

Agilent МСД серии 5977В

Руководство по эксплуатации



Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2015.

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

Каталожный номер документа

G7077-91003

Издание

Первое издание, август 2015 г.

Напечатано в USA

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

Гарантия

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

Предупреждения о безопасности

ВНИМАНИЕ!

Надпись «ВНИМАНИЕ!» предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Если в документе встречается сообщение **ВНИМАНИЕ!**, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

ОСТОРОЖНО!

Сообщение **ОСТОРОЖНО!** указывает на опасность. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Выполнение инструкций, следующих за обозначением «ОСТОРОЖНО!», допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

О данном руководстве

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

1 “Введение”

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

2 “Установка колонок ГХ”

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

3 “Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)”

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

4 “Работа в режиме химической ионизации (ХИ)”

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

5 “Общее обслуживание”

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

6 “Обслуживание ХИ”

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

Информация об оборудовании для пользователя

К оборудованию и программному обеспечению прилагается обширное собрание руководств, видео, приложений пользователя и инструментов разработки методов. Они помещены на следующие носители.

- Комплект DVD-дисков Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools (G4600-64006)
- Карта памяти Agilent GC/MS Software Information and Manuals (G1701-60175)

Для получения информации о поиске и установке документации с данного USB-устройства и DVD-дисков см. документ Agilent 5977B MSD with MassHunter Quick Start (G7077-91105).

Содержание

1 Введение

Версия МСД серии 5977В ВЭИ	12
Используемые сокращения	13
МСД серии 5977В ВЭИ	15
Описание оборудования МСД	17
Техника безопасности	19
Безопасное обращение с водородом	22
Меры предосторожности при работе с ГХ	22
Меры предосторожности	26
Сертификаты безопасности и соответствия нормам	28
Очистка и утилизация прибора	31
Проливание жидкости	31
Транспортировка или хранение МСД	31
Замена основных предохранителей	32

2 Установка колонок ГХ

Колонки	36
Установка капиллярной колонки в инжектор с/без деления потока	39
Кондиционирование капиллярной колонки	43
Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки	44
Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием стандартной гайки	49

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Управление МСД из системы обработки данных	54
Управление МСД из панели управления ГХ	55
Конфигурация МСД посредством пользовательского веб-интерфейса (WUI)	59
Изменение параметров сети МСД	59
Показания мини-дисплея eModule	62
Индикатор состояния прибора на передней панели	62
Интерфейс ГХ/МСД	63
Перед включением МСД	65
Откачка	67
Контроль температуры	67
Управление потоком через колонку	68
Напуск МСД	68
Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки	70
Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума	72
Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором	75
Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter	77
Контроль давления высокого вакуума	79
Калибровка линейной скорости потока в колонке	81
Настройка МСД в режиме ЭУ	84
Конфигурация дополнительной системы самоочищающегося источника ионов	86

Кондиционирование дополнительной системы самоочищающегося источника ионов	87
Редактирование метода для использования режима очистки самоочищающегося источника ионов	89
Редактирование метода для отключения режима очистки самоочищающегося источника ионов	91
Проверка работоспособности системы	92
Тестирование больших масс (МСД серии 5977В)	93
Снятие крышек МСД	96
Напуск МСД	97
Откачка МСД	100
Транспортировка или хранение МСД	103

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Общие рекомендации	106
Интерфейс ГХ/МСД для ХИ	107
Автоматическая настройка ХИ	109
Работа в режиме МСД ХИ	111
Откачка МСД в режиме ХИ	112
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ	113
Управление модулем контроля потока газа-реагента	115
Установка потока метана как газа-реагента	119
Использование других газов-реагентов	122
Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)	126
Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)	128

Проверка работоспособности в режиме ПХИ	130
Проверка работоспособности в режиме ОХИ	131
Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ	132

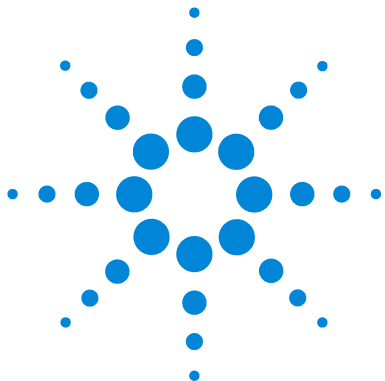
5 Общее обслуживание

Перед началом обслуживания	136
Обслуживание вакуумной системы	142
Обслуживание анализатора	143
Открытие камеры анализатора	145
Извлечение источника ионов ЭУ	148
Извлечение радиатора источника ЭУ	150
Установка радиатора источника ЭУ	152
Разборка источника ионов ЭУ	154
Очистка источника ионов ЭУ	158
Сборка источника ионов ЭУ	161
Извлечение книти накала HES	166
Установка катода ВЭИ	168
Установка источника ионов ЭУ	169
Прикрепление проводов от источника ионов к сквозной панели	171
Замена рожка электронного умножителя	176
Закрытие камеры анализатора	179
Переключение между источниками ЭУ и ХИ	181
Переключение между источниками ХИ и ЭУ	184

6 Обслуживание ХИ

Общая информация	188
------------------	-----

Настройка МСД для работы в режиме ХИ	188
Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора	189
Извлечение источника ионов ХИ	191
Извлечение радиатора источника ХИ	195
Установка радиатора источника ХИ	197
Разборка источника ионов ХИ	198
Очистка источника ионов ХИ	201
Сборка источника ионов ХИ	204
Установка источника ионов ХИ	207
Извлечение нити накала источника ХИ	209
Установка нити накала источника ХИ	211



1

Введение

Версия МСД серии 5977В	12
Используемые сокращения	13
МСД серии 5977В	15
Описание оборудования МСД	17
Техника безопасности	19
Безопасное обращение с водородом	22
Сертификаты безопасности и соответствия нормам	28
Очистка и утилизация прибора	31
Проливание жидкости	31
Транспортировка или хранение МСД	31
Замена основных предохранителей	32

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



Версия МСД серии 5977В

МСД серии 5977В имеют турбомолекулярный (турбо) насос и возможность выбора четырех форвакуумных насосов или диффузионного насоса в сочетании с форвакуумным насосом Pfeiffer DUO 2.5. Существуют два вида источников ЭУ, стандартный источник ЭУ из нержавеющей стали и источник ЭУ с экстрактором, установленный на модели МСД Inert Plus. Источник ионов ХИ включает систему управления потоком реагента, систему калибровки ХИ и другие необходимые устройства. Серийный номер на этикетке (Таблица 1) обозначает тип МСД.

Таблица 1 Используемые высоковакуумные насосы

Наименование модели	Номер прибора	Описание	Режим ионизации/вид
5977В MSD Diff Pump	G7080В	Диффузионный насос	Ионизация электронным ударом (ЭУ)/нержавеющая сталь
5977В MSD Turbo Pump	G7081В	Турбонасос	Ионизация электронным ударом (ЭУ)/нержавеющая сталь
5977В Inert+ MSD EI Turbo	G7077В	Турбонасос МСД	Ионизация электронным ударом (ЭУ)/экстрактор
5977В EI/CI MSD	G7078В	Турбонасос МСД	Ионизация электронным ударом (ЭУ)/экстрактор Химическая ионизация / ПХИ, ОХИ

Используемые сокращения

В данном документе используются сокращения, приведенные в Таблица 1. Они объединены в один список для удобства.

Таблица 2 Сокращения

Сокращение	Определение
ПерТ	Переменный ток
ALS	Automatic Liquid Sampler - Устройство автоматического ввода жидких проб
БФБ	Бромфторбензол (калибрующее вещество)
ХИ	Химическая ионизация
ПосТ	Постоянный ток
ДФТФФ	Декафтортрифенилфосфин (калибрующее вещество)
DIP	Direct Insertion Probe - Зонд прямого ввода пробы
СД	Система данных
ЭУ	Ионизация электронным ударом
ЭУ	Электронный умножитель (детектор)
НЭУ	Напряжение электронного умножителя
ЕРС	Electronic pneumatic control - Электронный контроллер пневматики
эВ	Электрон-вольт
ГХ	Газовый хроматограф
ВЭД	Высокоэнергетический диод (относится к детектору и его источнику питания)
Inert	Стандартный источник ЭУ, сделанный из инертных материалов
Inert+	Источник ЭУ с экстрактором, сделанный из инертных материалов
ID	Внутренний диаметр
LAN	Локальная сеть
m/z	Отношение массы к заряду

Таблица 2 Сокращения (продолжение)

Сокращение	Определение
КМР	Контроллер массового расхода
МСД	Масс-селективный детектор
ОХИ	Химическая ионизация с образованием отрицательных ионов
ОФН	Октофторнафтаген (калибрующее вещество)
ПХИ	Химическая ионизация с образованием положительных ионов
ПФДТД	Перфторо-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибрант)
ПФГТ	2,4,6-трис (перфторгептил)-1,3,5-триазин (калибрующее вещество)
ПФТБА	Перфтортрибутиламин (калибрующее вещество)
КФМ	Квадрупольный фильтр масс
RF	Радиочастота
RFPA	Усилитель мощности радиочастоты
мм рт.ст.	Единица измерения давления, столб ртути высотой 1 мм рт.ст.
Турбо	Турбомолекулярный насос

МСД серии 5977В

Прибор МСД серии 5977В — это автономный детектор для капиллярной газовой хроматографии, предназначенный для использования с приборами Agilent серии 7890В или газовым хроматографом Agilent 7820 (Таблица 3). Компоненты МСД:

- Пользовательский веб-интерфейс (WUI) для локального наблюдения и работы с МСД
- Вакуумный турбомолекулярный насос с одним из четырех различных форвакуумных насосов
- Диффузионный вакуумный насос с форвакуумным насосом Pfeiffer DUO 2.5
- Три разных типа ионных источников для ионизации электронным ударом, независимо нагреваемых МСД: стандартный источник из нержавеющей стали и инертного материала и источник с экстрактором.
- Возможна модернизация на месте установки до химической ионизации (ПХИ/ОХИ), которая состоит из дооснащения источником химической ионизации (ХИ), контроллером потока газа-реагента и трубками, а также калибровки и настройки ХИ.
- Гиперболический квадрупольный фильтр масс, независимо нагреваемый МСД.
- Электронный множитель (детектор) с высокоэнергетическим динодом (ВЭД).
- Интерфейс ГХ-МСД, независимо нагреваемый ГХ.

Физическое описание

Размеры МСД серии 5977В приблизительно составляют 41 см в высоту, 30 см в ширину, и 54 см в глубину. Масса прибора составляет 39 кг при использовании диффузионных насосов, 44 кг при наличии стандартного турбонасоса ЭУ и 46 кг при установке турбонасоса ЭУ/ХИ. Кроме того, подключенный форвакуумный насос (для предварительной откачки) весит 11 кг (стандартный насос) и, как правило, размещается на полу за МСД.

Базовые компоненты прибора: узлы рамы и крышки, вакуумная система, интерфейс ГХ, электронные компоненты, анализатор.

Вакуумметр

МСД серии 5977В может иметь (или быть оборудованным при желании клиента) ионным микровакуумметром. С помощью программного обеспечения MassHunter ГХ-МС можно считывать давление (высокий вакуум) в вакуумируемом объеме. В данном руководстве приведено описание работы вакуумметра-контроллера. Вакуумметр *требуется* для работы в режиме химической ионизации (ХИ).

Таблица 3 Характеристики прибора МСД серии 5977В

Характеристика		
Высоковакуумный насос	Диффузионный	Турбо
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин	1	от 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин*	1,5	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин [†]	2	6,5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0,25 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)
Возможность ХИ [‡]	Нет	Да
Имеются инертные источники ионов	Да	Да
Совместимость с ГХ	Серия 7890	Серия 7890

Таблица 3 Характеристики прибора МСД серии 5977В (продолжение)

Характеристика		
Отдельное уплотнение наконечника интерфейса	Нет	Нет
Доступны форвакуумные насосы	Pfeiffer Duo 2.5	Pfeiffer Duo 2.5, MVP-070-3, MVP-070-3C, IDP3 24V
Возможность DIP** (сторонние поставщики)	Да	Да

* Общая скорость потока газа в МСД: скорость потока колонки + скорость потока газа-реагента (если применимо). Расход газа на примере гелия. При использовании других газов максимальная скорость потока будет отличаться.

† Снизятся спектральные характеристики и чувствительность.

‡ Модели турбонасосов могут дооснащаться на месте установки до ХИ.

** Зонд прямого ввода пробы.

Описание оборудования МСД

Локальная панель управления

ГХ 7890В

ALS

МСД серии
5977В

Выключатель
электропитания
МСД

Индикатор передней панели

Выключатель электропитания ГХ



Рисунок 1 Система ГХ-МСД серии 5977В, показана с ГХ Agilent 7890В

В настоящем руководстве термин «МСД ХИ» относится к приборам МСД G7078В и G7077В, дооснащенным для работы в режиме ХИ. Кроме того, если не указано иное, этот термин также относится к модулям потоков для этих приборов.

С помощью модернизированного прибора для ХИ МСД обеспечивается получение высококачественных классических спектров ХИ, включающих в себя молекулярно-аддуктивные ионы. В приборе можно использовать различные газы-реагенты. Чтобы получить дополнительную информацию, см. главу 4, «Работа в режиме химической ионизации (ХИ)».

При дооснащении МСД серии 5977В на месте установки системой ХИ серии 5977В, получается следующее:

- Интерфейс ГХ-МСД для ЭУ/ХИ.
- Источник ионов ХИ и новое стандартное уплотнение наконечника интерфейса, которые могут использоваться с источником ЭИ с экстрактором.
- Модуль управления потоком газа-реагента
- Двухполярный блок питания ВЭД для ПХИ и ОХИ

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

Вакуумметр-контроллер высокого вакуума (G3397В) интегрирован в систему. Он **требуется** для МСД ХИ, а также рекомендуется для ЭУ.

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

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

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

Техника безопасности

При использовании МСД всегда следует помнить некоторые предупреждения о безопасности.

Многие внутренние компоненты МСД находятся под опасным напряжением

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

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

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

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

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

При отказе одного из основных предохранителей МСД отключится автоматически, но в целях безопасности необходимо отключить МСД вручную и отсоединить шнур питания от сети. В напуске воздуха в камеру анализатора нет необходимости.

ОСТОРОЖНО!

Замена основных предохранителей при подключении МСД к источнику питания запрещена.

Статическое электричество опасно для электронных компонентов МСД

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

Многие компоненты очень сильно нагреваются

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

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

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

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

Масляный поддон под стандартным форвакуумным насосом может представлять пожарную опасность

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

ОСТОРОЖНО!

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

Безопасное обращение с водородом

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода (H_2) в качестве газа-носителя или газа горения нельзя забывать о возможности истечения газа в термостат ГХ и возникновения опасности взрыва. Поэтому начинайте подачу газа только после того, как будут подключены все компоненты. При подаче водорода в прибор фитинги канала ввода и колонки детектора должны быть постоянно подключены к колонке или заглушены.

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

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

- Водород воспламеняется в широком диапазоне концентраций. В условиях атмосферного давления водород воспламеняется при концентрации от 4 % до 74,2 % по объему.
- Водород имеет самую высокую скорость горения среди газов.
- Водород имеет очень низкую энергию возгорания.
- При быстром расширении водорода при сбросе давления он может самовоспламениться.
- При горении водорода возникает несветящееся пламя, которое может быть невидимым при ярком освещении.

Меры предосторожности при работе с ГХ

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

Опасности, связанные с работой ГХ-МСД.

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

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

Накопление водорода в МСД

ОСТОРОЖНО!

МСД не может обнаружить утечки в канале ввода и/или в газовых коммуникациях в детекторе. Поэтому очень важно, чтобы фитинги колонки всегда были подсоединены к колонке или были заглушены крышкой или пробкой.

Все пользователи должны знать механизм накопления водорода (Таблица 3 на стр. 23), а также меры предосторожности, которые необходимо принять при накоплении водорода или соответствующем подозрении. Обратите внимание, что описанные события относятся ко **всем** масс-спектрометрам, в том числе к МСД.

Таблица 4 Механизмы накопления водорода

Механизм	Результаты
Выключение масс-спектрометра	Масс-спектрометр может быть выключен намеренно. Он также может быть выключен случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. В приборе есть функция безопасности, отключающая поток газа-носителя в случае выключения форвакуумного насоса МСД. Однако если эта функция не сработает, то водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.

Таблица 4 Механизмы накопления водорода (продолжение)

Механизм	Результаты
Закрытие автоматического запорного клапана масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры оснащены автоматическими запорными клапанами диффузионного насоса. В этих приборах при соответствующих действиях оператора или различных сбоях запорные клапаны могут закрыться. При закрытии запорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Закрытие ручного запорного клапана масс-спектрометра	Некоторые масс-спектрометры имеют ручные запорные клапаны диффузионного насоса. В этих приборах оператор может закрыть запорные клапаны. При закрытии запорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Отключение газового хроматографа	ГХ может быть выключен намеренно. Он также может быть выключен случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. Разные хроматографы работают различным образом. При выключении газового хроматографа серии 7890, оснащенного электронным контроллером давления (ЭКД), контроллер давления останавливает поток газа-носителя. Если поток газа-носителя не контролируется электронным контроллером давления ГХ, интенсивность потока увеличивается до максимального уровня. Этот поток может быть настолько сильным, что некоторые масс-спектрометры не смогут откачивать весь газ, в результате чего водород будет накапливаться в масс-спектрометре. Если в этот момент масс-спектрометр будет также выключен, водород может накопиться достаточно быстро.
Отключение электричества	При отключении электричества газовый хроматограф и масс-спектрометр выключаются. Однако в этом случае подача газа-носителя может продолжаться. Как указано выше, в некоторых газовых хроматографах при отключении электричества интенсивность потока газа-носителя может увеличиться до максимального уровня. В результате этого водород может накопиться в масс-спектрометре.

ОСТОРОЖНО! Если в масс-спектрометре накопился водород, при его откачке необходимо соблюдать его особую осторожность. Неправильный запуск масс-спектрометра, наполненного водородом, может привести к взрыву.

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

Меры предосторожности

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

Меры предосторожности при работе с оборудованием

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

ОСТОРОЖНО!

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

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

Общие меры предосторожности при работе в лаборатории

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

Меры предосторожности при работе с прибором

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

- При отключении электричества всегда отключайте подачу водорода на его источнике.
- Если при работе ГХ-МСД без участия оператора происходит отключение электроэнергии, даже при последующем автоматическом перезапуске системы выполните следующие действия.
 - 1 Немедленно отключите подачу водорода на его источнике.
 - 2 Отключите ГХ.
 - 3 Отключите МСД и подождите 1 час, пока он остынет.
 - 4 Удалите из помещения **все** потенциальные источники возгорания.
 - 5 Откройте вакуумный объем МСД для напуска из атмосферы.
 - 6 Подождите не менее 10 минут, чтобы водород рассеялся.
 - 7 Запустите ГХ и МСД, как обычно.


При использовании водорода проверяйте систему на наличие течей, чтобы исключить угрозу возгорания и взрыва согласно местным требованиям охраны окружающей среды, охраны здоровья и технике безопасности (EHS). Всегда проверяйте отсутствие течей после замены баллона или обслуживания газовых линий. Всегда проверяйте соединения продувок выходного отверстия форвакуумного насоса и инжектора ГХ с вытяжным шкафом.

Сертификаты безопасности и соответствия нормам

МСД серии 5977В соответствует следующим стандартам безопасности.

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

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

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

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



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

МСД серии 5977В соответствует Директиве ЕС по ограничению использования опасных веществ.

Информация

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

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

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

Условные обозначения

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

Дополнительные сведения см. в прилагаемых инструкциях.

Обозначает высокую температуру поверхности.

Обозначает опасное напряжение.

Обозначает зажим заземления.

Обозначает опасность потенциального взрыва.

Обозначает опасность радиации.

Обозначает опасность поражения статическим электричеством.

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



или



Электромагнитная совместимость

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

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

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

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

Свидетельство соответствия требованиям к акустическому давлению

Акустическое давление

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

Акустическое давление <70 дБ в соответствии с требованиями EN ISO 3744:1995.

Очистка и утилизация прибора

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

Проливание жидкости

Не проливайте жидкость на МСД.

Транспортировка или хранение МСД

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

Замена основных предохранителей

Необходимые материалы

- Предохранители, T12.5A, 250 V (2110-1398) — 2 штуки
- Плоская отвертка (8730-0002)

Наиболее вероятной причиной отказа основных предохранителей является проблема с форвакуумным насосом. При отказе основных предохранителей МСД проверьте форвакуумный насос.

Процедура

- 1 Выполните продувку МСД и отключите шнур питания МСД от электрической розетки.

При отказе одного из основных предохранителей МСД отключится автоматически, но в целях безопасности необходимо отключить МСД вручную и отсоединить шнур питания от сети. В напуске воздуха в камеру анализатора нет необходимости.

ОСТОРОЖНО!

Замена основных предохранителей при подключении МСД к источнику питания запрещена.

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя отключение питания может привести к скоплению водорода в камере анализатора. В этом случае необходимо принять дополнительные меры предосторожности. См. “Безопасное обращение с водородом” на стр. 22.

- 2 Вращайте один из патронов предохранителей против часовой стрелки (Рисунок 2 на стр. 33) до тех пор, пока он не выскочит. Патроны предохранителей подпружинены.
- 3 Извлеките старый предохранитель из его патрона.
- 4 Установите новый предохранитель в патрон.
- 5 Заново установите патрон.

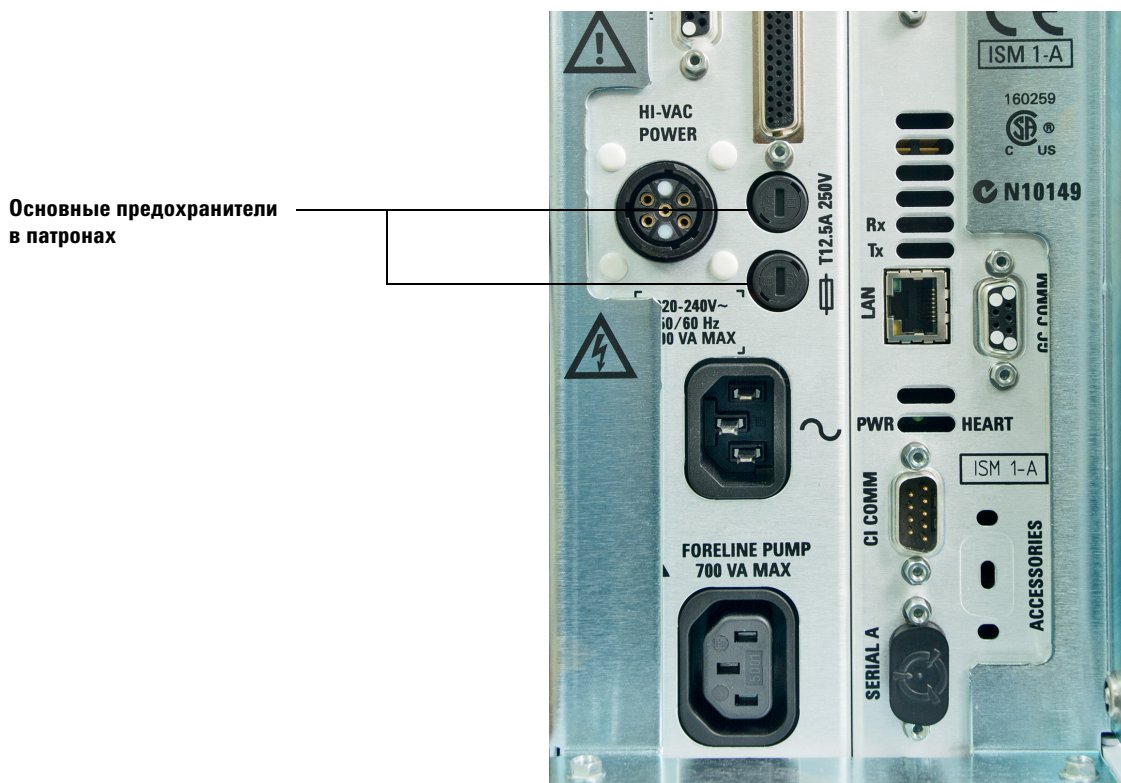
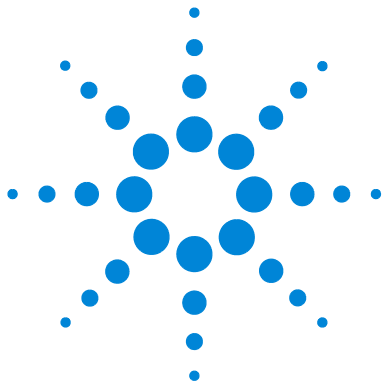


Рисунок 2 Основные предохранители

- 6 Повторите шаги 3–5 для второго предохранителя. Всегда меняйте оба предохранителя.
- 7 Заново подключите шнур питания МСД к электрической розетке.
- 8 Выполните откачку МСД.



2 Установка колонок ГХ

Колонки	36
Установка капиллярной колонки в инжектор с/без деления потока	39
Кондиционирование капиллярной колонки	43
Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки	44
Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием стандартной гайки	49

Перед использованием системы ГХ-МСД необходимо выбрать, установить и выполнить кондиционирование колонки ГХ. В данной главе приведены рекомендации по установке и кондиционированию колонки. Чтобы выбрать нужную колонку и скорость потока, необходимо выяснить тип вакуумной системы МСД.



Колонки

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

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

Помните, что скорость потока во многом зависит от температуры термостата. См. главу “Калибровка линейной скорости потока в колонке” на стр. 81, чтобы получить информацию о том, как измерить скорость потока в колонке. Чтобы определить, обеспечит ли колонка приемлемую скорость потока при существующем входном давлении, используйте программное обеспечение Flow Calculation и данные, которые содержит Таблица 5.

Таблица 4 Скорость потоков газа

Характеристика	Диффузионный	Турбо
Высоковакуумный насос		
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин	1	от 1 до 2
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин*	1,5	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин [†]	2	6,5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0,53 мм (30 м)	0,53 мм (30 м)
Возможность ХИ	Нет	Да

* Общая скорость потока газа в МСД: скорость потока колонки + скорость потока газа-реагента (если применимо). Расход газа на примере гелия. При использовании других газов максимальная скорость потока будет отличаться.

† Снижаются спектральные характеристики и чувствительность.

Кондиционирование колонок

Прежде чем подсоединить колонку к интерфейсу ГХ-МСД, необходимо выполнить кондиционирование колонки. См. “Кондиционирование капиллярной колонки” на стр. 43.

Небольшая часть неподвижной фазы капиллярной колонки часто уносится газом-носителем. Это называется фоном неподвижной фазы из колонки. Фон неподвижной фазы из колонки вызывает отложение следовых количеств неподвижной фазы в ионном источнике МСД. Это снижает чувствительность МСД и приводит к необходимости очистки источника ионов.

Фон неподвижной фазы колонки обычно характерен для новых колонок или колонок с плохой привязкой неподвижной фазы. Ситуация ухудшается, если при нагревании колонки в газе-носителе присутствуют следы кислорода. Чтобы свести к минимуму фон неподвижной фазы колонки, необходимо производить кондиционирование всех капиллярных колонок *перед* их установкой в интерфейс ГХ-МСД.

Кондиционирование ферул

Неоднократное нагревание ферул до максимальной рабочей температуры перед установкой поможет снизить их химический фон. Нагревание ферул до их максимальных рабочих температур перед выполнением методик позволяет уменьшить течи фитингов.

Полезные советы

- Процесс установки колонки для МСД серии 5977В отличается от процесса в предыдущих моделях МСД. Использование процесса, предназначенного для другого прибора, может быть *неудачным* и привести к повреждению колонки или МСД.
- Всегда используйте чистый газ-носитель (минимум на 99,9995 %).
- Вследствие термального расширения новые ферулы могут ослабнуть после нескольких нагреваний и остываний. Проверяйте затяжку после двух-трех циклов нагрева или пользуйтесь самозатягивающимися гайками для колонки.
- Всегда используйте перчатки при работе с колонками, будьте особенно внимательны при обращении с концом колонки, который будет помещен в интерфейс ГХ-МСД.

ОСТОРОЖНО!

Если в качестве газа-носителя используется водород, не включайте поток газа до тех пор, пока не будет установлена колонка, а в MSD не будет выполнена откачка. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. См. [“Безопасное обращение с водородом”](#) на стр. 22.

ОСТОРОЖНО!

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

Установка капиллярной колонки в инжектор с/без деления потока



Необходимые материалы

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

Для получения сведений об установке колонки на каналы ввода других типов, см. инструкцию к газовому хроматографу.

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

ВНИМАНИЕ!

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

Процедура

- 1 Охладите термостат и канал ввода до комнатной температуры.
- 2 Работая в чистых перчатках, проткните колонку через септу (потребуется приложить усилия). Затем сдвиньте септу, гайку колонки и откондиционированную ферулу от свободного конца колонки (Рисунок 3). Коническая часть ферулы должна быть направлена от гайки колонки.

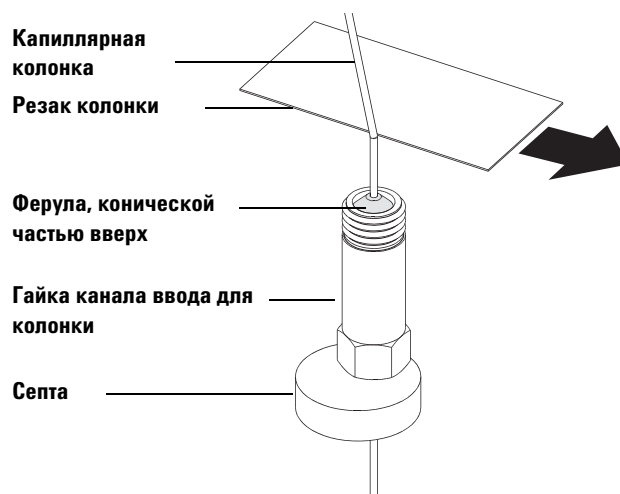


Рисунок 3 Подготовка капиллярной колонки к установке

- 3 С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстоянии не менее 2 см от конца.
- 4 Удерживая колонку, обломите ее конец у надреза.
- 5 Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 3 и 4.
- 6 Протрите свободный конец колонки безворсовой тканью, смоченной метанолом.

- 7 Установите колонку так, чтобы ее конец выступал над торцом ферулы на 4—6 мм (Рисунок 4).



Рисунок 4 Установка капиллярной колонки в разделенный/неразделенный вводной канал

- 8 Сдвиньте септу вверх до нижней части гайки для фиксации правильной длины установки колонки.
- 9 Вставьте колонку в канал ввода.
- 10 Сдвиньте гайку вверх по колонке к основанию канала ввода и закрутите ее вручную.
- 11 Расположите колонку так, чтобы септа находилась на одном уровне с нижней частью гайки колонки.
- 12 Затяните гайку колонки еще на четверть или половину оборота гаечным ключом. Колонка не должна свободно скользить.
- 13 Подайте поток газа-носителя.
- 14 Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропиловый спирт. Должны быть видны пузырьки.

См. также

Дополнительные сведения об установке капиллярной колонки см. в документе *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis* (Оптимизация вводов пробы без деления потока на ГХ для высокоэффективного МС-анализа), номер публикации Agilent Technologies 5988-9944EN.

Кондиционирование капиллярной колонки



Необходимые материалы

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

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

ГХ работает при высоких температурах. Чтобы избежать ожогов, не затрагивайте до любых частей ГХ до их полного остывания.

Процедура

- 1 Вставьте колонку в испаритель ГХ. (См. раздел “Установка капиллярной колонки в инжектор с/без деления потока” на стр. 39.)
- 2 Установите минимальную скорость 30 см/с или скорость, рекомендованную производителем колонки. Чтобы удалить воздух, пропустите газ-носитель по колонке в течение 15—30 минут при комнатной температуре.
- 3 Запрограммируйте рост температуры термостата от комнатной до максимально возможной температуры для колонки.
- 4 Повышайте температуру со скоростью от 10 до 15 °С/мин.
- 5 Поддерживайте максимальную температуру в течение 30 минут.

ВНИМАНИЕ!

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

- 6 Установите температуру термостата ГХ на 30 °С и дождитесь готовности ГХ.
- 7 Подсоедините колонку к интерфейсу ГХ. (См. раздел “Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки” на стр. 44.)

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки

Данная процедура описывает установку капиллярной колонки непосредственно в анализатор с применением рекомендованной Agilent самозатягивающейся гайки для колонки.

ГХ Agilent серии 7890



Необходимые материалы

- Стандартный уплотнитель наконечника интерфейса (G3870-20542) для использования с источниками ЭУ Inert+ и ХИ с установленным интерфейсом ХИ (см. [Рисунок 5](#)).
- Пружина уплотнителя наконечника (G7005-20024)
- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Самозатягивающаяся гайка колонки для интерфейса ГХ-МС (5190-5233)
- Ферулы Vespel.
 - ID 0,27 мм для колонок с ID 0,10 мм (5062-3518)
 - ID 0,37 мм для колонок с ID 0,20 мм (5062-3516)
 - ID 0,40 мм для колонок с ID 0,25 мм (5181-3323)
 - ID 0,5 мм для колонок с ID 0,32 мм (5062-3514)
 - ID 0,8 мм для колонок с ID 0,53 мм (5062-3512)
- Септа (можно использовать септу, бывшую в употреблении).
- Защитные очки.

ВНИМАНИЕ!

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

Процедура

- 1 Выполните кондиционирование колонки. (См. раздел “Кондиционирование капиллярной колонки” на стр. 43.)

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

- 2 Если не используется дополнительный модуль Quick Swap, произведите напуск МС. Указания по напуску МС см. в разделе “Напуск МСД” на стр. 97.

ОСТОРОЖНО!

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

- 3 Наденьте гайку интерфейса и откондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Конический конец ферулы должен быть обращен к гайке.
- 4 С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстоянии 2 см от конца.
- 5 Держите колонку большим пальцем с противоположной от резака стороны. Обломите конец колонки о край резака.
- 6 Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 4 и 5.
- 7 Протрите конец колонки спиртом.

2 Установка колонок ГХ

- 8 Вставьте колонку в интерфейс ГХ-МС. Отрегулируйте колонку таким образом, чтобы она выступала на указанное расстояние за конец интерфейса.

Для Модуля источника ЭУ (Рисунок 5) колонка выступает на 1–3 мм.

Для Модуля источника ХИ колонка выступает примерно на 1 мм.

При необходимости используйте фонарь или лупу, чтобы увидеть конец колонки в камере анализатора. Не пытайтесь нащупать конец колонки пальцем.



Рисунок 5 Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС для источника ЭУ.

- 9 Вручную затяните гайку. Затягивая гайку, следите, чтобы положение колонки не менялось.
- 10 Затягивайте гайку по часовой стрелке. Продолжайте затягивать до полной фиксации колонки в феруле.
- 11 Проверьте термостат ГХ, чтобы убедиться, что колонка не касается стенок термостата.



Рисунок 6 Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС

ВНИМАНИЕ!

Во избежание повреждения колонки устанавливайте изоляционный наконечник на конец интерфейса ГХ-МС с особой осторожностью.

- 12 Установите изоляционный наконечник на конец интерфейса ГХ-МС. При использовании интерфейса ГХ-МС для ХИ и интерфейса ГХ-МС для ЭУ с источником ЭУ с экстрактором (**Рисунок 5**) установите пружину уплотнителя наконечника, затем сдвиньте наконечник с рифленой гайкой вдоль конца колонки и закрутите рифленую гайку на конец интерфейса. При использовании интерфейса ГХ-МС для ЭУ со стандартным или инертным источником ЭУ уплотнитель наконечника не требуется.
- 13 **Аккуратно** проверьте выравнивание источника ионов и уплотнителя наконечника интерфейса.

При правильном выравнивании источника ионов можно полностью закрыть камеру переднего анализатора без сопротивления (за исключением пружины в уплотнителе наконечника интерфейса).

ВНИМАНИЕ!

При неправильном выравнивании этих деталей закрытие дверцы анализатора приведет к повреждению уплотнения, интерфейса и источника ионов или боковая панель не будет герметичной.

-
- 14 Источник ионов и уплотнение наконечника интерфейса можно выровнять, поворачивая боковую панель на ее петле. Если дверца по-прежнему не закрывается, свяжитесь с представителем сервисной службы Agilent Technologies.
 - 15 Закройте дверцу камеры анализатора. (См. “Закрытие камеры анализатора” на стр. 179.)

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием стандартной гайки

Данная процедура описывает установку капиллярной колонки непосредственно в анализатор. В интерфейсе ГХ-МС можно использовать гайки двух типов: описанная здесь стандартная гайка и описанная в следующем разделе самозатягивающаяся гайка.



Необходимые материалы

- Стандартный уплотнитель наконечника интерфейса (G3870-20542) для использования с источниками ЭУ Inert+ и ХИ с установленным интерфейсом ХИ (см. Рисунок 5).
- Пружина уплотнителя наконечника (G7005-20024)
- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Гайка колонки интерфейса (05988-20066)
- Ферулы
 - ID 0,3 мм для колонок с ID 0,10 мм (5062-3507)
 - ID 0,4 мм для колонок с ID 0,20 мм и 0,25 мм (5062-3508)
 - ID 0,5 мм для колонок с ID 0,32 мм (5062-3506)
 - ID 0,8 мм для колонок с ID 0,53 мм (5062-3512)
- Септа (можно использовать септу, бывшую в употреблении).
- Защитные очки.
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

Процедура

ВНИМАНИЕ!

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

ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Выполните кондиционирование колонки. (См. “Кондиционирование капиллярной колонки” на стр. 43.)
- 2 Выполните напуск МС (см. раздел “Напуск МСД” на стр. 97) и откройте камеру переднего анализатора (см. раздел “Открытие камеры анализатора” на стр. 145). Должен быть виден конец интерфейса ГХ-МС.

ОСТОРОЖНО!

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

- 3 Снимите изоляционный наконечник с конца интерфейса ГХ-МС. При использовании интерфейса ГХ-МС с источником ХИ (Рисунок 5 на стр. 46) сдвиньте наконечник и его пружину с конца интерфейса. При использовании интерфейса ГХ-МС с источником ЭУ отвинтите держатель уплотнителя наконечника и снимите его (Рисунок 5 на стр. 46).
- 4 Наденьте гайку интерфейса и откондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Конический конец ферулы должен быть обращен к гайке.
- 5 С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстоянии 2 см от конца.
- 6 Держите колонку большим пальцем с противоположной от резака стороны. Обломите конец колонки о край резака.
- 7 Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 5 и 6.
- 8 Вставьте колонку в интерфейс ГХ-МС. Отрегулируйте колонку таким образом, чтобы она выступала на указанное расстояние за конец интерфейса.

Для модуля источника ЭУ (Рисунок 5) колонка выступает на 1–3 мм.

Для Модуля источника ХИ колонка выступает примерно на 1 мм.

При необходимости используйте фонарь или лупу, чтобы увидеть конец колонки в камере анализатора. Не пытайтесь нащупать конец колонки пальцем.

- 9 Вручную затяните гайку. Убедитесь, что положение колонки не изменится, когда гайка будет затянута, и не перетягивайте гайку.
- 10 Проверьте термостат ГХ, чтобы убедиться, что колонка не касается стенок термостата.
- 11 Затяните гайку на четверть или половину оборота.
- 12 Проверьте тугость гайки после одного-двух циклов нагрева. Затяните дополнительно соединение при необходимости.

ВНИМАНИЕ!

Во избежание повреждения колонки устанавливайте изоляционный наконечник на конец интерфейса ГХ-МС с особой осторожностью.

- 13 Установите изоляционный наконечник на конец интерфейса ГХ-МС. При использовании интерфейса ГХ-МС для ХИ и интерфейса ГХ-МС для ЭУ с источником ЭУ с экстрактором (*Рисунок 5*) установите пружину уплотнителя наконечника, затем сдвиньте наконечник с рифленой гайкой вдоль конца колонки и завинтите рифленую гайку на конец интерфейса. При использовании интерфейса ГХ-МС для ЭУ со стандартным или инертным источником ЭУ уплотнитель наконечника не требуется.
- 14 *Аккуратно* проверьте выравнивание источника ионов и уплотнителя наконечника интерфейса.

При правильном выравнивании источника ионов можно полностью закрыть камеру переднего анализатора без сопротивления (за исключением пружины в уплотнителе наконечника интерфейса).

ВНИМАНИЕ!

При неправильном выравнивании этих деталей закрытие дверцы анализатора приведет к повреждению уплотнения, интерфейса и источника ионов или боковая панель не будет герметичной.

- 15 Источник ионов и уплотнение наконечника интерфейса можно выровнять, поворачивая боковую панель на ее петле. Если дверца по-прежнему не закрывается, свяжитесь с представителем сервисной службы Agilent Technologies.
- 16 Закройте дверцу камеры анализатора. (См. “Закрытие камеры анализатора” на стр. 179.)

2 Установка колонок ГХ



3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Управление МСД из системы обработки данных	54
Управление МСД из панели управления ГХ	55
Конфигурация МСД посредством пользовательского веб-интерфейса (WUI)	59
Показания мини-дисплея eModule	62
Индикатор состояния прибора на передней панели	62
Интерфейс ГХ/МСД	63
Перед включением МСД	65
Откачка	67
Контроль температуры	67
Управление потоком через колонку	68
Напуск МСД	68
Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки	70
Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума	72
Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором	75
Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter	77
Контроль давления высокого вакуума	79
Калибровка линейной скорости потока в колонке	81
Настройка МСД в режиме ЭУ	84
Конфигурация дополнительной системы самоочищающегося источника ионов	86
Кондиционирование дополнительной системы самоочищающегося источника ионов	87



3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Редактирование метода для использования режима очистки самоочищающегося источника ионов	89
Редактирование метода для отключения режима очистки самоочищающегося источника ионов	91
Проверка работоспособности системы	92
Тестирование больших масс (МСД серии 5977В)	93
Снятие крышек МСД	96
Напуск МСД	97
Откачка МСД	100
Транспортировка или хранение МСД	103

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

Управление МСД из системы обработки данных

Программное обеспечение для сбора данных ГХ-МС Agilent MassHunter GCMS Acquisition автоматизирует такие задачи, как откачку, мониторинг давления, установку температуры, настройку и напуск МСД. Описание этих задач приведено в настоящей главе. Дополнительная информация приведена в других руководствах и интерактивной справке программы MassHunter.

ВНИМАНИЕ!

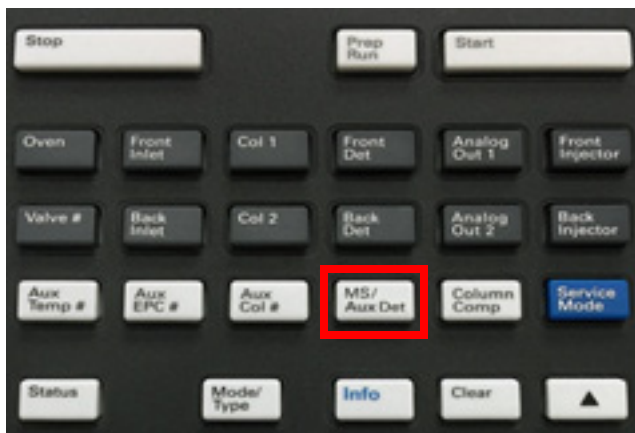
Программное и микропрограммное обеспечение периодически обновляются. Если инструкции, приведенные в данных процедурах, не соответствуют используемому ПО MassHunter, см. руководства и онлайн-справку, поставляемые с программным обеспечением.

Управление МСД из панели управления ГХ

Панель управления ГХ 7890В отображает текущие температуру и давление МСД и позволяет подавать команды МСД без использования программного обеспечения Agilent MassHunter GCMS Acquisition. Такими функциями, как напуск и настройка температур, можно пользоваться непосредственно с панели управления ГХ. С панели управления ГХ доступно ограниченное число функций. Для полного управления прибором используется программа MassHunter Acquisition.

Специальная клавиша МСД на панели управления ГХ

Клавиша **MS/Aux Det** на панели управления ГХ 7890В обеспечивает доступ к управлению и настройке параметров МСД. Для старых моделей ряда 7890 с обновленным микропрограммным обеспечением клавиша помечена как **Aux Det #.** Она может использоваться вместо клавиши **MS/AuxDet** в следующих процедурах.



Изменение температур МСД с панели управления ГХ

- 1 Нажмите **MS/Aux Det** для отображения меню МСД 5977В.
- 2 Нажмите на стрелку вниз для перехода к параметрам **Quad temp**, **Source temp** или **Transfer line**.
- 3 Для ввода необходимой температуры воспользуйтесь клавиатурой ГХ.
- 4 Нажмите клавишу **Enter**, чтобы применить изменения.

Для просмотра параметров вакуума МСД и скорости турбо-насоса с панели управления ГХ

- 1 Нажмите **MS/Aux Det** для отображения меню МСД 5977В.
- 2 Нажмите на стрелку вниз для перехода к параметру **HiVac Pressure Turbo Speed %** или **full/Foreline Pressure**.

Напуск МСД с панели управления ГХ

- 1 После завершения откачки МСД нажмите кнопку **MS/Aux Det** для перехода к меню МСД 5977В.
- 2 Нажмите стрелку вниз для перехода к сообщению **Start MSD Vent?**. (Нажмите **Off/No** для отмены напуска и начала откачки МС).
- 3 Нажмите **ON/Yes** для начала напуска.
- 4 При появлении запроса откройте клапан напуска.

Откачка МСД с панели управления ГХ

- 1 Нажмите **MS/Aux Det** для отображения меню МСД 5977В.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для прокрутки до **Start MSD Pumpdown?**. (Начать откачку МСД?).
- 3 Нажмите **ON/Yes** для начала откачки.

Просмотр версии микропрограммного обеспечения МСД с панели управления

- 1 Нажмите **MS/Aux Det** для перехода к меню МСД 5977В.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для перехода к функции **Firmware**.

Просмотр серийного номера МСД с панели управления ГХ

- 1 Нажмите **MS/Aux Det** для перехода к меню МСД 5977В.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для перехода к функции **Serial#**.

Настройка параметров сети МСД с панели управления ГХ

- 1 Нажмите кнопку **Config**, а затем **MS/Aux Det** для перехода к меню CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Для настройки параметра **IP**: воспользуйтесь клавиатурой ГХ, чтобы ввести новый IP-адрес МСД, затем нажмите **Enter** для завершения ввода.
- 3 Дождитесь отображения ГХ нового IP-адреса. Перезагрузите МСД или перейдите к адресу шлюза посредством стрелки вниз.
- 4 Нажимайте стрелку вниз для перехода к пункту **GW**: и воспользуйтесь клавиатурой ГХ для ввода нового адреса шлюза для ЛВС и нажмите **Enter** для завершения ввода.
- 5 Нажимайте стрелку вниз для перехода к пункту **SW**: и воспользуйтесь клавиатурой ГХ для ввода новой маски подсети для ЛВС и нажмите **Enter** для завершения ввода.
- 6 Перезапустите МСД. (См. ниже)

Перезапуск МСД с панели управления ГХ

- 1 Нажмите кнопку **Config**, а затем **MS/Aux Det** для перехода к меню CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для перехода к сообщению **Request MSD Reboot?**.
- 3 Нажмите **On/Yes** для перезапуска МСД и дождитесь завершения этого процесса МСД перед попыткой получения к нему доступа.

Включение/выключение службы BOOTP на МСД

По умолчанию служба BOOTP выключена. При использовании ЛВС сервера BootP, то при включении BOOTP сервер автоматически присваивает МСД IP-адрес.

- 1 Нажмите кнопку **Config**, а затем **MS/Aux Det** для перехода к меню CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для перехода к **MSD BOOTP**.

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 3 Для включения ВООТР нажмите **On/Yes**.
Для выключения ВООТР нажмите **Off/No**.
- 4 Дождитесь от МСД подтверждения изменения на панели управления ГХ.
- 5 Перезапустите МСД. См. выше.

Включение/выключение LVDS на МСД

- 1 Нажмите кнопку **Config**, а затем **MS/Aux Det** для перехода к меню CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Нажимайте стрелку вниз для перехода к функции **Lvds communication**.
Для включения LVDS нажмите **On/Yes**.
Для выключения LVDS нажмите **Off/No**.
- 3 Дождитесь от МСД подтверждения изменения на панели управления ГХ.

Конфигурация МСД посредством пользовательского веб-интерфейса (WUI)

Если ГХ не поддерживает соединение LVDS с ГХ Agilent, то для настройки параметров сети можно воспользоваться WUI. Среди причин отсутствия поддержки ГХ настройки параметров сети МСД 5977В с панели управления ГХ можно выделить следующие:

- Между ГХ и МСД отсутствует соединительный кабель LVDS.
- В SmartCard отключено соединение LVDS.
- ГХ не относится к моделям ряда 7890 Agilent с подходящим микропрограммным обеспечением.

Изменение параметров сети МСД

Эта процедура предполагает, что оператор имеет доступ к ПК, расположенному в той же подсети ЛВС, что и МСД.

- 1** Откройте верхнюю крышку с петлями МСД для получения доступа к анализатору, чтобы ознакомиться с показаниями мини-дисплея eModule.
- 2** Нажмите кнопку пуска/останова МСД для запуска прибора. После завершения прибором инициализации при запуске на мини-дисплее отобразится информация о текущем IP-адресе, которая будет демонстрироваться в течение примерно 10 минут.
- 3** Скопируйте с мини-дисплея IP-адрес, шлюз и маску подсети.

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 4 Введите IP-адрес в адресную строку браузера ПК для отображения показанной здесь страницы пользовательского веб-интерфейса (WUI).

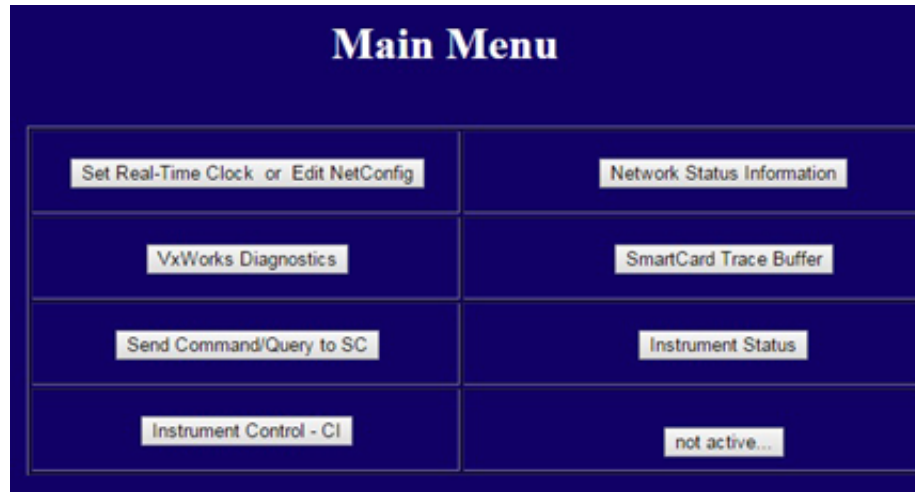


Рисунок 7 Пользовательский веб-интерфейс

- 5 Нажмите **Установить время или редактировать конфигурацию сети** и перейдите к разделу **Редактировать конфигурацию сети (Конфигурация сети МСД)**.

Рисунок 8 Редактировать конфигурацию сети WUI

- 6 Подтвердите, что **BootP** настроен на **ВЫКЛ.**. Если ЛВС назначает IP-адреса с помощью сервера BootP, нажмите **ВКЛ.** и пропустите следующий шаг.
- 7 Для обновления **IP-адреса МСД**, **шлюза IPA** и **маски подсети** введите новые значения. Перед отправкой данных можно вернуть прежние настройки, нажав **Вернуться в главное меню** и затем вернуться обратно.
- 8 Нажмите **Отправить** для загрузки новой конфигурации сети в МСД.

Откроется диалоговое окно, подтверждающее начало процесса настройки параметров сети.
- 9 Нажмите **ОК**, чтобы закрыть диалоговое окно и дождаться запроса на **ручной перезапуск МСД/SmartCard для активации новых настроек**.
- 10 Воспользуйтесь кнопкой пуск/останов для перезапуска SmartCard МСД.

Показания мини-дисплея eModule

Мини-дисплей eModule, доступный при открытой дверце крышки анализатора, позволяет оператору просматривать конфигурацию ЛВС прибора, включая IP-адрес, маску подсети, шлюз по умолчанию и MAC-адрес. Конфигурацию ЛВС можно изменить с помощью панели управления ГХ и пользовательского веб-интерфейса из веб-браузера.

Индикатор состояния прибора на передней панели

Посредством индикатора состояния прибора на передней панели оператор может просматривать текущее состояние прибора с помощью цветовых кодов и времени включения/выключения индикатора.

Таблица 5 Коды индикатора состояния прибора на передней панели

Состояние прибора	Код индикатора
Готов	Сплошной зеленый
Сбор данных	Мигающий зеленый (<2 сек.)
Не готов	Сплошной желтый
Не подсоединен к DS	Мигающий желтый (<2 сек.)
Готов и не подключен к DS	Сплошной желтый в течение 3 сек., быстрое двойное мигание
Запуск (перед загрузкой микропрограммного обеспечения)	Мигающий красный (<2 сек.)
Ошибка	Сплошной красный

Интерфейс ГХ/МСД

Интерфейс ГХ/МСД (Рисунок 9 на стр. 64) — это нагреваемый канал МСД для капиллярной колонки. Он закреплен на правой стороне камеры анализатора и имеет кольцевой уплотнитель. Он оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

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

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

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

Интерфейс ГХ/МСД может использоваться и с источником ионов ЭУ, и с источником ионов ХИ. Для источника ионов с экстрактором и источника ХИ требуется уплотнение наконечника (G3870-20542). Стандартные источники ЭУ, сделанные из нержавеющей стали или инертного материала, не требуют уплотнения наконечника.

См. также

“Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки” на стр. 44.

ОСТОРОЖНО!

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

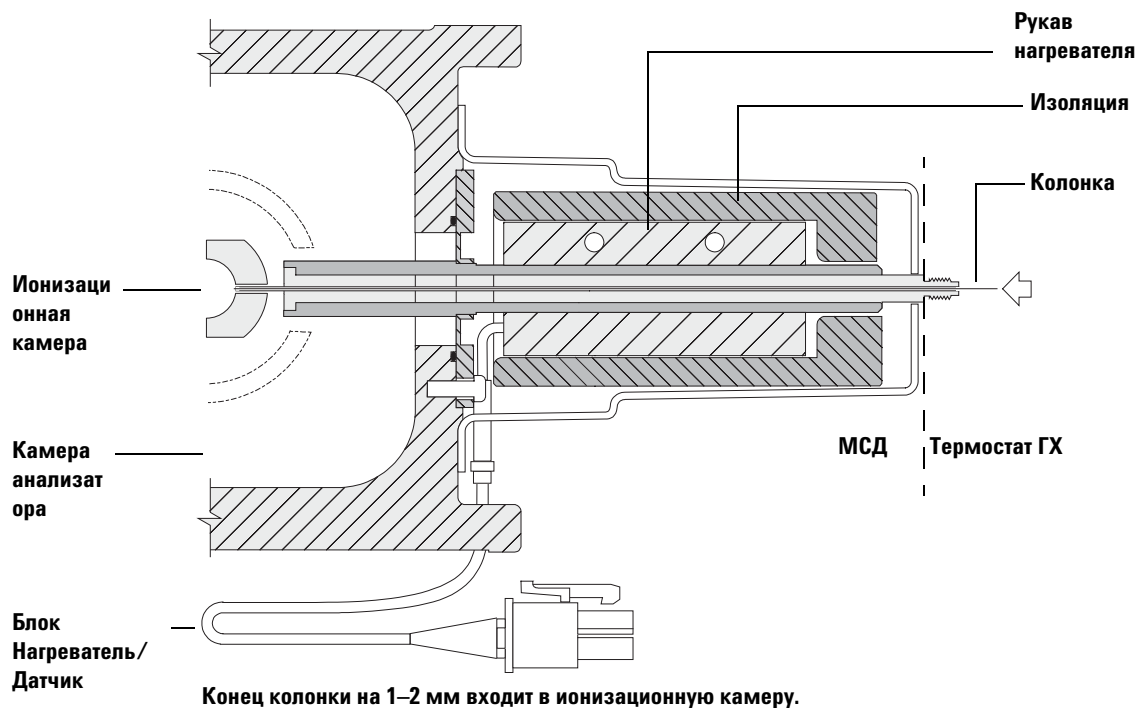


Рисунок 9 Интерфейс ЭУ ГХ/МСД

Перед включением МСД

Проверьте следующее *перед* включением и эксплуатацией МСД.

- Клапан напуска должен быть закрыт (ручка повернута до конца по часовой стрелке).
- Все остальные вакуумные уплотнения и фитинги должны быть установлены на свои места и закреплены. Передний винт боковой панели затягивать не следует, кроме тех случаев, когда используются опасные газы-носители или газы-реагенты.
- МСД подключен к заземленному источнику питания.
- Интерфейс ГХ/МСД входит в термостат газового хроматографа.
- Откондиционированная капиллярная колонка установлена во впускной канал ГХ и интерфейс ГХ/МСД.
- ГХ включен, но нагреваемые зоны интерфейса ГХ/МСД, впускной канал ГХ и термостат выключены.
- Газ-носитель чистотой не менее 99,9995 % подается в ГХ через рекомендуемые фильтры. Редуктор, трубки, фильтры, модуль ЕРС, канал ввода и колонка были продуты с целью удаления кислорода из системы.
- Если в качестве газа-носителя используется водород, поток газа-носителя должен быть перекрыт, а передний винт боковой пластины слегка затянут.
- Выхлоп форвакуумного насоса хорошо вентилируется.

ОСТОРОЖНО!

В выхлопе форвакуумного насоса содержатся растворители и анализируемые вещества. При использовании стандартного форвакуумного насоса в выхлопе также содержится примесь масла насоса. При использовании токсичных растворителей или анализе токсичных химикатов снимите масляный фильтр (стандартный насос) и установите рукав (с вд 11 мм), чтобы отвести выхлоп форвакуумного насоса на улицу или в колпак вытяжной вентиляции. Убедитесь в соответствии действующим местными правилами. Масляный фильтр, поставляемый со стандартным насосом, удерживает только насосное масло. Он не улавливает и не отфильтровывает токсичные вещества.

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Прочтите “Безопасное обращение с водородом” на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Откачка

Откачку МСД можно выполнить с помощью системы данных или панели управления ГХ 7890В. Этот процесс в целом выполняется автоматически. Когда клапан напуска будет перекрыт и включится питание (при одновременном нажатии на боковую пластину), МСД самостоятельно выполнит откачку. Программное обеспечение системы данных отслеживает и отображает состояние системы во время откачки. Когда давление понижается на достаточный уровень, программа включает нагреватели ионного источника и фильтра масс и предлагает включить нагреватель интерфейса ГХ/МСД. МСД автоматически выключится, если не сможет выполнить откачку надлежащим образом.

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

- Обороты двигателя турбонасоса МСД (скорость вращения в процентах).
- Давление форвакуума для диффузного насоса МСД.
- Давление (вакуум) камеры анализатора для МСД с установленным дополнительным контроллером микроионного вакуумметра G3397В.

Эти данные также могут отображаться на панели управления ГХ 7890В.

Контроль температуры

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

Обычно нагреватель интерфейса ГХ/МСД приводится в действие и управляется дополнительной нагреваемой зоной № 2 ГХ. Температуру интерфейса ГХ/МСД можно установить и наблюдать с помощью системы данных или панели управления ГХ 7890В.

Управление потоком через колонку

Поток газа-носителя управляется давлением в ГХ. При заданном давлении в канале ввода ГХ поток в колонке будет уменьшаться по мере роста температуры термостата ГХ. При использовании электронного контроллера давления (ЭКД) и режима колонки **Постоянный поток**, поддерживается постоянный поток независимо от температуры.

МСД можно использовать для измерения фактического потока. Для этого следует ввести *небольшое* количество воздуха или другого неударживаемого соединения и отследить время, которое ему потребуется, чтобы достичь МСД. Выполнив такое измерение, можно рассчитать поток через колонку. См. “Калибровка линейной скорости потока в колонке” на стр. 81.

Напуск МСД

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

Неправильный напуск МСД *приведет* к его повреждению. Если выполнять напуск МСД до того, как диффузионный насос полностью охладится, диффузионный насос направит пары жидкости насоса обратно в анализатор, Турбонасос будет поврежден, если во время напуска будет работать со скоростью более чем 50 % от нормальной скорости вращения.

ОСТОРОЖНО!

Перед выполнением напуска убедитесь, что области интерфейса ГХ/МСД и анализатора остыли (ниже 100 °С). Температура 100 °С является достаточно высокой, чтобы вызвать ожоги. При работе с деталями анализатора необходимо всегда надевать перчатки.

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя поток газа должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Прочтите **“Безопасное обращение с водородом”** на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

ВНИМАНИЕ!

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

Не выполняйте напуск, если обороты турбонасоса превышают 50 % от его нормальной скорости вращения.

Не превышайте максимально рекомендованную величину потока газа. См. **Таблица 3** на стр. 16.

Просмотр показателей температуры и вакуума МСД в режиме ручной настройки

Для выполнения этой задачи можно также воспользоваться панелью GC Control (Управление ГХ). См. “Управление МСД из панели управления ГХ” на стр. 55.

Процедура

- 1 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Изменить параметры настройки** в меню Прибор для отображения диалогового окна **Ручная настройка**.
- 2 Перейдите на вкладку **Значения** для просмотра показателей температуры МСД и вакуума.

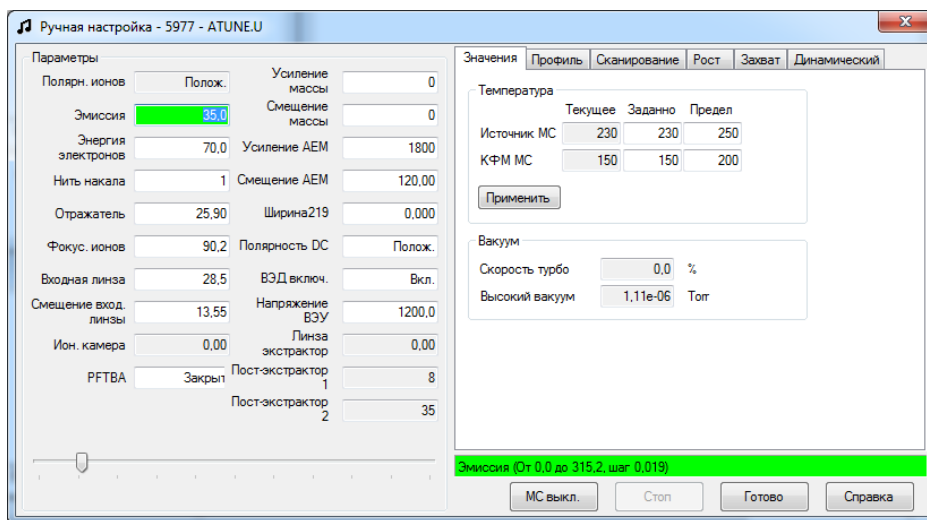


Рисунок 10 Ручная настройка — вкладка «Значения»

- 3 Чтобы изменить температуру, введите новые параметры в полях **Задано** или **Предел** и нажмите кнопку **Применить**.

Заданные значения и пределы температур нельзя менять до падения давления форвакуума ниже 300 мТорр или достижения скорости турбонасоса выше 80 % от максимума. Нагреватели МСД остаются выключенными до тех пор, пока

диффузионный насос не нагрелся или турбонасос не достиг скорости более 80 %. Обычно давление падает ниже 100 мТорр или скорость турбонасоса достигает 100 %.

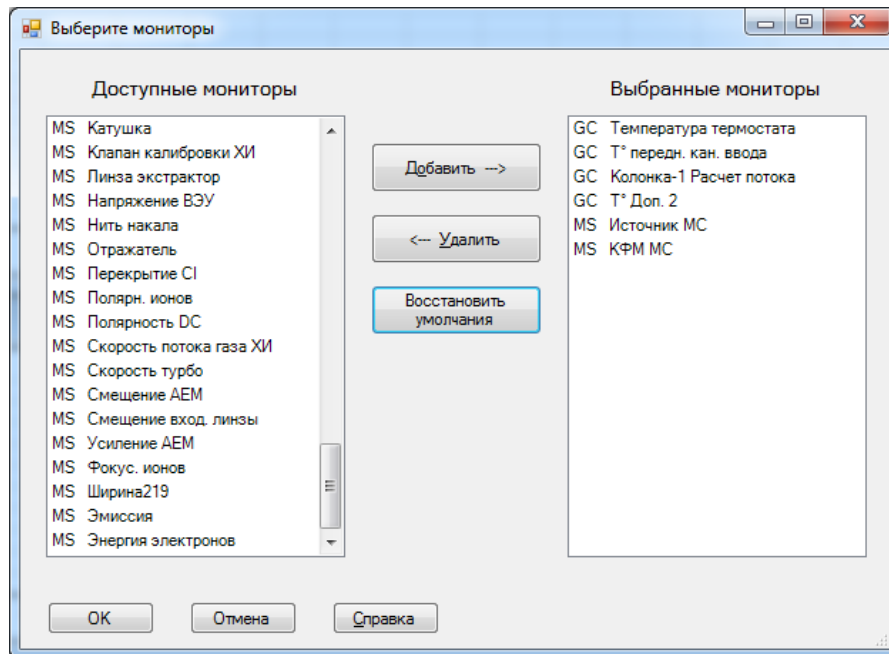
Нагреватели МСД включатся в конце цикла откачки и выключатся в начале цикла напуска. Указанные заданные значения не изменятся во время напуска или откачки, даже если обе зоны МСД будут выключены.

Установка мониторов слежения за температурой МСД и состоянием вакуума

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

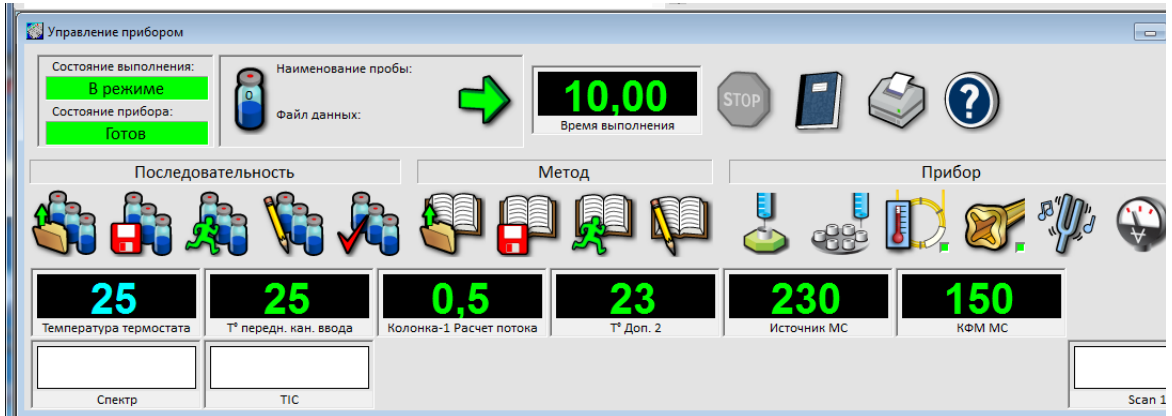
Процедура

- 1 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Редактировать мониторы** в меню **Прибор** для отображения диалогового окна **Выбор мониторов**.



- 2 В столбце **Доступные мониторы** выберите монитор и нажмите кнопку **Добавить**, чтобы переместить выбранный монитор в столбец **Выбранные мониторы**. Повторите процедуру для добавления дополнительных мониторов.
- 3 Нажмите **ОК**. Новые мониторы будут показаны друг под другом в правом нижнем углу окна **Управление прибором**.

- 4 Выберите команды **Окно > Упорядочить мониторы** или щелкните и перетащите каждый монитор в нужное положение.



3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 5 Чтобы установить сигнал тревоги монитора, дважды щелкните монитор, отображаемый в режиме просмотра Управление прибором, чтобы открыть диалоговое окно свойств монитора для установки сигналов тревоги.

T° Доп. 2

Тревога

Установить тревогу

Тревога: 100,00 (Красный)

Предупреждение: 100,00 (Желтый)

Минимальный: 0,00 (Синий)

Метка монитора: T° Доп. 2

Переменная CP: GCAUX2TEMP

OK Отмена Справка

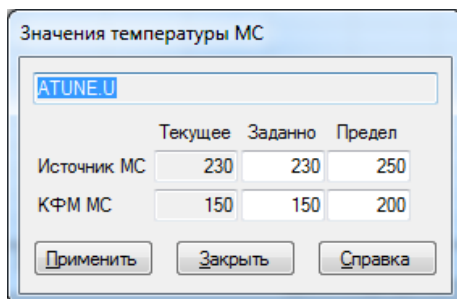
- a Установите флажок **Установить тревогу**.
- b Установите в полях **Предупреждение** (Уровень предупреждения), **Тревога** (Уровень тревоги) и **Минимальный** (Меньше минимума) соответствующие значения.
- c В поле **Метка монитора** введите описание, если метка по умолчанию не соответствует описанию.
- d Нажмите кнопку **OK**, чтобы завершить настройку тревог монитора.
- 6 Чтобы сделать новые установки частью метода, сохраните метод.

Установка температуры анализатора в режиме просмотра управления прибором

Температуры источника ионов МСД и квадрупольного фильтра масс хранятся в текущем файле настройки с расширением *.u. При загрузке метода, заданные значения из файла настроек, связанные с методом, загружаются автоматически.

Процедура

- 1 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Температуры МС** в меню **Прибор**.



- 2 Введите температуры для параметров **Источник МС** и **МС КОМ** (фильтр масс) в полях **Задано** и **Предел**. См. [Таблица 6](#).

Таблица 6 Рекомендуемые значения температур

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

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

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

ВНИМАНИЕ!

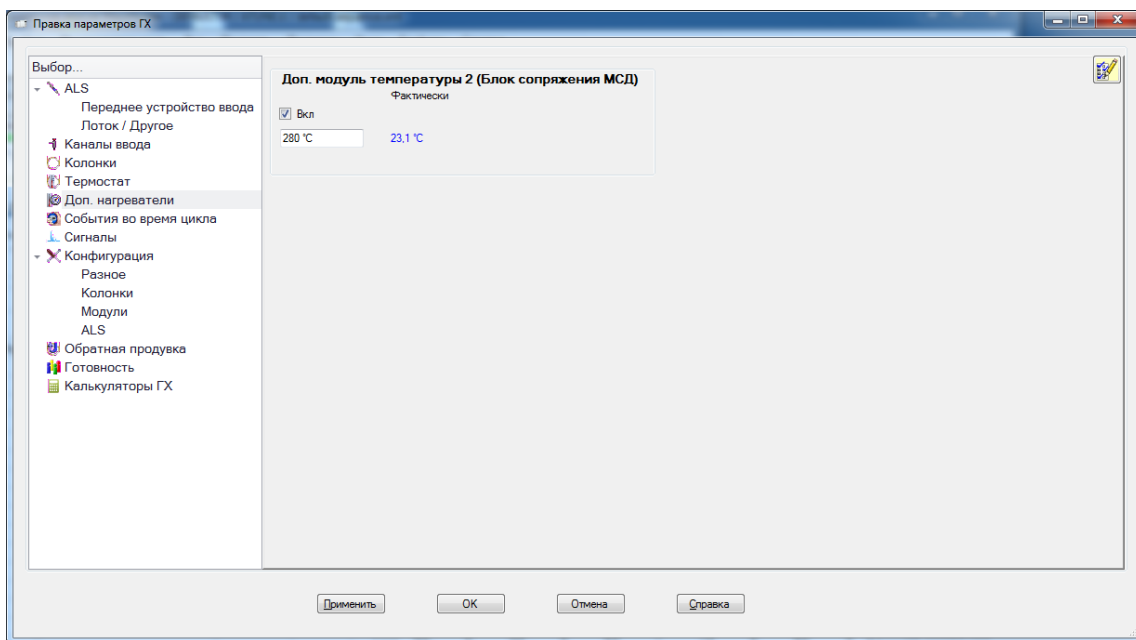
Не превышайте температуру 200 °С для КФМ или 350 °С — для источника.

- 3 Чтобы отправить параметры новой температуры в текущий загруженный файл настройки и загрузить параметры в МСД, нажмите кнопку **Применить**.
- 4 Нажмите кнопку **Закреть**, чтобы закрыть диалоговое окно. Если в любые параметры были внесены изменения, появится диалоговое окно **Сохранить файл настройки МС**. Нажмите кнопку **ОК**, чтобы сохранить изменения в этот файл или сохраните файл под новым именем, а затем нажмите кнопку **ОК**. Нажмите кнопку **Отмена**, чтобы отменить изменение параметров.

Установка температуры интерфейса ГХ/МСД из программного обеспечения MassHunter

Процедура

- 1 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите команды **Прибор > Параметры ГХ**.
- 2 Щелкните **Доп. нагреватель** для редактирования температуры интерфейса.



- 3 Выберите **Вкл.**, чтобы включить нагреватель и введите заданное значение в столбце **Значение °С**.

Заданное значение обычно составляет 280 °С.

ВНИМАНИЕ!

Прежде чем нагревать интерфейс ГХ-МС или термостат ГХ, убедитесь, что газ-носитель не перекрыт, а колонка очищена от воздуха.

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

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 4 Нажмите кнопку **Применить**, чтобы загрузить заданные значения, или кнопку **ОК**, чтобы загрузить заданные значения и закрыть окно.
- 5 Чтобы сделать новые установки частью метода, выберите **Сохранить** в меню Метод.

Контроль давления высокого вакуума

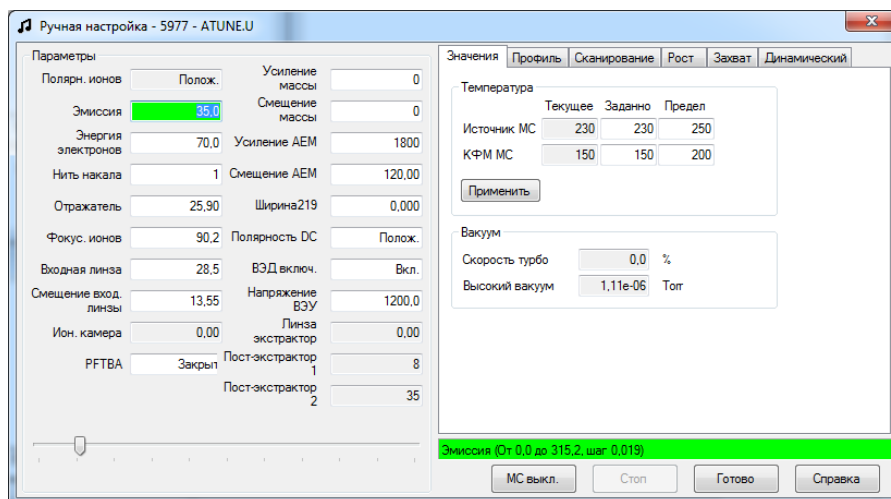
Для контроля за давлением требуется микроионный вакуумметр G3397B.

ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя не следует включать микроионный вакуумметр, если существует возможность накопления водорода в камере анализатора. Прочтите **“Безопасное обращение с водородом”** на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура

- 1 Запустите МСД и выполните откачку (“Откачка МСД” на стр. 100).
- 2 В режиме просмотра Настройка и управление вакуумом выберите **Включить/выключить вакуумметр** в меню **Вакуум**.
- 3 Выберите **Ручная настройка** в меню **Параметры** для отображения диалогового окна Ручная настройка.
- 4 Перейдите на вкладку **Значения** для просмотра показаний HiVac (Высокий вакуум).



3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ЭУ оказывает поток газа-носителя (в колонке). Таблица 8 на стр. 80 содержит сведения о типичном давлении для различных потоков гелия в качестве газа-носителя. Эти данные являются приблизительными и могут отличаться для разных приборов до 30 %.

Таблица 7 Показания микроионного вакуумметра

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

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

В режиме просмотра **Управление прибором** можно настроить монитор МС для отображения показаний значения вакуума. Показания вакуума также можно считывать с панели управления ГХ серии 7890В или экрана Ручная настройка.

Калибровка линейной скорости потока в колонке

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

Процедура

- 1 Установите сбор данных для ручного ввода пробы без деления потока и настройте вывод графика m/z 28 в реальном времени.
- 2 Нажмите клавишу **[Prep Run]** (Предварительный цикл) на клавиатуре ГХ.
- 3 Введите 1 мкл воздуха в канал ввода ГХ и нажмите **[Start Run]**.
- 4 Подождите выхода пика при m/z 28. Отметьте время удерживания.
- 5 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Параметры ГХ** в меню **Прибор**.
- 6 Перейдите на вкладку **Конфигурация**, затем выберите вкладку **Колонки**.
- 7 Выберите в таблице установленную колонку.
- 8 Нажмите кнопку **Калибровать** для отображения диалогового окна **Калибровка колонки**

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЗУ)

- 9 Нажмите кнопку **Рассчитать длину** в секторе **Если известно время задержки неудерживаемого пика** для отображения диалогового окна **Рассчитать длину колонки**.

Рассчитать длину колонки

Условия ГХ

Если измерение выполнялось при условиях, отличных от загруженного метода, введите их ниже.

Температура: 75 °C

Давление в колонку: 14,443 psi

Давление из колонки: 0 psi

Вакуум

Тип газа: He

Время задержки для неудерживаемого пика: 1,1069 мин

	Текущее	Расчетное
▶ Длина	30 м	30 м
Диаметр	250 мкм	250 мкм
Удерживание	1,1069 мин	1,1069 мин

ОК Отмена

- 10 Проверьте, чтобы другие приведенные параметры (температура, входное и выходное давление, тип газа) соответствовали значениям, использованным в методе определения времени удерживания. Измените параметр, если он отличается от использованного в методе пользователя.
- 11 Введите в поле **Время задержки** записанное время удерживания. Переместите указатель мыши к полю, содержащему другой параметр. В поле должна появиться длина откалиброванной колонки.
- 12 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы сохранить изменения и закрыть диалоговое окно.
- 13 Нажмите кнопку **ОК** в диалоговом окне **Калибровка колонки**, чтобы сохранить калибровку.

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

Расчет средней линейной скорости.

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

где:

L = длина колонки в метрах

t = время удерживания в секундах

Расчет объемной скорости потока.

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

где:

D = внутренний диаметр колонки в миллиметрах

L = длина колонки в метрах

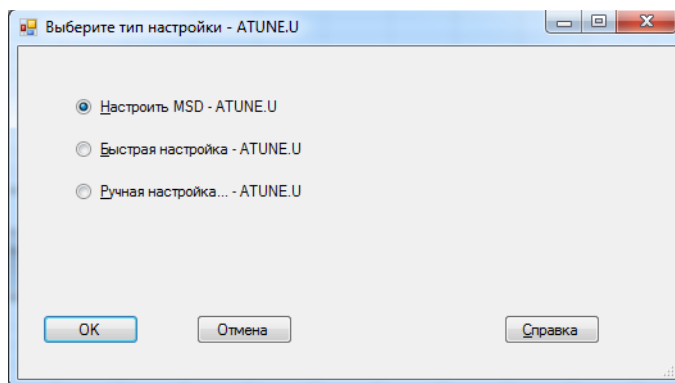
t = время удерживания в минутах

Настройка МСД в режиме ЭУ

Также можно использовать панель управления ГХ 7890В для запуска автоматической настройки, загруженной в программу MassHunter. См. “Управление МСД из панели управления ГХ” на стр. 55.

Процедура

- 1 Загрузите метод, который будет использоваться для сбора данных.
- 2 В режиме просмотра **Управление прибором** убедитесь, что нужный файл настройки отображается в строке заголовка. Для большинства приложений, файл настройки ATUNE.U (**Автонастройка**) обеспечивает хорошие результаты. См. Руководство по выбору источника ЭУ серии 5977 Agilent (Каталожный номер: 5991-2106EN)
- 3 Чтобы выбрать другой файл настройки, выберите **Файл настройки МС** в меню **Прибор** для отображения диалогового окна **Выбрать файл настройки**. В области **Параметры** появятся основные параметры выбранного файла настройки.
Файл настройки должен соответствовать типу ионного источника в анализаторе. При использовании ионного источника ЭУ выберите файл настройки, созданный для данного источника. См. Руководство по выбору источника ЭУ серии 5977 Agilent (Каталожный номер: 5991-2106EN)
- 4 Щелкните значок **Настройка МС**, чтобы открыть диалоговое окно **Выбор типа настройки**.



- 5 Выберите **Настроить МСД**, чтобы выполнить полную автонастройку, или **Быстрая настройка**, чтобы настроить ширину пика, назначение массы и интенсивность без изменения соотношения ионов.
- 6 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы закрыть диалоговое окно и запустить настройку. Если температура МСД нестабильна, система предложит подождать или игнорировать ожидание, нажав **Игнорировать**.
- 7 Дождитесь завершения настройки и создания отчета.
- 8 Чтобы оценить результаты настройки, выберите **Оценить настройку** в меню **Проверка** в режиме просмотра Управление прибором.

Чтобы просмотреть историю результатов настройки, в режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Проверка > Просмотреть предыдущие настройки...**

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

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Конфигурация дополнительной системы самоочищающегося источника ионов

- 1 Выберите **Прибор > Параметры ГХ** на панели **Управление прибором**.
- 2 Щелкните значок **Конфигурация** и выберите вкладку **Модули**, чтобы открыть экран.

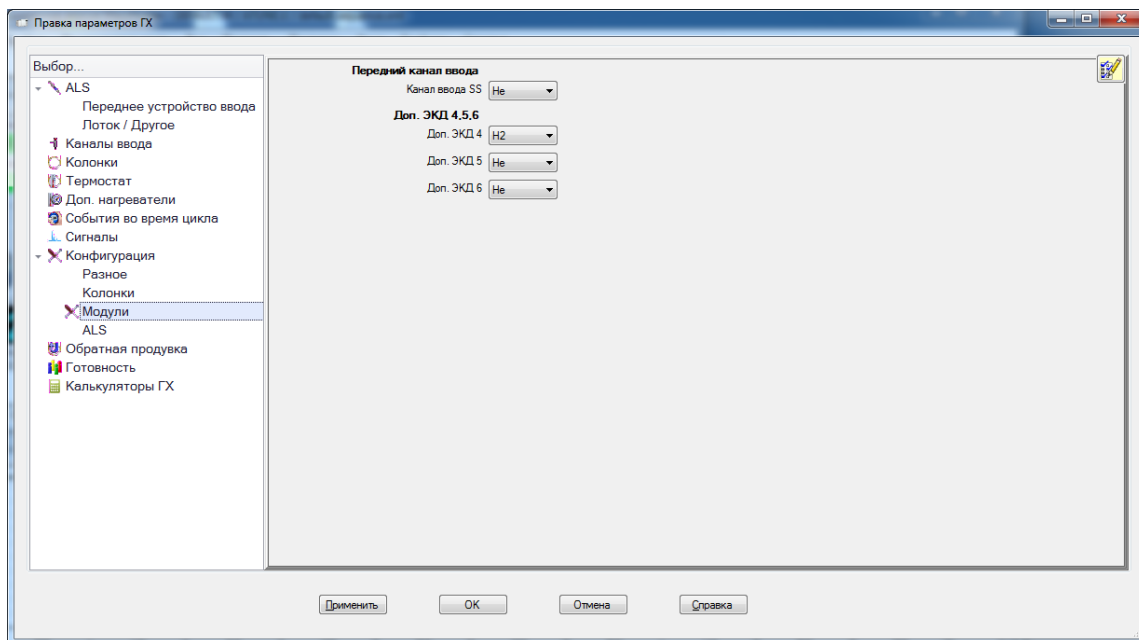


Рисунок 11 Настройка дополнительных портов ЭКД 4, 5, 6 для газов системы самоочищающегося источника ионов

- 3 Выберите **H2** для **Доп. ЭКД 4**, **Не** для **Доп. ЭКД 5** и **Не** для **Доп. ЭКД 6**.
- 4 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы сохранить конфигурацию.

Кондиционирование дополнительной системы самоочищающегося источника ионов

После установки или после долгого периода простоя необходимо произвести кондиционирование системы самоочищающегося источника ионов с системой ГХ-МС при представленных здесь значениях температуры и вакуума.

- 1 В MassHunter GCMS Acquisition на панели **Управление прибором** выберите **Прибор > Параметры ГХ**.
- 2 Щелкните значок **Колонки**, чтобы открыть экран ввода контрольных параметров для колонки и дополнительных модулей потока.

В этом примере использован модуль потока «Доп. ЭКД» с портами 4, 5, 6, подсоединенными для управления самоочищающимся источником ионов. К порту с небольшим номером подключается **H2**, к порту со средним номером подключается **He**, а порт с большим номером служит для продувки. К системе самоочищающегося источника ионов также может подключаться модуль «Доп. ЭКД» с номерами портов 1, 2, 3 или 7, 8, 9.

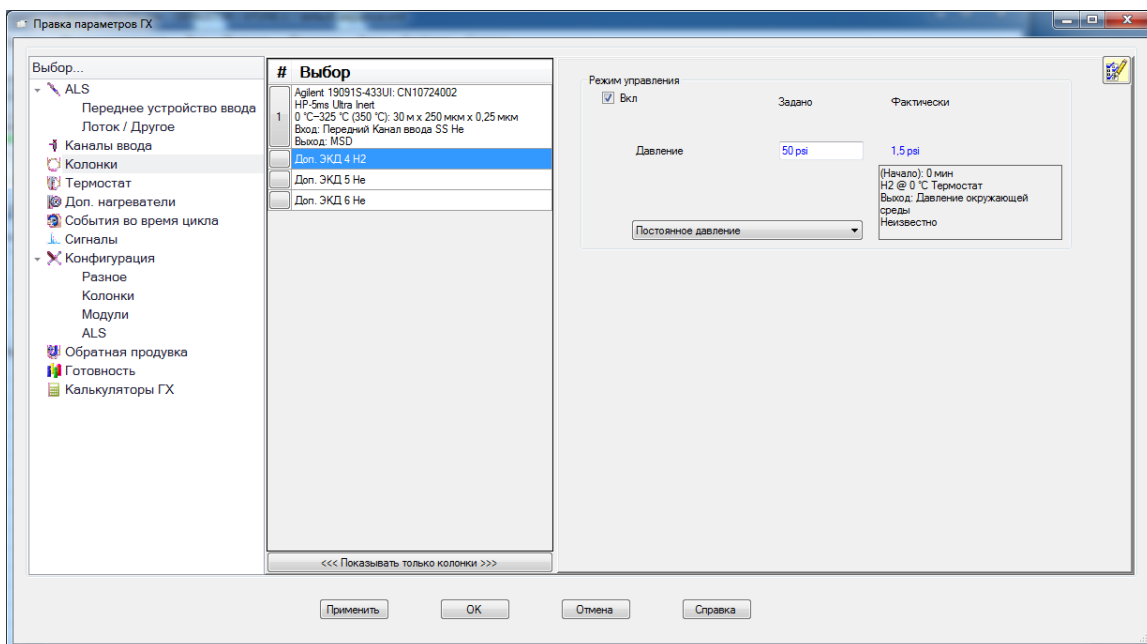


Рисунок 12 Установка расхода водорода для самоочищающегося источника ионов

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 3 В поле **Выбор** слева выберите **Доп. ЭКД 4 H2**. См. **Рисунок 12**. Включите давление и задайте значение 345 кПа (50 psi) в режиме **Постоянное давление**.
- 4 Выберите **Доп. ЭКД 5 He** и выключите давление.
- 5 Выберите **Доп. ЭКД 6 He**. Включите давление и задайте значение 21 кПа (3 psi) в режиме **Постоянное давление**.
- 6 Щелкните значок **Доп. нагреватели**, включите нагреватель интерфейса МС и установите температуру 250 °С.
- 7 Установите обычную аналитическую температуру источника МС.
- 8 Задайте три целевые массы для профилирования.
 - a В окне «Управление прибором» выберите **Прибор > Настройка МС**.
 - b Выберите вкладку **Ручная настройка**.
 - c Выберите вкладку **Профиль**.
 - d Введите 3 (три) массы для профилирования любых трех ионов. (Выбор веществ не имеет значения. Функция профилирования здесь позволяет удерживать нить накала включенной в течение исходной очистки источника.)
 - e Нажмите **МС вкл**.
 - f Нажмите **Старт** для начала очистки источника.
- 9 Продолжайте профилирование целевых ионов в течение примерно 3 часов.
- 10 Через 3 часа нажмите **Стоп**, чтобы прекратить профилирование.
- 11 Перед анализом проб выполните автонастройку.

Редактирование метода для использования режима очистки самоочищающегося источника ионов

Отредактируйте все методы, требующие работы в режиме самоочищающегося источника ионов, задав следующие настройки ГХ.

- 1 В MassHunter GCMS Acquisition на панели **Управление прибором** выберите **Прибор > Параметры ГХ**.
- 2 Щелкните значок **Колонки**, чтобы открыть экран ввода контрольных параметров для колонки и дополнительных модулей потока.

В этом примере использован модуль потока «Доп. ЭКД» с портами 4, 5, 6, подсоединенными для управления самоочищающимся источником ионов. К порту с небольшим номером подключается **H₂**, к порту со средним номером подключается **He**, а порт с большим номером служит для продувки. К системе самоочищающегося источника ионов также может подключаться модуль «Доп. ЭКД» с номерами портов 1, 2, 3 или 7, 8, 9.

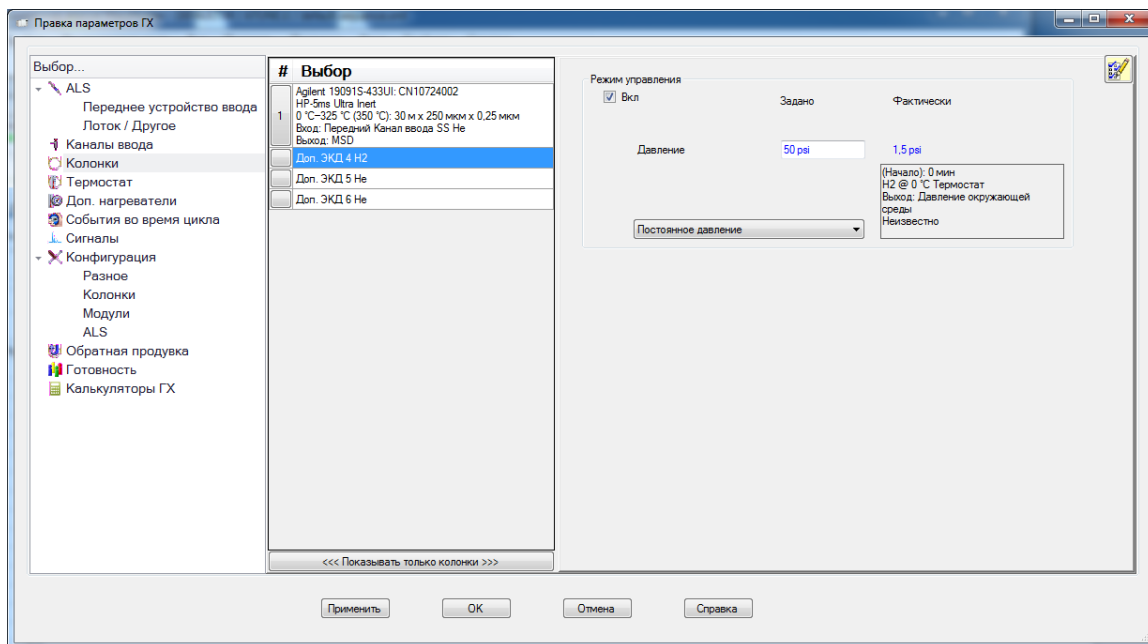


Рисунок 13 Установка расхода водорода для самоочищающегося источника ионов

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЗУ)

- 3 В поле **Выбор** слева выберите **Доп. ЭКД 4 H2**. См. [Рисунок 13](#). Включите давление и задайте значение 345 кПа (50 psi) в режиме **Постоянное давление**.

Возможно, понадобится отрегулировать давление водорода, чтобы добиться наилучшего сочетания эффективности очистки и производительности в конкретной области применения.

- 4 Выберите **Доп. ЭКД 5 He** и выключите давление.
- 5 Выберите **Доп. ЭКД 6 He**. Включите давление и задайте значение 21 кПа (3 psi) в режиме **Постоянное давление**.
- 6 Сохраните метод.

Редактирование метода для отключения режима очистки самоочищающегося источника ионов

Отредактируйте все методы, требующие отключения режима самоочищающегося источника ионов, задав следующие настройки ГХ.

- 1 Загрузите и в MassHunter GCMS Acquisition на панели **Управление прибором** выберите **Прибор > Параметры ГХ**.
- 2 Щелкните значок **Колонки**, чтобы открыть экран ввода контрольных параметров для колонки и дополнительных модулей потока.

В этом примере использован модуль потока «Доп. ЭКД» с портами 4, 5, 6, подсоединенными для управления самоочищающимся источником ионов. К порту с небольшим номером подключается **H₂**, к порту со средним номером подключается **He**, а порт с большим номером служит для продувки. К системе самоочищающегося источника ионов также может подключаться модуль «Доп. ЭКД» с номерами портов 1, 2, 3 или 7, 8, 9.

- 3 В поле **Выбор** слева выберите **Доп. ЭКД 4 H₂** и выключите давление. (См. [Рисунок 13](#) на стр. 89.)
- 4 Выберите **Доп. ЭКД 5 He**. Включите давление и задайте значение 35 кПа (5 psig) в режиме **Постоянное давление**.
- 5 Выберите **Доп. ЭКД 6 He**. Включите давление и задайте значение 21 кПа (3 psig) в режиме **Постоянное давление**.
- 6 Сохраните метод.

Проверка работоспособности системы

Необходимые материалы

- 100 фг/мкл ОФН Стандарт проверки для проверки предела обнаружения прибора (5188-5347)
- 1 пг/мкл ОФН Стандарт проверки для проверки соотношения С/Ш (5188-5348)

Проверьте работоспособность настройки

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

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

Проверка уровня чувствительности

- 1 Введите 1 мкл ОФН с помощью ALS или вручную.
- 2 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Проверка чувствительности** в меню **Проверка**. Система отобразит диалоговое окно **Предупреждение**, напоминающее о согласовании метода OFN_SN и помещении пробы ОФН в виалу 1 при наличии в конфигурации ALS.
- 3 Необходимо согласовать этот метода для использования с имеющимся оборудованием и поместить пробу в положение виалы 1.
- 4 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы запустить метод.

После завершения метода будет напечатан отчет об оценке.

Убедитесь, что соотношение «сигнал-шум» соответствует спецификации.

Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Тестирование больших масс (МСД серии 5977В)

Необходимые материалы

- Калибровочная проба ПФГТ (5188-5357)

Процедура

- 1 Загрузите файл настройки ATUNE.U и выполните автоматическую настройку МСД. См. “Настройка МСД в режиме ЭУ” на стр. 84.
- 2 Выполните согласование метода
MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M,
где x — номер используемого прибора.
- 3 Обновите и сохраните метод.
- 4 Загрузите калибровочную пробу ПФГТ в виалу и поместите в положение 2.
- 5 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Проверка высокой массы** в меню **Проверка**.
- 6 Следуйте инструкциям, отображаемым на экране.
- 7 Цикл завершен, а результаты будут напечатаны в течение 5 минут. См. **Рисунок 14** на стр. 94.

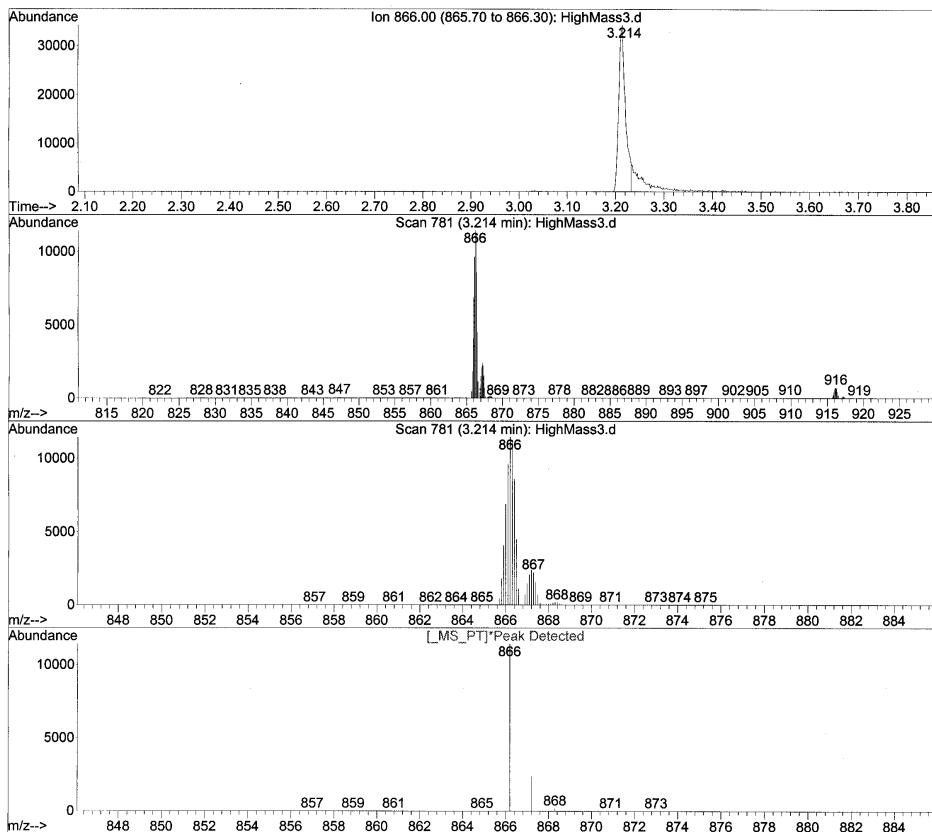
3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

Результаты

*PFHT HIGH MASS REPORT

```

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



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

Рисунок 14 Отчет большой массы ПФГТ

Результаты отразят рекомендуемые настройки **смещения АЕМ** для высокой массы. Если результаты находятся в пределах 5 единиц от целевого значения, настройка не требуется.

Регулировки

- 1 Убедитесь, что файл ATUNE.U загружен.
- 2 В режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Изменить параметры настройки** в меню **Прибор** для отображения диалогового окна **Ручная настройка**.
- 3 Выберите вкладку **Динамический**, а затем перейдите на подвкладку **Смещение АЕМt**.
- 4 Установите флажок **Включить эту линзу**.
- 5 Введите рекомендованное динамическое смещение **Напряжение, В**, затем нажмите кнопку **ОК**.
- 6 Нажмите кнопку **Сохранить**, чтобы сохранить динамическое **Смещение АЕМ** для большой массы.

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

Каждый раз, при выполнении файла ATUNE.U будет перезаписываться введенное **Смещение АЕМ**. Поэтому рекомендуется сохранять настройки под другим именем.

- 7 Нажмите кнопку **Готово**, чтобы закрыть диалоговое окно Ручная настройка.
- 8 Загрузите PFHT.M и сохраненный файл настройки, затем сохраните метод.
- 9 Перезапустите анализ тестовой смеси (повторите проверку большой массы). Если поправка находится в пределах 5 единиц, дальнейшая настройка не требуется.

Снятие крышек МСД

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

Снятие верхней крышки анализатора



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

ВНИМАНИЕ!

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

Крышка окна
анализатора

Рукоятка

Крышка
анализатора



Снятие крышки анализатора



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

ОСТОРОЖНО!

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

Напуск МСД



Процедура

Agilent рекомендует создать и сохранить метод для напуска, чтобы убедиться, что интерфейс ГХ-МС и МС находятся при безопасных температурах.

- 1 При отсутствии соединений LVDS и DCOMM между ГХ и МС в режиме просмотра **Управление прибором** выберите **Параметры ГХ** из меню **Прибор** для отображения диалогового окна **Редактирование параметров ГХ**. Выберите **Термостат** и установите значение комнатной температуры термостата. Также выберите **Доп. нагреватели (Линия передачи МСД)** и **каналы ввода** и установите эти температуры равными комнатной температуре. Нажмите кнопку **ОК**, чтобы закрыть диалоговое окно и отправить эту температуру в ГХ.

ОСТОРОЖНО!

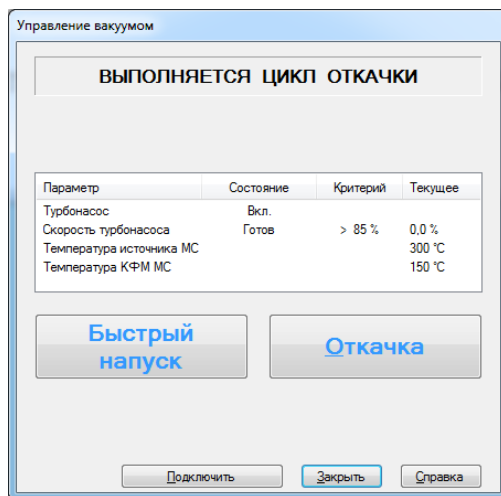
При использовании водорода в качестве газа-носителя поток газа должен быть полностью перекрыт перед отключением питания МСД. Если форвакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода в МСД и возникнуть угроза взрыва. Прочтите **“Безопасное обращение с водородом”** на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

ВНИМАНИЕ!

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

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЗУ)

- 2 В режиме просмотра **Управление прибором** меню **Прибор** выберите **МС** и **Управление вакуумом**, чтобы открыть диалоговое окно **Управление вакуумом**.



- 3 Снимите крышку окна анализатора (см. раздел “Снятие крышек МСД” на стр. 96).
- 4 Нажмите кнопку **Напуск**, чтобы начать автоматическое выключение МСД. При наличии сохраненного метода для напуска температуры и скорости потоков МСД и ГХ контролируются методом.
- 5 Следуйте предоставленным инструкциям. При отсутствии соединений LVDS и DCOMM между ГХ и МС будет предложено выключить интерфейс и нагреватели термостата.

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

Ручка клапана напуска



Не поворачивайте ручку слишком далеко, иначе кольцевой уплотнитель может выйти из паза. Прежде чем выполнять откачку, обязательно закройте клапан напуска.

Откачка МСД

Для выполнения этой задачи можно также воспользоваться панелью управления ГХ 7890В. См. “Управление МСД из панели управления ГХ” на стр. 55.

ОСТОРОЖНО! Перед запуском и откачкой МСД убедитесь, что соблюдены все условия, перечисленные во введении данной главы (стр. 63). Несоблюдение этого условия может привести к травме.

ОСТОРОЖНО! При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МСД. Если вакуумный насос выключен, может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Прочтите “Безопасное обращение с водородом” на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

ВНИМАНИЕ! Agilent не рекомендует использовать водород в качестве газа-носителя на системах, оборудованных форвакуумным насосом IDP3.



Процедура

- 1 Снимите крышку окна анализатора (см. раздел “Снятие крышек МСД” на стр. 96).
- 2 Закройте клапан напуска, повернув ручку по часовой стрелке. .

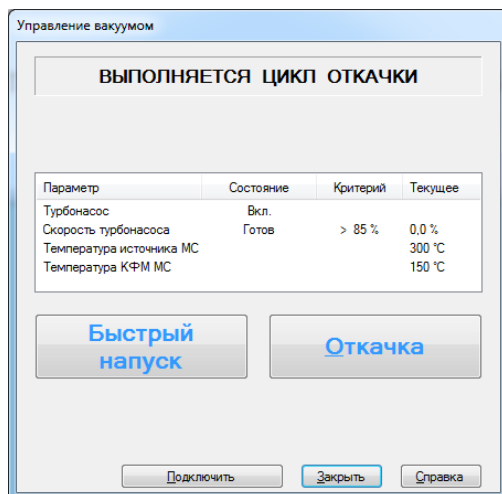
Ручка клапана напуска



- 3 Подключите кабель питания МСД.
- 4 Нажмите кнопку **подачи питания**, расположенную спереди МСД.
- 5 Слегка нажмите на боковую панель, чтобы обеспечить герметичность. Нажмите на металлическую коробку на боковой панели.

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

- 6 Запустите программное обеспечение MassHunter GCMS Acquisition.
- 7 В режиме просмотра **Управление прибором** из меню прибора выберите **Управление вакуумом МС**, чтобы открыть диалоговое окно **Управление вакуумом**.
- 8 В режиме просмотра **Управление прибором** меню **Прибор** выберите **МС** и **Управление вакуумом**, чтобы открыть диалоговое окно **Управление вакуумом**.
- 9 Нажмите **Откачка** в диалоговом окне **Управление вакуумом** и выполняйте указания системы.

**ВНИМАНИЕ!**

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

3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 10 Когда появится соответствующее приглашение, включите нагреватель интерфейса ГХ/МСД и термостат ГХ. Прделав это, нажмите кнопку **ОК**.

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

- 11 После появления сообщения **ОК для выполнения** подождите два часа, пока МСД не достигнет теплового равновесия. Данные, полученные до приведения МСД в тепловое равновесие, могут оказаться невозпроизводимыми.

Транспортировка или хранение МСД

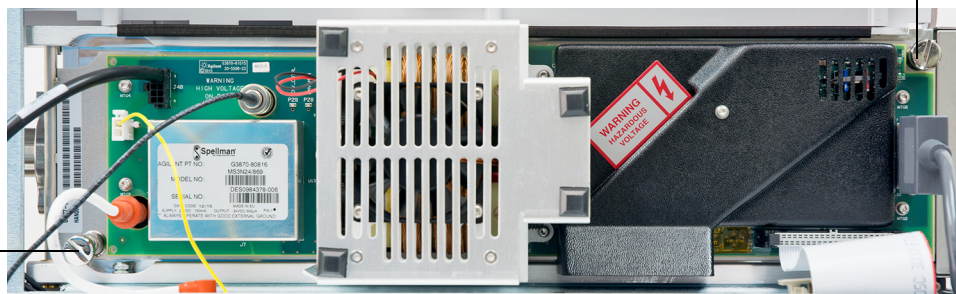
Необходимые материалы

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

Процедура

- 1 Напуск МСД (См. “Напуск МСД” на стр. 97).
- 2 Снимите колонку и установите ферулу-заглушку и гайку интерфейса.
- 3 Затяните клапан напуска.
- 4 Отсоедините МСД от ГХ (см. Руководство по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977В).
- 5 Отключите кабель нагревателя интерфейса ГХ/МСД от ГХ.
- 6 Откройте крышку анализатора (См. “Снятие крышек МСД” на стр. 96).
- 7 Вручную затяните винты боковой панели.

Передний винт



Задний винт

ВНИМАНИЕ!

Не затягивайте винты слишком сильно. При избыточной затяжке может сорвать резьбу на камере анализатора. Кроме того, возможна деформация боковой панели и течи воздуха.

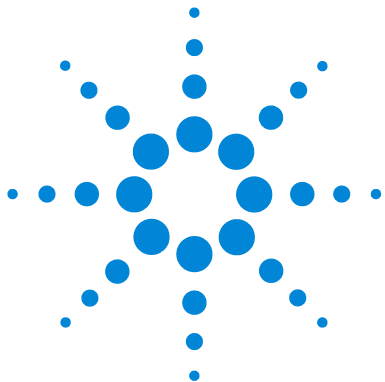
3 Работа в режиме ионизации электронным ударом (ЭУ)

- 8 Подключите кабель питания МСД к источнику электропитания.
- 9 Включите МСД, чтобы создать форвакуум. Убедитесь, что обороты турбонасоса превышают 50 % или давление форвакуума составляет ~1 мм рт.ст.
- 10 Выключите МСД.
- 11 Закройте крышку анализатора.
- 12 Отсоедините кабели ЛС, управления и питания.

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

ВНИМАНИЕ!

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



4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Общие рекомендации	106
Интерфейс ГХ/МСД для ХИ	107
Автоматическая настройка ХИ	109
Работа в режиме МСД ХИ	111
Откачка МСД в режиме ХИ	112
Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ	113
Управление модулем контроля потока газа-реагента	115
Установка потока метана как газа-реагента	119
Использование других газов-реагентов	122
Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)	126
Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)	128
Проверка работоспособности в режиме ПХИ	130
Проверка работоспособности в режиме ОХИ	131
Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ	132

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

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

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



Общие рекомендации

- Всегда используйте максимально чистый метан (относится и к другим видам газов-реагентов, если применимо). Чистота метана должна быть как минимум 99,9995 %.
- Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92.
- Убедитесь, что источник ионов ХИ и уплотнитель наконечника интерфейса ГХ/МСД установлены.
- Убедитесь, что трубки для газа-реагента герметичны и в них нет течей воздуха. Это можно определить в режиме ПХИ с помощью проверки m/z 32 после предварительной настройки с метаном.
- Убедитесь, что входная линия газа-реагента оснащена очистителями газа (не применяются для аммиака).

Интерфейс ГХ/МСД для ХИ

Интерфейс ГХ/МСД для ХИ (Рисунок 15 на стр. 108) — это нагреваемый канал для ввода капиллярной колонки в МСД. Он закреплен на правой стороне камеры анализатора и оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

Один конец интерфейса проходит через боковину ГХ и входит в термостат. Этот конец имеет резьбу для присоединения к колонке с помощью гайки и ферулы. Другой конец интерфейса входит в источник ионов. Последние 1–2 мм капиллярной колонки выходят за пределы направляющей трубки и входят в ионизационную камеру.

Газ-реагент подсоединен к интерфейсу. Наконечник интерфейса входит в камеру ионизации. Уплотнитель с пружиной удерживает газ-реагент и не позволяет ему просачиваться из источника ионов ХИ у наконечника. Газ-реагент поступает в корпус интерфейса и смешивается с газом-носителем и пробой в источнике ионов.

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

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

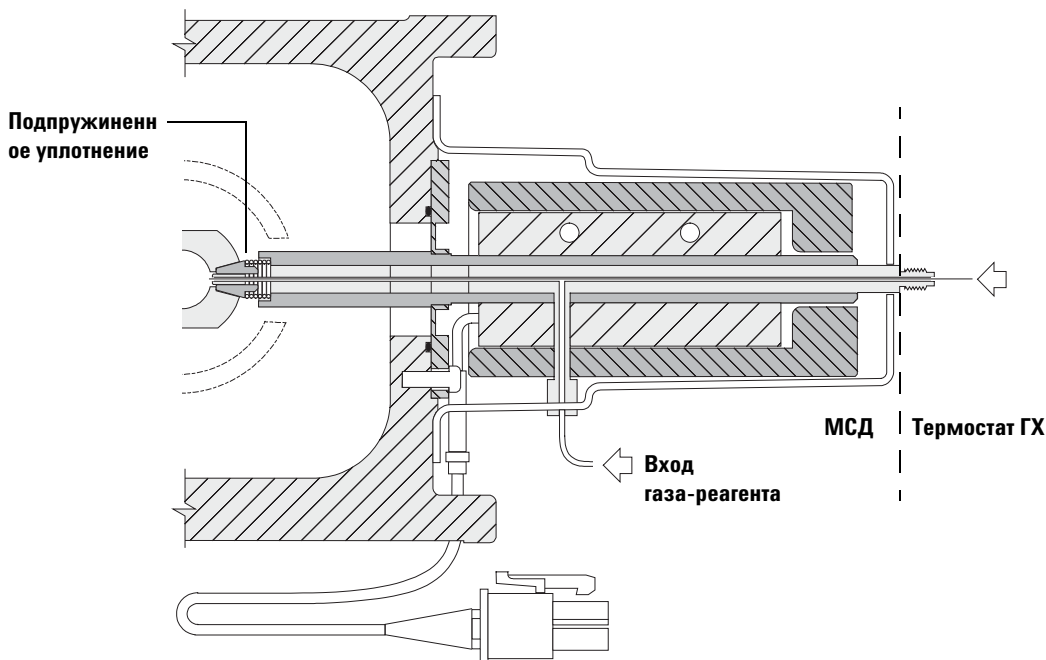
Интерфейс имеет рабочий диапазон температур от 250 до 350 °С. Поэтому температура интерфейса должна быть несколько выше максимальной температуры термостата ГХ, но **никогда** не должна превышать максимальную температуру колонки.

ВНИМАНИЕ!

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

ОСТОРОЖНО!

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



Конец колонки на 1–2 мм входит в ионизационную камеру.

Рисунок 15 Интерфейс ГХ/МСД для ХИ

См. также

“Установка капиллярной колонки в инжектор с/без деления потока” на стр. 39

“Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием самозатягивающейся гайки” на стр. 44

“Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ-МС с использованием стандартной гайки” на стр. 49

Автоматическая настройка ХИ

Завершив регулировку потока газа-реагента, необходимо выполнить настройку линз и электронных компонентов МСД. См. “Настройки газа-реагента” на стр. 110. В качестве калибрующего вещества используется перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо полного заполнения вакуумируемого объема калибрующим веществом, ПФДТД подается напрямую в ионизационную камеру через интерфейс ГХ/МСД с помощью модуля управления потоком газа.

ВНИМАНИЕ!

Каждый раз при смене источника ЭУ на источник ХИ или после напуска по какой-либо другой причине необходимо прогревать МСД не менее 2 часов, прежде чем выполнять настройку. Более длительный прогрев рекомендуется для работы с пробами, требующими оптимальной чувствительности.

Автоматическая настройка ПХИ предусмотрена только для метана, т. к. при работе в положительном режиме другие газы не образуют ионы из ПФДТД. Ионы ПФДТД видимы в ОХИ при любом газе-реагенте. Сначала всегда настраивайте ПХИ на метане, независимо от того, какой режим или газ-реагент планируется использовать для анализа.

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

Однако значение НЭУ (напряжение электронного умножителя) 2600 В и выше свидетельствует о наличии проблемы. Если для метода требуется значение НЭУ вольт +400, возможно, для получения данных чувствительность будет недостаточна.

ВНИМАНИЕ!

Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92. Всегда настраивайте МСД сначала в режиме ПХИ, даже если вы планируется использовать режим ОХИ.

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Таблица 8 Настройки газа-реагента

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Нет
Эмиссия	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	35 мкА
Энергия электронов	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	150 эВ	70 эВ
Нить накала	1	1	1	1	1	1	1 или 2
Отражатель	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	3 В	30 В
Фокусировка ионов	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	130 В	90 В
Смещение входной линзы	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	20 В	25 В
ЭУ вольт	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Запорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Выбор типа газа	А	А	В	В	В	В	Нет
Предполагаемый поток	20 %	40 %	20 %	40 %	20 %	40 %	Нет
Температура источника	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	250 °С	150 °С	230 °С
Темп. КФМ	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С	150 °С
Темп. интерфейса	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С	280 °С
Автонастройка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да

Нет — недоступно

Работа в режиме МСД ХИ

Управление МСД в режиме ХИ немного сложнее, чем управление в режиме ЭУ. После выполнения настройки, возможно, потребуется оптимизировать газовый поток, температуру источника (Таблица 9) и энергию электронов специально в соответствии с определенным анализируемым веществом.

Таблица 9 Температура для работы в режиме ХИ

	Источник ионов	КОМ	Интерфейс ГХ/МСД
ПХИ	250 °С	150 °С	280 °С
ОХИ	150 °С	150 °С	280 °С

Запуск системы в режиме ПХИ

При включении системы в режиме ПХИ можно выполнить следующие действия:

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

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

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

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

Откачка МСД в режиме ХИ

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

Процедура

- 1 Выполните инструкции для МСД в режиме ЭУ. См. “Откачка МСД” на стр. 100.

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

- 2 В диалоговом окне **Ручная настройка** перейдите на вкладку **Значения**, чтобы наблюдать за уменьшением давления (с установленным вакуумметром для измерения высокого вакуума).
- 3 В диалоговом окне **Ручная настройка** перейдите на вкладку **Газ ХИ** в секторе **Параметры клапанов** и закройте **Gas Valve A** (Газовый клапан А), **Gas Valve B** (Газовый клапан В) и **ShutOff Valve** (Запорный клапан).
- 4 Убедитесь, что файл **PCICN4.U** загрузился (вверху слева в диалоговом окне **Ручная настройка**) и перейдите на вкладку **Значения**, чтобы принять заданные значения температуры.

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

- 5 Установите температуру интерфейса ГХ/МСД 280 °С.
- 6 Установите значение **Газ А (метан)** 20 %.
- 7 Оставьте систему на минимум 2 часа для продувки и прогрева. Если будет выполняться работа в режиме ОХИ, для достижения лучшей чувствительности оставьте МСД прогреваться на ночь.

Настройка программного обеспечения для работы в режиме ХИ

ВНИМАНИЕ!

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

Процедура

- 1 Переключитесь в режим просмотра **Управление настройкой и вакуумом** и выберите **Загрузить параметры настройки** в меню **Файл**. Загрузите файл настройки **PCISN4.U**.
- 2 Если данный файл для автоматической настройки ХИ используется впервые, программа подскажет дальнейшие действия с помощью диалоговых окон. **Примите все значения по умолчанию, изменяйте значения только в том случае, если это крайне необходимо.**

Значения настройки оказывают очень большое влияние на работу МСД. Настраивая ХИ в первый раз, всегда используйте значения по умолчанию, а затем выполните необходимые корректировки в соответствии с конкретными условиями. См. [Таблица 10](#) для получения сведений о значениях по умолчанию в диалоговом окне Tune Control Limits (Пределы управления настройкой). Данные пределы используются только для автоматической настройки. **Не** следует путать эти настройки с другими параметрами, настраиваемыми в окне Edit MS Parameters (Редактировать параметры МС) или содержащимися в отчете о настройке

Таблица 10 Пределы управления настройкой по умолчанию (используются только для автонастройки ХИ)

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак	
	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Полярность ионов						
Целевая интенсивность	1x10 ⁶	1x10 ⁶	Нет	1x10 ⁶	Нет	1x10 ⁶
Целевая ширина пика	0,6	0,6	Нет	0,6	Нет	0,6
Максимальное значение для отражателя	4	4	Нет	4	Нет	4
Максимальный ток эмиссии, мкА	240	50	Нет	50	Нет	50

Таблица 10 Пределы управления настройкой по умолчанию (используются только для автонастройки ХИ)

Газ-реагент	Метан		Изобутан		Аммиак	
Максимальная энергия электронов, эВ	240	240	Нет	240	Нет	240

Примечания к Таблица 10:

- **Н/Д** — недоступно. Ионы ПФДТД формируются в режиме ПХИ с помощью любого газа-реагента, поэтому автоматическая настройка ХИ не выполняется в данной конфигурации.
- **Полярность ионов** При запуске в режиме ПХИ всегда начинайте с метана, а затем переходите на нужную полярность и газ-реагент.
- **Целевая интенсивность.** Регулируется ниже или выше для получения требуемой интенсивности сигнала. Более высокая интенсивность сигнала дает более высокую интенсивность шума. Настройка осуществляется для сбора данных путем установки НЭУ в методе.
- **Целевая ширина пика.** Более высокие значения дают более высокую чувствительность, более низкие значения дают лучшее разрешение.
- **Максимальный ток эмиссии.** Оптимальное значение этого показателя для ОХИ сильно зависит от соединения и должно подбираться опытным путем. Например, оптимальный показатель тока эмиссии для пестицидов может составлять 200 мкА.

Управление модулем контроля потока газа-реагента

ВНИМАНИЕ!

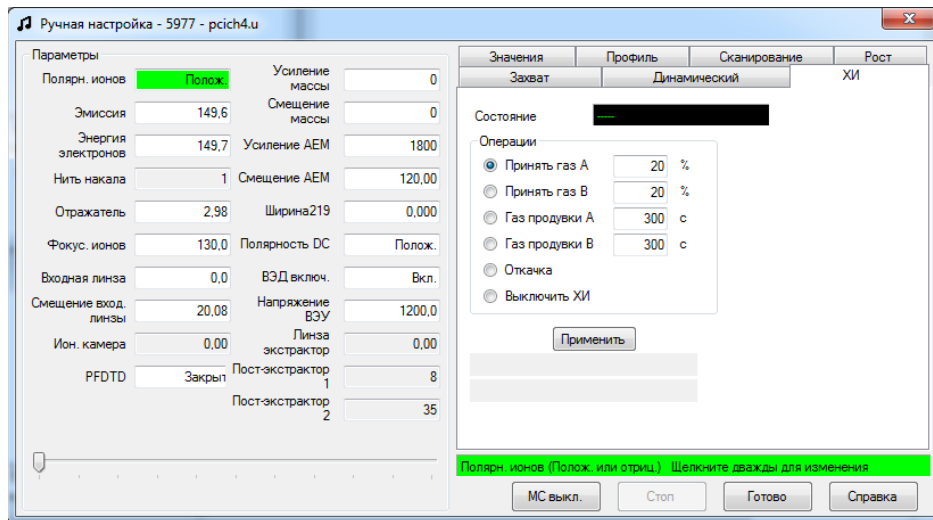
Каждый раз при переключении системы с режима ЭУ на режим ХИ или после напуска по какой-либо другой причине необходимо выполнять отжиг МС не менее 2 часов, прежде чем выполнять настройку.

ВНИМАНИЕ!

Продолжение работы с автоматической настройкой ХИ при попадании воздуха или большого количества воды в МС вызовет **серьезное** загрязнение источника ионов. В этом случае необходимо **выполнить напуск МС и почистить источник ионов**.

Процедура

- 1 В диалоговом окне **Ручная настройка** перейдите на вкладку **Газ ХИ**, чтобы перейти к настройкам параметров контроля потока газа в режиме ХИ.



- 2 В области **Operations** (Операции) выберите газ-реагент для текущего файла настроек.

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

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

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

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

Система отключит поток подаваемого газа и оставит открытым запорный клапан (Рисунок 16 на стр. 117). Это происходит для того, чтобы удалить остаточный газ из линий. Как правило, время вакуумирования составляет 6 минут, затем запорный клапан закрывается.

Модуль управления газовым потоком

Модуль управления потоком газа-реагента ХИ регулирует подачу газа-реагента в интерфейс ГХ/МСД. Этот модуль состоит из контроллера массового расхода (КМР), газовых клапанов, калибровочного клапана ХИ, запорного клапана, управляющего электронного компонента и трубок. См. Рисунок 16 и Таблица 11 на стр. 118.

На задней панели находятся входные фитинги Swagelok для метана (**СН₄**) и одного из **ДРУГИХ** газов-реагентов. В ПО они называются соответственно **Газ А** и **Газ В**. Если второй газ-реагент не используется, заглушите **ДРУГОЙ** фитинг для предотвращения случайного попадания воздуха в анализатор. Подавайте газы-реагенты под давлением от 170 до 205 кПа (от 25 до 30 psi).

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

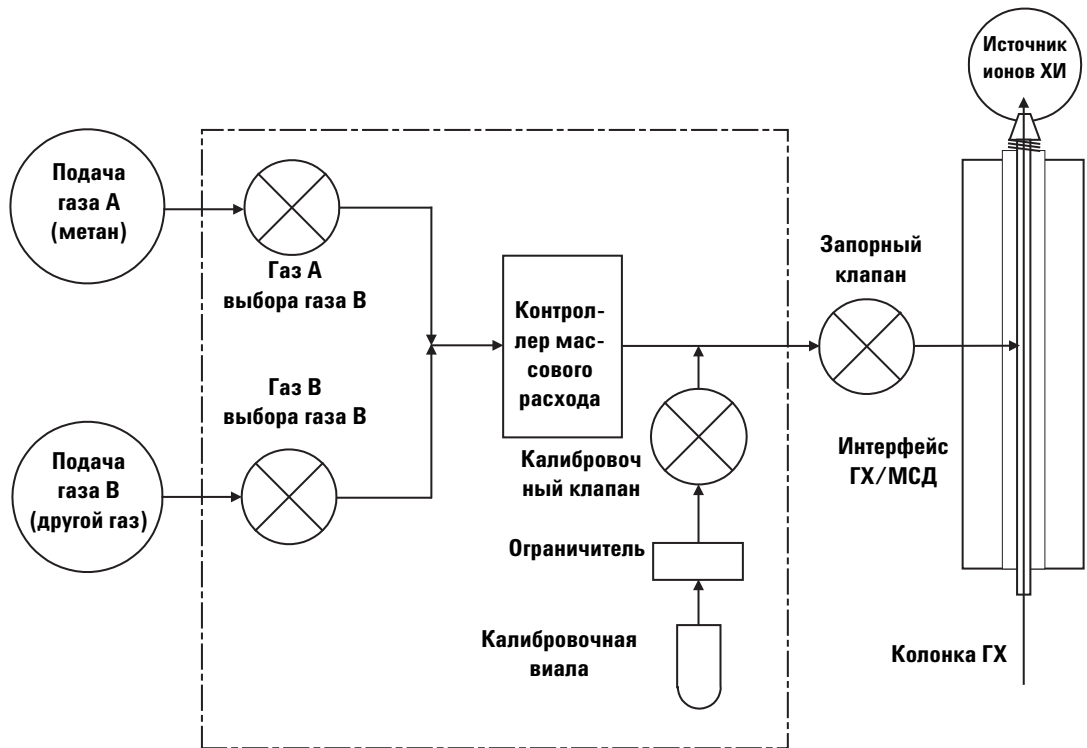


Рисунок 16 Схема модуля управления потоком газа-реагента

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Таблица 11 Диаграмма состояний для модуля управления потоком

Результат	Поток газа А	Поток газа В	Продувка газом А	Продувка газом В	Откачка из модуля потока	Ждущий режим, произведен напуск или режим ЭУ
Газ А	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт	Закрыт
Газ В	Закрыт	Открыт	Закрыт	Открыт	Закрыт	Закрыт
КМР	Вкл. → заданное значение	Вкл. → заданное значение	Вкл. → 100 %	Вкл. → 100 %	Вкл. → 100 %	Выкл. → 0 %
Запорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт

Состояния **Открыт** и **Закрыт** представляются на мониторах значениями **1** и **0** соответственно.

Установка потока метана как газа-реагента

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

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

Система данных подскажет порядок действий во время настройки потока.

Процедура

- 1 Выполните стандартную автоматическую настройку, используя источник ионов ЭУ, сохраните отчет и запишите давление. См. “Настройка МСД в режиме ЭУ” на стр. 84.
- 2 Выполните напуск системы. См. “Напуск МСД” на стр. 68.
- 3 Установите источник ионов ХИ. См. “Установка источника ионов ХИ” на стр. 207.
- 4 Выполните откачку системы. См. “Откачка МСД в режиме ХИ” на стр. 112.
- 5 Дождитесь пока показатель давления станет примерно равным записанному значению для автоматической настройки ЭУ. См. “Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ” на стр. 132.
- 6 В режиме просмотра **Ручная настройка** в меню **Выполнить** выберите **Отжиг МСД** для отображения диалогового окна **Задать параметры отжига**. Установите время отжига не меньше 2 часов, настройте другие параметры и нажмите кнопку **ОК**, чтобы начать процедуру.

ВНИМАНИЕ!

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

Продолжение работы с автоматической настройкой ХИ при попадании воздуха или большого количества воды в МСД вызовет **серьезное** загрязнение источника ионов. В этом случае необходимо **выполнить напуск МСД и почистить источник ионов**.

- 7 Выберите Предварительная настройка для метана в меню Параметры и выполняйте указания системы. Для получения дополнительных сведений см. интерактивную справку к программному обеспечению MassHunter.

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

- 8 Изучите график профиля ионов-реагентов на дисплее.
 - При m/z 32 не должно быть никаких видимых пиков. Пик здесь свидетельствует о течи воздуха. Устраните течь, прежде чем продолжать работу. При работе в режиме ХИ с течью воздуха источник ионов быстро загрязняется.
 - Убедитесь, что пик m/z 19 (протонированная вода) на 50 % меньше, чем пик m/z 17.
- 9 При появлении подсказки нажмите кнопку **ОК**, чтобы отрегулировать поток метана.

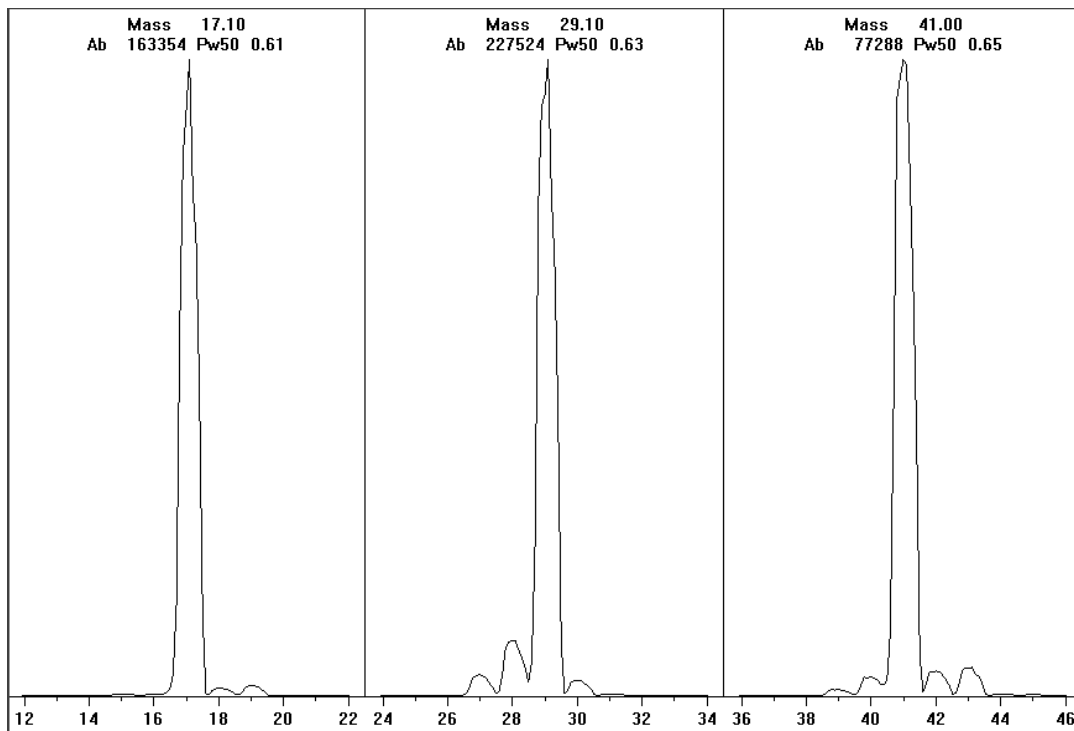


Рисунок 17 Графики ионов-реагентов после очень длительного прогрева

Предварительная настройка для метана, если прошло более суток после прогрева

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

Использование других газов-реагентов

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

ВНИМАНИЕ!

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

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

ВНИМАНИЕ!

Не все действия по настройке можно выполнять во всех режимах и со всеми газами-реагентами. Для получения подробной информации см. [Таблица 12](#).

Таблица 12 Газы-реагенты

Газ-реагент/режим	Массы ионов-реагентов	ПОДТД Ионы калибровки	Ионы рег. потока: соотношение ЗУ/ПХИ/ОХИ/МСД Турбонасос Рекомендуемый поток: 20 % ПХИ 40 % ОХИ
Метан/ПХИ	17, 29, 41 [*]	41, 267, 599	28/27: 1,5 – 5,0
Метан/ОХИ	17, 35, 235 [†]	185, 351, 449	Нет
Изобутан/ПХИ	39, 43, 57	Нет	57/43: 5,0 – 30,0
Изобутан/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 449	Нет
Аммиак/ПХИ	18, 35, 52	Нет	35/18: 0,1 – 1,0
Аммиак/ОХИ	17, 35, 235	185, 351, 517	Нет

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

† Никаких **отрицательных** ионов газов-реагентов не образуется. Для предварительной настройки в отрицательном режиме используйте фоновые ионы: 17 (OH⁻), 35 (Cl⁻) и 235 (ReO₃⁻). Эти ионы нельзя использовать для регулировки потока газа-реагента. Установите поток 40 % NSI и регулируйте при необходимости, чтобы получить приемлемые для вашей области применения результаты.

ХИ с изобутаном

Если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация, для химической ионизации широко используется изобутан (C₄H₁₀). Это вызвано тем, что сродство к протону у изобутана выше, чем сродство у протону у метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

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

ХИ с аммиаком

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

Поскольку многие интересующие исследователей вещества имеют недостаточное сродство к протону, спектры химической ионизации аммиака часто возникают при добавлении NH_4^+ и затем, в некоторых случаях, от последующей потери воды. Спектры реагент-ионов аммиака имеют основные ионы при m/z 18, 35 и 52, соответствующие NH_4^+ , $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$ и $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$.

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

Процедура

- 1 Выполните стандартную автоматическую настройку положительной ХИ с метаном и ПФДТД. См. “Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)” на стр. 126.
- 2 В режиме просмотра Управление настройкой и вакуумом в меню **Настройка**, щелкните **Мастер настройки** и при появлении подсказки выберите **Изобутан** или **Аммиак**. При этом меню изменится для использования выбранного газа, и будут выбраны используемые по умолчанию параметры настройки.
- 3 При появлении запроса выберите **Gas B** (порт к которому подсоединена трубка подачи изобутана или аммиака). Следуйте инструкциям и запросам мастера настройки и установите поток газа на 20 %.

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

- 4 Щелкните **Изобутан** (или **Аммиак**) **Регулировка потока** в меню **Выполнить**.

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

Если требуется запустить ОХИ с изобутаном или аммиаком, загрузите файл **NCISN4.U** или существующий файл настроек ОХИ для определенного газа. Для получения дополнительных сведений о работе в режиме ХИ с использованием

аммиака, см. указание по применению «Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5975 Series MSDs (Применение газа-реагента аммиака для химической ионизации на МСД Agilent серии 5977)» (5989-5170EN).

ВНИМАНИЕ!

Использование аммиака влияет на требования к обслуживанию МСД. Для получения дополнительной информации см. “Обслуживание ХИ” на стр. 187.

ВНИМАНИЕ!

Давление подачи аммиака должно быть меньше, чем 5 psi. Более высокие давления могут привести к конденсации аммиака и переход из газообразного состояния в жидкое.

Всегда держите резервуар с аммиаком в вертикальном положении ниже уровня модуля потока. Сверните трубку подачи аммиака в несколько вертикальных петель, обернув ее вокруг банки или бутылки. Это поможет удержать жидкий аммиак за пределами модуля потока.

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

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

ХИ с углекислым газом

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

Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)

ВНИМАНИЕ!

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

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

Процедура

- 1 Сначала убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ. См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92.
- 2 Загрузите файл настройки **РСiСН4.U** или существующий файл настроек для используемого газа-реагента.

Если используется существующий файл настройки, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.
- 3 Примите значения по умолчанию.
- 4 Выполните настройку для метана. См. “Установка потока метана как газа-реагента” на стр. 119.
- 5 В меню **Настройка** нажмите **Автонастройка ХИ**.

Критериев проверки работоспособности настройки не существует. Если автоматическая настройка ХИ завершена, значит она пройдена (См. **Рисунок 18** на стр. 127). Если при настройке устанавливается напряжение ЭУм 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает ЭУм вольт «+400» или выше.

В отчете автоматической настройки содержится информацию о воздухе и воде в системе. См. “Отчет автоматической настройки ПХИ” на стр. 127.

Отношение 19/29 указывает на содержание воды.

Отношение 32/29 указывает на содержание кислорода.

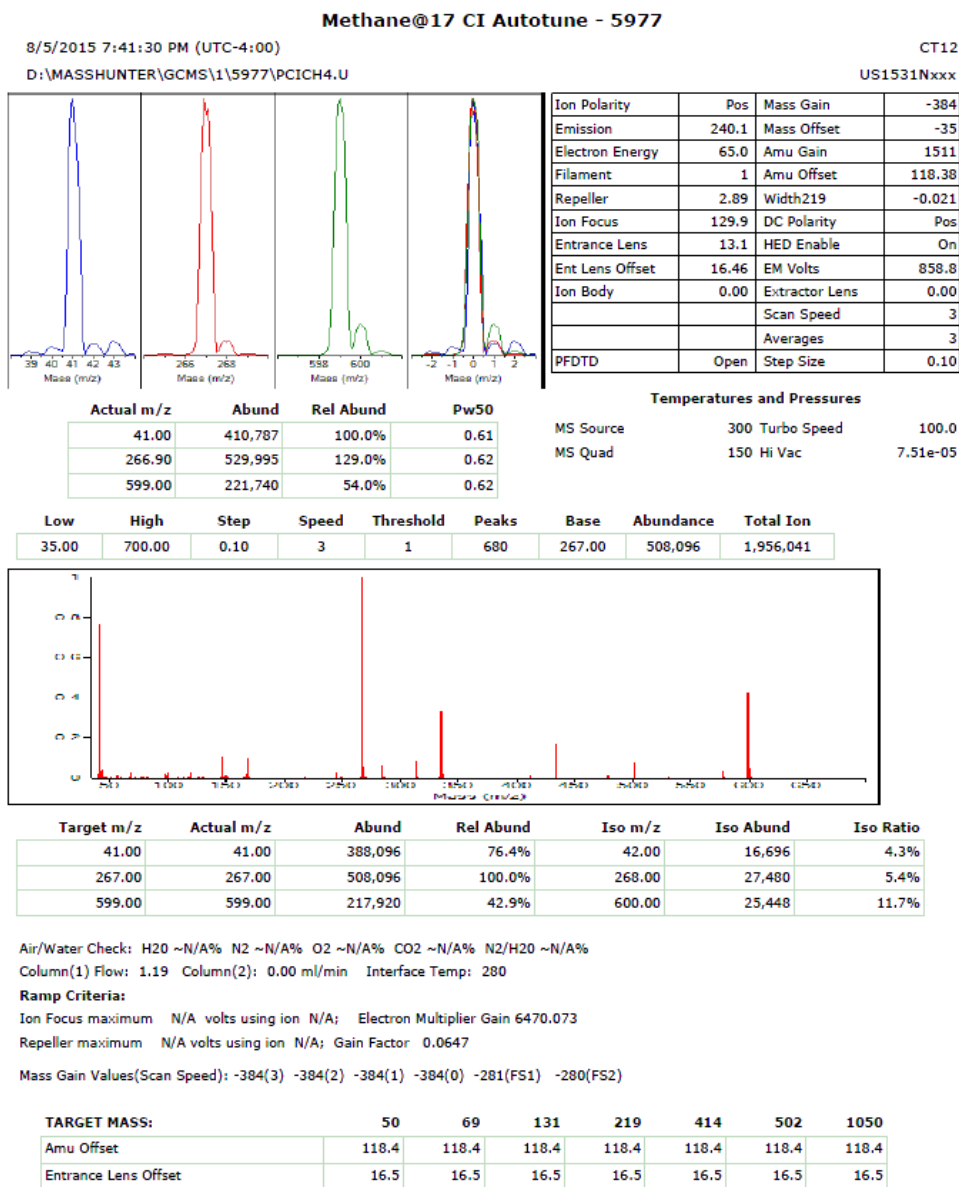


Рисунок 18 Отчет автоматической настройки ПХИ

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

ВНИМАНИЕ!

Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92. Всегда сначала настраивайте МСД ХИ в режиме ПХИ с использованием метана в качестве газа-реагента, даже если планируется использовать другой газ-реагент или режим ОХИ.

Процедура

- 1 В режиме просмотра Управление настройкой и вакуумом загрузите файл **NC1CH4.U** (или существующий файл настройки для используемого газа-реагента).
- 2 В меню Параметры выберите **Мастер настройки ХИ** и выполняйте указания системы.

Примите выбранные по умолчанию значения температуры и других параметров.

Если используется существующий файл настройки, убедитесь, что он сохранен под другим именем, чтобы не перезаписать существующие значения.
- 3 В меню **Настройка** нажмите **Автонастройка ХИ**.

ВНИМАНИЕ!

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

Критериев проверки работоспособности настройки не существует. Если автоматическая настройка ХИ завершена, значит она пройдена (См. [Рисунок 19](#) на стр. 129). Если при настройке устанавливается напряжение ЭУм 2600 В или выше, возможно, нельзя будет получить данные, если метод устанавливает ЭУм вольт «+400» или выше.

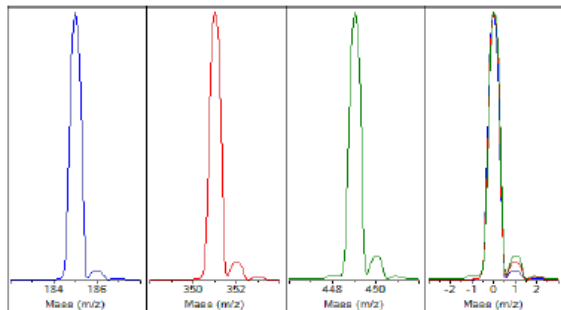
Methane@40 CI Autotune - 5977

8/5/2015 8:47:11 PM (UTC-4:00)

CT12

D:\MASSHUNTER\GCMS\1\5977\NCICH4.U

US1531Nxxx



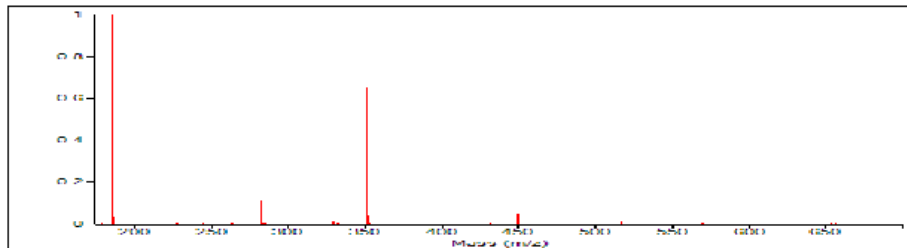
Ion Polarity	Neg	Mass Gain	-376
Emission	50.0	Mass Offset	-34
Electron Energy	139.9	Amu Gain	1499
Filament	1	Amu Offset	122.13
Repeller	2.79	Width219	0.000
Ion Focus	144.9	DC Polarity	Neg
Entrance Lens	15.9	HED Enable	On
Ent Lens Offset	14.18	EM Volts	1047.1
Ion Body	0.00	Extractor Lens	0.00
		Scan Speed	3
		Averages	3
PFDTD	Open	Step Size	0.10

Actual m/z	Abund	Rel Abund	Pw50
185.00	542,810	100.0%	0.61
351.00	349,809	64.4%	0.61
449.00	25,371	4.7%	0.61

Temperatures and Pressures

MS Source	150 Turbo Speed	100.0
MS Quad	150 Hi Vac	1.49e-04

Low	High	Step	Speed	Threshold	Peaks	Base	Abundance	Total Ion
175.00	700.00	0.10	3	100	77	185.00	520,128	1,040,425



Target m/z	Actual m/z	Abund	Rel Abund	Iso m/z	Iso Abund	Iso Ratio
185.00	185.00	520,128	100.0%	186.00	17,184	3.3%
351.00	351.00	340,416	65.4%	352.00	22,112	6.5%
449.00	449.00	25,088	4.8%	450.00	2,179	8.7%

Air/Water Check: H2O ~N/A% N2 ~N/A% O2 ~N/A% CO2 ~N/A% N2/H2O ~N/A%

Column(1) Flow: 1.20 Column(2): 0.00 ml/min Interface Temp: 250

Ramp Criteria:

Ion Focus maximum N/A volts using ion N/A; Electron Multiplier Gain 30460.038

Repeller maximum N/A volts using ion N/A; Gain Factor 0.3046

Mass Gain Values(Scan Speed): -377(3) -377(2) -377(1) -377(0) -273(FS1) -273(FS2)

Рисунок 19 Автоматическая настройка ОХИ

Проверка работоспособности в режиме ПХИ

Необходимые материалы

- Бензофенон, 100 пг/мкл (8500-5440)

ВНИМАНИЕ!

Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92. Всегда настраивайте МСД сначала в режиме ПХИ, даже если вы планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
- 2 Убедитесь, что загружен файл настройки **PC1CH4.U**.
- 3 Выберите **Gas A** (Газ А) и установите поток на 20 %.
- 4 В режиме просмотра **Управление настройкой и вакуумом** выполните настройку ХИ. См. “Выполнение автоматической настройки в режиме ПХИ (только для метана)” на стр. 126.
- 5 Запустите автоматическую настройку ХИ. См. “Автоматическая настройка ХИ” на стр. 109.
- 6 Запустите метод проверки чувствительности ПХИ **BENZ_PC1.M**, используя 1 мл бензофенона 100 пг/мл.
- 7 Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Проверка работоспособности в режиме ОХИ

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

Необходимые материалы

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

ВНИМАНИЕ!

Перед переключением с режима ЭУ на режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МСД в режиме электронного удара (ЭУ). См. “Проверка работоспособности системы” на стр. 92. Всегда настраивайте МСД сначала в режиме ПХИ, даже если вы планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Убедитесь, что МСД правильно работает в режиме ЭУ.
- 2 Загрузите файл настройки **NC1CH4.U** и примите заданные значения температуры.
- 3 Выберите **Gas A** (Газ А) и установите поток на 40 %.
- 4 В режиме просмотра Управление настройкой и вакуумом запустите автоматическую настройку ХИ. См. “Выполнение автоматической настройки в режиме ОХИ (метан в качестве газа-реагента)” на стр. 128.

Обратите внимание, что не существует никаких критериев «прохождения» проверки автоматической настройки ХИ. Если автоматическая настройка завершена, значит она пройдена.

- 5 Запустите метод проверки чувствительности ОХИ. OFN_NC1.M, используя 2 мл ОФН 100 фг/мл.
- 6 Убедитесь, что система удовлетворяет опубликованным характеристикам чувствительности. Спецификации приведены на веб-сайте Agilent по адресу: www.agilent.com/chem.

Мониторинг давления высокого вакуума в режиме ХИ

ОСТОРОЖНО! При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте микроионный вакуумметр, если существует вероятность, что водород накопился в вакуумируемом объеме. Прочтите **“Безопасное обращение с водородом”** на стр. 22, перед эксплуатацией МСД с использованием водорода в качестве газа-носителя.

Процедура

- 1 Запустите МСД и выполните откачку. См. **“Откачка МСД в режиме ХИ”** на стр. 112.
- 2 В режиме просмотра **Настройка и управление вакуумом** выберите **Включить/выключить вакуумметр** в меню **Вакуум**.
- 3 В режиме просмотра **Управление прибором** можно настроить монитор МС для наблюдения. Показания вакуума также можно считывать с ЛПУ или экрана Ручная настройка.

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

Наибольшее влияние на рабочее давление оказывает поток газа-носителя (в колонке). **Таблица 13** на стр. 133 содержит сведения о типичном давлении для различных потоков гелия в качестве газа-носителя. Эти данные являются приблизительными и отличаются для различных приборов.

Типичные показания давления

Используйте микроионный вакуумметр G3397B. Обратите внимание, что регулятор расхода массы откалиброван для метана, а вакуумметр — для азота, поэтому данные значения являются не точными, но могут использоваться в качестве ориентира (См. **Таблица 13** на стр. 133). Они были получены в следующих условиях. Обратите внимание, что это типичные температуры ПХИ.

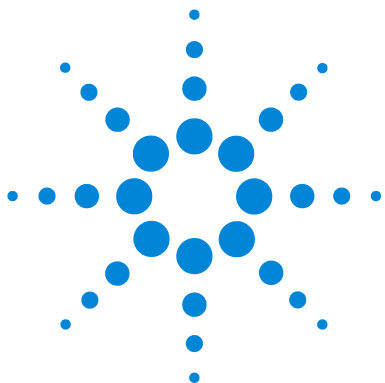
Температура источника 250 °C
 Температура КОМ 150 °C
 Температура интерфейса 280 °C
 Поток газа-носителя гелия 1 мл/мин

Таблица 13 Настройки контроллера массового расхода и типичные показания давления

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

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

4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)



5 Общее обслуживание

- Перед началом обслуживания 136
- Обслуживание вакуумной системы 142
- Обслуживание анализатора 143
- Открытие камеры анализатора 145
- Извлечение источника ионов ЭУ 147
- Разборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ 150
- Разборка источника ионов ЭУ с экстрактором 153
- Очистка источника ионов ЭУ 156
- Сборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ 161
- Сборка источника ионов ЭУ с экстрактором 164
- Замена нитей накала в источнике ЭУ 167
- Установка источника ионов ЭУ 169
- Прикрепление проводов от источника ионов к сквозной панели 170
- Замена рожка электронного умножителя 173
- Закрытие камеры анализатора 176
- Переключение от источника ионов ЭУ
стандартного/инертного/ с экстрактором к источнику
ионов ХИ 178
- Переключение от источника ионов ХИ к источнику ЭУ
стандартному/инертному/с экстрактором 179



Перед началом обслуживания

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

Таблица 15 График обслуживания

Задача	Каждую неделю	Каждые 6 месяцев	Каждый год	При необходимости
Настройка МСД				X
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	X			
Проверка калибровочной виалы		X		
Замена масла в форвакуумном насосе*		X		
Замена жидкости диффузионного насоса			X	
Проверка сухого форвакуумного насоса				X
Замена уплотнителя наконечника сухого форвакуумного насоса			X	
Замена выпускного фильтра сухого форвакуумного насоса				X
Очистка источника ионов				X
Проверка фильтров газа-носителя на ГХ и МСД				X
Замена изношенных частей				X
Смазка боковой пластины или кольцевых уплотнителей клапана напуска†				X
Замена газа-реагента ХИ				X
Замена газовых баллонов для ГХ				X

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

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

Регулярность обслуживания

Общие задачи технического обслуживания указаны в списке, приведенном в Таблица 15. Выполнение этих задач в необходимые сроки может сократить количество проблем при работе, продлить срок службы системы и уменьшить общие эксплуатационные расходы.

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

Инструменты, запасные части и расходные материалы

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

Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

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

- электропроводка и предохранители между разъемом кабеля питания и выключателем питания.

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

- печатные платы;
- тороидальный трансформатор;
- провода и кабели между этими платами;
- провода между этими блоками и разъемами на задней панели МСД;
- некоторые разъемы на задней панели (например, разъем питания форвакуумного насоса).

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

ОСТОРОЖНО!

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

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

Опасная температура

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

- Канал ввода ГХ
- Термостат ГХ и его содержимое
- Детектор ГХ
- Клапанная коробка ГХ
- Форвакуумный насос
- Нагреваемый ионный источник МСД, интерфейс и квадрупольный фильтр масс.

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

ОСТОРОЖНО!

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

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

Химические отходы

Только небольшая часть пробы ионизируется источником ионов. Большая часть любых проб проходит через источник ионов без ионизации. Она откачивается вакуумной системой. В результате этого отработанные газы из форвакуумного насоса будут содержать следы газа носителя и проб. Отработанные газы из стандартного форвакуумного насоса также содержат мелкие капли масла из форвакуумного насоса.

Стандартный форвакуумный насос оснащен фильтром для масла. Этот фильтр задерживает *только* маленькие капли насосного масла. Она *не* задерживает другие химические вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются токсичные химические вещества, не используйте этот фильтр для масла. Для всех форвакуумных насосов установите гибкий шланг для отвода отработанных газов из насосов вне помещения на улицу или в вытяжную вентиляцию с выпуском на улицу. Для стандартного форвакуумного насоса потребуется снять фильтр для масла. Убедитесь, что выполняемые действия не нарушают местные правила по защите воздуха.

ОСТОРОЖНО!

Масляный фильтр, поставляемый со стандартным форвакуумным насосом, останавливает только масло данного насоса. Он не улавливает и не отфильтровывает токсичные вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются токсичные химические вещества, не используйте этот фильтр для масла. Не используйте фильтр при работе с МСД ХИ. Установите гибкий шланг, чтобы выводить откачиваемые насосом газы вне помещения на открытый воздух или в вытяжную вентиляцию.

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

ОСТОРОЖНО!

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

Очистка источника ионов

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

ОСТОРОЖНО!

Всегда выполняйте любые процедуры по техническому обслуживанию с использованием опасных растворителей под вытяжным колпаком. Используйте МС в хорошо проветриваемом помещении.

Статическое электричество

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

При работе с печатными платами или узлами, имеющими провода, контакты или кабели, которые связаны с такими платами, всегда используйте заземленный антистатический браслет для снятия электростатического разряда и предпринимайте другие меры для защиты от статического электричества. Антистатический браслет должен быть соединен с заведомо надежным

заземлением. Если это невозможно, он должен быть соединен с проводящей (металлической) деталью блока, на котором будет выполняться работа, но *не* с электронными компонентами, оголенными проводами или контактами разъемов.

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

ВНИМАНИЕ!

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

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

Обслуживание вакуумной системы

Периодическое обслуживание

Как указано ранее Таблица 15 на стр. 136, некоторые задачи обслуживания вакуумной системы должны выполняться периодически. Они включают следующее.

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

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

Другие процедуры

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

Дополнительная информация

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

Большинство процедур, описанных в этой главе, показаны в видеороликах, содержащихся в наборах DVD-дисков Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools (Инструменты и руководства пользователя оборудования ГХ и ГХ-МС Agilent), а также на карте памяти Agilent GC/MS Software Information and Manuals (Руководства и информация о ПО ГХ-МС Agilent).

Обслуживание анализатора

Планирование

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

- Очистка источника ионов
- Замена нитей накала
- Замена рожка электронного умножителя

В *Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок МСД серии 5977B Agilent* содержится информация о признаках, указывающих на необходимость обслуживания анализатора. В интерактивной справке к программному обеспечению MassHunter содержится более обширная информация по устранению неполадок.

Меры предосторожности

Чистота

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

ВНИМАНИЕ!

Неправильно выполненное обслуживание анализатора может привести к загрязнению МСД.

ОСТОРОЖНО!

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

Статическое электричество может повредить некоторые компоненты

Провода, контакты и кабели, подключенные к компонентам анализатора могут проводить статическое электричество (СЭ) к платам электронных приборов, с которыми они соединены. Это особенно относится к проводам квадрупольного фильтра масс (КФМ), которые могут провести статическое электричество к чувствительным компонентам печатной платы. СЭ может сразу не вызвать неисправность, однако оно постепенно ухудшает работу и стабильность МСД. Для получения дополнительной информации см. [стр. 140](#).

ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет (см. [стр. 140](#)) и примите меры безопасности для защиты от статического электричества **перед** открытием камеры анализатора.

Некоторые компоненты анализатора нельзя разбирать

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

ВНИМАНИЕ!

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

Дополнительная информация

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

Большинство процедур, описанных в этой главе показаны в видеороликах.

Открытие камеры анализатора

Камеру анализатора можно открывать только для очистки или замены ионного источника, замены электронного умножителя либо замены катода.

Необходимые материалы



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

ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды, поступающие на компоненты анализатора, проводятся на плату КФМ, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества (см. раздел “Статическое электричество” на стр. 140), прежде чем открывать камеру анализатора.

Процедура

- 1 Выполните напуск МС. (См. “Откачка” на стр. 67.)
- 2 Откройте левую панель. (См. “Открытие камеры анализатора” на стр. 145.)

ОСТОРОЖНО!

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

ВНИМАНИЕ!

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

- 3 Ослабьте винты боковой панели переднего анализатора (Рисунок 20), если они затянуты.

5 Общее обслуживание

При обычном использовании нижний винт боковой панели анализатора должен быть отвинчен. Его закручивают только для транспортировки. Верхний винт передней боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме ХИ, а также при использовании водорода, огнеопасного или токсичного газа-носителя.

ВНИМАНИЕ!

На следующем шаге *остановитесь*, если почувствуете сопротивление. Не пытайтесь силой открыть боковую панель. Убедитесь, что выполнен напуск МС. Убедитесь, что передний и задний винты боковой панели полностью ослаблены.

4 *Осторожно* снимите боковую панель.

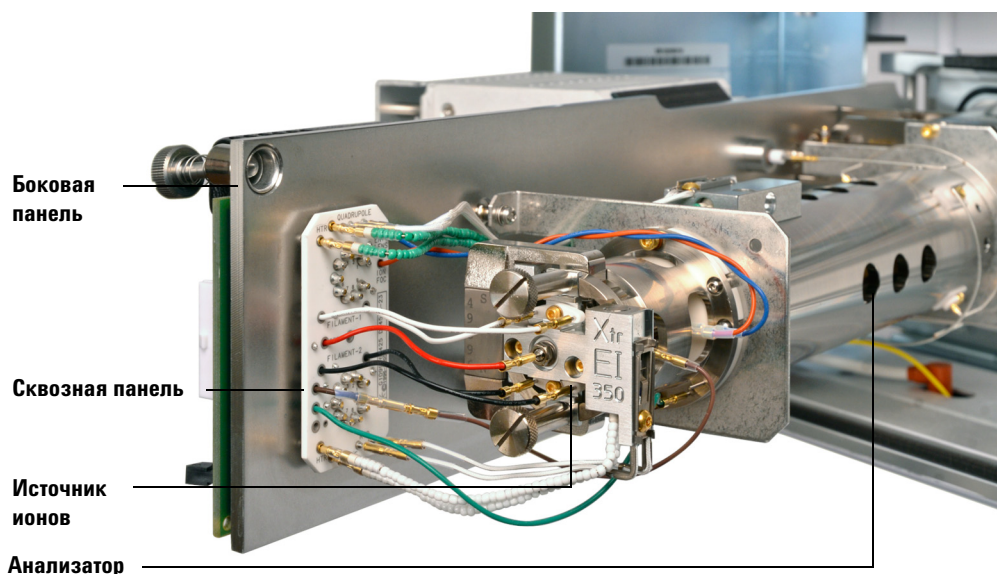


Рисунок 20 Камера анализатора

Извлечение источника ионов ЭУ



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Длинногубцы (8710-1094)

Процедура

- 1 Выполните напуск МСД. См. “Напуск МСД” на стр. 97.

ОСТОРОЖНО!

Анализаторы, интерфейс ГХ-МС и другие компоненты камеры анализатора работают при очень высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.

ВНИМАНИЕ!

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

- 2 Откройте камеру анализатора. См. “Откачка МСД” на стр. 100.

ВНИМАНИЕ!

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

ВНИМАНИЕ!

При отсоединении проводов тяните за разъемы, а не за провода.

- 3 Если используется стандартный или инертный источник ионов ЭУ, отсоедините семь проводов от источника ионов. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (См. [Рисунок 21](#) на стр. 149 и [Таблица 16](#)).

Таблица 16 Провода стандартного или инертного источника ионов ЭУ

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

- 4 Если используется ионный источник ЭУ с экстрактором, отсоедините восемь проводов от источника ионов. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (См. [Рисунок 21](#) на стр. 149 и [Таблица 17](#)).

Таблица 17 Провода источника ионов ЭУ с экстрактором (inert+)

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

- 5 Проследите, как идут провода нагревателя источника ионов и температурного датчика к сквозной панели. Отсоедините их от панели.
- 6 Открутите винты, удерживающие источник ионов.
- 7 Извлеките источник ионов из радиатора.

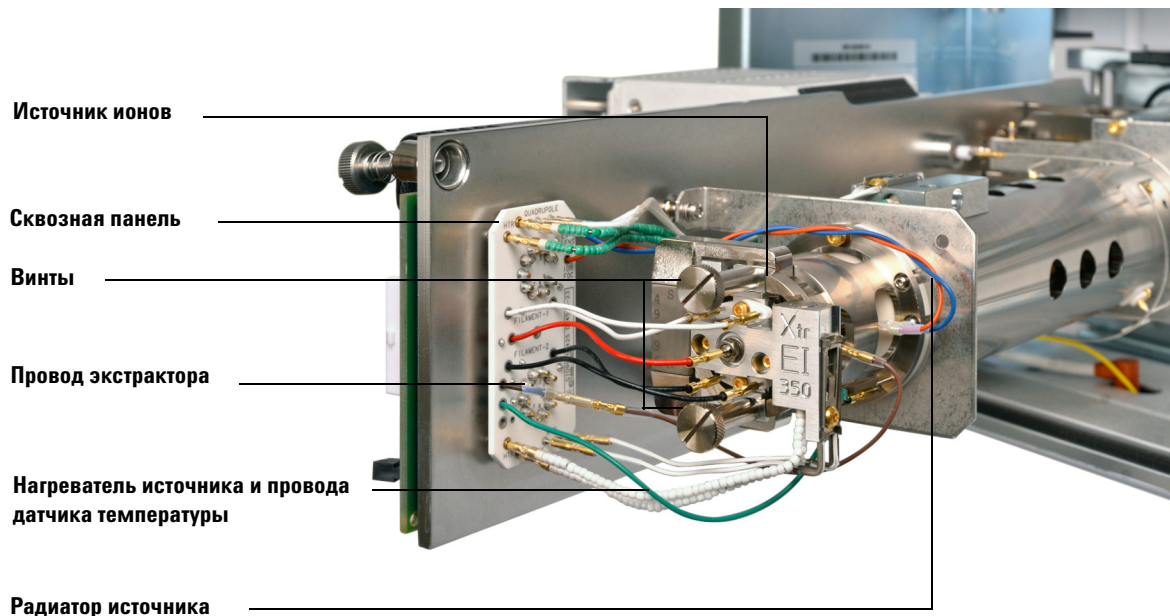


Рисунок 21 Извлечение источника ионов ЭУ

Разборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ



Необходимые материалы

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

Процедура

- 1 Извлеките источник ионов. См. “Извлечение источника ионов ЭУ” на стр. 147.
- 2 Извлеките два позолоченных винта из катодов, затем извлеките нити накала из источника. См. Рисунок 22 на стр. 151.
- 3 Ослабьте два золоченых винта в блоке нагревателя источника и отсоедините блок отражателя от корпуса источника. Блок отражателя состоит из блока нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним.
- 4 Открутите гайку отражателя и извлеките шайбы, затем снимите отражатель с блока нагревателя источника.
- 5 Извлеките изоляторы отражателя и вставку блока отражателя из блока нагревателя источника.
- 6 Открутите позолоченный стопорный винт сбоку корпуса источника.
- 7 Нажмите на вытяжную пластину, чтобы извлечь входную линзу, линзу фокусировки ионов, вытяжной цилиндр, а также вытяжную пластину с другого конца корпуса источника.
- 8 Открутите разъем интерфейса. Для откручивания разъема интерфейса подходит 10 мм гаечный ключ с открытым концом.
- 9 Извлеките входную линзу и линзу фокусировки ионов из изолятора линз.

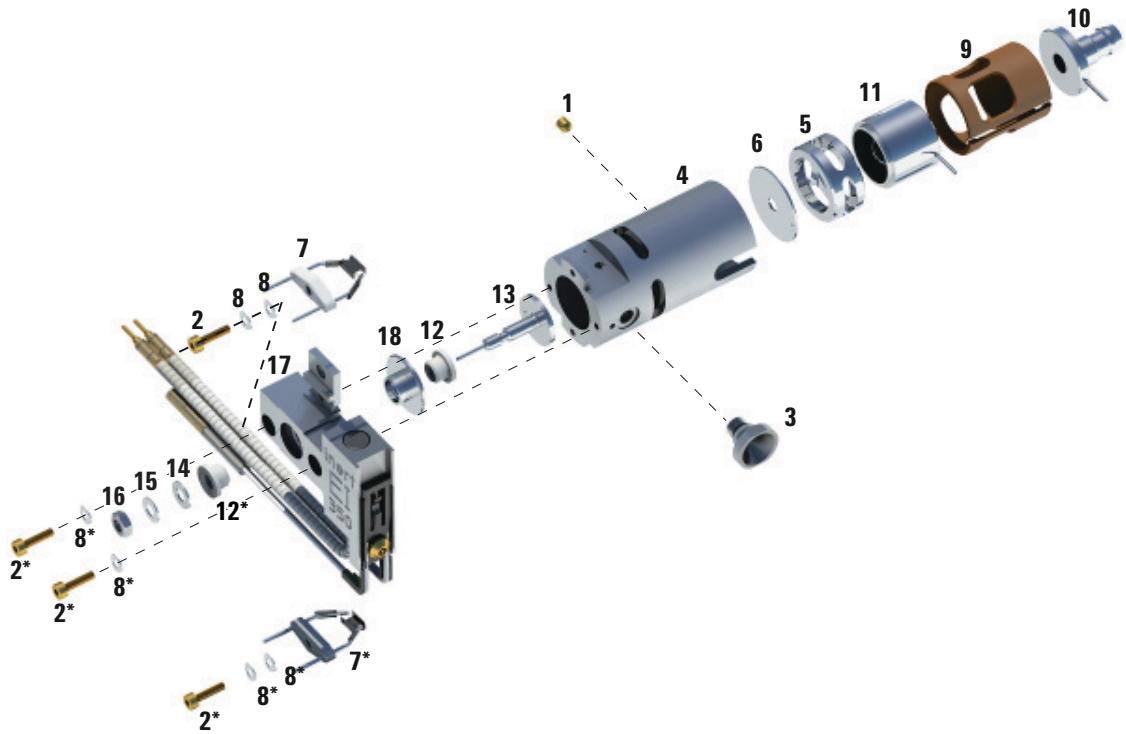


Рисунок 22 Разборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ

Таблица 18 Список компонентов стандартного или инертного источника ионов ЭУ (Рисунок 22)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер (SSL)	Каталожный номер (инертный)
1	Позолоченный стопорный винт	G1999-20022	G1999-20022
2	Позолоченный винт	G3870-20021	G3870-20021
3	Разъем интерфейса	G1099-20136	G1099-20136
4	Корпус источника	G1099-20130	G2589-20043
5	Вытяжной цилиндр	G1072-20008	G1072-20008

Таблица 18 Список компонентов стандартного или инертного источника ионов ЭУ
(Рисунок 22) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер (SSL)	Каталожный номер (инертный)
6	Вытяжная пластина	05971-20134	G2589-20100
7	4-х витковая нить накала	G7005-60061	G7005-60061
8	Контр-шайба	3050-1374	3050-1374
8	Плоская шайба	3050-0982	3050-0982
9	Изолятор линзы	G3170-20530	G3170-20530
10	Входная линза	G3170-20126	G3170-20126
11	Линза фокусировки ионов	05971-20143	05971-20143
12	Изолятор отражателя	G1099-20133	G1099-20133
13	Отражатель	G3870-60172	G3870-60173
14	Плоская шайба	3050-0627	3050-0627
15	Пружинная шайба	3050-1301	3050-1301
16	Гайка отражателя	0535-0071	0535-0071
17	Блок нагревателя источника	G3870-60180	G3870-60179
18	Вставка блока отражателя	G3870-20135	G3870-20135

Разборка источника ионов ЭУ с экстрактором



Необходимые материалы

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

Процедура

- 1 Извлеките источник ионов. См. “Извлечение источника ионов ЭУ” на стр. 147.
- 2 Извлеките нити накала, для этого открутите два позолоченных винта и отделите катоды от источника. См. [Рисунок 23](#) на стр. 154.
- 3 Ослабьте два позолоченных винта в блоке нагревателя источника и отсоедините блок отражателя от корпуса источника. Блок отражателя состоит из блока нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним.
- 4 Открутите позолоченный стопорный винт сбоку корпуса источника.
- 5 Потяните за входную линзу и линзу фокусировки ионов и извлеките их из корпуса источника.
- 6 Извлеките линзу экстрактора и изолятор.
- 7 Отделите входную линзу и линзу фокусировки ионов от изолятора линз.
- 8 Открутите гайку отражателя, шайбы и изоляторы с блока нагревателя источника, а затем снимите отражатель.

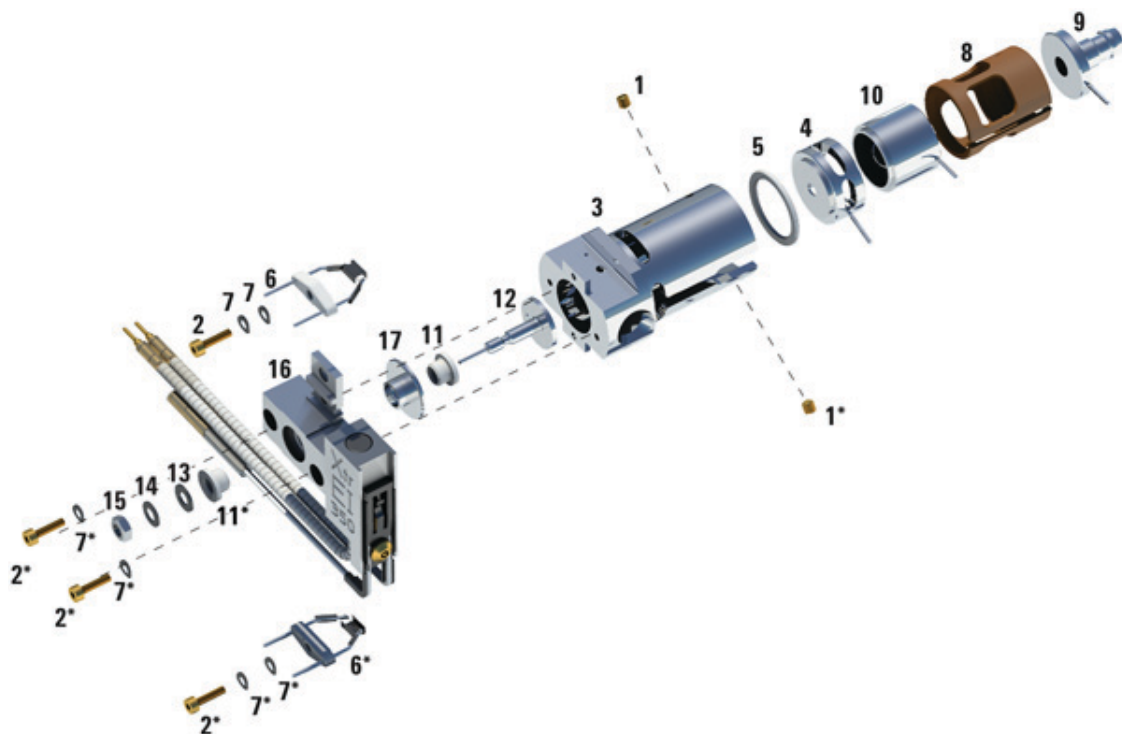


Рисунок 23 Разборка источника ионов ЭУ с экстрактором

Таблица 19 Список компонентов источника ионов с экстрактором (Рисунок 23)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
1	Стопорные винты	G3870-20446
2	Винты	G3870-20021
3	Корпус источника	G3870-20440
4	Линза экстрактора	G3870-20444
5	Изолятор линзы экстрактора	G3870-20445
6	Нити накала	G7005-60061

Таблица 19 Список компонентов источника ионов с экстрактором (Рисунок 23) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
7	Контр-шайба	3050-1301
7	Плоская шайба	3050-0982
8	Изолятор линзы	G3870-20530
9	Входная линза	G3170-20126
10	Линза фокусировки ионов	05971-20143
11	Изолятор отражателя	G3870-20133
12	Отражатель	G3870-60171
13	Плоская шайба	3050-0891
14	Пружинная шайба	3050-1301
15	Гайка отражателя	0535-0071
16	Блок нагревателя источника	G3870-60177
17	Изолятор	G1099-20133

Очистка источника ионов ЭУ



Необходимые материалы

- Наждачная бумага (5061-5896)
- Абразивный порошок окиси алюминия (8660-0791)
- Алюминиевая фольга, чистая
- Ткань, чистая (05980-60051)
- Ватные палочки (5080-5400)
- Стекланные химические стаканы объемом 500 мл
- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Растворители
 - Ацетон (чистый для анализа)
 - Метанол (чистый для анализа)
 - Хлористый метилен (чистый для анализа)
- Ультразвуковая ванна

Подготовка

- 1 Разберите источник ионов. См. “Разборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ” на стр. 150 или “Разборка источника ионов ЭУ с экстрактором” на стр. 153.
- 2 Соберите следующие компоненты стандартного или инертного источника ионов ЭУ для очистки. (См. [Рисунок 24](#) на стр. 158.)
 - Отражатель
 - Разъем интерфейса
 - Корпус источника
 - Вытяжная пластина
 - Вытяжной цилиндр
 - Линза фокусировки ионов
 - Входная линза

3 Соберите следующие компоненты источника ионов ЭУ с экстрактором для очистки. (См. [Рисунок 24](#) на стр. 158.)

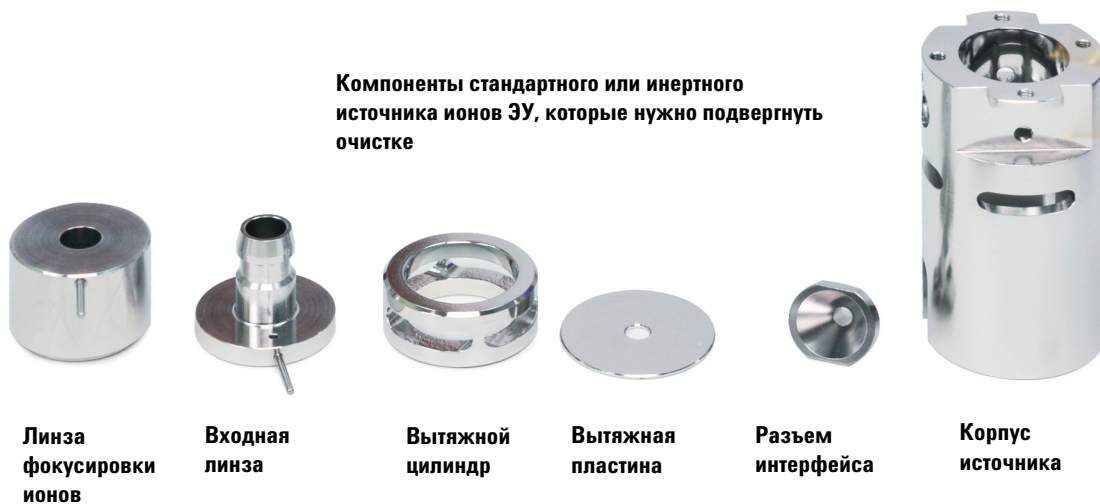
- Отражатель
- Изолятор
- Корпус источника
- Линза экстрактора
- Линза фокусировки ионов
- Входная линза

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

ВНИМАНИЕ!

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

Компоненты стандартного или инертного источника ионов ЭУ, которые нужно подвергнуть очистке



Компоненты источника ионов ЭУ с экстрактором, которые нужно подвергнуть очистке



Рисунок 24 Компоненты, которые нужно подвергнуть очистке

Процедура

ВНИМАНИЕ!

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

- 1 При серьезном загрязнении, например при обратном выбросе масла в анализатор, необходимо рассмотреть возможность замены загрязненных компонентов.
- 2 Выполните абразивную очистку поверхностей, контактирующих с пробой или ионным пучком.

Используйте ватную палочку, смоченную абразивной суспензией из порошка окиси алюминия и метанола. Протирайте с нажимом, чтобы удалить все цветные пятна. Полировка компонентов не требуется т. к. небольшие царапины не влияют на работоспособность. С помощью абразивного метода очистите цветные пятна там, где электроны от нити накала попадают в корпус источника.

- 3 Смойте абразивный остаток с помощью метанола (ч.д.а.).

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

- 4 Разделите компоненты на те, которые были очищены абразивным и неабразивным методом.
- 5 Выполните ультразвуковую очистку компонентов (каждую группу по отдельности) в течение 15 минут. Загрязненные компоненты очистите с помощью трех растворителей в порядке, приведенном ниже. Очищайте компоненты в течение 15 минут в каждом растворителе.
 - Хлористый метилен (чистый для анализа)
 - Ацетон (чистый для анализа)
 - Метанол (чистый для анализа)

Для обычной очистки будет достаточно метанола.

ОСТОРОЖНО!

Все три вышеприведенных растворителя являются опасными. Примите соответствующие меры предосторожности и работайте под вытяжным колпаком.

5 Общее обслуживание

- 6 Поместите компоненты в чистый химический стакан. **Неплотно** накройте химический стакан чистой алюминиевой фольгой с зазором (матовой поверхностью вниз).
- 7 Высушите очищенные компоненты в термостате при температуре 100 °C в течение 5–6 минут.

ОСТОРОЖНО! Дождитесь остывания компонентов, прежде чем взять их.

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

Сборка стандартного или инертного источника ионов ЭУ



Необходимые материалы

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

Процедура

- 1 Соберите блок отражателя.
 - a Вставьте вставку блока отражателя в блок нагревателя источника. (См. [Рисунок 25](#) на стр. 162.)
 - b Вставьте в блок нагревателя источника изоляторы отражателя и вставку блока отражателя.
 - c Вставьте отражатель в изоляторы, затем наденьте плоскую шайбу и пружинную шайбу на конец вала отражателя и вручную закрутите гайку отражателя.
- 2 Установите вытяжную пластину и вытяжной цилиндр в корпус источника. (См. [Рисунок 25](#) на стр. 162.)
- 3 Соберите линзу фокусировки ионов, входную линзу и изоляторы линзы.
- 4 Вставьте собранные компоненты в корпус источника.
- 5 Закрутите стопорный винт, удерживающий линзы на месте.

ВНИМАНИЕ!

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

- 6 Вставьте разъем интерфейса.
- 7 Прикрепите блок отражателя к корпусу источника с помощью двух позолоченных винтов и плоских шайб.

Таблица 20 Список компонентов стандартного или инертного источника ионов ЭУ (Рисунок 25)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер (SSL)	Каталожный номер (инертный)
1	Позолоченный стопорный винт	G1999-20022	G1999-20022
2	Позолоченный винт	G3870-20021	G3870-20021
3	Разъем интерфейса	G1099-20136	G1099-20136
4	Корпус источника	G1099-20130	G2589-20043
5	Вытяжной цилиндр	G1072-20008	G1072-20008
6	Вытяжная пластина	05971-20134	G2589-20100
7	4-х витковая нить накала	G7005-60061	G7005-60061
8	Контр-шайба	3050-1374	3050-1374
8	Плоская шайба	3050-0982	3050-0982
9	Изолятор линзы	G3170-20530	G3170-20530
10	Входная линза	G3170-20126	G3170-20126
11	Линза фокусировки ионов	05971-20143	05971-20143
12	Изолятор отражателя	G1099-20133	G1099-20133
13	Отражатель	G3870-60172	G3870-60173
14	Плоская шайба	3050-0627	3050-0627
15	Пружинная шайба	3050-1301	3050-1301
16	Гайка отражателя	0535-0071	0535-0071
17	Блок нагревателя источника	G3870-60180	G3870-60179
18	Вставка блока отражателя	G3870-20135	G3870-20135

Сборка источника ионов ЭУ с экстрактором



Необходимые материалы

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

Процедура

- 1 Вставьте керамическую шайбу в корпус источника.
- 2 Вставьте линзу экстрактора в корпус источника (плоской стороной вперед) (См. [Рисунок 26](#) на стр. 165).
- 3 Вставьте входную линзу и линзу фокусировки ионов в изолятор в показанном порядке ([Рисунок 26](#) на стр. 165).
- 4 Вдвиньте изолятор с установленными линзой фокусировки ионов и входной линзой в корпус источника так, чтобы линза фокусировки ионов находилась напротив линзы экстрактора (См. [Рисунок 26](#) на стр. 165).
- 5 Закрутите два золоченых стопорных винта, удерживающих линзы на месте.
- 6 Соберите блок отражателя.
 - a Вставьте вставку блока отражателя в блок нагревателя источника. (См. [Рисунок 25](#) на стр. 162.)
 - b Вставьте в блок нагревателя источника изоляторы отражателя и вставку блока отражателя.
 - c Вставьте отражатель в изоляторы, затем наденьте плоскую шайбу и пружинную шайбу на конец вала отражателя и вручную закрутите гайку отражателя.

ВНИМАНИЕ!

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

- 7 Прикрепите блок отражателя к корпусу источника с помощью двух позолоченных винтов и плоских шайб.
- 8 Вставьте нити накала и закрепите их с помощью двух позолоченных винтов и плоских шайб.

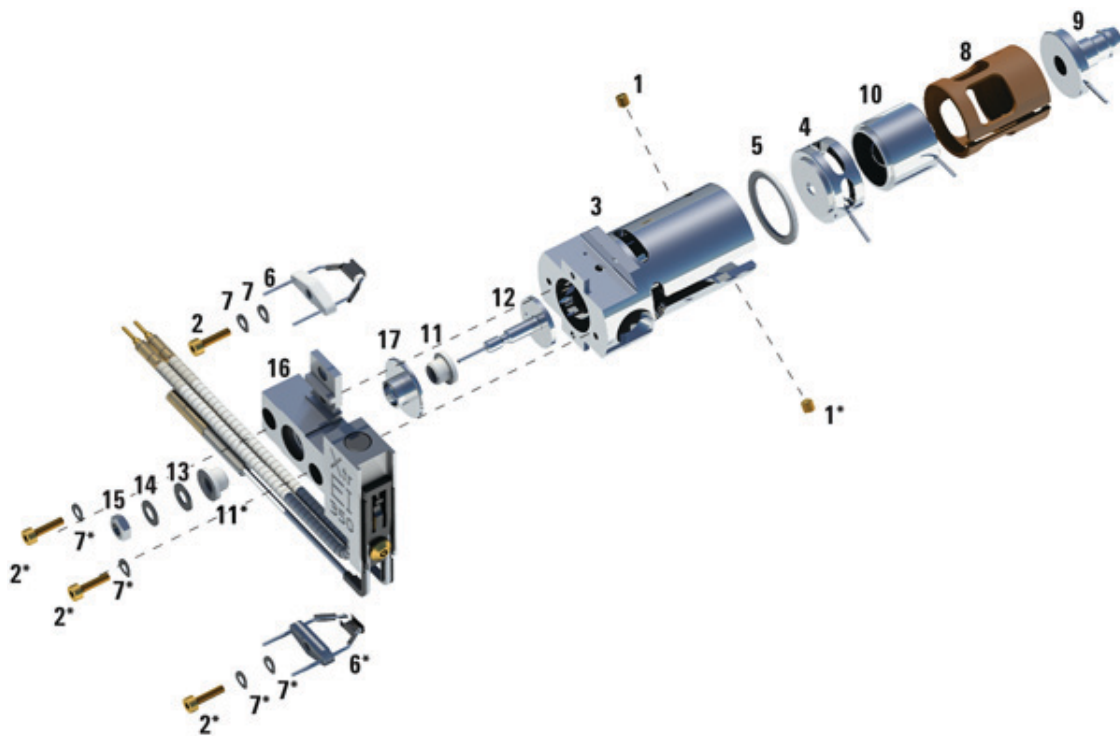


Рисунок 26 Сборка источника ионов ЭУ с экстрактором

Таблица 21 Список деталей источника ионов ЭУ экстрактора (Рисунок 26)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
1	Стопорные винты	G3870-20446
2	Винты	G3870-20021
3	Корпус источника	G3870-20440
4	Линза экстрактора	G3870-20444
5	Изолятор линзы экстрактора	G3870-20445
6	Нити накала	G7005-60061
7	Контр-шайба	3050-1301
7	Плоская шайба	3050-0982
8	Изолятор линзы	G3870-20530
9	Входная линза	G3170-20126
10	Линза фокусировки ионов	05971-20143
11	Изолятор отражателя	G3870-20133
12	Отражатель	G3870-60171
13	Плоская шайба	3050-0891
14	Пружинная шайба	3050-1301
15	Гайка отражателя	0535-0071
16	Блок нагревателя источника	G3870-60177
17	Изолятор	G1099-20133

Замена нитей накала в источнике ЭУ

Необходимые материалы

- Блок нитей накала, ЭУ (G7005-60061)
- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Отвертка-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)

Процедура

- 1 Выполните напуск МСД. См. “Напуск МСД” на стр. 68.

ОСТОРОЖНО!

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

- 2 Откройте камеру анализатора. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 3 Извлеките источник ионов. См. “Извлечение источника ионов ЭУ” на стр. 147.
- 4 Открутите позолоченный винт и снимите шайбу, чтобы достать нити накала



Рисунок 27 Замена нити накала

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

- 6 Завершив установку нити накала, проверьте, чтобы она не замыкалась на корпус источника.
- 7 Установите источник ионов. См. “Установка источника ионов ЭУ” на стр. 169.
- 8 Закройте камеру анализатора. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 9 Выполните откачку МСД. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 10 Выполните автоматическую настройку МСД. См. “Настройка МСД в режиме ЭУ” на стр. 84.
- 11 В диалоговом окне Ручная настройка, параметр **Нить накала** позволяет ввести номер нити накала **1** или **2**. Вне зависимости от номера, выбранного во время предыдущей автоматической настройки, введите другой номер нити накала.
- 12 Выполните повторную автоматическую настройку МСД.
- 13 Введите номер нити накала, которая дала лучшие результаты.

Если возникнет необходимость использовать другой номер нити накала, повторно запустите автоматическую настройку, чтобы убедиться, что параметры настройки соответствуют нити накала.
- 14 Выберите **Сохранить параметры настройки** в меню **Файл**.

Установка источника ионов ЭУ



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Длинногубцы (8710-1094)

Процедура

- 1 Вставьте источник ионов в радиатор источника.

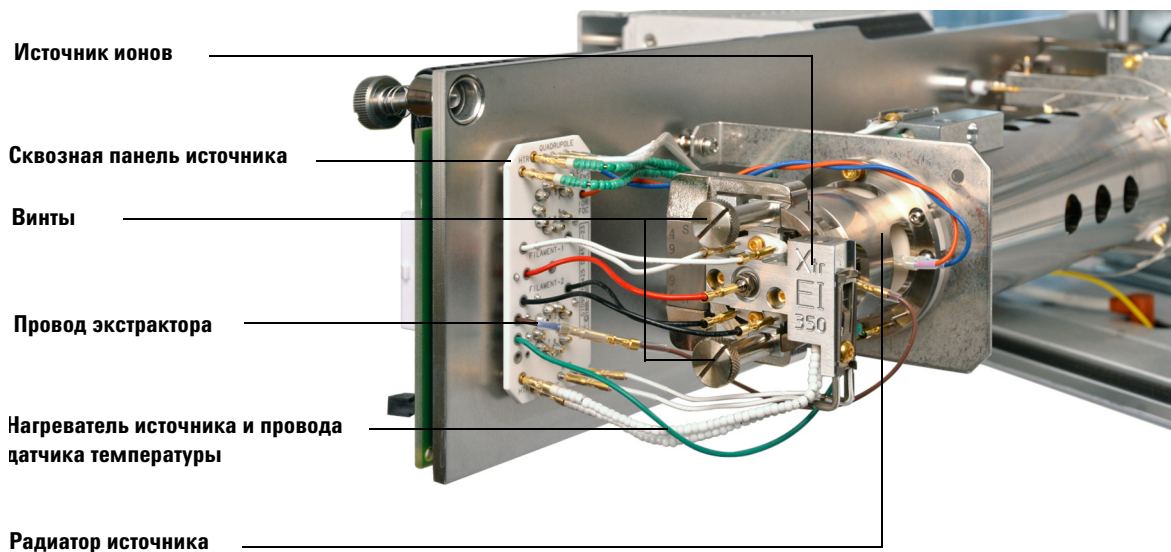


Рисунок 28 Установка источника ионов ЭУ

- 2 Установите и вручную затяните винты источника. Не затягивайте винты слишком сильно.
- 3 Соедините провода источника ионов, как показано в разделе [Рисунок 30](#) на стр. 172.
- 4 Закройте камеру анализатора. См. “Откачка МСД” на стр. 100.

Прикрепление проводов от источника ионов к сквозной панели



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Длинногубцы (8710-1094)

Процедура

Прикрепите внутренние электрические выводы переднего анализатора к контактам, указанным в [Таблица 22](#) на стр. 170.

Сведения о разводке приведены в [Таблица 22](#), а схема показана на [Рисунок 29](#) на стр. 171 и [Рисунок 30](#) на стр. 172. Слово "панель" в таблице обозначает сквозную панель, расположенную рядом с источником ионов.

Таблица 22 Провода панели источника ЭУ

Описание провода	Маркировка сквозной панели	Соединение с источником/КФМ
Зеленая штриховка (2)	Панель, верх, слева (HTR)	Нагреватель КФМ
Белый в оплетке (2)	Панель, верх (RTD)	Датчик КФМ
Белый (2)	Панель, центр (катод 1)	Нить накала 1 (верх)
Красный (1)	Панель, центр, слева (REP)	Отражатель
Черный (2)	Панель, центр (катод 2)	Нить накала 2 (низ)
Оранжевый (1)	Панель, верх, справа (ION FOC)	Линза фокусировки ионов
Синий (1)	Панель, верх, справа (ENTR LENS)	Входная линза
Белый с шариковой изоляцией (2)	Панель, низ, слева (HTR)	Нагреватель источника ионов
Белый (2)	Панель, низ (RTD)	Датчик источника ионов
Коричневый (1)	Панель, посередине, слева	Линза экстрактора (Только источник ионов ЭУ с экстрактором)

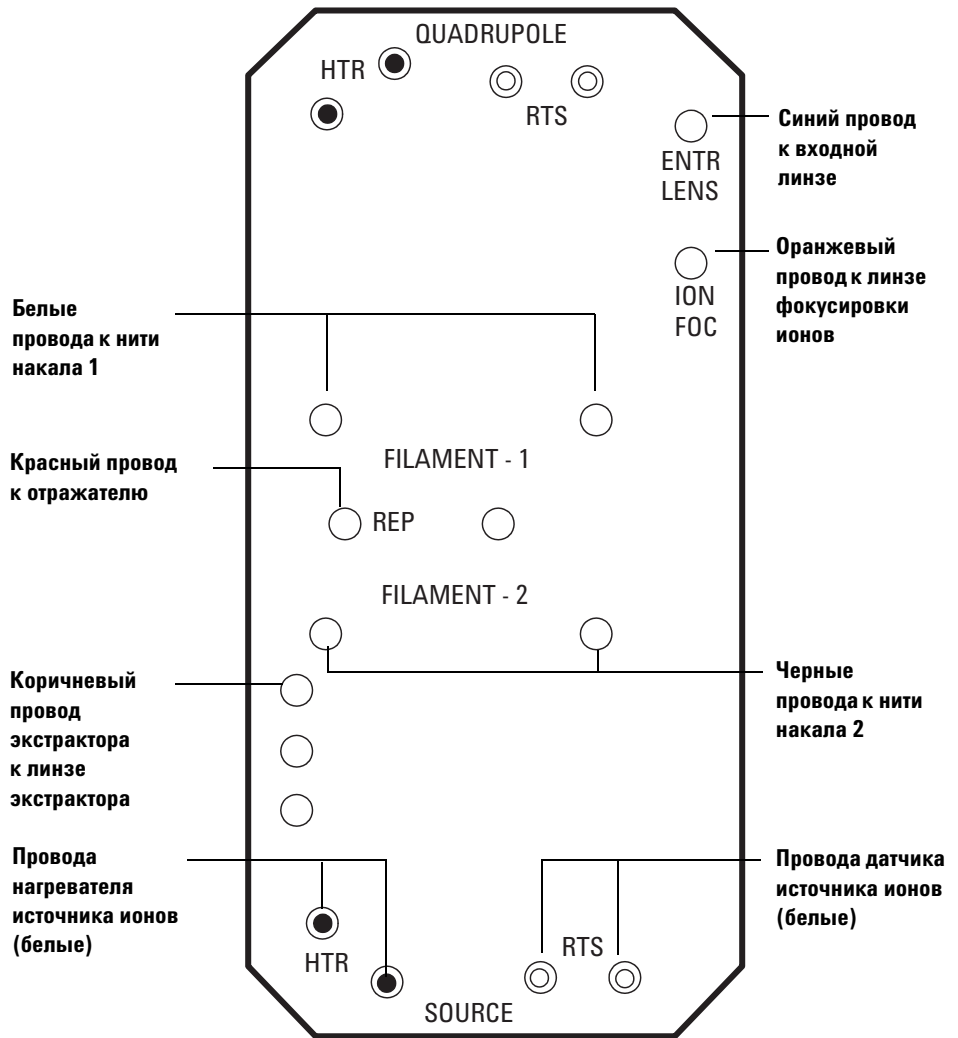


Рисунок 29 Разводка сквозной панели

СП = сквозная панель

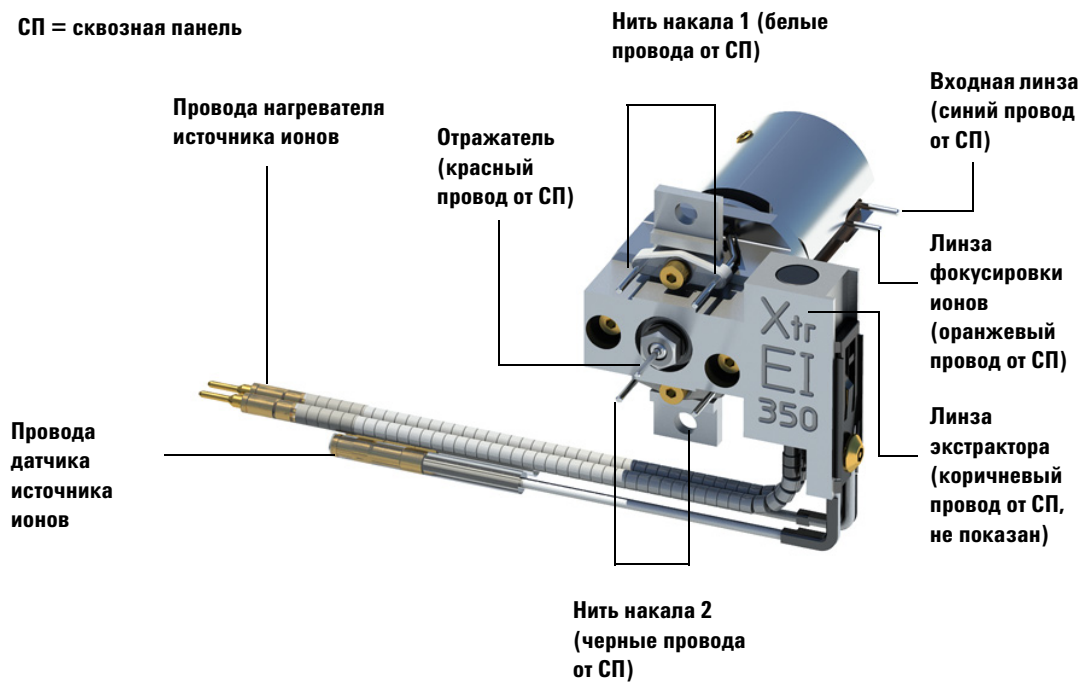


Рисунок 30 Разводка проводов источника ионов

Замена рожка электронного умножителя



Каталожный номер запасного рожка электронного умножителя для этого детектора серии 2 выбит на передней стороне детектора. С помощью MassHunter серию детектора можно определить, не прибегая к его осмотру. Серия детектора отображается в поле «Трехосевая серия 2» на вкладке ручной настройки детектора, в разделе детектора на второй странице отчета о настройке и в окне откачки.

Необходимые материалы

- Рожок электронного умножителя (Детектор серии 2 G7002-80103)
- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Длинногубцы (8710-1094)

Процедура

- 1 Выполните напуск МС. (См. раздел «Напуск МСД» на стр. 97.)

ОСТОРОЖНО!

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

ВНИМАНИЕ!

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

- 2 Откройте камеру анализатора. (См. «Открытие камеры анализатора» на стр. 145.)
- 3 Откройте фиксатор (Рисунок 31). Поднимите рычажок фиксатора и поверните фиксатор в сторону от рожка для электронного умножителя.
- 4 Извлеките рожок для электронного умножителя.

5 Общее обслуживание

- 5 Вытяните синий сигнальный провод из разъема на боковой панели.
- 6 Держите новый рожок синим сигнальным проводом вниз и прикрепите сигнальный провод к разъему на боковой панели.
- 7 Установите рожок для электронного умножителя на место.
- 8 Закройте фиксатор.
- 9 Закройте заднюю камеру анализатора. (См. “Закрытие камеры анализатора” на стр. 176.)

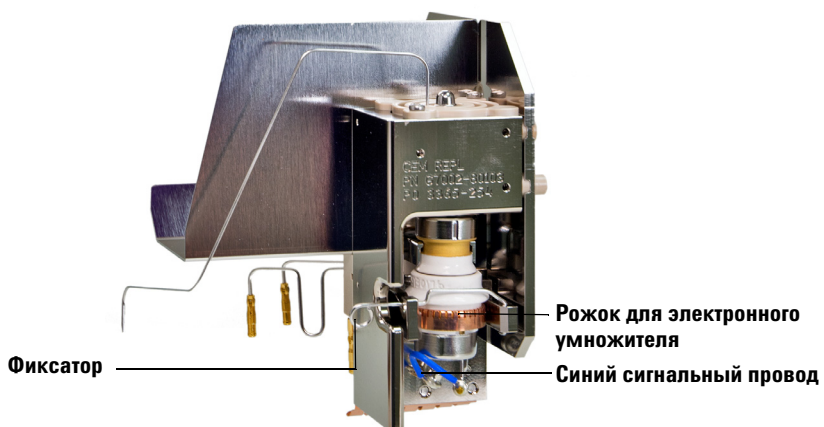


Рисунок 31 Замена рожка электронного умножителя (серия 2)



Рисунок 32 Рожок электронного умножителя серии 2

Закрытие камеры анализатора

Процедура



- 1 Убедитесь, что все внутренние электрические выводы анализатора подсоединены необходимым образом. Разводка проводов одинакова для источников ионов ЭУ и ХИ. Соединение проводов описано в главе “Прикрепление проводов от источника ионов к сквозной панели” на стр. 170.

Проверьте кольцевой уплотнитель на боковой панели.

Убедитесь, что кольцо покрыто *очень* тонким слоем вакуумной смазки Apiezon L. Если уплотнитель без смазки, он может не обеспечивать герметичность. Если уплотнитель блестит, значит, на нем слишком много смазки. (Инструкции по смазке см. в *Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок МС серии 5977.*)

ВНИМАНИЕ!

Не давите очень сильно на дверь анализатора при закрытии, иначе можно повредить ячейку соударений или КФМ.

- 2 Закройте боковую панель анализатора.

Концевой фильтр на выходной стороне КФМ способствует приведению ячейки соударений в нужное положение при закрытии двери анализатора. При закрытии дверь должна оказывать минимальное сопротивление, пока КФМ размещает ячейку соударений. Для установки анализатора на место необходимо минимальное давление.

- 3 Убедитесь, что клапан напуска закрыт.
- 4 Если в качестве газа-носителя используется водород или другое легко воспламеняемое или токсичное вещество, то *аккуратно* затяните ручную верхний винт боковой передней панели анализатора.
- 5 Выполните откачку МС. (См. “Откачка МСД” на стр. 100.)

ОСТОРОЖНО!

Верхний винт должен быть затянут только при использовании водорода (или другого опасного газа) в качестве газа-носителя в ГХ. В маловероятном случае взрыва это может предотвратить открытие боковой панели.

ВНИМАНИЕ!

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

- 6 После завершения откачки МС закройте левую крышку анализатора и установите на место крышку окна.
- 7 Настройте МС.

Переключение от источника ионов ЭУ стандартного/инертного/ с экстрактором к источнику ионов ХИ

ВНИМАНИЕ!

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

Всегда настраивайте МСД сначала в режиме ПХИ, даже если вы планируется использовать режим ОХИ.

Процедура

- 1 Выполните напуск МСД. См. “Напуск МСД” на стр. 97.
- 2 Откройте анализатор. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 3 Извлеките источник ионов ЭУ. См. “Извлечение источника ионов ЭУ” на стр. 147.
- 4 При извлечении источника с экстрактором извлеките коричневый провод экстрактора из сквозной панели и при хранении держите его вместе с источником ионов ЭУ с экстрактором. См. [Рисунок 30](#) на стр. 172.

ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте заземленный антистатический браслет. См. “Статическое электричество” на стр. 140. Примите меры безопасности для защиты от статического электричества *перед* открытием камеры анализатора.

- 5 Установите источник ионов ХИ. См. “Установка источника ионов ХИ” на стр. 198.
- 6 Установите уплотнение наконечника интерфейса ХИ/экстрактора, если оно не было ранее установлено (каталожный номер G3870-20542). См. “Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора” на стр. 183.
- 7 Закройте анализатор. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 8 Выполните откачку МСД. См. “Откачка МСД в режиме ХИ” на стр. 112.

Переключение от источника ионов ХИ к источнику ЭУ стандартному/инертному/с экстрактором

Процедура

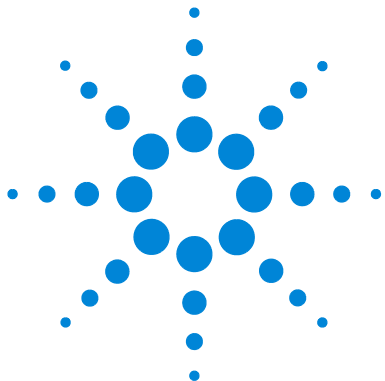
ВНИМАНИЕ!

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

ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества **прежде** чем открыть камеру анализатора. См. “Статическое электричество” на стр. 140.

- 1 В режиме просмотра Управление настройкой и вакуумом выполните напуск МСД. См. “Напуск МСД” на стр. 97. Программа предложит соответствующие действия.
- 2 Откройте анализатор. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 3 При переключении к стандартному или инертному источнику ионов извлеките уплотнение наконечника интерфейса. См. “Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора” на стр. 183.
- 4 Установите источник ионов ЭУ. См. “Установка источника ионов ЭУ” на стр. 169.
- 5 При установке источника ионов с экстрактором найдите коричневый провод экстрактора в коробке хранения и подсоедините его к линзе экстрактора и панели источника.
- 6 Поместите источник ионов ХИ и уплотнитель наконечника интерфейса в коробку для хранения источника ионов.
- 7 Выполните откачку МСД. См. “Откачка МСД” на стр. 100.
- 8 Загрузите файл настройки ЭУ.



6 Обслуживание ХИ

Общая информация	188
Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора	189
Извлечение источника ионов ХИ	191
Разборка источника ионов ХИ	198
Очистка источника ионов ХИ	201
Сборка источника ионов ХИ	204
Установка источника ионов ХИ	207
Извлечение нити накала источника ХИ	209
Установка нити накала источника ХИ	211

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



Общая информация

Очистка источника ионов

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

ОСТОРОЖНО!

Всегда выполняйте любые процедуры по техническому обслуживанию с использованием опасных растворителей под вытяжным колпаком. Используйте МСД в хорошо проветриваемом помещении.

Аммиак

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

После использования аммиака всегда продувайте МСД с помощью метана.

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

Настройка МСД для работы в режиме ХИ

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

Рекомендации

- Перед напуском в режиме ЭУ для установки источника ионов ХИ, убедитесь, что система ГХ-МСД работает правильно. См. [“Проверка работоспособности системы”](#) на стр. 92.
- Убедитесь, что входные линии газа-реагента оснащены очистителями газа (это не касается аммиака).
- Используйте сверхчистые газы-реагенты с показателем 99,99 % или выше для метана и максимально высоким показателем для других газов-реагентов.

Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ/экстрактора

Необходимые материалы



- Уплотнитель наконечника интерфейса (G3870-20542)

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

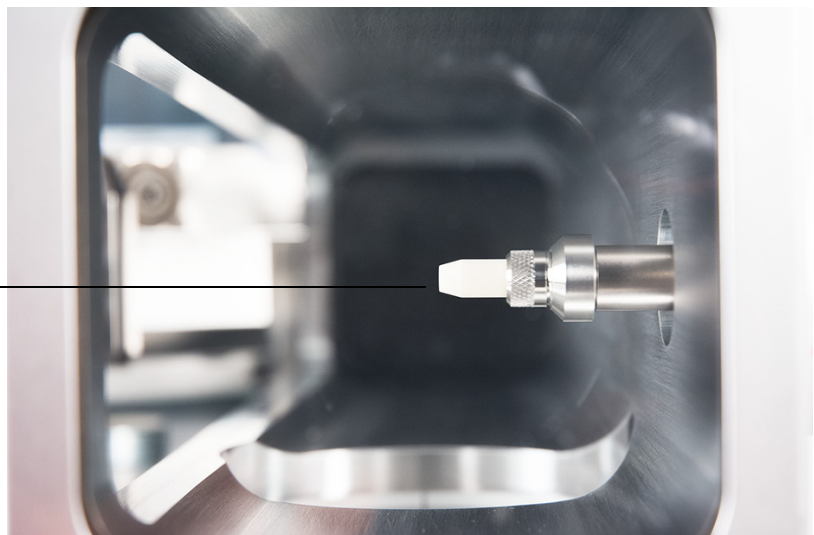
ВНИМАНИЕ!

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

Процедура

- 1 Убедитесь, что установлен источник ионов ЭУ с экстрактором или источник ионов ХИ. Не устанавливайте этот уплотнитель наконечника, если уже установлен стандартный источник ЭУ SST или инертный источник ЭУ.
- 2 Извлеките уплотнитель наконечника ХИ/экстрактора из коробки для хранения ионного источника и вставьте его на конец интерфейса.

Уплотнитель
наконечника
ХИ/экстрактора



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

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

ВНИМАНИЕ!

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

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

Извлечение источника ионов ХИ



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Пинцет (8710-2460)

Процедура

1 Выполните напуск МС. (См. “Напуск МСД” на стр. 97.)

ОСТОРОЖНО!

Анализаторы, интерфейс ГХ-МС и другие компоненты камеры анализатора работают при очень высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.

ВНИМАНИЕ!

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

2 Откройте камеру анализатора. (См. “Открытие камеры анализатора” на стр. 145.)

ВНИМАНИЕ!

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

ВНИМАНИЕ!

При отсоединении проводов тяните за разъемы, а не за провода.

3 Отсоедините входные линзы, ионный фокус, отражатель и провода катода от источника ионов. Не сгибайте провода без необходимости (Таблица 21 на стр. 192).

Проследите, как идут провода нагревателя источника ионов и температурного датчика к сквозной панели и отсоедините их здесь (Таблица 21 на стр. 192).

Таблица 21 Провода панели источника XI

Описание провода	Маркировка сквозной панели	Соединение с источником/КОМ
Зеленая штриховка (2)	Панель, верх, слева (HTR)	Нагреватель КОМ
Белый в оплетке (2)	Панель, верх (RTD)	Датчик КОМ
Белый (2)	Панель, центр (катод 1)	Нить накала 1 (верх)
Красный (1)	Панель, центр, слева (REP)	Отражатель
Черный (2)	Панель, центр (катод 2)	Псевдо-нить накала 2 (низ)
Оранжевый (1)	Панель, верх, справа (ION FOC)	Линза фокусировки ионов
Синий (1)	Панель, верх, справа (ENTR LENS)	Входная линза
Белый с шариковой изоляцией (2)	Панель, низ, слева (HTR)	Нагреватель источника ионов
Белый (2)	Панель, низ (RTD)	Датчик источника ионов

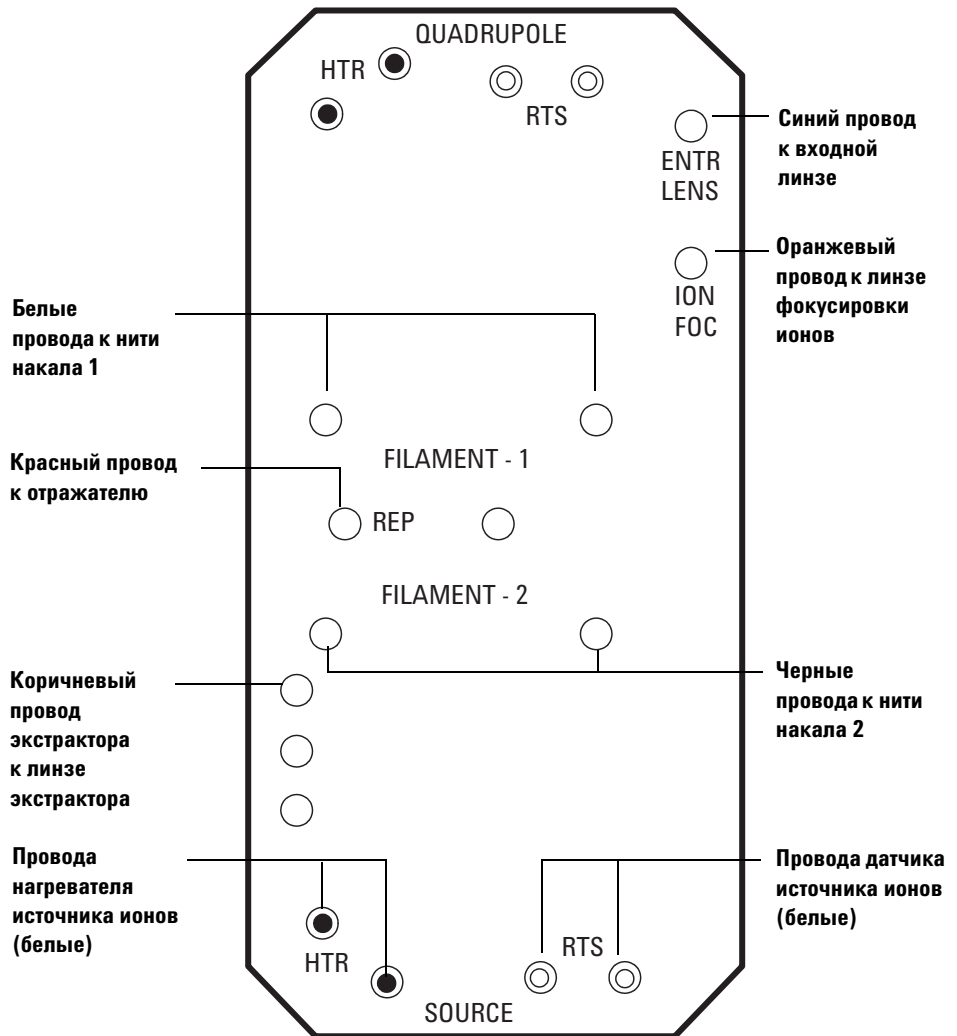


Рисунок 36 Разводка сквозной панели

Правильное подсоединение проводов изображено на схеме [Рисунок 37](#) на стр. 194.

- 4 Снимите два больших винта, удерживающих источник ионов.
- 5 Вытащите источник ионов из радиатора источника и поместите его в контейнер для хранения.

СП = сквозная панель

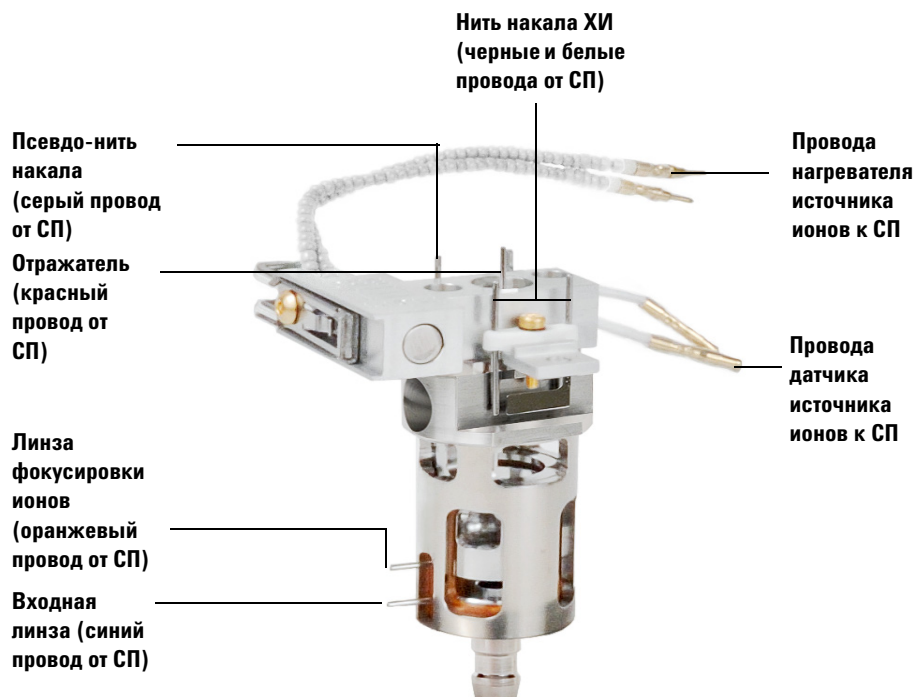


Рисунок 37 Провода источника ионов ХИ

Разборка источника ионов ХИ



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Отвертка-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Отвертка-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
- Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)
- Отвертка с торцевой головкой, 5,5 мм (8710-1220)
- Пинцет (8710-2460)

Процедура

- 1** Извлеките источник ионов ХИ. (См. “Извлечение источника ионов ХИ” на стр. 191.)
- 2** Извлеките нити накала. (См. “Извлечение нити накала источника ХИ” на стр. 209.)
- 3** Отделите блок нагревателя источника от корпуса источника. Блок нагревателя источника состоит из нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним. (См. [Рисунок 39](#).)
- 4** Разберите блок отражателя, для этого снимите керамические изоляторы с отражателя. (См. [Рисунок 39](#).)
- 5** Открутите стопорный винт, фиксирующий линзы на корпусе источника.
- 6** Вытащите линзы из корпуса источника и отделите изолятор линзы, линзу ионного фокуса, вытяжной цилиндр, вытяжную линзу и входную линзу. (См. [Рисунок 39](#).)

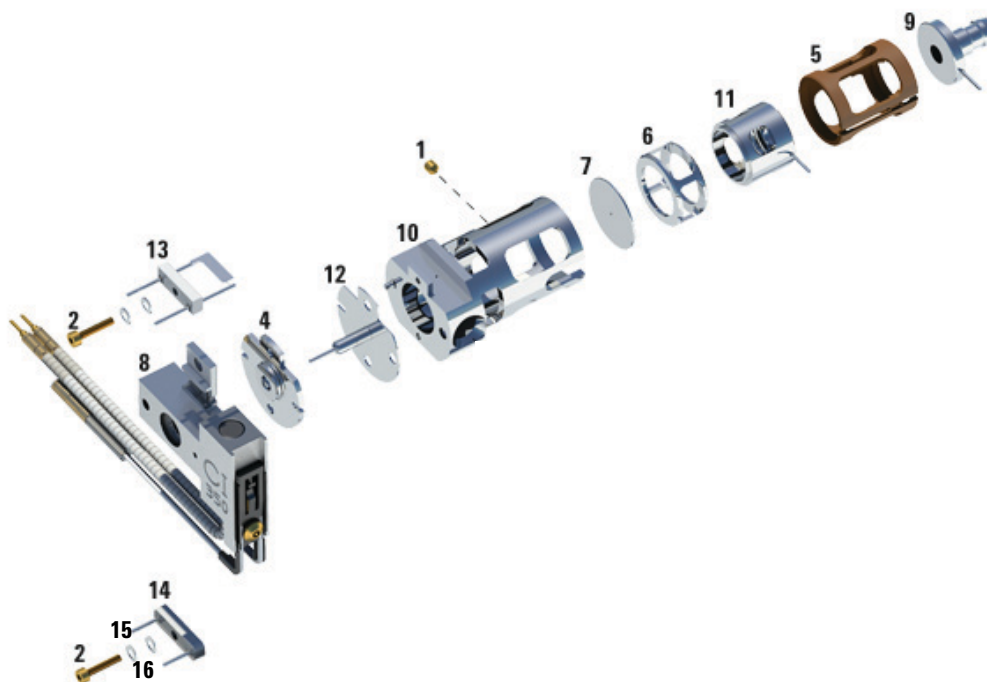


Рисунок 38 Разборка источника ионов ХИ

Таблица 22 Список компонентов источника ионов ХИ (Рисунок 39)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
1	Крепежный винт	G1999-20022
2	Винт катода	G1999-20021
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ	G3870-20542
4	Изолятор отражателя ХИ	G1999-20433
5	Изолятор линзы ХИ	G3170-20540
6	Вытяжной цилиндр ХИ	G1999-20444
7	Вытяжная пластина ХИ	G1999-20446

Таблица 22 Список компонентов источника ионов ХИ (Рисунок 39) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
8	Блок нагревателя источника ионов ХИ	G3870-60415
9	Входная линза	G3170-20126
10	Корпус источника ионов ХИ	G3170-20430
11	Линза фокусировки ионов ХИ	G1999-20443
12	Отражатель ХИ	G1999-20432
13	Нить накала ХИ	G7005-60072
14	Псевдо-нить накала	G1999-60454
15	Лекальная шайба	3050-9082
16	Плоская шайба	3050-1374

Очистка источника ионов ХИ



Необходимые материалы

- Наждачная бумага (5061-5896)
- Абразивный порошок окиси алюминия (8660-0791)
- Алюминиевая фольга, чистая
- Ткань, чистая (05980-60051)
- Ватные палочки (5080-5400)
- Стекланые химические стаканы объемом 500 мл
- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Растворители
 - Ацетон (чистый для анализа)
 - Метанол (чистый для анализа)
 - Хлористый метилен (чистый для анализа)
- Ультразвуковая ванна

Подготовка

- 1 Разберите источник ионов. См. “Разборка источника ионов ХИ” на стр. 198.
- 2 Соберите следующие компоненты источника ионов ХИ для очистки: (Рисунок 40 на стр. 202)
 - Отражатель
 - Корпус источника
 - Вытяжная пластина
 - Вытяжной цилиндр
 - Линза фокусировки ионов
 - Входная линза

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

ВНИМАНИЕ!

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



Рисунок 39 Детали источника ионов ХИ для очистки

Процедура

- 1 При серьезном загрязнении, например при обратном выбросе масла в анализатор, необходимо рассмотреть возможность замены загрязненных компонентов.
- 2 Выполните абразивную очистку поверхностей, контактирующих с пробой или ионным пучком.

Используйте ватную палочку, смоченную абразивной суспензией из порошка окиси алюминия и метанола. Протирайте с нажимом, чтобы удалить все цветные пятна. Полировка компонентов не требуется т. к. небольшие царапины не влияют на работоспособность. С помощью абразивного метода очистите цветные пятна там, где электроны от нити накала попадают в корпус источника.

- 3 Смойте абразивный остаток с помощью метанола (ч.д.а.).

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

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

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

- Хлористый метилен (чистый для анализа)
- Ацетон (чистый для анализа)
- Метанол (чистый для анализа)

Для обычной очистки будет достаточно метанола.

ОСТОРОЖНО!

Все три вышеприведенных растворителя являются опасными. Примите соответствующие меры предосторожности и работайте под вытяжным колпаком.

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

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

ОСТОРОЖНО!

Дождитесь остывания компонентов, прежде чем взять их.

ПРИМЕЧАНИЕ

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

Сборка источника ионов ХИ



Необходимые материалы

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

Процедура

ВНИМАНИЕ!

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

- 1 Соберите линзу ионного фокуса, входную линзу и изолятор линз (Рисунок 41).
- 2 Установите вытяжную пластину и вытяжной цилиндр в корпус источника (Рисунок 41).
- 3 Вставьте собранные на этапе 1 компоненты в корпус источника.
- 4 Закрутите стопорный винт, удерживающий линзы на месте.
- 5 Присоедините керамический диск к отражателю и расположите диск в верхней части корпуса источника.

ВНИМАНИЕ!

Не затягивайте гайку отражателя слишком сильно, иначе керамический изолятор отражателя может треснуть при нагреве источника. Закручивайте гайку только вручную.

- 6 Расположите блок нагревателя в верхней части корпуса источника.
- 7 Еще раз установите заглушку нити накала и саму нить накала, после чего закрепите их стопорными болтами.

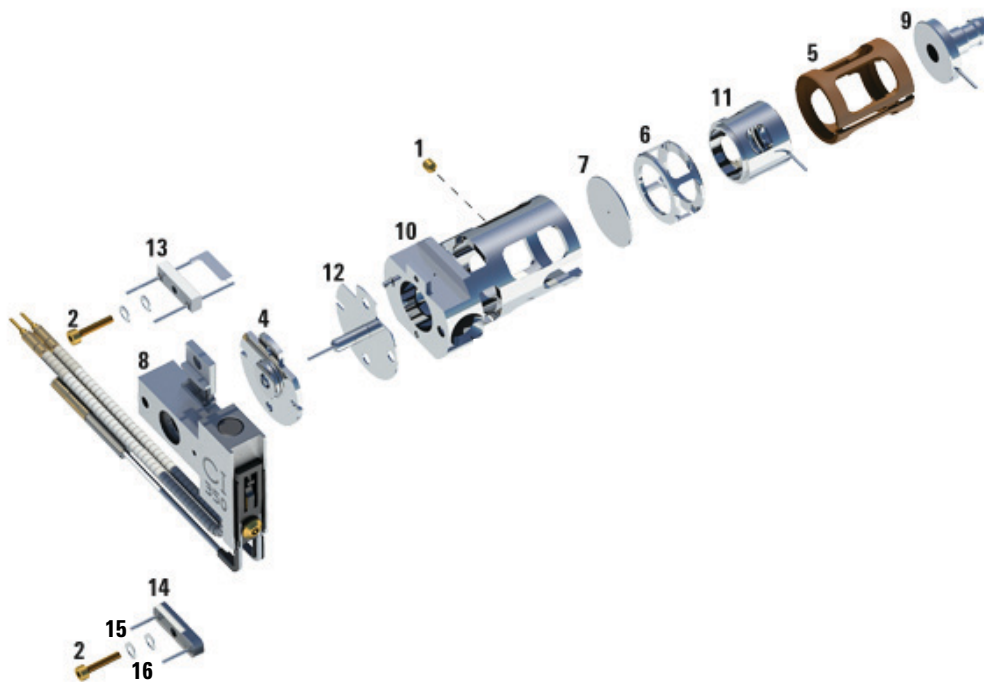


Рисунок 40 Сборка источника ионов ХИ

Таблица 23 Список компонентов источника ионов ХИ (Рисунок 41)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
1	Крепежный винт	G1999-20022
2	Винт катода	G1999-20021
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ	G3870-20542
4	Изолятор отражателя ХИ	G1999-20433
5	Изолятор линзы ХИ	G3170-20540
6	Вытяжной цилиндр ХИ	G1999-20444
7	Вытяжная пластина ХИ	G1999-20446
8	Блок нагревателя источника ионов ХИ	G3870-60415

Таблица 23 Список компонентов источника ионов ХИ (Рисунок 41) (продолжение)

Номер компонента	Описание компонента	Каталожный номер
9	Входная линза	G3170-20126
10	Корпус источника ионов ХИ	G3170-20430
11	Линза фокусировки ионов ХИ	G1999-20443
12	Отражатель ХИ	G1999-20432
13	Нить накала ХИ	G7005-60072
14	Псевдо-нить накала	G1999-60454
15	Лекальная шайба	3050-9082
16	Плоская шайба	3050-1374

Установка источника ионов ХИ

ВНИМАНИЕ!

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

Процедура



- 1 Выполните напуск МС. (См. “Напуск МСД” на стр. 97.)
- 2 Откройте камеру переднего анализатора. (См. “Открытие камеры анализатора” на стр. 145.)
- 3 Вставьте источник ионов ХИ в радиатор.
- 4 Закрутите винты (Рисунок 42).
- 5 Подсоедините провода, как описано в главе “Откачка МСД” на стр. 100.

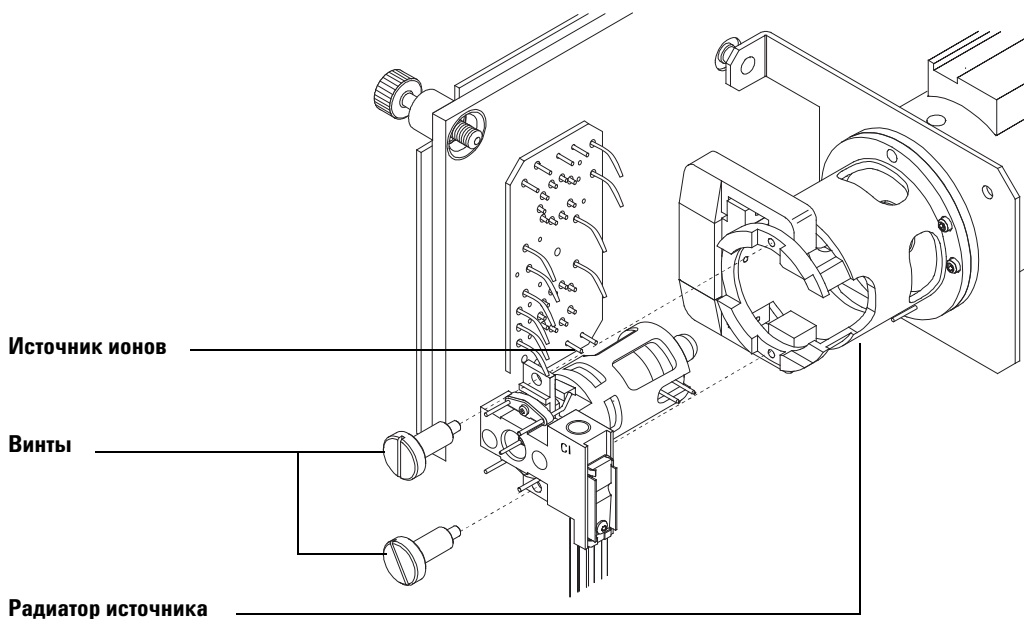


Рисунок 41 Установка источника ионов ХИ

- 6 Закройте дверцу анализатора. (См. “Откачка МСД в режиме ХИ” на стр. 112.)
- 7 Выполните откачку МС. (См. “Откачка МСД в режиме ХИ” на стр. 112.)
- 8 Настройте МС. (См. “Автоматическая настройка ХИ” на стр. 109.)

Извлечение нити накала источника ХИ



Необходимые материалы

- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Отвертка-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
- Пинцет (8710-2460)

Процедура

- 1 Выполните напуск МС. (См. “Напуск МСД” на стр. 97.)

ВНИМАНИЕ!

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

- 2 Откройте камеру переднего анализатора. (См. “Откачка МСД” на стр. 100.)
- 3 Извлеките источник ионов. (См. “Извлечение источника ионов ХИ” на стр. 191.)
- 4 Удалите винт, закрепляющий нить накала в корпусе источника ионов. (См. Рисунок 43.)
- 5 Извлеките нить накала из блока источника ионов. (См. Рисунок 43.)

ОСТОРОЖНО!

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

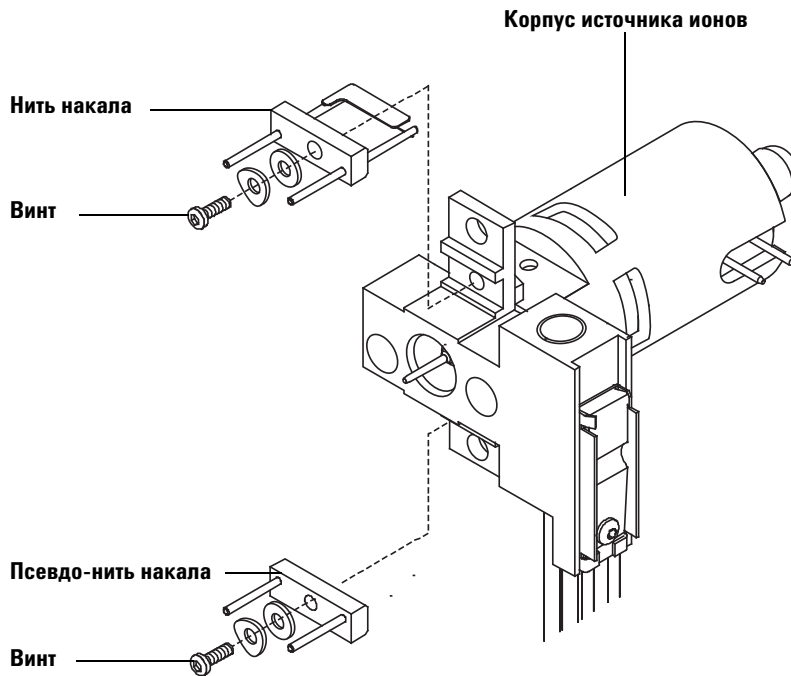


Рисунок 42 Замена нити накала XI

Установка нити накала источника ХИ



Необходимые материалы

- Блок нитей накала, 2 шт., ХИ (G7005-60072)
- Перчатки, чистые, безворсовые
 - Большие (8650-0030)
 - Маленькие (8650-0029)
- Пинцет (8710-2460)

Процедура

- 1 Удалите старую нить накала. (См. “Извлечение нити накала источника ХИ” на стр. 209.)
- 2 Установите новую нить накала в корпус источника ионов. (См. Рисунок 43.)
- 3 Закрепите нить накала в корпусе источника ионов с помощью винта.
- 4 Завершив установку нити накала, проверьте, чтобы она не замыкалась на корпус источника.
- 5 Повторно установите источник ионов. (См. раздел “Установка источника ионов ХИ” на стр. 207 или “Общая информация” на стр. 188.)
- 6 Камера серии 5977В. (См. “Откачка МСД” на стр. 100.)
- 7 Выполните откачку МС. (См. “Откачка МСД” на стр. 100.)
- 8 Выполните автонастройку МС.



© Agilent Technologies, Inc.

Напечатано в USA, август 2015 г.



G7077-91003