

Serie Agilent 5977 MSD

Manuale operativo



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2012

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

Codice del manuale

G3870-94003

Edizione

Prima edizione, febbraio 2013

Stampato negli USA

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

Garanzia

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

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

La dicitura **ATTENZIONE** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguite in modo corretto o osservate attentamente, possono comportare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVISO

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

Informazioni sul manuale

Questo manuale fornisce informazioni relative al funzionamento e alla manutenzione dei sistemi MSD (Rivelatore a selezione di massa) serie 5977 di Agilent.

1 "Introduzione"

Il capitolo 1 contiene informazioni generali sugli MSD della serie 5977, inclusa una descrizione dell'hardware, le avvertenze di sicurezza e le informazioni sulla sicurezza dell'idrogeno.

2 "Installazione delle colonne del GC"

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

3 "Funzionamento in modalità EI (ionizzazione elettronica)"

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

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

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

5 "Manutenzione generale"

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

6 "Manutenzione CI"

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

Informazioni online per l'utente

Oggi la documentazione Agilent è tutta a portata di mano.



Il DVD del software fornito con questo strumento offre una raccolta completa di guide online, video e libri relativi ai gascromatografi Agilent **7890B**, **7820**, all'MSD **5977** e all'ALS **7693B**. Sono incluse le traduzioni delle informazioni di cui si ha maggiore necessità, quali:

- Documenti introduttivi agli strumenti
- Informazioni sulla sicurezza e le norme vigenti
- Informazioni relative all'installazione
- Manuali operativi
- Informazioni relative alla manutenzione
- Informazioni dettagliate per la risoluzione dei problemi

Sommario

1 Introduzione

Versione MSD serie 5977 10

Abbreviazioni utilizzate 11

Rivelatore a selezione di massa serie 5977 13

Descrizione hardware MSD 15

Importanti avvertenze di sicurezza 17

Sicurezza dell'idrogeno 20

Precauzioni sull'utilizzo del GC 20

Certificazioni di conformità e sicurezza 25

Pulizia/Riciclaggio del prodotto 28

Versamento di liquidi 28

Spostamento o stoccaggio dell'MSD 28

Sostituzione dei fusibili principali 29

2 Installazione delle colonne del GC

Colonne 32

Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless 35

Condizionare una colonna capillare 38

Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS 40

Preparare le estremità della colonna per un raccordo CFT 43

3 Funzionamento in modalità EI (ionizzazione elettronica)

Gestione dell'MSD dal Data System 48

Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP) 48

Modalità operative 48

Messaggi di stato dell'LCP 50

Per visualizzare lo stato del sistema durante l'avvio 51
Menu dell'LCP 52
Interfaccia GC/MSD EI 55
Prima di attivare l'MSD 57
Procedura di messa a vuoto 58
Controllo delle temperature 58
Controllo del flusso della colonna 59
Ventilazione dell'MSD 59
Visualizzare la temperatura e il vuoto dell'MSD nella calibrazione manuale 61
Impostare i monitor per la temperatura e stato di vuoto dell'MSD 63
Impostare le temperature dell'analizzatore dalla vista Instrument Control 65
Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD da MassHunter 67
Monitorare la pressione del vuoto spinto 69
Calibrare la velocità lineare del flusso della colonna 71
Calibrare l'MSD in modalità EI 74
Verificare le prestazioni del sistema 76
Eseguire il test a massa elevata (MSD serie 5977) 77
Aprire i pannelli dell'MSD 80
Ventilare l'MSD 81
Aprire la camera dell'analizzatore 84
Chiudere la camera dell'analizzatore 86
Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI 90

Spostare o immagazzinare l'MSD 93

4 Funzionamento in modalità CI (a ionizzazione chimica)

Indicazioni generali 96

Interfaccia GC/MSD CI 97

Autocalibrazione CI 99

Funzionamento dell'MSD CI 101

Passare dalla sorgente EI standard o inerte alla sorgente CI 102

Passare dalla sorgente Extractor EI alla sorgente CI 103

Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI 104

Impostare il software per il funzionamento CI 105

Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente 107

Impostare il flusso del gas reagente metano 110

Utilizzare altri gas reagenti 113

Passare dalla sorgente Ci alla sorgente EI standard o inerte 117

Passare dalla sorgente CI alla sorgente Extractor EI 118

Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano) 119

Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano) 121

Verificare le prestazioni PCI 123

Verificare le prestazioni NCI 124

Monitorare la pressione del vuoto spinto in modalità CI 125

5 Manutenzione generale

Prima di iniziare 128

Manutenzione del sistema a vuoto 133

Manutenzione dell'analizzatore 134

Rimuovere la sorgente ionica EI 136
Smontare la sorgente ionica EI standard o inerte 139
Smontare la sorgente ionica EI Extractor 142
Pulire la sorgente ionica EI 145
Montare la sorgente ionica EI standard o inerte 150
Montare la sorgente ionica EI Extractor 153
Sostituire un filamento in una sorgente EI 156
Installare la sorgente ionica EI 158
Sostituire il blocco dell'elettromoltiplicatore 159

6 Manutenzione CI

Informazioni generali 162
Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI 163
Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr 163
Rimuovere la sorgente ionica CI 165
Smontare la sorgente ionica CI 167
Pulire la sorgente ionica CI 170
Montare la sorgente ionica CI 172
Installare la sorgente ionica CI 175
Sostituire un filamento in una sorgente CI 176

1 Introduzione

Versione MSD serie 5977 10
Abbreviazioni utilizzate 11
Rivelatore a selezione di massa serie 5977 13
Descrizione hardware MSD 15
Importanti avvertenze di sicurezza 17
Sicurezza dell'idrogeno 20
Certificazioni di conformità e sicurezza 25
Pulizia/Riciclaggio del prodotto 28
Versamento di liquidi 28
Spostamento o stoccaggio dell'MSD 28

Questo capitolo contiene informazioni generali sugli MSD della serie 5977, inclusa una descrizione dell'hardware, le avvertenze di sicurezza e le informazioni sulla sicurezza dell'idrogeno.

Versione MSD serie 5977

Gli MSD della serie 5977 dispongono di una pompa turbomolecolare (turbo) ad alta efficienza o di una pompa a diffusione, oltre a tre pompe principali a scelta. Sono inoltre disponibili due tipi di analizzatore (in acciaio inossidabile o inerte) e quattro tipo di sorgenti ioniche. L'etichetta del numero di serie riporta un codice prodotto (Tabella 1) che indica il tipo di MSD di cui si dispone.

Tabella 1 Pompe a vuoto spinto disponibili

Nome modello	Codice prodotto	Descrizione	Modalità di ionizzazione
Pompa a diffusione MSD 5977E per GC 7820	G7035A	Pompa a diffusione	Ionizzazione elettronica (EI)/ Acciaio inox
Pompa turbo MSD 5977E per GC 7820	G7036A	Pompa turbo ad alta efficienza	Ionizzazione elettronica (EI)/ Acciaio inox
MSD inerte 5977A VL Pompa a diffusione EI per GC 7890	G7037A	Pompa a diffusione MSD	Ionizzazione elettronica (EI)/ Inerte
Turbo EI MSD 5977A inerte per GC 7890	G7038A	MSD con pompa turbo ad alta efficienza	Ionizzazione elettronica (EI)/ Inerte
Turbo eff. EI MSD Extractor 5977A per GC 7890	G7039A	MSD con pompa turbo ad alta efficienza	Ionizzazione elettronica/ Extractor
MSD EI/CI 5977A per GC 7890	G7040A	MSD con pompa turbo ad alta efficienza	Ionizzazione elettronica (EI)/ Extractor/Ionizzazione chimica/PCI, NCI

Abbreviazioni utilizzate

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

Tabella 2 Abbreviazioni

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

Tabella 2 Abbreviazioni (segue)

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

Rivelatore a selezione di massa serie 5977

Il rivelatore a selezione di massa (MSD) serie 5977 è un rivelatore di GC capillare autonomo da utilizzare con il gascromatografo Agilent (Tabella 3). L'MSD presenta:

- Un pannello di controllo (LCP) per il monitoraggio locale e il funzionamento dell'MSD
- Una di due diverse pompe a vuoto spinto
- Una delle quattro diverse pompe principali
- Tre tipi diversi di sorgenti a ionizzazione elettronica riscaldata indipendentemente dall'MSD: Standard (acciaio inossidabile), inerte e ad estrazione
- Filtro di massa a quadrupolo iperbolico riscaldato indipendentemente dall'MSD
- Rivelatore di moltiplicatore elettronico con dinodo ad alta energia (HED)
- Interfaccia GC/MSD riscaldata indipendentemente da GC
- Modalità di ionizzazione chimica disponibili (PCI/NCI), che aggiungono una sorgente a ionizzazione chimica (CI), un controller del flusso del gas reagente con tubi e calibrazione CI.

Descrizione fisica

L'MSD serie 5977 è alto ca. 41 cm, largo ca.30 cm e profondo ca.54 cm. Il modello con pompa a diffusione pesa 39 kg, quello con pompa turbo ad elevata efficienza EI standard pesa 44 kg mentre quello con pompa turbo ad elevata efficienza EI/CI standard pesa 49 kg. La pompa principale (rotativa) ha un peso aggiuntivo di 11 kg (pompa standard) e solitamente viene riposta sul pavimento, dietro l'MSD.

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

Pannello di controllo locale

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

Misuratore di vuoto

L'MSD serie 5977 può essere dotato di un vacuometro a ionizzazione Il software MassHunter Data Acquisition può essere utilizzato per misurare la pressione (vuoto spinto) nel collettore di vuoto. Il funzionamento del controller del misuratore è descritto nel presente manuale.

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

Tabella 3 Modelli e caratteristiche dell'MSD serie 5977

	Modello					
Caratteristica	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Pompa a vuoto spinto	Diffusione	Turbo ad alta efficienza	Diffusione	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza
Flusso ottimale della colonna He mL/min	1	da 1 a 2	1	da 1 a 2	da 1 a 2	da 1 a 2
Flusso di gas massimo consigliato mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Flusso di gas massimo, mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
Id max colonna	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)
Funzionalità CI	No	No	No	No	No	Sì
Materiale inerte	No	No	Sì	Sì	No	No
Compatibilità GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Guarnizione di isolamento dell'interfaccia separata	No	No	No	No	Sì	Sì
Pompe principali disponibili	DS42 MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55_ IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C
Funzionalità ‡ DIP (terze parti)	Sì	Sì	Sì	Sì	Sì	Sì

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

† Degrado previsto delle prestazioni e della sensibilità dello spettro.

‡ Iniezione diretta.

Descrizione hardware MSD

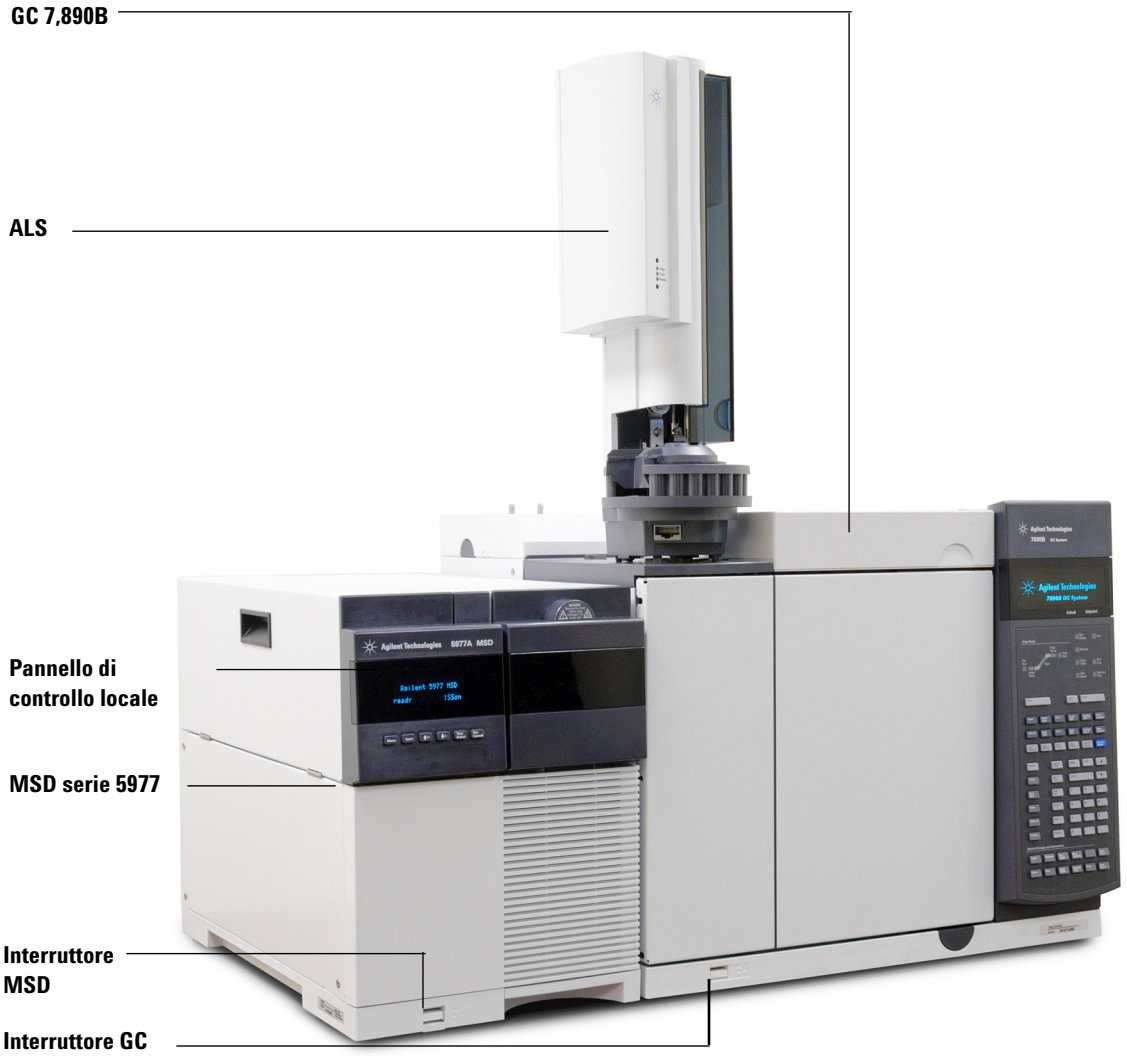


Figura 1 Sistema GC/MSD serie 5977, illustrato con Agilent 7,890B GC

L’hardware CI consente all’MSD serie 5977 di produrre spettri CI classici di elevata qualità, che includono ioni di addotti molecolari. Possono essere utilizzati numerosi gas reagenti.

In questo manuale, il termine “MSD CI” si riferisce all'MSD G7040A e G7038A e G7039A aggiornati. Inoltre è applicabile, salvo dove indicato diversamente, ai moduli di flusso per questi strumenti.

Il sistema CI serie 5977 aggiunge all’MSD serie 5977:

- Interfaccia GC/MSD EI/CI
- La sorgente ionica CI con guarnizione di isolamento dell’interfaccia può essere utilizzata anche con la sorgente EI con estrattore
- Modulo di controllo del flusso di gas reagente
- Alimentatore HED bipolare per il funzionamento PCI e NCI

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

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

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

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

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

Importanti avvertenze di sicurezza

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

Molte parti interne dell'MSD presentano tensioni pericolose

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

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

Quando l'interruttore di alimentazione è acceso, sono presenti tensioni potenzialmente pericolose anche su:

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

AVVISO **Tutte queste parti sono protette da pannelli. Quando i pannelli sono posizionati correttamente, dovrebbe essere difficile venire accidentalmente in contatto con parti ad alta tensione. Salvo dove diversamente specificato, non rimuovere mai un pannello meno che il rivelatore, l'iniettore o il forno siano spenti.**

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

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

Le schede del circuito stampato nell'MSD possono essere danneggiate dalle cariche elettrostatiche. Non toccare le schede se non è strettamente necessario. Se è necessario maneggiarle, indossare un bracciale per la messa a terra e adottare altre precauzioni antistatiche.

Molte parti sono pericolosamente calde

Molte parti del GC/MSD funzionano a temperature che possono causare gravi ustioni. Queste parti comprendono, ad esempio:

- Iniettori GC
- Forno GC e componenti, tra cui i dadi della colonna che fissano la colonna all'iniettore GC, all'interfaccia GC/MS o al rivelatore GC.
- Rivelatore GC
- Comparto delle valvole GC
- La pompa principale
- Sorgente ionica riscaldata dall'MSD, interfaccia e quadruopolo

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

AVVISO **Prestare la massima attenzione quando si lavora dietro lo strumento. Durante i cicli di raffreddamento, dal GC fuoriescono emissioni calde in grado di provocare ustioni.**

AVVISO **La parte isolante attorno agli iniettori, ai rivelatori, al comparto delle valvole e alle coppe di isolamento GC è costituita da fibre di ceramica refrattaria. Per evitare di inalare particelle di fibre si consiglia di osservare queste misure di sicurezza: aerare l'area di lavoro; indossare indumenti con maniche lunghe, guanti, occhiali protettivi e un respiratore a filtro usa e getta; smaltire il materiale di isolamento in un sacchetto di plastica sigillato; dopo aver maneggiato il materiale isolante, lavarsi le mani con sapone neutro e acqua fredda.**

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

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

AVVISO

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

Sicurezza dell'idrogeno

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

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

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

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

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

Precauzioni sull'utilizzo del GC

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

Pericoli specifici relativi al funzionamento dei sistemi GC/MSD

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

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

Accumulo di idrogeno in un sistema MSD

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

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

Tabella 4 Meccanismi di accumulo dell'idrogeno

Meccanismo	Risultati
Disattivazione dello spettrometro di massa	Uno spettrometro di massa può essere spento deliberatamente, oppure anche accidentalmente a causa di un guasto interno o esterno. Esiste una sicurezza che arresta il flusso del gas di trasporto nel caso in cui la pompa principale dell'MSD non funzioni. Tuttavia, se tale misura di sicurezza dovesse fallire, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello spettrometro di massa.
Chiusura automatica delle valvole di blocco dello spettrometro di massa	Alcuni spettrometri di massa sono dotati di valvole di blocco automatiche delle pompe di diffusione. In questi strumenti, l'intervento diretto dell'operatore o una serie di guasti possono causare la chiusura delle valvole di blocco. La chiusura della valvola di blocco non comporta l'interruzione del flusso del gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello strumento.
Chiusura manuale delle valvole di blocco dello spettrometro di massa	Alcuni spettrometri di massa sono dotati di valvole di blocco manuali delle pompe di diffusione. In questi strumenti, l'operatore può chiudere le valvole di blocco. La chiusura delle valvole di blocco non comporta l'interruzione del flusso del gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe lentamente accumularsi nello strumento.
GC spento	Un GC può essere spento deliberatamente oppure anche accidentalmente a causa di un guasto interno o esterno. I GC reagiscono in modi diversi a seconda del tipo. Se viene spento un GC 7890 dotato di EPC (Electronic Pressure Control), l'EPC interrompe il flusso del gas di trasporto. Se un flusso del gas di trasporto **non** è controllato mediante EPC, il flusso cresce fino a raggiungere il livello massimo che può essere superiore a quanto alcuni spettrometri di massa sono in grado di smaltire, con conseguente accumulo di idrogeno nello spettrometro di massa. Se lo spettrometro di massa si spegne in quel momento, l'accumulo può avvenire piuttosto rapidamente.
Interruzione di corrente	Se manca la corrente, sia il GC che lo spettrometro di massa si spengono, ma non si interrompe necessariamente anche il flusso del gas di trasporto. Come precedentemente descritto, in alcuni GC l'interruzione di corrente può comportare il raggiungimento del livello massimo di gas di trasporto. Di conseguenza, l'idrogeno potrebbe accumularsi nello spettrometro di massa.

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

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

Precauzioni

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

Precauzioni relative all'attrezzatura

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

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

Rimuovere il coperchio in plastica sul vetro del pannello anteriore dell'MSD 5977. Un'improbabile esplosione potrebbe far saltare il coperchio.

Precauzioni generali di laboratorio

- Evitare fuoriuscite nei tubi del gas di trasporto. Utilizzare attrezzature di controllo per verificare periodicamente che non vi siano fuoriuscite di idrogeno.
- Eliminare dal laboratorio il maggior numero possibile di fonti di accensione (fiamme dirette, dispositivi che possono provocare scintille, fonti di elettricità statica, ecc.).

- Impedire che l'idrogeno contenuto in una bombola ad alta pressione si liberi direttamente nell'atmosfera (pericolo di autocombustione).
- Utilizzare un generatore di idrogeno invece delle bombole di idrogeno.

Precauzioni relative al funzionamento

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

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

Certificazioni di conformità e sicurezza

L'MSD serie 5977 è conforme alle norme di sicurezza indicate di seguito:

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

L'MSD serie 5977 è conforme alle seguenti normative in relazione alla compatibilità elettromagnetica (EMC) e alle interferenze radio (RFI):

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

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

CE

L'MSD serie 5977 è progettato e realizzato secondo un sistema di qualità registrato sotto ISO 9001.

Informazioni

L'MSD serie 5977 di Agilent Technologies è conforme alle seguenti classificazioni IEC (International Electro-technical Commission): Classe attrezzatura I, Attrezzatura di laboratorio, Categoria installazione II, Grado di inquinamento 2.

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

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

Simboli

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

Per ulteriori informazioni consultare la documentazione che accompagna lo strumento.



Indica una superficie calda.



Indica tensioni pericolose.



Indica la presenza di un terminale a terra.



Indica il potenziale pericolo di esplosione.



o



Indica il pericolo di radioattività.



Indica il pericolo di cariche elettrostatiche.



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



Compatibilità elettromagnetica

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

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

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

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

Certificazione delle emissioni sonore

Pressione acustica

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

Schalldruckpegel

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

Pulizia/Riciclaggio del prodotto

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

Versamento di liquidi

Non versare liquidi sull'MSD.

Spostamento o stoccaggio dell'MSD

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

Sostituzione dei fusibili principali

Materiali richiesti

- Fusibile, T12.5A, 250 V (2110-1398) – ne sono necessari 2
- Cacciavite piatto (8730-0002)

Una delle principali cause di guasto ai fusibili principali è la pompa principale nel caso in cui sia danneggia. Se i fusibili principali dell'MSD sono danneggiati, controllare la pompa principale.

Procedura

1 Ventilare l'MSD e scollegare il cavo di alimentazione dalla presa elettrica.

Se uno dei fusibili principali è danneggiato, l'MSD è già disattivo. Per sicurezza, spegnere lo strumento e scollegare il cavo di alimentazione. Non è necessario immettere aria nella camera dell'analizzatore.

AVVISO **Non sostituire mai i fusibili principali se l'MSD è collegato alla presa di alimentazione.**

AVVISO **Se l'idrogeno viene utilizzato come gas di trasporto del GC, potrebbe accumularsi nella camera dell'analizzatore in caso di interruzione di corrente. In tal caso, occorre seguire altre precauzioni. Vedere "Sicurezza dell'idrogeno" a pagina 20.**

2 Ruotare uno dei portafusibili (Figura 2 a pagina 30) in senso antiorario fino alla sua espulsione. I portafusibili sono a molla.

3 Rimuovere il fusibile danneggiato dal portafusibile.

4 Installare un nuovo fusibile nel portafusibile.

5 Reinstallare il portafusibile.

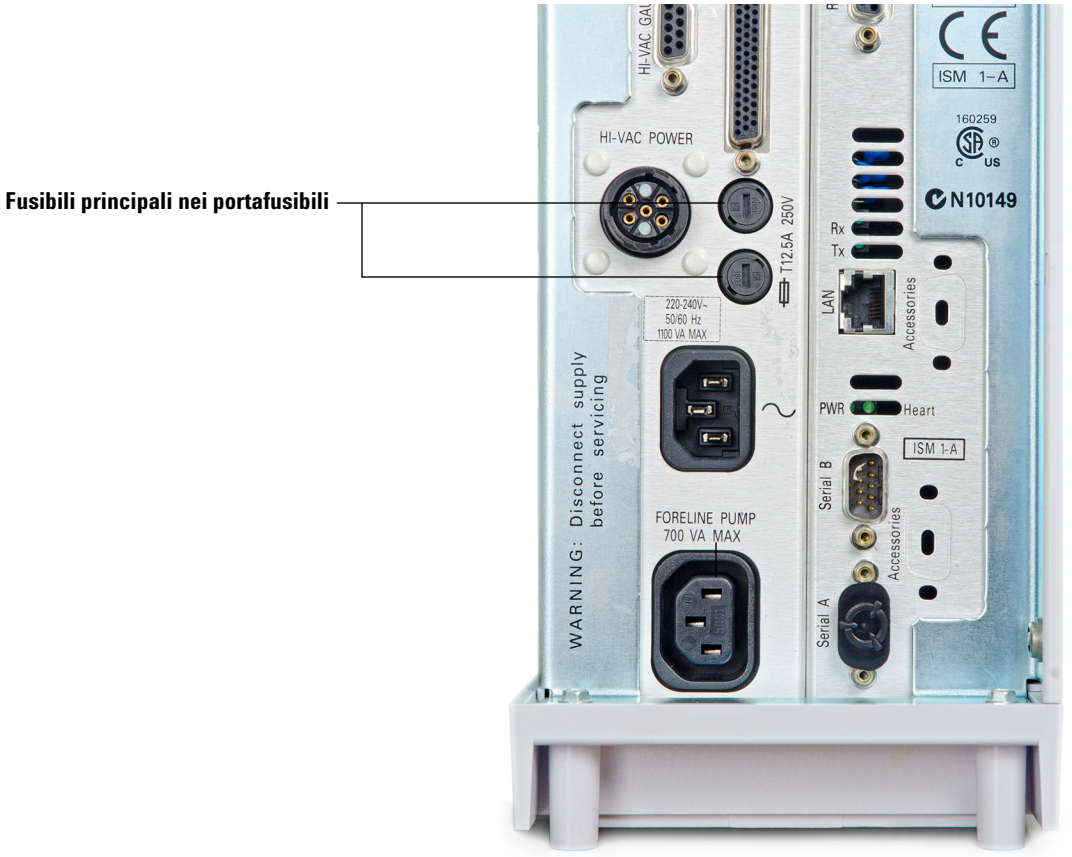


Figura 2 Fusibili principali

6 Ripetere i passi da 3 a 5 per sostituire l'altro fusibile. Sostituire sempre entrambi i fusibili.

7 Ricollegare il cavo di alimentazione dell'MSD alla presa elettrica.

8 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell’MSD.

2
Installazione delle colonne del GC

Colonne 32
Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless 35
Condizionare una colonna capillare 38
Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS 40
Preparare le estremità della colonna per un raccordo CFT 43

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

Colonne

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

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

Ricordare che i flussi della colonna variano considerevolmente con la temperatura del forno. Vedere "Calibrare la velocità lineare del flusso della colonna" a pagina 71per ulteriori informazioni sulla procedura di misurazione del flusso attuale nella colonna. Utilizzare il software Flow Calculation e la Tabella 5 per stabilire se una data colonna avrà un flusso accettabile con una pressione di mandata realistica.

Tabella 5 Flussi di gas

	Modello					
Caratteristica	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Pompa a vuoto spinto	Diffusione	Turbo ad alta efficienza	Diffusione	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza	Turbo ad alta efficienza
Flusso ottimale della colonna He mL/min	1	da 1 a 2	1	da 1 a 2	da 1 a 2	da 1 a 2
Flusso di gas massimo consigliato mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Flusso di gas massimo, mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
Id max colonna	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)
Funzionalità CI	No	No	No	No	No	Sì
Compatibilità GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890

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

† Degrado previsto delle prestazioni e della sensibilità dello spettro.

Condizionamento delle colonne

Il condizionamento della colonna prima che sia collegata all'interfaccia GC/MSD è essenziale. Vedere "Condizionare una colonna capillare" a pagina 38.

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

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

Condizionamento delle boccole

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

Consigli e suggerimenti

- Le procedure di installazione della colonna per gli MSD serie 5977 possono essere diverse da quelle dei precedenti MSD. La procedura prevista per un altro strumento potrebbe ***non*** essere corretta e danneggiare la colonna o l'MSD.
- È possibile rimuovere le vecchie boccole dai dadi della colonna con un comune spillo.
- Utilizzare sempre un gas di trasporto che sia puro almeno al 99.9995%.
- A causa della dilatazione termica, le boccole nuove possono allentarsi dopo essere state riscaldate e raffreddate alcuni minuti. Verificare che siano ben strette dopo due o tre cicli di riscaldamento.
- Indossare sempre guanti puliti quando si toccano le colonne, soprattutto la parte terminale che verrà inserita nell'interfaccia GC/MSD.

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

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

Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless

Materiali richiesti

- Guanti, puliti
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Righello in centimetri
- Chiave fissa da 1/4”e 5/16” (8710-0510)
- Colonna capillare
- Tagliacolonne, ceramica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Boccole
  - 0,27 mm di id, per colonne con 0,10 mm di id (5062-3518)
  - 0,37 mm di id, per colonne con 0,20 mm di id (5062-3516)
  - 0,40 mm di id, per colonne con 0,25 mm di id (5181-3323)
  - 0,5 mm di id, per colonne con 0,32 mm di id (5062-3514)
  - 0,8 mm di id, per colonne con 0,53 mm di id (5062-3512)
- Dado della colonna dell'iniettore (5181-8830 per i modelli Agilent 7890 e 7820)
- Lente di ingrandimento
- Setto (può essere un setto di ingresso vecchio, già utilizzato)

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

AVVISO **Le temperature operative del GC sono elevate. Per evitare bruciature, assicurarsi che le parti del GC siano fredde prima di toccarle.**

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

ATTENZIONE Indossare sempre guanti puliti quando si maneggiano le parti all'interno del GC e delle camere dell'analizzatore.

Procedura

1 Raffreddare il forno alla temperatura ambiente.

2 Indossando dei guanti puliti, fare scorrere un setto, un dado della colonna e una boccola condizionata sull'estremità libera della colonna (Figura 3). L'estremità conica della boccola deve essere rivolta dall'altra parte rispetto al dado della colonna.

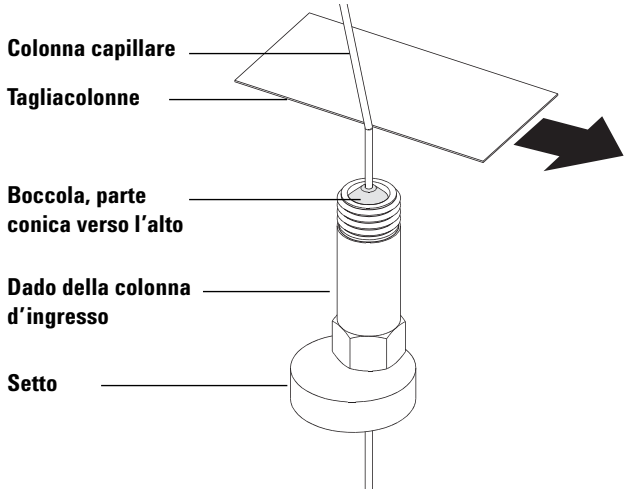


Figura 3 Preparazione di una colonna capillare per l'installazione

3 Utilizzare il tagliacolonne per tagliare la colonna a 2 cm dall'estremità.

4 Rompere la colonna contro il bordo del tagliacolonne, tenendola premuta con il pollice contro il tagliacolonne.

5 Verificare che l'estremità non sia obliqua o irregolare. Se il taglio non è regolare e perpendicolare alla colonna, ripetere i passaggi 3 e 4.

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

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

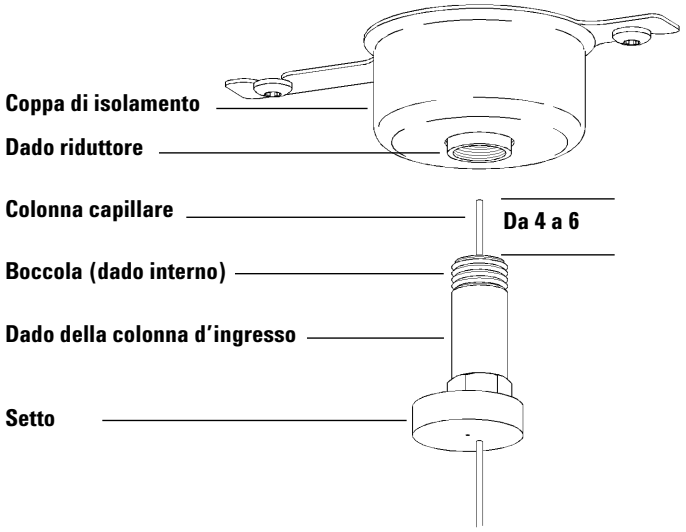


Figura 4 Installazione di una colonna capillare per un iniettore split/splitless

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

9 Inserire la colonna nell'iniettore.

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

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

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

13 Avviare il flusso del gas di trasporto.

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

Vedere anche

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

Condizionare una colonna capillare

Materiali richiesti

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

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

AVVISO **Le temperature operative del GC sono elevate. Per evitare bruciature, non toccare il GC finché non si è sicuri che si sia raffreddato.**

Procedura

1. Installare la colonna nell'iniettore GC. (Vedere "Installare una colonna capillare in un iniettore split/splitless" a pagina 35).
2. Impostare la velocità minima di 30 cm/s o seguire le istruzioni del produttore della colonna. Far fluire il gas attraverso la colonna a temperatura ambiente per 15 – 30 minuti per eliminare l'aria.
3. Programmare il forno per un intervallo di temperatura compreso tra la temperatura ambiente e il limite massimo per la colonna.
4. Aumentare la temperatura di 10/15 °C/min.
5. Mantenere la temperatura massima per 30 minuti.

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

6. Impostare la temperatura del forno a 30 °C e attendere che il GC sia pronto.
7. Collegare la colonna all'interfaccia GC. (Vedere "Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS" a pagina 40).

Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS



Questa procedura riguarda l'installazione di una colonna capillare direttamente sulla linea di trasferimento con dado a colonna. Se si utilizza un dispositivo Quick Swap CFT Agilent (con tecnologia a flusso capillare) o un PUU (Purged Ultimate Union), vedere "Preparare le estremità della colonna per un raccordo CFT" a pagina 43.

GC Agilent serie 7890

Materiali richiesti

- Tagliacolonne, ceramica (5181-8836) o diamante (5183-4620)
- Boccole
  - 0.3 mm id, per 0.10 mm id colonne (5062-3507)
  - 0,4 mm id, per 0,20 mm e 0,25 id colonne (5062-3508)
  - 0.5 mm id, per 0.32 mm id colonne (5062-3506)
  - 0,8 mm id, per 0,53 mm id colonne (5062-3512)
- Lampada flash
- Lente di ingrandimento
- Guanti, puliti
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Dado della colonna d'interfaccia (05988-20066)
- Occhiali protettivi
- Chiave fissa da 1/4"e 5/16" (8710-0510)
- Strumento di misura della colonna

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

Procedura

1 Condizionare la colonna. (Vedere “Condizionare una colonna capillare” a pagina 38).

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

AVVISO **Esistono tensioni pericolose nella camera dell'analizzatore che possono provare lesioni permanenti. Non aprire la camera dell'analizzatore per nessun motivo. Qualora fosse proprio necessario, il personale qualificato dovrà innanzitutto scollegare lo strumento dalla corrente generale dell'edificio.**

2 Se non si utilizza un dispositivo Quick Swap, ventilare l'MS (vedere “Ventilare l'MSD” a pagina 81).

AVVISO **Le temperature operative del GC sono elevate. Per evitare bruciature, non toccare il GC finché non si è sicuri che si sia raffreddato.**

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

4 Utilizzare il tagliacolonne per tagliare la colonna a 2 cm dall'estremità.

5 Tenendo ferma la colonna contro il tagliacolonne con il pollice, rompere la colonna contro il bordo del tagliacolonne.

6 Verificare che l'estremità non sia obliqua o irregolare. Se il taglio non è regolare e perpendicolare alla colonna, ripetere i passaggi 4 e 5.

7 Pulire l'estremità con l'alcool.

8 Inserire la colonna nello strumento di misura della colonna.

9 Far scorrere la colonna in modo che l'estremità superi di 1-2 mm la fine dello strumento.

10 Serrare a mano il raccordo.

11 Serrare di un 1/4-1/2 giro in modo da fissare la boccola alla colonna.

12 Far scorrere la colonna nell'interfaccia GC/MS.

13 Stringere il dado manualmente. Controllare che la posizione della colonna non cambi mentre si stringe il dado.

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

15 Stringere il dado ancora di 1/4 - 1/2 giro.

16 Verificare che il dado sia ben stretto dopo uno o due cicli di riscaldamento; serrare nuovamente se necessario.

Preparare le estremità della colonna per un raccordo CFT

Materiali richiesti

- Boccole SilTite:
  - Colonne da 0,1- a 0,25-mm, conf. da 10 (5188-5361)
  - Colonne da 0,32, conf. da 10 (5188-5362)
  - Colonne da 0,53, conf. da 10 (5188-5363)
- Dado rastremato
- Chiave fissa da 1/4”e 5/16” (8710-0510)

Procedura

1 Procurare la boccola in metallo adatta.

2 Far passare l’estremità del tubo attraverso il dado interno e la boccola SilTite, lasciando sporgere 1 cm circa di tubo in silice fusa oltre la boccola. Avvitare la boccola prerastremata al dado interno con il tubo sporgente (vedere Figura 5).

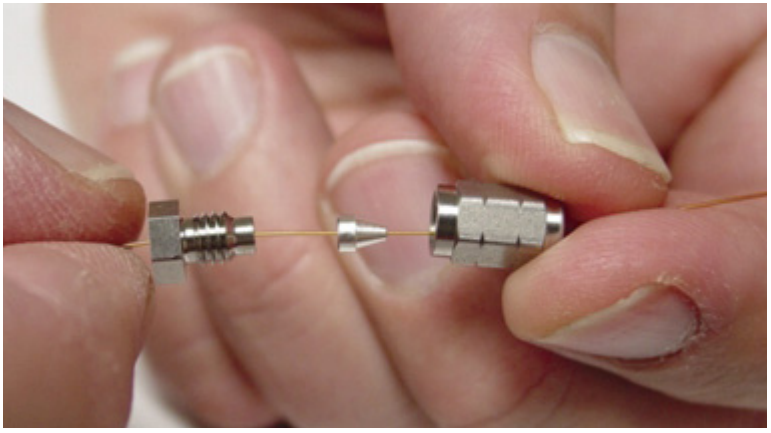


Figura 5 Assemblaggio del dado interno, della boccola e del dado rastremato

ATTENZIONE Le boccole SilTite sono fragili. Seguire attentamente le istruzioni del passo successivo per evitare di danneggiarle.

3 Con la chiave e la boccola prerastremata, stringere il dado poco per volta. Controllare di tanto in tanto che la boccola sia stretta al tubo (vedere Figura 6). Appena la boccola inizia a stringere, osservare la posizione del dado e serrare on una rotazione di 45-60 gradi, senza superare i 60 gradi. Se si riesce a liberare la colonna, il dado non è sufficientemente stretto.

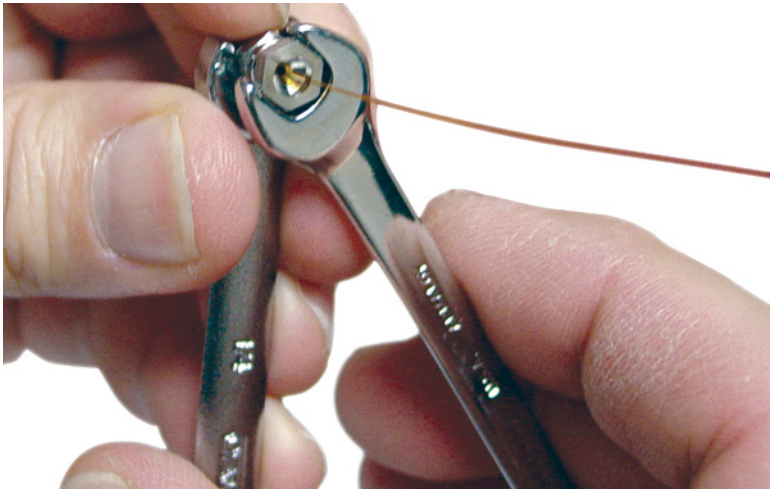


Figura 6 Serraggio del dado interno

4 Rimuovere il dado rastremato (Figura 7).

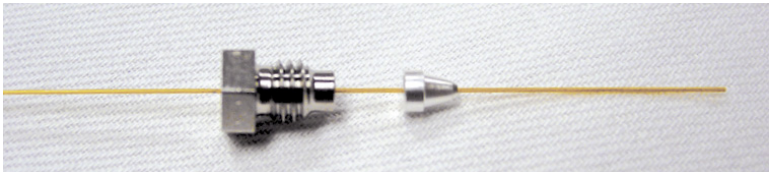


Figura 7 Rimozione della boccola prerastremata

5 Con un tagliacolonne in ceramica, tagliare il tubo all'estremità più piccola della boccola, lasciando circa 0,3 mm di tubo sporgere oltre la boccola (Figura 8).

L'importante è che il tagliacolonne in ceramica abbia un lato usato esclusivamente con la colonna e l'altro con la boccola SilTite in metallo. In questo modo non si rischia di compromettere il filo in ceramica necessario per tagliare perfettamente la colonna.

NOTE È importante che l'estremità del tubo non sporga più di 0,5 mm oltre l'estremità della boccola.

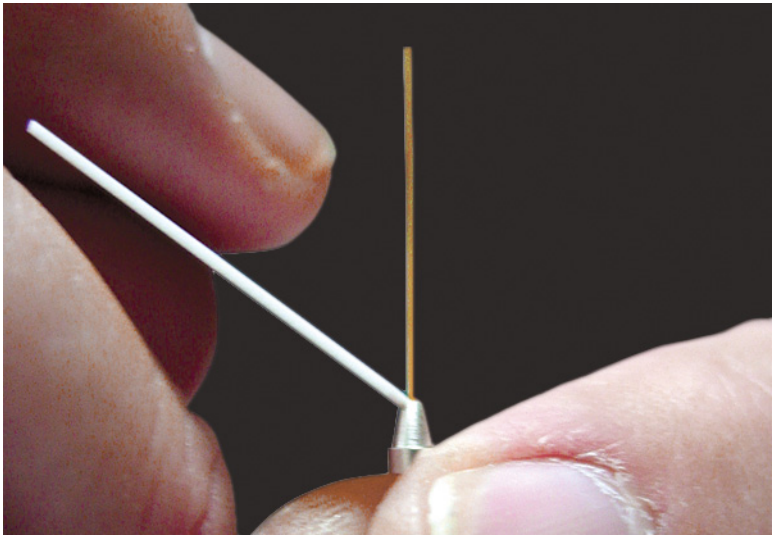


Figura 8 Tagliacolonne in ceramica e boccola

6 Controllare l'estremità del tubo con una lente di ingrandimento. Non è necessario che sia perfettamente regolare, ma non deve avere crepe che arrivino sotto alla boccola La Figura 9 illustra un'estremità del tubo completa.

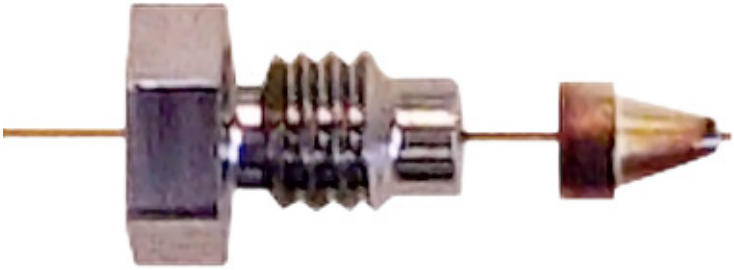


Figura 9 Estremità del tubo con dado interno e boccola SilTite rimostrata

7 Collegare la colonna ad un dispositivo Quick Swap o PUU con dadi interni e boccole SilTite prerastremate (Figura 10). Serrare a mano i dadi. Stringere ancora con una chiave di soli 15-20°.



Figura 10 Raccordo Ultimate completo con colonne

3
Funzionamento in modalità EI (ionizzazione elettronica)

Gestione dell'MSD dal Data System 48
Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP) 48
Interfaccia GC/MSD EI 55
Prima di attivare l'MSD 57
Procedura di messa a vuoto 58
Controllo delle temperature 58
Controllo del flusso della colonna 59
Ventilazione dell'MSD 59
Visualizzare la temperatura e il vuoto dell'MSD nella calibrazione manuale 61
Impostare i monitor per la temperatura e stato di vuoto dell'MSD 63
Impostare le temperature dell'analizzatore dalla vista Instrument Control 65
Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD da MassHunter 67
Monitorare la pressione del vuoto spinto 69
Calibrare la velocità lineare del flusso della colonna 71
Calibrare l'MSD in modalità EI 74
Verificare le prestazioni del sistema 76
Eseguire il test a massa elevata (MSD serie 5977) 77
Aprire i pannelli dell'MSD 80
Ventilare l'MSD 81
Aprire la camera dell'analizzatore 84
Chiudere la camera dell'analizzatore 86
Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI 90
Spostare o immagazzinare l'MSD 93

Questo capitolo descrive come eseguire alcune procedure operative di base per l'GC/MSD Agilent 5977 utilizzando la ionizzazione a impatto elettronico.

Gestione dell'MSD dal Data System

Agilent MassHunter Workstation Data Acquisition esegue attività quali la procedura di messa a vuoto, la rimozione della sorgente ionica, il monitoraggio delle impostazioni, l'impostazione delle temperature, la calibrazione e la ventilazione dell'MSD. Tali attività sono descritte in questo capitolo. Per altre informazioni, consultare i manuali e la guida in linea forniti con il software MassHunter Workstation.

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

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

Il pannello di controllo locale (LCP) mostra lo stato dell'MSD oppure avvia un'attività sull'MSD senza utilizzare il software Agilent MassHunter Data Acquisition.

Agilent MassHunter Data Acquisition software può essere collocato in qualsiasi punto della rete locale (LAN) del laboratorio, perciò potrebbe anche non essere vicino allo strumento. Inoltre, poiché l'LCP comunica con il software Data Acquisition tramite la LAN, è possibile accedere alle funzionalità software Data Acquisition, quali la calibrazione e avvio di un ciclo operativo, direttamente dall'MSD. Solo alcune funzionalità sono disponibili dal pannello LCP. Il software Data Acquisition è il controller a funzionalità completa per la maggior parte delle operazioni di controllo.

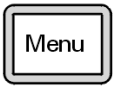
Modalità operative

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

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

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

Per accedere ad una particolare opzione del menu:

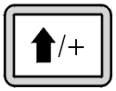


Premere [**Menu**] fino a visualizzare il menu desiderato.

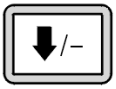


Premere [**Item**] fino a visualizzare la voce di menu desiderata.

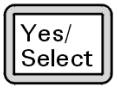
Utilizzare una o più delle seguenti chiavi a seconda dei casi, per rispondere alle richieste visualizzate o selezionare le opzioni:



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



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



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



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

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

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

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

Messaggi di stato dell'LCP

Sull'LCP possono essere visualizzati i seguenti messaggi relativi allo stato del sistema MSD. Se l'LCP si trova in modalità Menu, passare per tutti i menu per ritornare in modalità Stato. Se in MassHunter Data Acquisition non è in esecuzione alcuna sessione dello strumento in linea non verrà visualizzato alcun messaggio.

ChemStation Loading <timestamp>

Agilent MassHunter Data Acquisition in fase di caricamento.

Executing <type>tune

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

Instrument Available <timestamp>

Agilent MassHunter Data Acquisition non è operativo.

Loading Method <method name>

I parametri del metodo sono inviati all'MSD.

Loading MSD Firmware

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

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

Server not Found
Check LAN connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

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

Loading OS

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

<method> Complete <timestamp>

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

Method Loaded <method name>

I parametri del metodo sono stati inviati all'MSD.

MS locked by <computer name>

I parametri MS possono essere modificati solo da MassHunter Data Acquisition.

Press Sideplate

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

Run: <method> Acquiring <datafile>

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

Per visualizzare lo stato del sistema durante l'avvio

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

Menu dell'LCP

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

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

Tabella 6 Menu ChemStation

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

Tabella 7 Menu Maintenance

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

Tabella 8 Menu MS Parameters

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

NOTE I parametri MS non possono essere impostati dall’LCP mentre è connessa all’MSD una sessione online di MassHunter Data Acquisition.

Tabella 9 Menu Network

Azione	Descrizione
MSD IP via keyboard	Visualizza l'indirizzo IP per l'MSD, programmato con MassHunter Data Acquisition.
Gateway IP Address	Visualizza l’indirizzo IP del gateway per l’MSD.
Subnet Mask	Visualizza la maschera di sottorete per l’MSD.
Indirizzo IP Comm GC	Visualizza l'indirizzo IP.
ChemStation IP	Visualizza l’indirizzo IP per MassHunter Data Acquisition.

Tabella 9 Menu Network (segue)

Azione	Descrizione
GC IP Address	Visualizza l'indirizzo IP per il GC.
Ping gateway	Verifica la comunicazione con il gateway.
Ping ChemStation	Controlla la comunicazione con MassHunter Data Acquisition.
Ping GC	Verifica la comunicazione con il GC.
MAC Address	Visualizza l'indirizzo MAC della SmartCard nell'MSD.
Viene riavviato con nuove impostazioni di rete.	Riavvia il sistema e salvata le nuove impostazioni di rete.

Tabella 10 Menu Version

Azione	Descrizione
Control firmware	Visualizza la versione del firmware dell'MSD.
Operating system	Visualizza la versione del sistema operativo di MassHunter Data Acquisition.
Front panel	Visualizza la versione dell'LCP.
Log amplifier	Visualizza informazioni sulla versione.
Sideboard	Visualizza il tipo di scheda secondaria.
Mainboard	Visualizza il tipo di scheda principale.
Serial number	È assegnato all'MSD tramite la finestra di dialogo di configurazione di MassHunter Data Acquisition.

Tabella 11 Menu Controller

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

Interfaccia GC/MSD EI

L'interfaccia GC/MSD (Figura 11 a pagina 56) è un condotto riscaldato nell'MSD per la colonna capillare. È fissato al lato destro della camera dell'analizzatore, con una guarnizione O-ring ed è dotata di un coperchio di protezione che deve essere lasciato al suo posto.

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

L'interfaccia GC/MSD è riscaldata da un riscaldatore a cartuccia elettrico. Normalmente, il riscaldatore è alimentato e controllato dalla zona riscaldata Thermal Aux#2 del GC. La temperatura dell'interfaccia può essere impostata da MassHunter Data Acquisition o dal gascromatografo. Un sensore (termocoppia) nell'interfaccia controlla la temperatura.

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

L'interfaccia GC/MSD EI può essere utilizzata solo con una sorgente ionica EI. Possono essere utilizzati due tipi di guarnizioni di isolamento. Le sorgenti EI standard/inerte non necessitano di una guarnizione di isolamento. Solo la sorgente EI Extractor ne utilizza una (G3870-20542). La sorgente con estrazione e la sorgente CI su sistemi EI/CI utilizzano guarnizioni CI (G1999-60412).

Vedere anche

"Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS" a pagina 40.

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

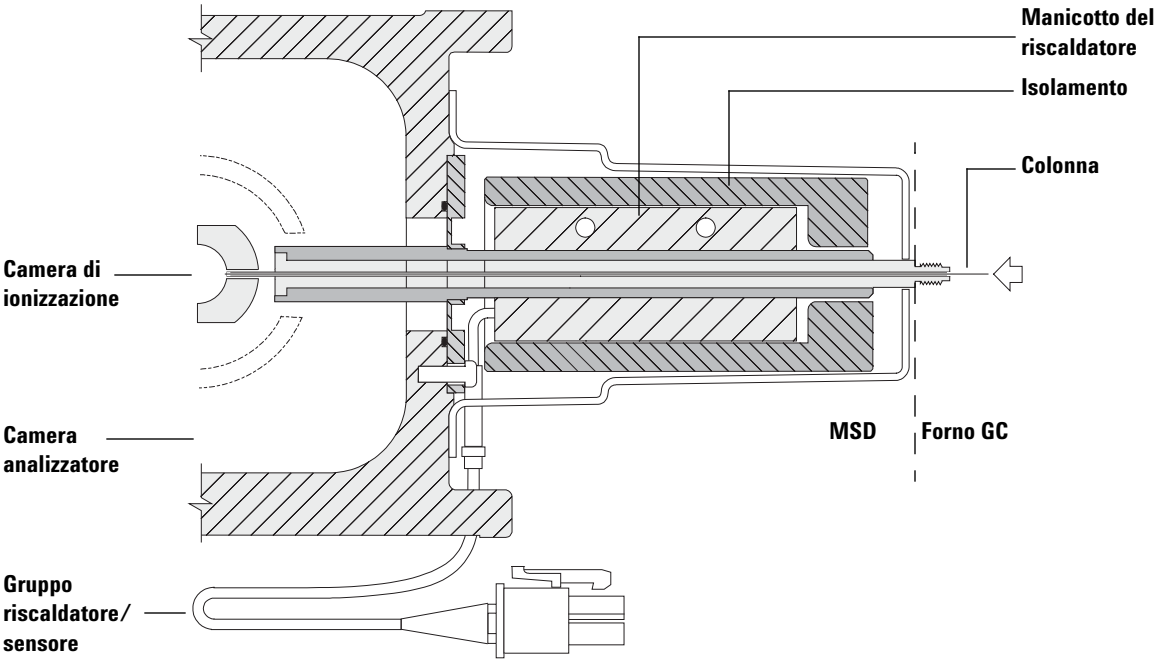


Figura 11 L'interfaccia GC/MSD EI

Prima di attivare l'MSD

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

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

AVVISO

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

AVVISO

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

Procedura di messa a vuoto

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

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

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

Anche l'LCP può visualizzare questi dati.

Controllo delle temperature

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

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

Controllo del flusso della colonna

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

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

Ventilazione dell'MSD

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

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

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

AVVISO

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

ATTENZIONE

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

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

Non superare il massimo flusso di gas totale consigliato. Vedere "Modelli e caratteristiche dell'MSD serie 5977".

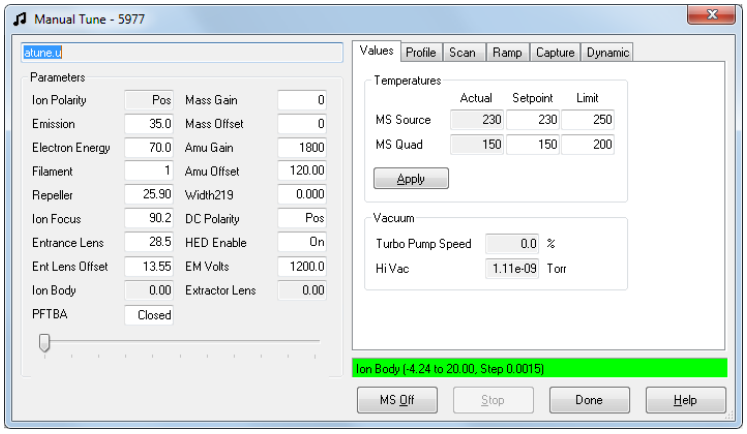
Visualizzare la temperatura e il vuoto dell'MSD nella calibrazione manuale

È possibile eseguire questa operazione anche dal pannello di controllo locale. Vedere "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)" a pagina 48.

Procedura

1 Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu Instrument per visualizzare la finestra di dialogo **Manual Tune**.

2 Selezionare la scheda **Values** per visualizzare le temperature e il vuoto dell'MSD.



3 Per modificare una temperatura **Setpoint** o **Limit** inserire i nuovi parametri e fare clic su **Apply**.

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

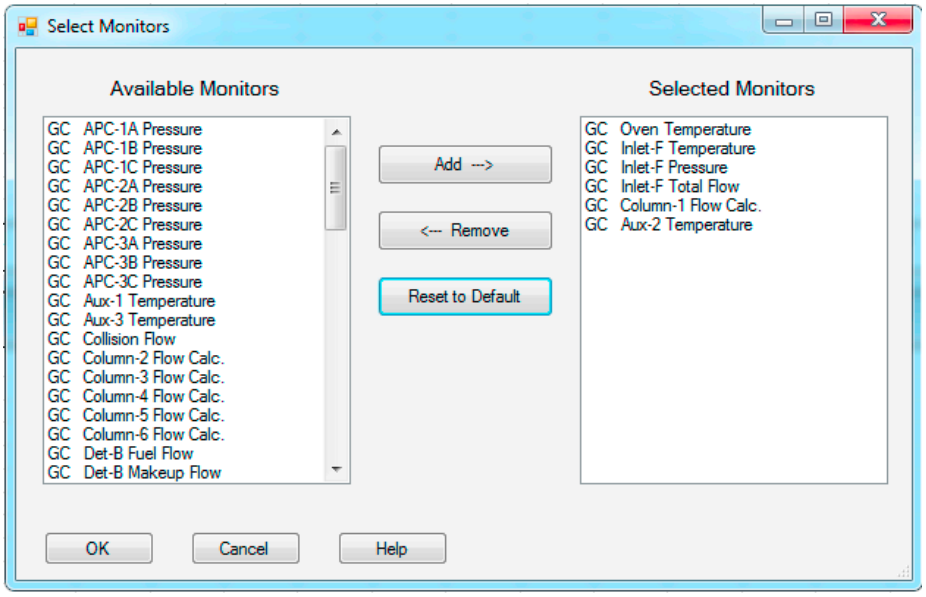
I riscaldatori dell'MSD si attivano alla fine della procedura di messa a vuoto e si disattivano all'inizio del ciclo di ventilazione. I valori di regolazione riportati non subiranno variazioni durante la ventilazione o la messa a vuoto anche se entrambe le zone dell'MSD sono disattivate.

Impostare i monitor per la temperatura e stato di vuoto dell'MSD

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

Procedura

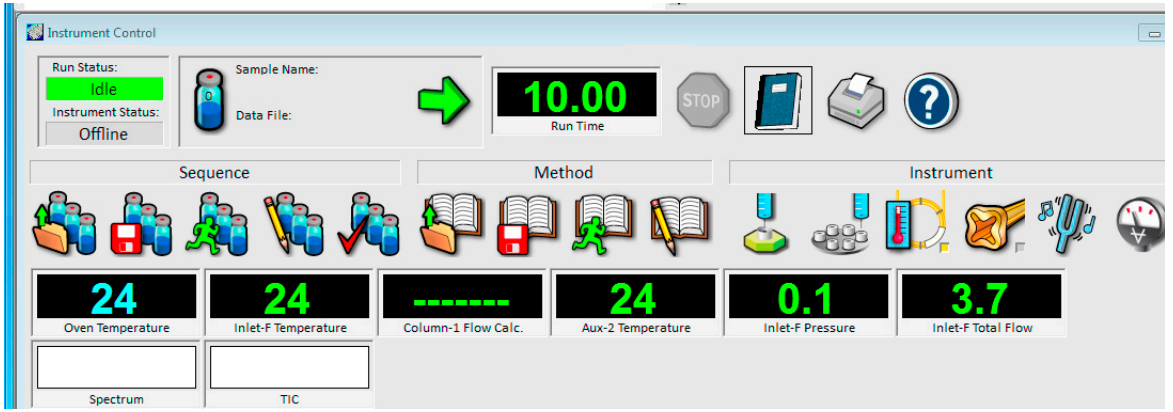
1 Nella vista **Instrument Control** selezionare **Edit Monitors** dal menu **Instrument** per visualizzare la finestra di dialogo **Select Monitors**.



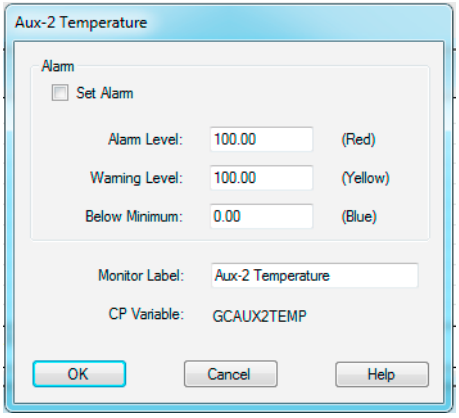
2 Nella colonna **Available Monitors**, selezionare un monitor e fare clic sul pulsante **Add** per passare alla colonna **Selected Monitors**. Ripetere il passo per aggiungere altri monitor.

3 Fare clic su **OK**. I nuovi monitor saranno aggiunti uno sopra l'altro nell'angolo inferiore destro della finestra **Instrument Control**.

4 Selezionare **Window > Arrange Monitors**, o selezionare e trascinare i vari monitor nella posizione desiderata.



5 Per impostare un allarme, fare doppio clic sul monitor visualizzato nella vista Instrument Control per aprire la finestra specifica per quel monitor e impostare gli allarmi.



a Selezionare la casella di controllo **Set Alarm**.

b Impostare **Warning Level**, **Alarm Level** e **Below Minimum** sui valori necessari.

c Inserire una descrizione nel campo **Monitor Label** se quella predefinita non è appropriata.

d Fare clic su **OK** per terminare la configurazione degli allarmi del monitor.

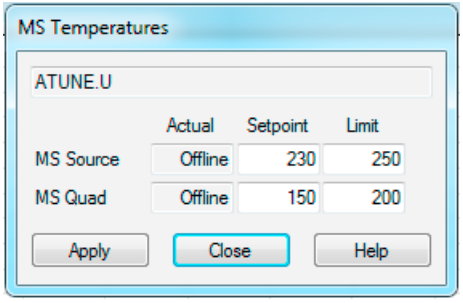
6 Per includere le nuove impostazioni nel metodo, selezionare il metodo.

Impostare le temperature dell'analizzatore dalla vista Instrument Control

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

Procedura

1 Nella vista Instrument Control, selezionare **MS Temperatures** dal menu **Instrument**.



2 Inserire le temperature **MS Source** e **MS Quad** (filtro di massa) nei campi **Setpoint** e **Limit**.

Tabella 12 Impostazioni consigliate per la temperatura

	Funzionamento EI	Funzionamento PCI	Funzionamento NCI
Sorgente MS	230	250	150
MS Quad	150	150	150

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

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

3 Per inviare i nuovi parametri della temperatura al file di calibrazione attualmente caricato e scaricare questi parametri sull'MSD, fare clic su **Apply.**

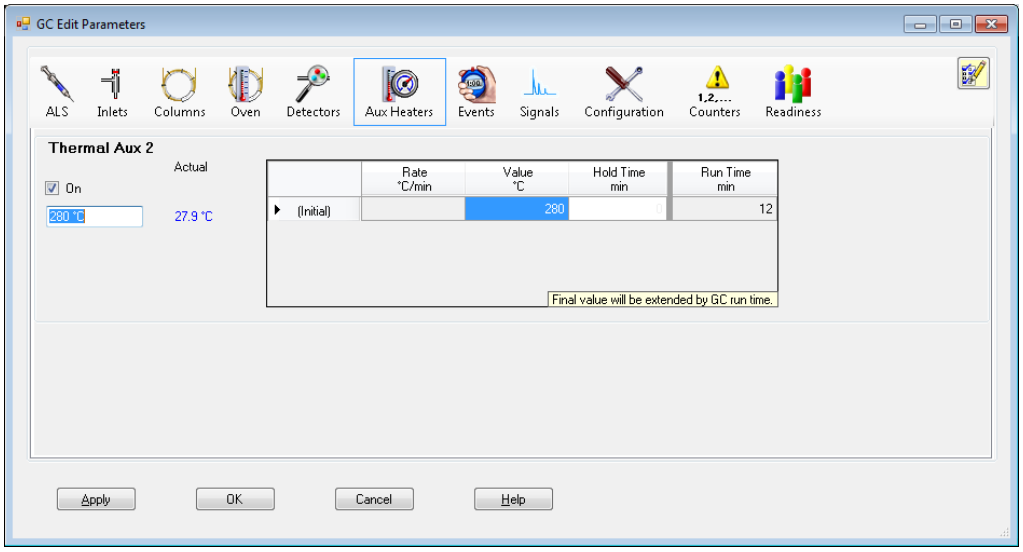
4 Selezionare **Close** per chiudere la finestra. Se sono stati modificati dei parametri, si apre la finestra **Save MS Tune File**. Fare clic su **OK** per salvare le modifiche sullo stesso file oppure inserire un nuovo nome per il file e selezionare **OK**. Fare clic su **Cancel** per annullare la modifica dei parametri.

Impostare la temperatura dell'interfaccia GC/MSD da MassHunter

Procedura

1 Dalla vista **Instrument Control** selezionare **Instrument>GC Edit Parameters.**

2 Selezionare l'icona **Aux Heater** per modificare la temperatura dell'interfaccia.



3 Selezionare **On** per accedere il riscaldatore e digitare il valore di regolazione nella colonna **Value °C**.

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

ATTENZIONE

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

Quando si imposta la temperatura dell'interfaccia GC/MS, non superare mai la temperatura massima della colonna.

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

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

Monitorare la pressione del vuoto spinto

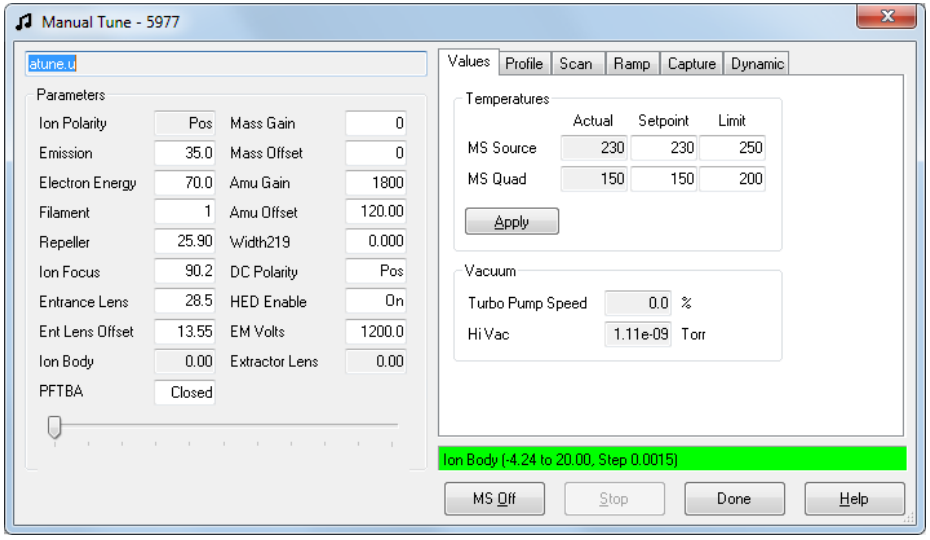
Il monitoraggio della pressione richiede un misuratore di vuoto Micro-Ion G3397A opzionale.

AVVISO

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

Procedura

1. Avviare e mettere a vuoto l'MSD ("Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90).
2. Nella vista Tune and Vacuum Control, selezionare **Turn Vacuum Gauge on/off** dal menu **Vacuum**.
3. Selezionare **Manual Tune** dal menu **Parameters** per visualizzare la finestra di dialogo Manual Tune.
4. Selezionare la scheda **Values** per visualizzare il valore HiVac.



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

Tabella 13 Lettura del vacuometro a ionizzazione

Velocità di flusso colonna, mL/min	Lettura misuratore opzionale, TorrPompa turbo *ad alta efficienza*	Lettura misuratore, Torrpompa *a diffusione*	Lettura principale, Torrpompa *a diffusione*
0.5	3,18E–06	2,18E–05	34.7
0.7	4,42E–06	2,59E–05	39.4
1	6,26E–06	3,66E–05	52.86
1.2	7,33E–06	4,46E–05	60.866
2	1,24E–05	7,33E–05	91.784
3	1,86E–05	1,13E–04	125.76
4	2,48E–05		
6	3,75E–05		

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

Nella vista Instrument Control è possibile impostare un monitor MS per la visualizzare il valore del vuoto. È possibile leggere il vuoto spinto anche sull'LCP o dalla schermata Manual Tune.

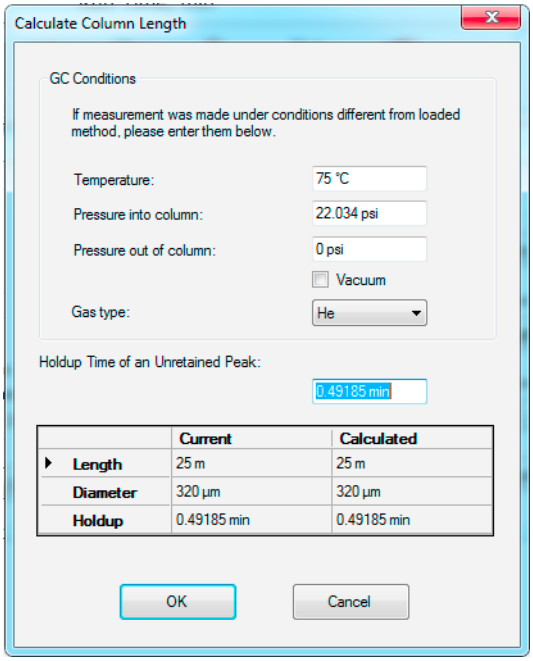
Calibrare la velocità lineare del flusso della colonna

Le colonne capillari devono essere calibrate prima di essere utilizzate con l'MS.

Procedura

1. Impostare Data Acquisition per gli iniettori manuali splitless e impostare un tracciato in tempo reale per visualizzare *m/z* 28.
2. Premere **[Prep Run]** sul tastierino del GC.
3. Iniettare 1 µL di aria nell'iniettore GC e premere **[Start Run]**
4. Attendere finché non viene eluito un picco a *m/z* 28. Notare il tempo di ritenzione.
5. Nella vista **Instrument Control**, selezionare **GC Parameters** dal menu**Instrument**.
6. Selezionare la scheda **Configuration** , quindi scegliere la scheda **Columns**.
7. Selezionare la colonna installata dalla tabella.
8. Fare clic sul pulsante **Calibrate** per visualizzare la finestra di dialogo **Calibrate Column**.

9 Premere il pulsante **Calc Length** nella sezione **If unretained peak holdup time is known** per visualizzare la finestra **Calculate Column Length** .



10 Verificare che i parametri elencati (temperatura, pressione in entrata e in uscita e tipo di gas) siano quelli utilizzati nel metodo per determinare il tempo di tenuta. Modificare i parametri diversi da quelli usati nel metodo.

11 Inserire il tempo di ritenzione registrato nel campo **Holdup Time**. Muovere il cursore sul campo di un altro parametro. Viene visualizzata la lunghezza della colonna calibrata.

12 Fare clic su **OK** per salvare le modifiche e uscire dalla finestra di dialogo.

13 Selezionare **OK** nella finestra **Calibrate Columns** per salvare la calibrazione.

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

Calcolo della velocità lineare media

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

dove:

L = Lunghezza della colonna in metri

t = Tempo di ritenzione in secondi

Calcolo della velocità del flusso volumetrico

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

dove:

D = Diametro interno della colonna in millimetri

L = Lunghezza della colonna in metri

t = Tempo di ritenzione in minuti

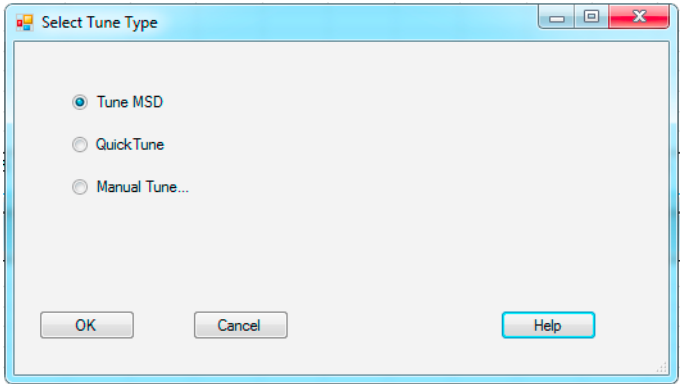
Calibrare l'MSD in modalità EI

È possibile utilizzare il pannello di controllo locale per eseguire l'autocalibrazione correntemente caricata in MassHunter. Vedere "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)" a pagina 48.

Procedura

1. Caricare il metodo che sarà utilizzato per l'acquisizione dei dati.
2. Nella vista Instrument Control, verificare che nella barra del titolo sia visualizzato il file di calibrazione corretto. Per la maggior parte delle applicazioni, ATUNE.U (**Autotune** consente di ottenere i risultati migliori. Si sconsiglia STUNE.U (**Standard Tune)** poiché potrebbe ridurre la sensibilità.
3. Per selezionare un file di calibrazione diverso, scegliere **MS Tune File** dal menu **Instrument**. Si apre la finestra di dialogo **Select Tune File**. Nell'area **Settings** vengono visualizzati i parametri importanti per il file di calibrazione selezionato.

   Il file di calibrazione deve corrispondere al tipo di sorgente ionica dell'analizzatore. Se si utilizza una sorgente ionica CI, selezionare un file di calibrazione creato per una sorgente ionica EI.
4. Fare clic sull'icona **MS Tune** per visualizzare la finestra di dialogo **Select Tune Type**.



5. Selezionare **Tune MSD** per eseguire una autocalibrazione completa oppure selezionare **Quick Tune** per regolare l'ampiezza del picco, l'asse di massa e l'abbondanza senza modificare i parametri della sorgente ionica.

6 Fare clic su **OK** per chiudere la finestra di dialogo e avviare la calibrazione. Se le temperature dell'MSD non sono stabili, sarà necessario attendere oppure selezionare **Override** per ignorare il messaggio di attesa.

7 Attendere che sia completata la calibrazione e sia stato generato il report.

8 Per valutare i risultati della calibrazione, selezionare **Evaluate Tune** dal menu **Checkout**.

Per visualizzare la cronologia dei risultati di calibrazione, nella vista Instrument Control, selezionare **Checkout>View Previous Tunes...**.

Per calibrare manualmente l'MSD o per eseguire particolari calibrazioni automatiche, dal menu **View** selezionare la vista **Tune and Vacuum Control**. Vedere i manuali e la guida in linea forniti con il software MassHunter Data Acquisition per ulteriori informazioni sulla calibrazione.

Verificare le prestazioni del sistema

Materiali richiesti

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

Verificare le prestazioni della calibrazione

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

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

Verificare le prestazioni della sensibilità

1. Impostare l'iniezione di 1 µL di OFN con l'ALS oppure manualmente.
2. Nella vista Instrument Control, selezionare **Sensitivity Check** dal menu **Checkout**. Il sistema visualizza una finestra di dialogo **Alert** per ricordare di risolvere il metodo OFN_SN e posizionare il campione OFN nella fiala 1 quando è configurato un ALS.
3. Se necessario, analizzare l'hardware con questo metodo e posizionare il campione nella posizione della fiala 1.
4. Fare clic su **OK** per eseguire il metodo.

   Al termine del metodo verrà stampato un report di valutazione.

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

Eseguire il test a massa elevata (MSD serie 5977)

Materiali richiesti

- Campione di calibrazione FHT (5188-5357)

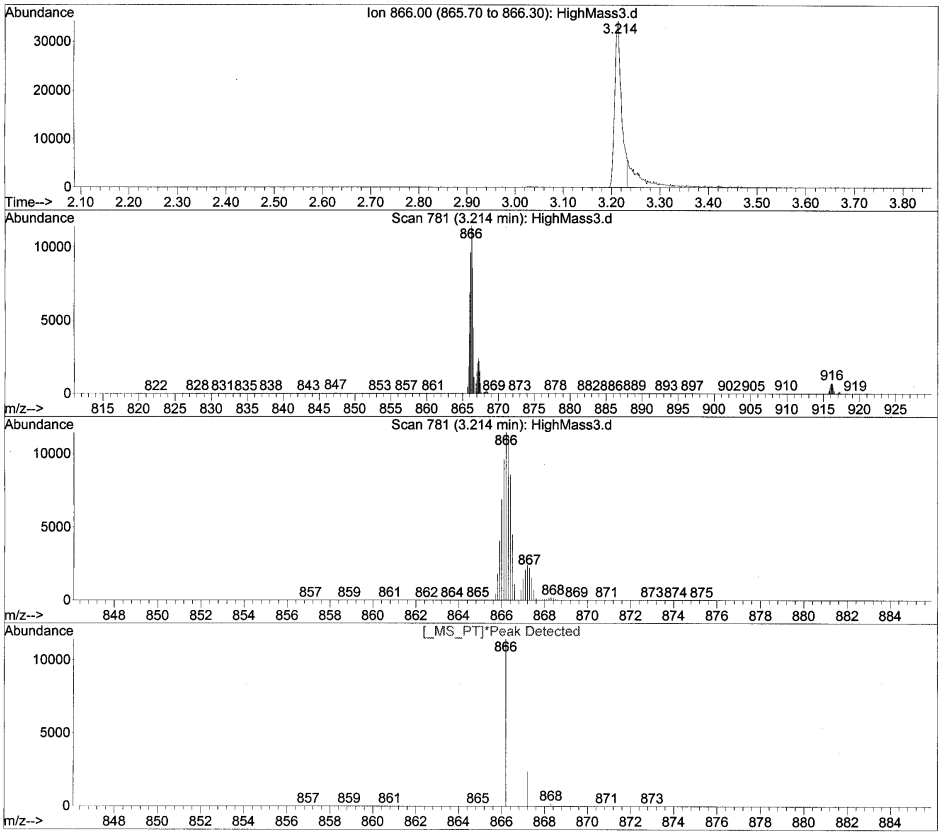
Procedura

1. Caricare il file di calibrazione ATUNE.U quindi effettuare l'autocalibrazione dell'MSD. Vedere "Calibrare l'MSD in modalità EI" a pagina 74.
2. Risolvere il metodo PFHT.M sotto x\5977\PFHT.M dove x è il numero dello strumento utilizzato.
3. Aggiornare e salvare il metodo.
4. Caricare il campione di calibrazione FHT in una fiala e collocarlo in posizione 2.
5. Nella vista Instrument Control, selezionare **High Mass Check** dal menu **Checkout**.
6. Seguire le istruzioni visualizzate.
7. L'analisi viene completata e i risultati stampati entro 5 minuti. Vedere "Report su PFHT a massa elevata" a pagina 78.

Risultati

```
                        *PFHT HIGH MASS REPORT

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



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

Figura 12 Report su PFHT a massa elevata

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

Regolazioni

1. Verificare che il file ATUNE.U sia stato caricato.
2. Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu **Instrument** per visualizzare la finestra di dialogo **Manual Tune**.
3. Selezionare la scheda **Dynamic** , quindi scegliere la sottoscheda **Amu Offset**.
4. Selezionare la casella di controllo **Enable This Lens**.
5. Immettere la correzione dinamica consigliata **Voltage (V)** e fare clic su **OK**.
6. Selezionare **Save** per salvare il valore dinamico **Amu Offset** per la massa elevata.

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

   Ogni volta che si esegue un file ATUNE.U verrà sovrascritto il valore dinamico **Amu Offset** che era stato immesso. È quindi possibile rinominare la calibrazione.
7. Fare clic su **Done** per chiudere la finestra di dialogo Manual Tune.
8. Caricare il PFHT.M e il file di calibrazione salvato, quindi salvare il metodo.
9. Analizzare nuovamente la miscela del test (ripetere il test ad elevata massa). Se la correzione è compresa entro 5 unità, non occorrono ulteriori regolazioni.

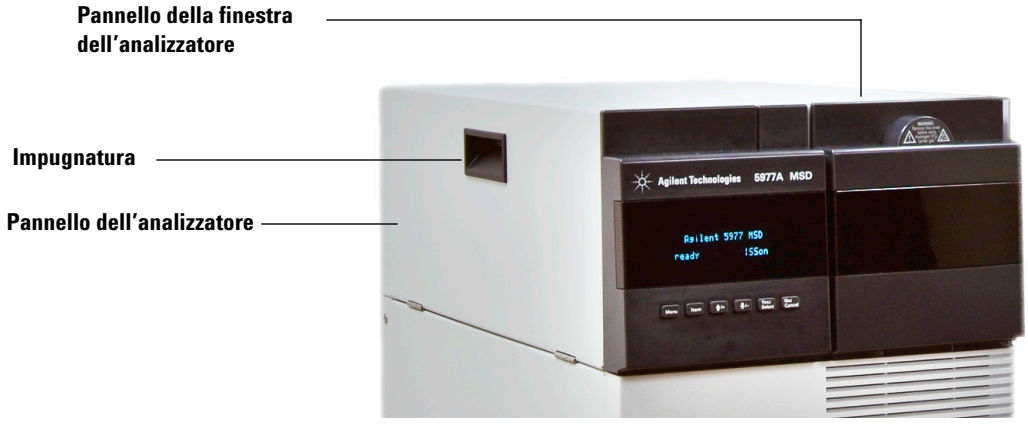
Aprire i pannelli dell'MSD

Se occorre aprire uno dei pannelli dell'MSD seguire queste procedure.

Per rimuovere il pannello della finestra dell'analizzatore

Premere l'area arrotondata sulla parte superiore della finestra. Inclinare leggermente la finestra in avanti e rimuoverla dall'MSD.

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



Aprire il pannello dell'analizzatore

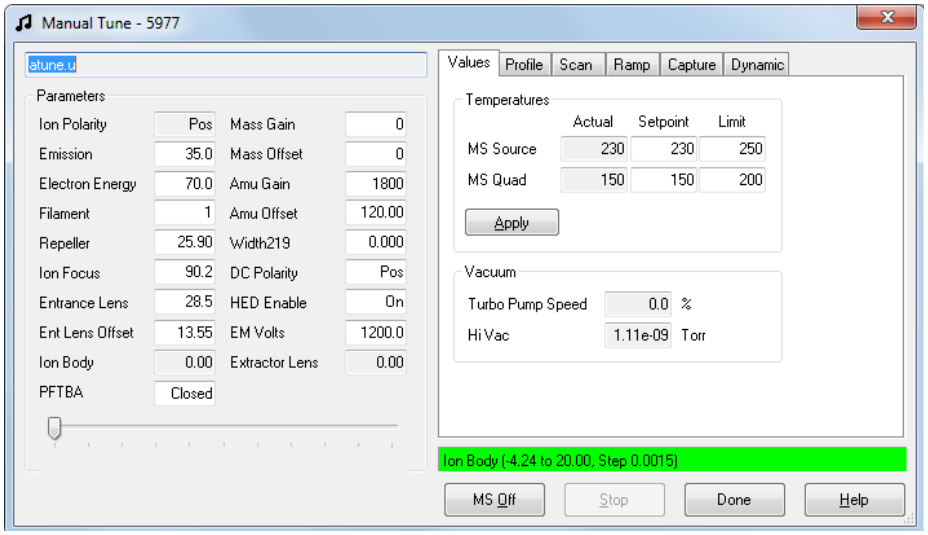
Tirare la maniglia sul lato dell'MSD verso sinistra e verso il basso per sbloccare il gancio magnetico e aprire il pannello. Il pannello è tenuto in posizione da dei cardini.

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

Ventilare l'MSD

Procedura

1. Nella vista Instrument Control, selezionare **GC Parameters** dal menu **Instrument** per visualizzare la finestra di dialogo **Manual Tune**. Selezionare **Oven** e impostare il forno sulla temperatura ambiente. Selezionare anche **Oven, Thermal Aux (MSD Transfer line, and Inlet** e impostarli sulla temperatura ambiente. Fare clic su **OK** per chiudere la finestra e inviare la temperatura al GC.
2. Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu **Instrument** per visualizzare la finestra di dialogo **Manual Tune**.
3. Selezionare la scheda **Values** per impostare la sorgente MS e il quadrupolo MS sulla temperatura ambiente e fare clic su **Apply** per scaricare le impostazioni sull'MSD.

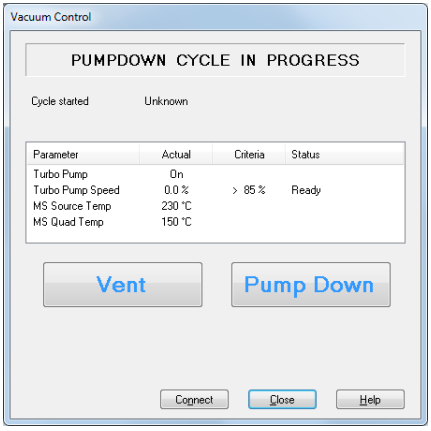


AVVISO

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

ATTENZIONE Per non danneggiare la colonna, prima di chiudere il flusso del gas di trasporto, assicurarsi che il forno del GC e l'interfaccia GC/MSD siano freddi.

4 Nella finestra **Manual Tune**, selezionare la scheda **Vacuum Control**.

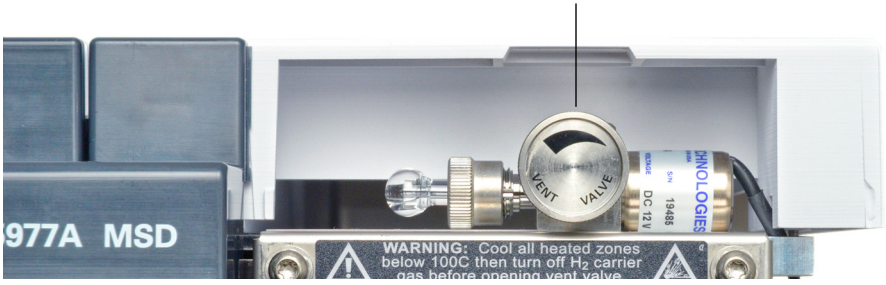


5 Rimuovere il pannello della finestra dell'analizzatore (vedere "Aprire i pannelli dell'MSD" a pagina 80)

6 Fare clic su **Vent** affinché l'MSD si spegni automaticamente. Seguire le istruzioni visualizzate.

7 Alla richiesta del sistema, ruotare la manopola della valvola di ventilazione in senso antiorario *solo* per ¾ di giro o finché non si sente il sibilo dell'aria che fluisce nella camera dell'analizzatore.

Manopola della valvola di ventilazione



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

Aprire la camera dell'analizzatore

Materiali richiesti

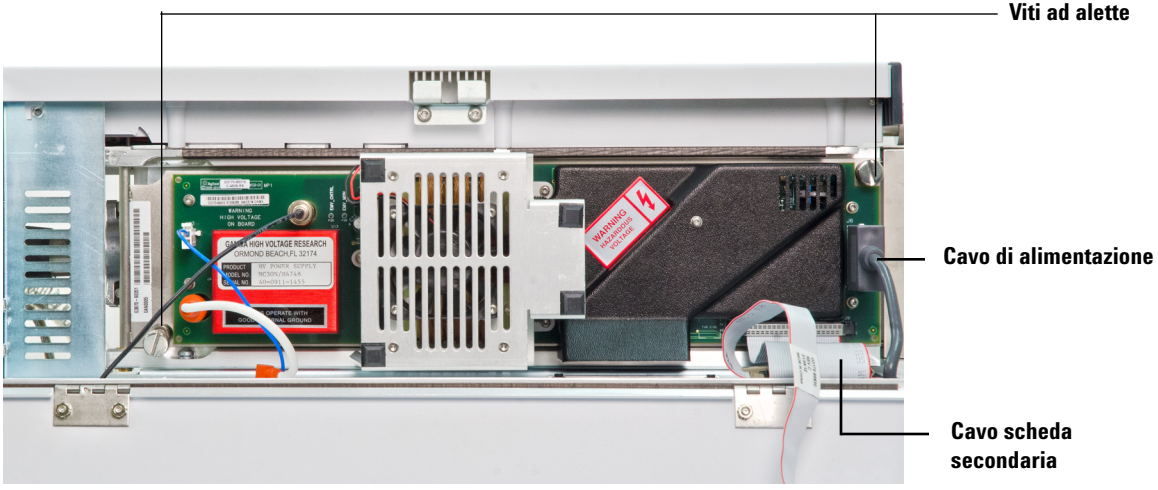
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Bracciale, antistatico
  - Piccolo (9300-0969)
  - Medio (9300-1257)
  - Grande (9300-0970)

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche (vedere pagina 132) prima di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura

1 Ventilare l'MSD (vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81).

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



3 Allentare le viti ad alette della piastra laterale se sono strette.

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

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

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

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

4 Rimuovere *con delicatezza* la piastra laterale.



Chiudere la camera dell'analizzatore

Materiali richiesti



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

Procedura

1 Accertarsi che tutti i fili elettrici siano collegati correttamente. Il cablaggio è lo stesso per le sorgenti EI e CI standard. La sorgente EI Extractor utilizza un altro filo di collegamento alle lenti di estrazione.

Il cablaggio è descritto nella Tabella 14 e illustrato nella Figura 13 a pagina 87 e nella Figura 14 a pagina 88. Il termine "scheda" nella tabella si riferisce alla scheda di passacavi che si trova vicino alla sorgente ionica.

Tabella 14 Cablaggi dell'analizzatore

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

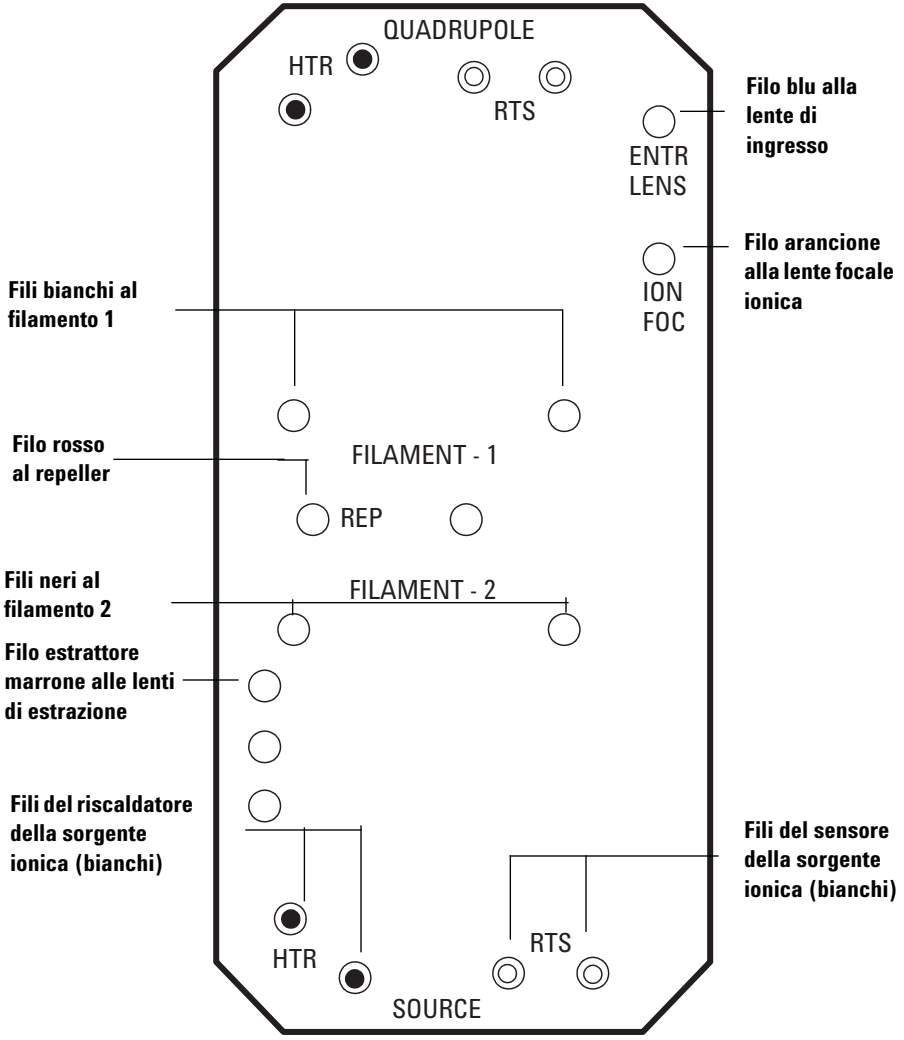


Figura 13 Cablaggio della scheda passacavi

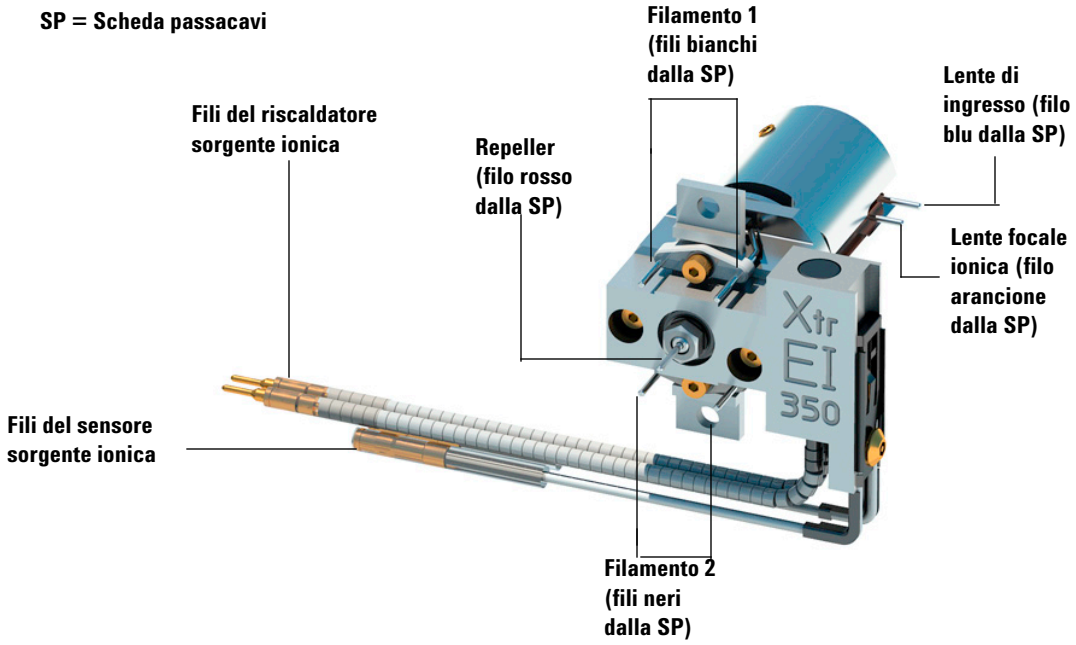


Figura 14 Cablaggio della sorgente ionica

Controllare la guarnizione O-ring della piastra laterale. Accertarsi che la guarnizione O-ring abbia un rivestimento ***molto*** leggero di grasso Apiezon L a vuoto spinto. Se la guarnizione O-ring è molto secca potrebbe non sigillare perfettamente, se ha un aspetto lucido significa che il grasso è in eccesso per istruzioni sulla lubrificazione, consultare il manuale 5977 MSD Maintenance and Troubleshooting.

2 Chiudere la piastra laterale.

3 Ricollegare i cavi di controllo della scheda laterale.

4 Accertarsi che la valvola di ventilazione sia chiusa.

5 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90.

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

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

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

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

Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI

È possibile eseguire questa operazione anche dal pannello di controllo locale. Vedere "Gestione dell'MSD dal pannello di controllo locale (LCP)" a pagina 48.

AVVISO

Accertarsi che l'MSD soddisfi tutte le condizioni elencate nell'introduzione a questo capitolo (pagina 55) prima di avviare la procedura di messa a vuoto dell'MSD. In caso contrario, si corre il pericolo di lesioni personali.

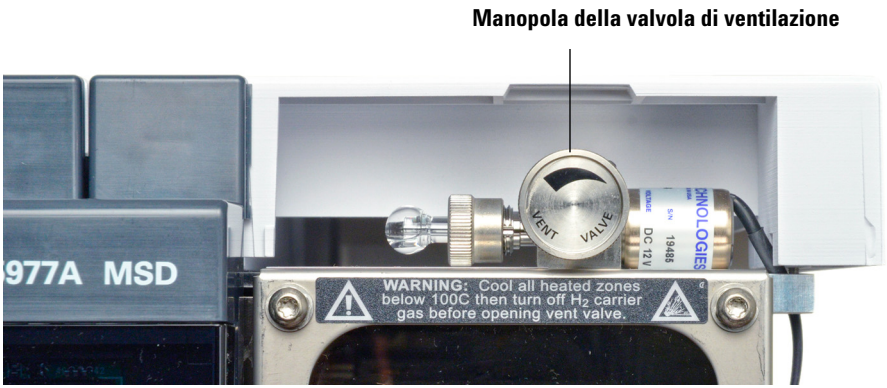
AVVISO

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

Procedura

1 Rimuovere il pannello della finestra dell'analizzatore (vedere "Aprire i pannelli dell'MSD" a pagina 80)

2 Chiudere la valvola di ventilazione ruotando la manopola in senso orario.



3 Inserire il cavo di alimentazione dell'MSD.

4 Premere il pulsante di accensione sul pannello frontale dell'MSD.

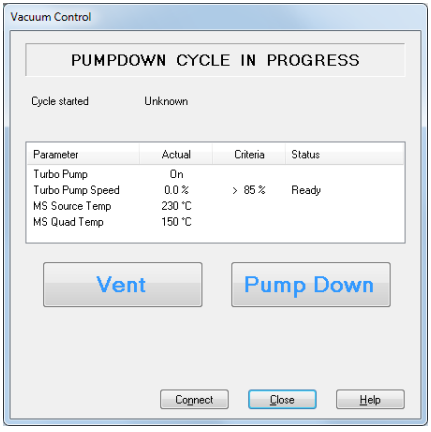
5 Esercitare una leggera pressione sulla scheda laterale per verificare che sia correttamente sigillata. Premere la scatola metallica sulla scheda laterale.

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

6 Avviare il programma MassHunter Data Analysis.

7 Nella vista Instrument Control, selezionare **Edit Tune Parameters** dal menu **Instrument** per visualizzare la finestra di dialogo **Manual Tune**.

8 Nella finestra **Manual Tune**, selezionare la scheda **Vacuum Control**.



9 Selezionare **Pump Down** nella scheda **Vacuum** e seguire i messaggi.

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

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

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

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

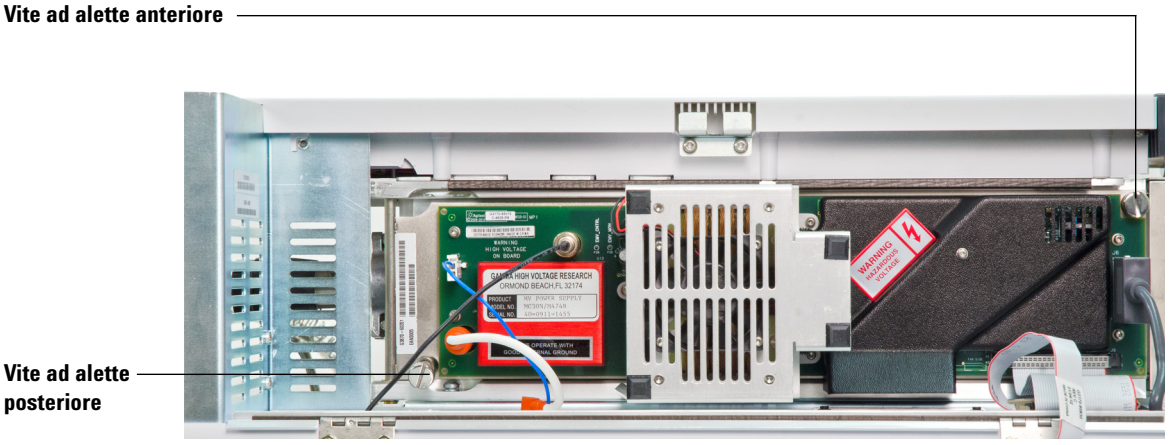
Spostare o immagazzinare l'MSD

Materiali richiesti

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

Procedura

1. Ventilare l'MSD ("Ventilare l'MSD" a pagina 81).
2. Rimuovere la colonna e installare una boccola vuota e il dado dell'interfaccia.
3. Stringere la valvola di ventilazione.
4. Togliere l'MSD dal GC (consultare il manuale 5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance).
5. Scollegare il cavo del riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD dal GC.
6. Aprire il pannello dell'analizzatore ("Aprire i pannelli dell'MSD" a pagina 80).
7. Stringere manualmente le viti ad alette della piastra laterale.



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

8 Inserire il cavo di alimentazione dell'MSD.

9 Accendere l'MSD per ottenere una certa condizione di vuoto. Verificare che la velocità della pompa turbo sia superiore al 50% o che la pressione della pompa principale sia ~1 Torr.

10 Spegnere l'MSD.

11 Chiudere il pannello dell'analizzatore.

12 Disconnettere i cavi di LAN, connessione remota e alimentazione.

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

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

4
Funzionamento in modalità CI (a ionizzazione chimica)

Indicazioni generali 96
Interfaccia GC/MSD CI 97
Autocalibrazione CI 99
Funzionamento dell'MSD CI 101
Passare dalla sorgente EI standard o inerte alla sorgente CI 102
Passare dalla sorgente Extractor EI alla sorgente CI 103
Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI 104
Impostare il software per il funzionamento CI 105
Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente 107
Impostare il flusso del gas reagente metano 110
Utilizzare altri gas reagenti 113
Passare dalla sorgente Ci alla sorgente EI standard o inerte 117
Passare dalla sorgente CI alla sorgente Extractor EI 118
Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano) 119
Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano) 121
Verificare le prestazioni PCI 123
Verificare le prestazioni NCI 124
Monitorare la pressione del vuoto spinto in modalità CI 125

Questo capitolo fornisce informazioni e istruzioni per il funzionamento degli MSD CI serie 5977 in modalità CI, ovvero a ionizzazione chimica. La maggior parte delle informazioni fornite nel capitolo precedente sono ancora pertinenti.

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

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

Indicazioni generali

- Utilizzare sempre metano purissimo (e gli altri gas reagenti, se possibile). Il metano deve essere puro almeno al 99.9995%.
- Verificare sempre che l'MSD funzioni perfettamente in modalità EI prima di passare alla modalità CI. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema" a pagina 76.
- Accertarsi che la sorgente ionica CI e la guarnizione dell'interfaccia GC/MSD siano installate.
- Controllare che non vi siano perdite dai tubi del gas reagente. Tale verifica è effettuata in modalità PCI, controllando che vi sia *m/z* 32 dopo la pre-calibrazione del metano.
- Verificare che il tubo dell'iniettore del gas reagente sia dotato di purificatori del gas (non applicabili per l'ammoniaca).

Interfaccia GC/MSD CI

L'interfaccia GC/MSD CI (Figura 15) è un condotto riscaldato nell'MSD per la colonna capillare. È fissato al lato destro della camera dell'analizzatore con una guarnizione O-ring ed è dotato di un coperchio di protezione che deve essere lasciato al suo posto.

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

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

L'interfaccia GC/MSD è riscaldata da un riscaldatore a cartuccia elettrico. Normalmente, il riscaldatore è alimentato e controllato dalla zona riscaldata Thermal Aux#2 del GC. La temperatura dell'interfaccia può essere impostata da MassHunter Data Acquisition o dal gascromatografo. Un sensore (termocoppia) nell'interfaccia controlla la temperatura.

Questa interfaccia è utilizzata anche per il funzionamento EI negli MDS CI. La guarnizione di isolamento CI, necessaria per il funzionamento CI, non deve essere rimossa se è in uso la sorgente EI Extractor. Viene semplicemente sostituita con la sorgente EI standard o inerte.

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

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

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

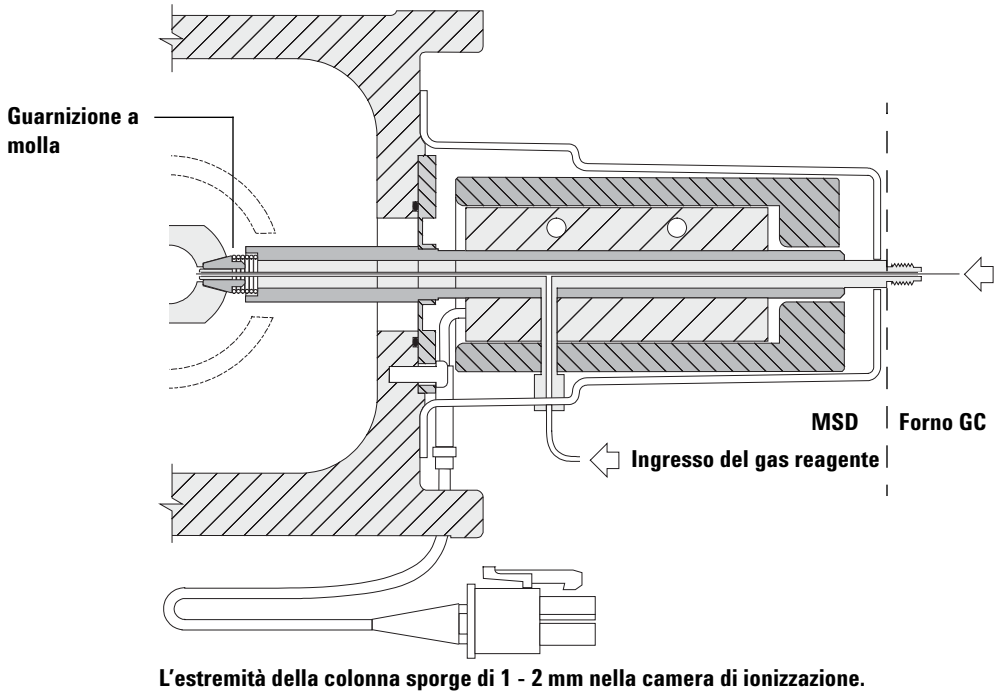


Figura 15 L'interfaccia GC/MSD CI

Vedere anche

"Installare una colonna capillare nell'interfaccia GC/MS" a pagina 40.

Autocalibrazione CI

Dopo aver eseguito la regolazione del flusso del gas reagente, è necessario calibrare le lenti e l'elettronica dell'MSD. Vedere "Impostazioni dei gas reagenti" a pagina 100. Il calibrante utilizzato è il perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxidodecane (PFDTD). Invece di riempire interamente la camera a vuoto, il PFDTD viene introdotto direttamente nella camera di ionizzazione attraverso l'interfaccia GC/MSD per mezzo del modulo di controllo del flusso di gas.

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

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

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

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

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema" a pagina 76. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Tabella 15 Impostazioni dei gas reagenti

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

N/D Non disponibile

Funzionamento dell'MSD CI

Il funzionamento dell'MSD in modalità CI è leggermente più complesso rispetto alla modalità EI. Dopo la calibrazione, il flusso del gas, la temperatura della sorgente (Tabella 16) e l'energia degli elettroni potrebbero richiedere un'ulteriore ottimizzazione in funzione dell'analita specifico.

Tabella 16 Temperature per il funzionamento CI

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

Avvio del sistema in modalità PCI

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

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

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

A seconda dell'applicazione, utilizzare una delle seguenti velocità di flusso del gas reagente all'avvio del sistema:

- Modalità PCI - flusso gas reagente su 20 (1 mL/min)
- Modalità NCI - flusso gas reagente su 40 (2 mL/min)

Passare dalla sorgente EI standard o inerte alla sorgente CI

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

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

Procedura

1. Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81.
2. Aprire l'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.
3. Rimuovere la sorgente ionica EI. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica EI" a pagina 136.

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

4. Installare la sorgente ionica CI. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica CI" a pagina 165.
5. Installare la guarnizione dell'interfaccia CI/Xtr (p/n G1999-60412). Vedere "Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr" a pagina 163.
6. Chiudere l'analizzatore. Vedere "Chiudere la camera dell'analizzatore" a pagina 86
7. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI" a pagina 104.

Passare dalla sorgente Extractor EI alla sorgente CI

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

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

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra. Vedere "Scarica elettrostatica" a pagina 132. Adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura

1. Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81.
2. Aprire l'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84
3. Rimuovere la sorgente ionica Extractor EI. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica EI" a pagina 136.
4. Rimuovere il filo di estrazione marrone dalla scheda passante e posizionarlo insieme alla sorgente Extractor EI. Vedere Figura 13 a pagina 87
5. Installare la sorgente ionica CI. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica CI" a pagina 165.
6. Chiudere l'analizzatore. Vedere "Chiudere la camera dell'analizzatore" a pagina 86
7. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI" a pagina 104.

Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI

Questa procedura considera l'ipotesi che lo per lo strumento si esegua una calibrazione PCI con il metano un volta che il sistema è stabile.

Procedura

1 Seguire le istruzioni per l'MSD EI. Vedere"Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90.

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

2 Nella finestra di dialogo **Manual Tune** fare clic sulla scheda **Values** per controllare che il valore della pressione scenda (se misuratore Hi-Vac installato).

3 Nella finestra **Manual Tune** selezionare la scheda **CI Gas** , quindi nell'area **Valve Settings**, chiudere **Gas Valve A**, **Gas Valve B** e **ShutOff Valve**.

4 Verificare che il file **PCICH4.U** sia caricato (in alto a sinistra della finestra **Manual Tune**) e fare selezionare la scheda **Values** per accettare i valori di regolazione della temperatura.

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

5 Impostare l'interfaccia GC/MSD a 280 °C.

6 Impostare **Gas A (methane)** al 20%.

7 Lasciar degassare e spurgare il sistema per almeno 2 ore. Se si intende passare al funzionamento NCI, per migliore sensibilità, lasciar degassare l'MSD per una notte.

Impostare il software per il funzionamento CI

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni del GC/MS in modalità EI prima di passare al funzionamento CI.

Procedura

1 Dalla vista **Tune and Vacuum Control**, selezionare **Load Tune Parameters** dal menu **File** e caricare il file di calibrazione **PCICH4.U**.

2 Se non è mai stata eseguita l'autocalibrazione CI per questo file di calibrazione, il sistema visualizzerà una serie di finestre di dialogo. *Accettare i valori predefiniti a meno che non si abbiano motivi ben fondati per modificarli.*

I valori di calibrazione hanno un notevole impatto sulle prestazioni dell'MSD. Iniziare sempre con i valori predefiniti quando si imposta per la prima volta la modalità CI, quindi effettuare le regolazioni richieste dalle applicazioni specifiche. Vedere la Tabella 17 per i valori predefiniti della finestra Tune Control Limits. Questi limiti sono utilizzato soltanto nell'autocalibrazione. *Non* devono essere confusi con i parametri impostati Edit MS Parameters o con quelli presenti nel report sulla calibrazione.

Tabella 17 Limiti di controllo predefiniti della calibrazione, utilizzati solo nell'autocalibrazione CI

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

Note per la Tabella 17:

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

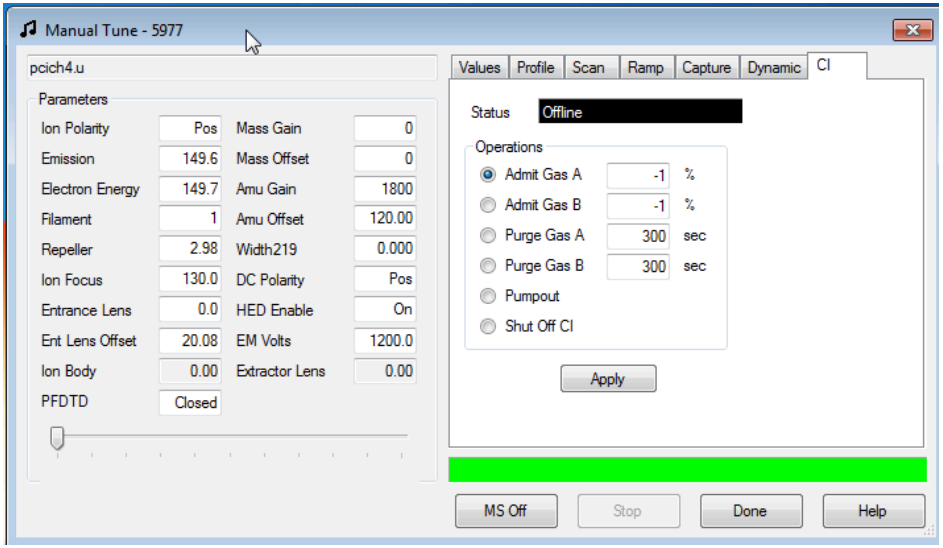
Utilizzare il modulo di controllo del flusso di gas reagente

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

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

Procedura

1 Nella finestra **Manual Tune** , selezionare la scheda **CI Gas** per accedere alle impostazioni del parametro per il controllo del flusso del gas CI.



2 Nell'area **Valve Settings** , selezionare un gas reagente dal file di calibrazione corrente. Dopo aver selezionato **Gas A Valve** o **Gas B Valve**, viene visualizzata la valvola del gas **A** o **B** nel campo **Gas** e il nome del gas nel campo **Gas Name**.

Il sistema svuota i tubi del gas per 6 minuti, quindi attiva il gas selezionato (A o B). L'operazione serve a ridurre il mix di gas nei tubi.

3 Inserire il valore di regolazione del flusso del gas reagente nel campo **Flow**. Tale valore viene inserito sotto forma di percentuale della velocità del flusso massimo. Si consiglia 20% per una sorgente PCI e 40% per una sorgente NCI.

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

4 Per avviare il flusso del gas reagente, selezionare **Shutoff Valve**.

   Il sistema disattiva il flusso del gas presente e lascia aperta la valvola di blocco (Figura 16). L'operazione serve a rimuovere qualsiasi residuo di gas nei tubi. Il tempo normale di evacuazione sono 6 minuti, trascorsi i quali la valvola di blocco si chiude.

Il modulo di controllo del flusso

Il modulo di controllo del flusso di gas reagente CI regola il flusso del gas reagente nell'interfaccia GC/MSD CI. Il modulo di flusso è composto da un controller del flusso di massa (MFC), le valvole di selezione del gas, la valvola di calibrazione CI, la valvola di blocco, i circuiti elettronici di controllo e le tubazioni. Vedere Figura 16 e Tabella 18 a pagina 112.

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

La valvola di blocco impedisce la contaminazione del modulo di controllo del flusso da parte dell'atmosfera mentre l'MSD viene ventilato o da parte dell'PFTBA durante il funzionamento EI.

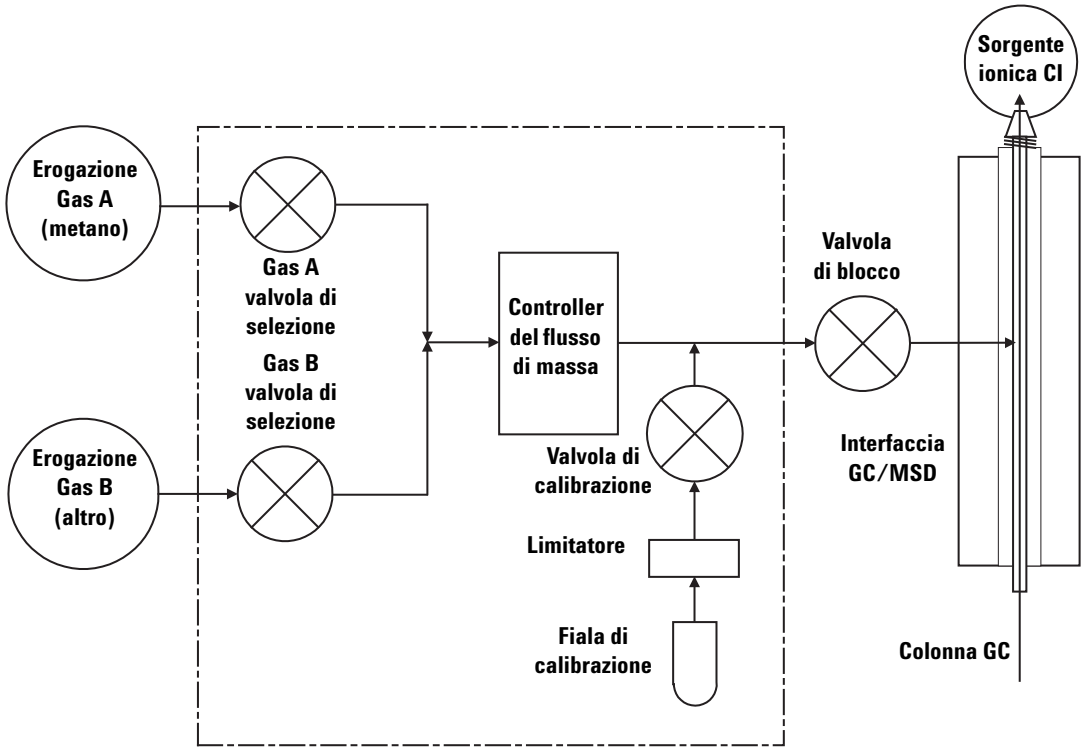


Figura 16 Schema del modulo di controllo del flusso di gas reagente

Tabella 18 Diagramma dello stato del modulo di controllo del flusso

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

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

Impostare il flusso del gas reagente metano

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

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

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

Procedura

1. Utilizzando una sorgente EI, eseguire l'autocalibrazione standard, salvare il report e prendere nota della pressione riportata. Vedere "Calibrare l'MSD in modalità EI" a pagina 74.
2. Sfiatare il sistema. Vedere "Ventilazione dell'MSD" a pagina 59.
3. Installare la sorgente CI. "Rimuovere la sorgente ionica CI" a pagina 165.
4. Pompare il sistema. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI" a pagina 104.
5. Attendere che la pressione si avvicina al valore registrato precedentemente con l'autocalibrazione EI. Vedere "Monitorare la pressione del vuoto spinto in modalità CI" a pagina 125.
6. Selezionare **Bake out MSD** dal menu **Execute** nella vista Manual Tune per visualizzare la finestra **Specify Bake Out parameters**. Impostare l'operazione per almeno 2 ore, regolare gli altri parametri e fare clic su **OK** per degassare il sistema.

ATTENZIONE

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

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

---

7 Selezionare **Methane Pretune** dal menu Setup e seguire i messaggi. Consultare la Guida in linea di massHunter per ulteriori informazioni.

La precalibrazione del metano regola lo strumento per consentire un monitoraggio ottimale del rapporto di ioni del reagente metano *m/z* 28/27.

8 Esaminare la scansione visualizzata del profilo degli ioni del reagente.

- Accertarsi che non vi sia alcun picco visibile a *m/z* 32. Un picco in corrispondenza di tale valore indica una fuoriuscita d'aria. Riparare la perdita prima di procedere. Il funzionamento in modalità CI in presenza di una fuoriuscita d'aria comporta la rapida contaminazione della sorgente ionica.
- Il picco a 19 *m/z* (acqua protonata) è inferiore del 50% al picco a 17 *m/z* .

9 Alla richiesta del sistema, fare clic su **OK** per regolare il flusso del metano.

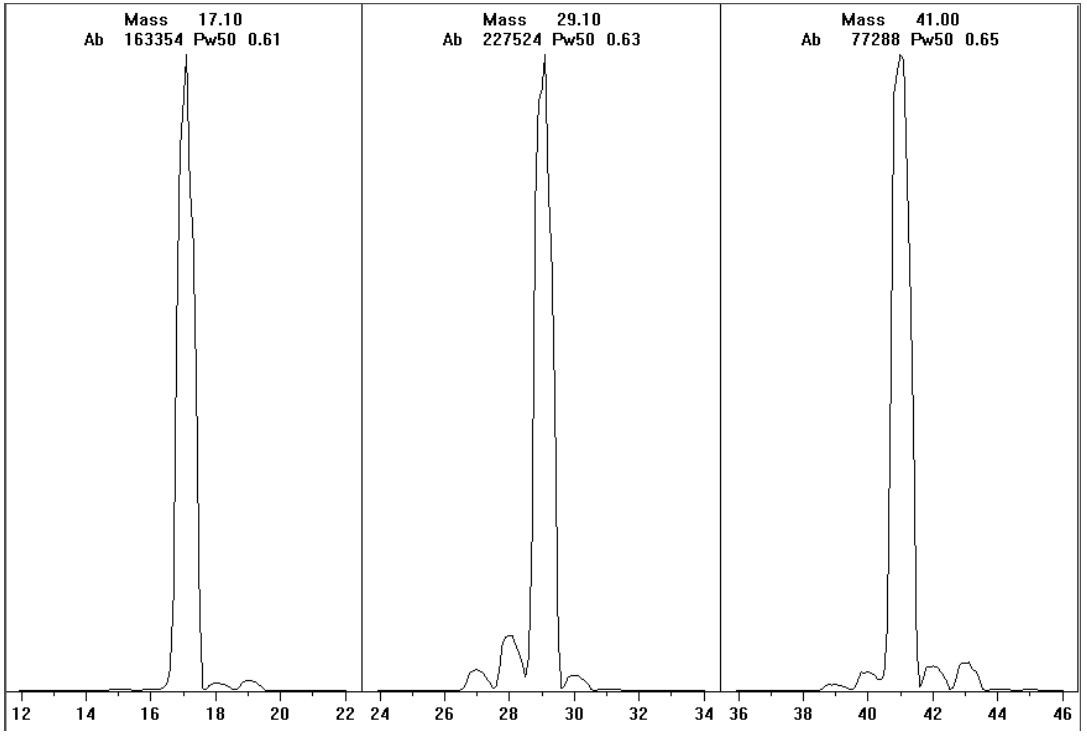


Figura 17 Scansioni di ioni reagenti dopo aver degassato a lungo il sistema

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

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

Utilizzare altri gas reagenti

Questa sezione descrive l'utilizzo di isobutano o ammoniaca come gas reagente. Prima di cercare di utilizzare altri gas reagenti è necessario avere acquisito familiarità con l'MSD serie 5977 equipaggiato CI con il metano come gas reagente.

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

Se si cambia il gas reagente dal metano all'isobutano o all'ammoniaca si cambia anche la chimica del processo di ionizzazione e le rese dei vari ioni. Nella 5977 Concepts Guide è fornita una descrizione generale delle principali reazioni di ionizzazione chimica incontrate. Se non si ha esperienza di ionizzazione chimica si suggerisce di consultare quella parte prima di procedere.

ATTENZIONE Non tutte le operazioni di impostazione possono essere eseguite in tutte le modalità con tutti i gas reagenti. Per maggiori dettagli consultare Tabella 19.

Tabella 19 Gas reagenti

Gas reagente/modalità	Masse degli ioni reagenti	PFDTD Ioni calibranti	Flusso ioni reg.: Rapporto Pompa turbo ad alta efficienza EI/PCI/NCI MSD Flusso consigliato: 20% PCI 40% NCI
Metano/PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
Metano/NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/D
Isobutano/PCI	39, 43, 57	N/D	57/43: 5.0 – 30.0
Isobutano/NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/D
Ammoniaca/PCI	18, 35, 52	N/D	35/18: 0.1 – 1.0
Ammoniaca/NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/D

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

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

CI con isobutano

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

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

CI con ammoniaca

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

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

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

Procedura

1 Eseguire un'autocalibrazione PCI standard con metano e PFDTD. Vedere "Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano)" a pagina 119.

2 Nella vista Tune and Vacuum Control del menu **Tune**, fare clic su **Tune Wizard** e alla richiesta, selezionare **Isobutane** o **Ammonia**. Il menu verrà modificato in funzione del gas selezionato, quindi scegliere gli opportuni parametri di calibrazione predefiniti.

3 Alla richiesta del sistema, selezionare **Gas B** (porta in cui viene introdotto isobutano o ammoniaca). Seguire le richieste della procedura di calibrazione guidata, quindi impostare il flusso di gas sul 20%.

   Se si utilizza un file di calibrazione già esistente, assicurarsi di salvarlo con un nuovo nome se non si vogliono sovrascrivere i valori esistenti. Accettare la temperatura e le altre impostazioni predefinite.

4 Fare clic su **Isobutane** (o **Ammonia**) **Flow Adjust** nel menu **Execute**.

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

Se si desidera eseguire una NCI con isobutano o ammoniaca, caricare il file **NCICH4.U** o un file di calibrazione NCI esistente per il gas specifico. Per ulteriori informazioni sul funzionamento CI con l'ammoniaca, consultare la nota applicativa Agilent "Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs" (5989-5170EN).

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

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

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

L'ammoniaca tende a consumare i fluidi e le guarnizioni della pompa a vuoto. La CI con ammoniaca rende necessari interventi più frequenti di manutenzione del sistema (vedere il manuale *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance*).

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

CI con anidride carbonica

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

Passare dalla sorgente Ci alla sorgente EI standard o inerte

Procedura

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

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore. Vedere "Scarica elettrostatica" a pagina 132.

1. Dalla vista Tune and Vacuum Control, ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81. Il sistema richiederà di eseguire le opportune operazioni.
2. Aprire l'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.
3. Rimuovere la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr. Vedere "Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr" a pagina 163.
4. Installare la sorgente ionica EI. Vedere "Installare la sorgente ionica EI" a pagina 158.
5. Collocare la sorgente ionica CI e la guarnizione di isolamento dell'interfaccia nella scatola di immagazzinaggio della sorgente ionica.
6. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90.
7. Caricare il file di calibrazione EI.

Passare dalla sorgente CI alla sorgente Extractor EI

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

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

Procedura

1. Dalla vista Tune and Vacuum Control, ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81. Il sistema richiederà di eseguire le opportune operazioni.
2. Aprire l'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.
3. Rimuovere la sorgente ionica CI. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica CI" a pagina 165. Non è necessario rimuovere la guarnizione di isolamento, come nella sorgente EI standard o inerte. La guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI si adatterà alla sorgente Extractor EI.
4. Installare la sorgente Xtr EI. Vedere "Installare la sorgente ionica EI" a pagina 158.
5. Individuare il filo di estrazione marrone e collegarlo alle lenti di estrazione e alla scheda della sorgente.
6. Sistemare la sorgente ionica CI nella sua scatola.
7. Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90.
8. Caricare il file di calibrazione EI.

Eseguire un'autocalibrazione PCI (solo metano)

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

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

Procedura

1. Verificare prima che l'MSD funzioni correttamente in modalità EI. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema" a pagina 76.
2. Caricare il file di calibrazione **PCICH4.U** o un file di calibrazione esistente per il gas reagente utilizzato.

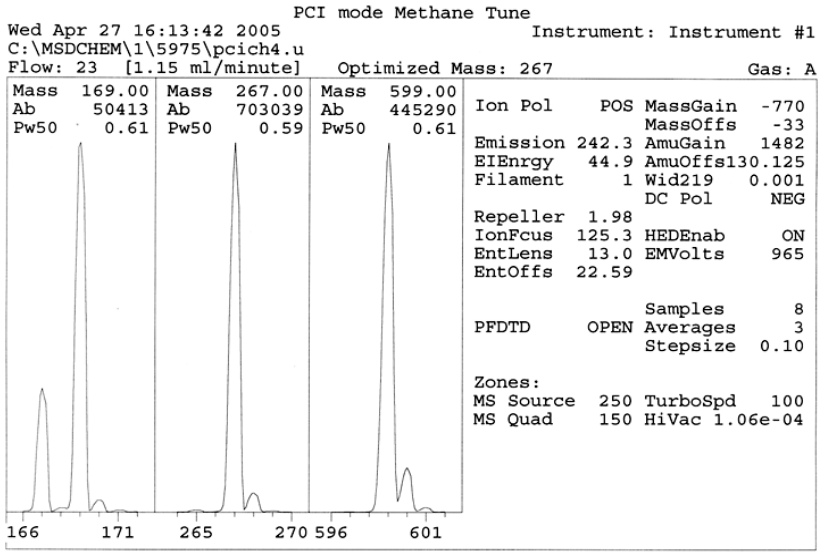
   Se si utilizza un file di calibrazione già esistente, assicurarsi di salvarlo con un nuovo nome se non si vogliono sovrascrivere i valori esistenti.
3. Accettare le impostazioni predefinite.
4. Eseguire l'impostazione con il metano. Vedere "Impostare il flusso del gas reagente metano" a pagina 110.
5. Nel menu **Tune**, fare clic su **CI Autotune**.

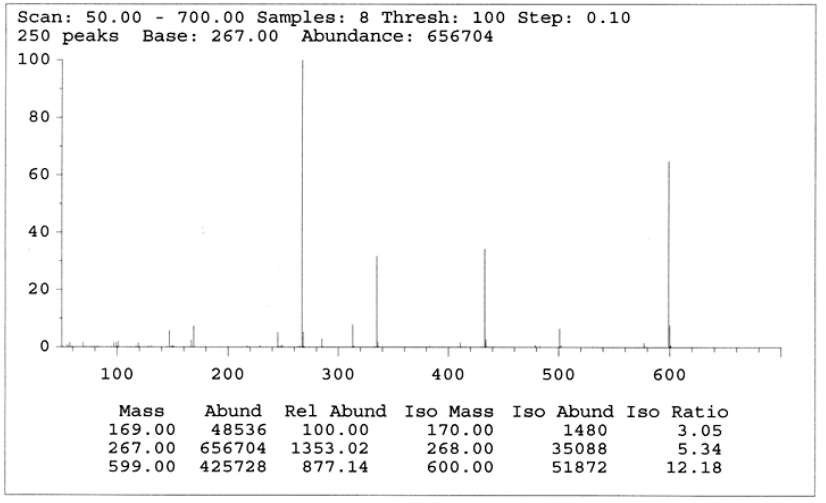
Non vi sono criteri riguardanti le prestazioni della calibrazione, se l'autocalibrazione viene completata, significa che ha avuto esito positivo (Figura 18). Tuttavia, se la calibrazione imposta la tensione dell'elettromoltiplicatore (EMVolt) a o sopra 2600 V, potrebbe non essere possibile acquisire i dati correttamente se il metodo richiede di impostare il valore di EMVolt a "+400" o superiore.

Il report sull'autocalibrazione contiene informazioni relative all'aria e all'acqua presente nel sistema. Vedere il"Report di autocalibrazione PCI" a pagina 120.

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

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





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

Figura 18 Report di autocalibrazione PCI

Eseguire un'autocalibrazione NCI (gas reagente metano)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema" a pagina 76. Impostare sempre l'MSD CI nella PCI utilizzando prima il metano come gas reagente, anche se si intende utilizzare un altro gas reagente o passare alla modalità NCI.

Procedura

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

   Accettare la temperatura e le altre impostazioni predefinite.

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

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

Non vi sono criteri riguardanti le prestazioni della calibrazione, se l'autocalibrazione viene completata, significa che ha avuto esito positivo (Figura 19). Tuttavia, se la calibrazione imposta la tensione dell'elettromoltiplicatore (EMVolt) a o sopra 2600 V, potrebbe non essere possibile acquisire i dati correttamente se il metodo richiede di impostare il valore di EMVolt a "+400" o superiore.

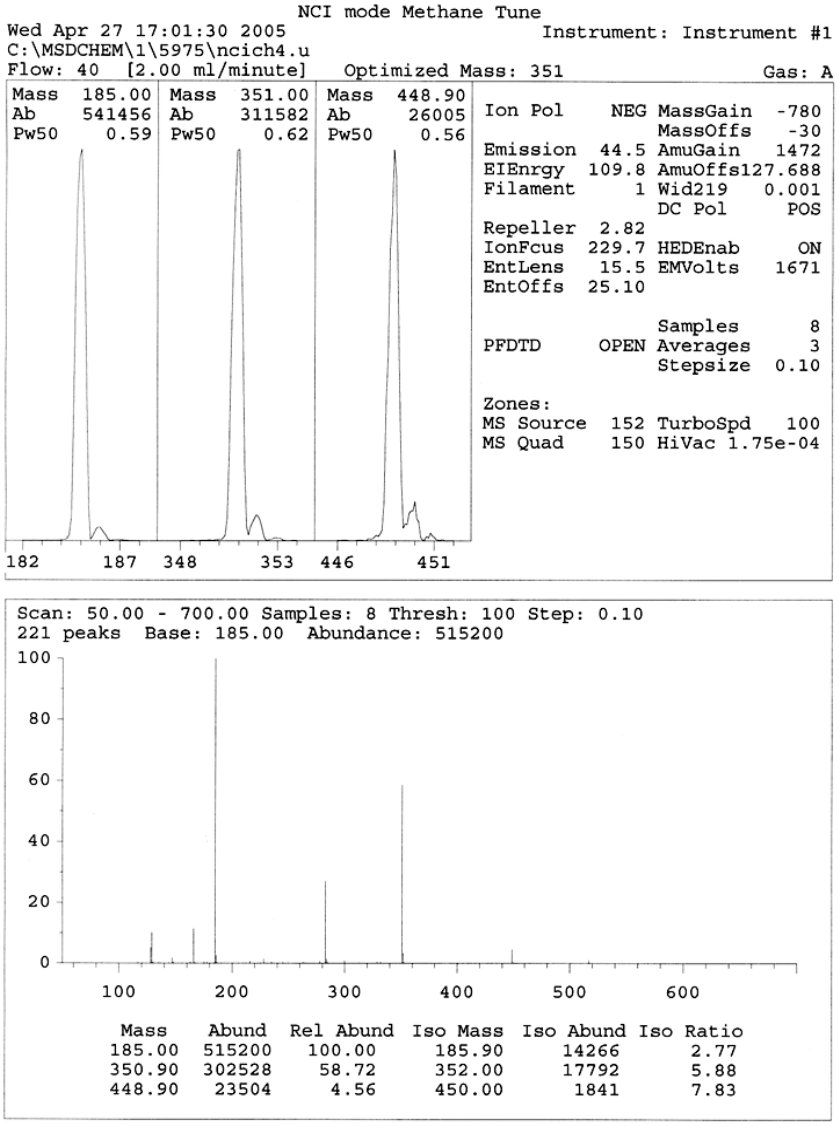


Figura 19 Autocalibrazione NCI

Verificare le prestazioni PCI

Materiali richiesti

- Benzofenone, 100 pg/µL (8500-5440)

ATTENZIONE Verificare sempre le prestazioni dell'MSD in modalità EI prima di passare al funzionamento CI. Vedere pagina 76. Impostare sempre l'MSD CI in PCI prima, anche se si intende eseguire l'NCI.

Procedura

1. Verificare che l'MSD funzioni correttamente in modalità E1.
2. Verificare che sia caricato il file di calibrazione **PCICH4.U**.
3. Selezionare **Gas A** e impostare il flusso al 20%.
4. Nella vista Tune and Vacuum Control, eseguire la configurazione CI. Vedere "Passare dalla sorgente CI alla sorgente Extractor EI" a pagina 118.
5. Eseguire l'autocalibrazione CI. Vedere "Autocalibrazione CI" a pagina 99.
6. Eseguire il metodo di sensibilità PCI **BENZ_PCI.M** utilizzando 1 µL di 100 pg/µL benzofenone.
7. Verificare che il sistema sia conforme alle specifiche di sensibilità pubblicate. Le specifiche sono pubblicate nel sito Web di Agilent all'indirizzo www.agilent.com/chem.

Verificare le prestazioni NCI

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

Materiali richiesti

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

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

Procedura

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

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

Monitorare la pressione del vuoto spinto in modalità CI

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

Procedura

1. Avviare e mettere a vuoto l'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI" a pagina 104.
2. Nella vista Tune and Vacuum Control, selezionare **Turn Vacuum Gauge on/off** dal menu **Vacuum**.
3. Nella vista Instrument Control è possibile impostare un monitor MS per la lettura. È possibile leggere il vuoto spinto anche sull'LCP o dalla schermata Manual Tune.

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

La massima influenza sulla pressione operativa è data dal flusso del gas di trasporto (colonna). Nella Tabella 20 a pagina 126 sono elencate le pressioni tipiche di vari flussi del gas di trasporto elio. Le pressioni sono approssimative e variano da strumento e strumento.

Valori tipici della pressione

Utilizzare il misuratore di vuoto Micro-Ion G3397A. Si noti che il controller del flusso di massa è calibrato per il metano e che il misuratore di vuoto è calibrato per l'azoto, perciò i valori riportati non sono esatti, ma solo indicativi dei valori tipici (Tabella 20 a pagina 126). Sono stati rilevati in presenza delle seguenti condizioni. Si noti che quelle riportate sono le tipiche temperature PCI:

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

Tabella 20 Impostazioni del controller del flusso di massa e valori di pressione tipici

MFC	Pressione (Torr)	
(%)	**Metano**	**Ammoniaca**
	MSD EI/PCI/NCI (Pompa turbo ad alta efficienza)	MSD EI/PCI/NCI (Pompa turbo ad alta efficienza)
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}

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

5
Manutenzione generale

Prima di iniziare 128
Manutenzione del sistema a vuoto 133
Manutenzione dell'analizzatore 134
Rimuovere la sorgente ionica EI 136
Smontare la sorgente ionica EI standard o inerte 139
Smontare la sorgente ionica EI Extractor 142
Pulire la sorgente ionica EI 145
Montare la sorgente ionica EI standard o inerte 150
Montare la sorgente ionica EI Extractor 153
Sostituire un filamento in una sorgente EI 156
Installare la sorgente ionica EI 158
Sostituire il blocco dell'elettromoltiplicatore 159

Prima di iniziare

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

Tabella 21 Piano di manutenzione

Operazione	Ogni settimana	Ogni 6 mesi	Ogni anno	Se necessario
Calibrare l'MSD				X
Controllare il livello dell'olio della pompa principale	X			
Controllare le fiale di calibrazione		X		
Sostituire l'olio della pompa principale*		X		
Sostituire il fluido della pompa a diffusione			X	
Controllare la pompa principale a secco				X
Sostituire la guarnizione di isolamento della pompa principale a secco			X	
Sostituire il filtro di scarico della pompa principale				X
Modificare il filtro antinebbia della pompa principale DS42				X
Pulire la sorgente ionica				X
Controllare le trappole del gas di trasporto nel GC e nell'MSD				X
Sostituire le parti usurate				X
Lubrificare le guarnizioni O-ring della piastra laterale o della valvola di ventilazione†				X
Sostituire la fornitura del gas reagente CI				X
Sostituire le forniture del gas del GC				X

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

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

Piano di manutenzione

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

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

Strumenti, parti di ricambio e forniture

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

Precauzioni per l'alta tensione

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

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

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

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

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

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

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

Temperature pericolose

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

- Interfaccia GC/MSD
- Parti dell'analizzatore
- Pompe a vuoto

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

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

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

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

Residui chimici

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

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

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

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

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

Scarica elettrostatica

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

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

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

ATTENZIONE

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

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

Manutenzione del sistema a vuoto

Manutenzione periodica

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

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

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

Altre procedure

Interventi quali la sostituzione del misuratore di vuoto della pompa principale o di un misuratore di vuoto Micro-Ion devono essere eseguiti soltanto all'occorrenza. Vedere il manuale *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance* e la Guida in linea del software MassHunter Data Acquisition per i sintomi che indicano la necessità di questo tipo di intervento.

Ulteriori informazioni

Per ulteriori informazioni sulle posizioni o funzioni dei componenti del sistema a vuoto, consultare il manuale *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance*.

Molte delle procedure descritte in questo capitolo sono illustrate con video sui DVD Hardware User Information & Instrument Utilities e 5977 Series MSD User Information per Agilent GC/GCMSD.

Manutenzione dell'analizzatore

Piano di manutenzione

Nessuno dei componenti dell'analizzatore richiede una manutenzione periodica. Alcuni interventi sono tuttavia necessari nel momento in cui l'MSD lo richiede. Di seguito le attività necessarie:

- Pulizia della sorgente ionica
- Sostituzione dei filamenti
- Rimozione del blocco dell'elettromoltiplicatore

Nel manuale "Troubleshooting and Maintenance" sono disponibili informazioni per riconoscere i sintomi che suggeriscono la necessità di manutenzione dell'analizzatore. Per informazioni più dettagliate sulla risoluzione dei problemi, consultare la guida in linea del software MassHunter.

Precauzioni

Pulizia

Pulire i componenti durante la manutenzione dell'analizzatore. Quindi, aprire la camera e rimuovere le parti dell'analizzatore. Durante questa fase, fare attenzione a non contaminare l'analizzatore o i componenti interni della camera. Indossare guanti puliti durante la manutenzione dell'analizzatore. Una volta pulite, degassare a fondo le parti prima di reinstallarle. Dopo averle pulite, sistemare le parti dell'analizzatore su panni puliti privi di pelucchi.

ATTENZIONE Se la manutenzione dell'analizzatore non viene eseguita correttamente, si rischia di contaminare l'MSD.

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

Alcune parti possono essere danneggiate dalle scariche elettrostatiche

I fili, i contatti e i cavi collegati ai componenti dell'analizzatore possono causare scariche elettrostatiche (ESD) sulle schede elettroniche alle quali sono connessi. Ciò vale soprattutto per i contatti del filtro di massa (quadrupolo) che possono condurre scariche elettrostatiche a componenti sensibili della scheda secondaria. I danni derivanti dalle scariche elettriche possono non causare un guasto immediato, ma ripercuotersi negativamente sulle prestazioni e sulla stabilità. Per ulteriori informazioni vedere pagina 132.

ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra (vedere pagina 132) e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

Alcune parti dell'analizzatore non devono essere toccate

Il filtro di massa (quadrupolo) non richiede una manutenzione periodica. In genere il filtro di massa non va mai toccato. In caso di estrema contaminazione, può essere pulito. Tuttavia, per tale intervento, rivolgersi ad un tecnico Agilent qualificato. Lo stesso vale anche per l'isolatore di ceramica HED, che non va mai toccato.

ATTENZIONE Se il filtro di massa viene maneggiato o pulito in modo non corretto, si rischia di danneggiarlo, con conseguenti effetti negativi sulle prestazioni dello strumento. Non toccare l'isolatore di ceramica HED.

Ulteriori informazioni

Per ulteriori informazioni sulle posizioni o funzioni dei componenti dell'analizzatore, consultare il manuale *Agilent 5977 Troubleshooting and Maintenance*.

Molte delle procedure descritte in questo capitolo sono illustrate con video.

Rimuovere la sorgente ionica EI

Materiali richiesti

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

Procedura



1 Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81.

2 Aprire la camera dell'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.

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

3 Se si utilizza una sorgente EI standard, scollegare i sette fili dalla sorgente ionica. Non piegare i fili più del necessario (Figura 20 a pagina 138 e Tabella 22).

Tabella 22 Fili della sorgente ionica EI standard

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

ATTENZIONE Tirare i connettori, non i fili.

4 Se si utilizza una sorgente ionica Extractor EI, scollegare gli otto fili dalla sorgente ionica. Non piegare i fili più del necessario (Figura 20 a pagina 138 e Tabella 23).

Tabella 23 Fili della sorgente ionica Extractor EI

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

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

6 Rimuovere le viti ad alette che tengono in posizione la sorgente ionica.

7 Estrarre la sorgente ionica dal radiatore della sorgente.

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

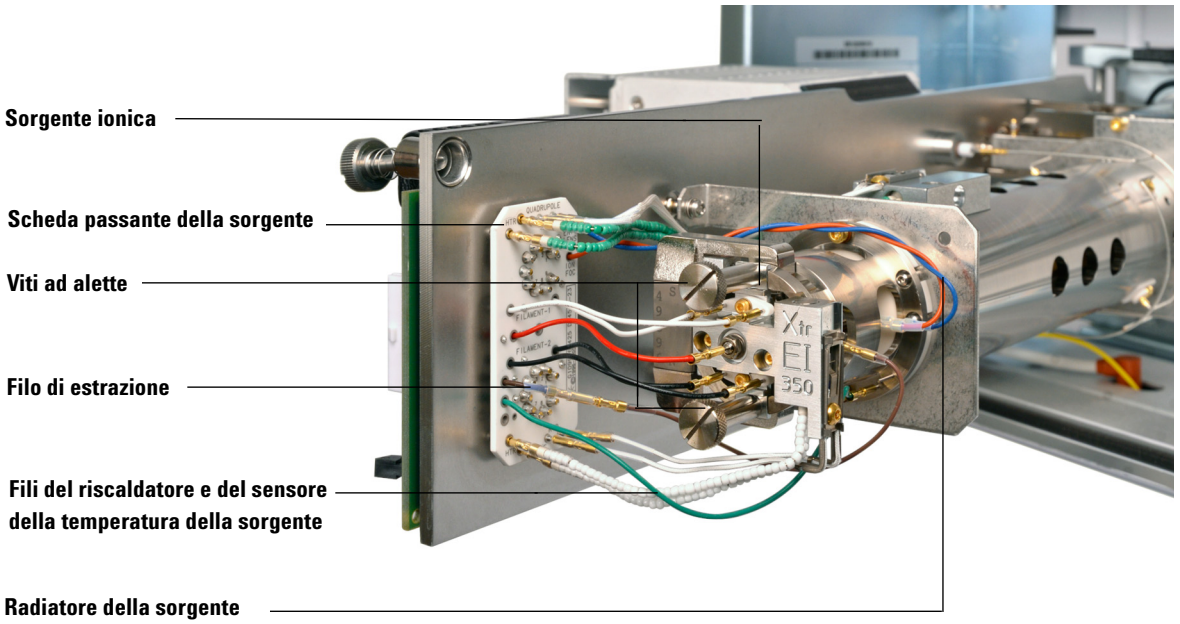


Figura 20 Rimozione della sorgente ionica EI

Smontare la sorgente ionica EI standard o inerte

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

Procedura

1. Rimuovere la sorgente ionica. Vedere “Rimuovere la sorgente ionica EI” a pagina 136.
2. Rimuovere le due viti placcate oro dai filamenti e staccare i filamenti dalla sorgente. Vedere Figura 21 a pagina 140.



3. Allentare le due viti placcate oro dal gruppo del riscaldatore della sorgente e separare il gruppo del repeller dal corpo della sorgente. Il gruppo del repeller comprende il gruppo del riscaldatore della sorgente, il repeller e altri componenti collegati.
4. Rimuovere il dado e le rondelle del repeller, quindi staccare il repeller dal gruppo del riscaldatore della sorgente.
5. Rimuovere gli isolatori e gli inserti del repeller dal gruppo del riscaldatore della sorgente.
6. Rimuovere le viti placcate oro dal lato del corpo della sorgente.
7. Premere sulla piastra di estrazione per rimuovere la lente d'ingresso, lente focale ionica, il cilindro di estrazione, la piastra di estrazione dall'altra estremità del corpo della sorgente.
8. Svitare l'attacco dell'interfaccia. Una chiave aperta da 10 mm è adatta per i lati piatti dell'attacco dell'interfaccia.
9. Rimuovere la lente d'ingresso e lente focale ionica dall'altra estremità dell'isolatore della lente.

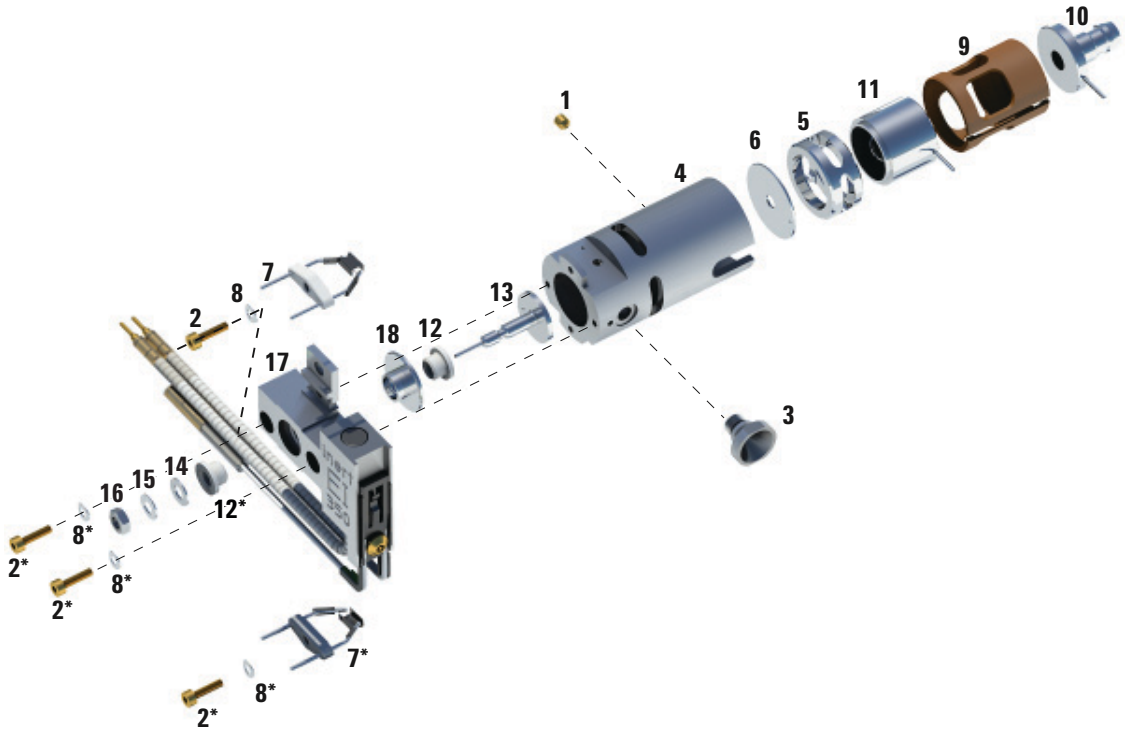


Figura 21 Smontaggio della sorgente ionica EI standard o inerte

Tabella 24 Elenco delle parti della sorgente ionica EI standard o inerte (Figura 21)

N. elemento	Descrizione elemento
1	Vite finecorsa placcata oro
2	Vite placcata oro
3	Attacco interfaccia
4	Corpo sorgente
5	Cilindro di estrazione
6	Piastra di estrazione

Tabella 24 Elenco delle parti della sorgente ionica EI standard o inerte (Figura 21) (segue)

N. elemento	Descrizione elemento
7	Filamento 4 giri
8	Rondella grover
9	Isolatore lente
10	Lente di ingresso
11	Lente focale ionica
12	Isolatore repeller
13	Repeller
14	Rondella piatta
15	Rondella elastica Belleville
16	Dado repeller
17	Gruppo riscaldatore sorgente
18	Inserto blocco repeller

Smontare la sorgente ionica EI Extractor

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

Procedura

1. Rimuovere la sorgente ionica. Vedere Vedere “Rimuovere la sorgente ionica EI” a pagina 136.
2. Rimuovere i filamenti svitando le due viti placcate oro e separando i filamenti dalla sorgente. Vedere Figura 22 a pagina 143.



3. Allentare le due viti placcate oro sul gruppo del riscaldatore della sorgente e separare il gruppo del repeller dal corpo della sorgente. Il gruppo del repeller comprende il gruppo del riscaldatore della sorgente, il repeller e altri componenti collegati.
4. Rimuovere le viti placcate oro dal lato del corpo della sorgente
5. Premere sulla piastra di estrazione per rimuovere la lente d'ingresso, lente focale ionica, il cilindro di estrazione, la piastra di estrazione dall'altra estremità del corpo della sorgente.
6. Svitare l'attacco dell'interfaccia. Una chiave aperta da 10 mm è adatta per i lati piatti dell'attacco dell'interfaccia.
7. Rimuovere la lente d'ingresso e lente focale ionica dall'altra estremità dell'isolatore della lente.
8. Rimuovere il dado, le rondelle e gli isolatori del repeller dal gruppo del riscaldatore della sorgente, quindi staccare il repeller.

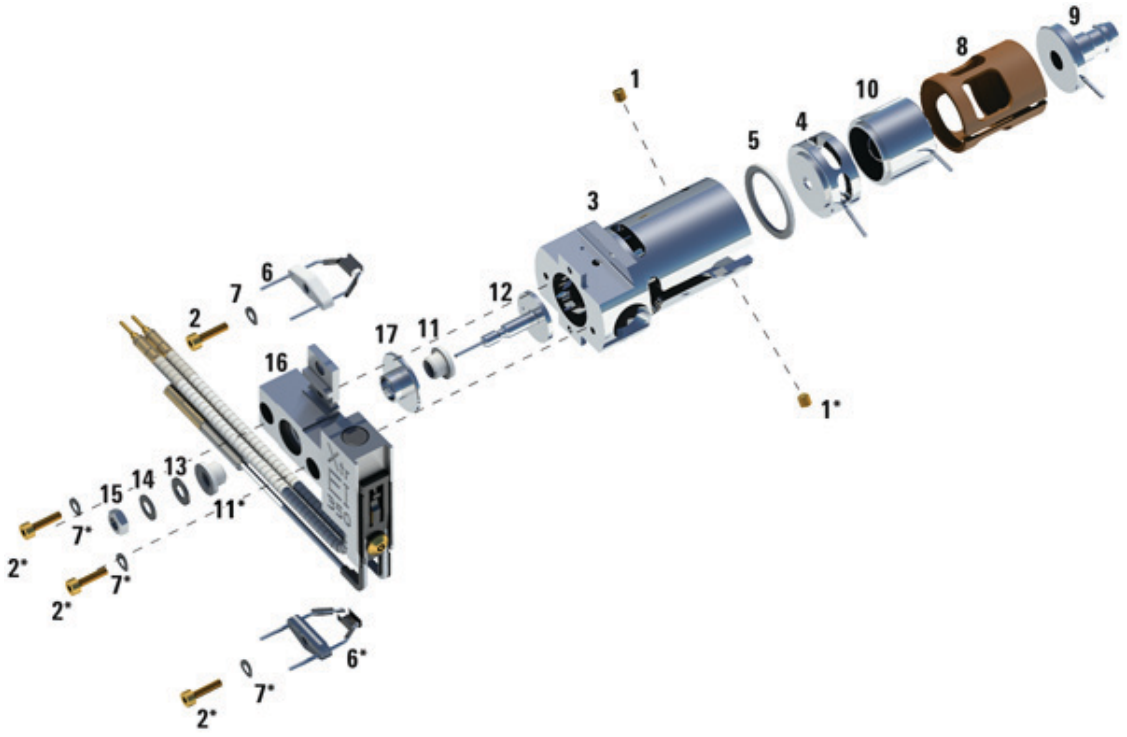


Figura 22 Smontaggio della sorgente ionica EI Extractor

Tabella 25 Elenco delle parti della sorgente ionica di estrazione Figura 22

N. elemento	Descrizione elemento
1	Viti finecorsa
2	Viti
3	Corpo sorgente
4	Lente di estrazione
5	Isolatore lente di estrazione
6	Filamenti

Tabella 25 Elenco delle parti della sorgente ionica di estrazione (segue) Figura 22

N. elemento	Descrizione elemento
7	Rondella grover
8	Isolatore lente
9	Lente di ingresso
10	Lente focale ionica
11	Isolatore repeller
12	Repeller
13	Rondella piatta
14	Rondella elastica Belleville
15	Dado repeller
16	Gruppo riscaldatore sorgente
17	Isolatore

Pulire la sorgente ionica EI

Materiali richiesti

- Carta abrasiva (5061-5896)
- Polvere di allumina abrasiva (8660-0791)
- Foglio di alluminio, pulito
- Panni, puliti (05980-60051)
- Bastoncini di cotone (5080-5400)
- Bicchieri in vetro, 500 mL
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Solventi
  - Acetone, qualità reagente
  - Metanolo, qualità reagente
  - Cloruro di metile, qualità reagente
- Bagno ad ultrasuoni

Preparazione

1 Smontare la sorgente ionica. Vedere “Smontare la sorgente ionica EI standard o inerte” a pagina 139 o “Smontare la sorgente ionica EI Extractor” a pagina 142.



2 Raggruppare le seguenti parti se si intende pulire una sorgente ionica EI standard o inerte: (Figura 23 a pagina 147)

- Repeller
- Attacco interfaccia
- Corpo sorgente
- Piastra di estrazione
- Cilindro di estrazione
- Lente focale ionica
- Lente di ingresso

3 Raggruppare le seguenti parti se si intende pulire una sorgente ionica EI Extractor: (Figura 23 a pagina 147)

- Repeller
- Isolatore
- Corpo sorgente
- Lente di estrazione
- Lente focale ionica
- Lente di ingresso

Queste sono le parti che entrano in contatto con il campione o il fascio ionico. Le altre generalmente non necessitano di essere pulite.

ATTENZIONE Se gli isolatori sono sporchi, pulirli con un bastoncino di cotone imbevuto di metanolo di qualità reagente. Se gli isolatori restano sporchi, sostituirli. Non pulire gli isolatori con sostanze abrasive o a ultrasuoni



Figura 23 Parti della sorgente da pulire

Procedura

ATTENZIONE I filamenti, il gruppo del riscaldatore della sorgente e gli isolatori non possono essere puliti ad ultrasuoni. In caso di forte contaminazione, sostituire i componenti contaminati.

1. Se la contaminazione è molto forte (ed esempio versamento di olio nell'analizzatore), si consiglia di sostituire le parti contaminate.
2. Pulire con sostanze abrasive le superfici che entrano in contatto con il campione o il fascio ionico.

   Utilizzare la polvere di allumina abrasiva e un bastoncino di cotone imbevuto di metanolo di qualità reagente. Eliminare tutte le alterazioni di colore esercitando una certa forza. Non è necessario lucidare le parti. Dei piccoli graffi non compromettono le prestazioni dello strumento. Pulire con sostanze abrasive anche le alterazioni di colori nei punti in cui gli elettroni dei filamenti incontrano il corpo della sorgente.
3. Eliminare tutti i residui abrasivi con metanolo di qualità reagente.

   Controllare che ***tutti*** i residui abrasivi siano stati rimossi ***prima*** di eseguire la pulizia ad ultrasuoni. Se il metanolo diventa torbido o contiene particelle visibili, ripetere la pulizia tre volte.
4. Separare le parti pulite con sostanze abrasive da quelle pulite senza tali sostanze.
5. Eseguire una pulizia a ultrasuoni delle parti (ciascun gruppo separato) per 15 minuti. Pulire per 15 minuti le parti sporche utilizzando tutte e tre i solventi nell'ordine indicato:
   - Cloruro di metile (qualità reagente)
   - Acetone (qualità reagente)
   - Metanolo (qualità reagente)

   Per una pulizia ordinaria è sufficiente utilizzare il metanolo.

AVVISO **Tutti questi solventi sono pericolosi. Utilizzare una cappa aspirante e seguire tutte le precauzione del caso.**

6 Collocare questi pezzi in un bicchiere pulito. ***Senza stringere***, coprire il bicchiere con un foglio di alluminio pulito (parte opaca rivolta verso il basso).

7 Asciugare le parti pulite in un forno a 100 °C per 5–6 minuti.

AVVISO **Attendere che i componenti si siano raffreddati prima di manipolarli.**

NOTE Prestare attenzione a non contaminare le parti pulite e asciugate. Indossare guanti nuovi e puliti prima di toccare le parti. Non appoggiare la parti pulite su una superficie sporca. Sistemarle solo su panni puliti e privi di pelucchi.

Montare la sorgente ionica EI standard o inerte

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

Procedura



1. Montare il gruppo del repeller.
   a. Installare il blocco del repeller nel gruppo del riscaldatore della sorgente. Vedere Figura 24 a pagina 151.
   b. Installare gli isolatori del repeller nel gruppo del riscaldatore della sorgente e nell'inserto del blocco repeller.
   c. Far passare il repeller dagli isolatori, appoggiare la rondella piatta e la rondella elastica Belleville alla fine dell'albero del repeller, quindi fissare a mano utilizzando il dado.
2. Inserire la piastra e il cilindro di estrazione nel corpo della sorgente. Vedere Figura 24 a pagina 151.
3. Montare la lente focale ionica, la lente d'ingresso e gli isolatori della lente.
4. Inserire le parti montate nel corpo della sorgente.
5. Fissare la vite di finecorsa che tiene in posizione le lenti.

ATTENZIONE Non stringere troppo il dado e gli isolatori del repeller di ceramica altrimenti la sorgente si romperà durante il riscaldamento. È sufficiente stringere i dadi a mano.

6. Installare l'attacco dell'interfaccia
7. Fissare il gruppo repeller sul corpo della sorgente utilizzando le due viti placcate oro e le rondelle elastiche.
8. Installare i filamenti utilizzando le due viti placcate oro e le rondelle elastiche.

ATTENZIONE Non stingere l'attacco dell'interfaccia eccessivamente. altrimenti si rischia di rovinare la filettatura.

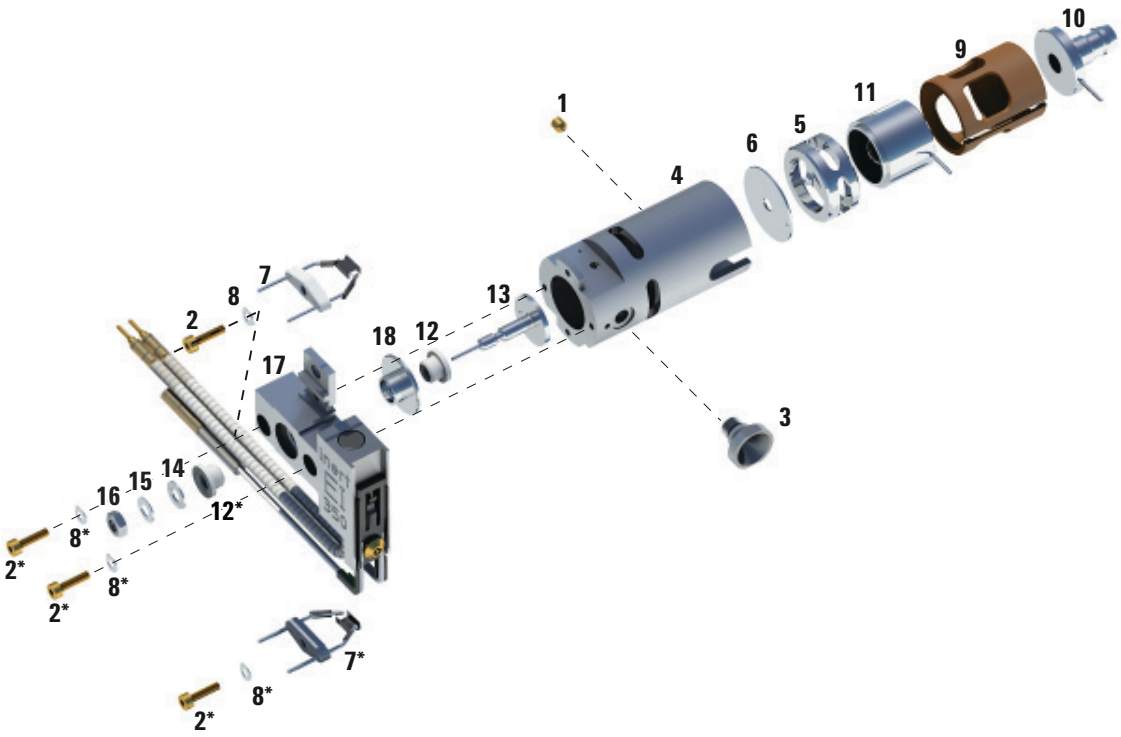


Figura 24 Montaggio della sorgente ionica EI standard o inerte

Tabella 26 Elenco delle parti della sorgente ionica EI standard o inerte (Figura 24)

N. elemento	Descrizione elemento
1	Vite finecorsa
2	Vite finecorsa
3	Attacco interfaccia

Tabella 26 Elenco delle parti della sorgente ionica EI standard o inerte (Figura 24)

N. elemento	Descrizione elemento
4	Corpo sorgente
5	Cilindro di estrazione
6	Piastra di estrazione
7	Filamento 4 giri
8	Rondella grover
9	Isolatore lente
10	Lente di ingresso
11	Lente focale ionica
12	Isolatore repeller
13	Repeller
14	Rondella elastica Belleville
15	Rondella piatta
16	Dado repeller
17	Gruppo riscaldatore sorgente
18	Inserto blocco repeller

Montare la sorgente ionica EI Extractor

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

Procedura



1. Inserire la rondella in ceramica nel corpo della sorgente.
2. Inserire la lente di estrazione nel corpo della sorgente (prima la parte piatta) (Figura 25).
3. Inserire la lente d'ingresso e la lente focale ionica nell isolatore, come mostra la (Figura 25).
4. Far scorrere l'isolatore con la lente focale ionica e la lente di ingresso nel corpo della sorgente in modo che la lente focale ionica prema sulla lente di estrazione (Figura 25).
5. Fissare le due viti placcate oro che tengono in posizione le lenti.
6. Montare il gruppo del repeller.
   a. Installare l'inserto del blocco repeller nel gruppo del riscaldatore della sorgente. Vedere Figura 24 a pagina 151.
   b. Installare gli isolatori del repeller nel gruppo del riscaldatore della sorgente e nell'inserto del blocco repeller.
   c. Far passare il repeller dagli isolatori, appoggiare la rondella piatta e la rondella elastica Belleville alla fine dell'albero del repeller, quindi fissare a mano utilizzando il dado.

ATTENZIONE Non stringere troppo il dado e gli isolatori del repeller di ceramica altrimenti la sorgente si romperà durante il riscaldamento. È sufficiente stringere i dadi a mano.

7 Fissare il gruppo repeller sul corpo della sorgente utilizzando le due viti placcate oro e le rondelle elastiche.

8 Installare i filamenti utilizzando le due viti placcate oro e le rondelle elastiche.

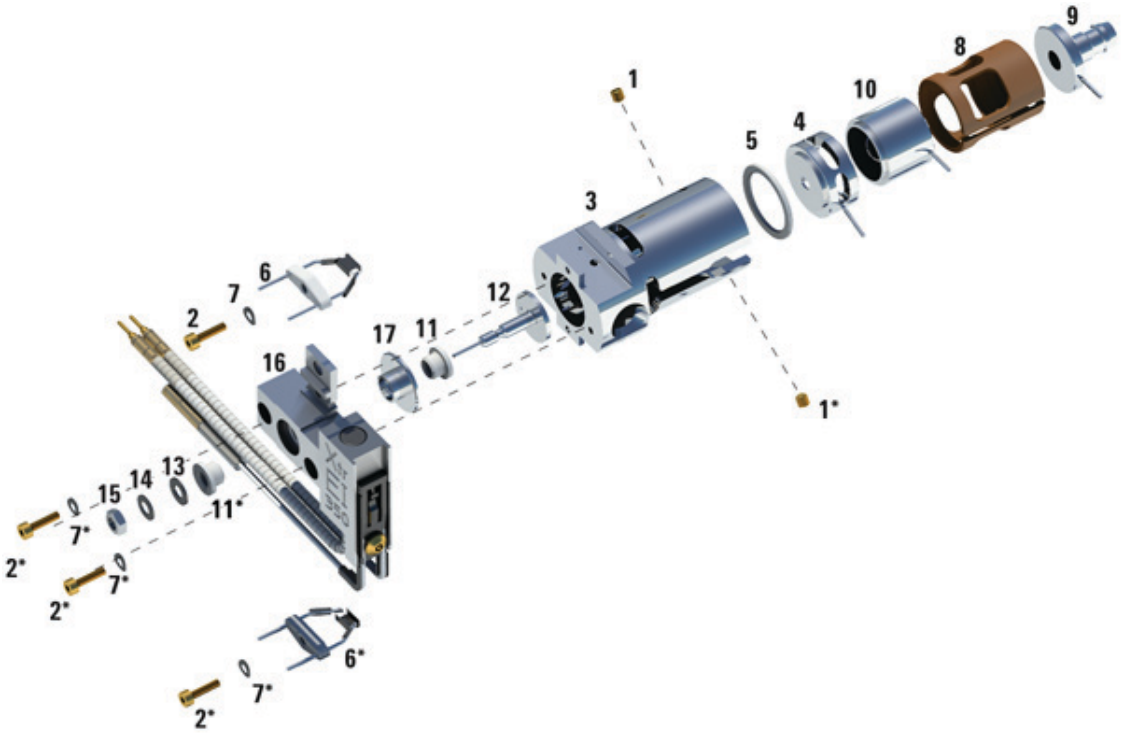


Figura 25 Smontaggio della sorgente ionica EI Extractor

Tabella 27 Elenco delle parti della sorgente ionica (Figura 25)

N. elemento	Descrizione elemento
1	Viti finecorsa
2	Viti

Tabella 27 Elenco delle parti della sorgente ionica (Figura 25) (segue)

N. elemento	Descrizione elemento
3	Corpo sorgente
4	Lente di estrazione
5	Isolatore lente di estrazione
6	Filamenti
7	Rondella grover
8	Isolatore lente
9	Lente di ingresso
10	Lente focale ionica
11	Isolatore repeller
12	Repeller
13	Rondella piatta
14	Rondella elastica Belleville
15	Dado repeller
16	Gruppo riscaldatore sorgente
17	Inserto blocco repeller

Sostituire un filamento in una sorgente EI

Materiali richiesti

- Gruppo filamenti (G2590-60053)
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)

Procedura

1 Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilazione dell'MSD" a pagina 59.

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

2 Aprire la camera dell'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.

3 Rimuovere la sorgente ionica. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica EI" a pagina 136.

4 Rimuovere la vite placcata oro e la rondella dei filamenti.

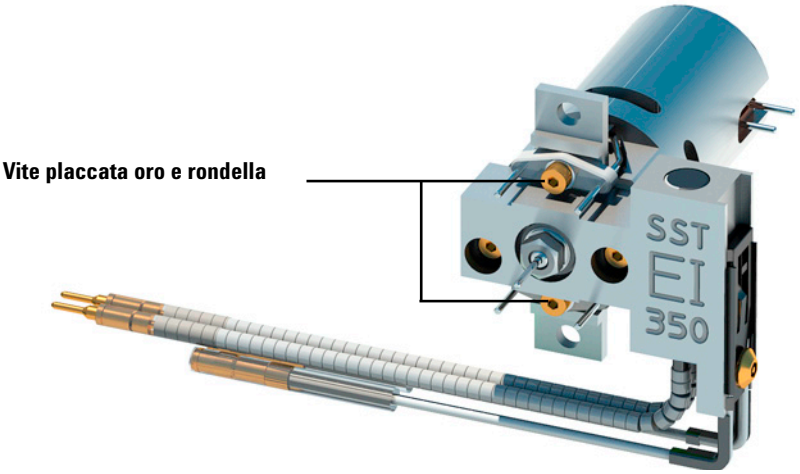


Figura 26 Sostituzione del filamento

5 Fissare il nuovo filamento con vite placcata oro e rondella.

6 Dopo aver installato il filamento, controllare che non sia messa a terra con il corpo della sorgente.

7 Installare la sorgente ionica. Vedere “Installare la sorgente ionica EI” a pagina 158.

8 Chiudere la camera dell’analizzatore. Vedere “Chiudere la camera dell’analizzatore” a pagina 86.

9 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell’MSD. Vedere “Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI” a pagina 90.

10 Eseguire l'autocalibrazione dell'MSD. Vedere “Calibrare l'MSD in modalità EI” a pagina 74.

11 Nella finestra di dialogo Manual Tune, il parametro **Filament** consente di inserire il valore **1** o **2** come numero di filamento. Inserire il numero dell'altro filamento indipendentemente dal numero dell'autocalibrazione precedente.

12 Ripetere l'autocalibrazione dell'MSD.

13 Inserire il numero di filamento che ha ottenuto i risultati migliori.

Se si decide di utilizzare il numero del primo filamento, ripetere l'autocalibrazione per accertarsi che i parametri di calibrazione siano compatibili con il filamento.

14 Selezionare **Save Tune Parameters**dal menu **File**.

Installare la sorgente ionica EI

Materiali richiesti

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

Procedura

1 Far scorrere la sorgente ionica nel radiatore.

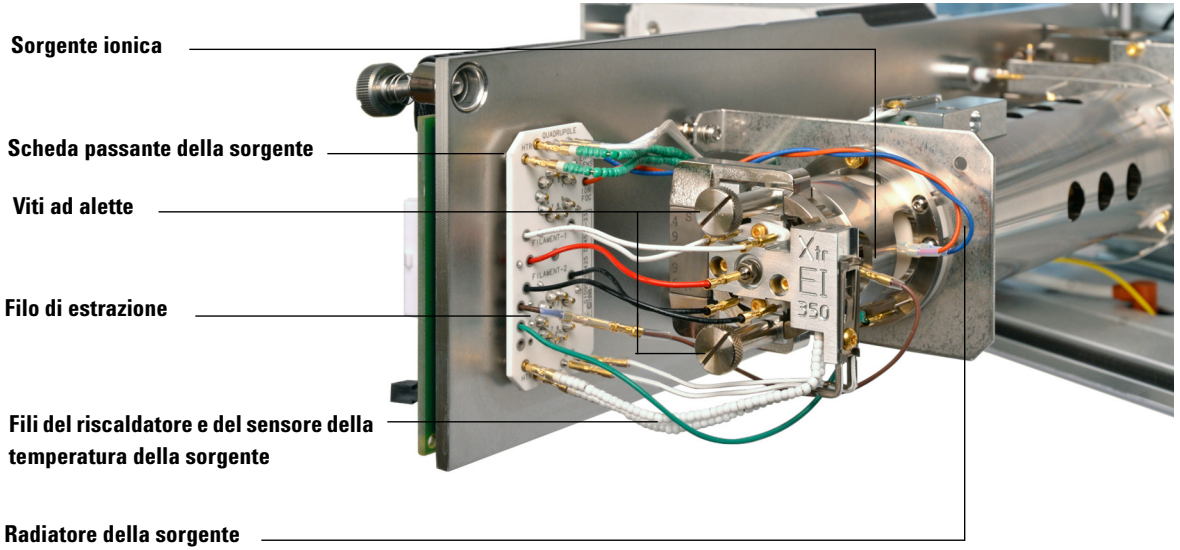


Figura 27 Installazione della sorgente ionica EI

2 Installare e stringere manualmente le viti ad alette della sorgente, senza esercitare eccessiva forza.

3 Collegare i fili della sorgente ionica come descritto nella sezione Figura 14 a pagina 88.

4 Chiudere la camera dell'analizzatore. Vedere "Chiudere la camera dell'analizzatore" a pagina 86.

Sostituire il blocco dell'elettromoltiplicatore

Materiali richiesti

- Blocco dell'elettromoltiplicatore (G3170-80103)
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)

Procedura



1. Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81.
2. Aprire la camera dell'analizzatore. Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.
3. Aprire il fermo. Sollevare il braccio della clip e rimuovere il blocco dell'elettromoltiplicatore.

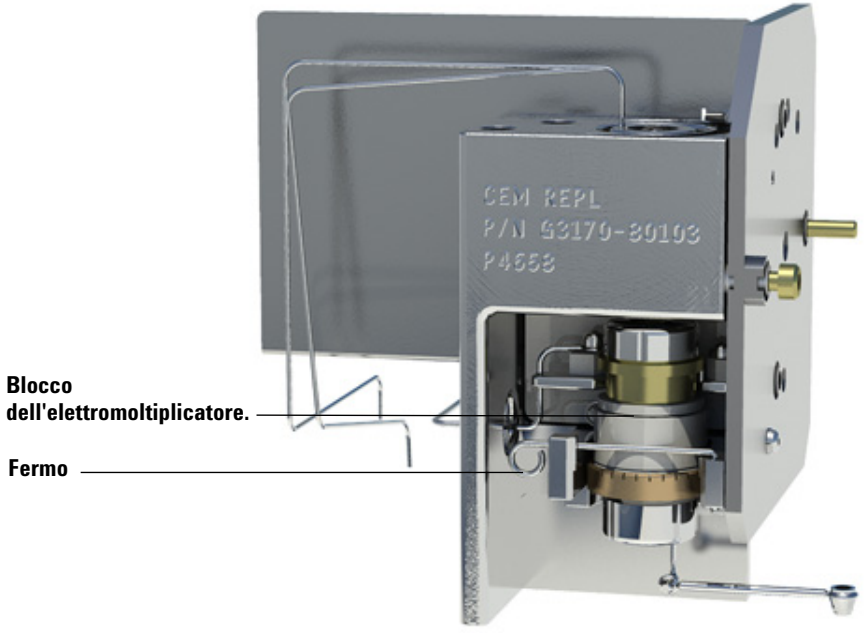


Figura 28 Blocco dell'elettromoltiplicatore

4 Rimuove il blocco dell'elettromoltiplicatore.

5 Installare il nuovo blocco dell'elettromoltiplicatore.

6 Chiudere il fermo.

Il perno indicatore del blocco deve rimanere ***esterno*** al circuito dei contatti. ***Non*** posizionare il perno indicatore internamente al circuito dei contatti. Un'installazione non corretta può ridurre la sensibilità e non dare segnale.

7 Chiudere la camera dell'analizzatore. Vedere "Chiudere la camera dell'analizzatore" a pagina 86.

8 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell'MSD. Vedere "Messa a vuoto dell'MSD in modalità EI" a pagina 90.

6
Manutenzione CI

Informazioni generali 162
Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI 163
Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr 163
Rimuovere la sorgente ionica CI 165
Smontare la sorgente ionica CI 167
Pulire la sorgente ionica CI 170
Montare la sorgente ionica CI 172
Installare la sorgente ionica CI 175
Sostituire un filamento in una sorgente CI 176

Questo capitolo descrive le procedure e i requisiti di manutenzione che riguardano esclusivamente gli MSD serie 5977 dotati di hardware per la ionizzazione chimica (CI).

Informazioni generali

Pulizia della sorgente ionica

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

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

Ammoniaca

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

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

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

Impostazione dell'MSD per il funzionamento CI

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

Indicazioni

- Prima di ventilare in modalità EI in funzione dell'installazione della sorgente CI, verificare che il sistema GC/MSD funzioni correttamente. Vedere "Verificare le prestazioni del sistema" a pagina 76.
- Verificare che i tubi dell'iniettore del gas reagente siano dotati di purificatori del gas (non applicabili per l'ammoniaca).
- Utilizzare gas reagenti purissimi, almeno al 99,99% per il metano e quanto più puri possibile per gli altri gas.

Installare la guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI/Xtr

Materiali richiesti

- Guarnizione di isolamento dell'interfaccia (G1999-60412)

  Nella sorgente CI e di estrazione la guarnizione di isolamento dell'interfaccia deve essere in sede.

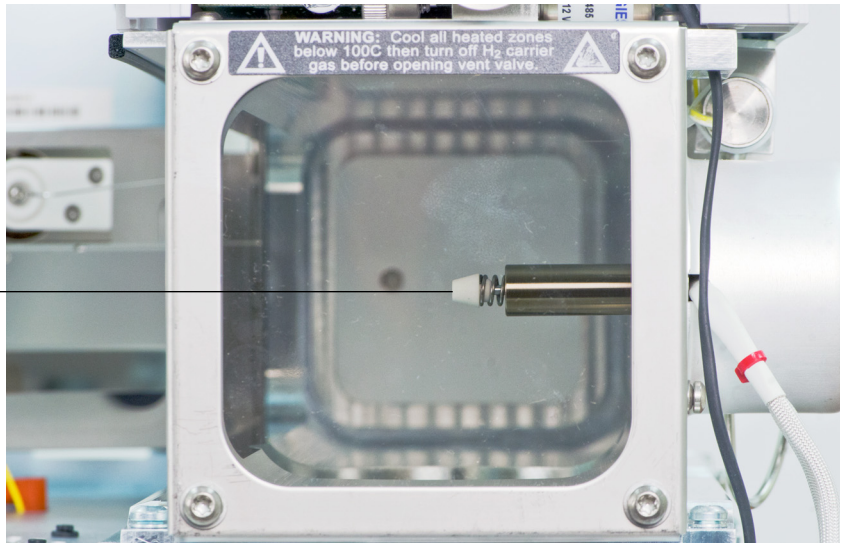
ATTENZIONE Le scariche elettrostatiche ai componenti dell'analizzatore sono condotte alla scheda secondaria dove possono danneggiare componenti sensibili. Indossare un bracciale antistatico per la messa a terra e adottare altre misure antistatiche ***prima*** di aprire la camera dell'analizzatore.

Procedura



1 Controllare che la sorgente EI Etr o CI sia installata. La guarnizione di isolamento non deve essere installata se è presente una sorgente EI standard o inerte.

2 Rimuovere la guarnizione di isolamento CI/Xtr dalla scatola della sorgente ionica e fissarla all'estremità dell'interfaccia.



3 Controllare ***delicatamente*** l'allineamento dell'analizzatore e dell'interfaccia.

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

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

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

Rimuovere la sorgente ionica CI

Materiali richiesti

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

Procedura

1 Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilare l'MSD" a pagina 81.

2 Aprire la camera dell'analizzatore Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.

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

3 Scollegare i sette fili dalla sorgente ionica. Utilizzare le pinze per tirare i connettori metallici della sorgente. Non piegare i fili più del necessario. Vedere la Tabella 28 per i codici colore dei fili.

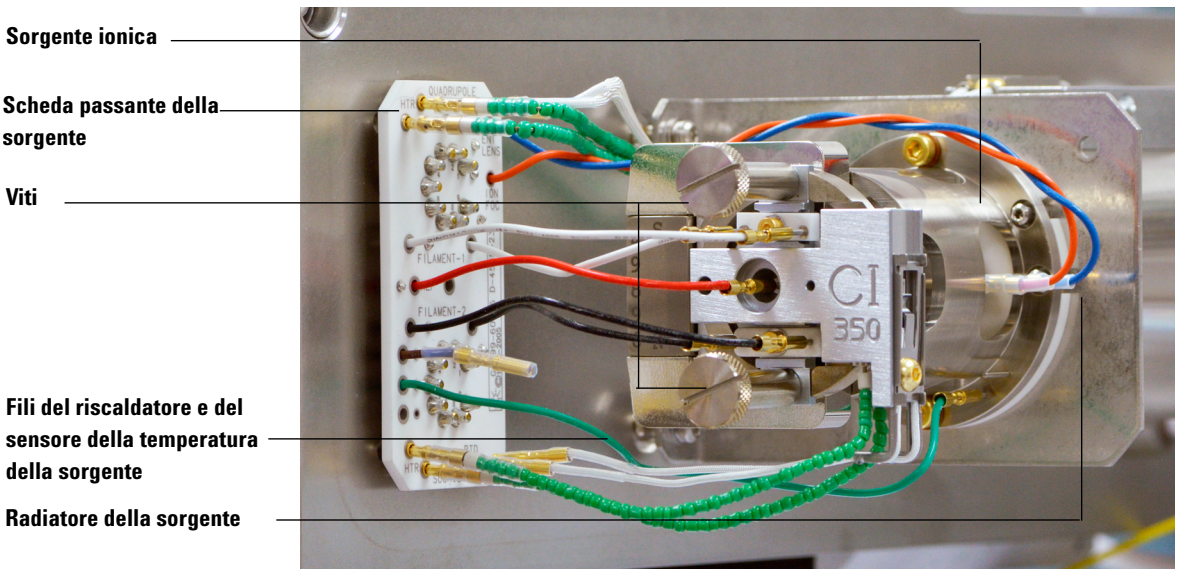


Tabella 28 Fili della sorgente ionica CI standard

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

4 Individuare i fili del riscaldatore e del sensore della temperatura della sorgente ionica che vanno alla scheda passante Utilizzare le pinze per tirare i connettori metallici della sorgente. Rimuovere i quattro fili dalla scheda passante.

ATTENZIONE Tirare i connettori, non i fili.

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

6 Estrarre la sorgente ionica dal radiatore della sorgente.

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

Smontare la sorgente ionica CI

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

Procedura



1. Rimuovere la sorgente ionica. Vedere “Rimuovere la sorgente ionica CI” a pagina 165.
2. Rimuovere i filamenti. Consultare Figura 29 a pagina 168.
3. Separare il gruppo del repeller della sorgente dal corpo. Il gruppo del repeller comprende il gruppo del riscaldatore della sorgente, il repeller e altri componenti collegati.
4. Rimuovere il repeller e l'isolatore di ceramica e tenerli separati.
5. Rimuovere la vite di finecorsa dalle lenti.
6. Estrarre il gruppo di lenti dal corpo della sorgente.
7. Rimuovere la piastra e il cilindro di estrazione dal corpo della sorgente.
8. Separare la lente focale ionica, la lente d'ingresso e l'isolatore.

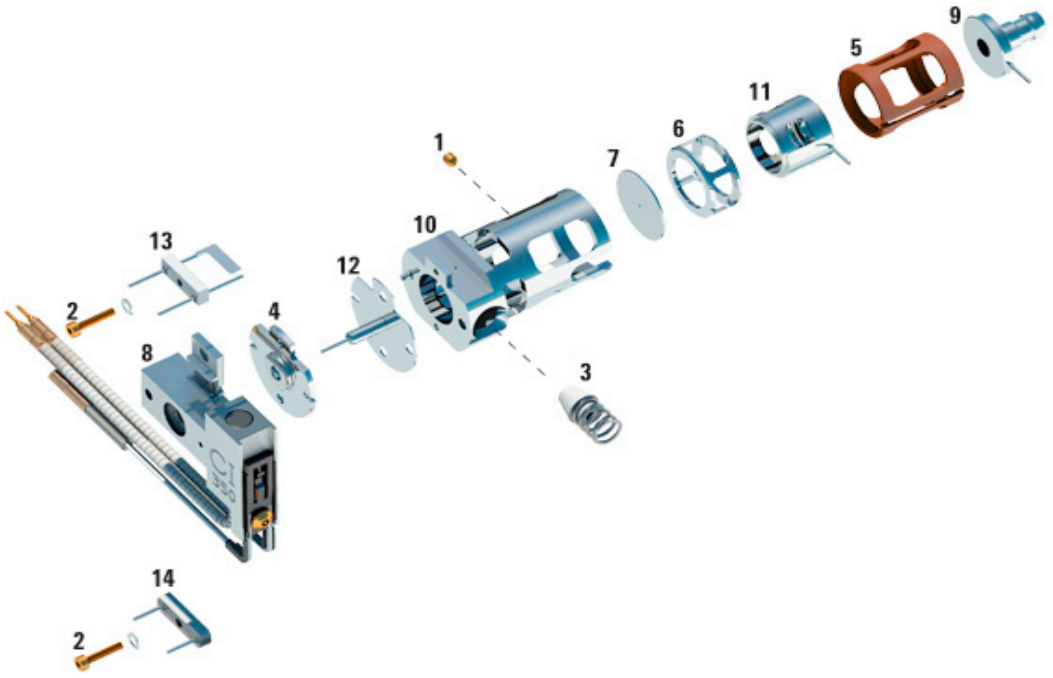


Figura 29 Smontaggio della sorgente ionica CI

Tabella 29 Elenco delle parti della sorgente ionica CI (Figura 29)

N. elemento	Descrizione elemento
1	Vite finecorsa
2	Vite filamento
3	Guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI
4	Isolatore repeller CI
5	Isolatore lente CI

Tabella 29 Elenco delle parti della sorgente ionica CI (Figura 29)

N. elemento	Descrizione elemento
6	Cilindro di estrazione CI
7	Piastra di estrazione CI
8	Gruppo riscaldatore sorgente CI
9	Lente di ingresso
10	Corpo sorgente CI
11	Lente focale ionica CI
12	Repeller CI
13	Filamento CI
14	Filamento inerte

Pulire la sorgente ionica CI

Materiali richiesti

- Carta abrasiva (5061-5896)
- Polvere di allumina abrasiva (8660-0791)
- Foglio di alluminio, pulito
- Panni, puliti (05980-60051)
- Bastoncini di cotone (5080-5400)
- Bicchieri in vetro, 500 mL
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Solventi
  - Acetone, qualità reagente
  - Metanolo, qualità reagente
  - Cloruro di metile, qualità reagente
- Bagno ad ultrasuoni

Preparazione

1 Smontare la sorgente ionica. Vedere “Smontare la sorgente ionica CI” a pagina 167.



2 Raggruppare le seguenti parti se si intende pulire una sorgente ionica CI: (Figura 30 a pagina 171)
   - Repeller
   - Corpo sorgente
   - Piastra di estrazione
   - Cilindro di estrazione
   - Lente focale ionica
   - Lente di ingresso

Queste sono le parti che entrano in contatto con il campione o il fascio ionico. Le altre generalmente non necessitano di essere pulite.

3 Pulire le parti come descritto nella sezione “Pulire la sorgente ionica EI” a pagina 145.

ATTENZIONE Se gli isolatori sono sporchi, pulirli con un bastoncino di cotone imbevuto di metanolo di qualità reagente. Se gli isolatori restano sporchi, sostituirli. Non pulire gli isolatori con sostanze abrasive o a ultrasuoni



Figura 30 Parti della sorgente CI da pulire

Montare la sorgente ionica CI

Materiali richiesti

- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)
- Cacciavite a sfera esagonale, 2.0 mm (8710-1804)
- Chiave fissa, 10 mm (8710-2353)

ProceduraFigura 31 a pagina 173



1. Montare la lente focale ionica, la lente d'ingresso e l'isolatore.
2. Far scorrere la piastra e il cilindro di estrazione nel corpo della sorgente (Figura 31 a pagina 173).
3. Inserire le parti montate nel corpo della sorgente.
4. Fissare la vite di finecorsa che tiene in posizione le lenti.
5. Installare il repeller, gli isolatori del repeller, la rondella e il dado del repeller e il gruppo del riscaldatore della sorgente nel corpo della sorgente.

ATTENZIONE Non stringere troppo il dado e gli isolatori del repeller di ceramica altrimenti la sorgente si romperà durante il riscaldamento. È sufficiente stringere i dadi a mano.

6. Reinstallare i filamenti utilizzando le due viti placcate oro e le rondelle elastiche.

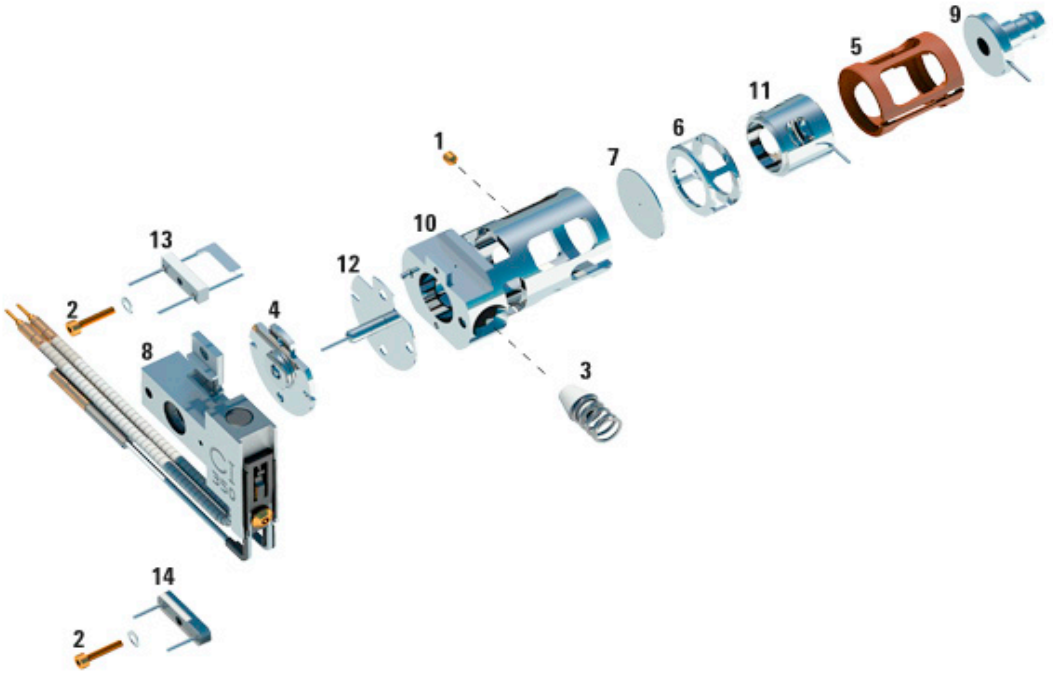


Figura 31 Montaggio della sorgente ionica CI

Tabella 30 Elenco delle parti della sorgente ionica CI (Figura 31)

N. elemento	Descrizione elemento
1	Vite finecorsa
2	Vite filamento
3	Guarnizione di isolamento dell'interfaccia CI
4	Isolatore repeller CI

Tabella 30 Elenco delle parti della sorgente ionica CI (Figura 31)

N. elemento	Descrizione elemento
5	Isolatore lente CI
6	Cilindro di estrazione CI
7	Piastra di estrazione CI
8	Gruppo riscaldatore sorgente CI
9	Lente di ingresso
10	Corpo sorgente CI
11	Lente focale ionica CI
12	Repeller CI
13	Filamento CI
14	Filamento inerte

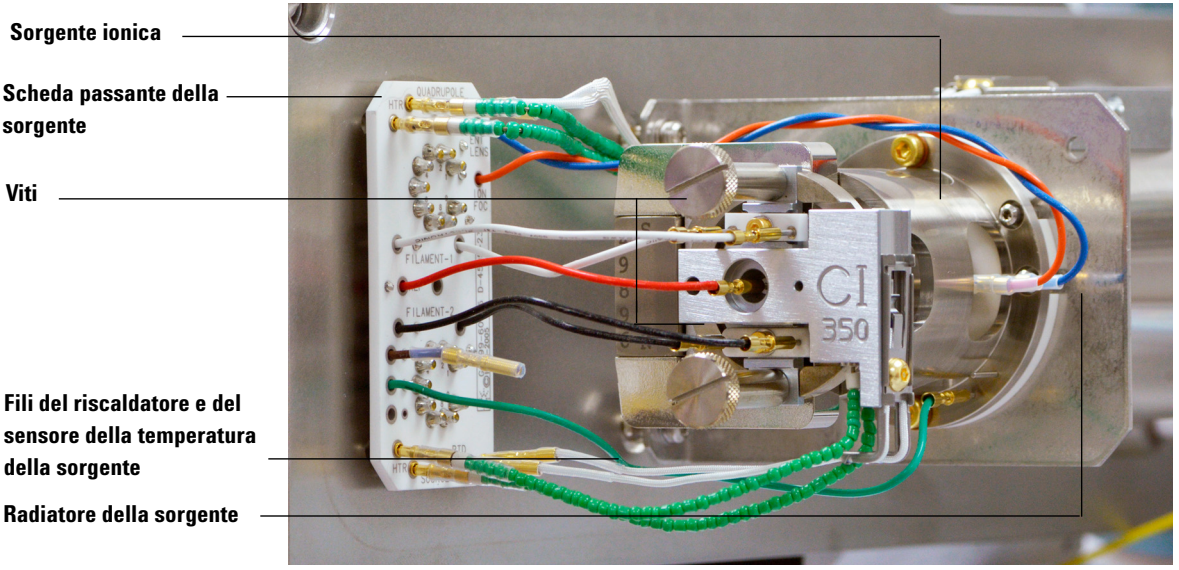
Installare la sorgente ionica CI

Materiali richiesti

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

Procedura

1 Far scorrere la sorgente ionica nel radiatore.



2 Installare e stringere manualmente le viti della sorgente, senza esercitare eccessiva forza.

3 Collegare i fili della sorgente ionica come descritto nella sezione “Chiudere la camera dell’analizzatore” a pagina 86.

4 Chiudere la camera dell’analizzatore. Vedere “Chiudere la camera dell’analizzatore” a pagina 86.

Sostituire un filamento in una sorgente CI

Materiali richiesti

- Gruppo filamenti (G2590-60053)
- Guanti, puliti e che non si sfilacciano
  - Grandi (8650-0030)
  - Piccoli (8650-0029)
- Cacciavite a sfera esagonale, 1,5 mm (8710-1570)

Procedura

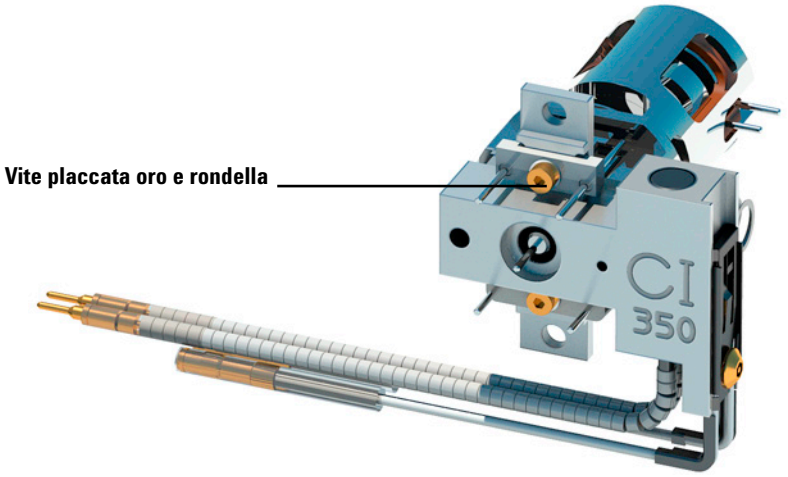
1 Ventilare l'MSD. Vedere "Ventilazione dell'MSD" a pagina 59.

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

2 Aprire la camera dell'analizzatore Vedere "Aprire la camera dell'analizzatore" a pagina 84.

3 Rimuovere la sorgente ionica. Vedere "Rimuovere la sorgente ionica CI" a pagina 165.

4 Rimuovere la vite placcata oro e la rondella del filamento.



5 Fissare il nuovo filamento con vite placcata oro e rondella.

6 Dopo aver installato il filamento, controllare che non sia messa a terra con il corpo della sorgente.

7 Installare la sorgente ionica. Vedere “Rimuovere la sorgente ionica CI” a pagina 165.

8 Chiudere la camera dell’analizzatore. Vedere “Chiudere la camera dell’analizzatore” a pagina 86.

9 Eseguire la procedura di messa a vuoto dell’MSD. Vedere “Messa a vuoto dell'MSD in modalità CI” a pagina 104.

10 Eseguire un'autocalibrazione PCI con metano. Vedere “Eseguire un’autocalibrazione PCI (solo metano)” a pagina 119.

11 Selezionare **Save Tune Parameters**dal menu **File**.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli USA, febbraio 2013

G3870-94003