenquelle häufiger reinigen zu müssen. Im CI-Betrieb kann die Ionenquellenkammer schneller verunreinigt werden als im EI-Betrieb, da für den CI-Betrieb ein höherer Quellendruck erforderlich ist.

WARNUNG

Die Durchführung von Wartungsarbeiten mit gefährlichen Lösungsmitteln muss immer unter einer Abzugshaube erfolgen. Stellen Sie sicher, dass der MSD in einem gut gelüfteten Raum betrieben wird.

Ammoniak

Wenn Ammoniak als Reagensgas verwendet wird, erhöht sich der Wartungsaufwand für die Vorpumpe. Ammoniak bewirkt, dass sich das Vorpumpenöl schneller verbraucht. Somit muss das Öl in der standardmäßigen Vorpumpe häufiger geprüft und gewechselt werden.

Spülen Sie den MSD immer mit Methan, nachdem Sie einen Gasfluss mit Ammoniak eingesetzt haben.

Stellen Sie sicher, dass bei Verwendung von Ammoniak der Tank immer in aufrechter Position aufgestellt ist. Dies verhindert, dass flüssiges Ammoniak in das Flussmodul eindringen kann.

Einrichten des MSD für den CI-Betrieb

Das Einrichten des MSD für den Betrieb im CI-Modus erfordert besondere Aufmerksamkeit, um Verunreinigungen und Luftlecks zu vermeiden.

Richtlinien

- Bevor Sie im EI-Modus für den Einbau der CI-Quelle eine Entlüftung durchführen, müssen Sie die ordnungsgemäße Funktionsweise des GC/MSD-Systems bestätigen. Siehe „Überprüfen der Systemleistung“ auf Seite 77.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlassleitungen für das Reagensgas mit Gasreinigern ausgestattet sind (für Ammoniak nicht zutreffend).
- Verwenden Sie Reagensgase mit extrem hoher Reinheit; 99,99% oder höher für Methan und bei anderen Reagensgasen so rein wie möglich.

Installieren der CI/Xtr-Dichtung für die Spitze der Verbindung

Benötigte Materialien

- Dichtung für Spitze der Verbindung (G1999-60412)

Die Dichtung für die Spitze der Verbindung muss für die CI- und Extraktionsquelle vorhanden sein.

VORSICHT

Elektrostatistische Ladungen an den Analysatorbauteilen werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Bauteile beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette.

Beachten Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, **bevor** Sie die Analysatorkammer öffnen.

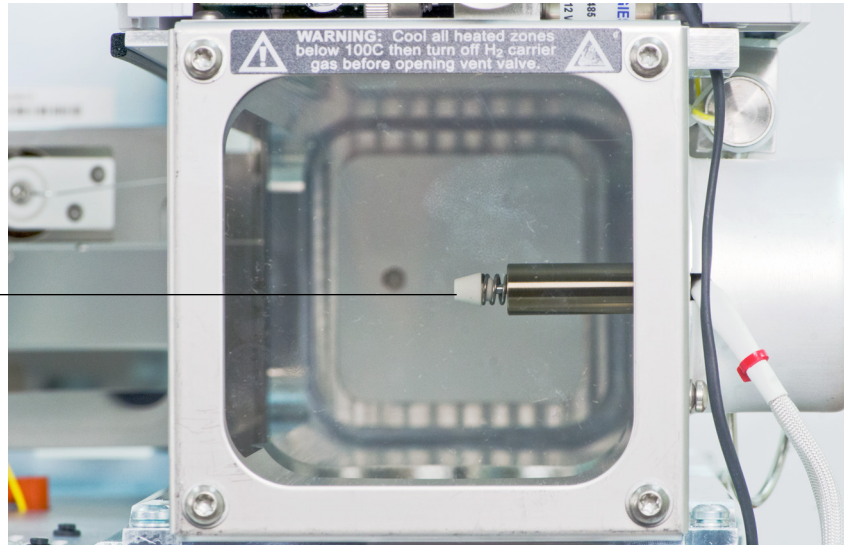
Vorgehensweise



- 1 Stellen Sie sicher, dass die EI-Extraktions- oder CI-Quelle installiert ist. Die Dichtung für die Spitze darf beim Einbau einer standardmäßigen EI-SST- oder inerten EI-Quelle nicht eingebaut werden.

- 2 Entnehmen Sie die CI/Xtr-Dichtung für die Spitze aus der Verpackung und setzen Sie sie auf das Ende der Verbindung.

CI&Xtr-Dichtung
für die Spitze



- 3 Prüfen Sie **vorsichtig** die Ausrichtung des Analysators und der Verbindung.
Wenn der Analysator ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann dieser ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von dem Widerstand der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

VORSICHT

Wenn Sie den Analysator mit zu viel Kraftaufwand mutwillig schließen möchten und dabei Teile falsch ausgerichtet sind, wird dadurch die Dichtung, die Verbindung oder die Ionenquelle beschädigt bzw. die Seitenplatte ist nicht dicht.

- 4 Sie können den Analysator und die Verbindung aneinander ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrem Scharnier bewegen. Wenn der Analysator immer noch nicht geschlossen werden kann, wenden Sie sich an Ihren Vertriebsbeauftragten von Agilent Technologies.

Entfernen der CI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)

Vorgehensweise



- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 82.
- 2 Öffnen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.

Stellen Sie sicher, dass Sie eine antistatische Erdungsmanschette tragen und weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen getroffen haben, bevor Sie Bauteile des Analysators berühren.

- 3 Ziehen Sie die sieben Kabel von der Ionenquelle ab. Ziehen Sie mit der Zange die Metallsteckverbinder an der Quelle ab. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig. [Tabelle 28](#) zeigt die Farbcodierung der Kabel.

Ionenquelle

Feedthrough-Karte der Quelle

Rändelschrauben

Kabel für Heizung und
Temperaturfühler
der Quelle

Quellenradiator

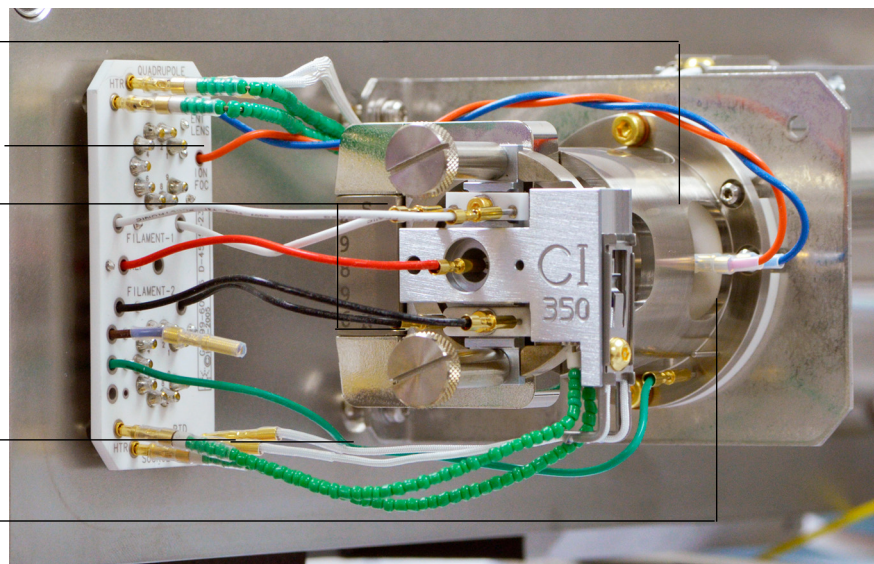


Tabelle 28 Kabel an der Standard-CI-Ionenquelle

Kabelfarbe	Verbindung mit	Anzahl der Adern
Blau	Eintrittslinse	1
Orange	Ionenfokus	1
Weiß	Glühdraht 1 (oberer Glühdraht)	2
Rot	Repeller	1
Schwarz	Glühdraht 2 (unterer Glühdraht)	2

- 4 Führen Sie die Kabel für die Heizung und den Temperaturfühler der Ionenquelle zur Feedthrough-Karte. Ziehen Sie mit der Zange an den Metallsteckverbindern, um diese vier Kabel von den Feedthrough-Kartenanschlüssen zu entfernen.

VORSICHT

Ziehen Sie an den Anschlüssen und nicht an den Kabeln.

- 5 Entfernen Sie die Rändelschrauben, mit denen die Ionenquelle fixiert ist.
- 6 Ziehen Sie die Ionenquelle vom Quellenradiator ab.

WARNUNG

Der Analysator arbeitet mit hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

Zerlegen der CI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise



- 1** Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe „Entfernen der CI-Ionenquelle“ auf Seite 169.
- 2** Entfernen Sie die Glühdrähte. Siehe [Abbildung 23](#) auf Seite 172.
- 3** Trennen Sie die Repeller-Baugruppe vom Quellengehäuse. Die Repeller-Baugruppe besteht aus der Heizblockbaugruppe der Quelle, dem Repeller und dazugehörigen Teilen.
- 4** Bauen Sie den Repeller und die Keramikisolierung aus und trennen Sie die Komponenten.
- 5** Entfernen Sie die Stellschraube für die Linsen.
- 6** Ziehen Sie die Linsenbaugruppe aus dem Quellengehäuse.
- 7** Bauen Sie den Einschubzylinder und die Einschubplatte aus dem Quellengehäuse aus.
- 8** Trennen Sie die Ionenfokuslinse, Eintrittslinse und Isolierung voneinander.

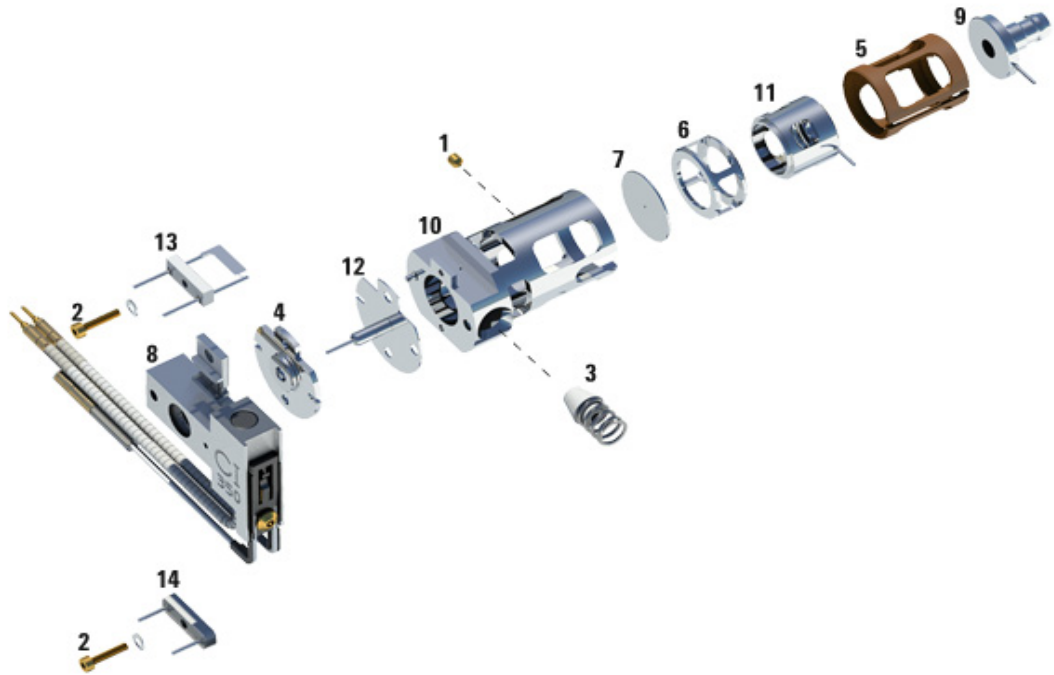


Abb. 23 Zerlegen der CI-Ionenquelle

Tabelle 29 Teileliste der CI-Ionenquelle (Abb. 23)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Stellschraube
2	Glühdrahtschraube
3	CI-Verbindung, Dichtung für die Spitze
4	CI-Repeller-Isolierung
5	CI-Linsenisolierung

Tabelle 29 Teileliste der CI-Ionenquelle (Abb. 23)

Teilenummer	Teilebeschreibung
6	CI-Einschubzylinder
7	CI-Einschubplatte
8	Heizblockbaugruppe der CI-Quelle
9	Eintrittslinse
10	CI-Quellengehäuse
11	CI-Ionenfokuslinse
12	CI-Repeller
13	CI-Glühdraht
14	Pseudo-Glühdraht

Reinigen der CI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Schleifpapier (5061-5896)
- Aluminiumoxid-Schleifpulver(8660-0791)
- Aluminiumfolie, saubere
- Tücher, saubere (05980-60051)
- Wattestäbchen (5080-5400)
- Glasbecher, 500 ml
- Saubere, fussfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Lösungsmittel
 - Reines Aceton
 - Reines Methanol
 - Reines Methylenchlorid
- Ultraschallreinigungsbad

Vorbereitung

- 1 Zerlegen Sie die Ionenquelle. Siehe „Zerlegen der CI-Ionenquelle“ auf Seite 171.
- 2 Bei einer CI-Quelle müssen die folgenden Teile gereinigt werden: (Abbildung 24 auf Seite 175)
 - Repeller
 - Quellengehäuse
 - Einschubplatte
 - Einschubzylinder
 - Ionenfokuslinse
 - Eintrittslinse



Dies sind die Teile, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berührung kommen. Für die anderen Teile ist normalerweise keine Reinigung erforderlich.

- 3 Reinigen Sie die Teile wie unter „Reinigen der EI-Ionenquelle“ auf Seite 147 beschrieben.

VORSICHT

Wenn Isolierungen verunreinigt sind, reinigen Sie sie mit einem mit reinem Methanol befeuchtetem Wattestäbchen. Wenn dies zur Reinigung nicht ausreicht, tauschen Sie die Isolierungen aus. Reinigen Sie die Isolierungen nicht mit Schleifmitteln oder Ultraschall.



Abb. 24 Zu reinigende Teile der CI-Quelle

Zusammenbauen der CI-Ionenquelle

Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)

Vorgehensweise



- 1 Bauen Sie die Ionenfokuslinse, Eintrittslinse und Linsenisolierungen zusammen.
- 2 Setzen Sie die Einschubplatte und den Einschubzylinder in das Quellengehäuse ein ([Abbildung 25](#) auf Seite 177).
- 3 Schieben Sie die zusammgebauten Linsenteile in das Quellengehäuse.
- 4 Ziehen Sie die Stellschraube an, die die Position der Linsen fixiert.
- 5 Bauen Sie den Repeller, die Repeller-Isolierungen, die Unterlegscheibe, die Repeller-Mutter und die Heizblockbaugruppe der Quelle in das Quellengehäuse ein.
- 6 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der goldbeschichtete Schrauben und des Federrings wieder ein.

VORSICHT

Ziehen Sie die Repeller-Mutter nicht zu fest an, da andernfalls die Repeller-Keramikisolationen brechen, sobald sich die Quelle erwärmt. Die Mutter darf nur handfest angezogen werden.

- 7 Bringen Sie die Repeller-Baugruppe am Quellengehäuse an. Die Repeller-Baer und dazugehörigen Teilen.
- 8 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der goldbeschichtete Schrauben und dem Federring wieder ein.

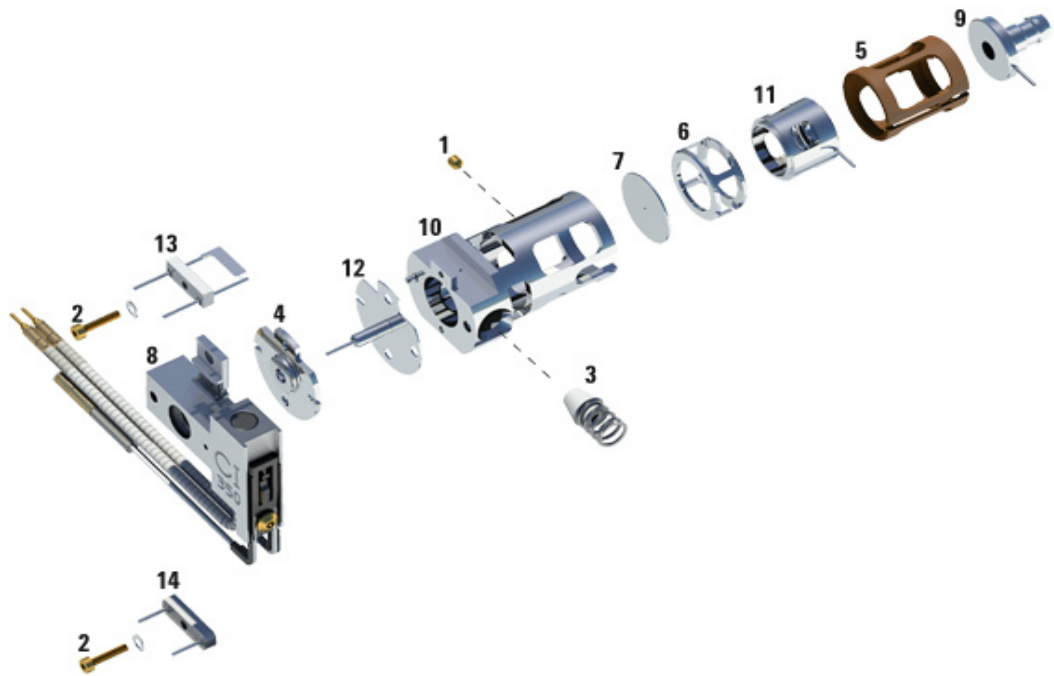


Abb. 25 Zusammenbauen der CI-Ionenquelle

Tabelle 30 Teileliste der CI-Ionenquelle (Abb. 25)

Teilenummer	Teilebeschreibung
1	Stellschraube
2	Glühdrahtschraube
3	CI-Verbindung, Dichtung für die Spitze
4	CI-Repeller-Isolierung

Tabelle 30 Teileliste der CI-Ionenquelle (Abb. 25)

Teilenummer	Teilebeschreibung
5	CI-Linsenisolierung
6	CI-Einschubzylinder
7	CI-Einschubplatte
8	Heizblockbaugruppe der CI-Quelle
9	Eintrittslinse
10	CI-Quellengehäuse
11	CI-Ionenfokuslinse
12	CI-Repeller
13	CI-Glühdraht
14	Pseudo-Glühdraht

Einbauen der CI-Ionenquelle

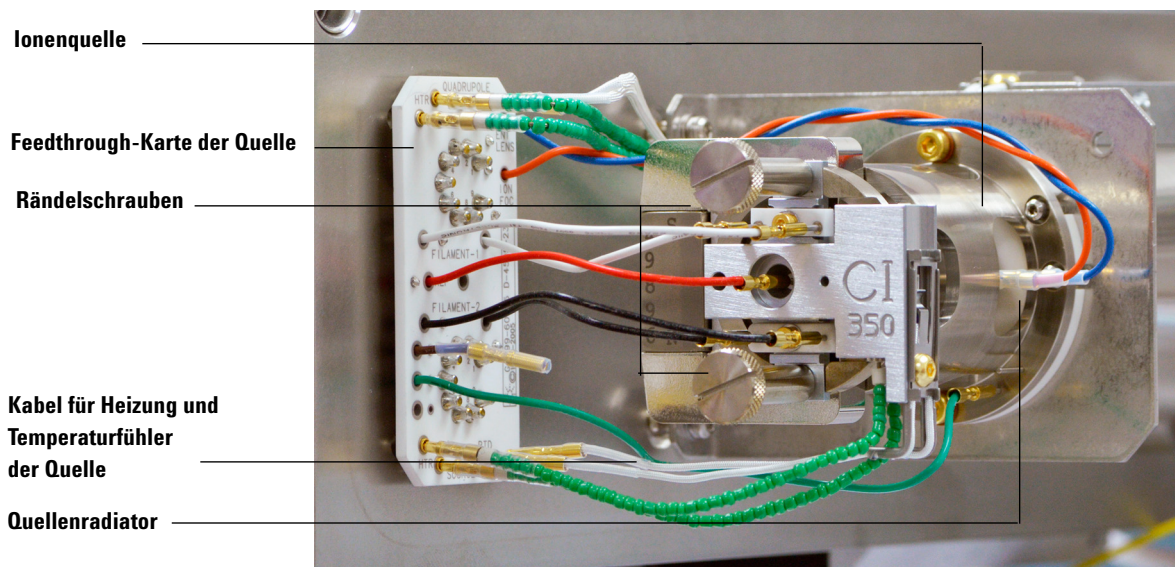
Benötigte Materialien

- Saubere, fussfreie Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)

Vorgehensweise



- 1 Schieben Sie die Ionenquelle in den Quellenradiator.



- 2 Bringen Sie die Rändelschrauben für die Quelle an, und ziehen Sie diese handfest an. Ziehen Sie die Rändelschrauben nicht zu fest an.
- 3 Schließen Sie die Kabel der Quelle wie unter „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88 beschrieben an.
- 4 Schließen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.

Austauschen eines Glühdrahts in einer CI-Quelle

Benötigte Materialien

- Glühdraht-Baugruppe (G2590-60053)
- Saubere, fusselne Handschuhe
 - Groß (8650-0030)
 - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)

Vorgehensweise

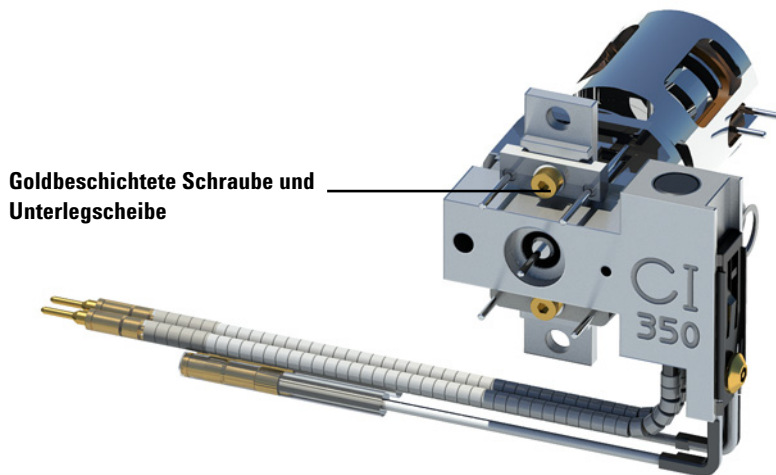
- 1 Entlüften Sie den MSD. Siehe „[Entlüften des MSD](#)“ auf Seite 59.

WARNUNG

Der Analysator arbeitet mit hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

- 2 Öffnen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Öffnen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 85.
- 3 Entfernen Sie die Ionenquelle. Siehe „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169.

- 4 Entfernen Sie die goldbeschichtete Schraube und Unterlegscheibe des Glühdrahts.



- 5 Befestigen Sie den neuen Glühdraht mit der goldbeschichteten Schraube und Unterlegscheibe.
- 6 Überprüfen Sie nach Einbau des Glühdrahts, dass dieser nicht am Quellengehäuse geerdet ist.
- 7 Bauen Sie die Ionenquelle ein. Siehe „[Entfernen der CI-Ionenquelle](#)“ auf Seite 169.
- 8 Schließen Sie die Analysatorkammer. Siehe „[Schließen der Analysatorkammer](#)“ auf Seite 88.
- 9 Pumpen Sie den MSD ab. Siehe „[Abpumpen des MSD im CI-Modus](#)“ auf Seite 106.
- 10 Führen Sie einen PCI-Autotune-Vorgang mit Methan durch. Siehe „[Durchführen eines PCI-Autotune-Vorgangs \(nur Methan\)](#)“ auf Seite 120.
- 11 Wählen Sie im Menü **File** die Option **Save Tune Parameters** aus.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Zweite Auflage, Mai 2013



G3870-92003