

Serie 5977B von Agilent MSD

## Benutzerhandbuch



# Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

## Handbuch-Bestellnummer

G7077-92034

## Ausgabe

Erste Ausgabe, Januar 2019

Gedruckt in USA

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

## Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen jederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen besteht, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

**VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

## WARNUNG

Ein **WARNUNG**-Hinweis macht auf Arbeitsanweisungen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **WARNUNG** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

## Sicherheitshinweise

### ACHTUNG

Der Hinweis **VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf eine Arbeitsanweisung oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis

# Informationen zu diesem Handbuch

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

## **1 „Einführung“**

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

## **2 „Installieren von 8890 GC-Säulen“**

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

## **3 „Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen“**

In Kapitel 3 wird erläutert, wie eine Agilent Intuvo-Säule installiert, ein Flussweg vom Einlass durch den Guard Chip, die Bus-Komponenten und die Säule zur MS-Tail-Einheit gelegt und der Guard Chip der Säule gewartet wird.

## **4 „Installieren von 7890 GC-Säulen“**

Kapitel 4 beschreibt, wie eine Kapillarsäule im 7890 GC-Ofen installiert, durch das GC/MSD-Interface an den MSD angeschlossen, die Säule konditioniert und der Säulenfluss kalibriert wird.

## **5 „Betrieb im EI-Modus“**

Kapitel 5 beschreibt die grundlegenden Aufgaben, wie z. B. Einstellen von Temperaturen, Überwachen von Drücken, Tuning, Belüften und Abpumpen. Viele der in diesem Kapitel enthaltenen Informationen beziehen sich auf den CI-Betrieb.

## **6 „Betrieb im CI-Modus“**

In Kapitel 6 werden zusätzliche Aufgaben erläutert, die für den Betrieb im CI-Modus erforderlich sind.

## **7 „Allgemeine Wartung“**

Kapitel 7 beschreibt die Wartungsprozeduren, die sich sowohl auf EI- als auch CI-Geräte beziehen.

## **8 „CI-Wartung“**

Kapitel 8 befasst sich mit den Wartungsprozeduren, die nur auf CI-MSDs zutreffen.

# Hardware-Informationen für den Benutzer

Mit Ihrer Hardware und Software erhalten Sie eine umfangreiche Sammlung an Handbüchern, Videos, Nutzeranwendungen und Methodenentwicklungs-Werkzeugen. Diese befinden sich:

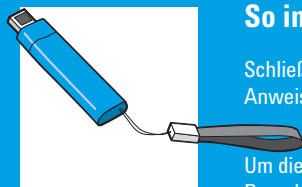
- Auf dem DVD-Set Agilent GC und GC/MS Benutzerhandbücher und Werkzeuge
- Auf dem Speicherstick Agilent GC/MS Software-Informationen und -Handbücher



## So installieren Sie Ihre Hardwarebibliothek

Legen Sie CD 1 in Ihr DVD-Laufwerk und folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm.

Um die Installation durchführen zu können, muss der Benutzer die Berechtigung zur Speicherung von Daten auf dem empfangenden Computer besitzen.



## So installieren Sie Ihre Softwarebibliothek

Schließen Sie den Speicherstick an einem USB-Port an und folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm.

Um die Installation durchführen zu können, muss der Benutzer die Berechtigung zur Speicherung von Daten auf dem empfangenden Computer besitzen.

Siehe Schnellstart-Dokument zum Agilent 5977B MSD mit MassHunter zum Auffinden und Installieren der Dokumentation, die sich auf diesem USB-Stick und den DVDs befindet.



# Inhalt

|                                         |   |
|-----------------------------------------|---|
| Informationen zu diesem Handbuch        | 3 |
| Hardware-Informationen für den Benutzer | 5 |

## 1 Einführung

|                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------|----|
| 5977B Serie MSD Version                                                  | 16 |
| Verwendete Abkürzungen                                                   | 17 |
| Der MSD der Serie 5977B                                                  | 19 |
| Physische Beschreibung                                                   | 19 |
| Vakuummessgerät                                                          | 20 |
| MSD Hardware-Beschreibung                                                | 21 |
| Wichtige Sicherheitshinweise                                             | 23 |
| An vielen internen Bauteilen des MSD liegen gefährliche Spannungen an    | 23 |
| Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des MSD | 24 |
| Viele Bauteile werden gefährlich warm                                    | 24 |
| Die Ölpfanne unter der Vorpumpe kann eine Brandgefahr darstellen         | 25 |
| Wasserstoff-Sicherheit                                                   | 26 |
| GC-Vorsichtsmaßnahmen                                                    | 27 |
| Gefahren im Zusammenhang mit dem GC/MSD-Betrieb                          | 27 |
| Wasserstoffansammlung in einem MSD                                       | 27 |
| Vorsichtsmaßnahmen                                                       | 29 |
| Sicherheitszertifizierungen und Zulassungen                              | 31 |
| Informationen                                                            | 32 |
| Symbole                                                                  | 32 |
| Elektromagnetische Übereinstimmung                                       | 33 |
| Erklärung zur Geräuschemission                                           | 34 |

|                                               |    |
|-----------------------------------------------|----|
| Intendierte Anwendung                         | 35 |
| Reinigung/Recycling des Produkts              | 35 |
| Versehentliches Verschütten von Flüssigkeiten | 35 |
| Transportieren oder Aufbewahren des MSD       | 35 |
| Austausch der Primärsicherungen               | 36 |

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

|                                                                                            |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Säulen                                                                                     | 40 |
| Konditionieren von Säulen                                                                  | 41 |
| Konditionieren von Ferrulen                                                                | 41 |
| Tipps und Hinweise                                                                         | 42 |
| Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass                 | 43 |
| So konditionieren Sie eine Kapillarsäule                                                   | 46 |
| Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter | 47 |
| Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter       | 52 |
| Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface                              | 56 |
| Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 8890                                           | 58 |

## 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

|                                                    |    |
|----------------------------------------------------|----|
| Säulen                                             | 62 |
| Konditionieren von Säulen                          | 63 |
| Tipps und Hinweise                                 | 63 |
| Wechseln einer Intuvo GC-Säule                     | 65 |
| Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung             | 70 |
| Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips | 72 |

|                                                                  |           |
|------------------------------------------------------------------|-----------|
| Wechseln des 9000 GC/MS-Tail                                     | <b>76</b> |
| So konditionieren Sie eine Intuvo-Kapillarsäule                  | <b>81</b> |
| Installieren der Dichtung für die Spitze des<br>GC/MSD-Interface | <b>83</b> |
| Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 9000                 | <b>85</b> |

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

|                                                                                               |            |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| Säulen                                                                                        | <b>88</b>  |
| Konditionieren von Säulen                                                                     | <b>89</b>  |
| Konditionieren von Ferrulen                                                                   | <b>89</b>  |
| Tipps und Hinweise                                                                            | <b>90</b>  |
| Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent<br>Split/Splitless-Einlass                 | <b>91</b>  |
| So konditionieren Sie eine Kapillarsäule                                                      | <b>94</b>  |
| Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der<br>selbstsichernden Säulenmutter | <b>95</b>  |
| Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer<br>Standard-Säulenmutter       | <b>100</b> |
| Installieren der Dichtung für die Spitze des<br>GC/MSD-Interface                              | <b>104</b> |
| Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem<br>7890 GC                         | <b>106</b> |
| Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 7890B                                             | <b>109</b> |

#### 5 Betrieb im EI-Modus

|                                                                   |            |
|-------------------------------------------------------------------|------------|
| Betrieb des MSD über das Datensystem                              | <b>113</b> |
| Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur                   | <b>114</b> |
| Konfiguration des MSD über die Web-Benutzerschnittstelle<br>(WUI) | <b>118</b> |
| Ändern der MSD-Netzwerkeinstellungen                              | <b>118</b> |

|                                                                        |            |
|------------------------------------------------------------------------|------------|
| eModule: Mini-Displayanzeige                                           | <b>122</b> |
| Gerätestatus-LED vorn                                                  | <b>123</b> |
| Vor dem Einschalten des MSD                                            | <b>124</b> |
| Abpumpen                                                               | <b>126</b> |
| Temperatursteuerung                                                    | <b>126</b> |
| Säulenflussteuerung                                                    | <b>127</b> |
| Steuerung des Wasserstoffflusses für JetClean                          | <b>127</b> |
| Belüften des MSD                                                       | <b>128</b> |
| Anzeige von MSD-Temperatur und Vakuum bei Manuellem Tuning             | <b>130</b> |
| Bildschirme einstellen für MSD Temperatur- und Vakuumzustand           | <b>132</b> |
| Einstellen der Analyzer-Temperaturen über die Gerätesteuerungs-Ansicht | <b>135</b> |
| Einstellen der GC/MSD-Interface-Temperaturen über MassHunter           | <b>137</b> |
| Überwachen von hohem Vakuumdruck                                       | <b>138</b> |
| Tuning des MSD in EI-Modus                                             | <b>140</b> |
| Einstellen des Betriebsmodus für das optionale JetClean-System         | <b>142</b> |
| Einstellen der JetClean-Parameter für den Modus „Nur reinigen“         | <b>143</b> |
| Prüfen der EI-Systemleistung                                           | <b>144</b> |
| Durchführung von Tests mit hohen Massen                                | <b>145</b> |
| Öffnen der MSD-Abdeckungen                                             | <b>148</b> |
| Belüften des MSD                                                       | <b>149</b> |
| Abpumpen des MSD                                                       | <b>152</b> |

## 6 Betrieb im CI-Modus

|                                                   |     |
|---------------------------------------------------|-----|
| Allgemeine Richtlinien                            | 156 |
| CI-Autotune                                       | 157 |
| Betrieb des CI-MSD                                | 159 |
| Abpumpen des MSD im CI-Modus                      | 160 |
| Einrichten der Software für den CI-Betrieb        | 161 |
| Betrieb des Reagenzgasfluss-Steuerungsmoduls      | 163 |
| Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses           | 166 |
| Verwendung anderer Reagenzgase                    | 170 |
| Ausführung eines PCI Auto-Tuning (nur Methan)     | 173 |
| Ausführung eines NCI Autotune (Methan-Reagenzgas) | 175 |
| Prüfen der PCI-Leistung                           | 177 |
| Prüfen der NCI-Leistung                           | 178 |
| Überwachen von hohem Vakuumdruck in CI-Modus      | 179 |

## 7 Allgemeine Wartung

|                                       |     |
|---------------------------------------|-----|
| Vor dem Start                         | 182 |
| Warten des Vakuumsystems              | 187 |
| Warten des Analyzers                  | 189 |
| Öffnen der Analyzerkammer             | 191 |
| Entfernen der EI-HES                  | 193 |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zur EI-HES | 195 |
| Zerlegen der EI-HES                   | 196 |
| Reinigen der EI-HES                   | 199 |
| Montage der EI-HES                    | 202 |
| Entfernen der EI-HES-Filamente        | 207 |

|                                                                  |            |
|------------------------------------------------------------------|------------|
| Einsetzen des EI-HES-Filaments                                   | <b>209</b> |
| Installieren der EI-HES                                          | <b>210</b> |
| Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                     | <b>211</b> |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen | <b>212</b> |
| Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle                        | <b>214</b> |
| Zerlegung der EI-XTR-Quelle                                      | <b>217</b> |
| Reinigen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                      | <b>220</b> |
| Montieren einer EI-SS- oder Inert-Quelle                         | <b>225</b> |
| Montage der EI-XTR-Quelle                                        | <b>228</b> |
| Wechseln eines Filaments in einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle | <b>231</b> |
| Installieren der EI-XTR-, SS- oder der Inert-Quelle              | <b>234</b> |
| Austausch des Elektronenvervielfacher-Horns                      | <b>235</b> |
| Schließen der Analyzerkammer                                     | <b>237</b> |

## 8 CI-Wartung

|                                                  |            |
|--------------------------------------------------|------------|
| Allgemeine Informationen                         | <b>240</b> |
| Einrichten des MSD für den CI-Betrieb            | <b>240</b> |
| Umschalten von der EI-HES auf die CI-Quelle      | <b>241</b> |
| Entfernen des EI-HES-Heizkörpers                 | <b>242</b> |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper | <b>243</b> |
| Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers     | <b>245</b> |
| Umschalten von der CI-Quelle auf die EI-HES      | <b>247</b> |
| Entfernen des CI-Quellen-Heizkörpers             | <b>249</b> |
| Installieren des EI-HES-Heizkörpers              | <b>251</b> |

|                                                                                     |            |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| Umschalten von einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle auf die CI-Quelle               | <b>252</b> |
| Umschalten von der CI-Quelle auf eine EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                | <b>253</b> |
| Entfernen der CI-Quelle                                                             | <b>254</b> |
| Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen anderen Modellen als HES und der CI-Quelle | <b>256</b> |
| Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle    | <b>257</b> |
| Zerlegen der CI-Quelle                                                              | <b>259</b> |
| Reinigung der CI-Quelle                                                             | <b>262</b> |
| Montage der CI-Quelle                                                               | <b>265</b> |
| So entfernen Sie den CI-Quellenfilament                                             | <b>268</b> |
| So installieren Sie einen CI-Quellenfilament                                        | <b>270</b> |
| Installieren der CI-Quelle                                                          | <b>271</b> |



|                                               |    |
|-----------------------------------------------|----|
| 5977B Serie MSD Version                       | 16 |
| Verwendete Abkürzungen                        | 17 |
| Der MSD der Serie 5977B                       | 19 |
| MSD Hardware-Beschreibung                     | 21 |
| Wichtige Sicherheitshinweise                  | 23 |
| Wasserstoff-Sicherheit                        | 26 |
| Sicherheitszertifizierungen und Zulassungen   | 31 |
| Intendierte Anwendung                         | 35 |
| Reinigung/Recycling des Produkts              | 35 |
| Versehentliches Verschütten von Flüssigkeiten | 35 |
| Transportieren oder Aufbewahren des MSD       | 35 |
| Austausch der Primärsicherungen               | 36 |

Dieses Kapitel enthält allgemeine Informationen zum MSD, einschließlich Beschreibung der Hardware, allgemeinen Sicherheitshinweisen und Sicherheitsinformationen zu Wasserstoff.

Bei Verwendung des *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen* mit einem MSD wird die chemische Ionisierung (CI) derzeit nicht unterstützt.

# 5977B Serie MSD Version

Die MSD der Serie 5977B sind mit einer Turbomolekularpumpe (Turbopumpe) und einer Auswahl an drei Vorpumpen (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 24V) oder einer Diffusionspumpe, gepaart mit einer Pfeiffer Duo Vorpumpe, ausgestattet. Auf dem MSD der Serie 5977B sind drei Arten von Elektronenstoß-Ionisations(EI)-Quellen verfügbar, eine Standard-EI-Quelle aus Edelstahl (SS), eine Elektronenstoß-Extraktor-Ionenquelle (XTR) auf dem Inert+ MSD-Modell und eine High Efficiency Source (HES). Das optionale System des 5977B zur chemischen Ionisierung (CI) enthält eine Ionenquelle für positive chemische Ionisation/negative chemische Ionisation (PCI/NCI), ein Reagenzgasfluss-Steuerungssystem, ein CI-Kalibrierungssystem sowie weitere benötigte Hardware-Ausstattung. Auf dem Etikett mit der Seriennummer wird eine Produktnummer angezeigt, die angibt, welchen MSD-Typ Sie besitzen. (Siehe **Tabelle 1.**)

**Tabelle 1** Verfügbare MSD-Modelle

| Modellname                | Produktnummer | Beschreibung    | Ionisationsmodus/Typ                         |
|---------------------------|---------------|-----------------|----------------------------------------------|
| 5977B MSD Diff. Pumpe     | G7080B        | Diffusionspumpe | EI/SS                                        |
| 5977B MSD Turbopumpe      | G7081B        | Turbopumpe      | EI/SS                                        |
| 5977B Inert+ MSD EI Turbo | G7077B        | Turbopumpe      | EI/XTR                                       |
| 5977B EI/CI MSD           | G7078B        | Turbopumpe      | EI/XTR<br>CI (PCI/NCI)                       |
| 5977B HES MSD             | G7079B        | Turbopumpe      | EI HES<br>Am Einsatzort<br>aufrüstbar auf CI |

# Verwendete Abkürzungen

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

**Tabelle 2 Abkürzungen**

| Abkürzung | Definition                                                                                          |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| AC        | Alternating Current (Wechselstrom)                                                                  |
| ALS       | Automatic Liquid Sampler (Automatischer Flüssigprobengeber)                                         |
| BFB       | Bromofluorobenzol (Kalibrant)                                                                       |
| CI        | Chemische Ionisation                                                                                |
| DA        | Datenanalyse                                                                                        |
| DC        | Direct Current (Gleichstrom)                                                                        |
| DFTPP     | Dekafluorotriphenylphosphin (Kalibrant)                                                             |
| Diff      | Diffusion                                                                                           |
| DIP       | Direct Insertion Probe (Direkteinführungssonde)                                                     |
| DS        | Datensystem                                                                                         |
| EI        | Elektronenstoß-Ionisation                                                                           |
| EM        | Electron Multiplier (Elektronenvervielfacher) (Detektor)                                            |
| EMV       | Electron Multiplier Voltage (Elektronenvervielfacherspannung)                                       |
| EPC       | Electronic Pneumatic Control (elektronische Pneumatiksteuerung)                                     |
| eV        | Elektronenvolt                                                                                      |
| GC        | Gaschromatograph                                                                                    |
| HED       | High-Energy Dynode (energiereiche Dynode) (bezieht sich auf den Detektor und seine Stromversorgung) |
| HES       | High Efficiency Source (Hocheffizienzquelle) Die neue Generation der EI-Quelle aus inertem Material |
| Inert     | Standard-Elektronenstoß-Ionisationsquelle aus inertem Materialien                                   |
| Inert+    | MSD-Modell, ausgestattet mit einer Elektronenstoß-XTR-Quelle                                        |
| ID        | Innendurchmesser                                                                                    |
| LAN       | Local Area Network (lokales Netzwerk)                                                               |

**Tabelle 2 Abkürzungen (Fortsetzung)**

| Abkürzung | Definition                                                                      |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------|
| LVDS      | Low-voltage differential signaling (Differenzielle Niederspannungssignalgebung) |
| $m/z$     | Verhältnis von Masse zu Ladung                                                  |
| MFC       | Massenfluss-Controller                                                          |
| MSD       | Massenselektiver Detektor                                                       |
| NCI       | Negative CI                                                                     |
| OFN       | Okttafluoronaphthalen (Kalibrant)                                               |
| PCI       | Positive CI                                                                     |
| PFDTD-    | Perfluor-5,8-Dimethyl-3,6,9-Trioxydodekan (Kalibrant)                           |
| PFHT      | 2,4,6-Tris(Perfluorheptyl)-1,3,5-Triazin (Kalibrant)                            |
| PFTBA     | Perfluortributylamin (Kalibriersubstanz)                                        |
| Quad      | Quadrupolmassenfilter                                                           |
| RF        | Radio Frequency (Hochfrequenz)                                                  |
| RFPA      | Radio Frequency Power Amplifier (Hochfrequenzleistungsverstärker)               |
| SS        | Stainless Steel (Edelstahl)                                                     |
| Torr      | Druckeinheit, 1 mm Hg                                                           |
| Turbo     | Turbomolekular(pumpe)                                                           |
| WUI       | Web user interface (Internet-Anwenderoberfläche)                                |
| XTR       | Elektronenstoß-Extraktor-Ionenquelle                                            |

## Der MSD der Serie 5977B

Der MSD der Serie 5977B ist ein Single Quadrupol GC/MS-System für die Verwendung mit Agilent 8890, 9000 oder 7890 GC-Systeme. Merkmale des MSD (Siehe **Tabelle 3** auf Seite 20):

- Ein optionales JetClean-System zum Reinigen der vorhandenen Ionenquelle unter Vakuum
- WEB-Anwenderoberfläche (WUI) für lokale Überwachung und Betrieb des MSD
- Eine Turbo-Vakuumpumpe mit einer von drei verschiedenen Vorpumpen (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 24V) oder einer Diffusionsvakuumpumpe mit einer Pfeiffer Duo Vorpumpe
- Es sind fünf verschiedene Ionenquellenarten verfügbar:
  - Standardquelle aus Edelstahl
  - Standardquelle aus inertem Material
  - XTR-Quelle
  - HES
  - CI (PCI/NCI)-Quelle
- Die mit Turbopumpe ausgestatteten 5977B-Modelle sind bei der Verwendung mit einem 8890 oder 7890 GC vor Ort aufrüstbar auf CI(PCI/NCI)-Modi. Durch das Upgrade wird eine CI-Quelle, ein CI-Quellenheizkörper für HES-Systeme, ein CI-Flussmodul mit MFC, Leitungen und ein CI-Kalibrierungs-Tuning hinzugefügt.
- Über den MSD unabhängig beheizter, hyperbolischer Quadrupolmassenfilter
- Über den MSD unabhängig beheizte Ionenquelle
- HED EM
- Über den GC unabhängig beheiztes GC/MSD-Interface

## Physische Beschreibung

Das Gehäuse des MSD der Serie 5977B ist ca. 41 cm hoch, 30 cm breit und 54 cm tief. Die Diffusionspumpen-Zentraleinheiten haben ein Gewicht von 39 kg, die Zentraleinheit der EI-Standard-Turbopumpe wiegt 44 kg, während das Gewicht der EI/CI-Turbopumpen-Zentraleinheit 46 kg beträgt. Die Vorpumpe (Vorvakuumpumpe) wiegt zusätzliche 11 kg (Standardpumpe) und befindet sich üblicherweise auf dem Boden, hinter dem MSD.

# 1 Einführung

## Vakuummessgerät

Die grundlegenden Komponenten des Geräts sind:

- Chassis/Abdeckung
- Vakuumsystem
- GC/MSD-Interface
- Elektronik
- Analyzer

## Vakuummessgerät

Der MSD kann mit einem Ionen-Vakuummessgerät ausgerüstet (oder bestellt) werden. Die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software kann zum Ablesen des Drucks (Hochvakuum) in der Vakuumkammer verwendet werden. Die Bedienung des Vakuumreglers wird in diesem Handbuch beschrieben. Das Messgerät ist für den CI-Betrieb **erforderlich**.

**Tabelle 3 Funktionen des MSD der Serie 5977B**

| Funktion                             |                               |                                                            |
|--------------------------------------|-------------------------------|------------------------------------------------------------|
| Hochvakuumpumpe                      | Diffusion                     | Turbo                                                      |
| Optimaler Helium-Säulenfluss ml/min  | 1                             | 1 bis 2                                                    |
| Empfohlenes Maximum Gasfluss ml/min* | 1,5                           | 4                                                          |
| Max. Gasfluss, ml/Min†               | 2                             | 6,5                                                        |
| Max. Innendurchmesser der Säule      | 0,25 mm (30 m)                | 0,53 mm (30 m)                                             |
| CI-fähig‡                            | Nein                          | Ja                                                         |
| Inerte Ionenquellen verfügbar        | Ja                            | Ja                                                         |
| GC-Kompatibilität                    | 9000/8890/<br>Serie 8860/7890 | 9000/8890/<br>Serie 8860/7890                              |
| Verfügbare Vorpumpen                 | Pfeiffer Duo                  | Pfeiffer Duo,<br>Pfeiffer MVP-070-3x,<br>Agilent IDP-3 24V |
| DIP**-fähig (Fremdhersteller)        | Ja                            | Ja                                                         |

\* Gesamter Gasfluss in das MSD-System: Säulenfluss plus Reagenzgasfluss (sofern zutreffend). Basierend auf Verwendung von Helium-Gas. Bei anderen Gasen variiert der maximale Gasfluss.

† Leistungsver schlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

‡ Die Turbopumpen-Modelle sind am Einsatzort auf CI aufrüstbar.

\*\* Direct Insertion-Sonde

# MSD Hardware-Beschreibung

Der Agilent 5977B MSD kann mit einem Agilent GC kombiniert werden (Siehe **Abbildung 1**).

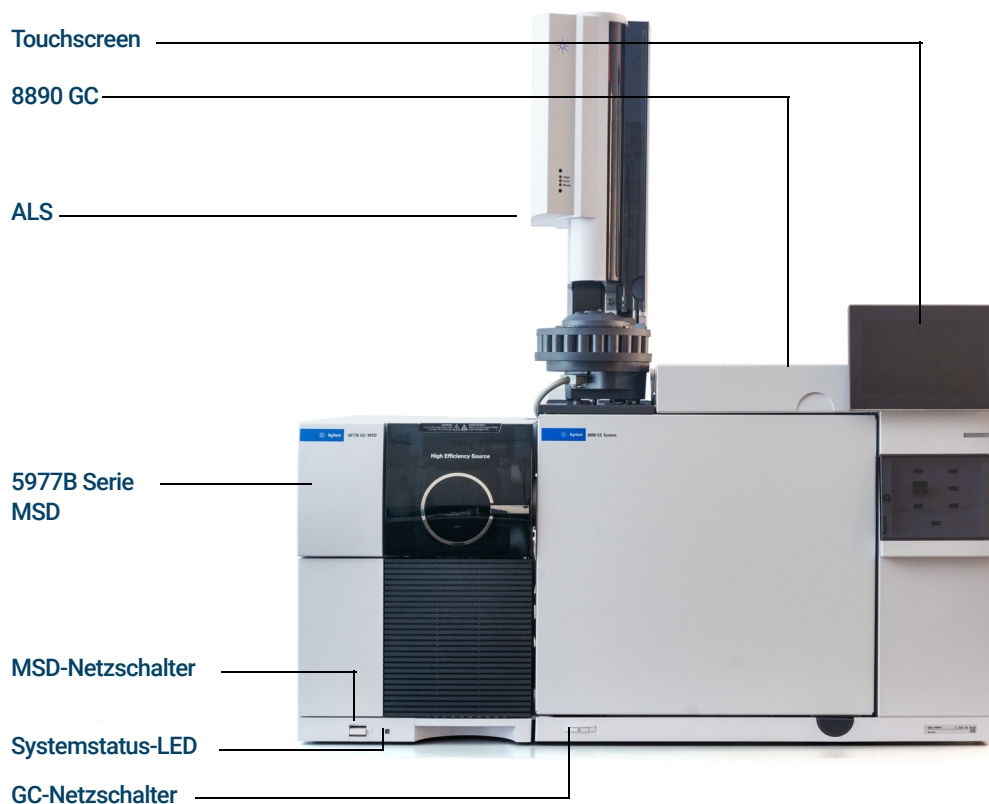


Abbildung 1. GC/MSD-System der Serie 5977B, abgebildet mit dem Agilent 8890 GC

In diesem Handbuch bezieht sich der Begriff „CI MSD“ auf den G7078B MSD oder auf die Modelle G7077B, G7079B und G7081B, die am Einsatzort für den CI-Betrieb aufgerüstet wurden. Außerdem bezieht sich das Handbuch auch (sofern nichts anderes angegeben) auf die Flussmodule für diese Geräte.

Das CI-Hardware-Upgrade ermöglicht dem MSD, qualitativ hochwertige, klassische CI-Spektren zu erzeugen, die molekulare Addukt-Ionen enthalten. Es können verschiedene Reagenzgase verwendet werden. (Siehe **Kapitel 6**, „Betrieb im CI-Modus“ auf **Seite 155**.)

Mit dem Upgrade des CI-Systems der Serie 5977B, durchgeführt am Einsatzort, wird dem MSD der Serie 5977B Folgendes hinzugefügt:

- EI/CI-GC/MSD-Interface.
- JetClean-Option, welche dasselbe EI/CI GC/MSD-Interface für das MFC-System verwendet
- CI-Ionenquelle mit der neuen universellen Dichtung für die Spitze der Verbindung, die auch mit einer EI XTR-Quelle oder HES verwendet werden kann
- Reagenzgas-MFC
- Bipolare HED-Stromversorgung für den PCI- und NCI-Betrieb.

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

Ein Hochvakuummessgerät (G3397B) ist im System integriert. Er ist für die CI **erforderlich** und auch wird für die EI empfohlen.

Das CI-System wurde optimiert, um den relativ hohen CI-Quellendruck zu erzielen, der für CI benötigt wird, während gleichzeitig das Hochvakuum in Quadrupol und Detektor gehalten wird. Spezielle Dichtungen im Flussweg des Reagenzgases und sehr kleine Öffnungen an der Ionenquelle sorgen dafür, dass die Quellgase im Ionisationsvolumen ausreichend lange verbleiben, damit die entsprechenden Reaktionen auftreten können.

Die CI-Verbindung besitzt spezielle Leitungen für Reagenzgase. Auf das Ionenquellenende des GC/MSD-Interface passt eine gefederte Spitzendichtung.

Das Hin- und Herschalten zwischen CI- und EI-Quellen dauert weniger als eine Stunde, wenngleich eine 1- bis 2-stündige Wartezeit erforderlich ist, um die Reagenzgasleitungen zu spülen und Wasserrückstände sowie andere Verunreinigungen durch Wärme zu entfernen.

# Wichtige Sicherheitshinweise

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

## An vielen internen Bauteilen des MSD liegen gefährliche Spannungen an

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

- Die Verkabelung zwischen dem MSD-Netzstecker und dem Netzteil
- Das Netzteil selbst
- Die Verkabelung vom Netzteil zum Netzschalter.

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

- an allen Elektronikplatinen im Gerät
- an internen Drähten und Kabeln, die mit diesen Platinen verbunden sind
- an Drähten für eine Heizungsanlage (Ofen, Detektor, Einlass oder Ventilgehäuse)

### WARNUNG

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

### WARNUNG

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

Wenn eine der Primärsicherungen ausgefallen ist, dann ist der MSD bereits aus, aber zur Sicherheit sollten Sie den MSD abschalten und den Netzstecker ausstecken. Es ist nicht notwendig, Luft in die Analyzerkammer einzuführen.

### WARNUNG

**Tauschen Sie niemals die Primärsicherungen, solange der MSD an eine Stromquelle angeschlossen ist.**

## Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des MSD

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

## Viele Bauteile werden gefährlich warm

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

- GC-Einlässe
- GC-Ofen und dessen Inhalte, einschließlich der Säulenmuttern, mit denen die Säule an einem GC-Einlass, einem GC/MSD-Interface oder einem GC-Detektor befestigt wird
- GC-Detektor
- GC-Ventilgehäuse
- Vorpumpe
- Diffusionspumpe
- Beheizte MSD-Ionenquelle, GC/MSD-Interface und Quadrupol

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

### **WARNUNG**

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

## 1 Einführung

Die Ölpfanne unter der Vorpumpe kann eine Brandgefahr darstellen

### **WARNUNG**

Die Isolierung um die GC-Einlässe, Detektoren, Ventilgehäuse und die Isolierkappen ist aus feuerfesten Keramikfasern hergestellt. Um ein Einatmen von Faserpartikeln zu vermeiden, sind die folgenden Sicherheitsprozeduren einzuhalten:

- Lüften Sie Ihren Arbeitsbereich.
- Tragen Sie Kleidung mit langen Ärmeln, Handschuhe, Schutzbrille und einen Einweg-Staub-/Atemschutz.
- Entsorgen Sie das Isoliermaterial in einer verschweißten Kunststofftüte.
- Waschen Sie Ihre Hände mit einer milden Seife und kaltem Wasser, nachdem Sie mit Isoliermaterial in Berührung gekommen sind.

## Die Ölpfanne unter der Vorpumpe kann eine Brandgefahr darstellen

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

### **WARNUNG**

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

# Wasserstoff-Sicherheit

## WARNUNG

Die Verwendung von Wasserstoff (H<sub>2</sub>) als GC-Trägergas, Detektor-Brenngas oder im optionalen JetClean-System birgt potentielle Gefahren.

## WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff (H<sub>2</sub>) als Träger- oder Brenngas verwenden, muss Ihnen bewusst sein, dass Wasserstoffgas in den Ofen des GC strömen und dort eine Explosion auslösen kann. Stellen Sie deshalb sicher, dass die Gasversorgung solange geschlossen bleibt, bis Sie alle Verbindungen hergestellt haben. Stellen Sie weiterhin sicher, dass immer, wenn dem Gerät Wasserstoffgas zugeführt wird, die Fittings an Einlass und Detektorsäule entweder an eine Säule angeschlossen oder verschlossen sind.

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

Wasserstoff ist ein gängiges GC-Trägergas, Detektor-Brenngas und reaktives Reinigungsgas für das optionale JetClean-System. Wasserstoff ist potentiell explosiv und hat noch weitere gefährliche Eigenschaften:

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

## GC-Vorsichtsmaßnahmen

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

## Gefahren im Zusammenhang mit dem GC/MSD-Betrieb

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

- Verbrennung austretenden Wasserstoffs
- Brand aufgrund schneller Wasserstoff-Expansion aus einem Hochdruckzylinder
- Ansammlung von Wasserstoff im GC-Ofen und darauf folgender Brand (siehe die GC-Dokumentation und das Etikett an der oberen Ecke der GC-Ofentür)
- Ansammlung von Wasserstoff im MSD und darauf folgender Brand

## Wasserstoffansammlung in einem MSD

### **WARNUNG**

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

### **WARNUNG**

Der MSD kann keine Leckagen in den Ventilen für das optionale JetClean-System feststellen. Es ist möglich, dass Wasserstoff aus diesem Reinigungssystem in den MSD austritt. Schalten Sie das JetClean-System immer aus, schließen Sie das manuelle Wasserstoffabsperrventil zum JetClean MFC und sorgen Sie für ein gutes Vakuum, bevor Sie den MSD belüften.

## 1 Einführung

### Wasserstoffansammlung in einem MSD

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

**Tabelle 4 Mechanismen der Wasserstoffansammlung**

| Mechanismus                                                        | Ergebnisse                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Ausschalten des Massenspektrometers                                | Ein Massenspektrometer kann bewusst ausgeschaltet werden. Er kann aber auch versehentlich durch einen internen oder externen Fehler ausgeschaltet werden. Es gibt eine Sicherheitsfunktion, die im Fall einer Vorpumpenabschaltung den Trägergasfluss abschaltet. Fällt jedoch diese Funktion aus, ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Schließen der automatischen Absperrventile des MS                  | Die Massenspektrometer sind mit automatischen Absperrventilen für die Kalibrierungsfläschchen, das optionale JetClean-System und die Reagenzgase ausgestattet. Die Absperrventile können bewusst durch den Benutzer geschlossen werden, es können aber auch verschiedene Fehler auftreten, die das Schließen der Ventile verursachen. Beim Schließen der Abstellventile wird der Trägergasfluss nicht abgestellt. Infolgedessen ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.                                                                                                                                                                                                                                                     |
| Schließen der automatischen Absperrventile des Massenspektrometers | Einige Massenspektrometer sind mit automatischen Abstellventilen für die Diffusionspumpe ausgestattet. Bei diesen Geräten können die Abstellventile bewusst durch den Benutzer geschlossen werden, es können aber auch verschiedene Fehler auftreten, die das Schließen der Ventile verursachen. Beim Schließen der Abstellventile wird der Trägergasfluss nicht abgestellt. Infolgedessen ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.                                                                                                                                                                                                                                                                                          |
| Schließen der manuellen Absperrventile des Massenspektrometers     | Einige Massenspektrometer sind mit manuellen Abstellventilen für die Diffusionspumpe ausgestattet. Bei diesen Geräten kann der Benutzer die Abstellventile schließen. Durch das Schließen der Abstellventile wird der Trägergasfluss nicht abgestellt. Infolgedessen ist eine allmähliche Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
| Ausschalten des GC                                                 | Ein GC kann absichtlich ausgeschaltet werden. Er kann aber auch versehentlich durch einen internen oder externen Fehler ausgeschaltet werden. Verschiedene GCs reagieren unterschiedlich. Wenn ein mit elektronischer Drucksteuerung ausgestatteter GC der Serie 8890/9000/7890 ausgeschaltet wird, stoppt die elektronische Drucksteuerung den Trägergasfluss. Wenn der Trägergasfluss des GC nicht über die elektronische Drucksteuerung kontrolliert wird, erhöht sich der Fluss bis zu seinem Maximum. Dieser Fluss kann das Pumpvolumen einiger Massenspektrometer übersteigen, sodass sich Wasserstoff im Massenspektrometer ansammeln kann. Wenn das Massenspektrometer gleichzeitig ausgeschaltet wird, kann es zu einer sehr schnellen Ansammlung kommen. |
| Stromausfall                                                       | Bei Stromausfall werden sowohl der GC als auch das Massenspektrometer ausgeschaltet. Das Trägergas wird jedoch nicht unbedingt abgestellt. In einigen GCs kann ein Stromausfall dazu führen, dass der Trägergasfluss auf den maximalen Wert eingestellt ist. Infolgedessen ist eine Ansammlung von Wasserstoff im Massenspektrometer möglich.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |

**WARNUNG**

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

**WARNUNG**

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

## Vorsichtsmaßnahmen

Treffen Sie die folgenden Vorsichtsmaßnahmen, wenn Sie ein GC/MSD-System mit Wasserstoff als Trägergas oder wenn Sie den MSD mit der JetClean-Option betreiben, bei der Wasserstoff von einem MFC auf dem MSD geliefert wird.

**WARNUNG**

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

**WARNUNG**

Sie **MÜSSEN** sicherstellen, dass die obere Flügelschraube an der Seitenplatte des Analyzers fingerfest geschlossen ist. Ziehen Sie die Flügelmutter nicht zu fest an, dies kann eine Luftleckage verursachen.

**WARNUNG**

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

### Allgemeine Laborvorschriften

- Vermeiden Sie Leckagen in den Trägergasleitungen. Führen Sie regelmäßige Überprüfungen auf Wasserstoffleckagen mit speziellen Geräten für Undichtigkeitsprüfungen durch.
- Entfernen Sie so viele Zündquellen wie möglich aus Ihrem Labor (offene Flammen, Geräte mit möglichem Funkenflug, Quellen statischer Elektrizität, etc.).

## 1 Einführung

### Vorsichtsmaßnahmen

- Sorgen Sie dafür, dass in einem Hochdruckzylinder befindlicher Wasserstoff nicht direkt in die Atmosphäre entweichen kann (Gefahr der Selbstentzündung).
- Verwenden Sie einen Wasserstoffgenerator anstelle von Wasserstoffflaschen.

### Bedienvorschriften

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

Wenn Sie Wasserstoffgas verwenden, , überprüfen Sie das System auf undichte Stellen, um einer möglichen Feuer- und Explosionsgefahr vorzubeugen. Beachten Sie dabei die lokalen Umweltschutz-, Gesundheits- und Sicherheitsrichtlinien. Prüfungen auf Leckagen sollten Sie immer durchführen, wenn Sie einen Tank gewechselt oder die Gasleitungen gewartet haben. Stellen Sie sicher, dass die Vorpumpen-Abgasentlüftung und die Belüftung des GC-Einspritzblocks in einen Dunstabzug abgesaugt werden.

# Sicherheitszertifizierungen und Zulassungen

Der MSD der Serie 5977B entspricht den folgenden Sicherheitsstandards:

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

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

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

Dieses ISM-Gerät entspricht den kanadischen ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



## EMC-Deklaration für Südkorea

Dieses Gerät wurde hinsichtlich seiner Eignung für den Einsatz in einem gewerblichen Umfeld bewertet. Beim Einsatz in einem häuslichen Umfeld besteht das Risiko einer Funkstörung.

### 사용자안내문

이 기기는 업무용 환경에서 사용할 목적으로 적합성평가를 받은 기기로서 가정용 환

경에서 사용하는 경우 전파간섭의 우려가 있습니다 .

※ 사용자 안내문은 " 업무용 방송통신기자재 " 에만 적용한다 .

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

Der MSD der Serie 5977B entspricht RoHS.

## Informationen

Der MSD der Serie 5977B von Agilent Technologies erfüllt die folgenden IEC-Klassifikationen: Gerät der Klasse I, Laborausrüstung, Installationskategorie II, Verschmutzungsgrad 2.

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

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

## Symbole

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

Weitere Informationen finden Sie in den begleitenden Anweisungen.

Weist auf eine heiße Oberfläche hin.

Weist auf gefährliche Spannungen hin.

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

Weist auf eine mögliche Explosionsgefahr hin.



Oder



Weist auf eine Gefahr durch Radioaktivität hin.

Weist auf eine Gefahr durch elektrostatische Entladung hin.

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



## Elektromagnetische Übereinstimmung

Dieses Gerät entspricht den CISPR 11 - Anforderungen. Der Betrieb unterliegt folgenden zwei Bedingungen:

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

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

- 1 Radio oder Antenne an einen anderen Ort stellen.
- 2 Den Abstand zwischen dem Gerät und dem Radio- oder Fernsehgerät vergrößern.
- 3 Das Gerät an einer anderen Steckdose anschließen, sodass dieses Gerät und das Radio- oder Fernsehgerät an unterschiedlichen Stromkreisen angeschlossen sind.
- 4 Sicherstellen, dass alle Peripheriegeräte ebenfalls zertifiziert sind.
- 5 Sicherstellen, dass die geeigneten Kabel verwendet werden, um das Gerät mit den Peripherievorrichtungen zu verbinden.
- 6 Kontakt mit dem Händler der Vorrichtungen, mit Agilent Technologies oder einem erfahrenen Techniker bezüglich Unterstützung aufnehmen.

Änderungen und Umbauten, die nicht ausdrücklich von Agilent Technologies genehmigt wurden, könnten die Berechtigung des Benutzers zum Betrieb dieser Ausrüstung erlöschen lassen.

## Erklärung zur Geräuschemission

### **Schalldruck**

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

Schalldruck  $L_p < 70$  dB gemäß EN ISO 3744:1995.

## Intendierte Anwendung

Produkte von Agilent dürfen nur gemäß der in den produktspezifischen Benutzerhandbüchern von Agilent beschriebenen Art und Weise verwendet werden. Jegliche andere Verwendung kann zu Verletzungen oder einer Beschädigung des Geräts führen. Agilent ist weder ganz noch teilweise für Schäden verantwortlich, die durch unsachgemäße Verwendung, unbefugte Änderungen, Anpassungen oder Modifikationen der Produkte, Nichteinhaltung der in den Benutzerhandbüchern von Agilent beschriebenen Verfahren oder die unrechtmäßige Nutzung der Produkte entstehen.

## Reinigung/Recycling des Produkts

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

## Versehentliches Verschütten von Flüssigkeiten

Verschütten Sie keine Flüssigkeiten auf dem MSD. Wenn versehentlich Flüssigkeit auf den MSD verschüttet wird, ziehen Sie den Netzstecker. Nachdem sämtliche Stromzufuhr zum MSD unterbrochen ist, trocknen Sie alle betroffenen Teile. Wenn die verschüttete Flüssigkeit in die Elektronik gelangt ist, warten Sie, je nach der vorhandenen Luftfeuchtigkeit, mindestens 24 Stunden. In der Zwischenzeit kontaktieren Sie Ihren örtlichen Agilent Servicespezialisten.

## Transportieren oder Aufbewahren des MSD

Um eine einwandfreie Funktion des MSD zu gewährleisten, sollte sich dieser in einem abgepumpten und warmen Zustand mit einem Trägergasfluss befinden. Wenn Sie den MSD transportieren oder aufbewahren wollen, sind weitere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten.

- Der MSD muss immer aufrecht aufgestellt sein; dies ist besonders beim Transport zu beachten.
- Der MSD darf nicht für längere Zeit in die Atmosphäre entlüftet werden.

# Austausch der Primärsicherungen

## Benötigte Materialien

- Sicherung, T12.5A, 250 V (2110-1398) – zwei St. benötigt
- Schraubenzieher, Flachkopf (8730-0002)

Die wahrscheinlichste Ursache für den Ausfall der Primärsicherung ist ein Problem mit der Vorpumpe. Wenn die Primärsicherungen in Ihrem MSD ausfallen, prüfen Sie die Vorpumpe.



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD und ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose.

Wenn eine der Primärsicherungen ausgefallen ist, dann ist der MSD bereits aus, aber zur Sicherheit sollten Sie den MSD abschalten und den Netzstecker ausstecken. Es ist nicht notwendig, Luft in die Analyzerkammer einzuführen.

### WARNUNG

**Tauschen Sie niemals die Primärsicherungen, solange der MSD an eine Stromquelle angeschlossen ist.**

### WARNUNG

**Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden, muss der Trägergasfluss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.**

- 2 Drehen Sie eine der Fassungen gegen den Uhrzeigersinn, bis sie herauspringt. Die Fassungen der Sicherungen sind federbelastet. (Siehe **Abbildung 2** auf Seite 37.)
- 3 Entfernen Sie die alte Sicherung aus der Fassung.
- 4 Installieren Sie eine neue Sicherung in der Fassung.
- 5 Bauen Sie die Fassung wieder ein.

## 1 Einführung

### Austausch der Primärsicherungen

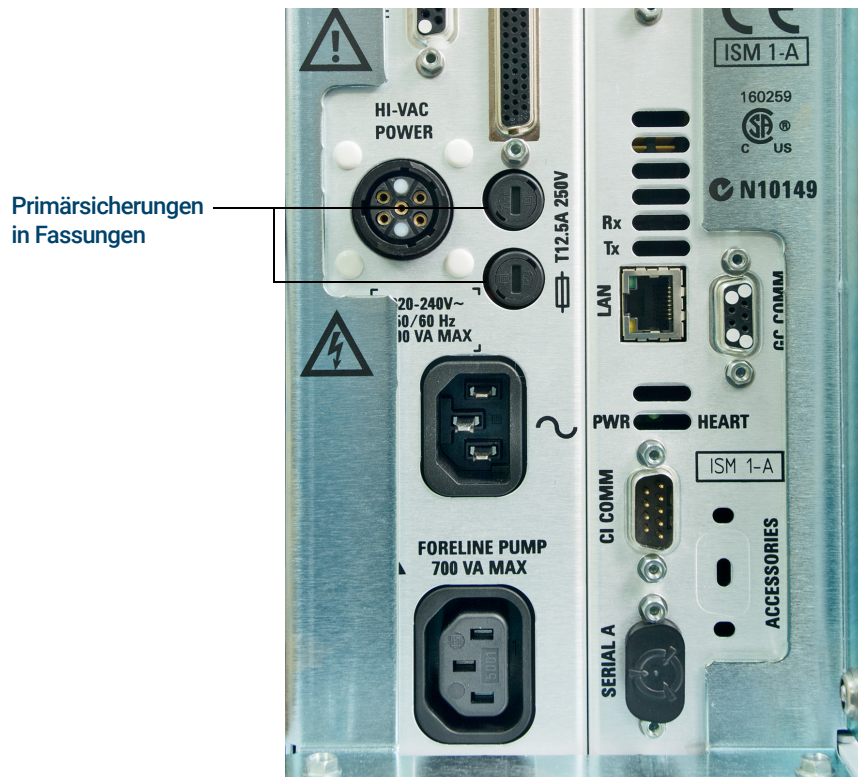


Abbildung 2. Primärsicherungen

- 6 Wiederholen Sie die Schritte 3 bis 5 für die andere Sicherung. Tauschen Sie immer beide Sicherungen aus.
- 7 Verbinden Sie den MSD-Netzstecker wieder mit der Steckdose.
- 8 Pumpen Sie den MSD ab.

## 1 Einführung

### Austausch der Primärsicherungen

Säulen 40

Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass 43

So konditionieren Sie eine Kapillarsäule 46

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter 47

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter 52

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface 56

Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 8890 58

Bevor Sie Ihr GC/MSD-System in Betrieb nehmen können, müssen Sie eine GC-Säule auswählen, installieren und konditionieren. In diesem Kapitel wird erläutert, wie man eine Säule installiert und konditioniert. Für eine korrekte Säulen- und Flussauswahl muss Ihnen bekannt sein, welche Art von Vakuumsystem Ihr MSD besitzt.

# Säulen

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

Während Tuning oder Datenakquisition sollte die Säulenflussrate in den MSD nicht die maximal empfohlene Flussrate übersteigen. Deshalb gibt es Begrenzungen bezüglich Säulenlänge, -durchmesser und -fluss. Überschreiten der empfohlenen Flussrate führt zu einer Verschlechterung der Systemleistung bezüglich Massenspektrum und Empfindlichkeit.

Bedenken Sie, dass Säulenflüsse abhängig von der Ofentemperatur stark variieren können. Verwenden Sie die „Flow Calculation Software“, und beachten Sie **Tabelle 5**, um zu ermitteln, ob eine bestimmte Säule einen akzeptablen Fluss mit realistischem Vordruck aufweist.

**Tabelle 5 Gasflüsse**

| Funktion                              | Gasflüsse         |                   |
|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| Hochvakuumpumpe                       | Diffusion         | Turbo             |
| Optimaler Helium-Säulenfluss ml/min   | 1                 | 1 bis 2           |
| Max. empfohlener Gasfluss ml/min*     | 1,5               | 4                 |
| Max. Gasfluss, mL/Min†                | 2                 | 6,5               |
| Max. Innendurchmesser der Säule       | 0,53 mm<br>(30 m) | 0,53 mm<br>(30 m) |
| CI-fähig                              | Nein              | Ja                |
| CI-Reagenzflüsse, ml/min              | -                 | 1 bis 2           |
| JetClean-Option H <sub>2</sub> -Fluss | -                 | 0,4 ml/Min.       |

\* Gesamt-Gasfluss in den MSD = Säulenfluss plus Reagenzgasfluss (sofern zutreffend) plus JetClean-H<sub>2</sub>-Fluss (sofern zutreffend) Basierend auf Verwendung von Helium-Gas. Bei anderen Gasen variiert der maximale Gasfluss.

† Leistungsver schlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

## Konditionieren von Säulen

Es ist wichtig, dass eine Säule konditioniert wird, bevor diese an das GC/MSD-Interface angeschlossen wird. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Kapillarsäule**“ auf Seite 46.)

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

Säulenbluten kommt am häufigsten bei neuen oder schlecht quer verbundenen Säulen vor. Es ist besonders ausgeprägt, wenn beim Erwärmen der Säule Spuren von Sauerstoff im Trägergas vorhanden sind. Um das Säulenbluten zu minimieren, sollten alle Kapillarsäulen konditioniert werden, **bevor** sie im GC/MSD-Interface installiert werden.

## Konditionieren von Ferrulen

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

Temperaturwechselbeanspruchung von Ferrulen bis zu ihren maximalen Betriebstemperaturen vor Ausführung Ihrer Applikation hilft dabei, Leckage an der Einheit zu vermindern.

## Tipps und Hinweise

- Die Säuleninstallations-Verfahren für die MSDs der Serie 5977B können sich von denen der Vorgängermodelle unterscheiden. Die Anwendung der Vorgehensweise von einem anderen Gerät funktioniert ggf. **nicht** und kann auch zu Schäden an der Säule oder am MSD führen.
- Verwenden Sie immer ein Trägergas, das eine Reinheit von mind. 99,9995 % hat.
- Aufgrund einer Ausdehnung durch Wärme könnten sich neue Ferrulen lösen, nachdem diese mehrere Male aufgeheizt und abgekühlt wurden. Prüfen Sie die Festigkeit nach zwei oder drei Heiz-Zyklen oder verwenden sie die selbstsichernden Säulenmuttern.
- Tragen Sie immer saubere Handschuhe, wenn Sie Säulen anfassen. Dies gilt besonders für das Ende, das ins GC/MSD-Interface eingesetzt wird.

### WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden, muss der Trägergasfluss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „[Wasserstoff-Sicherheit](#)“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Achten Sie darauf, sich nicht mit dem Ende der Säule zu stechen.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

# Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

### Benötigte Materialien

- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Metrisches Lineal
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)
- Kapillarsäule
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Ferrules
  - 0,27 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3518)
  - 0,37 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm (5062-3516)
  - 0,40 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,25 mm (5181-3323)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3514)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Einlasssäulenmutter (5181-8830 für Agilent 7890/7820 und 8890/8860 GCs)
- Vergrößerungsglas
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlassseptum sein)

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

### WARNUNG

Der GC arbeitet bei hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile des GC erst dann, wenn Sie sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Achten Sie darauf, sich nicht mit dem Ende der Säule zu stechen.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass



#### Vorgehensweise

- 1 Kühlen Sie Ofen und Einlass auf Raumtemperatur ab.
- 2 Tragen Sie saubere Handschuhe und drücken Sie die Säule durch das Septum (dies erfordert etwas Druck). Dann schieben Sie die Säulenmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der Säule. (Siehe **Abbildung 3.**) Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss von der Säulenmutter weg zeigen.

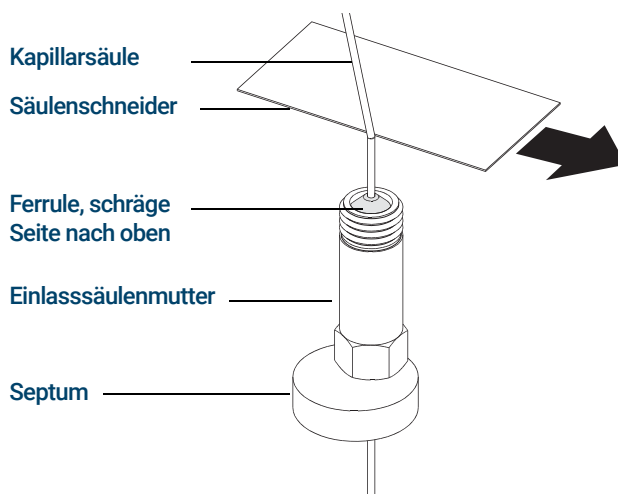


Abbildung 3. Vorbereiten einer Kapillarsäule für die Installation

- 3 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm oder mehr vor dem Ende einzukerben.
- 4 Während Sie die Säule festhalten, brechen Sie das Säulenende an der Kerbe ab.
- 5 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 3 und 4.
- 6 Wischen Sie die Außenseite des freien Säulenendes mit einem fusselfreien, mit Methanol angefeuchteten, Lappen ab.
- 7 Positionieren Sie die Säule so, dass sie 4 bis 6 mm über das Ende der Ferrule hinaussteht. (Siehe **Abbildung 4.**)

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

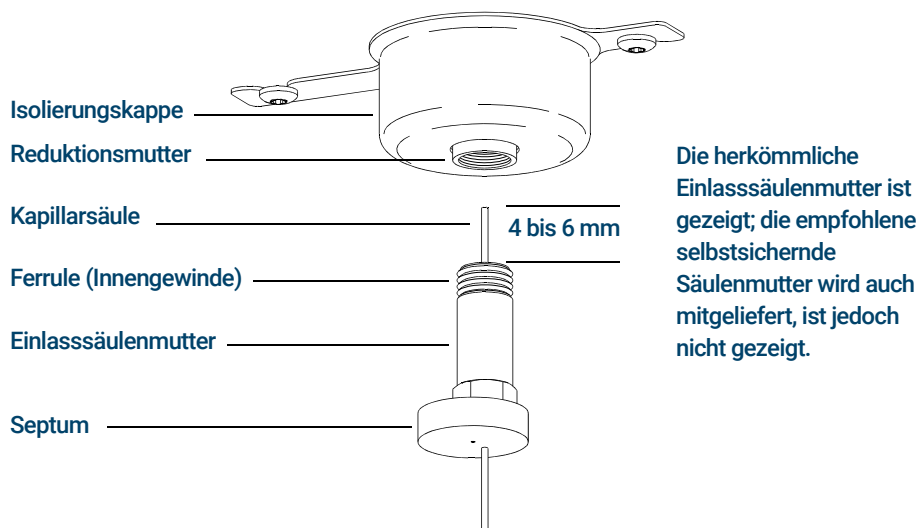


Abbildung 4. Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

- 8 Schieben Sie das Septum hoch bis zum Boden der Mutter, um die korrekte Säulen-Einführungslänge zu fixieren.
- 9 Führen Sie die Säule in den Einlass ein.
- 10 Schieben Sie die Mutter in der Säule nach oben bis zum Einlassboden, und ziehen Sie die Mutter fingerfest an.
- 11 Passen Sie die Säulenposition so an, dass das Septum gleichmäßig mit der Unterseite der Säulenmutter ausgerichtet ist.
- 12 Ziehen Sie die Säulenmutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung weiter fest. Die Säule darf sich durch einen sanften Ruck nicht verschieben.
- 13 Starten Sie den Trägergasfluss.
- 14 Prüfen Sie den Fluss, indem Sie das freie Ende der Säule in Isopropanol eintauchen. Achten Sie auf Luftblasen.

### Weitere Themen

Weitere Informationen zur Installation einer Kapillarsäule finden Sie unter *Optimierung von splitlosen Injektionen am GC für Hochleistungs-MS-Analysen* (Optimierung von splitlose Injektionen am GC für Hochleistungs-MS-Analysis), Agilent Technologies Publikationsnummer 5988-9944EN.

# So konditionieren Sie eine Kapillarsäule

## Benötigte Materialien

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

### WARNUNG

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

### WARNUNG

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



## Vorgehensweise

- 1 Installieren Sie die Säule im GC-Einlass. (Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass**“ auf Seite 43.)
- 2 Stellen Sie eine minimale Geschwindigkeit von 30 cm/s ein, oder folgen Sie der Empfehlung des Säulenherstellers. Zum Belüften lassen Sie das Trägergas bei Raumtemperatur für 15 - 30 Minuten durch die Säule fließen.
- 3 Programmieren Sie den Ofen von Raumtemperatur auf die maximale Temperaturgrenze für die Säule.
- 4 Erhöhen Sie die Temperatur um 10 bis 15 °C/Min.
- 5 Behalten Sie die Höchsttemperatur für 30 Minuten bei.

### ACHTUNG

Überschreiten Sie niemals die maximale Säulentemperatur, weder im GC/MSD-Interface noch am GC-Ofen oder dem Einlass.

- 6 Stellen Sie die GC-Ofentemperatur auf 30 °C ein und warten Sie, bis der GC bereit ist.
- 7 Befestigen Sie die Säule am GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter**“ auf Seite 47.)

# Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

Dieses Verfahren dient der direkten Installation einer Kapillarsäule in den Analyzer mittels der von Agilent empfohlenen selbstsichernden Säulenmutter.

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542) (Siehe **Abbildung 6** auf Seite 50.) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Spitzendichtungsfeder (G7005-20024) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Taschenlampe
- Vergrößerungsglas
- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Selbstsichernde Säulenmutter für GC\MSD-Interface (5190-5233)
- Vespel-Ferrulen
  - 0,27 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3518)
  - 0,37 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm (5062-3516)
  - 0,40 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,25 mm (5181-3323)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3514)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlasseptum sein)
- Schutzbrille

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter



### Vorgehensweise

#### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

#### WARNUNG

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

- 1 Die Säule konditionieren. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Kapillarsäule**“ auf Seite 46.)

#### WARNUNG

Innerhalb der Analyzerkammer bestehen gefährliche Spannungen, die zu tödlichen Verletzungen führen können. Öffnen Sie keinesfalls die Tür der Analyzerkammer. Falls ein Zugang nötig ist, müssen zunächst qualifizierte Servicemitarbeiter das Gerät von der Stromquelle des Baukörpers entfernen.

- 2 Belüften Sie den MSD und öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149 und „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.) Stellen Sie sicher, dass Sie das Ende des GC/MSD-Interface sehen können.

#### WARNUNG

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

- 3 Entfernen Sie die Dichtung für die Interface-Spitze, die Feder und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung vom Ende des GC/MSD-Interface, falls installiert.
- 4 Schieben Sie eine Verbindungsmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der GC-Säule. Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss zur Mutter hin zeigen.
- 5 Schieben Sie die Säule ins GC/MSD-Interface.

#### ACHTUNG

Achten Sie darauf, dass die Säule in der Vakuumkammer nicht bricht. Säulenteile könnten in die Turbopumpe fallen oder gezogen werden und sie beschädigen.

- 6 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukerben.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

- 7 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie gleichzeitig die Säule an der Kante des Säulenschneiders.
- 8 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 6 und 7.
- 9 Wischen Sie das Ende mit Alkohol ab.
- 10 Justieren Sie die Säule so, dass diese den angegebenen Abstand über das Ende des GC/MSD-Interface hinaussteht.

**Zur Installation einer EI-XTR-, EI-Edelstahl-, Inert- oder CI-Quelle (siehe [Abbildung 5](#)) steht die Säule etwa 1 mm über die Säulenführungsröhre hinaus.**

**Zur Installation einer EI-HES (siehe [Abbildung 6](#)) steht die Säule 4 bis 5 mm über die Säulenführungsröhre hinaus.**

Falls notwendig, verwenden Sie Taschenlampe und Vergrößerungsglas, um das Säulenende innerhalb der Analyzerkammer zu sehen. Verwenden Sie nicht Ihren Finger, um das Säulenende zu ertasten.



Abbildung 5. Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface für eine EI-XTR-, EI-Edelstahl-, Inert- oder CI-Quelle.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter



Abbildung 6. Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface für eine EI-HES-Quelle.

- 11 Ziehen Sie die Mutter handfest an. (Siehe **Abbildung 7.**) Stellen Sie sicher, dass sich die Position der Säule beim Anziehen der Mutter nicht verändert. Ziehen Sie die Mutter nicht zu fest an.
- 12 Ziehen Sie die Mutter im Uhrzeigersinn an. Ziehen Sie weiter an, bis Sie spüren, dass die Ferrule an der Säule greift.
- 13 Prüfen Sie am GC-Ofen, dass die Säule nicht die Ofenwände berührt.



Abbildung 7. Installieren einer Kapillarsäule in das GC/MSD-Interface

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

### ACHTUNG

**Gehen Sie bei der Platzierung der Spitzendichtung am GC/MSD-Interface vorsichtig vor, um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden.**

- 14 Installieren Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge auf das GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface**“ auf Seite 56.) Verwenden Sie bei einer EI-Edelstahl- oder einer Inert-Quelle keine Spitzendichtung, Feder und gerändelte Halterung für die Spitzendichtung. Die Spitzendichtung passt nicht in die Verbindungsbuchse dieser Quellen. (Siehe **Abbildung 64** auf Seite 215.)

### ACHTUNG

**Wenn Sie den Analyzer mit zu viel Kraftaufwand mutwillig schließen möchten und dabei Teile falsch ausgerichtet sind, wird dadurch die Spitzendichtung, das Interface oder die Ionenquelle beschädigt bzw. die Seitenplatte ist nicht dicht.**

- 15 Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung der Ionenquelle und der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

Wenn die Ionenquelle ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann die Analyzerkammer ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

- 16 Sie können die Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrer Schleife bewegen. Wenn sich die Tür immer noch nicht schließen lässt, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.
- 17 Schließen Sie die Tür der Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

# Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

Dieses Verfahren dient zur direkten Installation einer Kapillarsäule in den Analyzer. Es gibt zwei Typen von Säulenmutter, die bei dem GC/MSD-Interface verwendet werden können: Die hier erläuterte Standard-Säulenmutter und die in **„Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter“** auf Seite 47 erläuterte, selbstsichernde Säulenmutter.

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542) (Siehe **Abbildung 5** auf Seite 49 und **Abbildung 6** auf Seite 50.) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Spitzendichtungsfeder (G7005-20024) (bei einer SS-Quelle oder einer inerten EI-Quelle nicht verwenden)
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Taschenlampe
- Vergrößerungsglas
- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Verbindungssäulenmutter (05988-20066)
- Ferrules
  - 0,3 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3507)
  - 0,4 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 und 0,25 mm (5062-3508)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3506)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlasseptum sein)
- Schutzbrille
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter



### Vorgehensweise

#### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

#### WARNUNG

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

- 1 Die Säule konditionieren. (Siehe „[So konditionieren Sie eine Kapillarsäule](#)“ auf Seite 46.)

#### WARNUNG

Innerhalb der Analyzerkammer bestehen gefährliche Spannungen, die zu tödlichen Verletzungen führen können. Öffnen Sie keinesfalls die Tür der Analyzerkammer. Falls jemals Zugang nötig ist, müssen zunächst qualifizierte Servicemitarbeiter das Gerät von der Stromquelle des Baukörpers entfernen.

- 2 Belüften Sie den MSD und öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „[Belüften des MSD](#)“ auf Seite 149 und „[Öffnen der Analyzerkammer](#)“ auf Seite 191.) Stellen Sie sicher, dass Sie das Ende des GC/MSD-Interface sehen können.

#### WARNUNG

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

- 3 Entfernen Sie die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung, die Dichtung für die Interface-Spitze und die Feder vom Ende des GC/MSD-Interface, falls installiert.
- 4 Schieben Sie eine Verbindungsmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der GC-Säule. Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss zur Mutter hin zeigen.
- 5 Schieben Sie die Säule ins GC/MSD-Interface.

#### ACHTUNG

Achten Sie darauf, dass die Säule in der Vakuumkammer nicht bricht. Säulenteile könnten in die Turbopumpe fallen oder gezogen werden und sie beschädigen.

- 6 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukerben.
- 7 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie gleichzeitig die Säule an der Kante des Säulenschneiders.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

- 8 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 6 und 7.
  - 9 Wischen Sie das Ende mit Alkohol ab.
  - 10 Justieren Sie die Säule so, dass diese den angegebenen Abstand vom Ende der Übertragungsleitung verlängert.
    - **Zur Installation einer XTR-, SS-, Inert- oder CI-Quelle** (siehe **Abbildung 5** auf Seite 49) steht die Säule etwa 1 mm über.
    - **Zur Installation einer EI-HES** (siehe **Abbildung 6** auf Seite 50) steht die Säule 4 bis 5 mm über.
- Falls notwendig, verwenden Sie Taschenlampe und Vergrößerungsglas, um das Säulenende innerhalb der Analyzerkammer zu sehen. Verwenden Sie nicht Ihren Finger, um das Säulenende zu ertasten.
- 11 Ziehen Sie die Mutter handfest an. Stellen Sie sicher, dass sich die Position der Säule beim Anziehen der Mutter nicht verändert. Ziehen Sie die Mutter nicht zu fest an.
  - 12 Prüfen Sie am GC-Ofen, dass die Säule nicht die Ofenwände berührt.
  - 13 Ziehen Sie die Mutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung an.
  - 14 Prüfen Sie die Festigkeit der Mutter nach ein oder zwei Heiz-Zyklen; ziehen Sie diese gegebenenfalls weiter an.

#### ACHTUNG

**Gehen Sie bei der Platzierung der Spitzendichtung am Ende des GC/MSD-Interface vorsichtig vor, um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden.**

- 15 Installieren Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge auf das GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface**“ auf Seite 56.) Verwenden Sie bei einer EI-Edelstahl- oder einer Inert-Quelle keine Spitzendichtung, Feder und gerändelte Halterung für die Spitzendichtung. Die Spitzendichtung passt nicht in die Verbindungsbuchse dieser Quellen. (Siehe **Abbildung 64** auf Seite 215.)

#### ACHTUNG

**Wenn Sie den Analyzer mit zu viel Kraftaufwand mutwillig schließen möchten und dabei Teile falsch ausgerichtet sind, wird dadurch die Spitzendichtung, das Interface oder die Ionenquelle beschädigt bzw. die Seitenplatte ist nicht dicht.**

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

- 16 Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung der Ionenquelle und der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

Wenn die Ionenquelle ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann die Analyzerkammer ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

- 17 Sie können die Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrer Schleife bewegen. Wenn sich die Tür immer noch nicht schließen lässt, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.
- 18 Schließen Sie die Tür der Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

# Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542)
- Feder der Dichtung für die Spitze (G7005-20024)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547)

Die Dichtung für die Spitze der Verbindung muss sich für die CI-Ionenquelle, die EI-XTR-Quelle und die HES an ihrem Platz befinden. Die Spitzendichtung des Interface, die Feder und gerändelte Halterung der Dichtung werden bei einer EI-Edelstahl- oder Inert-Quelle nicht verwendet.

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

### ACHTUNG

Elektrostatische Ladungen an den Analyserkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, *bevor* Sie die Analyserkammer öffnen.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyserkammern.



## Vorgehensweise

- 1 Prüfen Sie, dass die CI-Quelle, die EI-XTR-Quelle bzw. die HES installiert ist. Wenn eine EI-Edelstahl- oder eine Inert-Quelle installiert ist, dürfen die Spitzendichtung und ihre Feder nicht installiert sein (siehe **Abbildung 8** auf Seite 57).
- 2 Nehmen Sie die Dichtung für die Spitze der Verbindung, die Feder und die gerändelte Mutterhalterung von der Aufbewahrungsbox für die Ionenquelle. Schieben Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge über die Säulenmanschette.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

- Schrauben Sie die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung fingerfest in die Basis der Spitzendichtung.

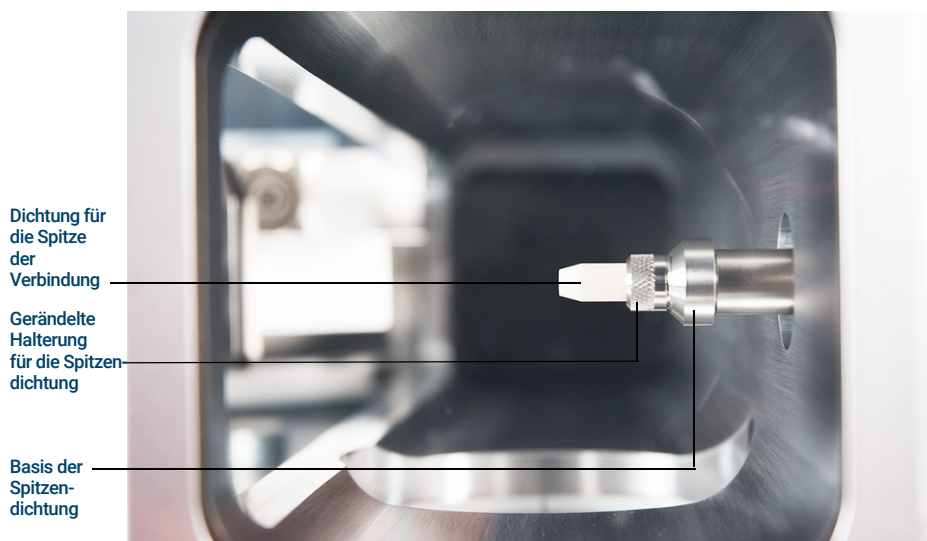


Abbildung 8. Dichtung für die Spitze der Verbindung

### ACHTUNG

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

- Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung von Analyzer und Interface.  
Wenn der Analyzer ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann dieser ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von dem Widerstand der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.
- Sie können den Analyzer und die Verbindung aneinander ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrem Scharnier bewegen. Wenn der Analyzer immer noch nicht geschlossen werden kann, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.

## Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 8890

Das GC/MSD-Interface ist eine Heizleitung in den MSD für die Kapillarsäule. (Siehe **Abbildung 9**.) Sie ist an der rechten Seite der Analyzerkammer mit einer O-Ringdichtung verschraubt. Sie besitzt eine Schutzabdeckung, die immer installiert bleiben muss.

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

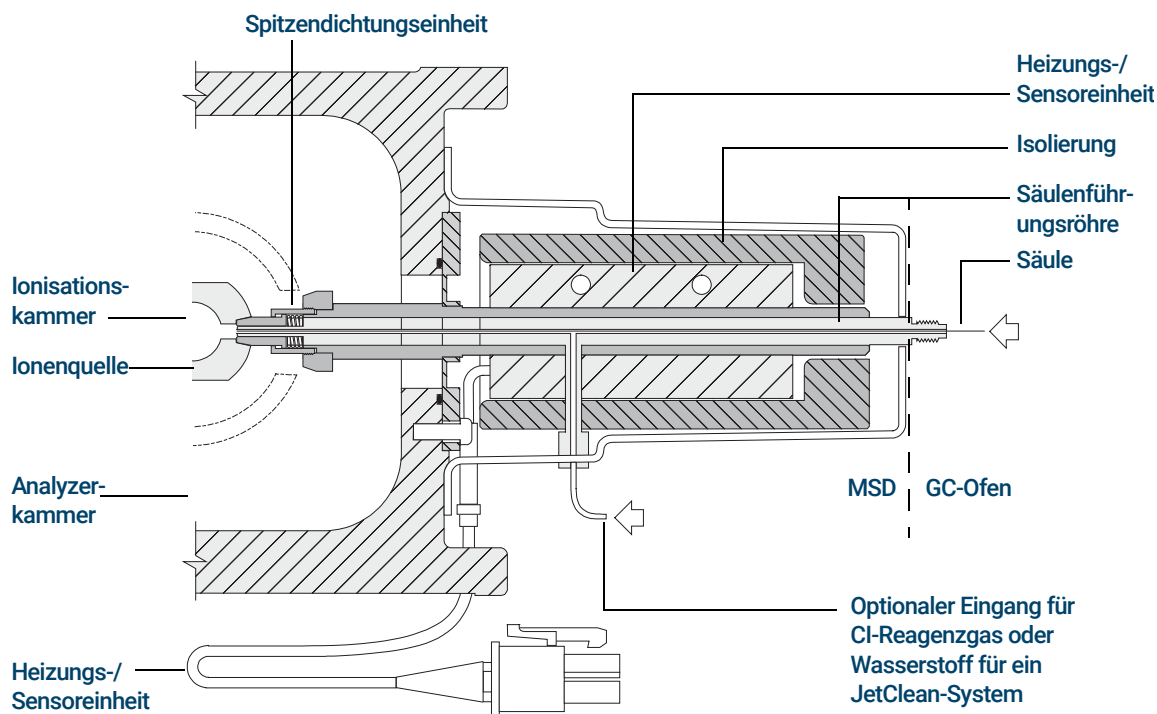


Abbildung 9. GC/MSD-Interface für einen 8890 GC mit EI-XTR-Quelle, High Efficiency Source und CI-Quellen

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

### Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 8890

Das GC/MSD-Interface wird über eine elektrische Patronenheizung beheizt. Normalerweise wird die Heizung über die mit „Thermal Aux #2“ beheizte Zone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die Temperatur der Verbindung kann von der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software oder vom GC aus eingestellt werden. Ein Thermoelement-Messfühler in der Schnittstelle überwacht die Temperatur.

Das GC/MSD-Interface sollte in der Temperaturzone zwischen 250 ° bis 350 °C betrieben werden. Die Interface-Temperatur sollte leicht höher liegen als die maximale GC-Ofentemperatur, jedoch **niemals** höher als die maximale Säulentemperatur.

Das GC/MSD-Interface kann sowohl mit einer EI- als auch mit CI-Quellen verwendet werden. Die EI-XTR-, HES- und CI-Quellen erfordern eine Spitzendichtungseinheit. Die Spitzendichtung, die Feder und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung beeinträchtigen den Betrieb von EI-Edelstahl und Inert-Quellen und müssen daher bei Verwendung solcher Ionenquellen entfernt werden.

(Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter**“ auf Seite 47 und „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter**“ auf Seite 52).

#### **WARNUNG**

Das GC/MSD-Interface arbeitet bei hohen Temperaturen. Falls Sie diese berühren, wenn diese erwärmt ist, werden Sie sich verbrennen.

## 2 Installieren von 8890 GC-Säulen

Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 8890

# 3

## Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

Säulen 62

Wechseln einer Intuvo GC-Säule 65

Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung 70

Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips 72

Wechseln des 9000 GC/MS-Tail 76

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface 83

Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 9000 85

In diesem Kapitel wird erläutert, wie eine Agilent Intuvo-Säule installiert, ein Flussweg vom Einlass durch den Guard-Chip, die Bus-Komponenten und die Säule zur MS-Tail-Einheit gelegt und der Guard-Chip der Säule gewartet wird.

Bei Verwendung des *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen* mit einem MSD wird die chemische Ionisierung (CI) derzeit nicht unterstützt. Das Agilent JetClean-System wird unterstützt.

## Säulen

In Verbindung mit einem MSD können viele Typen von Intuvo 9000 GC-Säulen verwendet werden, dennoch sind einige Einschränkungen zu beachten.

Während Tuning oder Datenakquisition sollte die Säulenflussrate in den MSD nicht die maximal empfohlene Flussrate übersteigen. Deshalb sind bezüglich Säulenlänge und -fluss Einschränkungen zu beachten. Wenn der empfohlene Fluss überschritten wird, führt dies zu einer Verschlechterung der Systemleistung bezüglich Massenspektrum und Empfindlichkeit.

Bedenken Sie, dass Säulenflüsse abhängig von der Temperatur stark variieren können, was Messungen des tatsächlichen Flusses erforderlich macht. Verwenden Sie **Tabelle 6**, um einen angemessenen Säulenfluss zu bestimmen.

**Tabelle 6 Gasflüsse**

| Funktion                              | Gasflüsse         |                   |
|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| Hochvakuumpumpe                       | Diffusion         | Turbo             |
| Optimaler Helium-Säulenfluss ml/min   | 1                 | 1 bis 2           |
| Max. empfohlener Gasfluss ml/min*     | 1,5               | 4                 |
| Max. Gasfluss, ml/Min†                | 2                 | 6,5               |
| Max. Innendurchmesser der Säule       | 0,53 mm<br>(30 m) | 0,53 mm<br>(30 m) |
| JetClean-Option H <sub>2</sub> -Fluss | -                 | 0,4 ml/Min.       |

\* Gesamt-Gasfluss in den MSD = Säulenfluss plus Reagenzgasfluss (sofern zutreffend) plus JetClean-H<sub>2</sub>-Fluss (sofern zutreffend) Basierend auf Verwendung von Helium-Gas. Bei anderen Gasen variiert der maximale Gasfluss.

† Leistungsver schlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

## Konditionieren von Säulen

Es ist wichtig, dass eine Säule konditioniert wird, bevor diese an das GC/MSD-Interface angeschlossen wird.

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

Säulenbluten kommt am häufigsten bei neuen oder schlecht vernetzten Säulen vor. Es ist besonders ausgeprägt, wenn beim Erwärmen der Säule Spuren von Sauerstoff im Trägergas vorhanden sind. Um das Säulenbluten zu minimieren, sollten alle Kapillarsäulen konditioniert werden, bevor sie im GC/MSD-Interface installiert werden. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Intuvo-Kapillarsäule**“ auf Seite 81.)

## Tipps und Hinweise

- Verwenden Sie immer ein Trägergas, das eine Reinheit von mind. 99,9995 % hat.
- Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie mit Schnellschlussverbindungen hantieren.
- Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie mit Dichtungen hantieren.
- Tragen Sie stets saubere Handschuhe, wenn Sie mit dem 9000 GC/MS-Tail hantieren.

### **WARNUNG**

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, muss der Trägergasfluss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „**Wasserstoff-Sicherheit**“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

## Handhabung der Intuvo 9000 GC-Säule und der Bus-Komponenten

Im Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen (Intuvo 9000 GC) werden für die meisten Säulen- und Flusswegdichtungen keine herkömmlichen Ferrulen und Muttern verwendet. Bei einem herkömmlichen Gaschromatographie-Anschluss wird die Dichtung durch Verformung einer weichen Ferrule rund um eine Säule oder ein Rohr hergestellt. Eine zweite Dichtung wird zwischen Ferrule und Fitting hergestellt. Die Intuvo 9000 GC-Schnellkupplungsverbindungen („Click-and-Run“-Verbindungen) verwenden dagegen ein Abdichtungssystem, das auf dem Kontakt zweier Flächen basiert. Verglichen mit herkömmlichen Ferrulendichtungen sind diese Verbindungen leakagefrei und einfach herzustellen.

Bei der Herstellung dieser Dichtungen sind einige einfache Hinweise zu beachten:

- Berühren Sie die Dichtflächen der Schnellkupplung nicht mit bloßen Händen oder verschmutzten Handschuhen. Hautfett und Schmutz können die Flusswegflächen verunreinigen.
- Verwenden Sie zum Festziehen der Intuvo Kompressionsbolzen nur den mitgelieferten Intuvo 9000 GC-Drehmomentschrauber.
- Die Dichtflächen der Schnellkupplung sollten möglichst nicht zerkratzt oder verformt werden.
- Verwenden Sie zum Reinigen einer Dichtungsoberfläche saubere Druckluft.
- Verwenden Sie jedes Mal, wenn Sie eine Säule oder einen Intuvo-Chip installieren, eine neue Dichtung.

## Wechseln einer Intuvo GC-Säule

Diese Vorgehensweise gilt für GCs mit nur einer Säule. Zum Wechseln von 2 Säulen beachten Sie das Handbuch *Agilent Intuvo 9000 Gas Chromatograph Maintaining Your GC*.

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- Intuvo-Dichtung, Polyimid, 5 St., für Temperaturen < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo-Dichtung, Nickel, 5 St., für Temperaturen von 350 °C bis 450 °C (5190-9073)
- Auf der Ofentür aufbewahrter Intuvo-Drehmomentschrauber (5190-9571)



### Vorgehensweise

#### WARNUNG

Einlass, Detektor, Bus-Komponenten und die Säule können so heiß werden, dass sie Verbrennungen hervorrufen. Lassen Sie erhitzte Zonen auf eine für die Handhabung sichere Temperatur abkühlen, bevor Sie fortfahren.

#### ACHTUNG

Beim Umgang mit Bauteilen im Flussweg zum Analyzer oder von Bauteilen im Inneren des Analyzers stets saubere Handschuhe tragen.

- 1 Den GC für die Wartungsmaßnahmen vorbereiten.  
Wählen Sie über die GC-Bedientastatur **Maintenance > Column > Perform Maintenance > Install Column > Start Maintenance** (Wartung > Säule > Wartung durchführen > Säule installieren > Wartung starten).. Bei dieser Vorgehensweise werden Einlass, Detektor, Säule, Guard-Chip und andere Komponenten in erhitzten Flusswegzonen auf < 40 °C gekühlt und der GC konfiguriert. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm des GC.
- 2 Belüften Sie den MSD von der MassHunter Datenakquisition aus (siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149).

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln einer Intuvo GC-Säule

- 3 Wenn Sie Wasserstoff oder ein anderes entzündliches Gas als Trägergas verwenden, schließen Sie das manuelle Gaszufuhrventil zum Gerät, bevor Sie den MSD ausschalten.
- 4 Öffnen Sie die Fronttür des GC. (Siehe **Abbildung 10**.)
- 5 Öffnen Sie die Bus-Abdeckung und nehmen Sie sie heraus, indem Sie die Tür senkrecht aus ihren Scharnierstiften heben.
- 6 Senken Sie die Ofentür ab.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln einer Intuvo GC-Säule



Abbildung 10. 9000 GC-Fronttür, Bus-Abdeckung, Ofentür und Intuvo-Drehmomentschrauber

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln einer Intuvo GC-Säule

- 7 Schrauben Sie alle vier Säulenklappen mithilfe des Drehmomentschraubers vom Haltering der Säule ab. (Siehe **Abbildung 11.**)

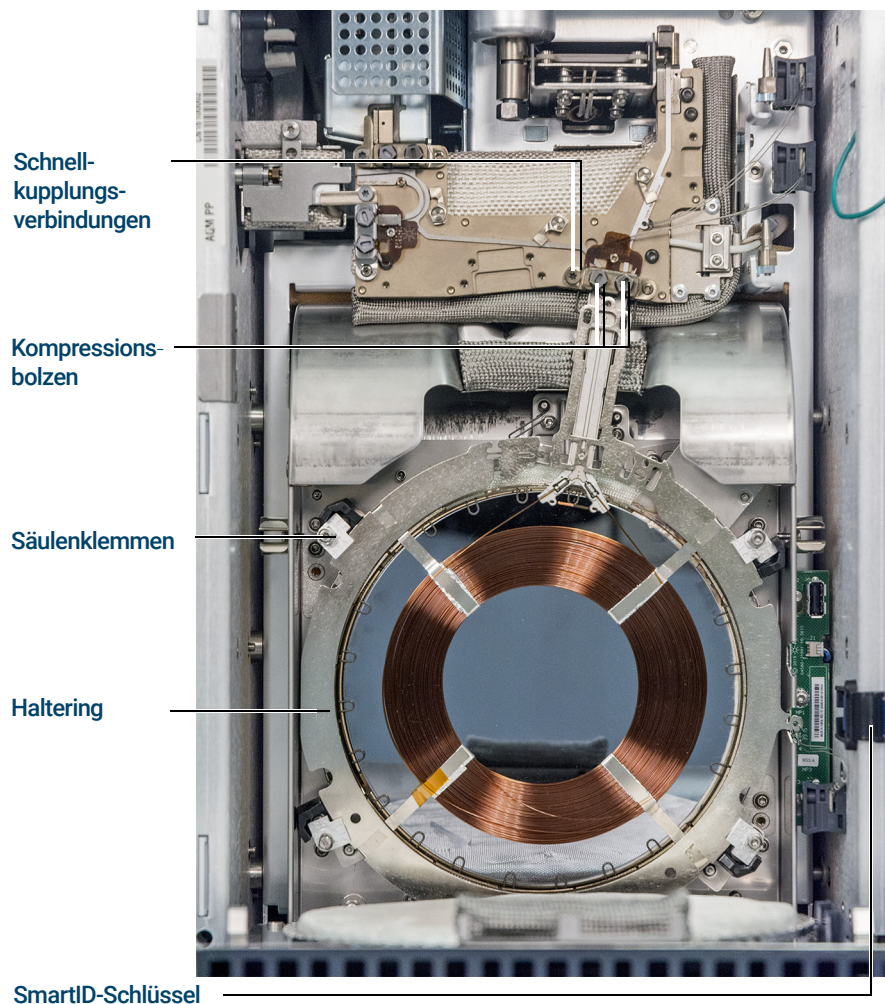


Abbildung 11. 9000 GC-Säule und dafür bestimmte Bauteile

- 8 Ziehen Sie den SmartID-Säulenschlüssel aus dem unteren USB-Anschluss.
- 9 Entfernen Sie mithilfe des Intuvo-Drehmomentschraubers die beiden Kompressionsbolzen, welche die Schnellkupplungsverbindungen der Säule zum Bus hin abdichten, und bewahren Sie sie für später auf.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln einer Intuvo GC-Säule

- 10 Entfernen Sie die Säule nach den Empfehlungen des Säulenherstellers und bewahren Sie sie für später auf.
- 11 Ersetzen Sie die Dichtung durch eine neue Dichtung, die für die maximale, bei Ihrer Methode zu erwartenden Säulentemperatur ausgewiesen ist. (Siehe **„Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung“** auf Seite 70.)
- 12 Überprüfen Sie, ob alle Intuvo-Dichtungen im Flussweg für die maximale, bei Ihrer Methode zu erwartenden Säulentemperatur ausgewiesen sind. Ersetzen Sie alle Dichtungen, die für eine niedrigere Temperatur ausgewiesen sind, durch eine Dichtung mit einer Temperatureinstufung, die für Ihre Methode geeignet ist.
- 13 Setzen Sie die Schnellkupplungsverbindungen in das Bus-Fitting der Einzelsäule (rechts) ein. Beachten Sie das GC-Handbuch, wenn Sie 2 Säulen in den GC installieren möchten.
- 14 Stecken Sie den an der Säule befestigten Intuvo SmartID-Schlüssel in die abgebildete untere USB-Buchse.
- 15 Fixieren Sie die neue Säule, indem Sie die Lasche **1 c** der 4 Säulenklammern über dem Säulenhaltering mit dem Intuvo-Drehmomentschrauber festschrauben.
- 16 Überprüfen Sie, ob die Schnellkupplungsfittings der Säule flach an der Dichtung anliegen.
- 17 Setzen Sie die beiden Kompressionsbolzen locker ein.

#### ACHTUNG

**Ziehen Sie den Kompressionsbolzen mit dem Intuvo-Drehmomentschrauber fest, bis Sie ein Klicken hören. Zu festes Anziehen kann den Flussweg und die Fittings beschädigen und zu Leckagen führen.**

- 18 Ziehen Sie die Kompressionsbolzen fest, bis Sie ein Klicken des Intuvo-Drehmomentschraubers hören.
- 19 Schließen Sie die Säulentür.
- 20 Setzen Sie die Bus-Abdeckung wieder ein.
- 21 Schließen Sie die GC-Fronttür.

## Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung

Dieses Verfahren basiert auf der Annahme, dass Sie die Säule, den 9000 GC/MS-Tail bzw. andere Teile, die auf der Dichtung sitzen, bereits entfernt haben und sich die Gerätebauteile auf unter 40 °C abgekühlt haben.

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- Intuvo-Dichtung, Polyimid, 5 St., für Temperaturen < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo-Dichtung, Nickel, 5 St., für Temperaturen von 350 °C bis 450 °C (5190-9073)

### Vorgehensweise

#### **WARNUNG**

Einlass, Detektor, Bus-Komponenten und die Säule können so heiß werden, dass sie Verbrennungen hervorrufen. Lassen Sie erhitzte Zonen auf eine für die Handhabung sichere Temperatur abkühlen, bevor Sie fortfahren.

#### **ACHTUNG**

Beim Umgang mit Bauteilen im Flussweg zum Analyzer oder von Bauteilen im Inneren des Analyzers stets saubere Handschuhe tragen.

- 1 Entfernen Sie die Dichtungsglasche vom Ausrichtungsstift und entsorgen Sie die alte Dichtung. Wenn Sie, wie vorgeschrieben, Handschuhe tragen, können Sie dazu eine Pinzette verwenden.
- 2 Installieren Sie etwaige Einlass- oder Detektor-Chips, falls erforderlich. Alle Chips müssen vor Installation der neuen Dichtung installiert werden.
- 3 Nehmen Sie die neue Dichtung behutsam aus der Verpackung. Inspizieren Sie die Dichtung und vergewissern Sie sich, dass sie nicht verformt ist. Die zwei runden Lappen sind die Dichtflächen.
- 4 Setzen Sie die runden Dichtungslappen behutsam in das Bus-Schnellkupplungsfitting ein. Beachten Sie, dass die Dichtung zweiseitig ist.

### **3    Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen**

#### Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung

- 5**   Platzieren Sie die Öffnung in der Dichtung über den Ausrichtungsstift im Bus-Fitting und drücken Sie den Dichtungskörper flach gegen den Bus.
- 6**   Überprüfen Sie, ob die runden Lappen der Dichtung flach am Bus-Schnellkupplungsfitting anliegen.

Die neue Dichtung ist nun für die Befestigung des Chips oder der Säule bereit.

# Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips

Beim Säulen-Guard- und Jumper-Chip handelt es sich jeweils um Einwegverbrauchsteile. Bei der Installation wird der Chip teilweise verbogen, um eine gute Dichtung zu erzielen, sodass ein falsch installierter Chip nicht wiederverwendbar ist. Der Guard-Chip kann nicht gereinigt oder konditioniert werden.

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- Split/Splitless-Einlass, Intuvo Guard-Chip, 2 St. (G4587-60565)
- Multimode-Einlass, Intuvo Guard-Chip, 2 St. (G4587-60665)
- Split/Splitless-Einlass, Intuvo Jumper-Chip, 2 St. (G4587-60575)
- Multimode-Einlass, Intuvo Jumper-Chip, 2 St. (G4587-60675)
- Intuvo-Dichtung, Polyimid, 5 St., für Temperaturen < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo-Dichtung, Nickel, 5 St., für Temperaturen von 350 °C bis 450 °C (5190-9073)
- Auf der Ofentür aufbewahrter Intuvo-Drehmomentschrauber (5190-9571)
- 7/16-Zoll-Gabelschlüssel



## Vorgehensweise

### WARNUNG

Einlass, Detektor, Bus-Komponenten und die Säule können so heiß werden, dass sie Verbrennungen hervorrufen. Lassen Sie erhitzte Zonen auf eine für die Handhabung sichere Temperatur abkühlen, bevor Sie fortfahren.

### ACHTUNG

Beim Umgang mit Bauteilen im Flussweg zum Analyser oder von Bauteilen im Inneren des Analyzers stets saubere Handschuhe tragen.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips

- 1 Den GC für die Wartungsmaßnahmen vorbereiten. Wählen Sie über die GC-Bedientastatur **Maintenance > Inlets > Guard Chip > Prepare for Maintenance > Replace Liner and Guard Chip > Start Maintenance** (Wartung > Einlässe > Guard Chip > Wartungsvorbereitung > Liner und Guard Chip wechseln > Wartung starten). Bei dieser Vorgehensweise werden Einlass, Detektor, Säule, Guard-Chip und andere Komponenten in erhitzten Flusswegzonen auf < 40 °C gekühlt und der GC konfiguriert. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm des GC.
- 2 Belüften Sie den MSD von der MassHunter Datenakquisition aus (siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149).
- 3 Warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist, bevor Sie mit den nächsten Schritten in diesem Verfahren fortfahren. Das heißt, die Komponenten sind auf unter 40 °C abgekühlt und das Gerät wurde belüftet.
- 4 Wenn Sie Wasserstoff oder ein anderes entzündliches Gas als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden, muss das manuelle Gaszufuhrventil zum Gerät vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD geschlossen werden.
- 5 Falls ein ALS-Injektor installiert ist, diesen vom Einlass entfernen.
- 6 Die Einlassabdeckung abnehmen. (Siehe **Abbildung 12.**)

Entfernte GC-  
Einlassabdeckung

Zugangsplatte  
zu den  
Kompressions-  
bolzen

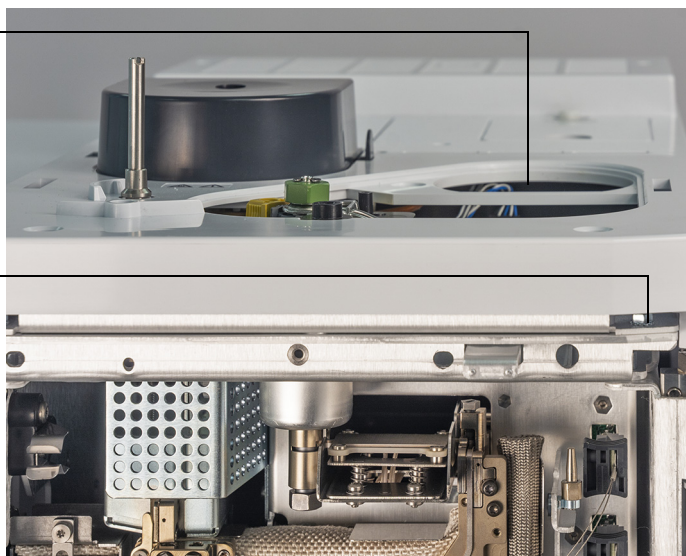


Abbildung 12. GC-Einlassabdeckung und Zugangsplatte zu den Kompressionsbolzen

- 7 Öffnen Sie die Fronttür des GC.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips

- 8 Öffnen Sie die Bus-Abdeckung und nehmen Sie sie heraus, indem Sie die Tür senkrecht aus ihren Scharnierstiften heben.
- 9 Ziehen Sie die Zugangsplatte zu den Kompressionsbolzen heraus, um mit dem Drehmomentschrauber an den Kompressionsbolzen des Guard-Chips zu gelangen. (Siehe **Abbildung 13** auf Seite 74.)

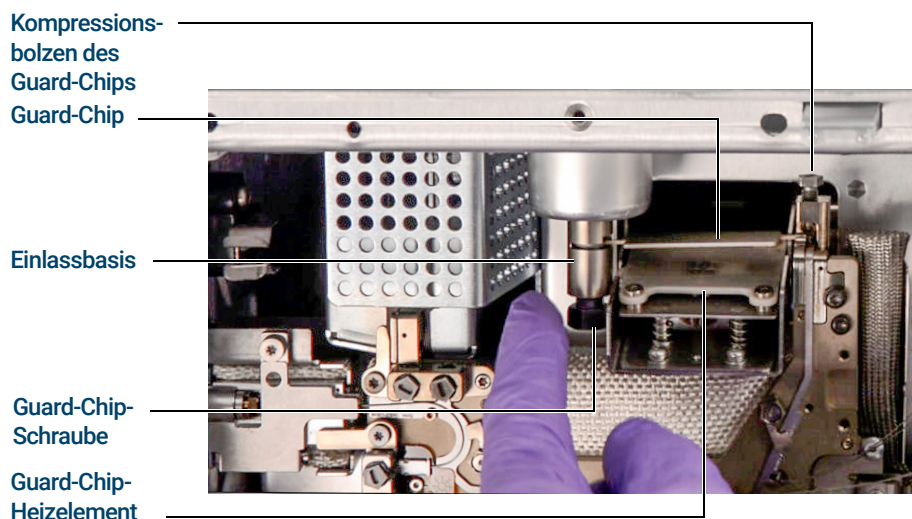


Abbildung 13. Guard Chip und zugehörige Teile

- 10 Verwenden Sie einen 7/16-Zoll Doppelgabelschlüssel, um die Guard-Chip-Schraube an der Einlassbasis zu lösen.
- 11 Schrauben Sie die Vorderseite der Guard-Chip-Heizelementeinheit mit dem Finger vorsichtig nach unten, sodass der Guard-Chip zu sehen ist.
- 12 Lösen Sie den Kompressionsbolzen des Guard-Chips vorsichtig mit dem Intuvo-Drehmomentschrauber.
- 13 Heben Sie die rechte Seite der Guard-Chip-Lasche über die Lochplatte und schrauben Sie sie dann aus der Bus-Verbindung heraus.
- 14 Entfernen Sie die linke Seite des Guard-Chips aus der Einlassbasis.
- 15 Setzen Sie einen neuen Guard-Chip ein. Das größere Ende des Guard-Chip wird zuerst in die Einlassbasis gesetzt, anschließend wird das kleinere Ende in die Bus-Verbindung geschraubt und die Lasche über die Lochplatte und in den Bus-Befestigungsschlitz hinein gehoben.
- 16 Ziehen Sie den Kompressionsbolzen mit dem Finger fest.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

Installation eines Säulen-Guard- oder Jumper-Chips

- 17 Heben Sie das Guard-Chip-Heizelement an.
- 18 Ziehen Sie die Guard-Chip-Schraube in der Einlassbasis mit dem Finger fest.
- 19 Ziehen Sie die Guard-Chip-Schraube in der Einlassbasis mit einem 7/16-Zoll Doppelgabelschlüssel fest.

#### ACHTUNG

**Ziehen Sie den Kompressionsbolzen mit dem Intuvo-Drehmomentschrauber fest, bis Sie ein Klicken hören. Zu festes Anziehen kann den Flussweg und die Fittings beschädigen und zu Leckagen führen.**

- 20 Ziehen Sie den Kompressionsbolzen des Guard-Chips mit dem mitgelieferten Drehmomentschrauber fest, bis Sie ein Klicken hören.
- 21 Setzen Sie die Einlassabdeckung ein.
- 22 Setzen Sie die Bus-Abdeckung in ihre Scharniere und schließen Sie sie.
- 23 Schließen Sie die GC-Fronttür.
- 24 Falls ein ALS-Injektor installiert ist, diesen entfernen.

## Wechseln des 9000 GC/MS-Tail

Dieses Verfahren ist durchzuführen, wenn Sie zu einer Quelle wechseln, für die ein anderer 9000 GC/MS-Tail benötigt wird, eine undichte Dichtung oder einen verunreinigten 9000 GC/MS-Tail wechseln oder den 9000 GC vom MSD trennen.

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- 9000 GC/MS-Tail zur Verwendung mit einer Standardquelle (G4590-60009)
- 9000 GC/MS-Tail zur Verwendung mit einer HES (G4590-60109)
- Intuvo-Dichtung, Polyimid, 5 St., für Temperaturen < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo-Dichtung, Nickel, 5 St., für Temperaturen von 350 °C bis 450 °C (5190-9073)
- Auf der Ofentür aufbewahrter Intuvo-Drehmomentschrauber (5190-9571)
- 7/16-Zoll-Gabelschlüssel



### Vorgehensweise

#### WARNUNG

Einlass, Detektor, Bus-Komponenten und die Säule können so heiß werden, dass sie Verbrennungen hervorrufen. Lassen Sie erhitzte Zonen auf eine für die Handhabung sichere Temperatur abkühlen, bevor Sie fortfahren.

#### ACHTUNG

Beim Umgang mit Bauteilen im Flussweg zum Analyzer oder von Bauteilen im Inneren des Analyzers stets saubere Handschuhe tragen.

- 1 Entlüften Sie den MSD (siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149). Stellen Sie, wenn Sie dazu aufgefordert werden, die Temperatur der Ionenquelle, der Quadrupole, des Einlasses, des Detektors, der Säule, des Guard Chips, des 9000 GC/MS-Tail und anderer Komponenten der Flussweg-Heizzonen auf < 40 °C ein.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln des 9000 GC/MS-Tail

- 2 Wenn Sie Wasserstoff oder ein anderes entzündliches Gas als Trägergas verwenden, schließen Sie das manuelle Gaszufuhrventil zum Gerät, bevor Sie den MSD ausschalten.
- 3 Warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist, bevor Sie mit den nächsten Schritten in diesem Verfahren fortfahren. Das heißt, die Komponenten sind auf unter 40 °C abgekühlt.
- 4 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 5 Falls vorhanden, schrauben Sie die gerändelte Halterung der Spitzendichtung auf und entfernen Sie die Halterung, die Spitzendichtung des Interface und die Feder vom GC/MSD-Interface. (Siehe „**Spitzendichtung für GC/MSD-Interface**“ auf Seite 84.)
- 6 Vergewissern Sie sich, dass der MSD korrekt zum GC ausgerichtet ist. Wenn der GC und der MSD nicht korrekt ausgerichtet sind, lässt sich die Klemmschraube der Übertragungsleitung nur schwer festziehen.
- 7 Öffnen Sie die Fronttür des GC.
- 8 Öffnen Sie die Bus-Abdeckung und nehmen Sie sie heraus, indem Sie die Tür senkrecht aus ihren Scharnierstiften heben.
- 9 Verwenden Sie den Intuvo-Drehmomentschrauber und entfernen Sie den Kompressionsbolzen, mit dem die Schnelldkupplungsbussverbindung des 9000 GC/MS-Tail fixiert ist. Entfernen Sie auch den Bolzen aus der leeren Busverbindung. (Siehe **Abbildung 14.**)

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln des 9000 GC/MS-Tail

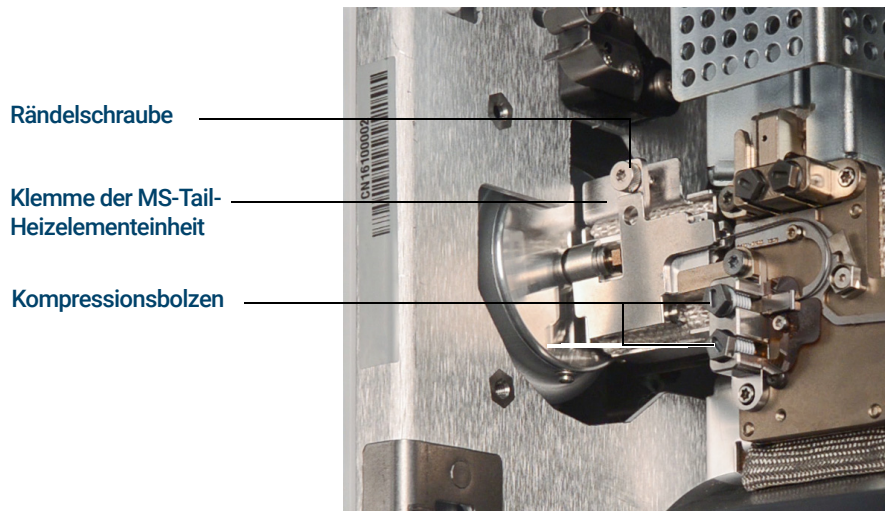


Abbildung 14. MS-Tail-Heizelementeinheit mit geschlossener Klemme

- 10 Öffnen Sie die MS-Tail-Heizelementeinheit, indem Sie die Rändelschraube oben an der Klemme lösen und die Klemme nach unten schrauben.
- 11 Schieben Sie die MS-Tail-Heizelementeinheit einige Millimeter nach hinten. Ein Magnet sorgt dafür, dass sich die Heizelementeinheit und der 9000 GC/MS-Tail nicht berühren.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln des 9000 GC/MS-Tail

- 12 Entfernen Sie den 9000 GC/MS-Tail aus der Übertragungsleitung und dem Bus (siehe **Abbildung 15** und **Abbildung 16**). Wenn die Ferrule verklemt, drücken Sie einen spitzen Gegenstand, beispielsweise eine Büroklammer, in die Öffnung, um die Ferrule am Ende der Übertragungsleitung zu lösen.

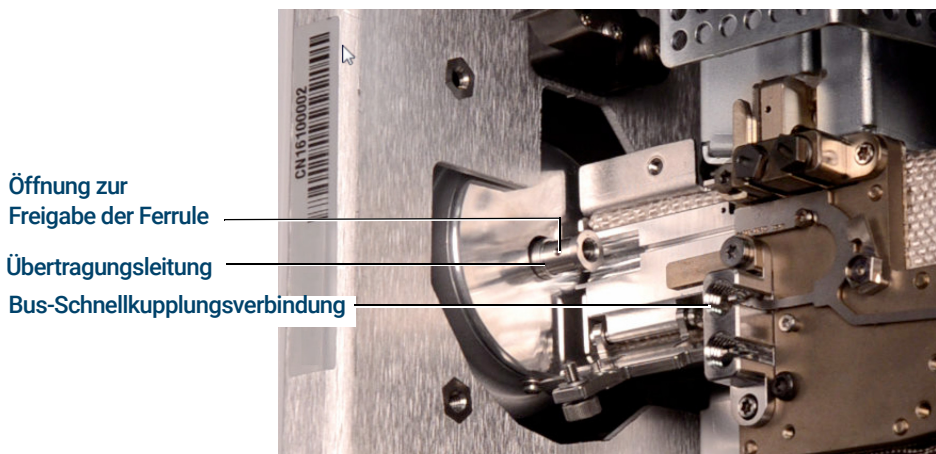


Abbildung 15. Geöffnete Klemme der MS-Tail-Heizelementeinheit mit entferntem 9000 GC/MS-Tail

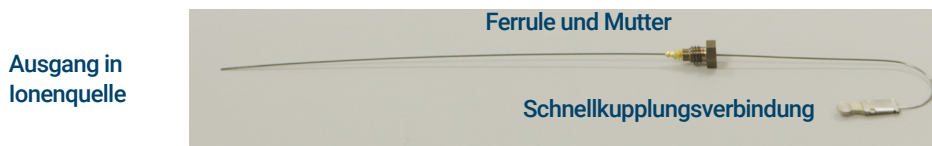


Abbildung 16. Vom GC/MSD-Interface entfernter 9000 GC/MS-Tail

- 13 Tauschen Sie die Dichtung aus. (Siehe „**Wechseln einer Intuvo 9000 GC-Dichtung**“ auf Seite 70.)
- 14 Schieben Sie den 9000 GC/MS-Tail vorsichtig in das GC/MSD-Interface und setzen Sie die Schnellkuppelungsverbindung behutsam in die Bus-Verbindung.
- 15 Überprüfen Sie, ob das Schnellkuppelungsfitting des 9000 GC/MS-Tail flach an der Dichtung in der Bus-Verbindung anliegt.
- 16 Schrauben Sie die Säulenmutter des 9000 GC/MS-Tail fingerfest an die Schraubverbindung der Übertragungsleitung und ziehen Sie dann die Mutter mit einem 1/4-Zoll-Gabelschlüssel weitere 20 bis 30 Grad fest.
- 17 Setzen Sie die beiden Kompressionsbolzen locker ein.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Wechseln des 9000 GC/MS-Tail

##### ACHTUNG

Ziehen Sie den Kompressionsbolzen mit dem Intuvo-Drehmomentschrauber fest, bis Sie ein Klicken hören. Zu festes Anziehen kann den Flussweg und die Fittings beschädigen und zu Leckagen führen.

- 18 Ziehen Sie den Kompressionsbolzen fest, bis Sie ein Klicken vom Intuvo-Drehmomentschrauber hören.
- 19 Setzen Sie den anderen Kompressionsbolzen locker auf die leere Bus-Schnellkupplungsverbindung.
- 20 Ziehen Sie die MS-Tail-Heizelementeinheit einige Millimeter zum 9000 GC/MS-Tail heran, bis sich beide berühren.
- 21 Schließen Sie die Klemme am MS-Tail-Heizelementeinheit und ziehen Sie die Rändelschraube handfest.
- 22 Setzen Sie die Bus-Abdeckung in ihre Scharniere und schließen Sie sie.
- 23 Schließen Sie die GC-Fronttür.
- 24 Installieren Sie die Feder und die Spitzendichtung am GC/MSD-Interface. Richten Sie die gerändelte Halterung der Spitzendichtung aus, schieben Sie sie vorsichtig hinein und schrauben Sie sie fest. (Siehe „[Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface](#)“ auf Seite 83.) Die Spitzendichtung des Interface, die Feder und die gerändelte Halterung der Dichtung werden bei einer EI-Edelstahl- oder Inert-Quelle nicht verwendet.
- 25 Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung der Ionenquelle und der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

Wenn die Ionenquelle ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann die vordere Analyzerkammer ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

##### ACHTUNG

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

- 26 Sie können die Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrer Schleife bewegen. Wenn sich die Tür immer noch nicht schließen lässt, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.
- 27 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „[Schließen der Analyzerkammer](#)“ auf Seite 237.)

# So konditionieren Sie eine Intuvo-Kapillarsäule

## Benötigte Materialien

- Trägergas (mit einer Reinheit von 99,9995 % oder höher)
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- Intuvo-Drehmomentschrauber (5190-9571)
- Intuvo-Dichtung, Polyimid, 5 St., für Temperaturen < 350 °C (5190-9072)
- Intuvo-Dichtung, Nickel, 5 St., für Temperaturen von 350 °C bis 450 °C (5190-9073)
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)

## Vorgehensweise

### WARNUNG

Einlass, Detektor, Bus-Komponenten und die Säule können so heiß werden, dass sie Verbrennungen hervorrufen. Lassen Sie erhitzte Zonen auf eine für die Handhabung sichere Temperatur abkühlen, bevor Sie fortfahren.

### ACHTUNG

Beim Umgang mit Bauteilen im Flussweg zum Analyzer oder von Bauteilen im Inneren des Analyzers stets saubere Handschuhe tragen.

- 1 Installieren Sie die zu konditionierende Säule. (Siehe „[Wechseln einer Intuvo GC-Säule](#)“ auf Seite 65.)
- 2 Stellen Sie eine minimale Geschwindigkeit von 30 cm/s ein, oder folgen Sie der Empfehlung des Säulenherstellers. Zum Belüften lassen Sie das Gas bei Raumtemperatur für 15 - 30 Minuten durch die Säule fließen.
- 3 Erhöhen Sie die Säulentemperatur auf 120 °C.
- 4 Behalten Sie diese Temperatur für 30 Minuten bei.
- 5 Verwenden Sie MassHunter, um eine Luft- und Wasserprüfung durchzuführen. Fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort, wenn Luft und Wasser innerhalb der Grenzwerte liegen.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

So konditionieren Sie eine Intuvo-Kapillarsäule

- 6 Programmieren Sie die Säulentemperatur so, dass sie sich mit einer Geschwindigkeit von 10 bis 15 °C/Min. von 120 C auf den maximalen Temperaturgrenzwert für die Säule erhöht.

#### ACHTUNG

**Überschreiten Sie niemals die maximale Säulentemperatur, weder im GC/MSD-Interface noch am GC-Ofen oder dem Einlass.**

- 7 Behalten Sie die Höchsttemperatur für 30 Minuten bei.

Die Säule ist nun konditioniert und für die Verwendung mit Ihrer Methode bereit.

# Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542)
- Feder der Dichtung für die Spitze (G7005-20024)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547)

Die Dichtung für die Spitze der Verbindung muss sich für die CI-Ionenquelle, die EI-XTR-Quelle und die HES an ihrem Platz befinden. Die Spitzendichtung des Interface, die Feder und die gerändelte Halterung der Spitzendichtung werden bei einer EI-Edelstahl- oder Inert-Quelle nicht verwendet.

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

### ACHTUNG

**Elektrostatische Ladungen an den Analyserkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyserkammer öffnen.**

### ACHTUNG

**Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyserkammern.**



## Vorgehensweise

- 1 Prüfen Sie, dass die CI-Quelle, die EI-XTR-Quelle bzw. die HES installiert ist. Wenn eine EI-Edelstahl- oder eine Inert-Quelle installiert ist, dürfen die Spitzendichtung, die Feder und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung nicht installiert sein. (Siehe **Abbildung 17** auf Seite 84.)
- 2 Nehmen Sie die Dichtung für die Spitze der Verbindung, die Feder und die gerändelte Mutterhalterung von der Aufbewahrungsbox für die Ionenquelle. Schieben Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge über die Säulenmanschette.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

- 3 Schrauben Sie die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung fingerfest in die Basis der Spitzendichtung.

Dichtung für die  
Spitze der Verbindung

Gerändelte Halterung  
für die Spitzendichtung

Basis der  
Spitzendichtung

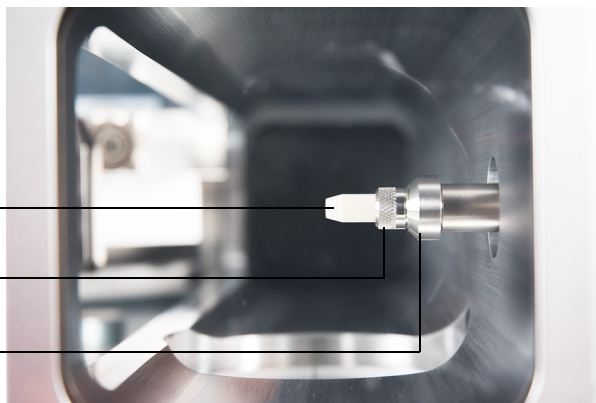


Abbildung 17. Spitzendichtung für GC/MSD-Interface

#### ACHTUNG

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

- 4 Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung von Analyzer und Interface.  
Wenn der Analyzer ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann dieser ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von dem Widerstand der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.
- 5 Sie können den Analyzer und die Verbindung aneinander ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrem Scharnier bewegen. Wenn der Analyzer immer noch nicht geschlossen werden kann, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.

## Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 9000

Das GC/MSD-Interface ist eine Heizleitung in das MSD zur Aufrechterhaltung des Vakuums im MSD und einer geeigneten Säulenausflusstemperatur. (Siehe **Abbildung 18**.) Das GC/MSD-Interface ist mit einer O-Ring-Dichtung an die rechte Seite der Analyzerkammer geschraubt und hat eine Schutzabdeckung, die nicht entfernt werden darf.

Ein Ende der Verbindung verläuft durch die Seite des GC und der Zugang erfolgt von der Innenseite der Fronttür des GC. Dadurch kann die Säulenmutter des 9000 GC/MS-Tail eingesetzt werden. Der 9000 GC/MS-Tail verfügt über eine vormontierte Ferrule und Säulenmutter für die Befestigung am GC-Ende des GC/MSD-Interface. Der 9000 GC/MS-Tail leitet den Säulenausfluss von einer beheizten Säulenbusverbindung durch das beheizte GC/MSD-Interface in den GC und endet ein kurzes Stück hinter dem Ende des Säulenführungsrohrs und ragt in die Ionisationskammer hinein. Der 9000 GC/MS-Tail hält die Temperatur an mehreren Stellen entlang seiner Länge mithilfe eines beheizten Busses, einer MS-Tail-Heizelementeinheit und des GC/MSD-Interface aufrecht.

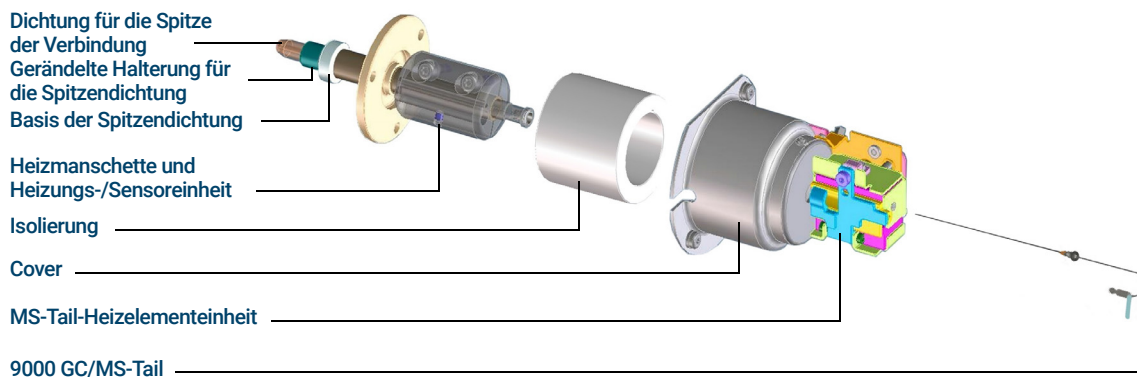


Abbildung 18. Das GC/MSD-Interface bei einem 9000 GC (nicht maßstabsgerecht)

Der 9000 GC/MS-Tail wird über eine elektrische Kartuschenheizung beheizt. Die Heizung wird über eine beheizte Zone des 9000 GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die Temperatur des 9000 GC/MS-Tail kann von der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition Software oder vom GC aus eingestellt werden. Ein Fühler (Thermopaar) in der Verbindung überwacht die Temperatur.

Die Einheit der Dichtung für die Spitze der Verbindung wird bei Verwendung der EI-XTR\_Quelle oder der High Efficiency Source benötigt.

### 3 Installieren von Intuvo 9000 GC-Säulen

#### Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 9000

Der 9000 GC/MS-Tail sollte in einem Bereich zwischen 250 °C und 350 °C betrieben werden. Aufgrund dieser Einschränkung sollte die Temperatur des GC/MSD-Interface etwas höher als die Ofentemperatur, jedoch **niemals** höher als die maximale Säulentemperatur sein.

Säulen 88

Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass 91

So konditionieren Sie eine Kapillarsäule 94

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter 95

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter 100

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface 104

Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC 106

Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 7890B 109

Bevor Sie Ihr GC/MSD-System in Betrieb nehmen können, müssen Sie eine GC-Säule auswählen, installieren und konditionieren. In diesem Kapitel wird erläutert, wie man eine Säule installiert und konditioniert. Für eine korrekte Säulen- und Flussauswahl muss Ihnen bekannt sein, welche Art von Vakuumsystem Ihr MSD besitzt.

## Säulen

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

Während Tuning oder Datenakquisition sollte die Säulenflussrate in den MSD nicht die maximal empfohlene Flussrate übersteigen. Deshalb gibt es Begrenzungen bezüglich Säulenlänge, -durchmesser und -fluss. Überschreiten der empfohlenen Flussrate führt zu einer Verschlechterung der Systemleistung bezüglich Massenspektrum und Empfindlichkeit.

Bedenken Sie, dass Säulenflüsse abhängig von der Ofentemperatur stark variieren können. (Siehe „**Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC**“ auf Seite 106 für Anweisungen dazu, wie der tatsächliche Fluss in einer Säule gemessen wird.) Verwenden Sie die „Flow Calculation Software“, und beachten Sie **Tabelle 7**, um zu ermitteln, ob eine bestimmte Säule einen akzeptablen Fluss mit realistischem Vordruck aufweist.

**Tabelle 7 Gasflüsse**

| Funktion                              | Gasflüsse         |                   |
|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| Hochvakuumpumpe                       | Diffusion         | Turbo             |
| Optimaler Helium-Säulenfluss ml/min   | 1                 | 1 bis 2           |
| Max. empfohlener Gasfluss ml/min*     | 1,5               | 4                 |
| Max. Gasfluss, mL/Min <sup>†</sup>    | 2                 | 6,5               |
| Max. Innendurchmesser der Säule       | 0,53 mm<br>(30 m) | 0,53 mm<br>(30 m) |
| CI-fähig                              | Nein              | Ja                |
| CI-Reagenzflüsse, ml/min              | -                 | 1 bis 2           |
| JetClean-Option H <sub>2</sub> -Fluss | -                 | 0,4 ml/Min.       |

\* Gesamt-Gasfluss in den MSD = Säulenfluss plus Reagenzgasfluss (sofern zutreffend) plus JetClean-H<sub>2</sub>-Fluss (sofern zutreffend) Basierend auf Verwendung von Helium-Gas. Bei anderen Gasen variiert der maximale Gasfluss.

† Leistungsver schlechterung bei spektraler Leistung und Empfindlichkeit zu erwarten.

## Konditionieren von Säulen

Es ist wichtig, dass eine Säule konditioniert wird, bevor diese an das GC/MSD-Interface angeschlossen wird. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Kapillarsäule**“ auf Seite 94.)

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

Säulenbluten kommt am häufigsten bei neuen oder schlecht quer verbundenen Säulen vor. Es ist besonders ausgeprägt, wenn beim Erwärmen der Säule Spuren von Sauerstoff im Trägergas vorhanden sind. Um das Säulenbluten zu minimieren, sollten alle Kapillarsäulen konditioniert werden, **bevor** sie im GC/MSD-Interface installiert werden.

## Konditionieren von Ferrulen

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

Temperaturwechselbeanspruchung von Ferrulen bis zu ihren maximalen Betriebstemperaturen vor Ausführung Ihrer Applikation hilft dabei, Leckage an der Einheit zu vermindern.

## Tipps und Hinweise

- Die Säuleninstallations-Verfahren für die MSDs der Serie 5977B können sich von denen der Vorgängermodelle unterscheiden. Die Anwendung der Vorgehensweise von einem anderen Gerät funktioniert ggf. **nicht** und kann auch zu Schäden an der Säule oder am MSD führen.
- Verwenden Sie immer ein Trägergas, das eine Reinheit von mind. 99,9995 % hat.
- Aufgrund einer Ausdehnung durch Wärme könnten sich neue Ferrulen lösen, nachdem diese mehrere Male aufgeheizt und abgekühlt wurden. Prüfen Sie die Festigkeit nach zwei oder drei Heiz-Zyklen oder verwenden sie die selbstsichernden Säulenmuttern.
- Tragen Sie immer saubere Handschuhe, wenn Sie Säulen anfassen. Dies gilt besonders für das Ende, das ins GC/MSD-Interface eingesetzt wird.

### WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden, muss der Trägergasfluss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „[Wasserstoff-Sicherheit](#)“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Achten Sie darauf, sich nicht mit dem Ende der Säule zu stechen.

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

# Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

### Benötigte Materialien

- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Metrisches Lineal
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)
- Kapillarsäule
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Ferrules
  - 0,27 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3518)
  - 0,37 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm (5062-3516)
  - 0,40 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,25 mm (5181-3323)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3514)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Einlasssäulenmutter (5181-8830 für Agilent 7890/7820 und 8890/8860 GCs)
- Vergrößerungsglas
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlassseptum sein)

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

### WARNUNG

Der GC arbeitet bei hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile des GC erst dann, wenn Sie sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### WARNUNG

Tragen Sie beim Arbeiten mit Kapillarsäulen immer eine Schutzbrille. Achten Sie darauf, sich nicht mit dem Ende der Säule zu stechen.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass



#### Vorgehensweise

- 1 Kühlen Sie Ofen und Einlass auf Raumtemperatur ab.
- 2 Tragen Sie saubere Handschuhe und drücken Sie die Säule durch das Septum (dies erfordert etwas Druck). Dann schieben Sie die Säulenmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der Säule. (Siehe **Abbildung 19**.) Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss von der Säulenmutter weg zeigen.

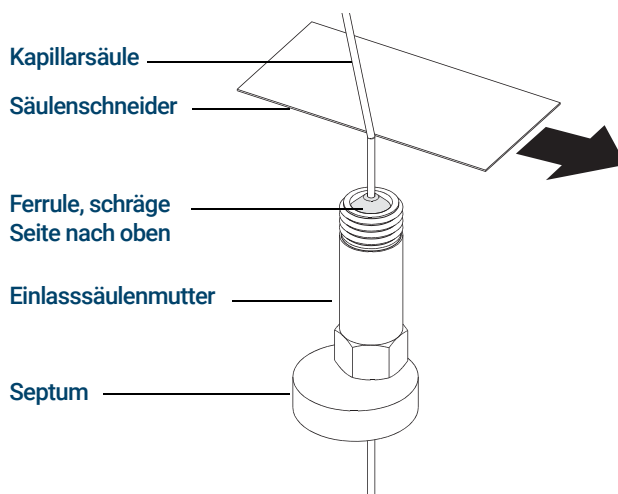


Abbildung 19. Vorbereiten einer Kapillarsäule für die Installation

- 3 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm oder mehr vor dem Ende einzukerben.
- 4 Während Sie die Säule festhalten, brechen Sie das Säulenende an der Kerbe ab.
- 5 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 3 und 4.
- 6 Wischen Sie die Außenseite des freien Säulenendes mit einem fusselfreien, mit Methanol angefeuchteten, Lappen ab.
- 7 Positionieren Sie die Säule so, dass sie 4 bis 6 mm über das Ende der Ferrule hinaussteht. (Siehe **Abbildung 20**.)

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

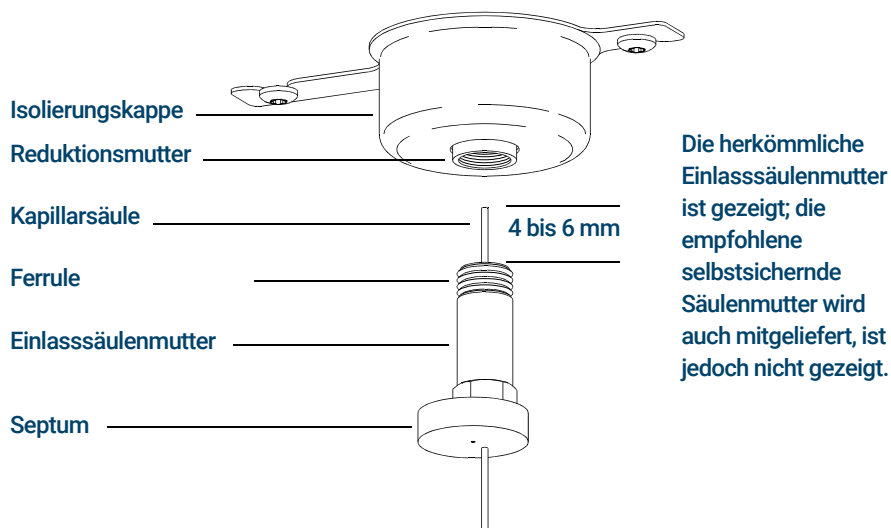


Abbildung 20. Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass

- 8 Schieben Sie das Septum hoch bis zum Boden der Mutter, um die korrekte Säulen-Einführungslänge zu fixieren.
- 9 Führen Sie die Säule in den Einlass ein.
- 10 Schieben Sie die Mutter in der Säule nach oben bis zum Einlassboden, und ziehen Sie die Mutter fingerfest an.
- 11 Passen Sie die Säulenposition so an, dass das Septum gleichmäßig mit der Unterseite der Säulenmutter ausgerichtet ist.
- 12 Ziehen Sie die Säulenmutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung weiter fest. Die Säule darf sich durch einen sanften Ruck nicht verschieben.
- 13 Starten Sie den Trägergasfluss.
- 14 Prüfen Sie den Fluss, indem Sie das freie Ende der Säule in Isopropanol eintauchen. Achten Sie auf Luftblasen.

### Weitere Themen

Weitere Informationen zur Installation einer Kapillarsäule finden Sie unter *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis* (Optimisierung von splitlose Injektionen am GC für Hochleistungs-MS-Analyse), Agilent Technologies Veröffentlichungsnummer 5988-9944EN.

# So konditionieren Sie eine Kapillarsäule

## Benötigte Materialien

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

### WARNUNG

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

### WARNUNG

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



## Vorgehensweise

- 1 Installieren Sie die Säule im GC-Einlass. (Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule für einen Agilent Split/Splitless-Einlass**“ auf Seite 91.)
- 2 Stellen Sie eine minimale Geschwindigkeit von 30 cm/s ein, oder folgen Sie der Empfehlung des Säulenherstellers. Zum Belüften lassen Sie das Trägergas bei Raumtemperatur für 15 - 30 Minuten durch die Säule fließen.
- 3 Programmieren Sie den Ofen von Raumtemperatur auf die maximale Temperaturgrenze für die Säule.
- 4 Erhöhen Sie die Temperatur um 10 bis 15 °C/Min.
- 5 Behalten Sie die Höchsttemperatur für 30 Minuten bei.

### ACHTUNG

Überschreiten Sie niemals die maximale Säulentemperatur, weder im GC/MSD-Interface noch am GC-Ofen oder dem Einlass.

- 6 Stellen Sie die GC-Ofentemperatur auf 30 °C ein und warten Sie, bis der GC bereit ist.
- 7 Befestigen Sie die Säule am GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter**“ auf Seite 95.)

# Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

Dieses Verfahren dient der direkten Installation einer Kapillarsäule in den Analyzer mittels der von Agilent empfohlenen selbstsichernden Säulenmutter.

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542) (Siehe **Abbildung 22** auf Seite 98.) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Spitzendichtungsfeder (G7005-20024) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Taschenlampe
- Vergrößerungsglas
- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Selbstsichernde Säulenmutter für GC\MSD-Interface (5190-5233)
- Vespel-Ferrulen
  - 0,27 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3518)
  - 0,37 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 mm (5062-3516)
  - 0,40 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,25 mm (5181-3323)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3514)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlasseptum sein)
- Schutzbrille

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter



##### Vorgehensweise

#### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

#### WARNUNG

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

- 1 Die Säule konditionieren. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Kapillarsäule**“ auf Seite 94.)

#### WARNUNG

Innerhalb der Analyzerkammer bestehen gefährliche Spannungen, die zu tödlichen Verletzungen führen können. Öffnen Sie keinesfalls die Tür der Analyzerkammer. Falls ein Zugang nötig ist, müssen zunächst qualifizierte Servicemitarbeiter das Gerät von der Stromquelle des Baukörpers entfernen.

- 2 Belüften Sie den MSD und öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149 und „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.) Stellen Sie sicher, dass Sie das Ende des GC/MSD-Interface sehen können.

#### WARNUNG

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

- 3 Entfernen Sie die Dichtung für die Interface-Spitze, die Feder und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung vom Ende des GC/MSD-Interface, falls installiert.
- 4 Schieben Sie eine Verbindungsmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der GC-Säule. Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss zur Mutter hin zeigen.
- 5 Schieben Sie die Säule ins GC/MSD-Interface.

#### ACHTUNG

Achten Sie darauf, dass die Säule in der Vakuumkammer nicht bricht. Säulenteile könnten in die Turbopumpe fallen oder gezogen werden und sie beschädigen.

- 6 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukürzen.

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

##### Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

- 7 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie gleichzeitig die Säule an der Kante des Säulenschneiders.
- 8 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 6 und 7.
- 9 Wischen Sie das Ende mit Alkohol ab.
- 10 Justieren Sie die Säule so, dass diese den angegebenen Abstand über das Ende des GC/MSD-Interface hinaussteht.

**Zur Installation einer EI-XTR-, EI-Edelstahl-, Inert- oder CI-Quelle (siehe [Abbildung 21](#)) steht die Säule etwa 1 mm über die Säulenführungsröhre hinaus.**

**Zur Installation einer EI-HES (siehe [Abbildung 22](#)) steht die Säule 4 bis 5 mm über die Säulenführungsröhre hinaus.**

Falls notwendig, verwenden Sie Taschenlampe und Vergrößerungsglas, um das Säulenende innerhalb der Analyzerkammer zu sehen. Verwenden Sie nicht Ihren Finger, um das Säulenende zu ertasten.



Abbildung 21. Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface für eine EI-XTR-, EI-Edelstahl-, Inert- oder CI-Quelle.

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter



Abbildung 22. Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface für eine EI-HES-Quelle.

- 11 Ziehen Sie die Mutter handfest an. (Siehe **Abbildung 23.**) Stellen Sie sicher, dass sich die Position der Säule beim Anziehen der Mutter nicht verändert. Ziehen Sie die Mutter nicht zu fest an.
- 12 Ziehen Sie die Mutter im Uhrzeigersinn an. Ziehen Sie weiter an, bis Sie spüren, dass die Ferrule an der Säule greift.
- 13 Prüfen Sie am GC-Ofen, dass die Säule nicht die Ofenwände berührt.



Abbildung 23. Installieren einer Kapillarsäule in das GC/MSD-Interface

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter

### ACHTUNG

Gehen Sie bei der Platzierung der Spitzendichtung am GC/MSD-Interface vorsichtig vor, um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden.

- 14 Installieren Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge auf das GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface**“ auf Seite 104.) Verwenden Sie bei einer EI-Edelstahl- oder einer Inert-Quelle keine Interface-Spitzendichtung, Feder und gerändelte Halterung für die Spitzendichtung. Die Spitzendichtung passt nicht in die Verbindungsbuchse dieser Quellen. (Siehe **Abbildung 56** auf Seite 195.)

### ACHTUNG

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

- 15 Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung der Ionenquelle und der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

Wenn die Ionenquelle ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann die Analyzerkammer ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

- 16 Sie können die Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrer Schleife bewegen. Wenn sich die Tür immer noch nicht schließen lässt, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.
- 17 Schließen Sie die Tür der Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

# Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

Dieses Verfahren dient zur direkten Installation einer Kapillarsäule in den Analyzer. Es gibt zwei Typen von Säulenmutter, die bei dem GC/MSD-Interface verwendet werden können: Die hier erläuterte Standard-Säulenmutter und die in **„Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter“** auf Seite 95 erläuterte, selbstsichernde Säulenmutter.

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542) (Siehe **Abbildung 21** auf Seite 97 und **Abbildung 22** auf Seite 98.) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547) (bei einer EI-SS oder Inert-Quelle nicht erforderlich)
- Spitzendichtungsfeder (G7005-20024) (bei einer SS-Quelle oder einer inerten EI-Quelle nicht verwenden)
- Säulenschneider, keramisch (5181-8836) oder Diamant (5183-4620)
- Taschenlampe
- Vergrößerungsglas
- Saubere Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Verbindungssäulenmutter (05988-20066)
- Ferrules
  - 0,3 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,10 mm (5062-3507)
  - 0,4 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,20 und 0,25 mm (5062-3508)
  - 0,5 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,32 mm (5062-3506)
  - 0,8 mm ID, für Säulen mit einem ID von 0,53 mm (5062-3512)
- Septum (kann ein älteres, verwendetes Einlasseptum sein)
- Schutzbrille
- Gabelschlüssel, 1/4 Zoll und 5/16 Zoll (8710-0510)

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter



##### Vorgehensweise

##### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyzerkammern.

##### WARNUNG

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

- 1 Die Säule konditionieren. (Siehe „**So konditionieren Sie eine Kapillarsäule**“ auf Seite 94.)

##### WARNUNG

Innerhalb der Analyzerkammer bestehen gefährliche Spannungen, die zu tödlichen Verletzungen führen können. Öffnen Sie keinesfalls die Tür der Analyzerkammer. Falls jemals Zugang nötig ist, müssen zunächst qualifizierte Servicemitarbeiter das Gerät von der Stromquelle des Baukörpers entfernen.

- 2 Belüften Sie den MSD und öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149 und „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.) Stellen Sie sicher, dass Sie das Ende des GC/MSD-Interface sehen können.

##### WARNUNG

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

- 3 Entfernen Sie die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung, die Dichtung für die Interface-Spitze und die Feder vom Ende des GC/MSD-Interface, falls installiert.
- 4 Schieben Sie eine Verbindungsmutter und die konditionierte Ferrule auf das freie Ende der GC-Säule. Das abgeschrägte Ende der Ferrule muss zur Mutter hin zeigen.
- 5 Schieben Sie die Säule ins GC/MSD-Interface.

##### ACHTUNG

Achten Sie darauf, dass die Säule in der Vakuumkammer nicht bricht. Säulenteile könnten in die Turbopumpe fallen oder gezogen werden und sie beschädigen.

- 6 Verwenden Sie den Säulenschneider, um die Säule an einer Stelle 2 cm vor dem Ende einzukerben.

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

### Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

- 7 Drücken Sie die Säule mit Ihrem Daumen gegen den Säulenschneider, und brechen Sie gleichzeitig die Säule an der Kante des Säulenschneiders.
- 8 Prüfen Sie das Ende auf unsaubere Kanten oder Grate. Wenn die Bruchstelle nicht sauber und glatt ist, wiederholen Sie die Schritte 6 und 7.
- 9 Wischen Sie das Ende mit Alkohol ab.
- 10 Justieren Sie die Säule so, dass diese den angegebenen Abstand über das Ende des Führungsrohrs des GC/MSD-Interface hinaussteht.

**Zur Installation einer XTR-, SS-, Inert- oder CI-Quelle** (siehe **Abbildung 21** auf Seite 97) steht die Säule etwa 1 mm über.

**Zur Installation einer EI-HES** (siehe **Abbildung 22** auf Seite 98) steht die Säule 4 bis 5 mm über.

Falls notwendig, verwenden Sie Taschenlampe und Vergrößerungsglas, um das Säulenende innerhalb der Analyzerkammer zu sehen. Verwenden Sie nicht Ihren Finger, um das Säulenende zu ertasten.

- 11 Ziehen Sie die Mutter handfest an. Stellen Sie sicher, dass sich die Position der Säule beim Anziehen der Mutter nicht verändert. Ziehen Sie die Mutter nicht zu fest an.
- 12 Prüfen Sie am GC-Ofen, dass die Säule nicht die Ofenwände berührt.
- 13 Ziehen Sie die Mutter um eine 1/4 bis 1/2 Umdrehung an.
- 14 Prüfen Sie die Festigkeit der Mutter nach ein oder zwei Heiz-Zyklen; ziehen Sie diese gegebenenfalls weiter an.

#### ACHTUNG

**Gehen Sie bei der Platzierung der Spitzendichtung am Ende des GC/MSD-Interface vorsichtig vor, um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden.**

- 15 Installieren Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge auf das GC/MSD-Interface. (Siehe „**Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface**“ auf Seite 104.) Verwenden Sie bei einer EI-Edelstahl- oder einer Inert-Quelle keine Spitzendichtung des Interface, Feder und gerändelte Halterung für die

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter

Spitzendichtung. Die Spitzendichtung passt nicht in die Verbindungsbuchse dieser Quellen. (Siehe **Abbildung 56** auf Seite 195.)

### ACHTUNG

**Wenn Sie den Analyzer mit zu viel Kraftaufwand mutwillig schließen möchten und dabei Teile falsch ausgerichtet sind, wird dadurch die Spitzendichtung, das Interface oder die Ionenquelle beschädigt bzw. die Seitenplatte ist nicht dicht.**

- 16** Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung der Ionenquelle und der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

Wenn die Ionenquelle ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann die Analyzerkammer ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.

- 17** Sie können die Ionenquelle und die Dichtung für die Spitze der Verbindung ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrer Schleife bewegen. Wenn sich die Tür immer noch nicht schließen lässt, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.

- 18** Schließen Sie die Tür der Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

# Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

## Benötigte Materialien

- Dichtung für die Spitze der Verbindung (G3870-20542)
- Feder der Dichtung für die Spitze (G7005-20024)
- Gerändelte Halterung für die Spitzendichtung (G3870-20547)

Die Dichtung für die Spitze der Verbindung muss sich für die CI-Ionenquelle, die EI-XTR-Quelle und die HES an ihrem Platz befinden. Die Spitzendichtung des Interface, die Feder und die gerändelte Halterung der Spitzendichtung werden bei einer EI-Edelstahl- oder Inert-Quelle nicht verwendet.

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß 8650-0030
  - Klein 8650-0059

### ACHTUNG

**Elektrostatische Ladungen an den Analyserkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyserkammer öffnen.**

### ACHTUNG

**Tragen Sie immer saubere Handschuhe bei der Handhabung von Teilen für den GC oder die Analyserkammern.**



## Vorgehensweise

- 1 Prüfen Sie, dass die CI-Quelle, die EI-XTR-Quelle bzw. die HES installiert ist. Wenn eine EI-SS- oder eine Inert-Quelle installiert ist, dürfen die Spitzendichtung und ihre Feder nicht installiert sein. (Siehe **Abbildung 22** auf Seite 98.)
- 2 Nehmen Sie die Dichtung für die Spitze der Verbindung, die Feder und die gerändelte Mutterhalterung von der Aufbewahrungsbox für die Ionenquelle. Schieben Sie die Feder, die Spitzendichtung und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung in dieser Reihenfolge über die Säulenmanschette.

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface

- Schrauben Sie die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung fingerfest in die Basis der Spitzendichtung.

Dichtung für die Spitze  
der Verbindung

Gerändelte Halterung  
für die Spitzendichtung

Basis der  
Spitzendichtung

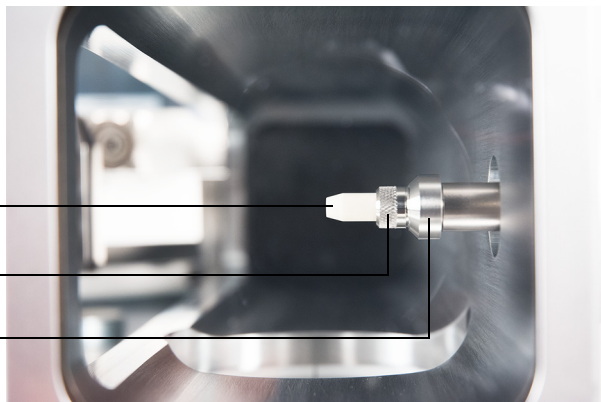


Abbildung 24. Spitzendichtung für GC/MSD-Interface

#### ACHTUNG

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

- Prüfen Sie **behutsam** die Ausrichtung von Analyzer und Interface.  
Wenn der Analyzer ordnungsgemäß ausgerichtet ist, kann dieser ohne jeglichen Widerstand geschlossen werden – abgesehen von dem Widerstand der Federspannung von der Dichtung für die Spitze der Verbindung.
- Sie können den Analyzer und die Verbindung aneinander ausrichten, indem Sie die seitliche Platte an ihrem Scharnier bewegen. Wenn der Analyzer immer noch nicht geschlossen werden kann, wenden Sie sich an Ihren Servicespezialisten von Agilent Technologies.

# Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC

Die nachstehend gelisteten Schritte gelten nur für GCs der Serien 7890 und 6890. Kapillarsäulen müssen vor Gebrauch mit dem MSD kalibriert werden.

## Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie Datenakquisition auf splitlose manuelle Injektion und erstellen Sie eine Echtzeit-Grafik zur Überwachung von  $m/z$  28.
- 2 Drücken Sie im GC-Tastenfeld auf **[Prep Run]**.
- 3 Injizieren Sie 1 µl Luft in den GC-Einlass und drücken Sie auf **[Start Run]**.
- 4 Warten Sie bis ein Peak bei  $m/z$  28 eluiert. Notieren Sie die Retentionszeit.
- 5 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **GC Parameters** (GC-Parameter) aus dem Menü **Instrument** (Geräte).
- 6 Wählen Sie den Reiter **Configuration** (Konfiguration) und dann den Reiter **Säulen**.
- 7 Wählen Sie ihre installierte Säule aus der Tabelle.
- 8 Klicken Sie auf **Calibrate** (Kalibrieren), um den Dialog **Calibrate Column** (Säule kalibrieren) anzuzeigen.
- 9 Klicken Sie auf **Calc Length** (Länge berech). im Abschnitt **If unretained peak holdup time is known** (Wenn Totzeit des nicht retardierten Peaks bekannt ist), um den Dialog **Calculate Column Length** (Säulenlänge berechnen) anzuzeigen. (Siehe [Abbildung 25](#).)

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC

Calculate Column Length

GC Conditions

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

Temperature: 75 °C

Pressure into column: 14.443 psi

Pressure out of column: 0 psi

☒ Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 1.1069 min

|          | Current    | Calculated |
|----------|------------|------------|
| ► Length | 30 m       | 30 m       |
| Diameter | 250 µm     | 250 µm     |
| Holdup   | 1.1069 min | 1.1069 min |

OK Cancel

Abbildung 25. Dialog „Säulenlänge berechnen“

- 10 Stellen Sie sicher, dass die aufgelisteten Parameter (Temperatur, Einlass- u. Auslass-Drücke sowie Gas-Arten) diejenige sind, die in der Methode zur Messung der Verweilzeit verwendeten wurden. Ändern Sie die Parameter, die sich von den in Ihrer Methode verwendeten unterscheiden.
- 11 Erfassen Sie die aufgezeichnete Retentionszeit im Feld **Holdup Time** (Verweilzeit). Bewegen Sie den Cursor zum Feld eines anderen Parameters, und die kalibrierte Säulenlänge erscheint.
- 12 Klicken Sie auf **OK**, um die Änderungen zu speichern und den Dialog zu verlassen.
- 13 Klicken Sie auf **OK** im Dialog **Calibrate Columns** (Säulen Kalibrieren), um die Kalibrierung zu speichern.

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

#### 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC

##### Berechnung für durchschnittliche Lineargeschwindigkeit

$$\text{Durchschnittliche Lineargeschwindigkeit (cm/s)} = \frac{100 L}{t}$$

wobei:

$L$  = Säulenlänge in Metern

$t$  = Retentionszeit in Sekunden

##### Berechnung für volumetrische Flussrate

$$\text{Volumetrische Flussrate (ml/min)} = \frac{0,785 D^2 L}{t}$$

wobei:

$D$  = Innerer Säulendurchmesser in Millimetern

$L$  = Säulenlänge in Metern

$t$  = Retentionszeit in Minuten

## Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 7890B

Das GC/MSD-Interface ist eine Heizleitung in den MSD für die Kapillarsäule. (Siehe **Abbildung 26.**) Sie ist an der rechten Seite der Analyzerkammer mit einer O-Ringdichtung verschraubt. Sie besitzt eine Schutzabdeckung, die immer installiert bleiben muss.

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

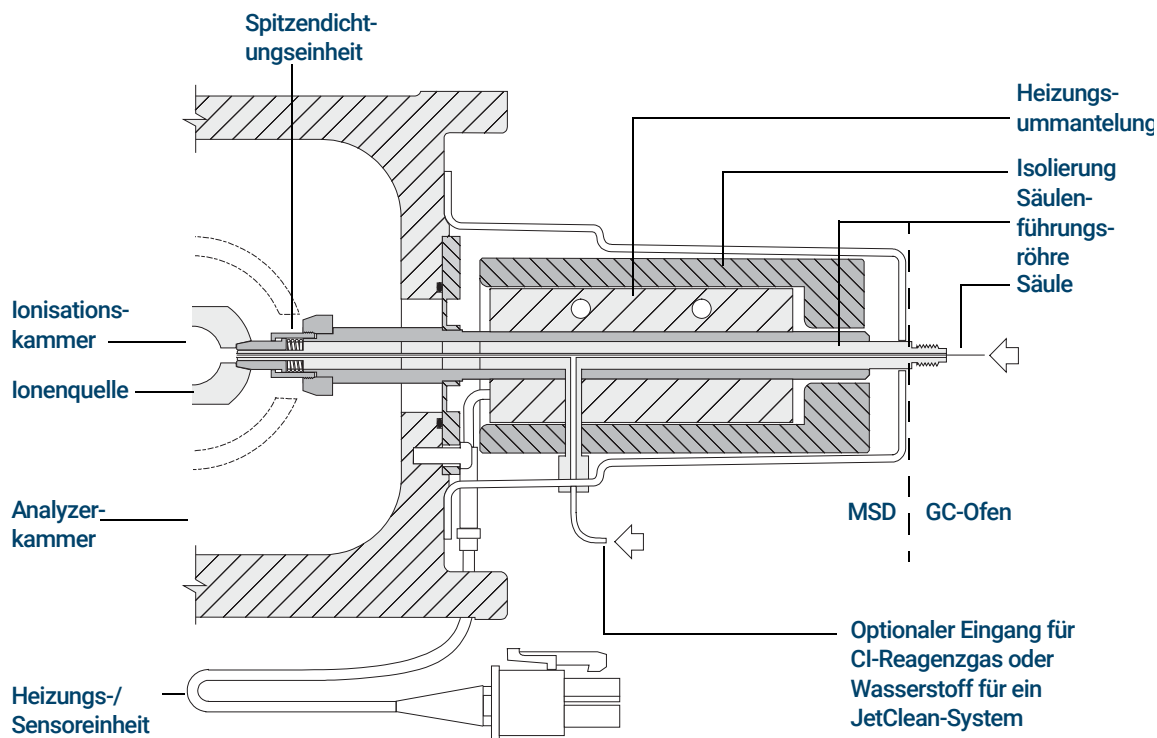


Abbildung 26. GC/MSD-Interface für einen 7890B GC mit EI-XTR-, HES- und CI-Quellen

## 4 Installieren von 7890 GC-Säulen

### Das GC/MSD-Interface für einen GC der Serie 7890B

Das GC/MSD-Interface wird über eine elektrische Patronenheizung beheizt. Normalerweise wird die Heizung über die mit „Thermal Aux #2“ beheizte Zone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die Temperatur der Verbindung kann von der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software oder vom GC aus eingestellt werden. Ein Thermoelement-Messfühler in der Schnittstelle überwacht die Temperatur.

Das GC/MSD-Interface sollte in der Temperaturzone zwischen 250 ° bis 350 °C betrieben werden. Die Interface-Temperatur sollte leicht höher liegen als die maximale GC-Ofentemperatur, jedoch **niemals** höher als die maximale Säulentemperatur.

Das GC/MSD-Interface kann sowohl mit einer EI- als auch mit CI-Quellen verwendet werden. Die EI-XTR-, HES- und CI-Quellen erfordern eine Spitzendichtungseinheit. Die Spitzendichtung, die Feder und die gerändelte Halterung für die Spitzendichtung beeinträchtigen den Betrieb von EI-Edelstahl und Inert-Quellen und müssen daher bei Verwendung solcher Ionenquellen entfernt werden.

(Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter**“ auf Seite 95 und „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter**“ auf Seite 100).

#### WARNUNG

Das GC/MSD-Interface arbeitet bei hohen Temperaturen. Falls Sie diese berühren, wenn diese erwärmt ist, werden Sie sich verbrennen.

|                                                                        |     |
|------------------------------------------------------------------------|-----|
| Betrieb des MSD über das Datensystem                                   | 113 |
| Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur                        | 114 |
| Konfiguration des MSD über die Web-Benutzerschnittstelle (WUI)         | 118 |
| eModule: Mini-Displayanzeige                                           | 122 |
| Gerätestatus-LED vorn                                                  | 123 |
| Vor dem Einschalten des MSD                                            | 124 |
| Abpumpen                                                               | 126 |
| Temperatursteuerung                                                    | 126 |
| Säulenflusssteuerung                                                   | 127 |
| Belüften des MSD                                                       | 128 |
| Anzeige von MSD-Temperatur und Vakuum bei Manuellem Tuning             | 130 |
| Bildschirme einstellen für MSD Temperatur- und Vakuumzustand           | 132 |
| Einstellen der Analyzer-Temperaturen über die Gerätesteuerungs-Ansicht | 135 |
| Einstellen der GC/MSD-Interface-Temperaturen über MassHunter           | 137 |
| Überwachen von hohem Vakuumdruck                                       | 138 |
| Tuning des MSD in EI-Modus                                             | 140 |
| Einstellen des Betriebsmodus für das optionale JetClean-System         | 142 |
| Einstellen der JetClean-Parameter für den Modus „Nur reinigen“         | 143 |
| Prüfen der EI-Systemleistung                                           | 144 |
| Durchführung von Tests mit hohen Massen                                | 145 |
| Öffnen der MSD-Abdeckungen                                             | 148 |
| Belüften des MSD                                                       | 149 |
| Abpumpen des MSD                                                       | 152 |

## 5 Betrieb im EI-Modus

Dieses Kapitel beschreibt, wie einige grundlegende Betriebsabläufe bei dem Agilent GC/MSD der Serie 5977B mit Elektronenstoß-Ionisation ausgeführt werden.

Bei Verwendung des *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen* mit einem MSD wird die chemische Ionisierung (CI) derzeit nicht unterstützt.

## Betrieb des MSD über das Datensystem

Die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software automatisiert Aufgaben, wie Abpumpen, Überwachungseinstellungen, Temperatureinstellungen, Tuning und Belüften des MSD. Diese Aufgaben werden in diesem Kapitel beschrieben. Zusätzliche Informationen sind in den mitgelieferten Handbüchern und der Online-Hilfe für die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software beschrieben.

### **ACHTUNG**

**Die Software und die Firmware werden regelmäßig aktualisiert. Wenn die Schritte in diesen Verfahren nicht zu Ihrer Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software passen, dann schlagen Sie in den mit der Software mitgelieferten Handbüchern und der Online-Hilfe nach.**

## Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur

Die GC-Bedientastatur eines 7890A+ oder 7890B GC-Systems kann aktuelle Temperatur und Druck des MSD anzeigen oder eine Aufgabe auf dem MSD initiieren, ohne die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software zu verwenden. Auf die Funktionen wie Belüften und Temperatureinstellung können Sie direkt über die GC-Bedientastatur zugreifen. Aus dem GC-Bedienfeld sind begrenzte Funktionen verfügbar. Die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software ist die voll ausgestattete Gerätesteuerung für die meisten Gerätesteuerungsprozesse.

### Dem MSD zugeordnete Taste auf der GC-Bedientastatur

Die Taste **MS/Aux Det** auf dem 7890B GC-Bedienfeld ermöglicht Zugriff auf Steuerung und Konfiguration der Parameter auf dem MSD. (Siehe [Abbildung 27](#).) Bei 7890A+ Modellen mit aktualisierter Firmware heißt diese Taste **Aux Det #**. Diese kann in den folgenden Verfahren statt der Taste **MS/Aux Det** verwendet werden.



Abbildung 27. Bedientastatur des 7890B GC

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur

#### LVDS am MSD aktivieren/deaktivieren

- 1 Drücken Sie auf **Konfig**, und dann auf **MS/Aux Det**, um das Menü MS-DETEKTOR KONFIGURIEREN anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie auf die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **LVDS communication** (LVDS Kommunikation) zu blättern.  
Wenn Sie das LVDS aktivieren wollen, drücken Sie auf **On/Yes** (Ein/Ja).  
Wenn Sie das LVDS deaktivieren wollen, drücken Sie auf **Off/No** (Aus/Nein).
- 3 Warten Sie, bis der MSD die Änderung auf der GC-Bedientastatur bestätigt.

#### MSD-Temperaturen aus dem GC-Bedienfeld ändern

- 1 Drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste "Pfeil nach unten", um zu **Quad temp** (Quadrupol-Temp.), **Source temp** (Quellen-Temp.) oder **Transfer line** (Übertragungsleitung) zu blättern.
- 3 Verwenden Sie die GC-Tastatur zur Eingabe der gewünschten Temperatur.
- 4 Drücken Sie **Enter**, um die Änderungen zu übernehmen.

#### Ansicht von MSD Vakuumdruck und Turbo-Geschwindigkeit/Vorvakuumdruck über die GC-Bedientastatur

- 1 Drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **HiVac Pressure** (HiVac Druck) oder **Turbo Speed % of full /Foreline Pressure** (Turbo-Geschwindigkeit % von Gesamt / Vorvakuumdruck) zu blättern.

#### MSD über GC-Bedientastatur belüften

- 1 Bei abgepumptem MSD, drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **Start MSD Vent?** (Belüftung des MSD starten?) zu blättern. (Drücken Sie auf **Off/No** (Aus/Nein), um den Belüftungszyklus abubrechen und den MSD abzupumpen).
- 3 Drücken Sie auf **On/Yes** (Ein/Ja), um den Belüftungszyklus zu starten.
- 4 Bei Aufforderung öffnen Sie das Belüftungsventil.

#### Abpumpen des MSD über die GC-Bedientastatur

- 1 Drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **Start MSD Pumpdown?** (Abpumpen des MSD starten?) zu blättern.
- 3 Drücken Sie auf **On/Yes** (Ein/Ja), um den Abpumpzyklus zu starten.

#### Anzeige der MSD Firmware-Version über die GC-Bedientastatur

- 1 Drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste "Pfeil nach unten", um zu **Firmware** zu blättern.

#### Anzeige der MSD Seriennummer aus dem GC-Bedienfeld

- 1 Drücken Sie auf **MS/Aux Det**, um das Menü des MSD 5977B anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie die Taste "Pfeil nach unten", um zu **Serial#** (Serien #) zu blättern.

#### Konfiguration der Netzwerkeinstellungen des MSD aus dem GC-Bedienfeld

- 1 Drücken Sie auf **Config** (Konfig), und dann auf **MS/Aux Det**, um das Menü MS-DETEKTOR KONFIGURIEREN anzuzeigen.
- 2 Zum Konfigurieren der **IP:** Parameter, verwenden Sie die GC-Tastatur, um die neue IP-Adresse des MSD zu erfassen, dann drücken Sie **Enter**, um die Eingabe zu übernehmen.
- 3 Warten Sie, bis das GC die neue IP-Adresse anzeigt. Starten Sie den MSD neu oder gehen Sie weiter mit dem „Pfeil nach unten“ zur Gateway-Adresse.
- 4 Drücken Sie auf die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **GW:** zu blättern und verwenden Sie die GC-Tastatur, um die neue Gateway-Adresse für den LAN einzugeben, dann drücken Sie **Enter**, um die Eingabe fertigzustellen.
- 5 Drücken Sie auf die Taste „Pfeil nach unten“, um zu **SW:** zu blättern und verwenden Sie die GC-Tastatur, um die neue Subnetz-Maske für den LAN einzugeben, dann drücken Sie **Enter**, um die Eingabe fertigzustellen.
- 6 Starten Sie den MSD neu. (Siehe unten.)

#### MSD-Neustart über die GC-Bedientastatur

- 1 Drücken Sie auf **Config** (Konfig), und dann auf **MS/Aux Det**, um das Menü MS-DETEKTOR KONFIGURIEREN anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie auf die Taste "Pfeil nach unten", um zu **Request MSD Reboot?** (MSD-Neustart anfordern?) zu blättern.
- 3 Drücken Sie **On/Yes** (Ein/Ja), um den MSD neu zu starten und warten Sie, bis der MSD diesen Prozess abgeschlossen hat, bevor Sie versuchen, darauf zuzugreifen. Die LED leuchtet rot, bis der Neustart abgeschlossen ist.

#### BOOTP am MSD aktivieren/deaktivieren

Standardmäßig ist BOOTP deaktiviert. Wenn Ihr LAN einen BOOTP-Server nutzt, bewirkt BOOTP Aktivieren, dass der Server dem MSD automatisch eine IP-Adresse zuordnet.

- 1 Drücken Sie auf **Config** (Konfig), und dann auf **MS/Aux Det**, um das Menü MS-DETEKTOR KONFIGURIEREN anzuzeigen.
- 2 Drücken Sie auf die Taste "Pfeil nach unten", um zu **MSD BOOTP** zu blättern.
- 3 Um BOOTP zu aktivieren, drücken Sie **On/Yes** (Ein/Ja).  
Um BOOTP zu deaktivieren, drücken Sie **Off/No** (Aus/Nein).
- 4 Warten Sie, bis der MSD die Änderung auf der GC-Bedientastatur bestätigt.
- 5 Starten Sie den MSD neu. (Siehe „**MSD-Neustart über die GC-Bedientastatur**“ auf Seite 117.)

# Konfiguration des MSD über die Web-Benutzerschnittstelle (WUI)

Wenn Ihr GC keine LVDS-Kommunikation mit einem Agilent GC unterstützt, können Sie die WUI verwenden, um die MSD-Netzwerkeinstellungen zu konfigurieren. Gründe dafür, dass ein GC die Konfiguration der Netzwerkeinstellungen eines MSD 5977B über die GC-Bedientastatur nicht unterstützt, können folgende sein:

- Es existiert keine LVDS-Kommunikation zwischen GC und MSD.
- Der GC ist kein Agilent 8890-, 7890B- oder 7890A+-Modell mit korrekter Firmware.

## Ändern der MSD-Netzwerkeinstellungen

Bei diesem Verfahren wird vorausgesetzt, dass der Benutzer Zugriff auf einen PC hat, der sich im gleichen LAN Subnetz befindet, wie der MSD.

- 1 Für Zugang zum Analyzer öffnen Sie die obere Klappe des MSD, um die E-Modul-Mini-Displayanzeige zu sehen.
- 2 Drücken Sie den Schalter **MSD On/Off** (MSD ein/aus), um das Gerät zu starten. Nachdem das Gerät die Anlauf-Initialisierung abgeschlossen hat, zeigt es die aktuellen IP-Adressdaten in der Mini-Displayanzeige und durchläuft den Vorgang für ca. **10 Minuten**.
- 3 Notieren Sie IP-Adresse, Gateway und Subnetzmaske aus der Mini-Displayanzeige. Die Standards lauten 192.168.254.12, 0.0.0.0 bzw. 255.255.255.0.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Ändern der MSD-Netzwerkeinstellungen

- 4 Geben Sie die IP-Adresse als URL in einen Internet-Browser auf dem PC ein, um die WUI-Seite anzuzeigen. (Siehe [Abbildung 28.](#))

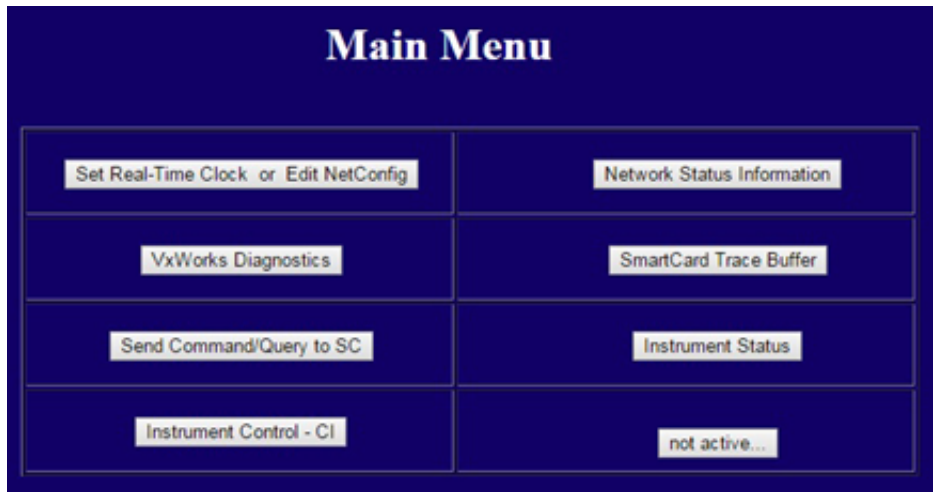


Abbildung 28. WUI-Hauptmenü

- 5 Klicken Sie auf **Set Real-Time Clock or Edit NetConfig** (Einstellen Echtzeit-Uhr oder NetzKonfig ändern) und gehen Sie zu **Edit NetConfig (MSD network configuration)** (NetzKonfig ändern (MSD-Netzwerk-Konfiguration)). (Siehe [Abbildung 29.](#))

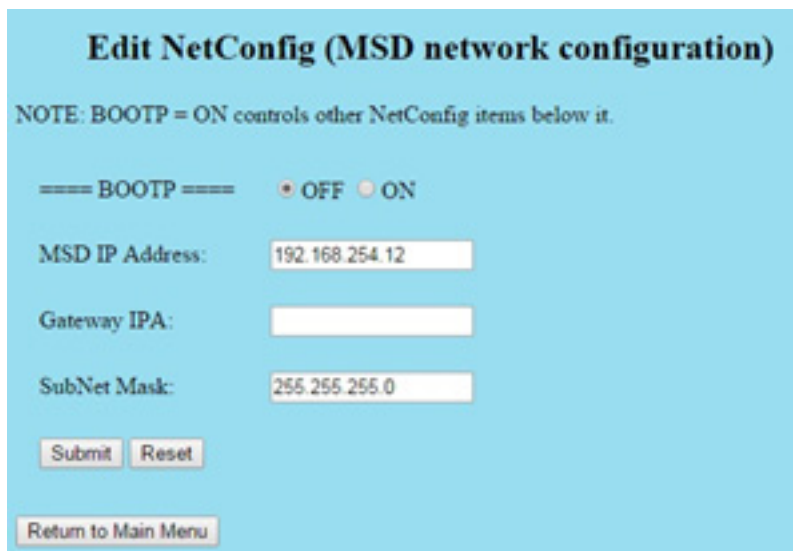


Abbildung 29. WUI NetzKonfig ändern

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Ändern der MSD-Netzwerkeinstellungen

- Bestätigen Sie, dass **BootP** auf **OFF** (AUS) eingestellt ist. Wenn Ihr LAN, mit einem BootP-Server, IP-Adressen zuordnet, klicken Sie auf **ON** (EIN) und überspringen Sie den nächsten Schritt.
- Um **MSD IP address** (MSD IP-Adresse), **Gateway IPA**, und **SubNet Mask** (SubNetz-Maske) zu aktualisieren, geben Sie die neuen Werte ein. Bevor Sie auf „Senden“ klicken, können Sie die vorherigen Einstellungen durch Klicken auf **Return to Main Menu** (Zurück zum Hauptmenü) wiederherstellen und anschließend hierher zurückkehren.
- Klicken Sie auf **Submit** (Abschicken), um diese Netzkonfiguration zum MSD hochzuladen.

Ein Dialog öffnet sich zur Bestätigung, dass das Netzwerk-Konfigurationsverfahren gestartet wurde. (Siehe **Abbildung 30.**)

Abbildung 30. Konfiguration der IP-Adresse

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Ändern der MSD-Netzwerkeinstellungen

- 9 Klicken Sie auf **OK**, um den Dialog zu schließen und auf die Aufforderung zum **Manually reboot of the MSD/SmartCard to activate the new Settings** (Manuellen Neustart des MSD/SmartCard, um die neuen Einstellungen zu aktivieren).
- 10 Verwenden Sie den Schalter **MSD on/off** (MSD ein/aus), um die MSD SmartCard neu zu starten.

## eModule: Mini-Displayanzeige

Die eModule-Mini-Displayanzeige, zugänglich bei offener Analyzertür-Abdeckung, ermöglicht dem Bediener, die LAN-Konfiguration des Gerätes, einschließlich dessen IP-Adresse, Subnetz-Maske, Standard-Gateway und MAC-Adresse, anzusehen. Diese LAN-Konfiguration kann mit der GC-Bedientastatur oder mit der Web-Benutzerschnittstelle (WUI) von einem Web-Browser aus geändert werden.



Abbildung 31. eModule: Mini-Display

## Gerätestatus-LED vorn

Über die Gerätestatus-LED am Bedienfeld vorn kann der Bediener den aktuellen Gerätestatus anhand der Farbe und des Ein-/Ausschaltintervalls der LED erkennen. (Siehe **Tabelle 8**.)

**Tabelle 8    Codes der Gerätestatus-LED am Bedienfeld vorn**

| Gerätestatus                                    | LED-Code                |
|-------------------------------------------------|-------------------------|
| Bereit                                          | Durchgehend grün        |
| Datenakquisition                                | Grün blinkend (<2 Sek.) |
| Nicht bereit                                    | Durchgehend Gelb        |
| JetClean-Betrieb <b>Erfassen &amp; Reinigen</b> | Purpur blinkend         |
| JetClean-Betrieb <b>Nur Reinigen</b>            | Durchgehend Magenta     |
| Bereit und nicht an DS angeschlossen            | Durchgehend Blau        |
| Starten (vor FW-Ladung)                         | Rot blinkend (<2 Sek.)  |
| Fehler                                          | Durchgehend Rot         |

## Vor dem Einschalten des MSD

Prüfen Sie Folgende, **bevor** Sie den MSD einschalten oder versuchen, ihn zu betreiben.

- Das Belüftungsventil sollte etwas geöffnet sein (den Knopf von der ganz geschlossenen Position um 45 Grad gegen den Uhrzeigersinn drehen).
- Alle anderen Luftabdichtungen und sonstigen Dichtungen müssen angebracht und vollständig dicht sein. Die vordere Schraube an der Seitenplatte sollte nicht angezogen sein, es sei denn, es werden gefährliche Träger- oder Reagenzgase oder Wasserstoff für das JetClean-System verwendet.
- Der MSD ist an einer geerdeten Steckdose angeschlossen.
- Das GC/MSD-Interface ragt bis in den GC-Ofen hinein.
- Eine konditionierte Kapillarsäule ist im GC-Einlass und im GC/MSD-Interface installiert.
- Der GC ist eingeschaltet, jedoch sind die Heizzonen beim GC/MSD-Interface, dem GC-Einlass und dem Ofen ausgeschaltet.
- Das Trägergas mit einer Reinheit von mindestens 99,9995 % wird über die empfohlenen Filter in den GC eingespeist. Regler, Anschlüsse, Filter, EPC-Modul, Einlass und Säule wurden von allen Gasen gereinigt, um Sauerstoff aus dem System zu entfernen.
- Wenn Wasserstoff als Trägergas oder im JetClean-System verwendet wird, müssen die Absperrventile des Trägergases und der Zufuhr zum JetClean-System geschlossen und die obere Rändelschraube auf der Seitenabdeckung des Analyzers muss leicht festgezogen sein.
- Die Öffnung der Vorpumpe ist korrekt entlüftet.

### **WARNUNG**

Die Abluft aus der Vorpumpe enthält Lösungsmittel und die von Ihnen analysierten Chemikalien. Wenn Sie die standardmäßige Vorpumpe verwenden, sind auch Spuren von Pumpenöl enthalten. Wenn Sie giftige Lösemittel verwenden oder giftige Chemikalien analysieren, dann entfernen Sie den Ölfilter (Standardpumpe) und installieren Sie einen Schlauch, um das Vorpumpen-Abgas nach Außen oder zu einem Dunstabzug (Laborabzug) zu leiten. Stellen Sie sicher, dass regionale Vorschriften eingehalten werden. Der Ölfilter für die standardmäßige Pumpe hält nur das Pumpenöl zurück. Giftige Chemikalien werden nicht gefiltert.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Vor dem Einschalten des MSD

#### **WARNUNG**

Wenn Wasserstoff als Trägergas oder im JetClean-System verwendet wird, müssen die Absperrventile des Trägergases und der Zufuhr zum JetClean-System vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „[Wasserstoff-Sicherheit](#)“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

## Abpumpen

Über die Bedientastatur des DS oder 8890/7890B GC kann der MSD abgepumpt werden. Der Prozess ist zum Großteil automatisiert. Nachdem Sie den MSD über den Schalter **On/Off** (Ein/Aus) eingeschaltet haben, schließen Sie die Tür des Analyzers. Schließen Sie dann das Belüftungsventil, sobald Sie das Zischen eines Luftstroms hören (während Sie auf die Seitenplatte drücken). Der MSD pumpt sich dann selbstständig ab. Die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software überwacht den Systemstatus während des Abpumpens und zeigt ihn an. Wenn der Druck niedrig genug ist, schaltet das Programm die Ionenquellen- und Massenfilterheizungen ein, und fordert Sie dazu auf, die GC/MSD-Interface-Heizung einzuschalten. Der MSD wird ausgeschaltet, wenn er nicht korrekt abpumpen kann.

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

- Motorgeschwindigkeit für Turbopumpen-MSDs (Drehgeschwindigkeit in Prozent)
- Vorvakuumdruck für Diffusionspumpen-MSDs
- Analyzerkammer-Druck (Vakuum) bei MSDs mit dem optionalen G3397B Mikro-Ionenvakuummessgerät

Diese Daten werden auch auf der Bedientastatur des 8890 und 7890B GC angezeigt.

## Temperatursteuerung

MSD-Temperaturen werden über das Datensystem gesteuert. Der MSD hat unabhängige Heizungen und Temperaturfühler für die Ionenquelle und den Quadrupol- Massenfilter. Sie können die Sollwerte anpassen und diese Temperaturen am Datensystem oder auf der GC-Bedientastatur anzeigen.

Normalerweise wird die Heizung des GC/MSD-Interface über die Thermal Aux #2-Heizzone des GC mit Strom versorgt und gesteuert. Die GC/MSD-Interface-Temperatur kann über das Datensystem oder über die 7890B GC-Bedientastatur eingestellt und überwacht werden.

## Säulenflusssteuerung

Der Trägergasfluss wird durch den Einlassdruck in den GC gesteuert. Stellen Sie den Säulenmodus auf **Constant Pressure** (Konstanter Druck) ein, um einen konstanten Einlassdruck aufrechtzuerhalten. Der Säulenfluss verringert sich mit steigender Temperatur im GC-Ofen. Bei elektronischer Pneumatiksteuerung (Electronic Pneumatic Control = EPC), und wenn der Säulenmodus auf **Constant Flow** (Konstanter Fluss) eingestellt ist, wird unabhängig von der Temperatur der gleiche Säulenfluss beibehalten.

Der MSD kann zur Messung des tatsächlichen Säulenflusses verwendet werden. Sie injizieren eine **kleine** Menge Luft oder eine andere nicht retardierte Chemikalie und messen, wie lange es dauert, bis diese den MSD erreicht. Mit dieser Zeitmessung können Sie den Säulenfluss berechnen. (Siehe gegebenenfalls „**Kalibrieren der Säulenfluss-Lineargeschwindigkeit in einem 7890 GC**“ auf Seite 106. Informationen zum 8890 GC finden Sie im 8890 GC Benutzerhandbuch.

## Steuerung des Wasserstoffflusses für JetClean

Die JetClean-Option verwendet Wasserstoffgas zum Reinigen der Ionenquelle. Der Mass Flow Controller (MFC) des JetClean-Systems leitet Wasserstoff durch die CI-Leitung im GC/MSD-Interface zum Analyzer. Die Flussrate wird von der MassHunter GC/MS Acquisition-Software gesteuert. Das JetClean-System wird nur auf turbobasierten Systemen mit einer inerten Elektronenstoß-Ionenquelle oder einer EI-HES unterstützt. (Siehe „**Einstellen des Betriebsmodus für das optionale JetClean-System**“ auf Seite 142.)

## Belüften des MSD

Das DS führt Sie durch den Belüftungsprozess. Er schaltet die GC- und MSD-Heizungen und die Diffusionspumpenheizung oder die Turbopumpe zum korrekten Zeitpunkt aus. Er überwacht außerdem die Temperaturen im MSD und zeigt an, wenn der MSD zu belüften ist.

Der MSD **wird** durch fehlerhafte Belüftung beschädigt. Eine Diffusionspumpe strömt verdampfte Pumpenflüssigkeit zurück auf den Analyzer, wenn der MSD entlüftet wird, bevor die Diffusionspumpe vollständig abgekühlt ist. Eine Turbopumpe wird beschädigt, wenn die normale Betriebsgeschwindigkeit um über 50 % während der Entlüftung überschritten wird.

### **WARNUNG**

Stellen Sie sicher, dass das GC/MSD-Interface und die Analyzerbereiche kühl sind (unter 100 °C), bevor Sie den MSD belüften. Eine Temperatur von 100 °C ist heiß genug, um die Haut zu verbrennen; tragen Sie, beim Umgang mit Analyzerteilen immer Stoffhandschuhe.

### **WARNUNG**

Wenn Wasserstoff als Trägergas oder im JetClean-System verwendet wird, müssen die Absperrventile des Trägergases und der Zufuhr zum JetClean-System vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „[Wasserstoff-Sicherheit](#)“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### **WARNUNG**

Öffnen Sie auf keinen Fall das Belüftungsventil und schalten Sie auf keinen Fall die Vakuumpumpen aus, ohne vorher die Absperrventile aller Wasserstoffzuleitungen zum Analyzer zu schließen. Dies bezieht sich sowohl auf Wasserstoff als Trägergas als auch auf Wasserstoff für das JetClean-System.

#### ACHTUNG

Belüften Sie niemals den MSD durch Lufteinlass an einem der Enden des Vakuumschlauchs. Verwenden Sie das Entlüftungsventil oder entfernen Sie die Säulenmutter und die Säule.

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

Überschreiten Sie nicht den maximal empfohlenen Gesamt-Gasfluss. (Siehe [Tabelle 3](#) auf Seite 20.)

Vollständige Anweisungen zum Belüften finden Sie unter „[Belüften des MSD](#)“ auf Seite 149.

# Anzeige von MSD-Temperatur und Vakuum bei Manuellem Tuning

Zur Ausführung dieser Aufgabe können Sie auch den Bereich GC Control (GC-Steuerung) verwenden. (Siehe „**Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur**“ auf Seite 114.) Informationen zum 8890 GC finden Sie im 8890 GC Benutzerhandbuch.

## Vorgehensweise

- 1 In der Anzeige **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **Edit Tune Parameters** (Ändern der Tuning-Parameter) aus dem Menü Geräte, um den Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning) anzuzeigen.
- 2 Klicken Sie auf dem Reiter **Values** (Werte), um die MSD-Temperaturen und das Vakuum anzuzeigen. (Siehe **Abbildung 32** und **Abbildung 33** auf Seite 131).

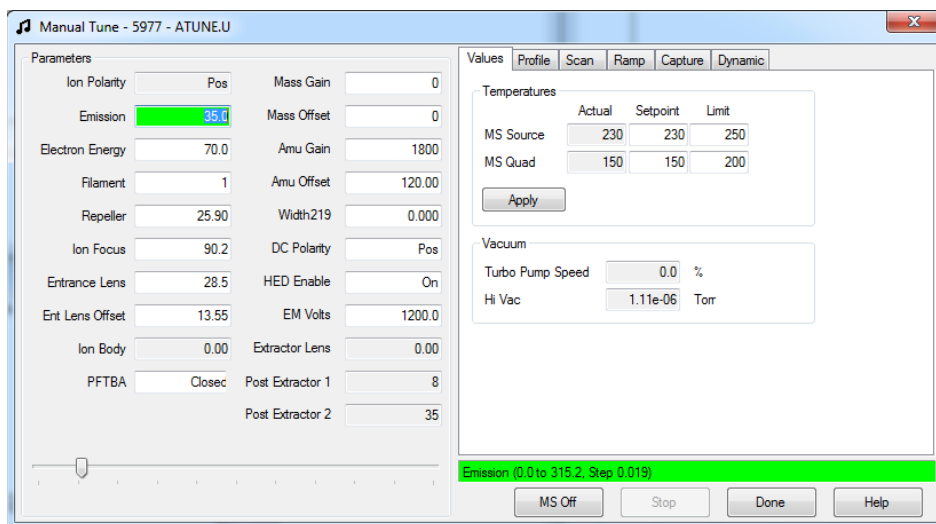


Abbildung 32. Reiter Manuelles Tuning-Werte

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Anzeige von MSD-Temperatur und Vakuum bei Manuellem Tuning

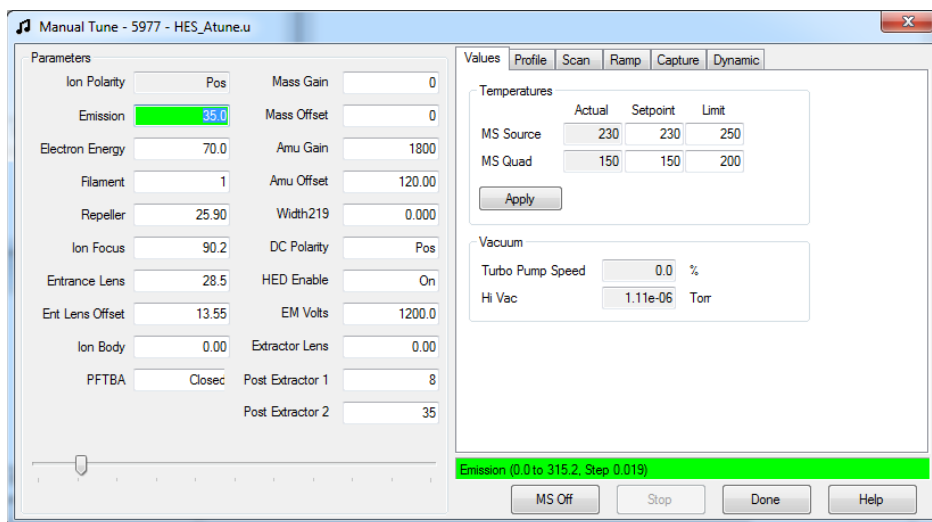


Abbildung 33. Reiter HES Manuelles Tuning-Werte

- 3 Um einen Temperatur-**Setpoint** (Sollwert) oder **Limit** (Grenzwert) zu ändern, erfassen Sie die neuen Parameter und klicken Sie auf **Apply** (Übernehmen).

Temperatur-Soll- oder Grenzwerte können nicht geändert werden, bis der Vorvakuumdruck weniger als 300 mTorr beträgt, oder die Turbopumpe mit mindestens 80 % Geschwindigkeit läuft. Die MSD-Heizungen bleiben solange ausgeschaltet, wie die Diffusionspumpe kalt ist oder sich die Turbopumpe mit weniger als 80 % ihrer normalen Geschwindigkeit dreht. Normalerweise liegt der Vorvakuumdruck unter 100 mTorr, oder die Geschwindigkeit der Turbopumpe liegt bei 100 %.

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

# Bildschirme einstellen für MSD Temperatur- und Vakuumzustand

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

## Vorgehensweise

- 1 In der Anzeige **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **Edit Monitors** (Ändern Bildschirme) aus dem **Instrument** (Geräte)-Menü, um den Dialog **Select Monitors** (Bildschirm auswählen) anzuzeigen. (Siehe [Abbildung 34](#).)

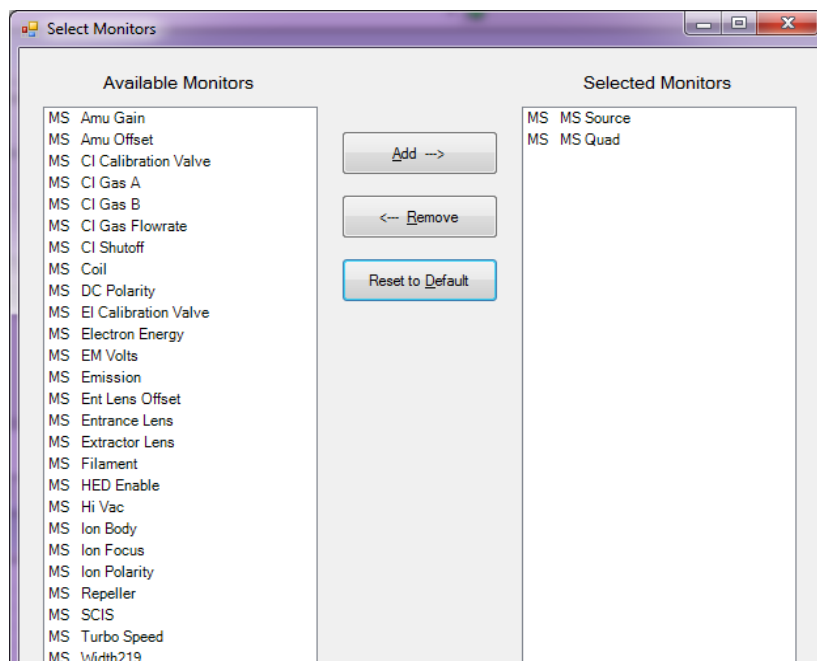


Abbildung 34. Dialogfeld „Bildschirme auswählen“

- 2 In der Spalte **Available Monitors** (Verfügbare Bildschirme) wählen Sie einen Bildschirm und klicken Sie auf **Add** (Hinzufügen), um die Auswahl in die Spalte **Selected Monitors** (Ausgewählte Bildschirme) zu ziehen. Wiederholen Sie das bei weiteren Bildschirmen.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Bildschirme einstellen für MSD Temperatur- und Vakuumzustand

- 3 Klicken Sie auf **OK**. Die neuen Bildschirme werden in der unteren rechten Ecke des Fensters **Instrument Control** (Gerätesteuerung) übereinander gestapelt.
- 4 Wählen Sie **Window (Fenster) > Arrange Monitors** (Bildschirme anordnen), oder klicken Sie auf den gewünschten Bildschirm und ziehen Sie ihn auf die gewünschte Position. (Siehe **Abbildung 35**.)

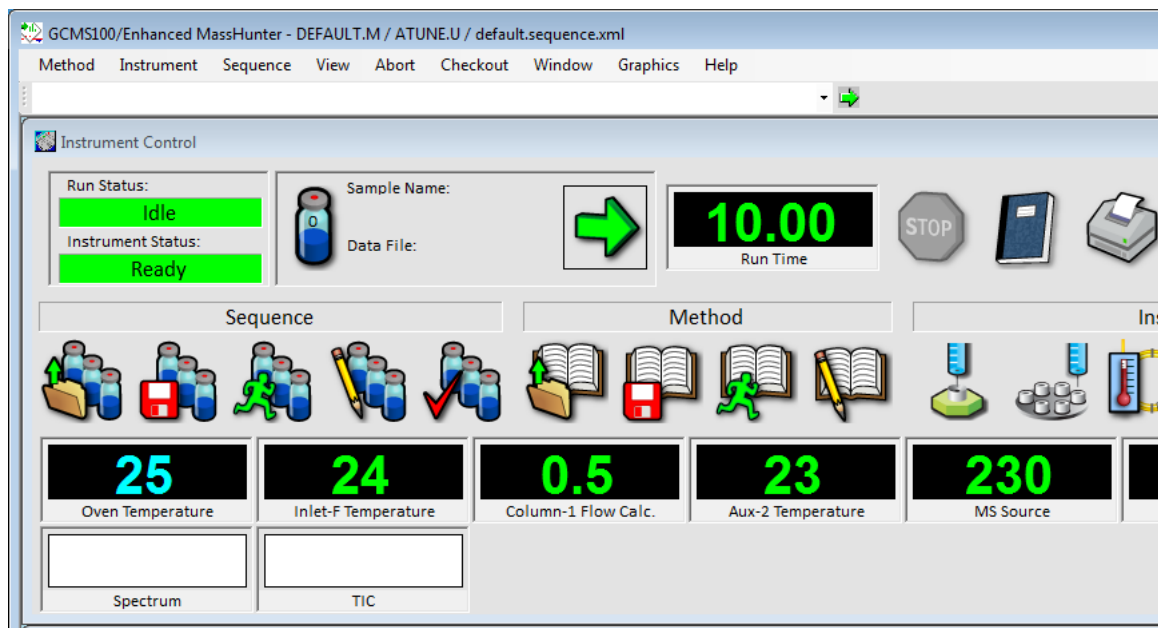
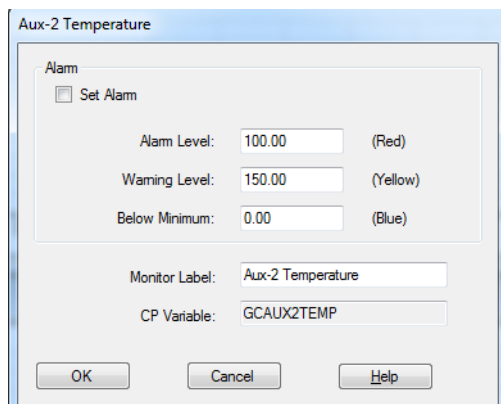


Abbildung 35. Anordnen von Bildschirmen

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Bildschirme einstellen für MSD Temperatur- und Vakuumzustand

- 5 Um einen Bildschirm-Alarm einzurichten, doppelklicken Sie auf einen in der Gerätesteuerungs-Ansicht gezeigten Bildschirm, um den Dialog dieses Bildschirms zur Einrichtung des Alarms zu öffnen. (Siehe **Abbildung 36.**)



The screenshot shows a dialog box titled "Aux-2 Temperature". Inside, there is a section labeled "Alarm" with a checkbox "Set Alarm". Below this, there are three input fields: "Alarm Level" with the value "100.00" and the label "(Red)", "Warning Level" with the value "150.00" and the label "(Yellow)", and "Below Minimum" with the value "0.00" and the label "(Blue)". Further down, there are two more input fields: "Monitor Label" with the value "Aux-2 Temperature" and "CP Variable" with the value "GCAUX2TEMP". At the bottom of the dialog, there are three buttons: "OK", "Cancel", and "Help".

Abbildung 36. Alarmeinstellungen des Bildschirms

- a Wählen Sie das Kästchen **Set Alarm** (Alarm Einrichten).
  - b Stellen Sie **Warning Level** (Warnstufe), **Alarm Level** (Alarmstufe) und **Below Minimum** (Unterhalb des Minimums) auf die geeigneten Werte ein.
  - c Erfassen Sie einen Beschreibungstext im Feld **Monitor Label** (Bildschirm-Bezeichnung), falls die Standard-Bezeichnung unpassend ist.
  - d Klicken Sie auf **OK**, um die Alarmkonfiguration des Bildschirms fertigzustellen.
- 6 Um die neuen Einstellungen zum Teil der Methode zu machen, speichern Sie die Methode.

# Einstellen der Analyzer-Temperaturen über die Gerätesteuerungs-Ansicht

MSD-Ionenquelle und Temperaturen des Quad werden in der aktuellen Tuning-Datei (\*.u) gespeichert. Wenn eine Methode geladen wird, werden die Sollwerte aus der mit dieser Methode verknüpften Tuning-Datei automatisch heruntergeladen.

## Vorgehensweise

- 1 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **MS Temperatures** (MS-Temperaturen) aus dem Menü **Instrument** (Geräte). (Siehe [Abbildung 37.](#))

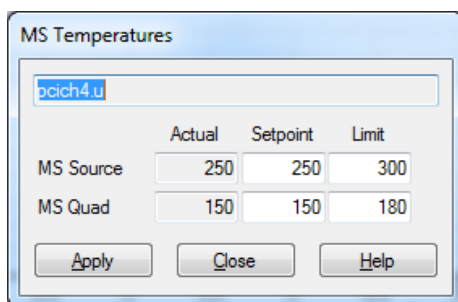


Abbildung 37. Dialogfeld „MS-Temperatur“

- 2 Erfassen Sie die **MS Source** (MS-Quelle) und **MS-Quad**-(Massenfilter)-Temperaturen in den Feldern **Setpoint** (Sollwert) und **Limit** (Grenzwert). (Siehe [Tabelle 9.](#))

**Tabelle 9** Empfohlene Temperatureinstellungen

|           | EI-Betrieb | PCI-Betrieb | NCI-Betrieb |
|-----------|------------|-------------|-------------|
| MS-Quelle | 230        | 250         | 150         |
| MS Quad   | 150        | 150         | 150         |

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Einstellen der Analyzer-Temperaturen über die Gerätesteuerungs-Ansicht

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

#### ACHTUNG

**Überschreiten Sie nicht 200 °C beim Quadrupol oder 350 °C bei der Quelle.**

- 3 Um die neuen Temperaturparameter an die aktuell geladene Tuning-Datei zu senden und diese Parameter in den MSD herunterzuladen, klicken Sie auf **Apply** (Übernehmen).
- 4 Klicken Sie auf **Close** (Schließen), um den Dialog zu verlassen. Falls Änderungen an Parametern gemacht wurden, wird der Dialog **Save MS Tune File** (Speichern MS-Tuning-Datei) angezeigt. Klicken Sie auf **OK**, um Ihre Änderungen in derselben Datei zu speichern oder tippen Sie einen neuen Dateinamen ein und klicken Sie auf **OK**. Klicken Sie auf **Cancel** (Abbrechen), um die an einem Parameter gemachten Änderungen zu verwerfen.

# Einstellen der GC/MSD-Interface-Temperaturen über MassHunter

## Vorgehensweise

- 1 Wählen Sie in der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) die Option **Instrument>GC Edit Parameters** (Gerät > GC Änderung Parameter).
- 2 Klicken Sie auf das Symbol **Aux Heaters** (Aux-Heizung), um die Interface-Temperatur zu ändern. (Siehe **Abbildung 38.**)

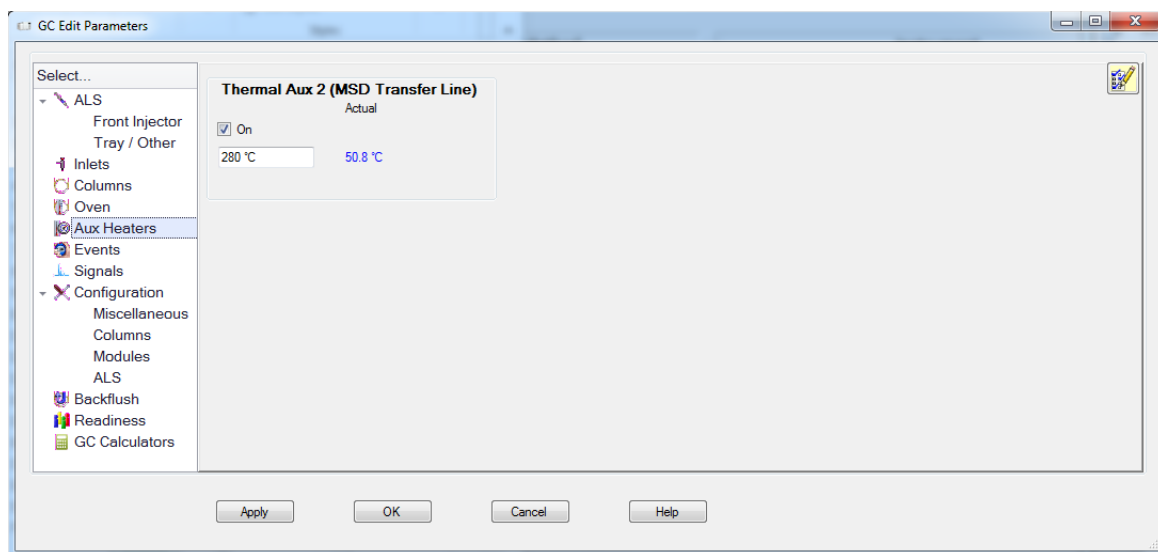


Abbildung 38. Fenster mit den 8890 GC-Editierungsparametern

- 3 Wählen Sie **On** (Ein), um die Heizung einzuschalten und tippen Sie den Sollwert in die **Value °C** (Wert °C) Spalte. Der typische Sollwert beträgt 280 °C.

### ACHTUNG

Stellen Sie sicher, dass das Trägergas eingeschaltet und die Säule entlüftet ist, bevor das GC/MSD-Interface oder der GC-Ofen beheizt werden.

Überschreiten Sie beim Einstellen der GC/MSD-Interface-Temperatur nie das Maximum für Ihre Säule.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Überwachen von hohem Vakuumdruck

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

# Überwachen von hohem Vakuumdruck

Drucküberwachung erfordert ein optionales G3397B Mikro-Vakuummessgerät.

## WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden, muss der Trägergasfluss vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „**Wasserstoff-Sicherheit**“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass die Absperrventile der Wasserstoffzufuhr geschlossen sind, wenn Sie Wasserstoff als Trägergas oder für das JetClean-System verwenden.
- 2 Starten Sie den MSD und pumpen Sie ihn ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)
- 3 Wählen Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) im Menü **Vacuum** (Vakuum) die Option **Turn Vacuum Gauge on/off** (Vakuummessgerät ein-/ausschalten) aus.
- 4 Wählen Sie **Manual Tune** (Manuelles Tuning) aus dem Menü **Parameters** (Parameter)-, um den Dialog Manuelles Tuning anzuzeigen.
- 5 Wählen Sie den Reiter **Values** (Werte), um den HiVac-Messwert abzulesen. (Siehe **Abbildung 39**.)

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Überwachen von hohem Vakuumdruck

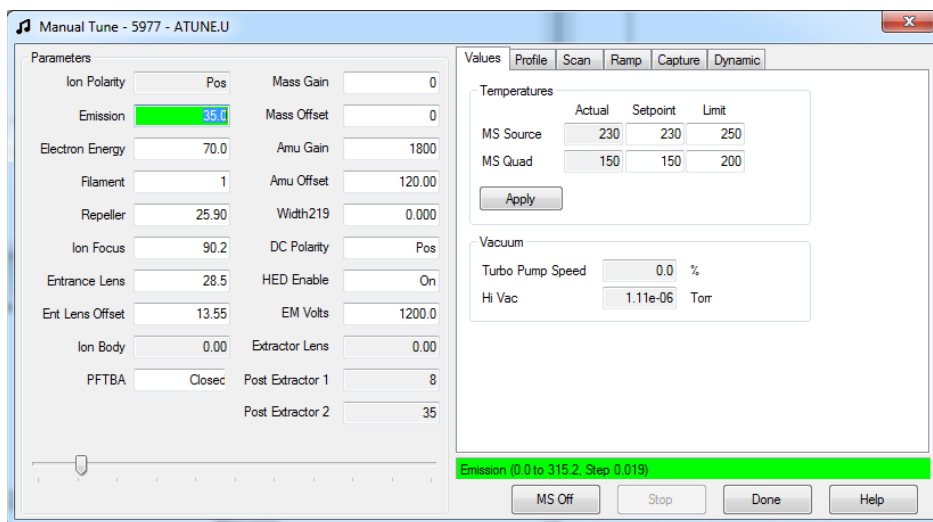


Abbildung 39. HiVac-Messwert im Reiter mit den Werten des manuellen Tunings

Den größten Einfluss auf den Betriebsdruck im EI-Modul, hat der Trägergasfluss (Säulenfluss). **Tabelle 10** listet typische Drücke für verschiedene Helium-Trägergasflüsse auf. Diese Drücke sind ungefähre Werte und variieren von Gerät zu Gerät um ca. 30 %.

**Tabelle 10 Ionen-Vakuummessgerät-Messwert**

| Säulenflussrate,<br>ml/Min | Optionale<br>Messgerät-Anzeige,<br>Torr<br><i>Turbopumpe</i> | Messwert an der<br>Messvorrichtung, Torr<br><i>Diffusionspumpe</i> | Vorvakuum-Messwert,<br>mTorr<br><i>Diffusionspumpe</i> |
|----------------------------|--------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| 0,5                        | 3.18E-06                                                     | 2.18E-05                                                           | 34,7                                                   |
| 0,7                        | 4.42E-06                                                     | 2.59E-05                                                           | 39,4                                                   |
| 1                          | 6.26E-06                                                     | 3.66E-05                                                           | 52,86                                                  |
| 1,2                        | 7.33E-06                                                     | 4.46E-05                                                           | 60,866                                                 |
| 2                          | 1.24E-05                                                     | 7.33E-05                                                           | 91,784                                                 |
| 3                          | 1.86E-05                                                     | 1.13E-04                                                           | 125,76                                                 |
| 4                          | 2.48E-05                                                     |                                                                    |                                                        |
| 6                          | 3.75E-05                                                     |                                                                    |                                                        |

Wenn der Druck durchweg höher ist als aufgelistet, schlagen Sie die Informationen zu Problembehebung bei Luftleckage und anderen Vakuum-Problemen in der Online-Hilfe in der Agilent MassHunter GC/MS-Akquisition-Software nach.

In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) können Sie eine MSD-Überwachung für diese Vakuum-Messwerte einrichten. Das Vakuum kann auch am Bedienfeld des GC der Serien 8890 oder 7890 oder auf dem Bildschirm Manuelles Tuning abgelesen werden.

## Tuning des MSD in EI-Modus

Sie können auch die 7890B GC-Bedientastatur verwenden, um das derzeit in MassHunter geladene Autotuning durchzuführen. (Siehe „**Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur**“ auf Seite 114.)

### Vorgehensweise

- 1 Laden Sie die Methode, die zur Datenakquisition verwendet werden soll.
- 2 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) bestätigen Sie, dass die korrekte Tuning-Datei angezeigt wird. Bei den meisten Anwendungen liefert **Autotune** gute Ergebnisse.
- 3 Um eine andere Tuning-Datei auszuwählen, wählen Sie **MS Tune File** (MS Tuning-Datei) im Menü **Instrument** (Geräte), um den Dialog **Select Tune File** (Auswahl Tuning-Datei) anzuzeigen. Der Bereich **Settings** (Einstellungen) zeigt die wichtigen Parameter für eine ausgewählte Tuning-Datei.

Die Tuning-Datei muss zur Ionenquellen-Art im Analyzer passen. Wenn Sie eine EI-Quelle verwenden, wählen Sie eine Tuning-Datei, die für eine EI-Quelle erzeugt wurde.

- 4 Klicken Sie auf das Symbol **MS Tune** (MS Tuning), um den Dialog **Select Tune Type** (Auswahl Tuning-Typ) anzuzeigen. (Siehe **Abbildung 40**.)

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Tuning des MSD in EI-Modus

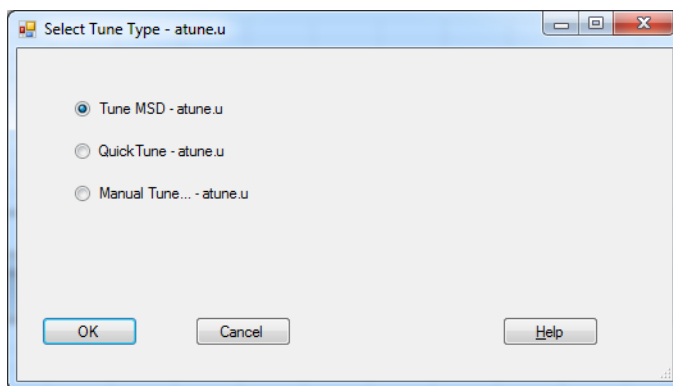


Abbildung 40. Dialog zur Auswahl des Tuning-Typs

- 5 Wählen Sie **Tune MSD** (MSD Tunen), um ein vollständiges Autotuning auszuführen, oder wählen Sie **Quick Tune** (Schnell-Tuning), um die Peakbreite, Massenzuordnung und Abundanz ohne Änderung der Ionenverhältnisse anzupassen.
- 6 Klicken Sie **OK**, um diesen Dialog zu schließen und das Tuning zu beginnen. Sind die MSD-Temperaturen nicht stabil, werden Sie aufgefordert zu warten oder sich über das Warten durch Klicken auf **Override** (Überbrücken) hinwegzusetzen.
- 7 Warten Sie auf den Abschluss des Tunings und erzeugen Sie den Bericht.
- 8 Um die Tuning-Resultate auszuwerten, wählen Sie **Evaluate Tune** (Tuning auswerten) im Menü **Checkout** in der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung).

Um die Historie der Tuning-Ergebnisse anzusehen, wählen Sie in der Ansicht **Checkout>View Previous Tunes....** (Gerätesteuerung Checkout > Vorherige Tunings ansehen...).

Um Ihren MSD manuell zu tunen oder spezielle Autotunings auszuführen, wählen Sie im Menü **View** (Ansicht) die Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tuning- und Vakuum-Steuerung). Zusätzliche Informationen zum Tuning finden Sie in den Handbüchern oder in der Online-Hilfe, die mit Ihrer MassHunter GC/MS Acquisiton-Software mitgeliefert wurden.

# Einstellen des Betriebsmodus für das optionale JetClean-System

#### Vorgehensweise:

- 1 Klicken Sie in der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) auf das Symbol **MS Parameters** (MS-Parameter).
- 2 Wählen Sie im Navigationsfeld „Single-Quadrupol-MS Methodeditor“ den Reiter **JetClean**. (Siehe **Abbildung 41**.)
- 3 Wählen Sie aus dem Dropdown-Menü **Operation** (Betrieb) einen Modus.

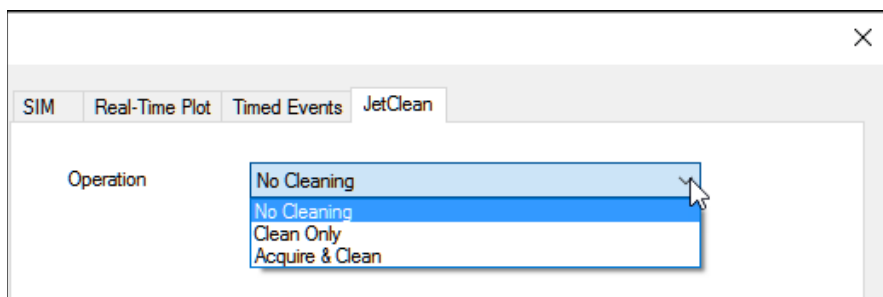


Abbildung 41. Auswahl des JetClean-Betriebsmodus

Für ausführliche Informationen über das JetClean-System siehe das *JetClean Benutzerhandbuch*.

# Einstellen der JetClean-Parameter für den Modus „Nur reinigen“

## Vorgehensweise:

- 1 Klicken Sie in der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) auf das Symbol **MS Parameters** (MS-Parameter).
- 2 Wählen Sie im „Single-Quadrupol-MS Methodeneditor“ den Reiter **JetClean**. (Siehe [Abbildung 42.](#))
- 3 Wählen Sie aus dem Dropdown-Menü **Operation** (Betrieb) die Option **Clean Only** (Nur reinigen).

JetClean

Operation: Clean Only

**Cleaning**

Hydrogen flow: 0.13 mL/min  
(limited to steps of 0.0666 mL/min)

Filament: Filament 2

Emission: 10 µA

Source Temperature: 230 °C

Quadrupole Temperature: 150 °C

Duration: 1.3 min

**Post Cleaning**

For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.

Stabilization Duration: 10.0 min

Clean Only OK Cancel Help

Abbildung 42. Einstellung des JetClean auf den Modus „Nur reinigen“

- 4 Geben Sie die Parameter ein, die Sie von Ihrem Methodenentwickler erhalten haben.
- 5 Speichern Sie die Methode.

## Prüfen der EI-Systemleistung

### Für eine EI-HES benötigte Materialien

- 10 fg/µl OFN Prüfstandard 3 x 1 ml (5190-0585)

### Für eine EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle benötigte Materialien

- 1 pg/µl OFN EI Prüfstandard 3 x 1 ml (5188-5348)

### Prüfen der Tuning-Leistung

- 1 Stellen Sie sicher, dass das System für mind. 60 Minuten abgepumpt hat.
- 2 Stellen Sie die GC-Ofentemperatur auf 150 °C und den Säulenfluss auf 1,0 mL/Min.
- 3 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **Checkout Tune** (Tuning Checkout) aus dem Menü **Checkout**. Die Software führt einen Autotune-Vorgang durch und druckt den Bericht.
- 4 Nachdem das Autotuning abgeschlossen ist, speichern Sie die Methode und dann wählen Sie **Evaluate Tune** (Tuning auswerten) aus dem Menü **Checkout**. Die Software wertet den letzten Autotune-Vorgang aus und druckt den Bericht „System Verification – Tune“.

### Überprüfen der Empfindlichkeitsleistung

- 1 Treffen Sie Vorbereitungen zur Injektion von 1 µl der oben in den für Ihren Quellentyp angegebenen Materialien gezeigten Checkout-Probe, entweder mit dem automatischen Flüssigprobengeber oder manuell.
- 2 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **Sensitivity Check** (Empfindlichkeitsprüfung) aus dem Menü **Checkout**. Das System zeigt einen Erinnerungsdiallog **Alert** (Warnmeldung) über die Auflösung der OFN\_SN Methode und Platzierung des OFN-Musters in Phiole 1 wenn ein automatischer Flüssigprobengeber konfiguriert ist.
- 3 Falls notwendig, zerlegen Sie Ihre Hardware mit dieser Methode und platzieren Sie das Muster in die Position der Probenflasche 1.
- 4 Klicken Sie auf **OK**, um die Methode durchzuführen.

Nach Abschluss der Methode wird ein Auswertungsbericht gedruckt.

Überprüfen Sie, ob das Signal/Rausch-Verhältnis den veröffentlichten Spezifikationen entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Website von Agilent unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

## Durchführung von Tests mit hohen Massen

### Benötigte Materialien

- PFHT Checkout-Probe für hohe Massen 3 × 1 ml (5188-5357)

### Vorgehensweise

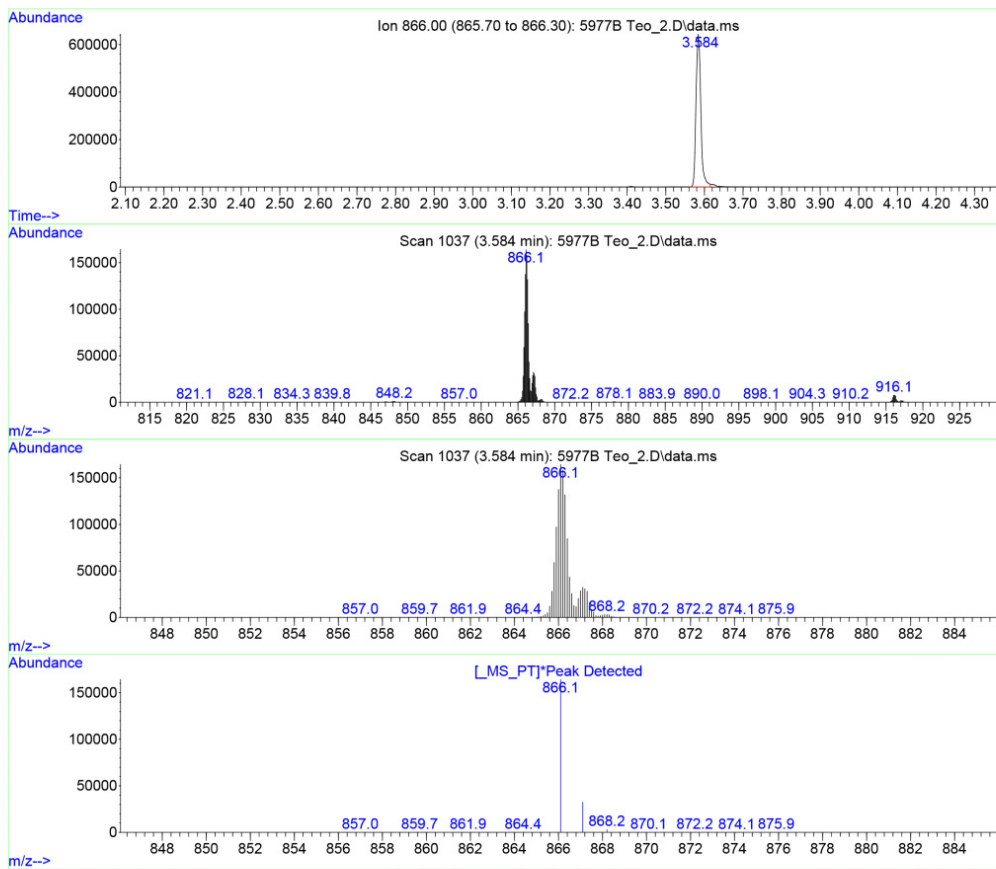
- 1    Laden Sie eine Autotune-Datei (atune.u, HES\_atune.u, etune.u) und führen Sie dann einen Autotune-Vorgang für den MSD aus. (Siehe „**Tuning des MSD in EI-Modus**“ auf Seite 140.)
- 2    Auflösung der PFHT.M-Methode unter  
MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M  
wobei X die Nummer des verwendeten Geräts darstellt.
- 3    Aktualisieren und speichern Sie die Methode.
- 4    Laden Sie das PFHT Kalibrierungs-Muster in eine Phiole und stellen Sie diese in die Position 2.
- 5    In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **High Mass Check** (Hochmassen-Prüfung) aus dem Menü **Checkout**.
- 6    Folgen Sie den Anweisungen am Bildschirm.
- 7    Nach 5 Minuten ist die Analyse abgeschlossen und die Ergebnisse werden gedruckt. (Siehe **Abbildung 43** auf Seite 146.)

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Durchführung von Tests mit hohen Massen

#### PFHT High Mass Report

Data File : E:\MassHunter\GCMS\3\DATA\5977B Teo\_2.D Vial: 1  
 Acq On : 21 Mar 2016 08:29 Operator:  
 Sample : Inst : 5977B HES  
 Misc : Multiplr: 1.00  
 Barcode : Expected= <none> Actual=ERR Sample Amount:0.00  
 MS Integration Params: NA



| Mass   | Actual | Isotope | Abund  | Isotope | Ratio | Relative | Wid50% | Wid10% | Valley |
|--------|--------|---------|--------|---------|-------|----------|--------|--------|--------|
| 866.00 | 866.10 | 867.10  | 164416 | 32352   | 19.68 | 100.00   | 0.545  | 1.04   | 1686   |
| 867.00 | 867.10 | 868.20  | 32352  | 3114    | 9.63  | 19.68    | 0.545  | 1.04   | 1686   |
| 916.00 | 916.10 | 917.00  | 7702   | 1869    | 24.27 | 4.68     | 0.000  | 0.00   | 0      |

Abbildung 43. PFHT Hochmassen-Bericht

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Durchführung von Tests mit hohen Massen

#### Ergebnisse

Die Ergebnisse geben die empfohlenen Mengen zur Anpassung **AMU Offset** für hohe Massen an. Sind Ihre Ergebnisse innerhalb 5 Einheiten der Zielmenge, dann müssen keine Anpassungen durchgeführt werden.

#### Anpassungen

- 1 Überprüfen Sie, ob die Autotune-Datei (atune.u, HES\_atune.u, etune.u) geladen wurde.
- 2 In der Anzeige **Instrument Control** (Gerätesteuerung) wählen Sie **Edit Tune Parameters** (Ändern der Tuning-Parameter) aus dem Menü **Instrument** (Geräte), um den Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning) anzuzeigen.
- 3 Klicken Sie auf den Reiter **Dynamic** (Dynamisch) und dann klicken Sie auf den untergeordneten Reiter **Amu Offset**.
- 4 Wählen Sie das Kontrollkästchen **Enable This Lens** (Diese Linse aktivieren).
- 5 Erfassen Sie die empfohlene dynamische Offset-**Voltage (V)** (Spannung (V)) und klicken Sie auf **OK**.
- 6 Klicken Sie auf **Save** (Speichern), um dieses dynamische **Amu Offset** für die hohen Massen zu speichern.

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

Wenn ein Autotune-Vorgang ausgeführt wird, überschreibt sie dieses dynamische **Amu Offset**, das eingegeben war. Deshalb sollten Sie das Tuning umbenennen.

- 7 Klicken Sie auf **Done** (Erledigt), um den Dialog Manuelles Tuning zu schließen.
- 8 Laden Sie den PFHT.M, dann laden Sie die gespeicherte Tuning-Datei und danach speichern Sie die Methode.
- 9 Führen Sie Testkombinationen erneut aus (wiederholen Sie den Checkout von hohen Massen). Wenn die Korrektur im Bereich von 5 Einheiten liegt, sind keine weiteren Anpassungen erforderlich.

## Öffnen der MSD-Abdeckungen

Wenn Sie eine der MSD-Abdeckungen öffnen müssen, befolgen Sie diese Verfahrensweisen.



### Abnehmen der Fensterabdeckung des Analyzers

Drücken Sie den gerundeten Bereich oben am Fenster herunter, neigen Sie das Fenster leicht nach vorne und heben Sie es vom MSD ab. (Siehe **Abbildung 44.**)

#### ACHTUNG

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

Fensterabdeckung des  
Analyzer

Griff

Analyzer-Abdeckung



Abbildung 44. Abdeckungen des 5977B MSD



Ziehen Sie den Griff auf der Seite des MSD nach links und unten, um den Magnetriegel zu lösen und die Abdeckung zu öffnen. Die Abdeckung ist durch Scharniere befestigt. (Siehe **Abbildung 44.**)

#### WARNUNG

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

## Belüften des MSD

Mit der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software können Sie Parameter für eine GC-Methode festlegen, mit denen der Belüftungsprozess automatisiert und beschleunigt wird, sobald eine direkte Kommunikation (DCOMM) mit dem GC hergestellt wird. Zur Verwendung dieser Option müssen Sie eine Schnellbelüftungsmethode vordefinieren. Informationen zur Konfiguration einer Schnellbelüftungsmethode finden Sie in der Online-Hilfe für die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software.



### Vorgehensweise

Agilent empfiehlt, dass Sie eine Entlüftungsmethode erzeugen und speichern, um sicherzustellen, dass das GC/MSD-Interface und der MSD auf sichere Temperaturen eingestellt werden.

- 1 Wenn Sie keine LVDS- oder DCOMM-Kommunikation zwischen GC und MSD haben, wählen Sie in der Ansicht **Gerätesteuerung GC-Parameter** aus dem Menü **Instrument** (Geräte), um den Dialog **GC Edit Parameters** (GC-Bearbeitungsparameter) anzuzeigen. Wählen Sie **Ofen** und stellen Sie die Ofentemperatur auf die Raumtemperatur ein. Wählen Sie auch **Aux-Heizungen (MSD-Übertragungsleitung) und Einlässe** und stellen Sie diese Temperaturen auf die Raumtemperatur ein. Klicken Sie auf **OK**, um den Dialog zu schließen und senden Sie diese Temperatur zum GC.

### WARNUNG

Wenn Wasserstoff als Trägergas oder im JetClean-System verwendet wird, müssen die Absperrventile des Trägergases und der Zufuhr zum JetClean-System vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „**Wasserstoff-Sicherheit**“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### ACHTUNG

Stellen Sie sicher, dass GC-Ofen und GC/MSD-Interface kühl sind, bevor der Trägergasfluss abgeschaltet wird, um Schaden an der Säule zu verhindern.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Belüften des MSD

- 2 In der **Instrument Control** view (Ansicht Gerätesteuerung) im **Instrument menu** (Menü Geräte) wählen Sie **MS Vacuum Control** (MS Vakuumsteuerung), um den Dialog **Vacuum Control** (Vakuumsteuerung) anzuzeigen. (Siehe **Abbildung 45** auf Seite 150.)

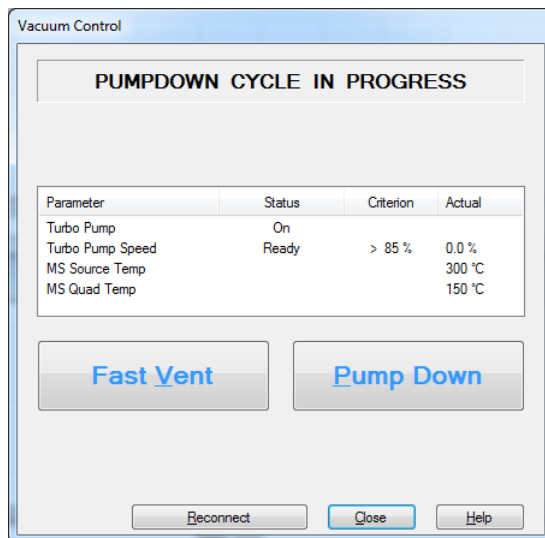


Abbildung 45. Dialog zur Vakuumsteuerung

- 3 Nehmen Sie die Fensterabdeckung des Analyzers ab. (Siehe „**Öffnen der MSD-Abdeckungen**“ auf Seite 148.)
- 4 Klicken Sie auf **Fast Vent** (Schnellbelüftung), wenn Ihr System eine DCOMM-Kommunikation zwischen GC und MSD unterstützt, oder andernfalls auf **Vent** (Belüften). Wenn Ihr System DCOMM unterstützt, lädt MassHunter die Schnellbelüftungsmethode, um den GC-Ofen und die Heizungen der Verbindung, die Heizungen für Ionenquelle und Quad und die Turbopumpe abzuschalten.  
Wenn Ihr System DCOMM nicht unterstützt wird oder wenn DCOMM abgeschaltet wurde, stellen Sie bei Aufforderung die Heizung des GC/MSD-Interface und die GC-Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur (Raumtemperatur) ein.
- 5 Schalten Sie den MSD am Netzschalter aus. (Siehe **Abbildung 1** auf Seite 21.)
- 6 Ziehen Sie das Netzkabel vom MSD ab.

**WARNUNG**

Wählen Sie in der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software nicht die Ansicht Gerätesteuerung, während der MSD belüftet wird. Hierdurch wird die Heizung für die Verbindung aktiviert.

**WARNUNG**

Öffnen Sie auf keinen Fall das Belüftungsventil, ohne vorher die Absperrventile aller möglichen Wasserstoffzuleitungen zum Analyzer zu schließen. Dies erfordert das Schließen des Wasserstoffabsperrventils zum Trägergasflussmodul und des Absperrventils der Zufuhr zum JetClean-System, wenn Ihr Gerät über eine dieser Wasserstoffzufuhrleitungen verfügt.

- 7 Schließen Sie die Absperrventile zu Wasserstoffzufuhrleitungen in den Analyzer, sofern Ihr Gerät über solche verfügt.
- 8 Bei Aufforderung drehen Sie den Entlüftungs-Ventilknopf im Uhrzeigersinn *nur* eine 3/4 Drehung oder bis Sie ein zischendes Geräusch von Luft, die in die Analyzerkammer fließt, hören. (Siehe [Abbildung 46.](#))

Belüftungs-  
ventilregler



Abbildung 46. Belüftungsventilregler

Drehen Sie den Knopf **nicht** zu weit, denn der O-Ring kann aus seiner Rille rutschen.

# Abpumpen des MSD

Zur Ausführung dieser Aufgabe können Sie auch die Bedientastatur des 8890 oder 7890B GC verwenden. (Siehe auch „**Betrieb des MSD über die 7890 GC-Bedientastatur**“ auf Seite 114.)

## WARNUNG

Stellen Sie sicher, dass alle in der Einführung dieses Kapitels aufgeführten Bedingungen erfüllt sind, bevor Sie den MSD starten und abpumpen. (Siehe „**Vor dem Einschalten des MSD**“ auf Seite 124.) Andernfalls können Personen zu Schaden kommen.

## WARNUNG

Öffnen Sie auf keinen Fall das Belüftungsventil, ohne vorher die Absperrventile aller möglichen Wasserstoffzuleitungen zum Analyzer zu schließen. Dies erfordert das Schließen des Wasserstoffabsperrventils zum Trägergasflussmodul und des Absperrventils der Zufuhr zum JetClean-System, wenn Ihr Gerät über eine dieser Wasserstoffzufuhrleitungen verfügt. Lesen Sie den Abschnitt „**Wasserstoff-Sicherheit**“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

## ACHTUNG

Agilent rät von der Verwendung von Wasserstoff als Trägergas auf Systemen mit einer IDP3-Vorpumpe ab.



### Vorgehensweise

- 1 Nehmen Sie die Fensterabdeckung des Analyzers ab und öffnen Sie die Analyzer-Abdeckung. (Siehe „**Öffnen der MSD-Abdeckungen**“ auf Seite 148.)
- 2 Überprüfen Sie, ob das Einlassventil der Vorvakuumpumpe geöffnet ist.

## WARNUNG

Öffnen Sie das Belüftungsventil nicht, ohne vorher zu prüfen, ob das Absperrventil für die Wasserstoffzufuhr zum JetClean-System geschlossen ist, wenn das optionale JetClean-System installiert ist. Beachten Sie die Warnhinweise zur Wasserstoffsicherheit im Benutzerhandbuch für das JetClean-System, wenn das Wasserstoff-Absperrventil geöffnet ist.

- 3 Falls das Belüftungsventil geöffnet ist, drehen Sie es im Uhrzeigersinn, bis es geschlossen ist. (Siehe **Abbildung 47** auf Seite 153.)

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Abpumpen des MSD

- 4 Öffnen Sie das Belüftungsventil, indem Sie es um 45 Grad gegen den Uhrzeigersinn drehen. (Siehe **Abbildung 47.**)

Belüftungs-  
ventilregler



Abbildung 47. Belüftungsventilregler

- 5 Überzeugen Sie sich, dass das MSD-Netzkabel in eine geerdete Gebäudesteckdose eingesteckt ist.
- 6 Schalten Sie den MSD ein, indem Sie den Schalter **On/Off** (Ein/Aus) an der Gerätevorderseite drücken.
- 7 Drücken Sie leicht auf die Seitenabdeckung, um sicherzustellen, dass diese dicht ist. Drücken Sie auf das Metallgehäuse auf der seitlichen Karte.
- 8 Schließen Sie das Belüftungsventil, wenn Sie ein Zischen hören. (Siehe **Abbildung 47.**)

Die Vorpumpe macht ein Gluckergeräusch. Dieses Geräusch sollte nach einer Minute aufhören. Ist das Geräusch weiter zu hören, gibt es eine **große** Luftleckage in Ihrem System, wahrscheinlich an der Dichtung der Seitenplatte, der Verbindung-Säulenmutter oder am Entlüftungsventil.

- 9 Starten Sie die Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software.

## 5 Betrieb im EI-Modus

### Abpumpen des MSD

- 10 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) im Menü Geräte wählen Sie **MS Vacuum Control** (MS Vakuum-Steuerung), um den Dialog **Vacuum Control** (Vakuum-Steuerung) anzuzeigen. (Siehe **Abbildung 48**.)

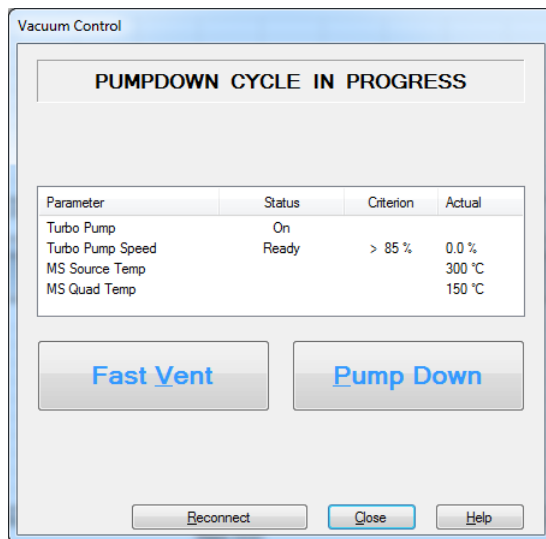


Abbildung 48. Dialog zur Vakuumsteuerung

- 11 Klicken Sie auf **Pump Down** (Abpumpen) im Dialog **Vacuum Control** (Vakuum-Steuerung) und befolgen Sie die Systemaufforderungen.

#### ACHTUNG

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

- 12 Schalten Sie bei entsprechender Aufforderung die GC/MSD-Interface-Heizung und den GC-Ofen ein. Klicken Sie danach auf **OK**.  
Die Software schaltet die Heizungen für Ionenquelle und Massenfilter (Quad) ein. Die Temperatursollwerte sind in der aktuellen Autotune-Datei (\*.u) gespeichert.
- 13 Nach die Meldung **Okay to run** (Okay zum Betrieb) erscheint, warten Sie 2 Stunden, bis der MSD sein thermisches Gleichgewicht erreicht. Daten, die vor dem Erreichen des thermischen Gleichgewichts im MSD erfasst werden, sind möglicherweise nicht reproduzierbar.
- 14 Wenn das JetClean-System verwendet wird, bereiten Sie das Wasserstoffsystem für den Gebrauch vor. Beachten Sie das Benutzerhandbuch des JetClean-Systems in Bezug auf Warnhinweise zur Wasserstoff-Sicherheit.

|                                                   |     |
|---------------------------------------------------|-----|
| Allgemeine Richtlinien                            | 156 |
| CI-Autotune                                       | 157 |
| Betrieb des CI-MSD                                | 159 |
| Abpumpen des MSD im CI-Modus                      | 160 |
| Einrichten der Software für den CI-Betrieb        | 161 |
| Betrieb des Reagenzgasfluss-Steuerungsmoduls      | 163 |
| Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses           | 166 |
| Verwendung anderer Reagenzgase                    | 170 |
| Ausführung eines PCI Auto-Tuning (nur Methan)     | 173 |
| Ausführung eines NCI Autotune (Methan-Reagenzgas) | 175 |
| Prüfen der PCI-Leistung                           | 177 |
| Prüfen der NCI-Leistung                           | 178 |
| Überwachen von hohem Vakuumdruck in CI-Modus      | 179 |

Dieses Kapitel liefert Informationen und Anleitungen zum Betrieb der MSD der 5977B Serie im CI-Modus. Die Informationen aus dem vorangegangenen Kapitel treffen zum Großteil auch hier zu.

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

Die Software enthält Anweisungen zum Einstellen des Reagenzgasflusses und zum Durchführen der CI-Autotune-Vorgänge. Autotune-Vorgänge stehen für die PCI mit Methanreagenzgas und für die NCI mit einem beliebigen Reagenzgas zur Verfügung.

Bei Verwendung des *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen* mit einem MSD wird die chemische Ionisierung (CI) derzeit nicht unterstützt.

## Allgemeine Richtlinien

- Verwenden Sie immer Methan höchster Reinheit (und andere Reagenzgase höchster Reinheit, sofern anwendbar). Methan muss eine Reinheit von mindestens 99,9995 % aufweisen.
- Stellen Sie immer sicher, dass der MSD im EI-Modus ordnungsgemäß arbeitet, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. (Siehe „**Prüfen der EI-Systemleistung**“ auf Seite 144.)
- Stellen Sie sicher, dass die CI-Quelle und Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface installiert sind.
- Stellen Sie sicher, dass die Reagenzgasleitung keine Luftleckagen aufweist. Dies wird im PCI-Modus durch eine Prüfung auf  $m/z$  32 nach dem Methan-Pretuning ermittelt.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlassleitung für das Reagenzgas mit Gasreinigern ausgestattet ist (für Ammoniak nicht zutreffend).

## CI-Autotune

Nachdem der Reagenzgasfluss angepasst wurde, sollten Linsen und Elektronik des MSD abgestimmt werden. (Siehe **Tabelle 11** auf Seite 158.) Perfluor-5,8-Dimethyl-3,6,9-Trioxidodekan (PFDTD) wird als Kalibrant verwendet. Anstatt die gesamte Vakuumkammer zu fluten, wird das PFDTD über das GC/MSD-Interface direkt in die Ionisationskammer eingespeist. Dies erfolgt über das Steuerungsmodul für den Gasfluss.

### ACHTUNG

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

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

Es gibt keine Leistungskriterien für die Tune-Funktion. Wenn der CI-Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden.

EMV größer oder gleich 2600 V weist jedoch auf ein Problem hin. Wenn für Ihre Methode die EMV auf +400 eingestellt sein muss, steht Ihnen für Ihre Datenakquisition ggf. nicht die adäquate Empfindlichkeit zur Verfügung.

### ACHTUNG

**Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. (Siehe „Prüfen der EI-Systemleistung“ auf Seite 144.) Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.**

Tabelle 11 Reagenzgas-Einstellungen

| Reagenzgas                 | Methan  |         | Isobutan |         | Ammoniak |         | EI          |
|----------------------------|---------|---------|----------|---------|----------|---------|-------------|
| Ionenpolarität             | Positiv | Negativ | Positiv  | Negativ | Positiv  | Negativ | N/A*        |
| Emission                   | 150 µA  | 50 µA   | 150 µA   | 50 µA   | 150 µA   | 50 µA   | 35 µA       |
| Elektronenenergie          | 150 eV  | 150 eV  | 150 eV   | 150 eV  | 150 eV   | 150 eV  | 70 eV       |
|                            |         |         |          |         |          |         |             |
| Filament                   | 1       | 1       | 1        | 1       | 1        | 1       | 1 oder 2    |
| Repeller                   | 3 V     | 3 V     | 3 V      | 3 V     | 3 V      | 3 V     | 30 V        |
| Ionenfokus                 | 130 V   | 130 V   | 130 V    | 130 V   | 130 V    | 130 V   | 90 V        |
|                            |         |         |          |         |          |         |             |
| Eingangslinse-Verschiebung | 20 V    | 20 V    | 20 V     | 20 V    | 20 V     | 20 V    | 25 V        |
| EMVolt                     | 1.200   | 1.400   | 1.200    | 1.400   | 1.200    | 1.400   | 1.300       |
| Absperrventil              | Offen   | Offen   | Offen    | Offen   | Offen    | Offen   | Geschlossen |
|                            |         |         |          |         |          |         |             |
| Gasauswahl                 | A       | A       | B        | B       | B        | B       | Keine       |
| Empfohlene Flussrate       | 20 %    | 40 %    | 20 %     | 40 %    | 20 %     | 40 %    | N/A         |
| Quellentemp.               | 250 °C  | 150 °C  | 250 °C   | 150 °C  | 250 °C   | 150 °C  | 230 °C      |
|                            |         |         |          |         |          |         |             |
| Quadtemp.                  | 150 °C  | 150 °C  | 150 °C   | 150 °C  | 150 °C   | 150 °C  | 150 °C      |
| Verbindungstemp.           | 280 °C  | 280 °C  | 280 °C   | 280 °C  | 280 °C   | 280 °C  | 280 °C      |
| Autotune                   | Ja      | Ja      | Nein     | Ja      | Nein     | Ja      | Ja          |

\* N/A Keine Angabe

## Betrieb des CI-MSD

Der Betrieb des MSD im CI-Modus ist etwas komplizierter als der Betrieb im EI-Modus. Nach dem Tuning müssen ggf. Gasfluss, Temperatur der Quelle und Elektronenenergie für Ihre spezifischen Analyseanforderungen optimiert werden. (Siehe **Tabelle 12**.)

**Tabelle 12 Temperaturen für den CI-Betrieb**

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

### Starten Sie das System im PCI-Modus

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

- Den MSD zuerst mit Methan einrichten – auch dann, wenn Sie ein anderes Reagenzgas verwenden werden.
- Prüfen Sie die Dichtung für die Spitze der Verbindung, indem Sie auf das Verhältnis von  $m/z$  28 zu 27 achten (im Fenster für die Anpassung des Methanflusses).
- Stellen Sie durch Überwachung der Ionen bei  $m/z$  19 (protoniertes Wasser) und 32 fest, ob es eine grobe Luftleckage gibt.
- Bestätigen Sie, dass das MSD „richtige“ Ionen erzeugt und nicht nur Hintergrundrauschen.

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

Je nach der Applikation, verwenden Sie die folgenden Reagenzgas-Flussraten während des Startvorgangs:

- PCI-Modus: Reagenzgasfluss auf 20 (1 mL/Min.) eingestellt
- NCI-Modus: Reagenzgasfluss auf 40 (2 mL/Min.) eingestellt

# Abpumpen des MSD im CI-Modus

Bei diesem Verfahren wird angenommen, dass das Gerät irgendwann mit Methan PCI-getunt wird, nachdem das System stabil ist.

## Vorgehensweise

- 1    Folgen Sie den Anweisungen für den EI-MSD. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)  
  
Nachdem Sie von der Software aufgefordert wurden, die Heizung des GC/MSD-Interface und den GC-Ofen einzuschalten, führen Sie die folgenden Schritte durch.
- 2    Klicken Sie im Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning) auf dem Reiter **Values** (Werte), um zu kontrollieren, dass der Druck abnimmt (Hochvakuum-Messgerät-Option installiert).
- 3    Klicken Sie im Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning) auf den Reiter **CI-Gas**, dann im Bereich **Valve Settings** (Ventil-Einstellungen) auf Schliessen **Gas Valve A** (Gas-Ventil A), **Gas Valve B** (Gas-Ventil B) und das **ShutOff Valve** (Absperrventil).
- 4    Stellen Sie sicher, dass **PCICH4.U** geladen ist (oben links im Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning)) und klicken Sie auf den Reiter **Values** (Werte), um die Temperatursollwerte zu übernehmen.  
  
Starten Sie das System immer im PCI-Modus, und überprüfen Sie stets die Leistung des Systems, bevor Sie in die NCI wechseln.
- 5    Stellen Sie das GC/MSD-Interface auf 280 °C ein (siehe **Tabelle 12** auf Seite 159).
- 6    Stellen Sie **Gas A (Methan)** auf 20 % ein.
- 7    Lassen Sie das System mindestens 2 Stunden lang ausheizen und spülen. Wenn Sie den NCI-Modus für höchste Empfindlichkeit durchführen, dann heizen Sie den MSD über Nacht aus.

# Einrichten der Software für den CI-Betrieb

## ACHTUNG

Prüfen Sie immer die GC/MSD-Leistung im EI-Modus, bevor Sie in den CI-Modus wechseln.

### Vorgehensweise

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

Die Tune-Werte wirken sich erheblich auf die Leistung des MSD aus. Beginnen Sie immer mit den voreingestellten Werten, wenn Sie eine CI das erste Mal einrichten, und nehmen Sie dann Anpassungen für Ihre spezifische Anwendung vor. (In **Tabelle 13** finden Sie die voreingestellten Werte für das Feld „Grenzwerte für die Tune-Steuerung“.) Diese Grenzwerte werden nur von Autotune verwendet. Sie sollten *nicht* mit den unter „Ändern MS-Parameter“ eingestellten Parametern oder mit den Parametern auf dem Tuning-Bericht verwechselt werden.

**Tabelle 13** Voreingestellte Grenzwerte für die Tuning-Steuerung, die nur von CI-Autotuning verwendet werden

| Reagenzgas                 | Methan            |                   | Isobutan |                   | Ammoniak |                   |
|----------------------------|-------------------|-------------------|----------|-------------------|----------|-------------------|
| Ionenpolarität             | Positiv           | Negativ           | Positiv  | Negativ           | Positiv  | Negativ           |
| Abundanzziel               | 1x10 <sup>6</sup> | 1x10 <sup>6</sup> | N/A      | 1x10 <sup>6</sup> | N/A      | 1x10 <sup>6</sup> |
| Peakbreitenziel            | 0,6               | 0,6               | N/A      | 0,6               | N/A      | 0,6               |
| Max. Repeller              | 4                 | 4                 | N/A      | 4                 | N/A      | 4                 |
| Max. Emissionsstrom, µA    | 240               | 50                | N/A      | 50                | N/A      | 50                |
| Max. Elektronenenergie, eV | 240               | 240               | N/A      | 240               | N/A      | 240               |

**Hinweise zu Tabelle 13:**

- **N/A:** Keine Angabe. In der PCI werden keine PFDTD-Ionen mit anderen Reagenzgasen als Methan gebildet. Somit steht CI-Autotune für diese Konfigurationen nicht zur Verfügung.
- **Ionenpolarität:** Richten Sie die PCI immer zuerst mit Methan ein, und wechseln Sie erst danach zu der gewünschten Ionenpolarität und dem gewünschten Reagenzgas.
- **Abundanzziel:** Stellen Sie diesen Wert höher oder niedriger ein, um die gewünschte Signalabundanz zu erzielen. Eine höhere Signalintensität führt zu einer höheren Rauschabundanz. Diese wird für die Datenerfassung angepasst, indem Sie die Elektronenvervielfacherspannung in der Methode einstellen.
- **Peakbreitenziel:** Höhere Peakbreitenwerte führen zu einer besseren Empfindlichkeit, niedrigere Werte führen zu einer besseren Auflösung.
- **Max. Emissionsstrom:** Der optimale, maximale Emissionsstrom für die NCI ist stark von der Verbindung abhängig und muss empirisch ermittelt werden. Der optimale Emissionsstrom für Pestizide kann beispielsweise bei ca. 200  $\mu\text{A}$  liegen. Der zulässige Maximalwert für den Strom liegt bei 200  $\mu\text{A}$  für EI und bei 250  $\mu\text{A}$  für CI.

# Betrieb des Reagenzgasfluss-Steuerungsmoduls

## ACHTUNG

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

## ACHTUNG

Fortführung des CI-Autotuning, wenn der MSD eine Luftleckage aufweist oder große Mengen an Wasser, resultiert in einer *starken* Ionenquellen-Kontamination. Wenn dies passiert, müssen Sie *den MSD belüften* und die *Ionenquelle reinigen*.

## Vorgehensweise

- 1 Klicken Sie im Dialog **Manual Tune** (Manuelles Tuning) auf den Reiter **CI**, um Zugriff auf die Parametereinstellungen zur Steuerung des CI-Gasflusses zu erhalten. (Siehe [Abbildung 49](#).)

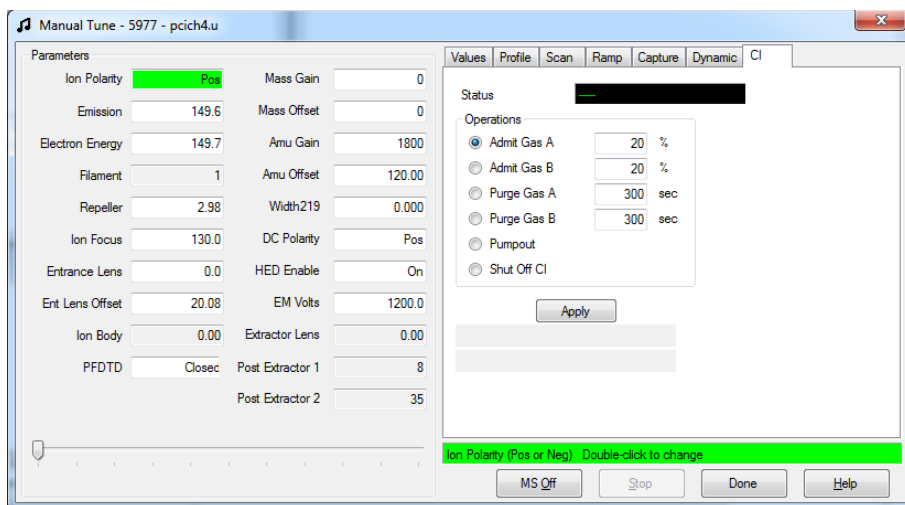


Abbildung 49. Reiter „Manuelles Tuning CI“

- 2 Im Bereich **Operations** (Funktionen) wählen Sie „Zulassen eines Reagenzgasen für die aktuelle Tuning-Datei“.  
  
Das System entleert die Gasleitungen 6 Minuten lang und schaltet dann das ausgewählte Gas (A oder B) ein. Hierdurch verringert sich das Vermischen von Gasen in den Leitungen.
- 3 Erfassen Sie den Reagenzgasfluss-Sollwert im **Flow** (Fluss)-Feld. Dieser Wert wird als Prozentsatz maximaler Flussrate erfasst. Der empfohlene Fluss beträgt 20 % bei einer PCI-Quelle und 40 % bei einer NCI-Quelle.  
  
Die Flusssteuerungs-Hardware merkt sich die Flusseinstellung für jedes Gas. Wenn ein Gas ausgewählt ist, stellt die Steuerungskarte automatisch den gleichen Fluss ein, der auch das letzte Mal für dieses Gas verwendet wurde.
- 4 Um den Reagenzgasfluss zu starten, wählen Sie **Shutoff CI** (CI abschalten).  
  
Die Anlage schaltet den aktuellen Gasfluss ab, während das Absperr-Ventil offen bleibt. (Siehe **Abbildung 50** auf Seite 165.) Hierdurch werden Gasrückstände aus den Leitungen entfernt. Die Entleerungsdauer beträgt normalerweise 6 Minuten; danach wird das Abstellventil geschlossen.

### Das CI-Flusssteuerungsmodul

Das Flusskontrollmodul für das CI-Reagenzgas reguliert den Fluss von Reagenzgas in eine CI-GC/MSD-Interface hinein. Das Flussmodul besteht aus MFC, Gasauswahlventilen, CI-Kalibrierventil, Absperrventil, Steuerelektronik und Leitung. (Siehe **Abbildung 50** und **Tabelle 14** auf **Seite 165**.)

Auf der Rückseite befinden sich Swagelok-Einlassarmaturen für Methan (**CH<sub>4</sub>**) und für ein **OTHER** (ANDERES) Reagenzgas. Die Software bezeichnet diese jeweils als **Gas A** bzw. **Gas B**. Wenn Sie kein zweites Reagenzgas verwenden, bringen Sie auf der Armatur mit der Bezeichnung **OTHER** (ANDERES) ein Fitting an, um eine versehentliche Luftzufuhr zum Analyzer zu verhindern. Legen Sie die Reagenzgase mit 25 bis 30 psi (170 bis 205 kPa) an.

Das Absperrventil verhindert Kontamination des Fluss-Steuermoduls durch Umgebungsluft, während der MSD entlüftet wird, oder durch PFTBA, während des EI-Betriebs.

Wenn ein CI-System parallel zu einem JetClean-System installiert wird, greifen beide Systeme auf den MFC zu. Die Einheit ist so ausgelegt, dass nur jeweils ein System zu einem Zeitpunkt darauf zugreifen kann. In diesem Fall ist die Zufuhr von Gas B für Wasserstoff zur Ionenquellenreinigung bestimmt. Ausführliche Informationen zum JetClean-System finden Sie im JetClean Benutzerhandbuch, das zusammen mit dem vorliegenden Handbuch auf Ihrem PC installiert ist.

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Betrieb des Reagenzgasfluss-Steuerungsmoduls

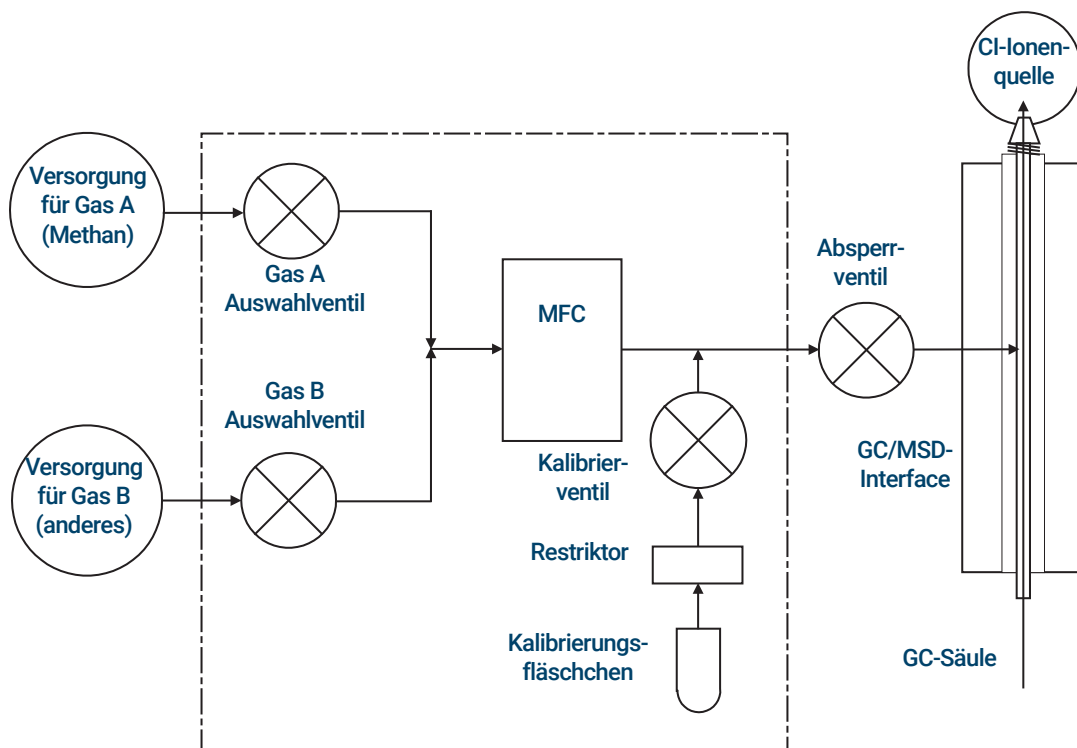


Abbildung 50. Schema für das Steuerungsmodul für den Reagenzgasfluss

Tabelle 14 Statusdiagramm für das Flusssteuerungsmodul

| Ergebnis      | Gas A Fluss   | Gas B Fluss   | Spülen mit Gas A | Spülen mit Gas B | Flussmodul auspumpen | Standby-, Entlüftet- oder EI-Modus |
|---------------|---------------|---------------|------------------|------------------|----------------------|------------------------------------|
| Gas A         | Offen         | Geschlossen   | Offen            | Geschlossen      | Geschlossen          | Geschlossen                        |
| Gas B         | Geschlossen   | Offen         | Geschlossen      | Offen            | Geschlossen          | Geschlossen                        |
| MFC           | An → Sollwert | An → Sollwert | An → 100 %       | An → 100 %       | An → 100 %           | Aus → 0 %                          |
| Absperrventil | Offen         | Offen         | Offen            | Offen            | Offen                | Geschlossen                        |

Die Zustände **Open** (Offen) und **Closed** (Geschlossen) werden in der Überwachung als **Open** (Offen) bzw. **Closed** (Geschlossen) angezeigt.

# Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses

Der Reagenzgasfluss muss vor dem Tuning des CI-Systems angepasst werden, um eine maximale Stabilität zu gewährleisten. Führen Sie die **erstmalige** Konfiguration mit Methan im PCI-Modus durch. Für die NCI gibt es keine Prozedur für die Flussanpassung, da keine negativen Reaktandione gebildet werden.

Das Einstellen des Methan-Reagenzgasflusses ist ein Prozess in drei Schritten: Einstellen der Flusssteuerung, Pre-Tuning an den Reagenzgasionen und Anpassen des Flusses für stabile Reaktandenverhältnisse bei Methan,  $m/z$  28/27.

Ihr Datensystem führt Sie durch die einzelnen Schritte der Flussanpassung.

## Vorgehensweise

- 1 Bei der Verwendung einer EI-Quelle führen Sie das Standard-Autotuning durch, speichern den Bericht und notieren den gemeldeten Druck. (Siehe „**Tuning des MSD in EI-Modus**“ auf Seite 140.)
- 2 Belüften Sie das System. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)
- 3 Installieren Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Installieren der CI-Quelle**“ auf Seite 271.)
- 4 Pumpen Sie das System ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)
- 5 Warten Sie, bis der Druck sich dem des zuvor bei EI-Autotuning aufgezeichneten Drucks nähert. (Siehe „**Überwachen von hohem Vakuumdruck in CI-Modus**“ auf Seite 179.)
- 6 Wählen Sie **Bake out MSD** (MSD ausheizen) unter der Ansicht **Manual Tune** (Manuelles Tuning) im Menü **Execute** (Ausführen), um den Dialog **Specify Bake Out parameters** (Spezifizieren der Ausheiz-Parameter) anzuzeigen. Stellen Sie eine Mindestzeit von 2 Std. ein, passen Sie die anderen Parameter an und klicken Sie auf **Ok**, um mit dem Ausheizen zu beginnen.

**ACHTUNG**

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

Fortführung des CI-Autotuning, wenn der MSD eine Luftleckage aufweist oder große Mengen an Wasser, resultiert in einer *starken* Ionenquellen-Kontamination. Wenn dies passiert, müssen Sie *den MSD belüften und die Ionenquelle reinigen*.

- 7 Wählen Sie **Methane Pretune** (Methan-Pretuning) aus dem Konfigurationsmenü und folgen Sie den System-Aufforderungen. Weitere Informationen finden Sie in der Online-Hilfe der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software.

Der Methan-Pretuning-Vorgang stimmt das Gerät für eine optimale Überwachung des Verhältnisses der Methanreaktandionen  $m/z$  28/27 ab.

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses

- 8 Prüfen Sie den angezeigten Profilscan der Reaktandionen. (Siehe **Abbildung 51**.)
- Es sollte kein sichtbarer Peak bei  $m/z$  32 geben. Ein Peak dort weist auf eine Luftleckage hin. Reparieren Sie die Leckage, bevor Sie fortfahren. Durch den Betrieb im CI-Modus mit einer Luftleckage wird die Ionenquelle schnell verunreinigt.
  - Der Peak bei  $m/z$  19 (protoniertes Wasser) beträgt weniger als 50 % des Peaks bei  $m/z$  17.
- 9 Bei Aufforderung klicken Sie auf **OK**, um die Methanfluss-Anpassung durchzuführen.

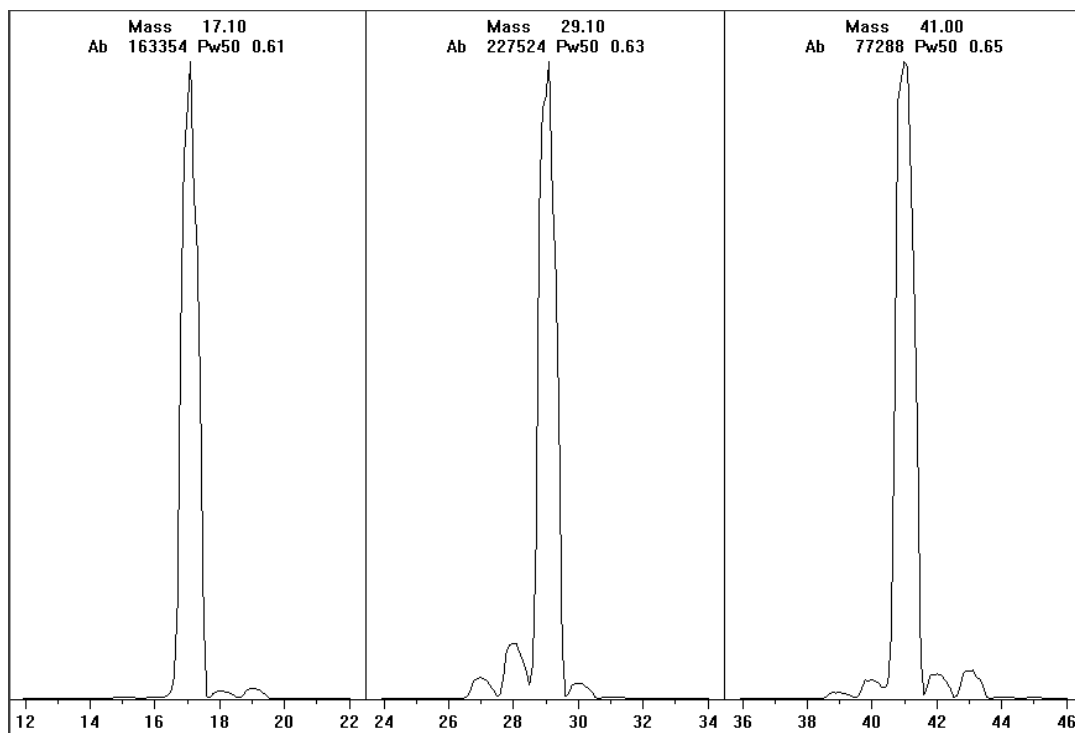


Abbildung 51. Reaktandionen-Scans nach einem sehr langen Ausheizen

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses

#### **Methan Pre-Tuning nach mehr als einem Tag Ausheiz-Zeit**

Beachten Sie die niedrige Abundanz bei  $m/z$  19 und das Fehlen eines sichtbaren Peaks bei  $m/z$  32. Ihr MSD wird am Anfang wahrscheinlich mehr Wasser anzeigen, aber die Abundanz bei  $m/z$  19 sollte immer noch weniger als 50 % von der bei  $m/z$  17 betragen.

## Verwendung anderer Reagenzgase

In diesem Abschnitt wird erläutert, wie Isobutan oder Ammoniak als Reagenzgas verwendet werden. Sie sollten vertraut sein mit dem Betrieb des CI-ausgestatteten MSD der 5977B Serie mit Methan-Reagenzgas, bevor Sie versuchen, andere Reagenzgase zu verwenden.

### ACHTUNG

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

Durch den Wechsel des Reagenzgases von Methan zu Isobutan oder Ammoniak ändert sich die chemische Zusammensetzung des Ionisationsprozesses, was auch zu anderen Ionen führt. Die wesentlichen vorgefundenen CI-Reaktionen sind im Allgemeinen im Konzeptleitfaden für die Serie 5977B beschrieben. Wenn Sie keine Erfahrung in Verbindung mit der chemischen Ionisation haben, sollten Sie dieses Material zuerst lesen, bevor Sie fortfahren.

### ACHTUNG

**Nicht alle Konfigurationsoptionen können in allen Modi mit allen Reagenzgasen durchgeführt werden. (Siehe [Tabelle 15](#) für weitere Informationen.)**

**Tabelle 15 Reagenzgase**

| Reagenzgas/Modus | Reaktandionenmassen | PFDTD-Kalibrantione | Flussanp.-Ione: Verhältnis<br>EI/PCI/NCI-MSD-Turbopumpe<br>Empfohlener Fluss: 20 % PCI 40 % NCI |
|------------------|---------------------|---------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Methan/PCI       | 17, 29, 41*         | 41, 267, 599        | 28/27: 1,5 – 5,0                                                                                |
| Methan/NCI       | 17, 35, 235†        | 185, 351, 449       | N/A                                                                                             |
| Isobutan/PCI     | 39, 43, 57          | N/A                 | 57/43: 5,0 – 30,0                                                                               |
| Isobutan/NCI     | 17, 35, 235         | 185, 351, 449       | N/A                                                                                             |
| Ammoniak/PCI     | 18, 35, 52          | N/A                 | 35/18: 0,1 – 1,0                                                                                |
| Ammoniak/NCI     | 17, 35, 235         | 185, 351, 517       | N/A                                                                                             |

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

† Es werden keine **negativen** Reagenzionen gebildet. Für ein Pretuning im negativen Modus verwenden Sie die Hintergrundionen: 17 (OH-), 35 (Cl-) und 235 (ReO3-). Diese Ionen können nicht für die Anpassung des Reagenzgasflusses verwendet werden. Stellen Sie den Fluss auf 40 % für NCI ein und passen Sie nach Notwendigkeit an, um akzeptable Resultate für Ihre Anwendung zu erhalten.

## Isobutan-CI

Isobutan ( $C_4H_{10}$ ) wird üblicherweise für die CI verwendet, wenn im CI-Spektrum eine geringere Fragmentierung gewünscht wird. Der Grund hierfür ist, dass die Protonenaffinität von Isobutan höher ist als die von Methan; somit wird weniger Energie in der Ionisationsreaktion übertragen.

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

## Ammoniak-CI

Ammoniak ( $NH_3$ ) wird üblicherweise für die CI verwendet, wenn im CI-Spektrum eine geringere Fragmentierung gewünscht wird. Der Grund hierfür ist, dass die Protonenaffinität von Ammoniak höher ist als die von Methan; somit wird weniger Energie in der Ionisationsreaktion übertragen.

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

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

### Vorgehensweise

- 1 Führen Sie ein Standard-PCI-Autotuning mit Methan und PFDTD durch. (Siehe „**Ausführung eines PCI Auto-Tuning (nur Methan)**“ auf Seite 173.)
- 2 Klicken Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) im Menü **Tune** (Tuning) auf **Tune Wizard** (Tuning Wizard) und wählen Sie bei Aufforderung **Isobutane** (Isobutan) oder **Ammonia** (Ammoniak) aus. Hierdurch ändern sich die Menüs für die Verwendung des ausgewählten Gases und für die Auswahl der entsprechenden voreingestellten Tune-Parameter.
- 3 Bei Aufforderung wählen Sie **Gas B**. (Der Anschluss, in den Isobutan oder Ammoniak eingespeist wird). Gehen Sie zu den Aufforderungen des Tune-Wizards und stellen Sie den Gasfluss auf 20 % ein.

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

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Verwendung anderer Reagentzgas

- 4 Klicken Sie im Menü **Execute** (Ausführung) Menü auf **Isobutane** (Isobutan) (oder **Ammonia** (Ammoniak)) **Flow Adjust** (Fluss-Anpassung).

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

Wenn Sie die NCI mit Isobutan oder Ammoniak ausführen möchten, laden Sie **NCICH4.U** oder eine vorhandene NCI-Tuning-Datei für das spezifische Gas. Für weitere Informationen zum CI-Betrieb mit Ammoniak, schlagen Sie nach unter Agilent Anwendungshinweis "[Implementierung von Ammoniak-Reagentzgasen für chemische Ionisierung bei MSD der Serie 5975](#)" (5989-5170EN).

#### ACHTUNG

Der Einsatz von Ammoniak wirkt sich auf die Wartungsanforderungen des MSD aus. (Weitere Informationen finden Sie unter „[CI-Wartung](#)“ auf Seite 239.)

#### ACHTUNG

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

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

Ammoniak tendiert dazu, Flüssigkeiten und Dichtungen von Vakuumpumpen zu beschädigen. Bei der CI mit Ammoniak sind häufiger Wartungsarbeiten am Vakuumsystem durchzuführen. Beachten Sie das *Agilent 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual*.

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

## Kohlenstoffdioxid-CI

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

## Ausführung eines PCI Auto-Tuning (nur Methan)

### ACHTUNG

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

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

### Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD zuerst ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet. (Siehe „**Prüfen der EI-Systemleistung**“ auf Seite 144.)
- 2 Laden Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) die Datei **PCICH4.U** (oder eine vorhandene Tuning-Datei für das verwendete Reagenzgas).

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

- 3 Übernehmen Sie die Voreinstellungen.
- 4 Führen Sie die Methankonfiguration durch. (Siehe „**Einrichten des Methan-Reagenzgasflusses**“ auf Seite 166.)
- 5 Klicken Sie im Menü **Tune** auf **CI-Autotune**.

Es gibt keine Leistungskriterien für die Tune-Funktion. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde er bestanden. (Siehe **Abbildung 52** auf Seite 174.) Wenn jedoch durch das Tuning die EMV-Spannung auf 2.600 V oder höher eingestellt wird, können Sie ggf. die Daten nicht erfolgreich erfassen, wenn in Ihrer Methode die EMV auf „+400“ oder höher eingestellt ist.

Der Autotune-Bericht enthält Informationen zu Luft und Wasser im System. (Siehe „**PCI Autotune-Bericht**“ auf Seite 174.)

Das Verhältnis 19/29 zeigt die Abundanz von Wasser.

Das Verhältnis 32/29 zeigt die Abundanz von Sauerstoff.

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Ausführung eines PCI Auto-Tuning (nur Methan)

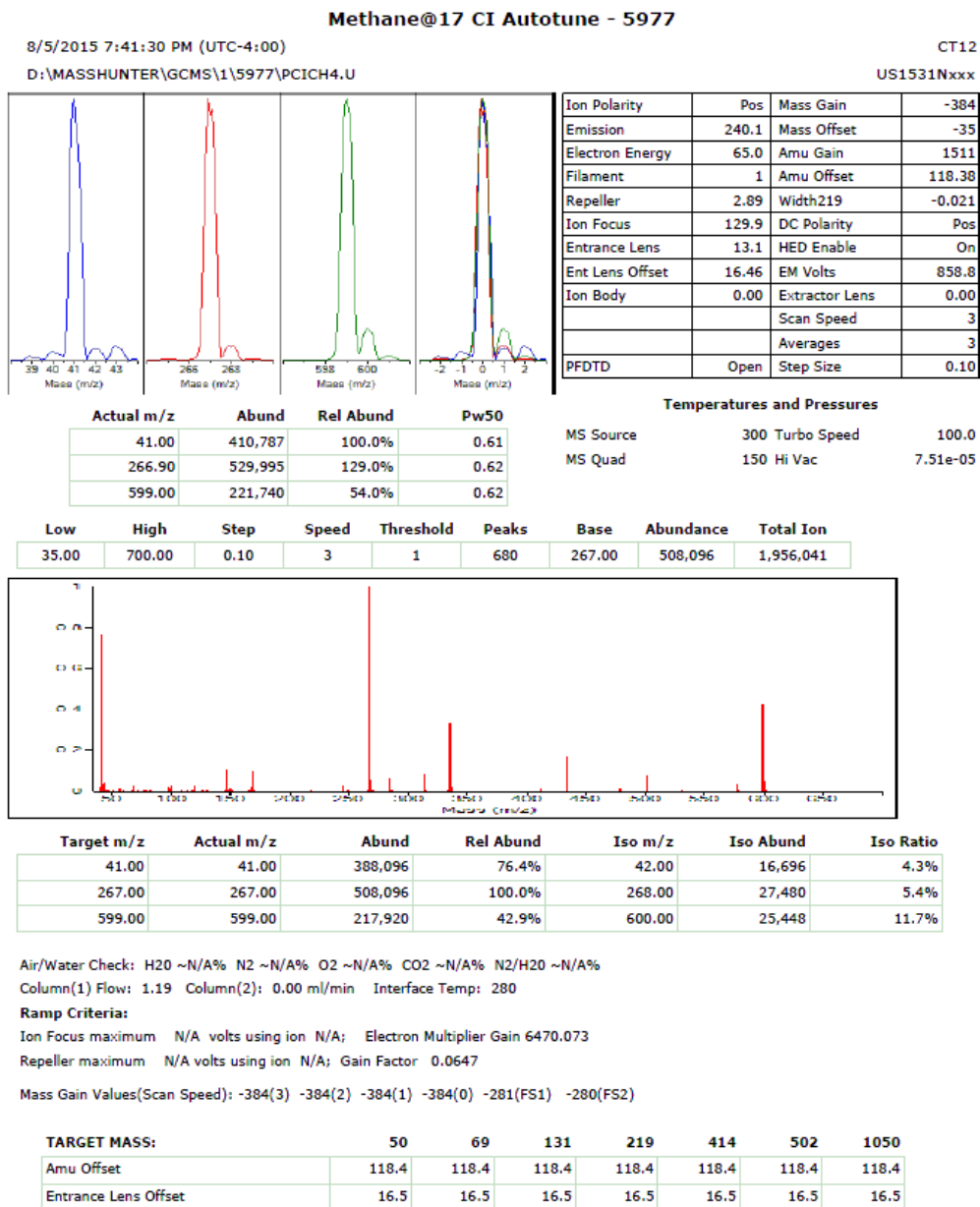


Abbildung 52. PCI Autotune-Bericht

## Ausführung eines NCI Autotune (Methan-Reagenzgas)

### ACHTUNG

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. (Siehe „Prüfen der EI-Systemleistung“ auf Seite 144.) Richten Sie den CI-MSD in der PCI immer zuerst mit Methan als Reagenzgas ein – auch dann, wenn Sie ein anderes Reagenzgas verwenden oder die NCI durchführen werden.

### Vorgehensweise

- 1 Laden Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) die Datei **NCICH4.U** (oder eine vorhandene Tuning-Datei für das verwendete Reagenzgas).
- 2 Wählen Sie im Menü **Setup** den **CI Tune Wizard** aus und folgen Sie den Aufforderungen des Systems.  
  
Übernehmen Sie die voreingestellte Temperatur und die anderen Einstellungen.  
  
Bei Verwendung einer vorhandenen Tune-Datei müssen Sie diese unter einem neuen Namen speichern, wenn Sie die vorhandenen Werte nicht überschreiben möchten.
- 3 Klicken Sie im Menü **Tune** auf **CI-Autotune**.

### ACHTUNG

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

Es gibt keine Leistungskriterien für die Tune-Funktion. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde er bestanden. (Siehe **Abbildung 53** auf Seite 176.) Wenn jedoch durch das Tuning die EMV-Spannung auf 2.600 V oder höher eingestellt wird, können Sie ggf. die Daten nicht erfolgreich erfassen, wenn in Ihrer Methode die EMV auf „+400“ oder höher eingestellt ist.

## 6 Betrieb im CI-Modus

### Ausführung eines NCI Autotune (Methan-Reagenzgas)

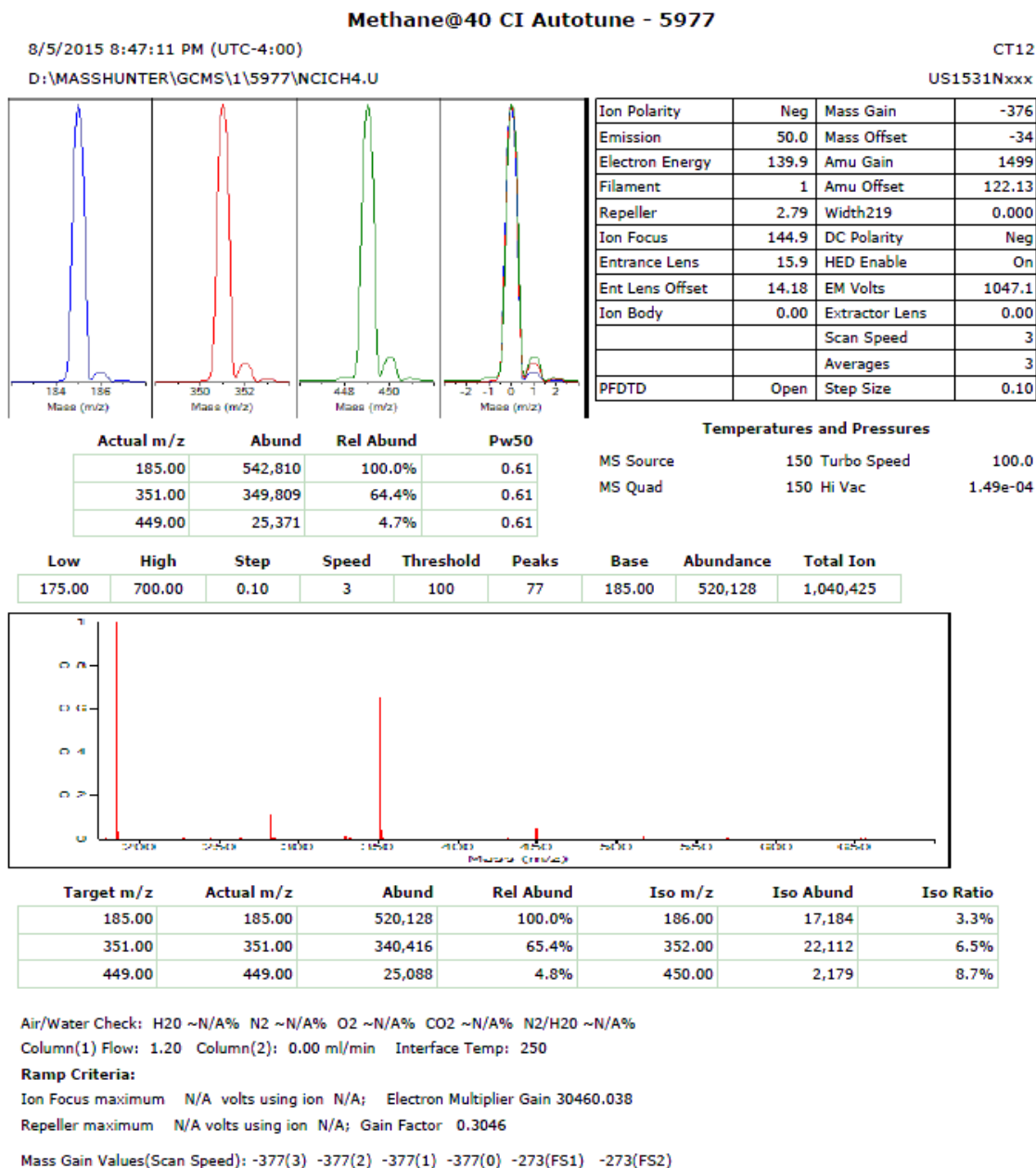


Abbildung 53. NCI-Autotune

# Prüfen der PCI-Leistung

## Benötigte Materialien

- Benzophenon, 100 pg/μl 5 × 1 ml (8500-5440)

### ACHTUNG

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. (Siehe „[Prüfen der EI-Systemleistung](#)“ auf Seite 144.) Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

## Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet.
- 2 Stellen Sie sicher, dass die Tuning-Datei **PCICH4.U** geladen ist.
- 3 Wählen Sie **Gas A** aus und stellen Sie den Fluss auf 20 % ein.
- 4 Führen Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) die CI-Konfiguration durch. (Siehe „[Ausführung eines PCI Auto-Tuning \(nur Methan\)](#)“ auf Seite 173.)
- 5 Führen Sie CI-Autotune aus. (Siehe „[CI-Autotune](#)“ auf Seite 157.)
- 6 Führen Sie die PCI-Empfindlichkeitsmethode **BENZ\_PCI.M** mit 1 μL von 100 pg/μL Benzophenon aus.
- 7 Stellen Sie sicher, dass das System den veröffentlichten Spezifikationen für die Empfindlichkeit entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Website von Agilent unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

## Prüfen der NCI-Leistung

Dieses Verfahren gilt **nur** für EI/PCI/NCI MSDs.

### Benötigte Materialien

- OFN, 100 fg/μl 3 × 1 ml (5188-5347)

#### ACHTUNG

Stellen Sie immer sicher, dass die Leistung des MSD im EI-Modus ordnungsgemäß ist, bevor Sie in den CI-Modus wechseln. (Siehe „[Prüfen der EI-Systemleistung](#)“ auf Seite 144.) Richten Sie den CI-MSD immer zuerst in der PCI ein – auch dann, wenn Sie die NCI verwenden werden.

### Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass der MSD ordnungsgemäß im EI-Modus arbeitet.
- 2 Laden Sie die Tuning-Datei **NCICH4.U** und übernehmen Sie die Temperatursollwerte.
- 3 Wählen Sie **Gas A** aus und stellen Sie den Fluss auf 40 % ein.
- 4 Führen Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) den CI-Autotune-Vorgang aus. (Siehe „[Ausführung eines NCI Autotune \(Methan-Reagenzgas\)](#)“ auf Seite 175.)  
  
Beachten Sie, dass es für ein Bestehen des Autotune-Vorgangs in der CI keine Kriterien gibt. Wenn der Autotune-Vorgang abgeschlossen ist, wurde dieser bestanden.
- 5 Führen Sie die NCI-Empfindlichkeitsmethode aus: OFN\_NCI.M mit 2 μl von 100 fg/μl OFN.
- 6 Stellen Sie sicher, dass das System den veröffentlichten Spezifikationen für die Empfindlichkeit entspricht. Die Spezifikationen finden Sie auf der Website von Agilent unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

# Überwachen von hohem Vakuumdruck in CI-Modus

## WARNUNG

Wenn Wasserstoff als Trägergas oder im JetClean-System verwendet wird, müssen die Absperrventile des Trägergases und der Zufuhr zum JetClean-System vor dem Abschalten der Stromversorgung des MSD ausgeschaltet sein. Wenn die Vorpumpe ausgeschaltet ist, sammelt sich im MSD Wasserstoff an. Dies kann zu einer Explosion führen. Lesen Sie den Abschnitt „Wasserstoff-Sicherheit“ auf Seite 26, bevor Sie den MSD mit Wasserstoff einsetzen.

### Vorgehensweise

- 1 Starten Sie den MSD und pumpen Sie ihn ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)
- 2 Wählen Sie in der Ansicht **Tune and Vacuum Control** (Tune- und Vakuum-Steuerung) im Menü **Vacuum** (Vakuum) die Option **Turn Vacuum Gauge on/off** (Vakuummessgerät ein-/ausschalten) aus.
- 3 In der Ansicht **Instrument Control** (Gerätesteuerung) können Sie eine MS-Überwachung für Messwerte einrichten. Das Vakuum kann auch über die lokale Bedientastatur oder im Bildschirm Manual Tune abgelesen werden.

Die Messvorrichtung lässt sich nicht einschalten, wenn der Druck im MSD mehr als  $8 \times 10^{-3}$  Torr beträgt. Die Messvorrichtung ist für Stickstoff kalibriert, jedoch gelten die in diesem Handbuch aufgelisteten Drücke für Helium.

Den größten Einfluss auf den Betriebsdruck hat der Trägergasfluss (Säulenfluss). Die typischen Drücke für verschiedene Helium-Trägergasflüsse sind genähert und variieren je nach Gerät. (Siehe **Tabelle 16** auf Seite 180.)

### Typische Druckanzeigen

Verwenden Sie das Mikro-Ionen-Vakuummessgerät G3397B. Beachten Sie, dass der MFC für Methan und das Vakuummessgerät für Stickstoff kalibriert ist, sodass diese Messungen nicht exakt sind, jedoch als Orientierung für typische festgestellte Messwerte dienen. (Siehe **Tabelle 16** auf Seite 180.) Diese wurden unter den folgenden Bedingungen erfasst. Beachten Sie, dass es sich um typische PCI-Temperaturen handelt:

|                                 |          |
|---------------------------------|----------|
| Temperatur der Quelle           | 250 °C   |
| Temperatur des Quad             | 150 °C   |
| Temperatur des GC/MSD-Interface | 280 °C   |
| Helium-Trärgasfluss             | 1 ml/Min |

**Tabelle 16** MFC-Einstellungen und typische Druckanzeigen

| MFC | Druck (Torr)                   |                                |
|-----|--------------------------------|--------------------------------|
| (%) | Methan                         | Ammoniak                       |
|     | EI/PCI/NCI MSD<br>(Turbopumpe) | EI/PCI/NCI MSD<br>(Turbopumpe) |
| 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  | $2,5 \times 10^{-4}$           | $2,0 \times 10^{-4}$           |

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

|                                                                                                                                                                   |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Vor dem Start                                                                                                                                                     | 182 |
| Warten des Vakuumsystems                                                                                                                                          | 187 |
| Warten des Analyzers                                                                                                                                              | 189 |
| Öffnen der Analyzerkammer                                                                                                                                         | 191 |
| Entfernen der EI-HES                                                                                                                                              | 193 |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zur EI-HES                                                                                                                             | 195 |
| Zerlegen der EI-HES                                                                                                                                               | 196 |
| Reinigen der EI-HES                                                                                                                                               | 199 |
| Montage der EI-HES                                                                                                                                                | 202 |
| Entfernen der EI-HES-Filamente                                                                                                                                    | 207 |
| Einsetzen des EI-HES-Filaments                                                                                                                                    | 209 |
| Installieren der EI-HES                                                                                                                                           | 210 |
| Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                                                                                                                      | 211 |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen                                                                                                  | 212 |
| Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle                                                                                                                         | 214 |
| Zerlegung der EI-XTR-Quelle                                                                                                                                       | 217 |
| Reinigen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                                                                                                                       | 220 |
| Montieren einer EI-SS- oder Inert-Quelle                                                                                                                          | 225 |
| Montage der EI-XTR-Quelle                                                                                                                                         | 228 |
| Wechseln eines Filaments in einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                                                                                                  | 231 |
| Installieren der EI-XTR-, SS- oder der Inert-Quelle                                                                                                               | 234 |
| Austausch des Elektronenvervielfacher-Horns                                                                                                                       | 235 |
| Schließen der Analyzerkammer                                                                                                                                      | 237 |
| Bei Verwendung des <i>Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen</i> mit einem MS werden chemische Ionisation (CI) und das JetClean-System derzeit nicht unterstützt. |     |

## Vor dem Start

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

### Wartungsplan

Durch die planmäßige Durchführung gängiger Wartungsaufgaben können Betriebsstörungen verringert, die Lebensdauer des Systems verlängert und die gesamten Betriebskosten gesenkt werden. (Siehe **Tabelle 17**.)

**Tabelle 17**Wartungsplan

| Aufgabe                                                                          | Häufigkeit            |
|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Prüfen des Ölstands der Vorpumpe                                                 | Wöchentliche Wartung  |
| Prüfen des/der Kalibrierungsfläschchen                                           | Halbjährliche Wartung |
| Ersetzen des Vorpumpenöls*                                                       | Halbjährliche Wartung |
| Ersetzen des Diffusionspumpenöls                                                 | Jährliche Wartung     |
| Auswechseln der trockenen Dichtung für die Spitze der Vorpumpenverbindung        | Jährliche Wartung     |
| Prüfen der trockenen Vorpumpe                                                    | Wartung bei Bedarf    |
| Tunen des MSD                                                                    | Wartung bei Bedarf    |
| Auswechseln des Vorpumpen-Abgasfilters                                           | Wartung bei Bedarf    |
| Reinigen der Ionenquelle                                                         | Wartung bei Bedarf    |
| Prüfen der Trägergasventile am GC und am MSD                                     | Wartung bei Bedarf    |
| Ersetzen der Verschleißteile                                                     | Wartung bei Bedarf    |
| Schmieren der O-Ringe an der Seitenplatte oder dem Belüftungsventil <sup>†</sup> | Wartung bei Bedarf    |
| Ersetzen der CI-Reagenzgasversorgung                                             | Wartung bei Bedarf    |
| Ersetzen der GC-Gasversorgungen                                                  | Wartung bei Bedarf    |
| Leckageprüfung des Systems                                                       | Wartung bei Bedarf    |

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

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

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

## Werkzeuge, Ersatzteile und Materialien

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

## Sicherheitsvorkehrungen für Bereiche mit hohen Spannungen

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

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

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

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

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

### **WARNUNG**

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

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

## Gefährliche Temperaturen

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

- GC-Einlass
- GC-Ofen und dessen Inhalt
- GC-Detektor
- GC-Ventilgehäuse
- Vorpumpe
- Beheizte MSD-Ionenquelle, GC/MSD-Interface und Quadrupol

### **WARNUNG**

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

### **WARNUNG**

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

### **WARNUNG**

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

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

## Chemische Rückstände

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

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

### WARNUNG

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

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

### WARNUNG

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

## Reinigen der Ionenquelle

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

**WARNUNG**

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

## Elektrostatische Entladung

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

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

Ergreifen Sie zusätzliche Sicherheitsvorkehrungen, wie z.B. eine Erdungsmatte, wenn Sie an Komponenten oder Baugruppen Arbeiten vornehmen müssen, die aus dem MSD entfernt wurden. Dies betrifft auch den Analyzer.

**ACHTUNG**

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

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

# Warten des Vakuumsystems

## Regelmäßige Wartung

Einige Wartungsaufgaben für das Vakuumsystem müssen regelmäßig durchgeführt werden. (Siehe **Tabelle 17** auf Seite 182.) Hierzu gehören:

- Prüfen der Flüssigkeit der Vorpumpe (wöchentlich)
- Wechseln der Spitzendichtung an der optionalen, trockenlaufenden IDP-3 Scrollpumpe (jährlich)
- Leckageprüfung (monatlich)
- Prüfen der Kalibrierungsfläschchen (halbjährlich)
- Wechseln des Öls der Vorpumpe (halbjährlich; vierteljährlich bei CI-MSDs, die Ammoniak als Reagensgas verwenden)
- Anziehen der Schrauben am Ölbehälter der Vorpumpe (erster Ölwechsel nach der Installation)
- Ersetzen der Flüssigkeit in der Diffusionspumpe (jährlich)
- Ersetzen der trockenen Vorpumpen-Dichtungsmatte (jährlich)

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

## Andere Vorgehensweisen

Aufgaben, wie das Ersetzen eines Vorpumpenvakuum- oder eines Mikro-Ionenvakuummessgeräts, sollten nur bei Bedarf durchgeführt werden. Schlagen Sie im Handbuch *Agilent 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance* nach und sehen Sie sich die Online-Hilfe der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software für Symptome an, die darauf hinweisen, dass diese Art von Wartung benötigt wird.

## Weitere verfügbare Informationen

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

Die meisten der Verfahren in diesem Kapitel sind mit Video-Clips auf dem Agilent DVD-Set mit GC und GC/MS Benutzerhandbüchern und Werkzeugen und dem Agilent Speicherstick mit GC/MS Software-Informationen und Handbüchern illustriert.

# Warten des Analyzers

## Planung

Keine der Analyserkomponenten benötigt regelmäßige Wartung. Jedoch müssen manche Aufgaben ausgeführt werden, wenn das MSD-Verhalten darauf hinweist, dass diese nötig sind. Diese Aufgaben umfassen:

- Reinigen der Ionenquelle
- Austausch der Filamente
- Austausch des Elektronenvervielfacher-Horns

Das *Agilent 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual* bietet Informationen über Symptome, die auf die Notwendigkeit zur Analyzer-Wartung hinweisen. Das Material zur Fehlersuche in der Online-Hilfe der Agilent MassHunter GC/MS Acquisition-Software enthält umfassendere Informationen.

## Vorsichtsmaßnahmen

### Aufreinigung

Halten Sie die Komponenten während der Analyzer-Wartung sauber. Die Analyzer-Wartung umfasst das Öffnen der Analyserkammer und das Entfernen von Teilen aus dem Analyzer. Achten Sie während der Analyzer-Wartung darauf, den Analyzer oder das Innere der Analyserkammer nicht zu kontaminieren. Tragen Sie saubere Handschuhe bei allen Wartungsarbeiten am Analyzer. Nach der Reinigung müssen die Teile gründlich ausgeheizt werden, bevor sie erneut installiert werden. Während und nach der Reinigung sollten Analyzerteile nur auf saubere, fusselfreie Lappen gelegt werden.

#### ACHTUNG

Bei nicht korrekter Ausführung können Verunreinigungen durch die Analyzer-Wartung in den MSD eingebracht werden.

#### WARNUNG

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

### **Manche Teile können durch elektrostatische Entladung beschädigt werden**

Die an die Analyzer-Komponenten angeschlossenen Drähte, Kontakte und Kabel können elektrostatische Entladungen (ESD) an die Elektronik-Platinen übertragen, mit denen sie verbunden sind. Dies trifft besonders bei Anschlussdrähten von Massenfiltern (Quadrupol) zu, bei denen elektrostatische Entladungen an empfindlichen Komponenten auf der seitlichen Karte auftreten können. Schäden, die durch Elektrostatische Entladung verursacht werden, führen nicht immer zu sofortigen Ausfällen, werden aber im Laufe der Zeit zu einer verschlechterten Leistung und Stabilität führen. (Weitere Informationen finden Sie unter „**Elektrostatische Entladung**“ auf Seite 186.)

#### **ACHTUNG**

**Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette (siehe „**Elektrostatische Entladung**“ auf Seite 186) und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen.**

### **Manche Analyzerteile sollten in Ruhe gelassen werden**

Der Massenfilter (Quadrupol) erfordert keine regelmäßige Wartung. Im Allgemeinen sollte der Massenfilter nie gestört werden. Im Fall extremer Kontamination kann er gereinigt werden. Eine solche Reinigung sollte jedoch nur von einem qualifizierten Servicespezialisten der Fa. Agilent Technologies durchgeführt werden. Der keramische HED Isolator darf nie berührt werden.

#### **ACHTUNG**

**Unsachgemäße Handhabung oder Reinigung des Massenfilters können diesen beschädigen und ernsthafte, negative Auswirkungen auf die Geräteleistung haben. Berühren Sie nicht den keramischen HED Isolator.**

## Weitere verfügbare Informationen

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

Viele Verfahren dieses Kapitels sind mit Video-Clips illustriert.

# Öffnen der Analyzerkammer

Die Analyzerkammer sollte nur zur Reinigung oder zum Austausch der Ionenquelle, zum Austausch des Detektor-Elektronenvervielfacher oder eines Filaments geöffnet werden.

## Benötigte Materialien

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

### ACHTUNG

Elektrostatische Entladungen an den Analyzerkomponenten werden an die Quadrupol-Treiberplatine abgeleitet, wo sie empfindliche Komponenten beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette, und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen (siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“ auf Seite 186), bevor Sie die Analyzerkammer öffnen.



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „[Belüften des MSD](#)“ auf Seite 149.)
- 2 Öffnen Sie die linke Seitenplatte. (Siehe „[Öffnen der MSD-Abdeckungen](#)“ auf Seite 148.)

### WARNUNG

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

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

## 7 Allgemeine Wartung

### Öffnen der Analyzerkammer

- 3 Lösen Sie die Rändelschrauben der Analyzer-Seitenplatte, sofern diese angezogen sind. (Siehe **Abbildung 54** auf Seite 192.)

Während des normalen Gebrauchs sollte die untere Rändelschraube der Seitenplatte des Analyzers gelöst sein. Sie dient nur als Transportsicherung. Die obere Rändelschraube auf der vorderen Seitenplatte sollte nur fixiert sein, wenn Wasserstoff oder andere entflammbare oder giftige Substanzen als Trägergas oder während des CI-Betriebs verwendet werden.

#### ACHTUNG

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

- 4 Klappen Sie die Seitenabdeckung *vorsichtig* auf.

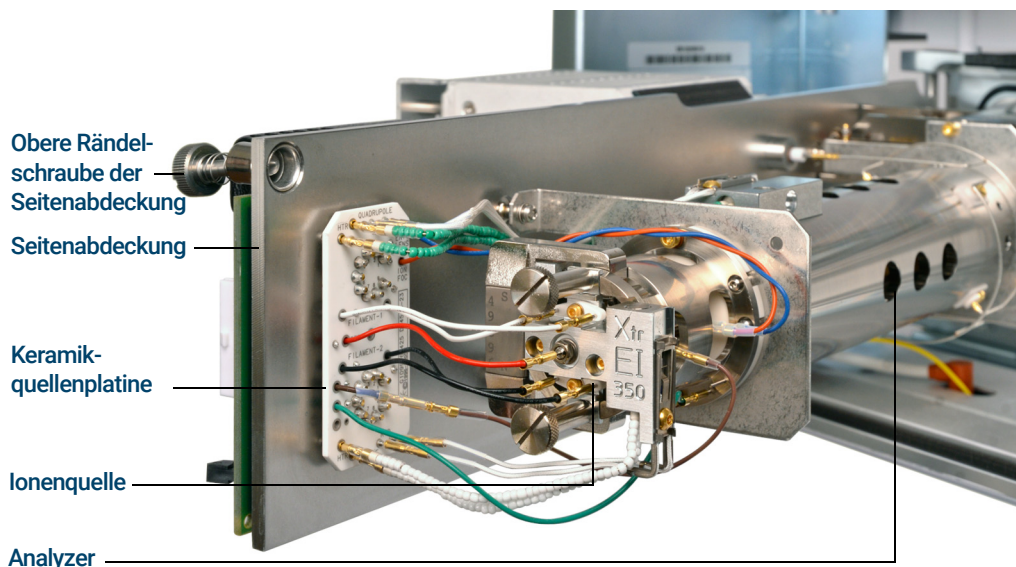


Abbildung 54. Analyzerkammer für einen MSD des Modells Inert+

# Entfernen der EI-HES

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Beim Trennen von Leitungen, ziehen Sie an den Verbindungstücken und nicht an den Kabeln.

- 3 Entfernen Sie die beiden großen Rändelschrauben, mit denen die Ionenquelle fixiert ist. (Siehe **Abbildung 55** auf Seite 194.)
- 4 Lösen Sie die Kabel von der EI-HES. (Siehe **Abbildung 55** auf Seite 194.) Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig. (Siehe „**Verbinden/Lösen von Kabeln zur EI-HES**“ auf Seite 195.)

## 7 Allgemeine Wartung

### Entfernen der EI-HES

- 5 Am Haltegriff der Quelle die Ionenquelle aus dem Quellen-Heizkörper herausziehen.

Die Quellen-Kontakte haben Federstifte, daher muss einige Kraft aufgewendet werden, um die Quelle herauszuziehen.

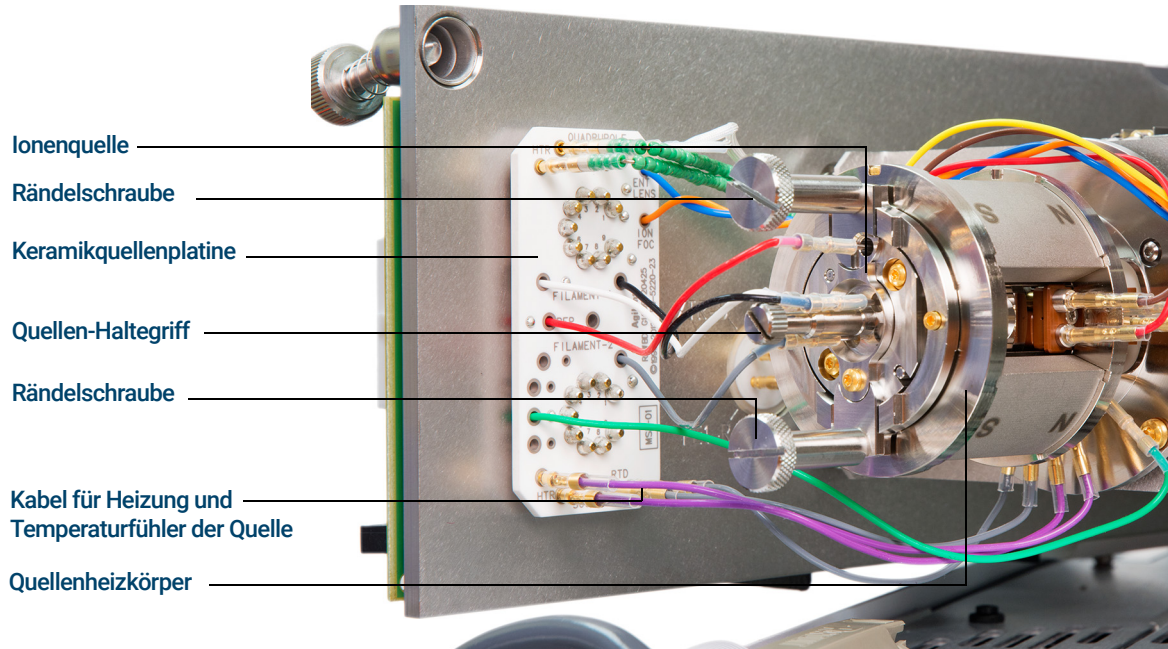


Abbildung 55. Die Analyzerkammer für den HES-MSD

## Verbinden/Lösen von Kabeln zur EI-HES

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)
- Pinzette (8710-2460)



### Vorgehensweise

- 1 Verwenden Sie eine Pinzette oder eine Spitzzange, um die Kabelverbindungen der Keramikplatine (rot, weiß, schwarz und grau) an den Verbindungsstücken der Quelle anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 56**.)

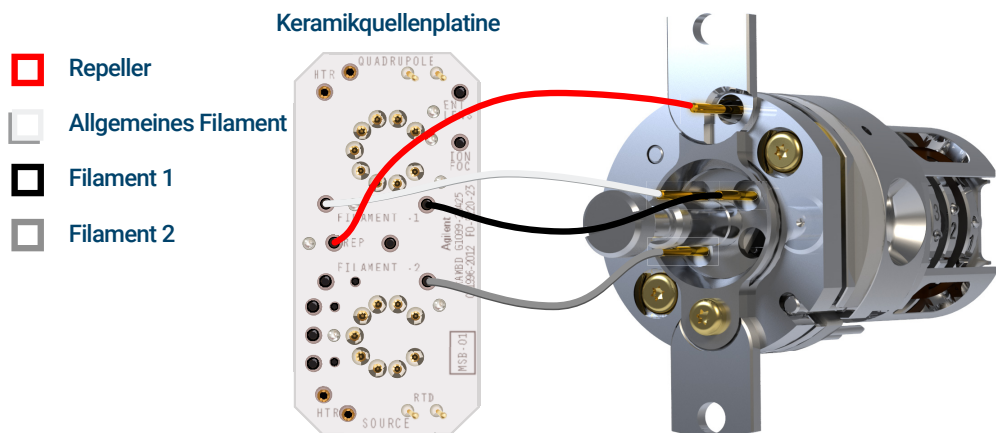


Abbildung 56. Verkabelung, die während der Installation oder Entfernung der Quelle angeschlossen/gelöst werden muss

## Zerlegen der EI-HES

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Tücher, saubere (05980-60051)
- T6 Torx-Schraubendreher (8710-2548)
- Pinzette (8710-2460)



### Vorgehensweise

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 57** und in der EI-HES-Teileliste **Tabelle 18** auf Seite 198 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

- 1 Legen Sie einen sauberen Lappen auf Ihre Arbeitsoberfläche, um die Ionenquellen-Teile darauf abzulegen.
- 2 Verwenden Sie einen T6 Torx-Schraubendreher, um die Schraube zu entfernen, die den Filamentblock an der Quellen-Befestigung sichert. Verwenden Sie den Haltegriff, um den Filamentblock zu entfernen.

#### ACHTUNG

**Entfernen Sie das Filament sehr vorsichtig vom Filamentblock. Übermäßiger Druck kann dazu führen, dass die Keramik des Filaments zerspringt. Wenn das passiert, versuchen Sie nicht, mit defektem Filament weiter zu arbeiten, dieses muss ersetzt werden.**

- 3 Entfernen Sie das Doppelfilament vom Filamentblock, indem Sie das Ionenquellengehäuse vom Filamentblock abheben und dabei den Filamentblock so festhalten, dass das Doppelfilament nicht herunterfallen und beschädigt werden kann.

#### ACHTUNG

**Entfernen Sie niemals den Haltegriff vom Filamentblock.**

- 4 Verwenden Sie einen T6 Torx Schraubendreher, um die beiden Schrauben zu entfernen, die die Quellen-Befestigung am Ionenquellengehäuse sichern.
- 5 Entfernen Sie die Quellen-Befestigung vom Linsengehäuse.

## 7 Allgemeine Wartung

### Zerlegen der EI-HES

- 6 Entfernen Sie Repeller und Ringheizungs-Fühlerbaugruppe vom Ionenquellengehäuse.
- 7 Trennen Sie den Repeller von der Ringheizungs-Baugruppe.
- 8 Verwenden Sie einen T6 Torx-Schraubendreher, um die Schraube und den Verschlussring des Linsenisolators zu entfernen, der den Linsenblock im Ionenquellengehäuse sichert. Dann entfernen Sie den Linsenblock.
- 9 Falls notwendig, nutzen Sie die Schwerkraft zur Entfernung des Linsenblock-Keramisolators vom Ionenquellengehäuse.

#### ACHTUNG

Entfernen Sie die Linsen sehr vorsichtig vom Linsenisolator-Gehäuse. Ausübung übermäßigen Drucks auf dieses Gehäuse kann dazu führen, dass es bricht oder zerspringt. Wenn das passiert, versuchen Sie nicht, mit defektem Linsenisolator weiter zu arbeiten, dieser muss ersetzt werden.

- 10 Entfernen Sie die fünf Linsen vom Linsenisolator/-halterung.

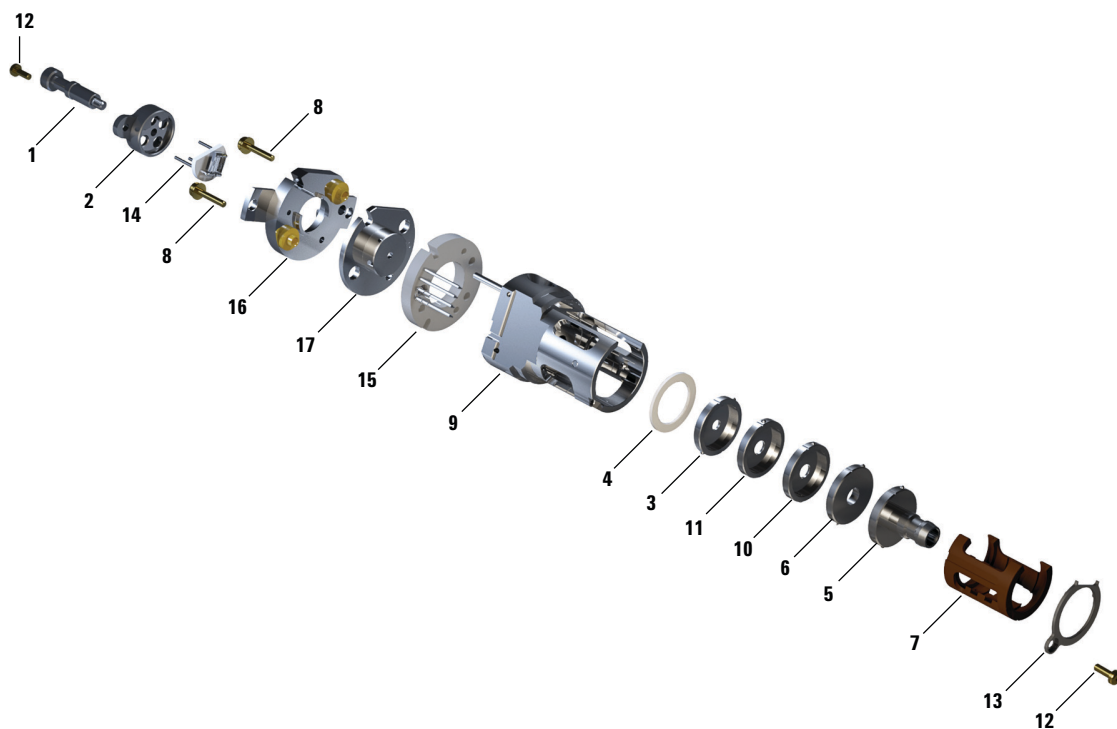


Abbildung 57. Explosionsansicht der Teile der EI-HES

## 7 Allgemeine Wartung

### Zerlegen der EI-HES

**Tabelle 18 Teileliste für die EI-HES (Abbildung 57)**

| Teilenummer      | Teilebeschreibung                                   | Bestellnummer |
|------------------|-----------------------------------------------------|---------------|
| 1                | Quellen-Haltegriff                                  | G7002-20008   |
| 2                | Filamentblock                                       | G7002-20019   |
| 3                | Extraktorlinse (5)*, mit 3 mm Öffnung               | G7004-20061   |
| 4                | Keramik-Isolator für Extraktor                      | G7002-20064   |
| 5                | Eingangslinseneinheit, erweitert, HES (1)*          | G7004-20065   |
| 6                | Ionenfokussierlinse (2)*                            | G7004-20068   |
| 7                | Linsenisolator/-halterung                           | G7002-20074   |
| 8                | M2 x 0,4 Schraube x 12 mm lange vergoldete Schraube | G7002-20083   |
| 9                | Ionenquellengehäuse                                 | G7002-20084   |
| 10               | Nachextraktorlinse 2 (3)*                           | G7004-20090   |
| 11               | Nachextraktorlinse 1 (4)*                           | G7004-20004   |
| 12               | M2 x 6 mm vergoldete Schraube                       | G7002-20109   |
| 13               | Verschlussring Linsenisolator                       | G7002-20126   |
| 14               | Hocheffizienz-Doppelfilament                        | G7002-60001   |
| 15               | Ringheizung-/Sensoreinheit                          | G7002-60043   |
| 16               | Quellen-Befestigung 1,5 mm                          | G7002-60053   |
| 17               | Repeller-Einheit                                    | G7002-60057   |
| Nicht abgebildet | HES-Baugruppe                                       | G7004-67056   |

\*Die Zahl in der Klammer gibt die auf der Linse eingravierte Nummer an

# Reinigen der EI-HES

## Benötigte Materialien

- Schleifpapier (5061-5896)
- Aluminiumoxid-Schleifpulver (393706201)
- Aluminiumfolie, saubere
- Tücher, saubere (05980-60051)
- Baumwollstäbchen (5080-5400)
- Glasbecher, 500 ml
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Lösungsmittel
  - Methanol (Reagent Grade)
  - Methylenchlorid (Reagent Grade)
  - Aceton (Reagent Grade)
- Ultraschall-Reinigungsbad



## Vorgehensweise

- 1 Zerlegen Sie die EI-HES. (Siehe „**Zerlegen der EI-HES**“ auf Seite 196.)
- 2 Sammeln Sie die folgenden zu reinigenden Teile: (Siehe **Abbildung 58** auf Seite 200.)
  - Befestigung Filament
  - Quellen-Befestigung (wird nicht abrasiv oder per Ultraschall gereinigt)
  - Repeller
  - Ionenquellengehäuse
  - Extraktorlinse (5)
  - Nachextraktorlinse 1 (4)
  - Nachextraktorlinse 2 (3)
  - Ionenfokussierlinse (2)
  - Eingangslinse (1)

## 7 Allgemeine Wartung

### Reinigen der EI-HES

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

#### ACHTUNG

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

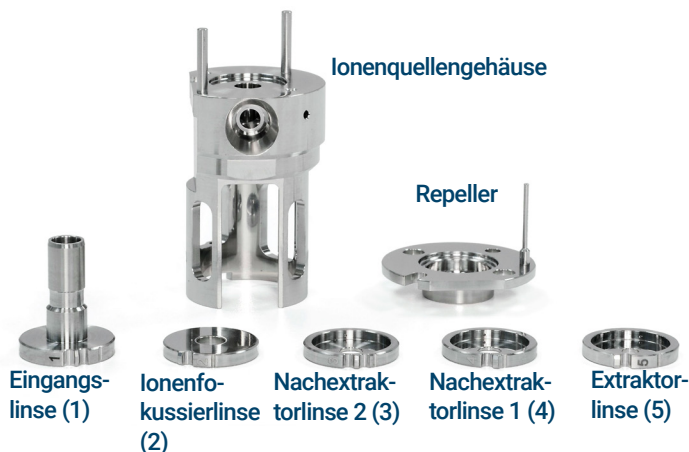


Abbildung 58. zu reinigende Teile der EI-HES

#### ACHTUNG

Die Filamente, die Heizeinheit der Ionenquelle, die Isolatoren, die Befestigungsplatte der Quelle und der Filamentblock können nicht per Ultraschall gereinigt werden. Ersetzen Sie diese Komponenten, falls starke Kontamination auftritt.

- 3 Ist die Kontamination schwerwiegend, wie ein Öl-Rückfluss in den Analyzer, sollten Sie den Austausch der kontaminierten Teile ernsthaft in Erwägung ziehen

#### ACHTUNG

Verwenden Sie keine abrasiven Schlämme an den Reduzierstücken der Quellen-Befestigung.

## 7 Allgemeine Wartung

### Reinigen der EI-HES

- 4 Reinigen Sie die Oberflächen, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berührung kommen, mit einem Schleifmittel.

Verwenden Sie abrasiven Schlamm aus Aluminiumoxidpulver und analysereinem Methanol auf einem Baumwollstäbchen. Wenden Sie ausreichend Kraft an, um alle Verfärbungen zu entfernen. Polieren der Teile ist nicht notwendig; kleine Kratzer verschlechtern die Leistung nicht. Reinigen Sie auch abrasiv die Verfärbungen an den Stellen, an denen Elektronen aus den Filamenten in das Ionenquellengehäuse eintreten.

- 5 Spülen Sie alle Schleifmittel-Reste mit analysereinem Methanol (Reagent Grade) aus.

Stellen Sie sicher, dass **alle** Schleifmittel-Reste ausgespült sind, *bevor* die Ultraschallreinigung beginnt. Wenn das Methanol trübe wird oder sichtbare Partikel enthält, dann spülen Sie noch einmal.

- 6 Trennen Sie die abrasiv gereinigten Teile von den Teilen, die nicht abrasiv gereinigt wurden.

#### ACHTUNG

**Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.**

#### WARNUNG

**All diese Lösemittel sind gefährlich. Arbeiten Sie unter einem Dunstabzug und ergreifen Sie alle geeigneten Vorsichtsmaßnahmen.**

- 7 Reinigen Sie die Teile (jede Gruppe separat) per Ultraschall für 15 Minuten mit jedem der folgenden Lösemittel:
  - Methylenchlorid (Reagent Grade)
  - Aceton (Reagent Grade)
  - Methanol (Reagent Grade)
- 8 Legen Sie die Teile in einen sauberen Becher. Decken Sie den Becher/ose mit sauberer Alufolie (matte Seite unten) ab.
- 9 Trocknen Sie die gereinigten Teile für 5 – 6 Minuten bei 100 °C in einem Ofen.

# Montage der EI-HES

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- T6 Torx-Schraubendreher (8710-2548)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

### ACHTUNG

**Tragen Sie bei Arbeiten in der Analyzerkammer immer saubere Handschuhe, um Kontamination zu vermeiden.**

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 61** und in der EI-HES-Teilleiste **Tabelle 19** auf Seite 206 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

### ACHTUNG

**Führen Sie die Linsen in das Linsenisolator-Gehäuse vorsichtig ein. Ausübung übermäßigen Drucks auf dieses Gehäuse kann dazu führen, dass es bricht oder zerspringt. Wenn das passiert, versuchen Sie nicht, mit defektem Linsenisolator weiter zu arbeiten, dieser muss ersetzt werden.**

- 1 Montieren Sie die fünf Linsen im Linsenisolator. (Siehe **Abbildung 59** auf Seite 203.) Die Linsennummer ist in die Außenoberfläche jeder Linse eingraviert.
  - a Beginnend mit der Eingangslinse 1 setzen Sie die Linse in das Wellenende des Linsenisolators und drehen Sie die Linse, bis Sie spüren, wie das Lager in der runden Aussparung einrastet.
  - b Führen Sie die nächsten 4 Linsen in numerischer Reihenfolge in den Linsenisolator ein. Das offene Ende der Linsenkommer befindet sich immer gegenüber der Eingangslinse 1. Drehen Sie jede Linse, bis Sie spüren, wie das Lager in der runden Aussparung einrastet.

Es ist einfacher, die Linse 5 angewinkelt einzuführen, weil der Linsenblock zu diesem Zeitpunkt den Linsenisolator weniger flexibel macht.

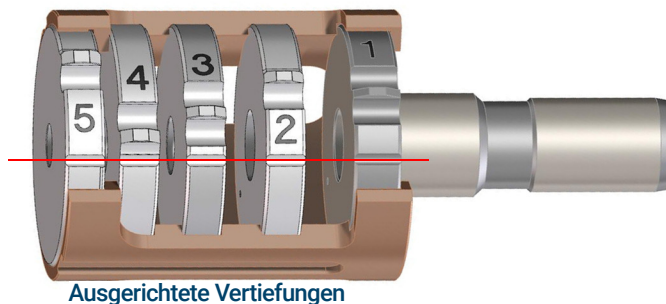


Abbildung 59. Montierter EI-HES-Linsenblock

- 2 Führen Sie den Keramik-Isolator des Extraktors in das Ionenquellengehäuse ein.

**ACHTUNG**

**Beim nächsten Schritt muss beim Einführen des Linsenblocks der Keramik-Isolator flach gegen das Ionenquellengehäuse positioniert werden.**

- 3 Führen Sie den Linsenblock, umhüllt vom Isolator, in das Ionenquellengehäuse ein. (Siehe **Abbildung 61** auf Seite 205.) Die eingravierten Nummern befinden sich gegenüber der vollständigen Öffnung, die sich bis zum Ende des Ionenquellengehäuses ausdehnt. Stellen Sie sicher, dass die Keramik bündig am Ende des Ionenquellengehäuses anliegt.
- 4 Installieren und sichern Sie mit dem T6 Torx Schraubendreher die vergoldete Stellschraube und den Verschlussring des Linsenisolators, der die Linsen-Baugruppe an Ort und Stelle hält. (Siehe **Abbildung 60** auf Seite 204.)



Abbildung 60. Befestigen Sie die Linsenschraube und den Verschlussring des Isolators.

- 5 Platzieren Sie die Heizungs-/Sensoreinheit über die Führungsstifte auf dem Ionenquellengehäuse, ausgerichtet mit den vier elektrischen Kontakten entlang der flachen Seite des Ionenquellengehäuses.
- 6 Platzieren Sie den Repeller auf die Heizungs-/Sensoreinheit, wobei die flache Seite des Repeller-Umfangs mit der Verbindungsbuchse im Ionenquellengehäuse gefluchtet ist.
- 7 Platzieren Sie die Quellen-Befestigung über dem Repeller.
- 8 Ziehen Sie die beiden vergoldeten Schrauben fingerfest mit einem T6 Torx Schraubendreher an, um die Quellen-Befestigung am Ionenquellengehäuse zu sichern.

**ACHTUNG**

**Ziehen Sie die Schrauben im Ionenquellengehäuse nicht übermäßig an. Schaden am Repeller könnte auftreten.**

- 9 Auf der Seite des Filamentblocks gegenüber des Haltegriffs, richten Sie den Doppelfilament-Keramikhalter so aus, dass er mit der Fläche des Filamentblocks eine Flucht bildet. Führen Sie die drei Filament-Leitungen vollständig in den Filamentblock ein.

## 7 Allgemeine Wartung

### Montage der EI-HES

- 10** Führen Sie den Filamentblock in die Quellen-Halterung ein und verwenden Sie einen T6 Torx-Schraubendreher, um ihn mit der vergoldeten Schraube an der Halterung zu befestigen. Der Filamentblock sollte flach auf der Quellen-Halterung aufliegen. Ist dies nicht der Fall, entfernen Sie den Filamentblock und stellen Sie sicher, dass das Filament korrekt installiert ist, bevor Sie den Filamentblock wieder einsetzen.

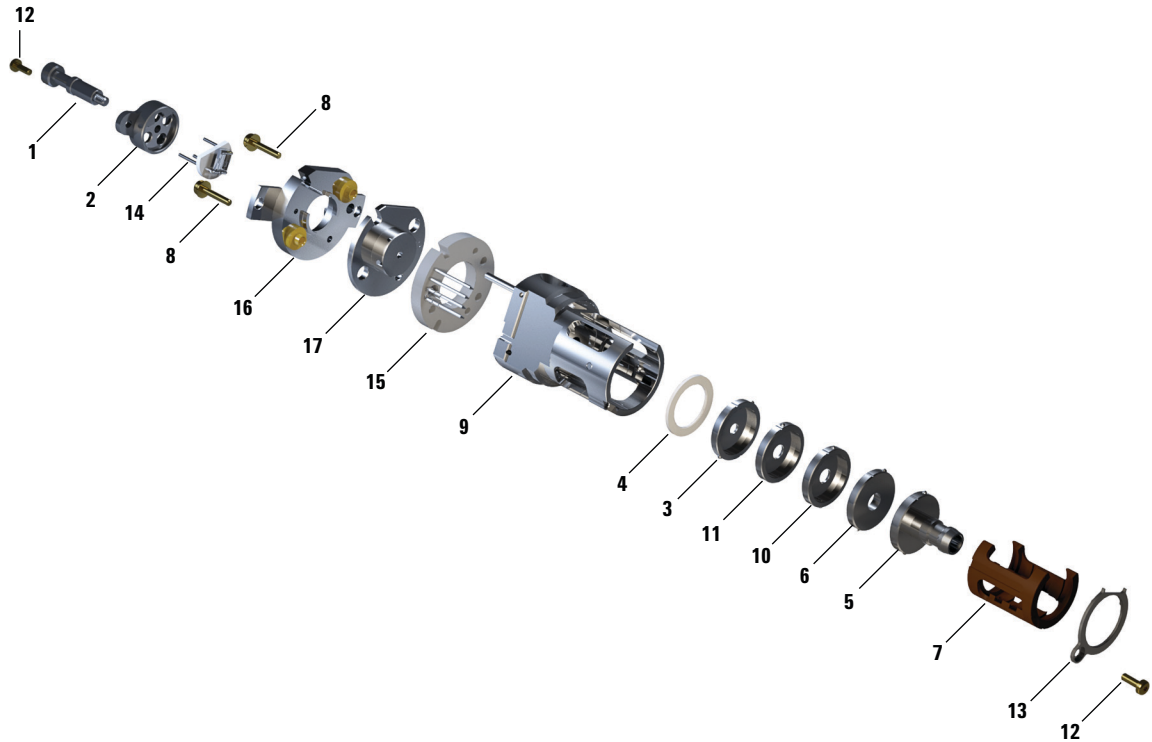


Abbildung 61. Montieren der EI-HES

**Tabelle 19 Teileliste für die EI-HES (Abbildung 61)**

| Teilenummer      | Teilebeschreibung                                   | Bestellnummer |
|------------------|-----------------------------------------------------|---------------|
| 1                | Quellen-Haltegriff                                  | G7002-20008   |
| 2                | Filamentblock                                       | G7002-20019   |
| 3                | Extraktorlinse (5)*, mit 3 mm Öffnung               | G7004-20061   |
| 4                | Keramik-Isolator für Extraktor                      | G7002-20064   |
| 5                | Eingangslinseneinheit, erweitert, HES (1)*          | G7004-20065   |
| 6                | Ionenfokussierlinse (2)*                            | G7004-20068   |
| 7                | Linsenisolator/-halterung                           | G7002-20074   |
| 8                | M2 x 0,4 Schraube x 12 mm lange vergoldete Schraube | G7002-20083   |
| 9                | Ionenquellengehäuse                                 | G7002-20084   |
| 10               | Nachextraktorlinse 2 (3)*                           | G7004-20090   |
| 11               | Nachextraktorlinse 1 (4)*                           | G7004-20004   |
| 12               | M2 x 6 mm vergoldete Schraube                       | G7002-20109   |
| 13               | Verschlussring Linsenisolator                       | G7002-20126   |
| 14               | Hocheffizienz-Doppelfilament                        | G7002-60001   |
| 15               | Ringheizung-/Sensoreinheit                          | G7002-60043   |
| 16               | Quellen-Befestigung 1,5 mm                          | G7002-60053   |
| 17               | Repeller-Einheit                                    | G7002-60057   |
| Nicht abgebildet | HES-Baugruppe                                       | G7004-67056   |

\*Die Zahl in der Klammer gibt die auf der Linse eingravierte Nummer an

## Entfernen der EI-HES-Filamente

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Tücher, saubere (05980-60051)
- T6 Torx-Schraubendreher (8710-2548)



### Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

#### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

#### WARNUNG

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

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 3 Entfernen Sie die Ionenquelle und legen Sie sie auf einen sauberen Lappen auf Ihrer Arbeitsfläche. (Siehe „**Entfernen der EI-HES**“ auf Seite 193.)
- 4 Entfernen Sie die Schraube, die den Filamentblock an der Quellen-Befestigung sichert. (Siehe **Abbildung 62**.)

Quellen-Befestigung

Schraube

Filamentblock

Doppelfilament

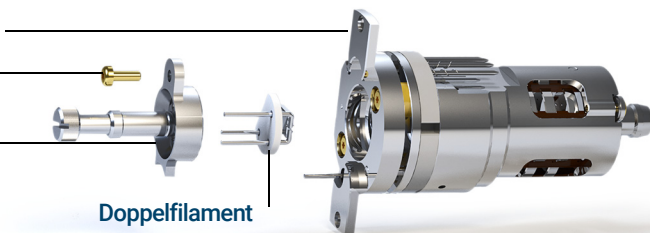


Abbildung 62. Ersetzen des Doppelfilaments

## 7 Allgemeine Wartung

### Entfernen der EI-HES-Filamente

- 5 Verwenden Sie den Haltegriff des Filamentblocks, um diesen von der Quelle zu entfernen.

#### ACHTUNG

**Gehen Sie beim Entfernen des Doppelfilaments äußerst behutsam vor, weil es sehr spröde ist.**

- 6 Entfernen Sie das Doppelfilament vom Filamentblock, indem Sie das Ionenquellengehäuse vom Filamentblock abheben und dabei den Filamentblock so festhalten, dass das Doppelfilament nicht herunterfallen und beschädigt werden kann.

# Einsetzen des EI-HES-Filaments

## Benötigte Materialien

- Filamenteinheit, Hocheffizienz-Doppelfilament(G7001-60001)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- T6 Torx-Schraubendreher (8710-2548)



## Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie das alte Filament. (Siehe „**Entfernen der EI-HES-Filamente**“ auf Seite 207.)
- 2 Führen Sie die 3 Stifte auf dem Doppelfilament durch die Rückseite des Filamentblocks. (Siehe **Abbildung 62** auf Seite 207.)
- 3 Platzieren Sie den Filamentblock in der Quellen-Befestigung.
- 4 Verwenden Sie einen T6 Torx Schraubendreher, um die Schraube anzuziehen, die den Filamentblock an der Quellen-Befestigung sichert.
- 5 Installieren Sie die Ionenquelle erneut. (Siehe „**Installieren der EI-HES**“ auf Seite 210.)
- 6 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)
- 7 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)
- 8 Führen Sie die Autotune-Funktion des MSD durch.

# Installieren der EI-HES

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

### ACHTUNG

**Tragen Sie bei Arbeiten in der Analyzerkammer immer saubere Handschuhe, um Kontamination zu vermeiden.**

- 1 Richten Sie die EI-HES so aus, dass die geschlitzte Öffnung für den Linsenblock, wo die Linsennummern sichtbar sind, auf der rechten Seite ist. Positionieren Sie sie so, dass die beiden Befestigungslaschen auf der Quellen-Befestigung mit den entsprechenden Schlitten im Quellen-Heizkörper ausgerichtet sind. Schieben Sie die Ionenquelle in den Quellen-Heizkörper, bis Sie einen Widerstand spüren.
- 2 Rasten Sie die Quelle so ein, dass die Quellen-Befestigungslaschen bündig an der Quellen-Befestigungsoberfläche des Heizkörpers anliegen. Um den Widerstand der gefederten Pins der elektrischen Kontakte zu überwinden, ist einige Kraft notwendig.
- 3 Schließen Sie die EI-HES-Kabel an. (Siehe **„Verbinden/Lösen von Kabeln zur EI-HES“** auf Seite 195.)
- 4 Bringen Sie die Rändelschrauben für die Quelle an, und ziehen Sie diese handfest an. Ziehen Sie die Rändelschrauben nicht zu fest an.
- 5 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe **„Schließen der Analyzerkammer“** auf Seite 237.)
- 6 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe **„Abpumpen des MSD“** auf Seite 152.)
- 7 Gleichen Sie den MSD ab. (Siehe **„Tuning des MSD in EI-Modus“** auf Seite 140.)

# Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Beim Abkoppeln von Leitungen, ziehen Sie den Anschluss heraus und nicht die Kabel.

- 3 Lösen Sie die Kabel von der EI-Quelle. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig. (Siehe „**Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen**“ auf Seite 212.)
- 4 Entfernen Sie die Rändelschrauben, mit denen die Ionenquelle fixiert ist. (Siehe **Abbildung 70** auf Seite 234.)
- 5 Ziehen Sie die Ionenquelle vom Quellenradiator ab.

# Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

- 1 Verwenden Sie eine Pinzette oder eine Spitzzange, um die Kabelverbindungen der Keramikquellenplatine an den Verbindungsstücken der Quelle anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 63**.)
- 2 Verwenden Sie eine Pinzette oder eine Spitzzange, um die Kabelverbindungen der Quellenheizung an der Keramikquellenplatine anzuschließen oder zu lösen.

## 7 Allgemeine Wartung

Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen

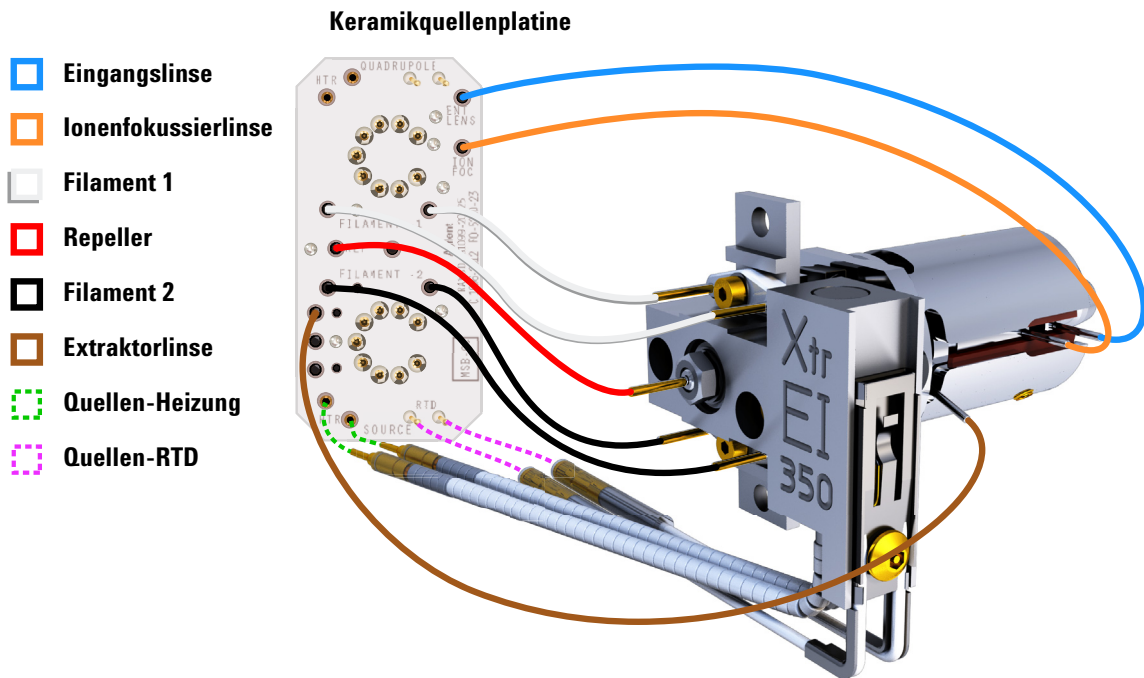


Abbildung 63. Kabel für die EI-XTR-Quelle

# Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 64** und in der EI-SS- und in der EI-Inert-Teileliste **Tabelle 20** auf Seite 216 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

- 1 Entfernen Sie die EI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der EI-HES**“ auf Seite 193 oder „**Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle**“ auf Seite 211.)
- 2 Entfernen Sie die zwei vergoldeten Schrauben von den Filamenten und entfernen Sie die Filamente von der Quelle.
- 3 Lösen Sie die beiden vergoldeten Schrauben von der Heizblock-Einheit der Quelle und trennen Sie die Repeller-Einheit vom Ionenquellengehäuse. Die Repeller-Einheit besteht aus der Heizblockeinheit der Quelle, dem Repeller und dazugehörigen Teilen.
- 4 Entfernen Sie die Repeller-Mutter und Unterlegscheiben, dann entfernen Sie den Repeller von der Heizblock-Einheit der Quelle.
- 5 Entfernen Sie die Repeller-Isolatoren und den Repellerblock-Einsatz von der Heizblock-Einheit der Quelle.
- 6 Entfernen Sie die goldbeschichtete Einstellschraube von der Seite des Ionenquellengehäuse.
- 7 Drücken Sie auf die Drawout-Platte, um die Eingangslinse, Ionenfokussierlinse, Drawout-Zylinder und Drawout-Platte vom anderen Ende des Ionenquellengehäuses zu entfernen.
- 8 Lösen Sie die Verbindungsbuchse. Ein 10 mm-Gabelschlüssel passt in die Abflachungen der Verbindungsbuchse.
- 9 Entfernen Sie die Eingangs- und Ionenfokussierlinse vom Linsenisolator.

## 7

## Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle

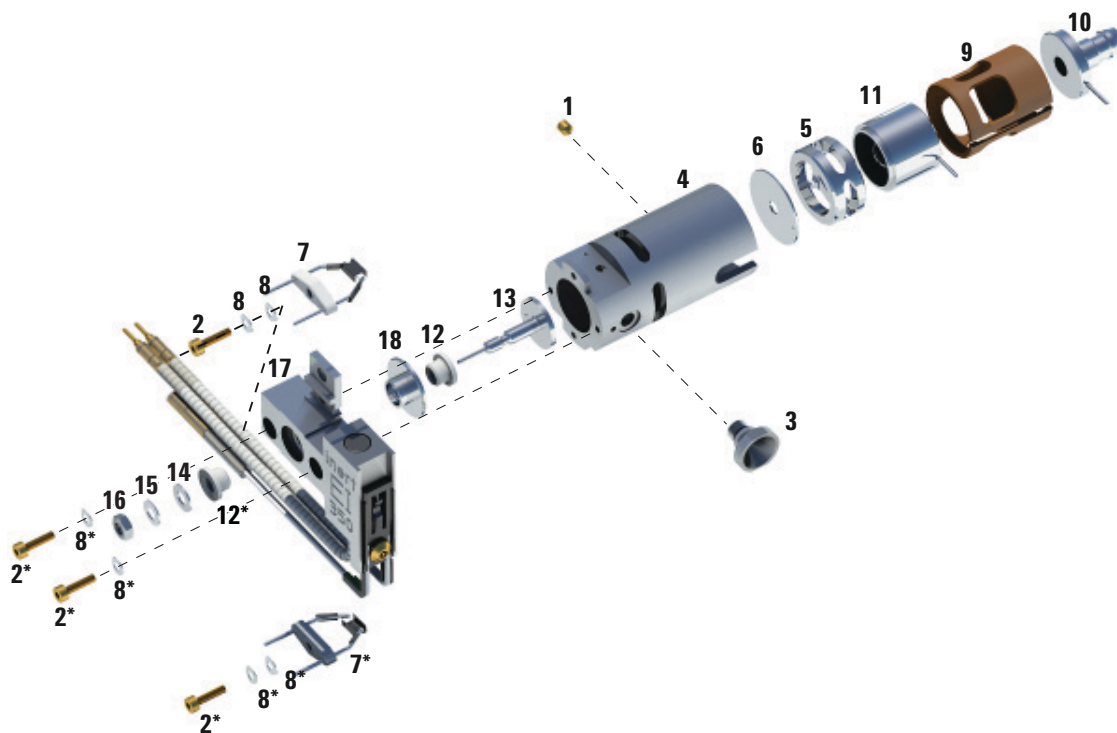


Abbildung 64. Zerlegen der El-SS- oder -Inert-Quelle

## 7 Allgemeine Wartung

### Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle

**Tabelle 20**Teileliste für die EI-SS- oder -Inert-Quelle (Abbildung 64)

| Teilenummer | Teilebeschreibung           | Bestellnummer (SS) | Bestellnummer (Inert) |
|-------------|-----------------------------|--------------------|-----------------------|
| 1           | Vergoldete Stellschraube    | G1999-20022        | G1999-20022           |
| 2           | Vergoldete Schraube         | G3870-20021        | G3870-20021           |
| 3           | Verbindungsbuchse           | G1099-20136        | G1099-20136           |
| 4           | Ionenquellengehäuse         | G1099-20130        | G2589-20043           |
| 5           | Drawout-Zylinder            | G1072-20008        | G1072-20008           |
| 6           | Drawout-Platte              | 05971-20134        | G2589-20100           |
| 7           | Filament mit vier Windungen | G7005-60061        | G7005-60061           |
| 8           | Federring                   | 3050-1374          | 3050-1374             |
| 8           | Unterlegscheibe             | 3050-0982          | 3050-0982             |
| 9           | Linsenisolator              | G3170-20530        | G3170-20530           |
| 10          | Eingangslinse               | G3170-20126        | G3170-20126           |
| 11          | Ionenfokussierlinse         | 05971-20143        | 05971-20143           |
| 12          | Repeller-Isolator           | G1099-20133        | G1099-20133           |
| 13          | Repeller                    | G3870-60172        | G3870-60173           |
| 14          | Unterlegscheibe             | 3050-0627          | 3050-0627             |
| 15          | Tellerfeder                 | 3050-1301          | 3050-1301             |
| 16          | Repeller-Mutter             | 0535-0071          | 0535-0071             |
| 17          | Heizblockeinheit der Quelle | G3870-60180        | G3870-60179           |
| 18          | Repeller-Blockeinsatz       | G3870-20135        | G3870-20135           |

# Zerlegung der EI-XTR-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 65** und in der EI-XTR-Teilleiste **Tabelle 21** auf Seite 219 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

- 1 Entfernen Sie die EI-XTR-Quelle. (Siehe „**Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle**“ auf Seite 211.)
- 2 Entfernen Sie die Filamente durch Entfernen der zwei vergoldeten Schrauben und Trennen der Filamente von der Quelle.
- 3 Lösen Sie die beiden vergoldeten Schrauben von der Heizblock-Einheit der Quelle und trennen Sie die Repeller-Einheit vom Ionenquellengehäuse. Die Repeller-Einheit besteht aus der Heizblockeinheit der Quelle, dem Repeller und dazugehörigen Teilen.
- 4 Entfernen Sie die vergoldeten Einstellschrauben von der Seite des Ionenquellengehäuses.
- 5 Ziehen Sie an der Eingangs- und Ionenfokussierlinse, um diese vom Ionenquellengehäuse zu entfernen.
- 6 Entfernen Sie die Extraktorlinse und den Isolator.
- 7 Trennen Sie die Eingangs- und Ionenfokussierlinse vom Linsenisolator.
- 8 Entfernen Sie die Repellermutter, die Unterlegscheiben und den Isolator von der vorderen Seite der Heizblockeinheit der Quelle, dann entfernen Sie den Repeller, Isolator und den Repellerblock-Einsatz von der gegenüber liegenden Seite.

## 7 Allgemeine Wartung

### Zerlegung der EI-XTR-Quelle

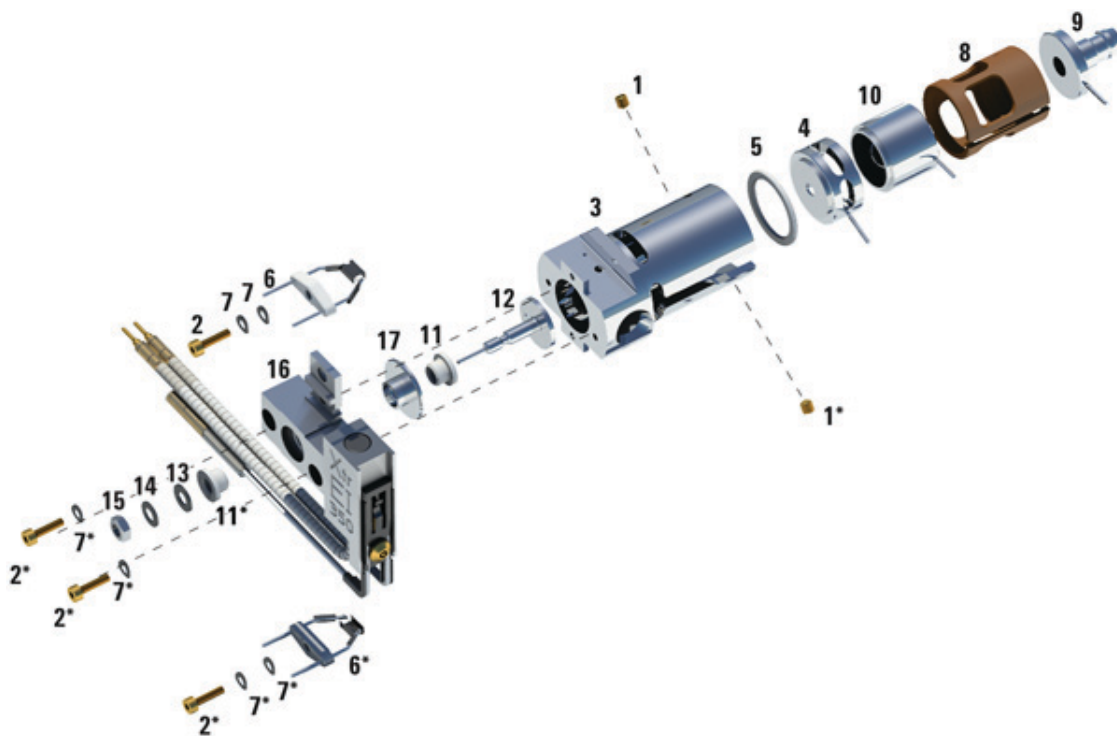


Abbildung 65. Zerlegen der EI-XTR-Quelle

## 7 Allgemeine Wartung

### Zerlegung der EI-XTR-Quelle

**Tabelle 21 Teileliste der EI-XTR-Quelle (Abbildung 65)**

| Komponente       | Beschreibung                     | Bestellnummer |
|------------------|----------------------------------|---------------|
| 1                | Einstellschrauben                | G3870-20446   |
| 2                | Schrauben                        | G3870-20021   |
| 3                | Ionenquellengehäuse              | G3870-20440   |
| 4                | Extraktorlinse                   | G3870-20444   |
| 5                | Extraktorlinsenisolator          | G3870-20445   |
| 6                | Filamente                        | G7005-60061   |
| 7                | Federring                        | 3050-1301     |
| 7                | Unterlegscheibe                  | 3050-0982     |
| 8                | Linsenisolator                   | G3870-20530   |
| 9                | Eingangslinseneinheit, erweitert | G7000-20026   |
| 10               | Ionenfokussierlinse              | 05971-20143   |
| 11               | Repeller-Isolator                | G1099-20113   |
| 12               | Repeller                         | G3870-60171   |
| 13               | Unterlegscheibe                  | 3050-0891     |
| 14               | Tellerfeder                      | 3050-1301     |
| 15               | Repeller-Mutter                  | 0535-0071     |
| 16               | Heizblockeinheit der Quelle      | G3870-60177   |
| 17               | Repeller-Blockeinsatz            | G3870-20135   |
| Nicht abgebildet | EI-XTR-Quellen-Baugruppe         | G7003-67720   |

# Reinigen der EI-XTR-, SS- oder InertQuelle

## Benötigte Materialien

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

## Vorbereitung

- 1 Zerlegen Sie die Ionenquelle. (Siehe „**Zerlegung der EI-SS- oder EI-Inert-Quelle**“ auf Seite 214 oder „**Zerlegung der EI-XTR-Quelle**“ auf Seite 217.)
- 2 Sammeln Sie die bei einer EI-SS- oder InertQuelle zu reinigenden Teile: (Siehe **Abbildung 66** auf Seite 222.)
  - Repeller
  - Verbindungsbuchse
  - Ionenquellengehäuse
  - Repeller-Blockeinsatz
  - Drawout-Platte
  - Drawout-Zylinder
  - Ionenfokussierlinse
  - Eingangslinse

## 7 Allgemeine Wartung

### Reinigen der EI-XTR-, SS- oder InertQuelle

**3** Sammeln Sie die bei einer EI-XTR-Quelle zu reinigenden Teile: (Siehe **Abbildung 66** auf Seite 222.)

- Repeller
- Repeller-Blockeinsatz
- Ionenquellengehäuse
- Extraktorlinse
- Ionenfokussierlinse
- Eingangslinse

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

#### ACHTUNG

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

## 7 Allgemeine Wartung

### Reinigen der EI-XTR-, SS- oder InertQuelle

Zu reinigende Teile von EI-SS- oder EI-Inert-Quellen



Zu reinigende EI-XTR-Quellentteile



Abbildung 66. Zu reinigende Quellen-Teile

## 7 Allgemeine Wartung

### Reinigen der EI-XTR-, SS- oder InertQuelle



#### Vorgehensweise

#### ACHTUNG

**Die Filamente, die Heizeinheit der Ionenquelle und die Isolatoren können nicht per Ultraschall gereinigt werden. Ersetzen Sie diese Komponenten, falls starke Kontamination auftritt.**

- 1 Ist die Kontamination schwerwiegend, wie ein Öl-Rückfluss in den Analyzer, sollten Sie den Austausch der kontaminierten Teile ernsthaft in Erwägung ziehen.
- 2 Reinigen Sie die Oberflächen, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berührung kommen, mit einem Schleifmittel.

Verwenden Sie abrasiven Schlamm aus Aluminiumoxidpulver und analysereinem Methanol auf einem Baumwollstäbchen. Wenden Sie ausreichend Kraft an, um alle Verfärbungen zu entfernen. Polieren der Teile ist nicht notwendig; kleine Kratzer verschlechtern die Leistung nicht. Reinigen Sie mit einem Schleifmittel auch die Verfärbungen an den Stellen, an denen Elektronen aus den Filamenten in das Ionenquellengehäuse eintreten.

- 3 Spülen Sie alle Schleifmittel-Reste mit analysereinem Methanol (Reagent Grade) aus.

Stellen Sie sicher, dass *alle* Schleifmittel-Reste ausgespült sind, *bevor* die Ultraschallreinigung beginnt. Wenn das Methanol trübe wird oder sichtbare Partikel enthält, dann spülen Sie noch dreimal.

- 4 Trennen Sie die abrasiv gereinigten Teile von den Teilen, die nicht abrasiv gereinigt wurden.

#### WARNUNG

**All diese Lösemittel sind gefährlich. Arbeiten Sie unter einem Dunstabzug und ergreifen Sie alle geeigneten Vorsichtsmaßnahmen.**

- 5 Reinigen Sie die Teile (jede Gruppe separat) per Ultraschall für 15 Minuten. Verwenden Sie bei schmutzigen Teilen alle drei Lösemittel in angegebener Reihenfolge. Reinigen Sie für 15 Minuten mit jedem der folgenden Lösemittel:
  - Methylenchlorid (Reagent Grade)
  - Aceton (Reagent Grade)
  - Methanol (Reagent Grade)

Routinereinigung: Reinigung mit Methanol reicht aus.

## 7 Allgemeine Wartung

Reinigen der EI-XTR-, SS- oder InertQuelle

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

### **WARNUNG**

**Lassen Sie die Teile vor der Handhabung abkühlen.**

### **HINWEIS**

**Passen Sie darauf, die gereinigten und getrockneten Teile nicht erneut zu verschmutzen. Ziehen Sie neue, saubere Handschuhe an, bevor Sie die Teile anfassen. Legen Sie die gereinigten Teile nicht auf eine schmutzige Oberfläche. Legen Sie diese nur auf saubere, fusselfreie Lappen.**

# Montieren einer EI-SS- oder Inert-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 67** und in der EI-SS- und in der EI-Inert-Teileliste **Tabelle 22** auf Seite 227 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

### ACHTUNG

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

- 1 Setzen Sie die Repeller-Einheit zusammen.
  - a Bauen Sie den Repeller-Blockeinsatz in die Heizblockbaugruppe der Quelle ein.
  - b Setzen Sie die Repeller-Isolierungen in die Heizblockbaugruppe der Quelle und den Repeller-Blockeinsatz ein.
  - c Bauen Sie den Repeller durch die Repeller-Isolatoren ein. Setzen Sie anschließend die Unterlegscheibe gefolgt vom Federring auf das Ende der Repeller-Welle und ziehen Sie dann die Repeller-Mutter fingerfest an.
- 2 Setzen Sie die Drawout-Platte und den Drawout-Zylinder in das Ionenquellengehäuse ein.
- 3 Bauen Sie die Ionenfokussierlinse, Eingangslinse und Linsenisolatoren zusammen.
- 4 Schieben Sie diese montierten Teile in das Ionenquellengehäuse.
- 5 Ziehen Sie die Einstellschraube an, die die Position der Linse fixiert.
- 6 Installieren Sie die Verbindungsbuchse.

## 7 Allgemeine Wartung

### Montieren einer EI-SS- oder Inert-Quelle

- 7 Bringen sie die Repeller-Einheit mithilfe der beiden vergoldeten Schrauben und Federringe am Ionenquellengehäuse an.
- 8 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe ein.

#### ACHTUNG

Ziehen Sie die Verbindungsbuchse nicht übermäßig an. Übermäßiges Anziehen könnte die Schrauben überdrehen.

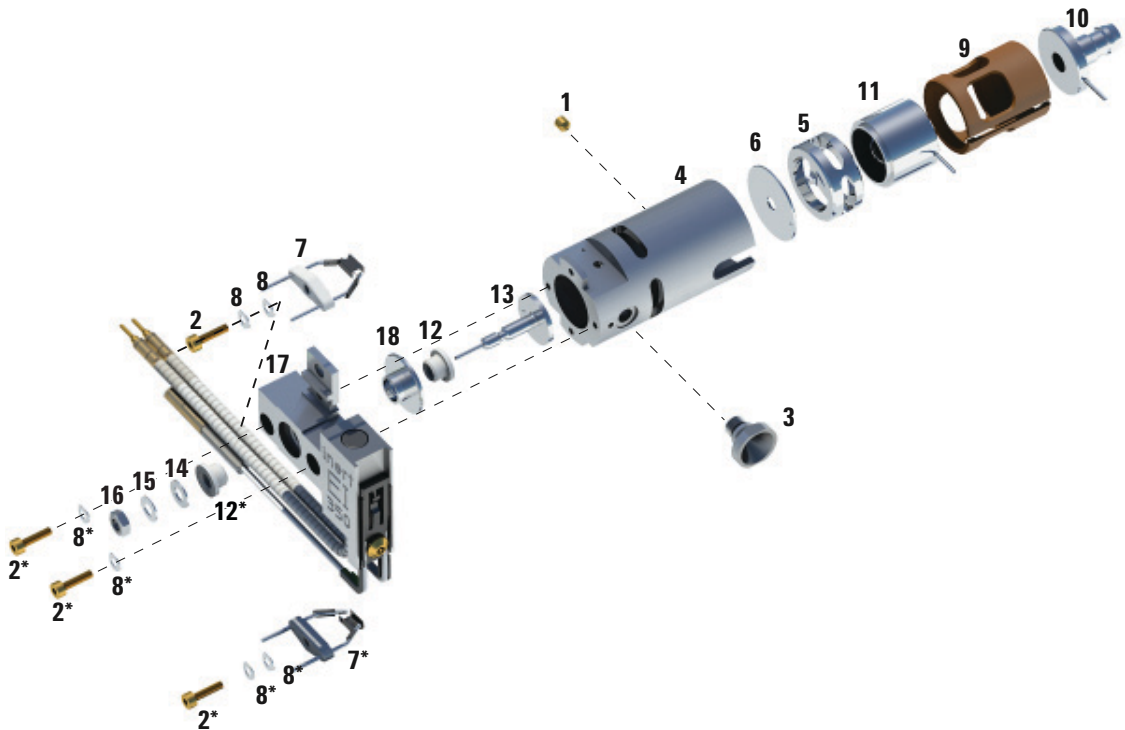


Abbildung 67. Montage der EI-Standard- oder EI-Inert-Quelle

## 7 Allgemeine Wartung

### Montieren einer EI-SS- oder Inert-Quelle

**Tabelle 22 Teileliste für die EI-Standard- oder EI-Inert-Quelle (Abbildung 67)**

| Teilenummer | Teilebeschreibung           | Bestellnummer (SSL) | Bestellnummer (Inert) |
|-------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 1           | Vergoldete Stellschraube    | G1999-20022         | G1999-20022           |
| 2           | Vergoldete Schraube         | G3870-20021         | G3870-20021           |
| 3           | Verbindungsbuchse           | G1099-20136         | G1099-20136           |
| 4           | Ionenquellengehäuse         | G1099-20130         | G2589-20043           |
| 5           | Drawout-Zylinder            | G1072-20008         | G1072-20008           |
| 6           | Drawout-Platte              | 05971-20134         | G2589-20100           |
| 7           | Filament mit vier Windungen | G7005-60061         | G7005-60061           |
| 8           | Federring                   | 3050-1374           | 3050-1374             |
| 8           | Unterlegscheibe             | 3050-0982           | 3050-0982             |
| 9           | Linsenisolator              | G3170-20530         | G3170-20530           |
| 10          | Eingangslinse               | G3170-20126         | G3170-20126           |
| 11          | Ionenfokussierlinse         | 05971-20143         | 05971-20143           |
| 12          | Repeller-Isolator           | G1099-20133         | G1099-20133           |
| 13          | Repeller                    | G3870-60172         | G3870-60173           |
| 14          | Unterlegscheibe             | 3050-0627           | 3050-0627             |
| 15          | Tellerfeder                 | 3050-1301           | 3050-1301             |
| 16          | Repeller-Mutter             | 0535-0071           | 0535-0071             |
| 17          | Heizblockeinheit der Quelle | G3870-60180         | G3870-60179           |
| 18          | Repeller-Blockeinsatz       | G3870-20135         | G3870-20135           |

# Montage der EI-XTR-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

Schlagen Sie unter der Explosionsansicht der Teile **Abbildung 68** und in der EI-XTR-Teileliste **Tabelle 23** auf Seite 230 nach, während Sie dieses Verfahren verwenden.

- 1 Schieben Sie die Keramikunterlegscheibe in das Ionenquellengehäuse.
- 2 Setzen Sie die Extraktorlinse in das Ionenquellengehäuse ein, die flache Seite zuerst.
- 3 Setzen Sie Eingangslinse und Ionenfokussierlinse in angegebener Reihenfolge (**Abbildung 68** auf Seite 229) in den Isolator ein.
- 4 Schieben Sie den Isolator, der Ionenfokussierlinse und der Eingangslinse enthält, in das Ionenquellengehäuse mit der Ionenfokussierlinse gegen die Extraktorlinse.
- 5 Installieren Sie die zwei vergoldeten Einstellschrauben, die die Position der Linse fixieren.

### ACHTUNG

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

- 6 Setzen Sie die Repeller-Einheit zusammen.
  - a Bauen Sie den Repeller-Blockeinsatz in die Heizblockbaugruppe der Quelle ein.
  - b Setzen Sie die Repeller-Isolierungen in die Heizblockbaugruppe der Quelle und den Repeller-Blockeinsatz ein.

## 7 Allgemeine Wartung

### Montage der EI-XTR-Quelle

- c Bauen Sie den Repeller durch die Repeller-Isolierungen hindurch ein. Setzen Sie anschließend den flachen Dichtungsring gefolgt von der Tellerfeder auf das Ende des Repeller-Schafts und ziehen Sie dann die Repeller-Mutter fingerfest an.
- 7 Bringen sie die Repeller-Einheit mithilfe der beiden vergoldeten Schrauben und Federringe am Ionenquellengehäuse an.
- 8 Bauen Sie die Glühdrähte mithilfe der beiden goldbeschichteten Schrauben und Federringe ein.

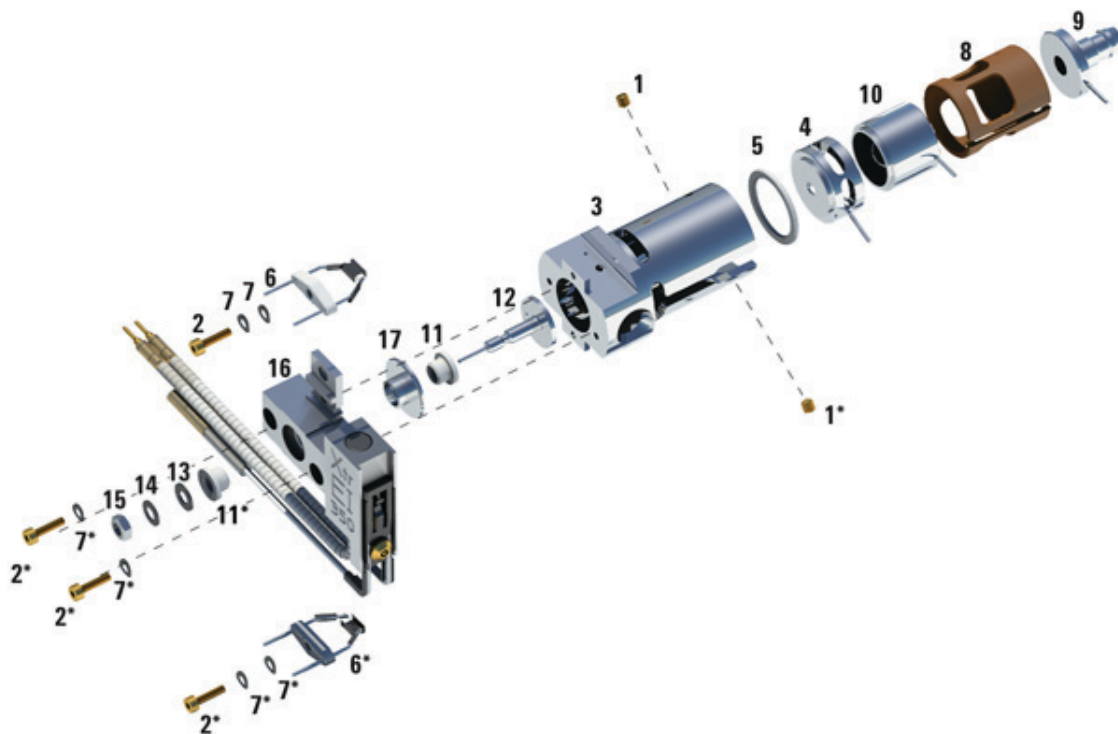


Abbildung 68. Montieren der EI-XTR-Quelle

## 7 Allgemeine Wartung

### Montage der EI-XTR-Quelle

**Tabelle 23 Teileliste der EI-XTR-Quelle (Abbildung 68)**

| Komponente       | Beschreibung                     | Bestellnummer |
|------------------|----------------------------------|---------------|
| 1                | Einstellschrauben                | G3870-20446   |
| 2                | Schrauben                        | G3870-20021   |
| 3                | Ionenquellengehäuse              | G3870-20440   |
| 4                | Extraktorlinse                   | G3870-20444   |
| 5                | Extraktorlinsenisolator          | G3870-20445   |
| 6                | Filamente                        | G7005-60061   |
| 7                | Federring                        | 3050-1301     |
| 7                | Unterlegscheibe                  | 3050-0982     |
| 8                | Linsenisolator                   | G3870-20530   |
| 9                | Eingangslinseneinheit, erweitert | G7000-20026   |
| 10               | Ionenfokussierlinse              | 05971-20143   |
| 11               | Repeller-Isolator                | G1099-20113   |
| 12               | Repeller                         | G3870-60171   |
| 13               | Unterlegscheibe                  | 3050-0891     |
| 14               | Tellerfeder                      | 3050-1301     |
| 15               | Repeller-Mutter                  | 0535-0071     |
| 16               | Heizblockeinheit der Quelle      | G3870-60177   |
| 17               | Repeller-Blockeinsatz            | G3870-20135   |
| Nicht abgebildet | EI-XTR-Quellen-Baugruppe         | G7003-67720   |

# Wechseln eines Filaments in einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle

## Benötigte Materialien

- Filamenteinheit (G7005-60061)
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 128.)

## WARNUNG

**Der Analyzer arbeitet bei hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.**

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 3 Entfernen Sie die Ionenquelle. (Siehe „**Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle**“ auf Seite 211.)
- 4 Entfernen Sie die vergoldete Schraube und Unterlegscheibe vom Filament. (Siehe **Abbildung 69** auf Seite 232.)
- 5 Schieben Sie die Filamenteinheit von der Ionenquellen-Einheit herunter.

## 7 Allgemeine Wartung

Wechseln eines Filaments in einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle



Abbildung 69. Wechseln des Filaments

- 6 Sichern Sie das neue Filament mit der vergoldeten Schraube und Unterlegscheibe. (Siehe **Abbildung 69**.)
- 7 Stellen Sie nach Einbau des Filaments sicher, dass dieser nicht am Ionenquellengehäuse geerdet ist.
- 8 Installieren Sie die EI-Quelle. (Siehe „**Installieren der EI-XTR-, SS- oder der Inert-Quelle**“ auf Seite 234.)
- 9 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)
- 10 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)
- 11 Führen Sie die Autotune-Funktion des MSD durch. (Siehe „**Tuning des MSD in EI-Modus**“ auf Seite 140.)
- 12 Im Dialog Manuelles Tuning ermöglicht Ihnen der Parameter **Filament-**, die Zahl **1** oder **2** als Filament-Nummer einzugeben. Je nachdem, welche Nummer während des vorherigen Autotuning angezeigt wurde, geben Sie nun die jeweils andere Filament-Nummer ein.
- 13 Führen Sie die Autotune-Funktion des MSD noch einmal durch.

## 7 Allgemeine Wartung

### Wechseln eines Filaments in einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle

- 14 Geben Sie die Filament-Nummer mit den besten Ergebnissen ein.

Wenn Sie entscheiden, die erste Filament-Nummer zu verwenden, starten Sie nochmals Autotuning, um sicherzustellen, dass die Tuning-Parameter zum Filament passen.

- 15 Wählen Sie **Save Tune Parameters** (Tuning-Parameter speichern) im Menü **File** (Datei).

# Installieren der EI-XTR-, SS- oder der Inert-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

- 1 Schieben Sie die Ionenquelle in den Quellenradiator. (Siehe **Abbildung 70.**)

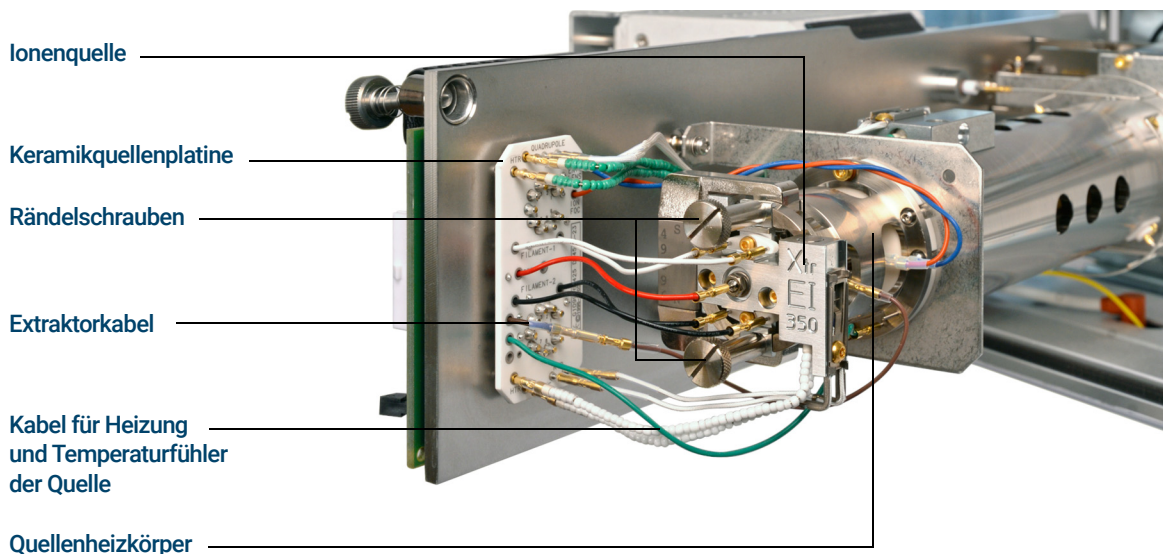


Abbildung 70. Installieren der EI-Quelle.

- 2 Setzen Sie die Rändelschrauben für die Quelle ein und ziehen Sie sie handfest an. Ziehen Sie die Rändelschrauben nicht zu fest an. (Siehe **Abbildung 70.**)
- 3 Schließen Sie die Ionenquellenkabel an. (Siehe „**Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen**“ auf Seite 212.)
- 4 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

# Austausch des Elektronenvervielfacher-Horns

Die Bestellnummer des Elektronenvervielfacher-Horns für den Detektor dieser Serie 2 ist auf der Vorderseite des Detektors eingestanz. Sie können bestimmen, zu welcher Serie Ihr Detektor gehört, ohne direkt den Detektor überprüfen zu müssen. Die Detektor-Serie wird angegeben als Triple Axis Series 2 im Reiter „Detektor“ der Option „Manuelles Tuning“ im Abschnitt „Detektor“, auf der zweiten Seite des Tuning-Berichts und im Dialogfeld „Abpumpen“.

## Benötigte Materialien

- Elektronenvervielfacher-Horn (Series 2 Detector G7002-80103)
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)



## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

### WARNUNG

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

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 3 Öffnen Sie den Halteclip. (Siehe **Abbildung 71** auf Seite 236.) Heben Sie den Arm des Clips an und klappen Sie den Clip weg vom Elektronenvervielfacher-Horn.
- 4 Schieben Sie den blauen Signaldraht vom Verbindungsstück in der Seitenplatte herunter.
- 5 Entfernen Sie das Elektronenvervielfacher-Horn. (Siehe **Abbildung 72** auf Seite 236.)

## 7 Allgemeine Wartung

### Austausch des Elektronenvervielfacher-Horns

- 6 Halten Sie das neue Horn mit dem blauen Signaldrahtende nach unten und befestigen Sie den Signaldraht am Verbindungsstück in der Seitenplatte.
- 7 Schieben Sie das Elektronenvervielfacher-Horn in seine Position.
- 8 Schließen Sie den Halteclip.
- 9 Schließen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)

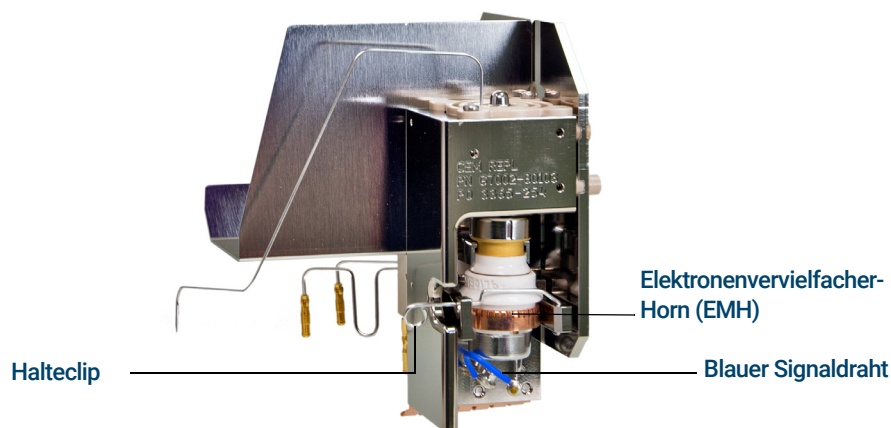


Abbildung 71. Ersetzen des EM-Horns an einem Detektor der Serie 2



Abbildung 72. Elektronenvervielfacher-Horn (EMH)

## Schließen der Analyzerkammer



### Vorgehensweise

- 1 Stellen Sie sicher, dass alle elektrischen Leitungen des Analyzers korrekt angeschlossen sind. Die Verkabelung ist bei EI- und CI-Quellen unterschiedlich. (Siehe „**Verbinden/Lösen von Kabeln zu den EI-XTR-, SS- und Inert-Quellen**“ auf Seite 212.)

Prüfen Sie den O-Ring der Seitenabdeckung.

Stellen Sie sicher, dass auf dem O-Ring eine *sehr* dünne Schicht von Apiezon L Fett für ein Hochvakuum aufgetragen ist. Wenn der O-Ring extrem trocken ist, dichtet dieser ggf. nicht korrekt. Wenn der O-Ring glänzt, wurde zu viel Fett aufgetragen. Siehe *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual* für Anweisungen zur Schmierung.

#### ACHTUNG

**Schließen Sie die Analyzertür nicht mit zu viel Kraft, da Sie sonst den Quadrupol beschädigen könnten.**

- 2 Schließen Sie die Analyzer-Seitenplatte.
- 3 Stellen Sie sicher, dass das Entlüftungsventil geschlossen ist.
- 4 Wenn Wasserstoff oder andere entflammbare oder giftige Substanzen als Trägergas verwendet werden, ziehen Sie die obere Rändelschraube der Seitenplatte am Analyzer *behutsam* handfest an.
- 5 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)

#### WARNUNG

**Die obere Rändelschraube muss angezogen werden, wenn Wasserstoff (oder andere gefährliche Gase) als GC-Trägergas oder für das JetClean-System verwendet wird. Im unwahrscheinlichen Fall einer Explosion kann diese ein Öffnen der Seitenabdeckung verhindern.**

#### ACHTUNG

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

- 6 Nachdem der MSD abgepumpt wurde, schließen Sie die linke Analyzer-Abdeckung und setzen Sie die Fensterabdeckung wieder ein.
- 7 Gleichen Sie den MSD ab.

## 7 Allgemeine Wartung

### Schließen der Analyzerkammer

|                                                                                     |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Allgemeine Informationen                                                            | 240 |
| Umschalten von der EI-HES auf die CI-Quelle                                         | 241 |
| Entfernen des EI-HES-Heizkörpers                                                    | 242 |
| Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper                                    | 243 |
| Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers                                        | 245 |
| Umschalten von der CI-Quelle auf die EI-HES                                         | 247 |
| Entfernen des CI-Quellen-Heizkörpers                                                | 249 |
| Installieren des EI-HES-Heizkörpers                                                 | 251 |
| Umschalten von einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle auf die CI-Quelle               | 252 |
| Umschalten von der CI-Quelle auf eine EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle                | 253 |
| Entfernen der CI-Quelle                                                             | 254 |
| Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen anderen Modellen als HES und der CI-Quelle | 256 |
| Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle    | 257 |
| Zerlegen der CI-Quelle                                                              | 259 |
| Reinigung der CI-Quelle                                                             | 262 |
| Montage der CI-Quelle                                                               | 265 |
| So entfernen Sie den CI-Quellenfilament                                             | 268 |
| So installieren Sie einen CI-Quellenfilament                                        | 270 |
| Installieren der CI-Quelle                                                          | 271 |

Dieses Kapitel beschreibt Verfahren und Anforderungen der Wartung speziell für den MSD der Serie 5977B mit CI-Hardware.

Bei Verwendung des *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatographen* mit einem MSD wird die chemische Ionisierung (CI) derzeit nicht unterstützt.

## Allgemeine Informationen

### Reinigen der Ionenquelle

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

#### **WARNUNG**

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

### Ammoniak

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

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

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

### Einrichten des MSD für den CI-Betrieb

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

### Richtlinien

- Prüfen Sie vor dem Belüften zur Installation der CI-Quelle im EI-Modus, dass das GC/MSD-System korrekt arbeitet. (Siehe „**Prüfen der EI-Systemleistung**“ auf Seite 144.)
- Stellen Sie sicher, dass die Einlassleitungen für das Reagenzgas mit Gasreinigern ausgestattet sind (für Ammoniak nicht zutreffend).
- Verwenden Sie Reagenzgase mit extrem hoher Reinheit; 99,99 % oder höher für Methan und bei anderen Reagenzgasen so rein wie möglich.

# Umschalten von der EI-HES auf die CI-Quelle

## Vorgehensweise

### ACHTUNG

Prüfen Sie immer die GC/MSD-Leistung im EI-Modus, bevor Sie in den CI-Modus wechseln.

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.) Die Software fordert Sie zu den entsprechenden Aktionen auf.
- 2 Öffnen Sie den linken Zugangsdeckel. (Siehe „**Öffnen der MSD-Abdeckungen**“ auf Seite 148.)

### ACHTUNG

Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette. (Siehe „**Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des MSD**“ auf Seite 24.) Ergreifen Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen.

- 3 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 4 Entfernen Sie die EI-HES. (Siehe „**Entfernen der EI-HES**“ auf Seite 193.)
- 5 Stellen Sie sicher, dass die EI-HES-Quelle abgekühlt ist, und legen Sie sie dann in ihre Aufbewahrungsbox.
- 6 Entfernen Sie den EI-HES-Heizkörper. (Siehe „**Entfernen des EI-HES-Heizkörpers**“ auf Seite 242.)
- 7 Legen Sie den EI-HES-Heizkörper in die Aufbewahrungsbox.
- 8 Nehmen Sie den CI-Quellen-Heizkörper aus der Aufbewahrungsbox.
- 9 Installieren Sie den CI-Ionenquellen-Heizkörper. (Siehe „**Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers**“ auf Seite 245.)
- 10 Nehmen Sie die CI-Quelle aus der Aufbewahrungsbox.
- 11 Installieren Sie die CI-Quelle. Dies erfordert eine Kürzung der Säule, sodass diese noch 1 bis 2 mm über die Übertragungsleitung hinausragt (siehe „**Installieren der CI-Quelle**“ auf Seite 271).
- 12 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)

# Entfernen des EI-HES-Heizkörpers

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- T10 Torx-Scharubendreher (5182-3466)



## Vorgehensweise

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

- Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.
- Stellen Sie sicher, dass Sie eine antistatische Erdungsmanschette tragen und weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen getroffen haben, bevor Sie Bauteile des Analyzer berühren.
- Beim Trennen von Leitungen, ziehen Sie an den Anschlüssen und nicht an den Kabeln

- 1 Entfernen Sie die EI-HES. (Siehe „[Entfernen der EI-HES](#)“ auf Seite 193.)
- 2 Lösen Sie die Kabel vom EI-HES-Heizkörper. (Siehe „[Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper](#)“ auf Seite 243.)
- 3 Verwenden Sie einen T-10 Torx-Schraubendreher, um die zwei Schrauben zu lösen, die den Heizkörper am Analyzer sichern, und legen Sie den Heizkörper in seine Aufbewahrungsbox.

# Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)
- Pinzette (8710-2460)

## Vorgehensweise

- 1 Verwenden Sie eine Pinzette oder eine Spitzzange, um das grüne Erdungskabel und die fünf Linsenkabel am Heizkörper anzuschließen oder davon zu lösen. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig. (Siehe **Abbildung 73**.)
- 2 Verwenden Sie eine Pinzette oder eine Spitzzange, um die beiden violetten Quellenheizungskabel und die beiden grauen RTD-Kabel an der Keramikquellenplatine anzuschließen oder davon zu lösen.

## 8 CI-Wartung

### Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper

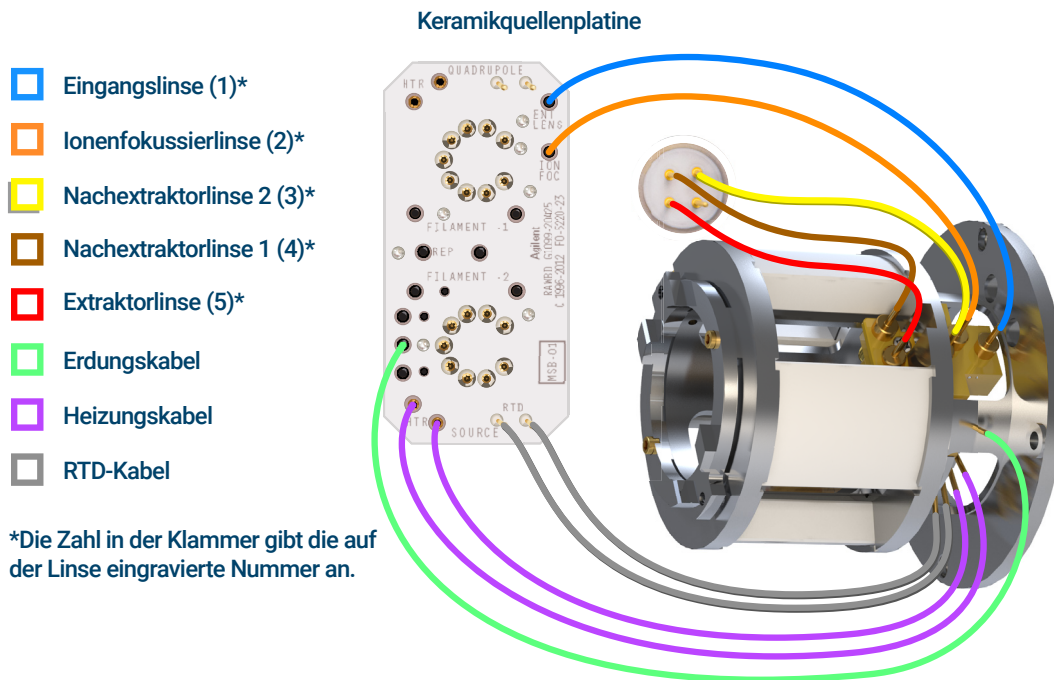


Abbildung 73. Verkabelung zwischen der Keramikquellenplatine/Feedthrough-Anschluss und dem EI-HES-Heizkörper

# Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- T10 Torx-Scharubendreher (5182-3466)



## Vorgehensweise

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Beim Trennen von Leitungen, ziehen Sie an den Verbindungstücken und nicht an den Kabeln.

- 1 Richten Sie den Heizkörper über den zwei Führungsstiften auf der Analyzer-Halterung aus und sichern Sie ihn mit zwei Halteschrauben mit einem T10 Torx-Schraubendreher.

## 8 CI-Wartung

### Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers

## 8 CI-Wartung

### Installieren des CI-Ionenquellen-Heizkörpers

- 2** Verbinden Sie den grünen Erdungsdraht mit dem Heizkörper. (Siehe **Abbildung 74**.)

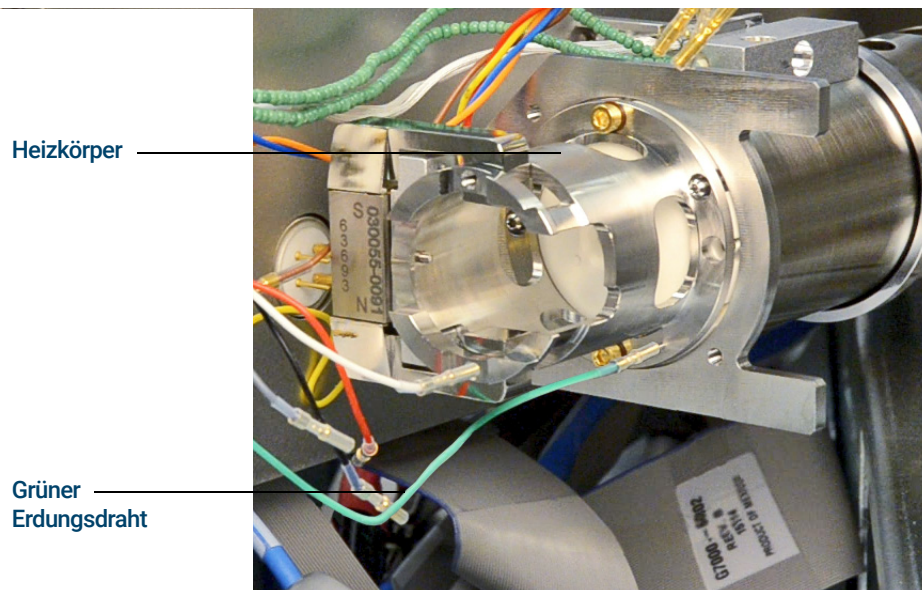


Abbildung 74. CI-Quellen-Heizkörper

# Umschalten von der CI-Quelle auf die EI-HES

## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 128.) Die Software fordert Sie zu den entsprechenden Aktionen auf.

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen. (Siehe „**Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des MSD**“ auf Seite 24)

- 2 Öffnen Sie den linken Zugangsdeckel. (Siehe „**Öffnen der MSD-Abdeckungen**“ auf Seite 148.)
- 3 Öffnen Sie die Tür der Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 4 Entfernen Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der CI-Quelle**“ auf Seite 254.)
- 5 Legen Sie die CI-Quelle in die Aufbewahrungsbox.
- 6 Entfernen Sie den CI-Quellen-Heizkörper. Der Heizkörper sollte nicht entfernt oder installiert werden, solange sich die CI-Quelle an ihrem Platz befindet. (Siehe „**Entfernen des CI-Quellen-Heizkörpers**“ auf Seite 249.)
- 7 Legen Sie den CI-Quellen-Heizkörper in die Aufbewahrungsbox.
- 8 Lösen Sie die Säulenmutter und entfernen Sie die Säule aus dem GC/MSD-Interface.
- 9 Schneiden Sie die Säule auf der abgeschrägten Seite der Ferrule ab, um die Ferrule zu entfernen.
- 10 Installieren Sie die Säule im GC/MSD-Interface, mit einem Überstand von 4 bis 5 mm über das Analyzerende der Übertragungsleitung hinaus. (Siehe „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit der selbstsichernden Säulenmutter**“ auf Seite 47 oder „**Installieren einer Kapillarsäule im GC/MSD-Interface mit einer Standard-Säulenmutter**“ auf Seite 52.)

## 8 CI-Wartung

### Umschalten von der CI-Quelle auf die EI-HES

- 11 Nehmen Sie den EI-HES-Heizkörper aus der Aufbewahrungsbox.
- 12 Installieren Sie den EI-HES-Heizkörper. (Siehe „**Installieren des EI-HES-Heizkörpers**“ auf Seite 251.)
- 13 Nehmen Sie die EI-HES aus der Aufbewahrungsbox.
- 14 Installieren Sie die EI-HES. (Siehe „**Installieren der EI-HES**“ auf Seite 210.)
- 15 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD**“ auf Seite 152.)

# Entfernen des CI-Quellen-Heizkörpers

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)
- T10 Torx-Scharubendreher (5182-3466)



## Vorgehensweise

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Beim Trennen von Leitungen, ziehen Sie an den Verbindungstücken und nicht an den Kabeln.

## 8 CI-Wartung

### Entfernen des CI-Quellen-Heizkörpers

- 1 Entfernen Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der CI-Quelle**“ auf Seite 254.)
- 2 Entfernen Sie den grünen Erdungsdraht vom Heizkörper. (Siehe **Abbildung 75**.)
- 3 Verwenden Sie einen T-10 Torx-Schraubendreher, um die zwei beibehaltenen Schrauben zu lösen, die den Heizkörper am Analyzer sichern und legen Sie den Heizkörper in seine Aufbewahrungsbox.

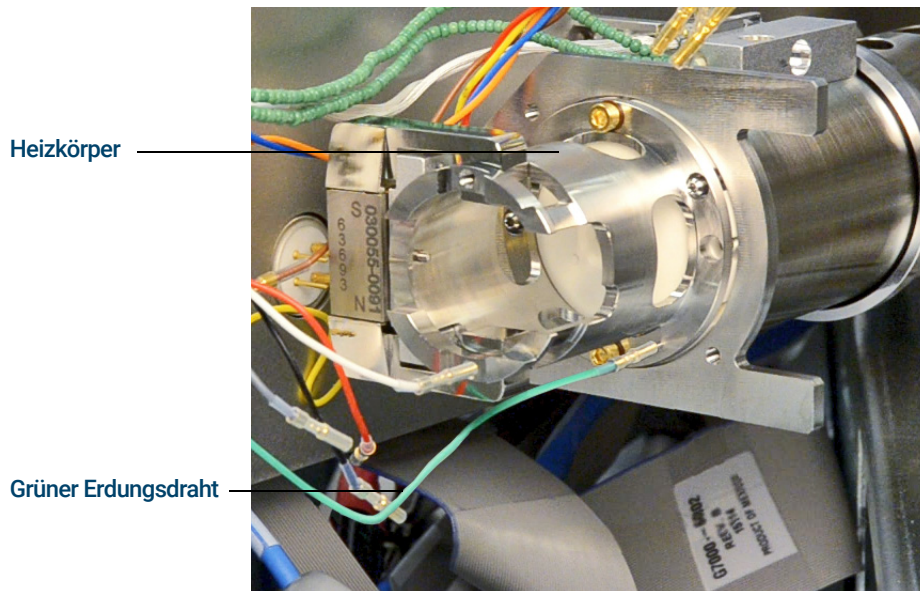


Abbildung 75. CI-Quellen-Heizkörper

# Installieren des EI-HES-Heizkörpers

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- T10 Torx-Scharubendreher (5182-3466)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

### ACHTUNG

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

- 1 Platzieren Sie den Heizkörper über die Führungsstifte auf die Analyzerstützen und verwenden Sie einen T10 Torx-Schraubendreher, um ihn, mit den (2) M3 x 12 vergoldeten Schrauben (Teilenummer G7002-20110) zu sichern.
- 2 Schließen Sie die Kabel des EI-HES-Heizkörpers mithilfe einer Pinzette an. (Siehe „[Verbinden/Lösen von Kabeln zum EI-HES-Heizkörper](#)“ auf Seite 243.)

# Umschalten von einer EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle auf die CI-Quelle

**ACHTUNG**

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

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

## Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

**ACHTUNG**

Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette. (Siehe „**Elektrostatische Entladung**“ auf Seite 186.) Ergreifen Sie die antistatischen Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen.

- 2 Öffnen Sie den Analyzer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 3 Entfernen Sie die EI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle**“ auf Seite 211.)
- 4 Falls Sie eine XTR-Quelle entfernen, dann entfernen Sie das braune Extraktor-Kabel von der Keramikquellenplatine und lagern dieses gemeinsam mit der EI-XTR-Quelle. (Siehe **Abbildung 55** auf Seite 194.)
- 5 Installieren Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Installieren der CI-Quelle**“ auf Seite 271.)
- 6 Installieren Sie die Dichtung für die Spitze der CI/Extraktor-Verbindung, falls dies nicht bereits installiert wurde (Best.-Nr. G3870-20542). (Siehe „**Installieren der Dichtung für die Spitze des GC/MSD-Interface**“ auf Seite 56.)
- 7 Schließen Sie den Analyzer. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)
- 8 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)

# Umschalten von der CI-Quelle auf eine EI-XTR-, SS- oder Inert-Quelle

## Vorgehensweise

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen. (Siehe „[Elektrostatische Entladung](#)“ auf Seite 186.)

- 1 Wählen Sie in der Ansicht „Tune and Vacuum Control“ die Option für das Belüften des MSD. (Siehe „[Belüften des MSD](#)“ auf Seite 149.) Die Software fordert Sie zu den entsprechenden Aktionen auf.
- 2 Öffnen Sie den Analyzer. (Siehe „[Öffnen der Analyzerkammer](#)“ auf Seite 191.)
- 3 Entfernen Sie die Spitzendichtung des Interface, die Feder und die gerändelte Halterung der Spitzendichtung, wenn Sie auf eine EI-SS- oder eine EI-Inert-Quelle umschalten.
- 4 Installieren Sie die EI-Quelle. (Siehe „[Installieren der EI-XTR-, SS- oder der Inert-Quelle](#)“ auf Seite 234.)
- 5 Bei der Installation einer EI-XTR-Quelle nehmen Sie das braune Extraktor-Kabel aus der Aufbewahrung und schließen Sie es an die Extraktorlinse und das Ionenquellengehäuse an.
- 6 Legen Sie die CI-Quelle in die Aufbewahrungsbox für die Ionenquelle.
- 7 Wenn Sie eine EI-SS oder eine Inert-Quelle installieren, entfernen Sie die Spitzendichtung, die Feder und die gerändelte Halterung der Spitzendichtung und legen Sie sie in die Aufbewahrungsbox für die CI.
- 8 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „[Abpumpen des MSD](#)“ auf Seite 152.)

# Entfernen der CI-Quelle

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

Das Video zeigt die Kabelverbindungen für Nicht-HES-MSD-Modelle.

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

### WARNUNG

Die Analyzer, das GC/MSD-Interface und andere Komponenten in der Analyzerkammer arbeiten bei sehr hohen Temperaturen. Berühren Sie Teile erst dann, wenn Sie absolut sicher sind, dass diese abgekühlt sind.

### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)

### ACHTUNG

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

### ACHTUNG

Beim Trennen von Leitungen, ziehen Sie an den Verbindungstücken und nicht an den Kabeln.

- 3 Lösen Sie die Kabel mit einer Pinzette von der CI-Quelle. Verbiegen Sie die Kabel nicht unnötig. (Siehe „**Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen anderen Modellen als HES und der CI-Quelle**“ auf Seite 256 oder „**Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle**“ auf Seite 257.)

## 8 CI-Wartung

### Entfernen der CI-Quelle

Führen Sie die Kabel für die Heizung und den Temperaturfühler der Ionenquelle zu der Keramikquellenplatine und koppeln Sie diese dort ab. (Siehe **„Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle“** auf Seite 257.)

- 4 Entfernen Sie die beiden großen Rändelschrauben, mit denen die Ionenquelle fixiert ist.
- 5 Ziehen Sie die Ionenquelle aus dem Quellen-Heizkörper und legen Sie sie in ihre Aufbewahrungsbox.

# Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen anderen Modellen als HES und der CI-Quelle

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)
- Pinzette (8710-2460)

## Vorgehensweise

- 1 Verwenden Sie eine Zange, um die Kabelverbindungen der Keramikplatine an den Verbindungsstücken der Quelle anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 76.**)
- 2 Verwenden Sie eine Zange, um die Kabelverbindungen der Quellenheizung an der Keramikquellenplatine anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 76.**)

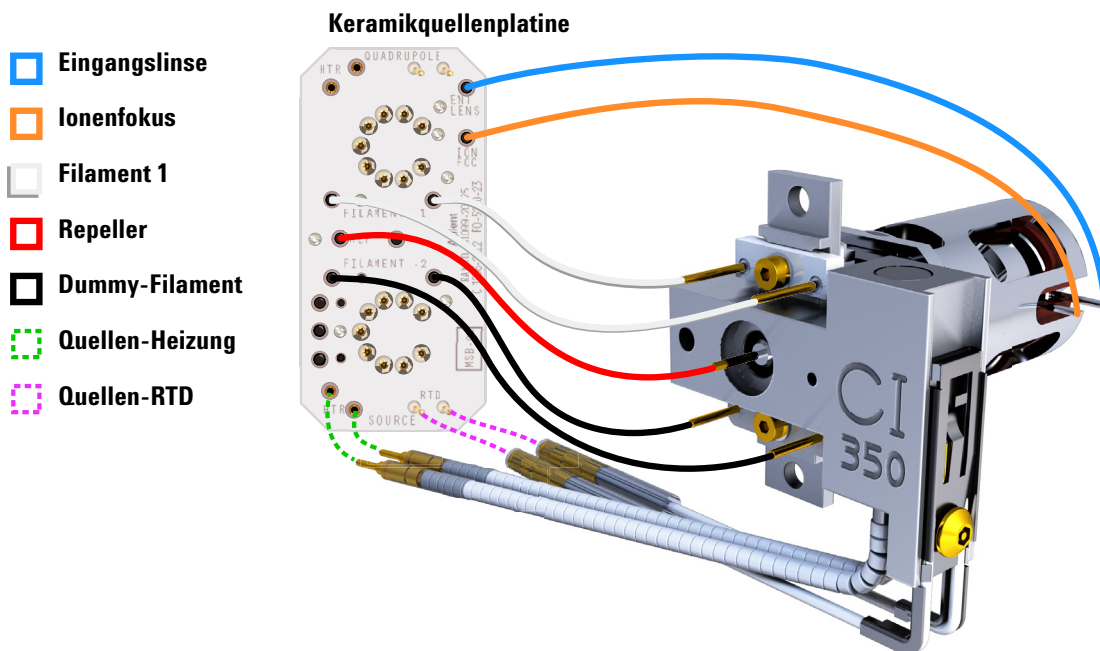


Abbildung 76. Verkabelung zwischen der Keramikquellenplatine und der Quelle

# Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle

## Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Spitzzange (8710-1094)
- Pinzette (8710-2460)

## Vorgehensweise

- 1 Verwenden Sie eine Zange, um die Kabelverbindungen der Keramikplatine (rot, weiß, schwarz und grau) an den Verbindungsstücken der Quelle anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 77**.)
- 2 Verwenden Sie eine Zange, um die Kabelverbindungen der Quellenheizung an der Keramikquellenplatine anzuschließen oder zu lösen. (Siehe **Abbildung 77**.)

## 8 CI-Wartung

Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle

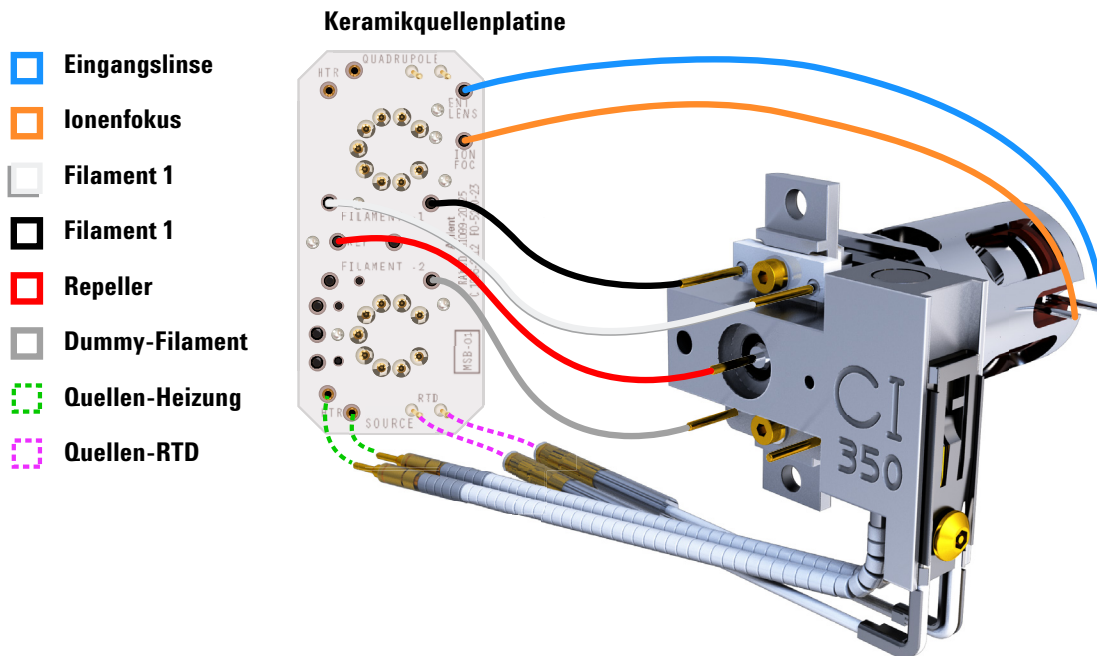


Abbildung 77. Verkabelung zwischen der Keramikquellenplatine und der Quelle

## Zerlegen der CI-Quelle

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Sechskantschlüssel, 2,0 mm (8710-1804)
- Gabelschlüssel, 10 mm (8710-2353)
- Steckschlüssel, 5,5 mm (8710-1220)
- Pinzette (8710-2460)

### Vorgehensweise

Beachten Sie die Explosionsansicht der Teile **Abbildung 78** und die Teileliste der CI-Quelle **Tabelle 24** auf Seite 260, während Sie dieses Verfahren verwenden.

- 1 Entfernen Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der CI-Quelle**“ auf Seite 254.)
- 2 Entfernen Sie die Filamente. (Siehe „**So entfernen Sie den CI-Quellenfilament**“ auf Seite 268.)
- 3 Separieren Sie die Quellenheizungs-Einheit vom Ionenquellengehäuse. Die Quellenheizungs-Einheit besteht aus Quellenheizung, Repeller und zugehörigen Teilen.
- 4 Zerlegen Sie die Repeller-Einheit durch Entfernen des keramischen Isolators vom Repeller.
- 5 Entfernen Sie die Einstellschraube, die die Linsen am Ionenquellengehäuse sichert.
- 6 Ziehen Sie die Linsen aus dem Ionenquellengehäuse und trennen Sie Linsenisolator, Ionenfokussierlinse, Drawout-Zylinderr, Drawout-Linse und Eingangslinse.

## 8 CI-Wartung

### Zerlegen der CI-Quelle

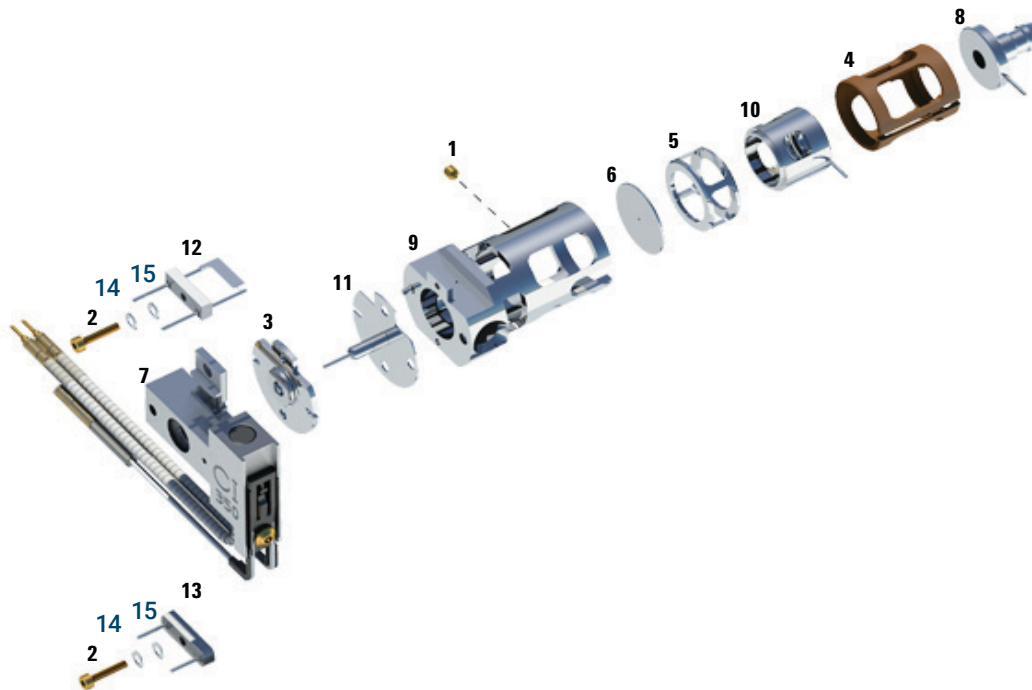


Abbildung 78. Zerlegen der CI-Quelle

**Tabelle 24 Teileliste der CI-Quelle (Abbildung 78)**

| Komponente | Beschreibung                     | Bestellnummer |
|------------|----------------------------------|---------------|
| 1          | Stellschraube                    | G1999-20022   |
| 2          | Filament-schraube                | G1999-20021   |
| 3          | CI-Repeller-Isolierung           | G1999-20433   |
| 4          | CI-Linsenisolierung              | G3170-20540   |
| 5          | CI-Drawout-Zylinder              | G1999-20444   |
| 6          | CI-Drawout-Platte                | G1999-20446   |
| 7          | Heizblockbaugruppe der CI-Quelle | G3870-60415   |
| 8          | Eingangslinse                    | G7000-20026   |
| 9          | CI-Quellengehäuse                | G3170-20430   |

## 8 CI-Wartung

### Zerlegen der CI-Quelle

**Tabelle 24 Teileliste der CI-Quelle (Abbildung 78) (Fortsetzung)**

| Komponente          | Beschreibung                                      | Bestellnummer |
|---------------------|---------------------------------------------------|---------------|
| 10                  | Ionenfokussierlinse                               | G1999-20443   |
| 11                  | CI-Repeller                                       | G7077-20432   |
| 12                  | CI-Filament-2PK                                   | G7005-60072   |
| 13                  | Dummy-Filament                                    | G1999-60454   |
| 14                  | Federring, gebogen, 2,2 mm ID, 4,5 mm AD, 2 Stück | 3050-1374     |
| 15                  | Unterlegscheibe                                   | 3050-9082     |
| Nicht<br>abgebildet | Paket, GC/MS-Quelle, Clamshell                    | G7002-80008   |
| Nicht<br>abgebildet | Halterung, GC/MS-Quelle, Clamshell                | G7002-00008   |
| Nicht<br>abgebildet | CI-Quellenbaugruppe                               | G7002-67404   |
| Nicht<br>abgebildet | CI-Quellenbaugruppe (ohne Spitzendichtung)        | G7077-67404   |

# Reinigung der CI-Quelle

## Benötigte Materialien

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

## Vorbereitung

- 1 Zerlegen Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Zerlegen der CI-Quelle**“ auf Seite 259.)
- 2 Sammeln Sie die bei einer CI-Quelle zu reinigenden Teile: (Siehe **Abbildung 79** auf Seite 263.)
  - Repeller
  - Ionenquellengehäuse
  - Drawout-Platte
  - Drawout-Zylinder
  - Ionenfokussierlinse
  - Eingangslinse

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

**ACHTUNG**

Wenn der CI-Repellerisolator verunreinigt ist, reinigen Sie ihn mit einem mit Methanol (Reagent Grade) befeuchtetem Baumwollstäbchen. Wenn dies zur Reinigung des Isolators nicht ausreicht, tauschen Sie ihn aus. Reinigen Sie den Isolator nicht mit Schleifmitteln oder Ultraschall.



Abbildung 79. Zu reinigende CI-Quellen-Teile



**Vorgehensweise**

- 1 Ist die Kontamination schwerwiegend, wie ein Öl-Rückfluss in den Analyzer, sollten Sie den Austausch der kontaminierten Teile ernsthaft in Erwägung ziehen.
- 2 Reinigen Sie die Oberflächen, die mit dem Proben- oder Ionenstrahl in Berührung kommen, mit einem Schleifmittel.

Verwenden Sie abrasiven Schlamm aus Aluminiumoxidpulver und analysereinem Methanol auf einem Baumwollstäbchen. Wenden Sie ausreichend Kraft an, um alle Verfärbungen zu entfernen. Polieren der Teile ist nicht notwendig; kleine Kratzer verschlechtern die Leistung nicht. Reinigen Sie mit einem Schleifmittel auch die Verfärbungen an den Stellen, an denen Elektronen aus den Filamenten in das Ionenquellengehäuse eintreten.

## 8 CI-Wartung

### Reinigung der CI-Quelle

- 3 Spülen Sie alle Schleifmittel-Reste mit analysereinem Methanol (Reagent Grade) aus.

Stellen Sie sicher, dass **alle** Schleifmittel-Reste ausgespült sind, **bevor** die Ultraschallreinigung beginnt. Wenn das Methanol trübe wird oder sichtbare Partikel enthält, dann spülen Sie noch dreimal.

- 4 Trennen Sie die abrasiv gereinigten Teile von den Teilen, die nicht abrasiv gereinigt wurden.

#### WARNUNG

**All diese Lösemittel sind gefährlich. Arbeiten Sie unter einem Dunstabzug und ergreifen Sie alle geeigneten Vorsichtsmaßnahmen.**

- 5 Reinigen Sie die Teile (jede Gruppe separat) per Ultraschall für 15 Minuten. Verwenden Sie bei schmutzigen Teilen alle drei Lösemittel in angegebener Reihenfolge. Reinigen Sie für 15 Minuten mit jedem der folgenden Lösemittel:

- Methylenchlorid (Reagent Grade)
- Aceton (Reagent Grade)
- Methanol (Reagent Grade)

Routinereinigung: Reinigung mit Methanol reicht aus.

- 6 Legen Sie die Teile in einen sauberen Becher. Decken Sie den Becher/ose mit sauberer Alufolie (matte Seite unten) ab.
- 7 Trocknen Sie die gereinigten Teile für fünf bis sechs Minuten bei 100 °C in einem Ofen.

#### WARNUNG

**Lassen Sie die Teile vor der Handhabung abkühlen.**

#### HINWEIS

**Passen Sie auf, die gereinigten und getrockneten Teile nicht erneut zu verschmutzen. Ziehen Sie neue, saubere Handschuhe an, bevor Sie die Teile anfassen. Legen Sie die gereinigten Teile nicht auf eine schmutzige Oberfläche. Legen Sie diese nur auf saubere, fussfreie Lappen.**

# Montage der CI-Quelle

## Benötigte Materialien

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



## Vorgehensweise

Beachten Sie die Explosionsansicht der Teile **Abbildung 80** und die CI-Quellen-Teileliste **Tabelle 25** auf Seite 266, während Sie dieses Verfahren verwenden.

### ACHTUNG

**Tragen Sie bei Arbeiten in der Analyzerkammer immer saubere Handschuhe, um Kontamination zu vermeiden.**

- 1 Bauen Sie die Ionenfokussierlinse, die Eingangslinse und den Linsenisolator zusammen.
- 2 Schieben Sie die Drawout-Platte und den Drawout-Zylinder in das Ionenquellengehäuse.
- 3 Schieben Sie die im Schritt 1 zusammengebauten Teile in das Ionenquellengehäuse.
- 4 Ziehen Sie die Einstellschraube an, die die Position der Linse fixiert.
- 5 Befestigen Sie die Keramikscheibe am Repeller und platzieren Sie diese auf dem Ionenquellengehäuse.
- 6 Platzieren Sie die Heizblock-Einheit auf dem Ionenquellengehäuse.
- 7 Bauen Sie das Dummy-Filament und das Filament wieder ein und befestigen Sie diese mit den Einstellschrauben.

## 8 CI-Wartung

### Montage der CI-Quelle

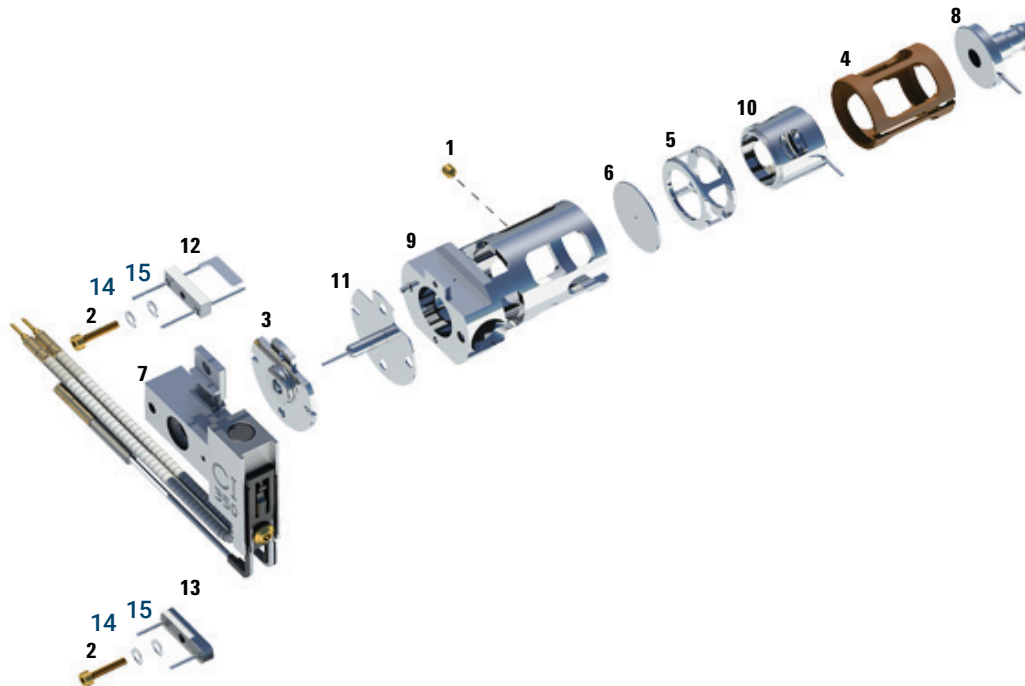


Abbildung 80. Montage der CI-Ionenquelle

**Tabelle 25 Teileliste der CI-Quelle (Abbildung 80)**

| Komponente | Beschreibung                     | Bestellnummer |
|------------|----------------------------------|---------------|
| 1          | Stellschraube                    | G1999-20022   |
| 2          | Filament-schraube                | G1999-20021   |
| 3          | CI-Repeller-Isolierung           | G1999-20433   |
| 4          | CI-Linsenisolierung              | G3170-20540   |
| 5          | CI-Drawout-Zylinder              | G1999-20444   |
| 6          | CI-Drawout-Platte                | G1999-20446   |
| 7          | Heizblockbaugruppe der CI-Quelle | G3870-60415   |
| 8          | Eingangslinse                    | G7000-20026   |
| 9          | CI-Quellengehäuse                | G3170-20430   |
| 10         | Ionenfokussierlinse              | G1999-20443   |

## 8 CI-Wartung

### Montage der CI-Quelle

**Tabelle 25 Teileliste der CI-Quelle (Abbildung 80) (Fortsetzung)**

| Komponente          | Beschreibung                                      | Bestellnummer |
|---------------------|---------------------------------------------------|---------------|
| 11                  | CI-Repeller                                       | G7077-20432   |
| 12                  | CI-Filament-2PK                                   | G7005-60072   |
| 13                  | Dummy-Filament                                    | G1999-60454   |
| 14                  | Federring, gebogen, 2,2 mm ID, 4,5 mm AD, 2 Stück | 3050-1374     |
| 15                  | Unterlegscheibe                                   | 3050-9082     |
| Nicht<br>abgebildet | Paket, GC/MS-Quelle, Clamshell                    | G7002-80008   |
| Nicht<br>abgebildet | Halterung, GC/MS-Quelle, Clamshell                | G7002-00008   |
| Nicht<br>abgebildet | CI-Quellenbaugruppe                               | G7002-67404   |
| Nicht<br>abgebildet | CI-Quellenbaugruppe (ohne Spitzendichtung)        | G7077-67404   |

## So entfernen Sie den CI-Quellenfilament

### Benötigte Materialien

- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
  - Klein (8650-0029)
- Sechskantschlüssel, 1,5 mm (8710-1570)
- Pinzette (8710-2460)



### Vorgehensweise

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe „**Belüften des MSD**“ auf Seite 149.)

#### ACHTUNG

Tragen Sie immer saubere Handschuhe, um bei Arbeiten in der Analyzerkammer eine Kontamination zu verhindern.

#### WARNUNG

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

- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe „**Öffnen der Analyzerkammer**“ auf Seite 191.)
- 3 Entfernen Sie die CI-Quelle. (Siehe „**Entfernen der CI-Quelle**“ auf Seite 254.)
- 4 Entfernen Sie die Schraube, die das Filament am CI-Quellengehäuse hält. (Siehe **Abbildung 81**.)
- 5 Schieben Sie das Filament von der CI-Quellen-Einheit herunter. (Siehe **Abbildung 81**.)

## 8 CI-Wartung

So entfernen Sie den CI-Quellenfilament

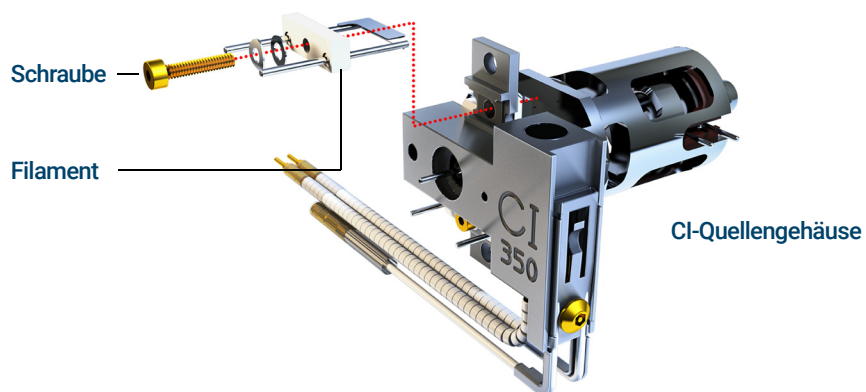


Abbildung 81. Auswechseln des CI-Quellen-Filaments

# So installieren Sie einen CI-Quellenfilament

## Benötigte Materialien

- Filamenteinheit, 2 St., CI (G7005-60072)
- Saubere, fusselfreie Handschuhe
  - Groß (8650-0030)
- Klein (8650-0029)Pinzette (8710-2460)



## Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie das alte Filament. (Siehe „**So entfernen Sie den CI-Quellenfilament**“ auf Seite 268.)
- 2 Platzieren Sie das neue Filament an seine Position auf dem Ionenquellengehäuse. (Siehe **Abbildung 81** auf Seite 269.)
- 3 Sichern Sie das Filament am Ionenquellengehäuse mit der Schraube. (Siehe **Abbildung 81** auf Seite 269.)
- 4 Stellen Sie nach Einbau des Filaments sicher, dass dieser nicht am Ionenquellengehäuse geerdet ist.
- 5 Setzen Sie die CI-Quelle wieder ein. (Siehe „**Installieren der CI-Quelle**“ auf Seite 271 oder „**Allgemeine Informationen**“ auf Seite 240.)
- 6 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)
- 7 Führen Sie die Autotune-Funktion des MSD durch.

# Installieren der CI-Quelle

## ACHTUNG

Elektrostatische Ladungen an den Analyzerkomponenten werden über die seitliche Karte abgeleitet, wo sie empfindliche Komponente beschädigen können. Tragen Sie eine geerdete, antistatische Erdungsmanschette und ergreifen Sie weitere antistatische Vorsichtsmaßnahmen, bevor Sie die Analyzerkammer öffnen.



## Vorgehensweise

Das Video zeigt die Kabelverbindungen für Nicht-HES-MSD-Modelle.

- 1 Belüften Sie den MSD. (Siehe **„Belüften des MSD“** auf Seite 149.)
- 2 Öffnen Sie die Analyzerkammer. (Siehe **„Öffnen der Analyzerkammer“** auf Seite 191.)
- 3 Schieben Sie die CI-Quelle in den Heizkörper. (Siehe **Abbildung 82.**)
- 4 Installieren Sie die Rändelschrauben. (Siehe **Abbildung 82.**)
- 5 Verbinden Sie die Kabel mit der CI-Quelle. (Siehe **„Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen anderen Modellen als HES und der CI-Quelle“** auf Seite 256 oder **„Verbinden/Lösen der Verkabelung zwischen einem EI-HES-Modell und einer CI-Quelle“** auf Seite 257.)

## 8 CI-Wartung

### Installieren der CI-Quelle

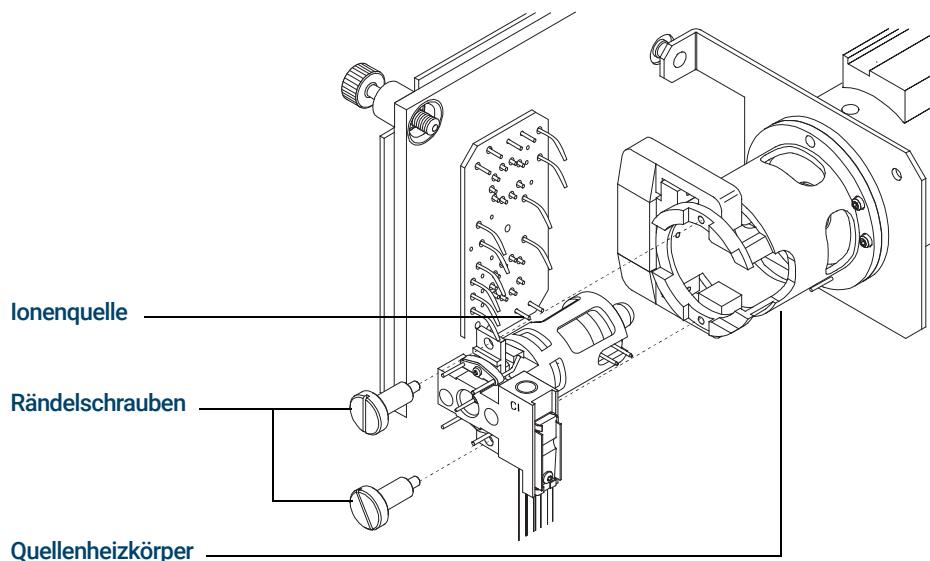


Abbildung 82. Installieren der CI-Quelle

- 6 Schließen Sie die Analyzer-Tür. (Siehe „**Schließen der Analyzerkammer**“ auf Seite 237.)
- 7 Pumpen Sie den MSD ab. (Siehe „**Abpumpen des MSD im CI-Modus**“ auf Seite 160.)
- 8 Gleichen Sie den MSD ab. (Siehe „**CI-Autotune**“ auf Seite 157.)



[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Erste Ausgabe, Januar 2019



G7077-92034

