

# Agilent 7000 Серия ГХ/MC Triple Quad

Руководство по эксплуатации



### Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2013.

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

### Каталожный номер документа

G7000-98044

#### Издание

Издание 1-е, XXXX 2013 г.

Напечатано в США

Agilent Technologies, Inc. 5301 Stevens Creek Boulevard Santa Clara, CA 95052

### Гарантия

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

### Предупреждения о безопасности

### ВНИМАНИЕ!

#### Надпись ВНИМАНИЕ!

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

### ОСТОРОЖНО!

Надпись «ОСТОРОЖНО!» предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Выполнение инструкций, следующих за предупреждением «ОСТОРОЖНО!», допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

### Содержание

### 1 Введение

Используемые сокращения 10

ГХ/MC Triple Quad серии 7000 12

Описание оборудования ГХ/MC Triple Quad 15

Важные предупреждения о безопасности 16

Меры предосторожности при работе с водородом 19

Сертификаты безопасности и соответствия нормам 25

Использование по назначению 28

Очистка и утилизация прибора 28

Проливание жидкости 28

Транспортировка или хранение МС 28

### 2 Установка колонок ГХ

Колонки 30

Подготовка капиллярной колонки к установке 33

Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока 35

Кондиционирование капиллярной колонки 37

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из веспела 39

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из гибкого металла UltiMetal Plus 42

### 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Управление МС из системы данных 46 Мониторинг МС с помощью ЛПУ 46 Меню ЛПУ 48 Интерфейс ГХ/МС в режиме ЭУ 49 Перед включением МС 51 52 Откачка Контроль температуры 53 Контроль потока в колонке 53 Контроль потока коллизионной ячейки 53 54 Напуск в МС Давление высокого вакуума в режиме ЭУ 55 Установка мониторов слежения за температурой и состоянием вакуума МС 56 Установка температуры анализатора МС 59 Установка температуры интерфейса ГХ/МС из ПО рабочей станции MassHunter W orkstation 61 Калибровка колонки 62 Настройка газа КЯ 64 Установка скорости потока газа коллизионной ячейки 65 Автоматическая настройка МС для режима ЭУ 66 Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора 68 Откачивание из МС 69 Напуск в МС 72 Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ 74

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

Транспортировка или хранение МС76Установка температуры интерфейса из ГХ78Сохранение метода в ГХ79

### 4 Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Настройка МС для работы в режиме ХИ 82 Интерфейс ГХ/МС для ХИ 83 Управление МС в режиме ХИ 85 Давление высокого вакуума в режиме ХИ 86 Другие газы-реагенты 87 Автоматическая настройка ХИ 89 Модуль управления потоком ХИ 91 Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ 94 Управление модулем контроля потока газа-реагента 97 Установка потока газа-реагента 99 Выполнение автоматической настройки в режиме ХИ

### 5 Общее обслуживание

 Перед началом обслуживания
 104

 Обслуживание вакуумной системы
 110

 Обслуживание анализатора
 111

 Открытие камеры переднего анализатора
 113

 Извлечение ионного источника ЭУ
 116

 Разборка ионного источника ЭУ
 119

 Очистка ионного источника ЭУ
 122

Сборка ионного источника ЭУ 125

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

100

Установка ионного источника ЭУ 128 130 Извлечение ионного источника ХИ Разборка ионного источника ХИ 133 Очистка ионного источника ХИ 136 Сборка ионного источника ХИ 138 Установка ионного источника ХИ 141 Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ 143 Удаление нити накала 145 Установка нити накала 147 Подсоединение проводов ионного источника к боковой панели 148 152 Закрытие камеры переднего анализатора Снятие задней левой крышки для получения доступа к камере заднего анализатора 153 Открытие камеры заднего анализатора 155 158 Замена рожка для электронного умножителя Закрытие камеры заднего анализатора 162

### О данном руководстве

В этом руководстве приведены сведения о работе и техническом обслуживании масс-спектрометров (MC) Agilent Triple Quad серии 7000.

### 1 «Введение»

В главе 1 приведена общая информация о ГХ/МС Triple Quad серии 7000, в том числе описание оборудования, общие предупреждения о безопасности и информация о безопасности при работе с водородом.

### 2 «Установка колонок ГХ»

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

### 3 «Работа в режиме электронного удара (ЭУ)»

В главе 3 приведено описание основных задач в режиме ЭУ, например установки температуры, мониторинга давления, настройки, напуска и откачки.

#### 4 «Работа в режиме химической ионизации (ХИ)»

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

### 5 «Общее обслуживание»

В главе 5 приведено описание общих процедур обслуживания ГХ/МС Triple Quad серии 7000.

### Информация об оборудовании для пользователя

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

- Комплект DVD-дисков с инструментами и руководствами пользователя ГХ и ГХ/MC Agilent
- Карта памяти с информацией и руководствами по программному обеспечению ГХ/МС Agilent



Подробные сведения об установке этих источников информации на компьютер можно найти в кратком руководстве по ГХ/МС Agilent Triple Quadrupole серии 7000 (G7000-98061).



Agilent 7000 ГХ/MC Triple Quad Руководство по эксплуатации

### Введение

1

Используемые сокращения 10 коллизионная ячейкаГХ/МС Triple Quad серии 7000 12 Описание оборудования ГХ/МС Triple Quad 15 Важные предупреждения о безопасности 16 Меры предосторожности при работе с водородом 19 Сертификаты безопасности и соответствия нормам 25 Использование по назначению 28 Очистка и утилизация прибора 28 Проливание жидкости 28 Транспортировка или хранение МС 28

В этой главе приведена общая информация о газовом хроматографе (ГХ) Triple Quad серии 7000 / масс-спектрометре (МС), в том числе описание оборудования, общие предупреждения о безопасности и информация о безопасности при работе с водородом.



### Используемые сокращения

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

Таблица 1 Сокращения

Сокращение	Определение	
LAN	Локальная сеть	
т/z (м/з)	Отношение массы к заряду	
АПЖМ	Автоматический пробоотборник для жидких материалов	
БФБ	Бромфторбензол (калибрующее вещество)	
ВД	Внутренний диаметр	
вэд	Высокоэнергетический динод (относится к детектору и его источнику питания)	
ГХ	Газовый хроматограф	
<b>ϤΦΤΦΦ</b>	Декафтортрифенилфосфин (калибрующее вещество)	
ЗПУ	Зонд прямой установки	
ИСД	Индуцированная соударениями диссоциация	
ПФДТФ	Перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (калибрующее вещество)	
KMP	Контроллер массового расхода	
КΦМ	Квадрупольный фильтр масс	
ппу	Локальная панель управления	
им рт.ст.	Единица измерения давления, столб ртути высотой 1 мм	
MMP	Мониторинг множественных реакций	
MC	Масс-спектрометр	
MC1	Передний квадруполь	
MC2	Задний квадруполь	
НЭУ	Напряжение электронного умножителя	

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

Сокращение	Определение
ОФН	Октофторнафталин (проба)
ОХИ	Химическая ионизация с образованием отрицательных ионов
ПерТ	Переменный ток
ПосТ	Постоянный ток
ΠΦΤБΑ	Перфтортрибутиламин (калибрующее вещество)
ПХИ	Химическая ионизация с образованием положительных ионов
РЧ	Радиочастота
Тройной квадруполь	Тройной квадруполь
Турбо	Турбомолекулярный вакуумный насос с делением потока
УМРЧ	Усилитель мощности радиочастоты
ХИ	Химическая ионизация
эВ	Электрон-вольт
эпу	Электронное пневматическое управление
ЭХ	Электронный удар
ЭУм	Электронный умножитель (детектор)
КЯ	Коллизионная ячейка

Таблица 1 Сокращения (продолжение)

### ГХ/MC Triple Quad серии 7000

ГХ/МС Triple Quad серии 7000 — это автономный детектор для капиллярной газовой хроматографии, предназначенный для использования с газовым хроматографом Agilent серии 7890. Характеристики MC Triple Quad:

- один турбомолекулярный вакуумный насос с делением потока;
- роторно-лопастной форвакуумный насос;
- ионный источник, независимо нагреваемый МС, с функцией самоочистки;
- доступны режимы химической ионизации и ионизации электронным ударом (ПХИ/ОХИ/ЭУ);
- два гиперболических квадрупольных фильтра масс, независимо нагреваемых МС, и уплотнитель наконечника интерфейса;
- одинарная гексапольная коллизионная ячейка;
- электронный умножитель (детектор) с высокоэнергетическим динодом (ВЭД);
- интерфейс ГХ/МС, независимо нагреваемый ГХ;
- газовые потоки коллизионной ячейки, независимо контролируемые ГХ;
- локальная панель управления (ЛПУ) для локального наблюдения за МС.

#### Физическое описание

ГХ/МС Triple Quad серии 7000 — это прямоугольная коробка с приблизительной высотой 47 см, шириной 35 см и глубиной 86 см. Масса прибора составляет 59 кг при установке турбомолекулярного насоса. Кроме того, подключенный форвакуумный насос (для предварительной откачки) весит 11 кг.

Базовые компоненты прибора приведены ниже: блоки рамы и крышки, вакуумная система, интерфейс ГХ/МС, ионный источник, электронные компоненты, коллизионная ячейка, детектор, передний и задний анализаторы.

### Локальная панель управления

Локальная панель управления позволяет следить за состоянием МС.

### Вакуумметр

ГХ/МС Triple Quad серии 7000 оснащен двумя ионными вакуумметрами. С помощью рабочей станции MassHunter Workstation можно считывать давление (высокий вакуум) в вакуумном коллекторе и при расходе через турбомолекулярный вакуумный насос.

### Система МС ХИ серии 7000

В данном руководстве термин «МС ХИ» обозначает систему источника XИ ГХ/МС Triple Quad серии 7000. Кроме того, если не указано иное, этот термин также относится к модулям потоков для этих приборов.

Комплект обновления системы источника XИ ГX/MC Triple Quad серии 7000 содержит следующие дополнительные компоненты для MC Triple Quad 7000.

- интерфейс ГХ/МС для ЭУ/ХИ
- Ионный источник ХИ и уплотнитель наконечника интерфейса
- Модуль управления потоком газа-реагента
- ВЭД с высокочувствительными электронными компонентами
- Двухполярный блок питания ВЭД для ПХИ и ОХИ

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

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

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

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

### Описание оборудования ГХ/MC Triple Quad

Рис. 1 – обзор типичной системы ГХ/МС Triple Quad серии 7000.





Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

### Важные предупреждения о безопасности

При использовании MC всегда следует помнить некоторые предупреждения о безопасности.

# Многие внутренние компоненты МС находятся под опасным напряжением

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

- Провода между кабелем питания МС и блоком питания переменного тока.
- Сам блок питания переменного тока.
- Провода, соединяющие блок питания и выключатель питания.

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

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

### ОСТОРОЖНО!

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

### ОСТОРОЖНО!

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

### Статическое электричество опасно для электронных компонентов МС

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

### Многие компоненты очень сильно нагреваются

При работе многие компоненты ГХ/МС очень сильно нагреваются и создают угрозу получения тяжелого ожога. К таким компонентам относятся следующие (список не ограничивается только ими).

- Канал ввода
- Термостат и его содержимое
- Клапанная коробка
- Детекторы
- Гайки колонки, используемые для ее крепления к каналу ввода или детектору
- Форвакуумный насос
- Линия передачи ГХ/МС
- КФМ
- Ионный источник

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

### ОСТОРОЖНО!

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

### **ОСТОРОЖНО!**

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

# Масляный поддон под стандартным форвакуумным насосом может вызвать пожар

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

### **ОСТОРОЖНО!**

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

### Меры предосторожности при работе с водородом

### **ОСТОРОЖНО!**

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

### ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода (H<sub>2</sub>) в качестве газа-носителя или основного газа помните, что водород может попасть в термостат ГХ и привести к взрыву. Поэтому начинайте подачу водорода только после того, как будут подключены все компоненты. При подаче водорода в прибор фитинги канала ввода и колонки детектора должны быть постоянно подключены к колонке или закрыты.

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

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

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

### Угрозы при работе с ГХ/МС

Использование водорода связано с различными опасностями. Некоторые из них являются общими, а другие — характерными для работы с ГХ или ГХ/МС. Некоторые опасности описаны ниже.

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

### Накопление водорода в МС

### **ОСТОРОЖНО!**

МС не может обнаруживать утечки газовых потоков канала ввода и/или детектора. По этой причине фитинги колонки всегда должны быть подключены к колонке, закрыты крышками или заглушками.

Всем пользователям должны быть известны причины, вызывающие накопление водорода (Таблица 2), а также меры предосторожности, которые следует предпринять при накоплении водорода либо появлении признаков накопления. Обратите внимание, что описанные причины относятся ко *всем* масс-спектрометрам.

Таблица 2	Причины, вызывающие накопление	водорода
-----------	--------------------------------	----------

Событие	Результаты
Выключение масс-спектрометра	Масс-спектрометр может быть выключен намеренно. Он также может быть выключен случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. При выключении масс-спектрометра подача газа-носителя не прекращается. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.

Событие	Результаты
Закрытие автоматических стопорных клапанов масс-спектрометра	Масс-спектрометры оснащены автоматическими стопорными клапанами для калибровочной виалы и газов-реагентов. При соответствующих целенаправленных действиях оператора или различных сбоях стопорные клапаны могут закрыться. При закрытии стопорного клапана не отключается подача газа-носителя. В результате этого водород может медленно накапливаться в масс-спектрометре.
Отключение газового хроматографа	ГХ может быть выключен намеренно. Он также может быть выключен случайно в результате внутреннего или внешнего сбоя. Разные хроматографы работают различным образом. При выключении ГХ модели 7890А, оснащенного электронным контроллером давления (КД), контроллер давления останавливает поток газа-носителя. Если поток газа-носителя <i>не</i> контролируется электронным контроллером давления, интенсивность потока увеличивается до максимального уровня. Этот поток может быть настолько сильным, что некоторые масс-спектрометры не смогут откачивать весь газ, в результате чего водород будет накапливаться в масс-спектрометре. Если в этот момент масс-спектрометр будет также выключен, водород может накопиться достаточно быстро.
Отключение электричества	При отключении электричества газовый хроматограф и масс-спектрометр выключаются. Однако в этом случае подача газа-носителя может продолжаться. Как указано выше, в некоторых газовых хроматографах при отключении электричества интенсивность потока газа-носителя может увеличиться до максимального уровня. В результате этого водород может накопиться в масс-спектрометре.

Таблица 2 Причины, вызывающие накопление водорода (продолжение)

### ОСТОРОЖНО!

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

### ОСТОРОЖНО!

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

### Меры предосторожности

Если при работе с ГХ/МС в качестве газа-носителя используется водород, соблюдайте следующие меры предосторожности.

#### Меры предосторожности при работе с оборудованием

### ОСТОРОЖНО!

ОБЯЗАТЕЛЬНО закручивайте рукой верхние винты на боковых пластинах переднего и заднего анализаторов. Не перетягивайте винты. Это может привести к утечке воздуха.

ОБЯЗАТЕЛЬНО оставьте прикрепленными транспортировочные скобы верхней пластины камеры коллизионной ячейки. Не снимайте транспортировочные крепления с верхней панели для обеспечения нормальной работы. Они удерживают на месте верхнюю панель в случае взрыва.

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

### ОСТОРОЖНО!

Несоблюдение приведенных выше мер предосторожности МС значительно повышает риск получения травмы в результате взрыва.

#### Общие меры предосторожности при работе в лаборатории

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

#### Меры предосторожности при работе с прибором

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

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

### Сертификаты безопасности и соответствия нормам

ГХ/MC Triple Quad серии 7000 соответствует следующим стандартам безопасности.

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

MC Triple Quad серии 7000 соответствует следующим требованиям к электромагнитной совместимости (EMC) и высокочастотным помехам (RFI):

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

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

## CE

ГХ/MC Triple Quad серии 7000 разработан и изготовлен с использованием системы контроля качества, соответствующей ISO 9001.

### Информация

ГХ/МС Triple Quad Agilent Technologies серии 7000 соответствует следующей категории по классификации Международной электротехнической комиссии (IEC): оборудование класса I, лабораторное оборудование, категория импульсных выдерживаемых напряжений II и степень загрязнения 2.

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

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

### Условные обозначения

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

Дополнительные сведения см. в прилагаемых инструкциях.

Обозначает высокую температуру поверхности.

Обозначает опасное напряжение.

Обозначает зажим заземления.

Обозначает опасность потенциального взрыва.

Обозначает опасность радиации.

Обозначает опасность поражения статическим электричеством.

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



### Электромагнитная совместимость

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

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

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

- 1 Переставьте радио или антенну в другое место.
- 2 Переместите прибор дальше от радио или телевизора.
- **3** Подключите прибор к другой электрической розетке так, чтобы прибор и радио или телевизор использовали разные розетки.
- **4** Убедитесь, что все периферийные устройства также сертифицированы.
- **5** Убедитесь, что прибор подключен к периферийным устройствам с помощью подходящих кабелей.
- **6** Обратитесь за помощью к дилеру, в компанию Agilent Technologies или к опытному техническому специалисту.

Изменения или модификация без специального одобрения компании Agilent Technologies могут привести к лишению прав пользователя на эксплуатацию данного оборудования.

### Свидетельство соответствия требованиям к акустическому давлению

#### Акустическое давление

Акустическое давление < 70 дБ в соответствии с требованиями EN 27779:1991 и EN ISO 3744:1995.

#### Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB nach EN 27779:1991 und EN ISO 3744:1995.

### Использование по назначению

Изделия компании Agilent необходимо использовать только тем способом, который приведен в руководствах пользователя изделия Agilent. Использование изделия любым другим способом может привести к его повреждению или травме. Компания Agilent не несет ответственности за любые повреждения, полные или частичные, вызванные ненадлежащей эксплуатацией изделий, внесением неразрешенных изменений, настроек или модификаций, а также в результате несоблюдения процедур, приведенных в руководствах пользователя изделий Agilent, либо использованием изделий с нарушением применимых законов, правил или постановлений.

### Очистка и утилизация прибора

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

### Проливание жидкости

Не проливайте жидкость на МС.

### Транспортировка или хранение МС

Для обеспечения правильной работы MC рекомендуется поддерживать его в разреженном и нагретом состоянии, а также выполнять подачу газа-носителя. Если планируется транспортировать MC или убрать его на хранение, необходимо соблюдать следующие меры предосторожности. MC должен всегда находиться в вертикальном положении, поэтому при перемещении прибора следует проявлять осторожность. Нельзя оставлять MC открытым на длительное время. Дополнительные сведения см. в разделе «Транспортировка или хранение MC» на стр. 76.



Agilent 7000 ГХ/MC Triple Quad Руководство по эксплуатации

## Установка колонок ГХ

#### Колонки 30

2

Подготовка капиллярной колонки к установке 33 Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока 35

Кондиционирование капиллярной колонки 37

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из веспела 39

Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из гибкого металла UltiMetal Plus 42

В данной главе приведены рекомендации по выбору, установке и кондиционированию колонки ГХ, которые необходимо выполнить перед началом работы с MC.



### 2 Установка колонок ГХ

### Колонки

С МС могут использоваться колонки ГХ разных типов, но с некоторыми ограничениями.

Во время настройки или получения данных скорость потока в колонке, поступающего в MC, не должна превышать рекомендованную максимальную скорость. Поэтому существуют ограничения на длину колонки и скорость потока. Превышение рекомендуемой скорости потока снижает масс-спектральные характеристики и чувствительность.

Помните, что скорость потока во многом зависит от температуры термостата. См. главу «Калибровка колонки» на стр. 62, чтобы получить информацию о том, как измерить скорость потока в колонке. Для определения приемлемой скорости потока в колонке используйте калькулятор потока в программе Agilent Instrument Utilities и Таблица 3. Для определения ожидаемого давления выпускного потока колонки используйте значения, отображенные в Таблица 8 для режима ЭУ и в Таблица 11 для режима ХИ.

Компонент	Серия 7000
Высоковакуумный насос	Турбомолекулярный с делением потока
Оптимальная скорость потока гелия в колонке, мл/мин (газ-носитель)	от 1 до 2
Скорость потока газа-реагента, мл/мин	от 1 до 2
Скорость потока газа коллизионной ячейки	от 3 до 4
Рекомендуемая максимальная скорость потока газа, мл/мин <sup>*</sup>	4
Максимальная скорость потока газа, мл/мин <sup>†</sup>	6,5
Максимальный внутренний диаметр колонки	0,53 мм (длина 30 м)
Скорость потока гелия самоочищающегося источника, мл/мин	0,4

#### Таблица 3 Скорость потоков газа

 Общая скорость потока газа в MC = скорость потока колонки + скорость потока газа коллизионной ячейки + скорость потока газа-реагента (если применимо)

† Снизятся спектральные характеристики и чувствительность.

### Кондиционирование колонок

Прежде чем подсоединить колонку к интерфейсу ГХ/МС, необходимо выполнить кондиционирование колонки.

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

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

### Кондиционирование ферул

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

#### Полезные советы

- Процедура установки колонки ГХ/МС Triple Quad серии 7000 отличается от процедур для предыдущих моделей. Процедура, предусмотренная для другого прибора, может *не* сработать и привести к повреждению колонки или MC.
- Старые ферулы можно удалить из гайки колонки с помощью булавки.
- Всегда используйте чистый газ-носитель (минимум на 99,9995%).
- Вследствие термического расширения новые ферулы могут ослабнуть после нескольких нагреваний и остываний. Проверяйте плотность после двух-трех циклов нагрева.
- При работе с колонками всегда используйте чистые перчатки, будьте особенно внимательны при обращении с концом колонки, который будет помещен в интерфейс ГХ/МС.

### 2 Установка колонок ГХ

### ОСТОРОЖНО!

Если в качестве газа-носителя используется водород, не включайте поток газа до тех пор, пока не будет установлена колонка, а в МС не будет выполнена откачка. Если вакуумные насосы выключены, в МС может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. См. «Меры предосторожности при работе с водородом».

### ОСТОРОЖНО!

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

### Подготовка капиллярной колонки к установке

#### Необходимые материалы

- Капиллярная колонка
- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- Ферулы, веспел
  - ВД 0,27 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3518)
  - ВД 0,37 мм для колонок с ВД 0,20 мм (5062-3516)
  - ВД 0,40 мм для колонок с ВД 0,25 мм (5181-3323)
  - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3514)
  - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Ферулы, гибкий металл UltiMetal Plus
  - для колонок с ВД от 0,1 до 0,25 мм (G3188-27501)
  - для колонок с ВД 0,32 мм (G3188-27502)
  - для колонок с ВД от 0,45 до 0,53 мм (G3188-26503)
  - для колонок UltiMetal с ВД от 0,25 до 0,32 мм (G3188-27505)
  - для колонок UltiMetal с ВД 0,53 мм (G3188-27506)
- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гайка канала ввода колонки (5181-8830 для серии Agilent 7890, для использования с ферулами из веспела)
- Гайка линии передачи МС (G2855-20530, для использования с ферулами из гибкого металла UltiMetal Plus)
- Лупа
- Септа (можно использовать септу, бывшую в употреблении)

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

### 2 Установка колонок ГХ

### Процедура

### ВНИМАНИЕ!

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

- 1 Охладите термостат до комнатной температуры.
- 2 Наденьте септу, гайку колонки и откондиционированную ферулу (работая в чистых перчатках) на свободный конец колонки (Рис. 2). Зауженный конец ферулы должен находится в обратном направлении по отношению к гайке колонки.



Рис. 2 Подготовка капиллярной колонки к установке

- **3** С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстояние 2 см от конца.
- **4** Отломайте конец колонки. Держите колонку большим пальцем на стороне, противоположной от резака. Обломите конец колонки о край резака.
- **5** Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 3 и 4.
- **6** Протрите свободный конец колонки тканью без ворсинок, смоченной метиловым спиртом.

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



#### Необходимые материалы

- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Метрическая линейка
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

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

### Процедура

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

- 1 Подготовьте колонку к установке. (См. «Подготовка капиллярной колонки к установке» на стр. 33.)
- **2** Установите септу под гайкой колонки так, чтобы колонка выступала за конец ферулы на 4–6 мм (Рис. 3).
- 3 Вставьте колонку в канал ввода.
- **4** Сдвиньте гайку вверх по колонке к основанию канала ввода и закрутите ее вручную.
- **5** Расположите колонку так, чтобы септа находилась на одном уровне с нижней частью гайки колонки.
- **6** Затяните гайку колонки еще на четверть или половину оборота гаечным ключом. Колонка не должна свободно скользить.
- 7 Запустите поток газа-носителя.
- **8** Проверьте поток, погрузив свободный конец колонки в изопропиловый спирт. Должны быть видны пузырьки.

### 2 Установка колонок ГХ



Рис. 3 Установка капиллярной колонки в канал ввода с/без деления потока
## Кондиционирование капиллярной колонки



- **6** Установите температуру термостата ГХ на 30°С и дождитесь готовности ГХ.
- 7 Подсоедините колонку к детектору.

### 2 Установка колонок ГХ

#### См. также

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

## Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из веспела



Данная процедура предназначена для установки капиллярной колонки непосредственно в анализатор. В интерфейсе ГХ/МС могут быть использованы ферулы двух типов: из смеси графита и веспела или гибкого металла UltiMetal Plus. В этой процедуре описан процесс установки колонки с помощью ферул из веспела.

## ГХ Agilent серии 7890

#### Необходимые материалы

- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- Ферулы
  - ВД 0,3 мм для колонок с ВД 0,10 мм (5062-3507)
  - ВД 0,4 мм для колонок с ВД 0,20 мм и 0,25 мм (5062-3508)
  - ВД 0,5 мм для колонок с ВД 0,32 мм (5062-3506)
  - ВД 0,8 мм для колонок с ВД 0,53 мм (5062-3512)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Гайка колонки интерфейса (05988-20066)
- Защитные очки
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

## ВНИМАНИЕ!

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

#### 2 Установка колонок ГХ

#### Процедура

1 Выполните кондиционирование колонки. (См. «Кондиционирование капиллярной колонки» на стр. 37.)

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

2 Выполните напуск в MC (см. раздел «Напуск в MC» на стр. 72) и откройте камеру переднего анализатора (см. раздел «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113). Должен быть виден конец интерфейса ГХ/МС.

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

- **3** Наденьте гайку интерфейса и откондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Зауженный конец ферулы должен быть обращен к гайке.
- **4** С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстояние 2 см от конца.
- **5** Отломайте конец колонки. Держите колонку большим пальцем на стороне, противоположной от резака. Обломите конец колонки о край резака.
- **6** Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 4 и 5.
- **7** Вставьте колонку в интерфейс ГХ/МС (Рис. 4). Установите колонку так, чтобы она выступала за конец интерфейса на 1–2 мм.

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

- **8** Вручную затяните гайку. Убедитесь, что положение колонки не изменится, когда гайка будет затянута.
- **9** Проверьте термостат ГХ, чтобы убедиться, что колонка не касается стенок термостата.

- 10 Затяните гайку на четверть или половину оборота.
- 11 Проверьте тугость гайки после одного-двух циклов нагрева. Затяните соединение при необходимости.



Рис. 4 Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС

### 2 Установка колонок ГХ

## Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из гибкого металла UltiMetal Plus



Данная процедура предназначена для установки капиллярной колонки непосредственно в анализатор с помощью ферул из гибкого металла UltiMetal Plus.

## **ГХ Agilent серии 7890**

#### Необходимые материалы

- Резак колонки, керамический (5181-8836), либо алмазный (5183-4620)
- Ферулы, гибкий металл UltiMetal Plus
  - для колонок с ВД от 0,1 до 0,25 мм (G3188-27501)
  - для колонок с ВД 0,32 мм (G3188-27502)
  - для колонок с ВД от 0,45 до 0,53 мм (G3188-26503)
  - для колонок UltiMetal с ВД от 0,25 до 0,32 мм (G3188-27505)
  - для колонок UltiMetal с ВД 0,53 мм (G3188-27506)
- Фонарь
- Лупа
- Чистые перчатки:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Внутренняя гайка (G2855-20530)
- Защитные очки
- Гаечный ключ с открытым концом, 1/4" и 5/16" (8710-0510)

## ВНИМАНИЕ!

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

#### Процедура

1 Выполните кондиционирование колонки. (См. «Кондиционирование капиллярной колонки» на стр. 37.)

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

**2** Выполните напуск в MC (см. раздел «Напуск в MC» на стр. 72) и откройте камеру переднего анализатора (см. раздел «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113). Должен быть виден конец интерфейса ГХ/MC.

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

- **3** Наденьте гайку интерфейса и откондиционированную ферулу на свободный конец колонки ГХ. Зауженный конец ферулы должен быть обращен к гайке.
- **4** С помощью резака сделайте надрез на колонке на расстояние 2 см от конца.
- **5** Отломайте конец колонки. Держите колонку большим пальцем на стороне, противоположной от резака. Обломите конец колонки о край резака.
- **6** Проверьте, чтобы конец колонки был ровным и не имел зазубрин. Если колонка имеет неровный конец, повторите шаги 4 и 5.
- 7 Вставьте колонку в интерфейс ГХ/МС (Рис. 4). Установите колонку так, чтобы она выступала за конец интерфейса на 1–2 мм. При необходимости используйте фонарь или лупу, чтобы увидеть конец колонки в камере анализатора. *Не* пытайтесь нащупать конец колонки пальцем.
- **8** Вручную затяните гайку. Убедитесь, что положение колонки не изменится, когда гайка будет затянута.
- 9 Затяните гайку по часовой стрелке до нижней границы диапазона градусов, указанного для соответствующего типа ферулы (Таблица 4). Затягивайте гайку с шагом 5 градусов до тех пор, пока она не стянет колонку.

### 2 Установка колонок ГХ

- 10 Затяните гайку на четверть или половину оборота.
- 11 Проверьте тугость гайки после одного-двух циклов нагрева. Затяните соединение при необходимости.

Номер детали (феррула)	Градусы для затягивания внутренней гайки
G3188-27501	50–100 градусов
G3188-27502	30–70 градусов
G3188-27503	20–50 градусов
G3188-27504	60 градусов
G3188-27505	40–90 градусов
G3188-27506	20–50 градусов

Таблица 4 Градусы затягивания внутренней гайки для правильного обжима



Рис. 5 Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

44



Agilent 7000 ГХ/MC Triple Quad Руководство по эксплуатации

3

## Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

Управление МС из системы данных 46 Мониторинг МС с помощью ЛПУ 46 Меню ЛПУ 48 Интерфейс ГХ/МС в режиме ЭУ 49 Перед включением МС 51 Откачка 52 Контроль температуры 53 Контроль потока в колонке 53 Контроль потока коллизионной ячейки 53 Напуск в МС 54 Давление высокого вакуума в режиме ЭУ 55 Установка мониторов слежения за температурой и состоянием вакуума МС 56 Установка температуры анализатора МС 59 Установка температуры интерфейса ГХ/МС из ПО рабочей станции MassHunter Workstation 61 Калибровка колонки 62 Настройка газа КЯ 64 Установка скорости потока газа коллизионной ячейки 65 Автоматическая настройка МС для режима ЭУ 66 Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора 68 Откачивание из МС 69 Напуск в МС 72 Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ 74 Транспортировка или хранение МС 76 Установка температуры интерфейса из ГХ 78 Сохранение метода в ГХ 79



45

В данной главе приведено объяснение стандартных процедур эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000 в режиме ЭУ.

#### ВНИМАНИЕ!

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

## Управление МС из системы данных

Рабочая станция для сбора данных Agilent MassHunter Data Acquisition Workstation выполняет такие задачи, как откачка, мониторинг давления, установка температуры, настройка и подготовка к напуску. Описание этих задач приведено в этой главе. Дополнительная информация приведена в других руководствах и интерактивной справке программы MassHunter.

Система Triple Quad серии 7000 может работать в режиме ЭУ с высокочувствительным источником ЭУ (G2591C), в который входит линза экстрактора, обеспечивающая более высокую чувствительность при ионизации пробы.

## Мониторинг МС с помощью ЛПУ

Локальная панель управления (ЛПУ) отображает состояние MC без использования рабочей станции Agilent MassHunter Workstation.

Рабочая станция Agilent MassHunter Workstation может располагаться в любом месте локальной сети (ЛС) и не находиться физически рядом с прибором. Поскольку ЛПУ взаимодействует с рабочей станцией MassHunter Workstation, к мониторам рабочей станции MassHunter Workstation можно получать доступ непосредственно с MC.

## ЗАМЕЧАНИЯ

В ЛПУ доступны только некоторые функции. Для полного управления прибором используется программа рабочей станции ГХ/MC MassHunter Workstation.

## Управление ЛПУ

В ЛПУ для контроля различных параметров ГХ/МС используется кнопка Menu (Меню).

Чтобы выбрать элемент меню, выполните следующие действия.



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



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

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



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



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



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



Клавиша [**No/Cancel**] (Нет/Отмена) позволяет изменить текущее значение или вернуться в предыдущее меню.

## Меню ЛПУ

Для доступа к параметру меню нажмите клавишу [**Menu**] (Меню), пока не появится необходимое меню, а затем нажмите клавишу [**Item**] (Пункт), пока не отобразится требуемый пункт меню. Таблица 5 и Таблица 7 содержат список меню и параметров.

Команда	Описание
High Vacuum Pressure	Отображает давление анализатора.
lon Source Temp, <sup>o</sup> C	Отображает текущую температуру ионного источника и заданное значение.
Quad 1 Temp, <sup>o</sup> C	Отображает текущую температуру переднего фильтра масс и заданное значение.
Quad 2 Temp, <sup>o</sup> C	Отображает текущую температуру заднего фильтра масс и заданное значение.
Turbo Speed % Full	Отображает производительность турбомолекулярного насоса.

#### Таблица 5 Меню MS Parameters (Параметры MC)

## ЗАМЕЧАНИЯ

Параметры MC нельзя настраивать в ЛПУ. Это нужно делать через рабочую станцию ГХ/MC MassHunter Workstation, подключенную к MC.

#### Таблица 6 Меню Network (Сеть)

Команда	Описание
IP Address	Отображает IP-адрес, назначенный МС.
Subnet Mask	Отображает маску подсети, назначенную МС.
Gateway	Отображает сообщение Not found (Не найдено)
MAC Address	Отображает МАС-адрес смарт-карты, установленной в МС.
Install Standard Network Config	Выберите Yes (Да), чтобы восстановить заводские настройки.
Install Customized Network Config	Выберите Yes (Да), чтобы использовать команду конфигурации сети Telnet для установки пользовательских параметров. Это сервисная модификация.

Команда	Описание
Test LCP Buttons?	Указания на экране позволяют тестировать каждую кнопку ЛПУ.
Test LCP Display?	Нажмите кнопку Yes (Да), чтобы проверить дисплей ЛПУ на битые пиксели.
LCP Display Flow Control Test	Проверка дисплея ЛПУ на наличие неравномерных узоров.
Test LCP Beep?	Через 3 сек. дисплей издает звуковой сигнал.

Таблица 7 Меню LCP Tests (Тесты ЛПУ)

## Интерфейс ГХ/МС в режиме ЭУ

Интерфейс ГХ/МС (Рис. 6) — это нагреваемый канал для капиллярной колонки, входящий в МС. Интерфейс закреплен на правой стороне камеры переднего анализатора и оснащен кольцевым уплотнителем. Он оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

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

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

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

Интерфейс ЭУ ГХ/МС показан на Рис. 6. Если установлен источник с самоочисткой, см. информацию об интерфейсе ГХ/МС в режимах ЭУ/ХИ.

См. также

«Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из веспела» на стр. 39 и «Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из гибкого металла UltiMetal Plus» на стр. 42.

## ОСТОРОЖНО!

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



Рис. 6 Интерфейс ГХ/МС в режиме ЭУ

## Перед включением МС

Перед включением и эксплуатацией МС проверьте следующее.

- Клапан напуска должен быть закрыт (ручка повернута до конца по часовой стрелке). См. «Напуск в МС» на стр. 72.
- Все остальные вакуумные уплотнения и фитинги должны быть установлены на свои места и закреплены. Все винты панели анализатора должны быть отвинчены, кроме тех случаев, когда используются опасные газы-носители или газы-реагенты.
- МС подключен к заземленному источнику питания.
- Интерфейс ГХ/МС входит в термостат ГХ.
- В канал ввода ГХ и интерфейс ГХ/МС установлена откондиционированная капиллярная колонка.
- ГХ включен, но нагреваемые зоны интерфейса ГХ/МС, канал ввода ГХ и термостат выключены.
- Газ-носитель чистотой не менее 99,9995% подается в ГХ через рекомендуемые ловушки.
- Если в качестве газа-носителя используется водород, поток газа-носителя должен быть перекрыт, а верхние винты боковых пластин переднего и заднего анализаторов должны быть слегка затянуты.
- Вытяжка форвакуумного насоса хорошо вентилируется.

## **ОСТОРОЖНО!**

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

## **ОСТОРОЖНО!**

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МС. Если вакуумные насосы выключены, в МС может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Перед эксплуатацией МС с использованием водорода в качестве газа-носителя прочтите раздел «Меры предосторожности при работе с водородом».

## ВНИМАНИЕ!

MC Triple Quad серии 7000 не предназначен для использования гелия в коллизионной ячейке при использовании водорода в качестве газа-носителя.

## Откачка

Система данных способствует откачке MC. Этот процесс в целом выполняется автоматически. Когда клапан напуска будет перекрыт и включится питание (при одновременном нажатии на боковые пластины обеих анализаторов), MC самостоятельно выполнит откачку. Программное обеспечение системы данных отслеживает и отображает состояние системы во время откачки. Когда давление достигает достаточно низкого уровня, программа включает нагреватели ионного источника и фильтра масс и предлагает включить нагреватель интерфейса ГХ/MC. MC автоматически выключится, если откачку нельзя будет выполнить надлежащим образом.

С помощью мониторов МС система данных может отобразить:

- обороты двигателя турбомолекулярного насоса МС;
- давление (вакуум) камеры анализатора;
- давление форвакуумного насоса.

Эти данные также могут отображаться на ЛПУ.

## Контроль температуры

Контроль температуры MC осуществляется с помощью системы данных. MC оснащена независимыми нагревателями и датчиками температуры для ионного источника, переднего и заднего квадрупольных фильтров масс. Система данных позволяет регулировать заданные значения и следить за показаниями температуры или просто наблюдать за ними через локальную панель управления.

Обычно нагреватель интерфейса ГХ/МС питается и управляется дополнительной нагреваемой зоной № 2 ГХ. Температуру интерфейса ГХ/МС можно устанавливать и контролировать с помощью системы данных или газового хроматографа.

## Контроль потока в колонке

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

МС можно использовать для измерения фактической скорости потока. Для этого следует ввести *небольшое* количество воздуха или другого неудерживаемого вещества и отследить время, которое ему потребуется, чтобы достичь МС. Выполнив такое измерение, можно рассчитать скорость потока через колонку. См. «Калибровка колонки» на стр. 62.

## Контроль потока коллизионной ячейки

Поток газа коллизионной ячейки контролируется модулем ЭКД, расположенным в ГХ. Поток газа коллизионной ячейки — это комбинация двух газов, которые смешиваются на выпуске из ЭКД и отправляются по одной линии подачи в МС. Обычно такими газами выступают азот и гелий. Скорость потока газа к ЭКД контролируется через программу рабочей станции MassHunter Data Acquisition Workstation или напрямую с панели ГХ. См. «Установка скорости потока газа коллизионной ячейки» на стр. 65.

## Напуск в МС

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

Функция быстрого напуска загружает определенный пользователем метод ГХ, который устанавливает температуру термостата, выключает нагреватель линии передачи и устанавливает поток колонки на указанный пользователем уровень.

Неправильный напуск в MC *приведет* к его повреждению. Турбомолекулярныйнасос будет поврежден, если во время напуска будет работать со скоростью более чем 50% от нормальной частоты вращения.

Эти данные также могут отображаться на ЛПУ.

ОСТОРОЖНО!

Убедитесь, что интерфейс ГХ/МС и зоны анализатора остужены (температура не превышает 100°С), прежде чем приступать к напуску в МС. Температура 100°С может вызвать ожоги кожи. Работать с деталями анализатора следует в тканевых защитных перчатках.

## **ОСТОРОЖНО!**

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

## ВНИМАНИЕ!

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

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

Не превышайте максимально рекомендованную величину потока газа. См. Таблица 3.

## Давление высокого вакуума в режиме ЭУ

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме ЭУ оказывают потоки газа-носителя (в колонке) и газа коллизионной ячейки. Таблица 8 содержит данные о типичном давлении для различных значений потоков гелия и азота в коллизионной ячейке. Эти данные являются приблизительными и могут отличаться для разных приборов до 30%.

Таблица 8 Влияние потоков газа-носителя и газа коллизионной ячейки на показания ионного вакуумметра

	Газ КЯ N <sub>2</sub> = 1,5	включен , He = 2,25	Газ КЯ г	выключен	Газ КЯ N <sub>2</sub> = 1,5	включен , Не выкл.
Скорость потока колонки (мл/мин)	Низкий вак.	Высокий вак.	Низкий вак.	Высокий вак.	Низкий вак.	Высокий вак.
0,5	1,58 × 10 <sup>-1</sup>	1,11 × 10 <sup>-4</sup>	8,82 × 10 <sup>-2</sup>	6,05 × 10 <sup>-7</sup>	1,36 × 10 <sup>-1</sup>	1,31 × 10 <sup>-4</sup>
0,7	1,61 × 10 <sup>-1</sup>	1,10 × 10 <sup>-4</sup>	9,92 × 10 <sup>-2</sup>	7,75 × 10 <sup>-7</sup>	1,39 × 10 <sup>-1</sup>	1,31 × 10 <sup>-4</sup>
1	1,66 × 10 <sup>-1</sup>	1,10 × 10 <sup>-4</sup>	1,00 × 10 <sup>-1</sup>	8,38 × 10 <sup>-7</sup>	1,44 × 10 <sup>-1</sup>	1,31 × 10 <sup>-4</sup>
1,2	1,69 × 10 <sup>-1</sup>	1,10 × 10 <sup>-4</sup>	1,05 × 10 <sup>-1</sup>	9,38 × 10 <sup>-7</sup>	1,47 × 10 <sup>-1</sup>	1,31 × 10 <sup>-4</sup>
2	1,80 × 10 <sup>-1</sup>	1,11 × 10 <sup>-4</sup>	1,22 × 10 <sup>-1</sup>	1,36 × 10 <sup>-6</sup>	1,60 × 10 <sup>-1</sup>	1,32 × 10 <sup>-4</sup>
3	1,95 × 10 <sup>-1</sup>	1,12 × 10 <sup>-4</sup>	1,41 × 10 <sup>-1</sup>	1,82 × 10 <sup>-6</sup>	1,75 × 10 <sup>-1</sup>	1,32 × 10 <sup>-4</sup>
4	2,10 × 10 <sup>-1</sup>	1,12 × 10 <sup>-4</sup>	1,57 × 10 <sup>-1</sup>	2,33 × 10 <sup>-6</sup>	1,90 × 10 <sup>-1</sup>	1,31 × 10 <sup>-4</sup>
6	2,37 × 10 <sup>-1</sup>	1,13 × 10 <sup>-4</sup>	1,89 × 10 <sup>-4</sup>	3,29 × 10 <sup>-6</sup>	2,18 × 10 <sup>-1</sup>	1,34 × 10 <sup>-1</sup>

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

## Установка мониторов слежения за температурой и состоянием вакуума MC

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

#### Процедура

1 Выберите Method > Edit Monitors (Метод > Редактировать мониторы) для отображения диалогового окна Select Monitors (Выбор мониторов). См. Рис. 7.

💀 Select Monitors	Tanks,		- • ×
Select Monitors Available Monitors GC APC-18 Pressure GC APC-19 Pressure GC APC-19 Pressure GC APC-19 Pressure GC APC-29 Pressure GC APC-30 Pressure GC Intel-50 Pressure GC PCM-30 Pressure GC PCM-3	 < <u>B</u> emove Reset to <u>D</u> efault	Selected Mo GC Oven Temperature GC Column 1 Rev Calc. CC Acourtemporature MS Source Temp	nitors
GC PCM-38 Pressure GC Valve 2 GC Valve 3 GC Valve 3 GC Valve 4 GC Valve 4 GC Valve 5 GC Valve 5 GC Valve 5 GC Valve 6 GC Valve 6 GC Valve 6 GC Valve 7 GC Valve 7 GC Valve 7 GC Valve 7 GC Valve 8 MS High Vac MS High Vac MS MS1 Heater MS MS1 Jourent MS MS2 Heater MS Rough Vac			
OK Cancel	Help		

**Рис. 7** Диалоговое окно Select Monitors (Выбор мониторов)

- 2 В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите MS High Vac (Высокий вак MC) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- **3** В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите MS 1 Heater (Нагреватель MC 1) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- **4** В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите MS 2 Heater (Нагреватель MC 2) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- 5 В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите MS Turbo Speed (Турбо-режим MC) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- 6 В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите MS Source Temp (Температура источника MC) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- 7 В столбце Available Monitors (Доступные мониторы) выберите Foreline Pressure (Форвакуумное давление) и нажмите кнопку Add (Добавить), чтобы переместить выбранный монитор в столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- 8 Выберите любые другие мониторы в случае необходимости и добавьте ихв столбец Selected Monitors (Выбранные мониторы).
- **9** Нажмите кнопку **ОК**. Новые мониторы будут размещаться поверх друг друга в нижнем правом углу окна **Instrument Control** (Управление прибором).

10 Выберите команды Window > Arrange Plots and Monitors (Окно > Упорядочить графики и мониторы) или щелкните и перетащите каждый монитор в нужное положение. См. один из способов упорядочивания мониторов на Рис. 8.



Рис. 8 Упорядочивание мониторов

11 Чтобы сделать новые параметры частью метода, выберите Save (Сохранить) в меню Method (Метод).

## Установка температуры анализатора МС

Заданные значения ионного источника, переднего (MC1) и заднего (MC2) КМФ, а также температур MC хранятся в текущем файле настроек. При загрузке метода, заданные значения из файла настроек, связанные с методом, загружаются автоматически.

#### Процедура

- 1 На панели Instrument Control (Управление прибором) выберите значок MS Tune (Настройки MC) для отображения диалогового окна Tune (Настройки). Для отображения параметров ионного источника выберите вкладку Manual Tune (Ручная настройка), затем вкладку Ion Source (Ионный источник).
- 2 В поле Source Temp (Температура источника) введите заданное значение температуры. Рекомендованные заданные значения находятся в Таблица 9.
- 3 Для отображения параметров MC1 выберите вкладку MS1 (MC1).
- 4 В поле **MS1 Quad temp** (Температура КМФ MC1) введите заданное значение температуры. Рекомендованные заданные значения находятся в Таблица 9.
- 5 Для отображения параметров MC2 выберите вкладку MS2 (MC2).
- **6** В поле **MS2 Quad temp** (Температура КМФ MC2) введите заданное значение температуры. Рекомендованные заданные значения находятся в Таблица 9.
- 7 Для сохранения этих изменений в файле настроек выберите вкладку Files and Reports (Файлы и отчеты) и нажмите кнопку Save (Сохранить).

Таблица 9 Рекомендуемые значения температур

Зона	Работа в режиме ЭУ
Источник МС	250–280°C
MC KΦM 1	150°C
MC KΦM 2	150°C



#### Рис. 9 Установка температур

Нагреваемые зоны интерфейса ГХ/МС, ионного источника и квадрупольного фильтра масс МС1 взаимодействуют. Нагреватель анализатора может оказаться неспособным точно контролировать температуры, если заданное значение для одной из зон значительно отличается от смежной зоны.

## ОСТОРОЖНО!

## ПО не позволит превысить температуру 200°С для КФМ или 350°С для источника.

## Установка температуры интерфейса ГХ/МС из ПО рабочей станции MassHunter Workstation

Для выполнения этой задачи можно также воспользоваться панелью **GC Control** (Управление ГХ).

#### Процедура

- 1 Выберите Instrument > GC Parameters (Прибор > Параметры ГХ) на панели Instrument Control (Управление прибором).
- 2 Щелкните значок Aux (Дополнительный) для редактирования температуры интерфейса (Рис. 10). В этом примере для температуры интерфейса ГХ/МС установлено значение Thermal Aux 2 (Дополнительный термический контроллер).

🖳 GC Edit	Parameters															
×.	$\bigcirc$	ij	O	$\bigcirc$	1		٥	Ju	$\boldsymbol{\times}$	U	1,2,	iji				
Then	mai Aux 2 Dn			► (In	itial)	 *C	Rate C/min		Value °C	280	Hol	ld Time min Final value wi	l be extend	Run Time min Jed by GC run	1 time.	E
	у		ОК		Cance	el 📄		lelp								

Рис. 10 Установка температуры интерфейса

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

ВНИМАНИЕ!

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

- **3** Убедитесь, что нагреватель включен (**On** (Вкл.)), и введите заданное значение в столбце **Value °C** (Значение °C). Заданное значение обычно составляет 280°С. Диапазон ограничен значениями от 0°С до 400°С. Если заданное значение ниже температуры окружающей среды, нагреватель интерфейса отключается.
- 4 Нажмите кнопку **Apply** (Применить), чтобы загрузить заданные значения, или **OK**, чтобы загрузить заданные значения и закрыть окно.
- **5** Чтобы сделать новые параметры частью метода, выберите **Save** (Сохранить) в меню **Method** (Метод).

## Калибровка колонки

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

#### Процедура

- 1 Установите сбор данных на ручной впуск без деления потока и выбранный ионный мониторинг (SIM) (*m/z* 28).
- 2 Нажмите [Prep Run] (Предварительный цикл) на клавиатуре ГХ.
- **3** Введите 1 мл воздуха в канал ввода ГХ и нажмите [Start Run] (Запустить цикл).
- 4 Дождитесь элюирования пика на *m/z* 28. Засеките время удерживания.
- 5 На панели Instrument Control (Управление прибором) выберите Instrument > GC Configuration (Прибор > Конфигурация ГХ).
- 6 Выберите вкладку Configuration (Конфигурация).
- 7 Выберите вкладку Column (Колонка), нажмите на кнопку Inventory (Реестр) и убедитесь, что используемая колонка входит в реестр. Выберите калибруемую колонку и нажмите Install Selected Column (Установить выбранную колонку).
- 8 Выделите колонку в реестре и нажмите кнопку Calibrate (Калибровать).
- 9 Нажмите кнопку Calc Length (Рассчитать длину).

10 В диалоговом окне Calculate Column Length (Расчет длины колонки) введите записанное время задержки в поле Holdup Time (Время задержки). Убедитесь, что другие приведенные параметры (температура, давление в канале ввода или вывода, тип газа) соответствовали значениям, использованным в методе для определения времени задержки. Измените параметр, если он отличается от использованного в методе пользователя.

Calculate Column Leng	gth		×
GC Conditions If measurement v method, please e	vas made under conc enter them below.	ditions different from loaded	
Temperature:		70 °C	
Pressure into col	lumn:	1.1739 psi	
Pressure out of c	olumn:	0 psi	
		Vacuum	
Gas type:		Helium	
Holdup Time of an Un	retained Peak:	1.1 min	
	Current	Calculated	
Length	28.136 m	29.51 m	
Diameter	320 µm	320 μm	
Holdup	1 min	1.1 min	
(	ж	Cancel	

Рис. 11 Диалоговое окно Calculate Column Length (Расчет длины колонки)

- 11 Чтобы сохранить изменения, нажмите **ОК** после того, как отобразится новая длина колонки.
- 12 Нажмите кнопку ОК на экране Calibrate Columns (Калибровка колонок), чтобы сохранить результаты калибровки.

## Настройка газа КЯ

- 1 На панели MassHunter Data Acquisition Workstation Instrument Control (Управление прибором в MassHunter Data Acquisition Workstation) выберите Instrument > Configuration (Прибор > Конфигурация).
- 2 Для отображения экрана выберите вкладку **Modules** (Модули). См. Рис. 12.

Agilent 7890A	
Connection Configuration	
102 169 1 57	
Miscellaneous Columns Modules ALS	
SS Inlet He	
Back Inlet	
Volatiles Interface He 👻	
QQQ Collision Cell EPC	
Collision Gas N2	
N2	
FID	
Makeup N2 -	
Lit Offset 2.0 pA	
Aux EPC 4.5.6	
AUX EPC 4	
Aux EPC 5 N2 -	
Aux EPC 6 N2 -	
OK Cancel <u>H</u> elp	



- **3** Выберите газ коллизионной ячейки в выпадающем меню **QQQ Collision Cell EPC** (Тройной квадруполь, ЭПУ коллизионной ячейки).
- 4 Нажмите кнопку **ОК**, чтобы сохранить изменения.

## Установка скорости потока газа коллизионной ячейки

- 1 В MassHunter Data Acquisition Workstation на панели Instrument Control (Управление прибором) выберите Instrument > GC Parameters (Прибор > Параметры ГХ).
- 2 Нажмите значок CFT для отображения экрана CFT. См. Рис. 13.
- **3** В списке свойств выберите **QQQ Collision Cell EPC** (Тройной квадруполь, ЭПУ коллизионной ячейки).
- **4** В соответствующее поле введите необходимое значение скорости потока газа.

#### ЗАМЕЧАНИЯ спользуется также и в качестве газа-носителя, в коллизионной ячейке он должен применяться только с целью охлаждения. Если в качестве газа-носителя используется водород, прекратите подачу гелия в коллизионную ячейку и закройте линию подачи гелия герметичным колпачком.

- 5 Установите флажок He Quench Gas On (Вкл. подачу гелия для охлаждения), чтобы включить поток гелия для охлаждения. Установите флажок N2 Collision Gas On (Вкл. подачу азота для соударений), чтобы включить поток азота для соударений.
- **6** Нажмите кнопку **Apply** (Применить), чтобы загрузить заданные значения, или кнопку **OK**, чтобы загрузить заданные значения и закрыть окно.
- 7 Чтобы сделать новые параметры частью метода, выберите Save (Сохранить) в меню Method (Метод).

e∰ GC Edit	t Parameters Description Agient 19091J-433: 325 °C: 30 m x 250 µm x 0.25 µm In: Front SS Inlet He Out: Vacuum QQQ Collision Cell EPC Back Volatiles Interface He Aux EPC 4 N2 Aux EPC 5 N2 Aux EPC 6 N2	Image: Constraint of the second se	
		Cancel <u>H</u> elp	 h.

Рис. 13 Установка скорости потока газа в коллизионной ячейке

## Автоматическая настройка МС для режима ЭУ

MC можно настроить с помощью ПО рабочей станции MassHunter Workstation.

#### Процедура

- 1 Установите для системы такие же условия (поток в колонке и температуры анализаторов MC), как и для сбора данных. Учитывая, что температура ГХ изменяется в процессе работы, выберите температуру в среднем диапазоне.
- 2 На панели Instrument Control (Управление прибором) нажмите значок MS Tune (Настройка MC) для отображения диалогового окна GC-QQQ Tune (Настройка ГХ, тройной квадруполь).
- **3** В верхнем левом углу диалогового окна **GC-000 Tune** (Настройка ГХ, тройной квадруполь) будет отображен файл текущих настроек. Убедитесь, что загружен правильный файл настроек.

4 При необходимости загрузите новый файл настроек. Для этого нужно перейти на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажать кнопку Load (Загрузить) в области Tune File (Файл настроек). Выберите файл настроек и нажмите кнопку OK.

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

- **5** Перейдите на вкладку **Autotune** (Автоматическая настройка) и выберите пункт **El source** (Источник ЭУ).
- 6 При перезапуске системы после напуска, крупномасштабного техобслуживания или прекращения подачи питания установите флажок Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию). В случае снятия флажка Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию) в процессе автоматической настройки будут использованы предыдущие значения настроек.
- 7 Чтобы сохранить новые параметры настройки после автоматической настройки, установите флажок Save tune file when done (Сохранить файл настроек после завершения). Если нужно просмотреть отчет об автоматической настройке перед сохранением новых параметров настройки, не устанавливайте этот флажок.
- 8 Для автоматической печати отчета о настройке установите флажок Print autotune report (Напечатать отчет об автоматической настройке).
- 9 Для запуска автоматической настойки нажмите кнопку Autotune (Автоматическая настройка). В строке Status (Состояние) показан текущий этап процесса автоматической настройки. Построение для настроенного на данном этапе параметра отображается на верхнем графике. После завершения автоматической настройки будет напечатан отчет (если установлен соответствующий флажок).

Чтобы остановить автоматическую настройку до того, как завершен подбор автоматических параметров, нажмите кнопку Abort Autotune (Отменить автоматическую настройку). Используются параметры последней успешной автоматической настройки.

10 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, но не установлен флажок Save tune file when done (Сохранить файл настроек после завершения), перейдите на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажмите кнопку Save (Сохранить), чтобы сохранить автоматические настройки.

Для получения дополнительных сведений о настройке см. руководства и онлайн-справку к ПО рабочей станции MassHunter Workstation.

## Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора



Левую боковую панель можно открывать только для получения доступа к камерам переднего и заднего анализаторов или к боковым пластинам анализаторов. Это необходимо для откачки, очистки или замены ионного источника, замены нити накала или рожка для электронного умножителя. Чтобы открыть левую боковую панель (Рис. 37), необходимо выполнить следующие действия.

#### Процедура

- 1 Снимите крышку переднего правого окна анализатора, нажав на нее сверху и сдвинув снизу вперед, чтобы освободить окно. Эта крышка фиксируется магнитами.
- **2** Слегка потяните переднее левое окно, чтобы левая панель сдвинулась вперед и вниз.





## Откачивание из МС

## ОСТОРОЖНО!

Перед запуском и откачкой МС убедитесь, что соблюдены все условия, перечисленные во введении данной главы. Несоблюдение этого условия может привести к травме.

## ОСТОРОЖНО!

При использовании водорода в качестве газа-носителя не включайте подачу газа до тех пор, пока не выполнена откачка МС. Если вакуумные насосы выключены, в МС может произойти скопление водорода и возникнуть угроза взрыва. Перед эксплуатацией МС с использованием водорода в качестве газа-носителя прочтите раздел «Меры предосторожности при работе с водородом».



ВНИМАНИЕ!

#### Процедура

- 1 Для получения доступа к клапану напуска и платам привода КФМ анализатора снимите окно переднего анализатора и откройте его левую панель. См. «Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора» на стр. 68.
- 2 Частично закройте клапан напуска, повернув его по часовой стрелке.
- 3 Вставьте шнур питания в заземленную электрическую розетку.
- 4 Включите выключатель питания Triple Quad и подождите, пока на экране локальной панели управления не появится слово «Agilent».
- **5** Слегка нажмите на платы привода КФМ переднего и заднего анализаторов, чтобы обеспечить герметичность. Нажмите на металлическую коробку на плате привода КФМ.

Не нажимайте на защитную крышку нити накала при нажатии на панели анализатора. Эта крышка не выдерживает давление такого типа.

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

- 6 Запустите программное обеспечение MassHunter Data Acquisition. Если система Triple Quad была настроен для использования с ионными источниками ЭУ и XИ, появится подсказка об установленном в данный момент типе ионного источника. При необходимости выберите тип ионного источника – ЭУ или XИ.
- **7** Выберите значок **MS Tune** (Настройка MC) на панели **Instrument Control** (Управление прибором).
- 8 Перейдите на вкладку Manual Tune (Ручная настройка).
- 9 Перейдите на вкладку Vacuum Control (Управление вакуумом).
- 10 Нажмите кнопку Pumpdown (Откачка).
- 11 После установления связи с ПК нажмите кнопку ОК.

Elapsed Tin	ne: 4 secs		
	Actuals	Criteria	
Turbo 1 Speed	23.0	> 90	%
Turbo 1 Power	600.000		W
Rough Vac	2.00E+1		Tor
High Vac	2.10E+1		Tor
Source Heater	6	]	°C
MS1 Heater	7		"C
MS2 Heater	39		°C
Status	Pumping down		



## ВНИМАНИЕ!

В течение 10—15 минут скорость турбонасоса должна повыситься до 80% (Рис. 15). Скорость насоса должна в итоге достичь 95%. Если эти условия не выполнены, электронные компоненты МС отключат форвакуумный насос. Чтобы выйти из этого состояния, нужно выключить и повторно включить МС. Если откачка МС не выполняется должным образом, см. руководство или онлайн-справку для получения сведений об устранении попадания воздуха и других неисправностей вакуумной системы.

## ВНИМАНИЕ!

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

- **12** Если клапан напуска издает шипящий звук, уберите руки с боковых панелей и закройте клапан напуска.
- 13 Когда появится соответствующее сообщение, включите нагреватель интерфейса ГХ/МС и термостат ГХ. Нажмите кнопку **ОК**, когда это будет выполнено. Программное обеспечение включит нагреватели ионного источника и (квадрупольного) фильтра масс. Заданные значения температур хранятся в текущем файле автоматических настроек.
- 14 После появления сообщения Okay to run (Запуск возможен) подождите 2 часа, пока MC придет в состояние теплового равновесия. Данные, полученные до приведения MC в тепловое равновесие, могут оказаться невоспроизводимыми.
- 15 Настройте МС (см. раздел «Автоматическая настройка МС для режима ЭУ» на стр. 66 или «Выполнение автоматической настройки в режиме XИ» на стр. 100).

## Напуск в МС

ПО MassHunter Data Acquisition позволяет указать параметры метода МС для автоматизации и ускорения процесса напуска, если установлена прямая связь (DCOMM) с ГХ модели 7890В. Для использования этой возможности необходимо указать метод быстрого напуска. Для получения сведений о настройке метода быстрого напуска см. онлайн-справку ПО MassHunter Data Acquisition.

#### Процедура



- **1** Нажмите значок **MS Tune** (Настройка MC) на панели **Instrument Control** (Управление прибором).
- 2 Перейдите на вкладку Manual Tune (Ручная настройка).
- 3 Перейдите на вкладку Vacuum Control (Управление вакуумом).

## ОСТОРОЖНО!

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

4 Нажмите кнопку Vent (Напуск). Если система поддерживает DCOMM, MassHunter загрузит метод быстрого напуска для выключения термостата ГХ и нагревателей интерфейса, источника и КФМ, турбомолекулярного насоса и MC.

Если система не поддерживает протокол DCOMM или он отключен, необходимо выполнить следующие действия.

а Установите температуры нагревателя интерфейса ГХ/МС и термостата ГХ на температуру окружающей среды (комнатную).

ВНИМАНИЕ!

Перед отключением потока газа-носителя убедитесь, что термостат ГХ и интерфейс ГХ/МС остыли.

- **b** Выключите MC с помощью выключателя питания. (См. Рис. 1.)
- 5 Отсоедините кабель питания МС от сети.
# ОСТОРОЖНО!

Во время выполнения напуска в МС не устанавливайте ПО MassHunter в режим просмотра Instrument Control (Управление прибором). Это приведет к включению нагревателя интерфейса.

**6** Снимите крышку окна анализатора (см. раздел «Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора» на стр. 68).



Ручка клапана напуска

- Рис. 16 Ручка клапана напуска МС
  - 7 Поверните ручку клапана напуска (Рис. 16) против часовой стрелки *только* на 3/4 оборота или пока не услышите шипящий звук воздуха, поступающего в камеру анализатора.

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



Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

## 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

# Переключение от источника ХИ к источнику ЭУ

## Процедура

- **1** Выполните напуск в МС. См. раздел «Напуск в МС» на стр. 72. Программа предложит соответствующие действия.
- **2** Откройте левую боковую панель доступа. См. «Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора» на стр. 68.
- **3** Откройте камеру переднего анализатора. См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.
- 4 Снимите уплотнитель наконечника интерфейса XИ. См. «Установка уплотнения наконечника интерфейса XИ» на стр. 143.
- **5** Извлеките ионный источник ХИ. См. «Извлечение ионного источника ХИ» на стр. 130.
- **6** Установите ионный источник ЭУ. См. «Установка ионного источника ЭУ» на стр. 128.
- 7 Поместите ионный источник ХИ в коробку для хранения.

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

## ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды на компонентах анализатора проводятся на боковую плату, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества **прежде** чем открыть камеру анализатора. См. «Статическое электричество опасно для электронных компонентов MC» на стр. 17.

- 8 При необходимости запустите программу MassHunter Data Acquisition и выполните откачку MC (см. раздел «Откачивание из MC» на стр. 69).
- **9** Во время откачки для систем, настроенных для использования с источниками ЭУ и ХИ, пользователь должен указать источник в МС. Выберите источник ЭУ.
- **10** В зависимости от используемого источника ЭУ загрузите подходящий метод для стандартного или высокочувствительного источника ЭУ.

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

11 Нажмите значок MS Tune (Настройка MC) на панели Instrument Control (Управление прибором) для отображения диалогового окна GC-QQQ Tune (Настройка ГХ, тройной квадруполь) и перейдите на вкладку Autotune (Автоматическая настройка).

Метод выберет правильный источник ЭУ.

- 12 Поскольку ионный источник изменен, установите флажок Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию).
- 13 Для автоматической печати отчета о настройке установите флажок Print autotune report (Напечатать отчет об автоматической настройке).
- 14 Для запуска автоматической настойки нажмите кнопку Autotune (Автоматическая настройка). После завершения автоматической настройки будет напечатан отчет.
- 15 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, перейдите на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажмите кнопку Save (Сохранить), чтобы сохранить автоматические настройки.

## 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

# Транспортировка или хранение МС

#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

- 1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 72).
- 2 Снимите колонку и установите ферулу-заглушку и гайку интерфейса.
- **3** Отодвиньте MC от ГХ (см. Руководство по обслуживанию и устранению неполадок ГХ/MC Agilent Triple Quad cepuu 7000).
- 4 Отключите кабель нагревателя интерфейса ГХ/МС от ГХ.
- 5 Установите гайку интерфейса с ферулой-заглушкой.
- **6** Снимите окно переднего анализатора и откройте его боковую крышку (см. раздел «Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора» на стр. 68).
- **7** Вручную затяните винты боковых панелей обоих анализаторов. (См. раздел Рис. 17).

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

- 8 Подключите кабель питания МС к источнику электропитания.
- 9 Включите МС, чтобы создать низкий вакуум. Когда услышите шипящий звук насоса, закройте клапан напуска. Подождите 2–3 минуты.
- 10 Выключите МС.
- 11 Закройте крышку анализатора и верните на место окно переднего анализатора.
- 12 Отсоедините кабели ЛС, управления и питания.

Верхний винт переднего анализатора



#### Рис. 17 Винты боковой панели

Теперь MC можно убрать на хранение или транспортировать. Форвакуумный насос нельзя отключать; его необходимо перемещать вместе с MC. Убедитесь, что MC всегда сохраняет вертикальное положение, что его не укладывают на бок и не переворачивают.

# ВНИМАНИЕ!

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

## 3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)

# Установка температуры интерфейса из ГХ

Температуру интерфейса можно установить напрямую из ГХ. Для ГХ Agilent модели 7890А это обычно доп. температура №2. Дополнительную информацию см. в руководстве *Agilent 7890A GC Advanced User Guide* (Расширенное руководство пользователя ГХ Agilent модели 7890А).

# ВНИМАНИЕ! Не допускайте превышения максимальной температуры колонки.

# ВНИМАНИЕ!

Чтобы избежать повреждения колонки, убедитесь, что газ-носитель не перекрыт и колонка очищена от воздуха, прежде чем нагревать интерфейс ГХ/МС или термостат ГХ.

#### Процедура

- 1 Нажмите [**Aux Temp #**] (Доп. темп. №) и перейдите к температуре интерфейса. Нажмите [**Enter**] (Ввод).
- **2** Перейдите к пункту **Temperature** (Температура). Введите значение и нажмите [Enter] (Ввод).
- **3** Перейдите к пункту Initial time (Начальное время). Введите значение и нажмите [Enter] (Ввод).
- **4** Перейдите к пункту **Rate 1** (Скорость 1). Введите **0**, чтобы завершить работу программы, или положительное значение, чтобы создать программу температуры.

Для сохранения новых заданных значений для метода, сохраненного в ГХ, нажмите кнопку **ОК**. Также метод ГХ можно загрузить в рабочую станцию MassHunter Workstation, чтобы сохранить новые заданные значения, введенные на клавиатуре ГХ. При загрузке нового метода все заданные значения нового метода заменят текущие.

# Сохранение метода в ГХ

## Процедура

- 1 Нажмите [Method] (Метод) и выберите номер метода.
- 2 Нажмите [Store] (Сохранить) и [On/Yes] (Вкл./Да), чтобы сохранить новый метод под выбранным номером. Также можно нажать [Off/No] (Выкл./Нет), чтобы вернуться к списку сохраненных методов без сохранения метода.

Если метод с выбранным номером уже существует, отобразится соответствующее сообщение.

**3** Нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да), чтобы *заменить* существующий метод, или [**Off/No**] (Выкл./Нет), чтобы вернуться к списку сохраненных методов без сохранения метода.

3 Работа в режиме электронного удара (ЭУ)



ГХ/МС Triple Quad серии 7000 Руководство по эксплуатации

Δ

# Работа в режиме химической ионизации (ХИ)

Настройка МС для работы в режиме ХИ 82 Интерфейс ГХ/МС для ХИ 83 Управление МС в режиме ХИ 85 Давление высокого вакуума в режиме ХИ 86 Другие газы-реагенты 87 Автоматическая настройка ХИ 89 Модуль управления потоком ХИ 91 Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ 94 Управление модулем контроля потока газа-реагента 97 Установка потока газа-реагента 99 Выполнение автоматической настройки в режиме ХИ 100

В этой главе приведена информация и рекомендации по управлению системой ГХ/МС Triple Quad серии 7000 в режиме химической ионизации (ХИ). Большинство сведений из предыдущей главы также будут полезны.

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

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



# Настройка МС для работы в режиме ХИ

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

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

# Интерфейс ГХ/МС для ХИ

Интерфейс ГХ/МС для ХИ (Рис. 18) — это нагреваемый канал для капиллярной колонки, входящий в МС. Он закреплен на правой стороне камеры анализатора и оснащен защитной крышкой, которая должна быть установлена.

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

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

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

Этот интерфейс также может использоваться для управления ЭУ.

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

## См. также

«Установка капиллярной колонки в интерфейс ГХ/МС с помощью ферул из веспела».

## ВНИМАНИЕ!

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

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

# ОСТОРОЖНО!

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



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



# Управление МС в режиме ХИ

Управление ГХ/МС в режиме ХИ немного сложнее, чем управление в режиме ЭУ. После выполнения настройки, возможно, потребуется оптимизировать газовый поток, температуру источника (Таблица 10) и энергию электронов специально в соответствии с определенным анализируемым веществом.

	Ионный источник	Передний анализатор	Задний анализатор	Интерфейс ГХ/МС
ПХИ	300°C	150°C	150°C	280°C
ОХИ	150°C	150°C	150°C	280°C

Таблица 10 Температура для работы в режиме ХИ

## Запуск системы в режиме ХИ

Запуск системы можно начать в режиме ПХИ или ОХИ. В зависимости от задачи во время запуска системы используйте следующую скорость потока газа-реагента:

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

## Давление высокого вакуума в режиме ХИ

Наибольшее влияние на рабочее давление в режиме XИ оказывают потоки газа-носителя и газа коллизионной ячейки. Таблица 11 содержит данные о типичном давлении для различных значений потоков газов-реагентов в зависимости от скорости потока газа коллизионной ячейки. Ознакомьтесь с измерениями в системе в эксплуатационных режимах и понаблюдайте за *изменениями*, которые могут указывать на проблемы с вакуумом или потоком газа. Измерения отличаются примерно на 30% для различных MC.

#### Вакуум анализатора с потоком газа-реагента

Обратите внимание, что контроллер массового расхода (КМР) откалиброван для метана, а вакуумметр — для азота, поэтому данные значения являются неточными, но могут использоваться в качестве ориентира (Таблица 11). Они были получены в следующих условиях. Обратите внимание, что это типичные температуры ПХИ:

Температура источника Температура переднего КФМ Температура заднего КФМ Температура интерфейса Поток газа-носителя гелия 300°C 150°C 150°C 280°C—320°C 1 мл/мин

Таблица 11 Типичный вакуум анализатора с потоком газа-реагента

	Поток газа ко. ві N <sub>2</sub> = 1	плизионной ячейки ключен ,5, He = 2,25	Поток газа коллизионной ячейки выключен		
KMP (%)	Низкий вак.	Высокий вак.	Низкий вак.	Высокий вак.	
10	1,77 × 10 <sup>-1</sup>	7,15 × 10 <sup>−5</sup>	1,33 × 10 <sup>-1</sup>	2,56 × 10 <sup>-6</sup>	
15	1,86 × 10 <sup>-1</sup>	7,19 × 10 <sup>-5</sup>	1,43 × 10 <sup>-1</sup>	3,00 × 10 <sup>-6</sup>	
20	1,94 × 10 <sup>-1</sup>	7,23 × 10 <sup>−5</sup>	1,53 × 10 <sup>-1</sup>	3,45 × 10 <sup>-6</sup>	
25	2,02 × 10 <sup>-1</sup>	7,27 × 10 <sup>−5</sup>	1,63 × 10 <sup>-1</sup>	3,86 × 10 <sup>-6</sup>	
30	2,10 × 10 <sup>-1</sup>	7,31 × 10 <sup>−5</sup>	1,71 × 10 <sup>-1</sup>	4,30 × 10 <sup>-6</sup>	
35	2,18 × 10 <sup>-1</sup>	7,39 × 10 <sup>−5</sup>	1,80 × 10 <sup>-1</sup>	4,76 × 10 <sup>-6</sup>	
40	2,25 × 10 <sup>-1</sup>	7,43 × 10 <sup>−5</sup>	1,88 × 10 <sup>-1</sup>	5,18 × 10 <sup>-6</sup>	

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

# Другие газы-реагенты

В этой главе приведено описание использования изобутана или аммиака в качестве газов-реагентов. Перед применением других газов-реагентов требуется ознакомиться с работой ГХ/МС Triple Quad серии 7000, оснащенного системой ХИ, в котором в качестве газа-реагента используется метан.

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

Замена газа-реагента с метана на другой газ, например изобутан или аммиак, меняет химию процесса ионизации и образует другие ионы на выходе. Общее описание основных реакций химической ионизации приведено в *Руководстве по концепциям ГХ/MC Agilent Triple Quadrupole серии 7000*. При отсутствии опыта в химической ионизации рекомендуется ознакомиться с этой информацией перед тем, как продолжить.

# ХИ с изобутаном

Для химической ионизации обычно используется изобутан (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>), если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация. Это вызвано тем, что сродство к протону у изобутана выше, чем сродство к протону у метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

Присоединение и перенос протона представляют собой механизмы ионизации, в которых наиболее часто используют изобутан. Сама проба влияет на то, какой механизм является доминирующим.

## ХИ с аммиаком

Для химической ионизации обычно используется аммиак (NH<sub>3</sub>), если в спектре химической ионизации желательна меньшая фрагментация. Это вызвано тем, что сродство к протону аммиака выше, чем сродство к протону метана и, следовательно, в реакции ионизации передается меньшее количество энергии.

	Поскольку многие интересующие исследователей вещества имеют недостаточное сродство к протону, спектры химической ионизации аммиака часто возникают при добавлении $\rm NH_4^+$ , и кроме того, в некоторых случаях от последующей потери воды. Спектры реагент-ионов аммиака имеют основные пики при $m/z$ 18, 35 и 52, соответствующие $\rm NH_4^+$ , $\rm NH_4(\rm NH_3)^+$ и $\rm NH_4(\rm NH_3)_2^+$ .
внимание!	Использование аммиака влияет на требования к обслуживанию МС. Дополнительные сведения см. в главе Глава 5, «Общее обслуживание».
внимание!	Давление подачи аммиака должно быть меньше, чем 5 psig. Более высокие давления могут привести к сжатию аммиака и переход из газообразного состояния в жидкое.
	Всегда держите резервуар с аммиаком в вертикальном положении ниже уровня модуля потока. Смотайте трубку подачи аммиака в несколько вертикальных петель и оберните ее вокруг канистры или бутылки. Это поможет удержать жидкий аммиак за пределами модуля потока.
	Аммиак имеет тенденцию разрушать жидкости вакуумного насоса и уплотнители. ХИ аммиака вызывает необходимость более часто выполнять обслуживание вакуумной системы. (См. руководство по обслуживанию и устранению неполадок ГХ/MC Triple Quad серии 7000.)
внимание!	При использовании аммиака более 5 часов в день необходимо выполнять балластировку (продувание воздухом) форвакуумного насоса как минимум 1 час в день, чтобы свести к минимуму повреждения уплотнителей насоса. После использования аммиака всегда продувайте МС метаном.
	В канестре газа-реагента ХИ насто используют смесь 5% аммиака и 95%

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

# ХИ с диоксидом углерода

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

# Автоматическая настройка ХИ

Завершив регулировку потока газа-реагента, необходимо выполнить настройку линз и электронных компонентов MC (Таблица 12). В качестве калибрующего вещества используется перфтор-5,8-диметил-3,6,9-триоксидодекан (ПФДТД). Вместо полного заполнения камеры калибрующим веществом подайте ПФДТД напрямую в ионизационную камеру через интерфейс ГХ/МС с помощью модуля управления потоком газа.

# ВНИМАНИЕ!

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

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

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

# ВНИМАНИЕ!

Перед переключением из режима ЭУ в режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МС в режиме электронного удара (ЭУ).

#### Таблица 12 Параметры настройки ХИ по умолчанию

Параметр	иетр Метан		Изобутан		Аммиак		ЭУ
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная	Н/Д
Эмиссия	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	150 мкА	50 мкА	35 мкА
Энергия электронов	150 эВ	70 эВ					

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

Параметр	р Метан		Изоб	<b>ўутан</b>	Аммиак		эу
Нить накала	1	1	1	1	1	1	1 или 2
Отражатель	3 B	3 B	3 B	3 B	3 B	3 B	30 B
Ионный фокус	130 B	130 B	130 B	130 B	130 B	130 B	90 B
Смещение входной линзы	20 B	20 B	20 B	20 B	20 B	20 B	25 B
ЭУм вольт	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Стопорный клапан	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Открыт	Закрыт
Выбор типа газа	А	А	В	В	В	В	Нет
Предполагае мый поток	20%	40%	20%	40%	20%	40%	Н/Д
Температура источника	250°C	150°C	250°C	150°C	250°C	150°C	230°C
Темп. переднего КФМ	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
Темп. заднего КФМ	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
Температура интерфейса	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C
Автоматичес кая настройка	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Да

Таблица 12 Параметры настройки ХИ по умолчанию (продолжение)

Н/Д Не доступно

# Модуль управления потоком ХИ

Модуль управления потоком газа-реагента XИ (Рис. 19 и Таблица 13) регулирует подачу газа-реагента в интерфейс ГХ/МС для XИ. Этот модуль состоит из контроллера массового расхода (КМР), газовых клапанов, калибровочного клапана XИ, стопорного клапана, управляющего электронного компонента и трубок.

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

Стопорный клапан защищает модуль управления газовым потоком от попадания воздуха при напуске в МС или от попадания ПФТБА при работе в режиме ЭУ. На мониторах МС значение **On** (Вкл.) будет отображено как **1**, а значение **Off** (Выкл.) – как **0** (см. Таблица 13).



Рис. 19 Схема модуля управления потоком газа-реагента

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

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

Таблица 13 Диаграмма состояния модуля управления потоком

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

# Переключение от источника ЭУ к источнику ХИ

## ВНИМАНИЕ!

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

## Процедура

- 1 Выполните напуск в МС. См. раздел «Напуск в МС» на стр. 72.
- **2** Откройте камеру переднего анализатора. См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.
- **3** Извлеките ионный источник ЭУ. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 116.

## ВНИМАНИЕ!

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

- 4 Установите ионный источник ХИ. См. «Установка ионного источника ХИ» на стр. 141.
- **5** Вставьте уплотнитель наконечника интерфейса. См. «Установка уплотнения наконечника интерфейса XИ» на стр. 143.
- 6 Закройте анализатор.
- 7 Выполните откачку МС. См. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69. Во время откачки в системах, настроенных для использования с источниками ЭУ и ХИ, пользователь должен указать источник в МС. Выберите источник ХИ.
- **8** В зависимости от используемого источника XИ выберите подходящий метод ПХИ или ОХИ.
- 9 Нажмите значок MS Tune (Настройка MC) на панели Instrument Control (Управление прибором) для отображения диалогового окна GC-QQQ Tune (Настройка ГХ, тройной квадруполь) и перейдите на вкладку Autotune (Автоматическая настройка).

Метод выберет правильные источник ПХИ или ОХИ и настройки газа-реагента.

- 10 Поскольку ионный источник изменен, установите флажок Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию).
- 11 Для автоматической печати отчета о настройке установите флажок Print autotune report (Напечатать отчет об автоматической настройке).
- 12 Для запуска автоматической настойки нажмите кнопку Autotune (Автоматическая настройка). После завершения автоматической настройки будет напечатан отчет.
- 13 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, перейдите на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажмите кнопку Save (Сохранить), чтобы сохранить автоматические настройки.

Газ-реагент	Με	етан	Ами	миак
Полярность ионов	Положительная	Отрицательная	Положительная	Отрицательная
Заданное значение интенсивности	1x10 <sup>6</sup>	1x10 <sup>6</sup>	Н/Д	1x10 <sup>6</sup>
Заданная ширина пика	0,7	0,7	Н/Д	0,7
Максимальный показатель отражателя	4	4	Н/Д	4
Максимальный ток эмиссии, мкА	240	50	Н/Д	50
Максимальная энергия электронов, эВ	240	240	Н/Д	240

Таблица 14 Пределы управления настройкой по умолчанию, используются только для автоматической настройки ХИ

#### Примечания Таблица 14:

- Н/Д Не доступно.
- Заданное значение интенсивности Настраивается ниже или выше для получения нужной интенсивности сигнала. Более высокая интенсивность сигнала вызывает более высокий уровень интенсивности шума. Настройка для сбора данных осуществляется путем установки потенциала напряжения электронного умножителя в методе.
- Заданная ширина пика Высокое значение дает более высокую чувствительность, низкое значение дает лучшее расщепление.
- Максимальный ток эмиссии Это очень сложный показатель для ОХИ, который должен подбираться опытным путем. Например, оптимальный показатель тока эмиссии для пестицидов может составлять 200 мкА.

# Управление модулем контроля потока газа-реагента

## Процедура

1 На панели Instrument Control (Управление прибором) выберите значок MS Tune (Настройки MC) для отображения диалогового окна GC-QQQ Tune (Настройка ГХ, тройной квадруполь). Для отображения параметров ионного источника выберите вкладку Manual Tune (Ручная настройка), затем вкладку Ion Source (Ионный источник).



Рис. 20 Управление потоком в режиме ХИ

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

2 Для управления потоком газа-реагента используйте параметры в области **CI Reagent Gas Control** (Управление газом-реагентом в режиме XИ).

СІ Gas A (Газ А в режиме XИ) — выбор метана в качестве газа-реагента.

**СІ Gas В** (Газ В в режиме ХИ) — выбор газа, подключенного к каналу ввода В контроллера потока газа, в качестве газа-реагента.

**Cl Gas Flow** (Поток газа в режиме ХИ) — ввод процента максимального объемного потока для выбранного газа-реагента. Действительный %, прошедший через контроллер потока, отображается рядом с этой записью. Для ПХИ хорошим значением является 20%, для ОХИ – 40%.

Кнопка **Set** (Установка) — открывает клапан подачи выбранного газа-реагента и управляет потоком этого газа до достижения введенного заданного значения.

Кнопка Off (Выкл.) – отключает поток газа-реагента.

Кнопка **Purge** (Продувка) – открывает клапан выбранного газа-реагента на 6 минут для очистки системы от нежелательных соединений.

Кнопка **Pumpout** (Откачка) — закрывает клапаны обоих газов-реагентов на 4 минуты и откачивает газы-реагенты из системы. По истечении времени откачки открывается клапан выбранного газа-реагента.

# Установка потока газа-реагента

## ВНИМАНИЕ!

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

## ВНИМАНИЕ!

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

#### Процедура

- 1 На панели Instrument Control (Управление прибором) выберите значок MS Tune (Настройки MC) для отображения диалогового окна GC-QQQ Tune (Настройка ГХ, тройной квадруполь). Для отображения параметров ионного источника выберите вкладку Manual Tune (Ручная настройка), затем вкладку Ion Source (Ионный источник).
- 2 В области CI Reagent Gas Control (Управление газом-реагентом в режиме XИ) выберите CI Gas A (Газ A в режиме XИ), если вы используете в качестве газа-реагента метан, или CI Gas B (Газ В в режиме XИ), чтобы использовать в качестве газа-реагента газ, подключенный к каналу ввода В контроллера потока газа.
- **3** Введите в поле **CI Gas Flow** (Поток газа в режиме XИ) заданное значение потока газа-реагента. Значение должно быть в процентном отношении от максимальной скорости потока. Рекомендованное значение потока составляет 20% для источника ПХИ и 40% для ОХИ.
- 4 Нажмите кнопку Set (Установка). Отобразится сообщение Flow Set (Установка потока).

Газ-реагент поступает в ионный источник со скоростью, которая отображается рядом с заданным значением.

**5** Чтобы сохранить изменения в текущем загруженном файле настроек, перейдите на вкладку Files and Reports (Файлы и отчеты), затем нажмите кнопку Save (Сохранить).

# Выполнение автоматической настройки в режиме ХИ

# ВНИМАНИЕ!

Перед переключением из режима ЭУ в режим ХИ всегда проверяйте правильность работы МС в режиме электронного удара (ЭУ).

## Процедура

## ВНИМАНИЕ!

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

- 1 Сначала убедитесь, что МС правильно работает в режиме ЭУ.
- 2 Нажмите значок MS Tune (Настройка MC) на панели Instrument Control (Управление прибором) для отображения диалогового окна GC-QQQ Типе (Настройка ГХ, тройной квадруполь).
- 3 При необходимости загрузите новый файл настроек. Для этого нужно перейти на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажать кнопку Load (Загрузить) в области Tune File (Файл настроек). Выберите файл настроек и нажмите кнопку OK.

Файл настроек должен соответствовать типу ионного источника в анализаторе. При использовании ионного источника XИ выберите файл настроек, созданный для источника XИ с образованием положительных или отрицательных ионов.

- 4 Перейдите на вкладку Autotune (Автоматическая настройка) и выберите PCI source (Источник ПХИ), чтобы использовать положительный источник ПХИ, или NCI source (Источник ОХИ), чтобы использовать отрицательный источник XИ.
- 5 Выберите Methane (Метан), если в качестве газа-реагента используется метан, или Ammonia (Аммиак), если в качестве газ-реагента используется газ, подключенный к каналу ввода В контроллера потока газа.

- 6 Если нужны файл журнала и связанные файлы данных, перейдите на вкладку Files and Reports (Файлы и отчеты) и в разделе Log Files (Файлы журнала) нажмите кнопку Browse (Обзор), чтобы создать папку и файлы для журналов. Установите флажки на нужных файлах данных и журналов.
- 7 Перейдите на вкладку Manual Tune (Ручная настройка), а затем выберите вкладку lon source (Ионный источник). В разделе Cl Reagent Gas (Газ-реагент в режиме XИ) выберите в качестве газа-реагента Cl Gas A (Газ A в режиме XИ) или Cl Gas B (Газ B в режиме XИ) и в поле Cl Gas Flow (Поток газа в режиме XИ) введите значение 20% для источника ПХИ или 40% для источника ОХИ. Перейдите на вкладку Autotune (Автоматическая настройка) для возврата к автоматической настройке.
- 8 При перезапуске системы после напуска, крупномасштабного техобслуживания или прекращения подачи питания установите флажок Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию). В случае снятия флажка Tune from default settings (Настроить согласно параметрам по умолчанию) в процессе автоматической настройки будут использованы предыдущие значения настроек.
- 9 Чтобы сохранить новые параметры настройки после автоматической настройки, установите флажок Save tune file when done (Сохранить файл настроек после завершения). Если нужно просмотреть отчет об автоматической настройке перед сохранением новых параметров настройки, не устанавливайте этот флажок.
- 10 Для автоматической печати отчета о настройке установите флажок Print autotune report (Напечатать отчет об автоматической настройке).
- 11 Для запуска автоматической настойки нажмите кнопку Autotune (Автоматическая настройка). В строке Status (Состояние) показан текущий этап процесса автоматической настройки. Построение для настроенного на данном этапе параметра отображается на верхнем графике. После завершения автоматической настройки будет напечатан отчет (если установлен соответствующий флажок).

Чтобы остановить автоматическую настройку до того, как завершен подбор ее параметров, нажмите кнопку **Abort Autotune** (Отменить автоматическую настройку). Используются параметры последней успешной автоматической настройки.

12 Просмотрите отчет о настройке. Если результаты приемлемы, но не установлен флажок Save tune file when done (Сохранить файл настроек после завершения), перейдите на вкладку Files and Report (Файлы и отчеты) и нажмите кнопку Save (Сохранить), чтобы сохранить автоматические настройки.



Agilent 7000 ГХ/MC Triple Quad Руководство по эксплуатации

# Общее обслуживание

Перед началом обслуживания 104 Обслуживание вакуумной системы 110 Обслуживание анализатора 111 Открытие камеры переднего анализатора 113 Извлечение ионного источника ЭУ 116 Разборка ионного источника ЭУ 119 Очистка ионного источника ЭУ 122 Сборка ионного источника ЭУ 125 Установка ионного источника ЭУ 128 Извлечение ионного источника ХИ 130 Разборка ионного источника ХИ 133 Очистка ионного источника ХИ 136 Сборка ионного источника ХИ 138 Установка ионного источника ХИ 141 Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ 143 Удаление нити накала 145 Установка нити накала 147 Подсоединение проводов ионного источника к боковой панели 148 Закрытие камеры переднего анализатора 152 Снятие задней левой крышки для получения доступа к камере заднего анализатора 153 Открытие камеры заднего анализатора 155 Замена рожка для электронного умножителя 158 Закрытие камеры заднего анализатора 162



## 5 Общее обслуживание

# Перед началом обслуживания

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

## Запланированное обслуживание

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

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

Задача	Каждую неделю	Каждые 6 месяцев	Каждый год	При необходимости
настройка МС				Х
Проверка уровня масла в форвакуумном насосе	Х			
Проверка калибровочных виал		Х		
Замена масла в форвакуумном насосе*		Х		
Проверка форвакуумного насоса				Х
Очистка ионного источника				Х
Проверка ловушек газа-носителя на ГХ и МС				Х
Замена изношенных частей				Х
Смазка боковой панели или кольцевых уплотнителей клапана напуска <sup>†</sup>				Х
Замена газовых расходных материалов ГХ				Х

#### Таблица 15 График обслуживания

\* Или при необходимости.

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

## Инструменты, запасные части и расходные материалы

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

#### Меры предосторожности при работе с высоким напряжением

Когда МС подключен к источнику питания, даже если питание выключено, под опасным напряжением (120 В или 200–240 В переменного тока) находятся электропроводка и предохранители между местом входа кабеля питания в прибор и выключателем питания.

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

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

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

## **ОСТОРОЖНО!**

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

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

## 5 Общее обслуживание

## Опасная температура

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

- Интерфейс ГХ/МС
- Компоненты анализатора
- Вакуумные насосы

ОСТОРОЖНО! Выключения МС подождите, пока эти компоненты не остынут. После остывания к ним можно будет прикасаться.

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

# **ОСТОРОЖНО!**

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

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

## Химический остаток

Только небольшая часть образца ионизируется ионным источником. Большая часть любых проб проходит через ионный источник без ионизации. Ее удаляют с помощью вакуумной системы. В результате этого, отработанные газы из форвакуумного насоса будут содержать следы газа носителя и проб. Отработанные газы из стандартного форвакуумного насоса также содержат мелкие капли масла из форвакуумного насоса. Стандартный форвакуумный насос оснащен ловушкой для масла. Эта ловушка задерживает *толъко* маленькие капли насосного масла. Она *не* задерживает другие химические вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются токсичные химические вещества, не используйте эту ловушку для масла. Установите гибкий шланг, чтобы отработанные газы выходили из форвакуумных насосов за пределы помещения на открытый воздух или в вытяжное устройство с выпуском в атмосферу. Для этого потребуется снять ловушку для масла. Убедитесь, что выполняемые действия не нарушают местные правила по защите воздуха.

## **ОСТОРОЖНО!**

Масляная ловушка, поставляемая со стандартным форвакуумным насосом, останавливает только масло данного насоса. Она не улавливает и не отфильтровывает токсичные вещества. Если используются ядовитые растворители или анализируются токсичные химические вещества, не используйте эту ловушку для масла.

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

# ОСТОРОЖНО!

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

## Очистка ионного источника

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

# ОСТОРОЖНО!

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

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

#### 5 Общее обслуживание

#### Аммиак

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

После использования аммиака всегда продувайте МС метаном.

Убедитесь, что резервуар с аммиаком установлен находится в вертикальном положении. Это предотвратит попадание жидкого аммиака в модуль потока газа.

## Статическое электричество

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

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

Используйте дополнительные средства защиты, например заземленный антистатический коврик, если требуется работать с компонентами или блоками, которые были извлечены из МС, в том числе с анализаторами.
# ВНИМАНИЕ!

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

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

# Обслуживание вакуумной системы

#### Периодическое обслуживание

Как указано в Таблица 15 на стр. 104, некоторые задачи по обслуживанию вакуумной системы должны выполняться периодически. Они включают следующее:

- Проверка жидкости форвакуумного насоса (каждую неделю)
- Проверка калибровочных виал (каждые 6 месяцев)
- Замена масла в форвакуумном насосе (каждые 6 месяцев или при необходимости)
- Затягивание винтов масляного контейнера форвакуумного насоса (первая замена масла после установки)
- Замена форвакуумного насоса (как правило, раз в 3 года)

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

#### Другие процедуры

Такие задачи, как замена ионного вакуумметра, следует выполнять только по мере необходимости. Для получения сведений о признаках, указывающих на необходимость обслуживания, см. *Руководство по обслуживанию и устранению неполадок ГХ/МС Agilent Triple Quad серии 7000* и онлайн-справку к ПО рабочей станции MassHunter WorkStation.

#### Дополнительная информация

Если требуется дополнительная информация о местонахождении или функциях компонентов вакуумной системы, см. *Руководство по* обслуживанию и устранению неполадок ГХ/MC Agilent Triple Quad серии 7000.

Большинство процедур, описанных в этой главе, показаны в видеороликах, содержащихся на DVD-дисках Agilent GC/MS Hardware User Information & Instrument Utilities (Программы и документация пользователя оборудования ГХ/МС и ГХ Agilent) и 7000 Series GC/ MS User Information (Документация пользователя ГХ/МС серии 7000).

### Обслуживание анализатора

#### Планирование

Для компонентов анализатора не требуется периодическое обслуживание. Однако необходимо выполнять некоторые действия, если на их необходимость указывают некоторые признаки в работе MC. Они включают следующее:

- Очистка ионных источников
- Замена нитей накала
- Замена рожка для электронного умножителя

В *Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок ГХ/МС Agilent Triple Quad cepuu 7000* содержится информация о признаках, указывающих на необходимость обслуживания анализатора. В онлайн-справке к ПО рабочей станции MassHunter Workstation содержится более обширная информация по устранению неполадок.

#### Меры предосторожности

#### Чистота

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

#### ВНИМАНИЕ!

Неправильно выполненное обслуживание анализатора может привести к загрязнению MC.

#### ОСТОРОЖНО!

Анализаторы работают при высокой температуре. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.

#### Статическое электричество

Провода, контакты и кабели, подключенные к компонентам анализатора, могут проводить статическое электричество (СЭ) к платам электронных компонентов, с которыми они соединены. Это особенно относится к проводам квадрупольного фильтра масс (КФМ) и коллизионной ячейки, которые могут провести статическое электричество к чувствительной плате привода КФМ. СЭ не может сразу вызвать неисправность, однако, оно постепенно ухудшает работу и стабильность МСД. Для получения дополнительной информации см. «Статическое электричество» на стр. 108.

#### ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды, поступающие на компоненты анализатора, проводятся на плату привода КФМ, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет (см. раздел «Статическое электричество» на стр. 108) и примите другие меры для защиты от статического электричества, прежде чем открывать камеры анализатора.

#### Компоненты анализатора, которые не следует трогать

Квадрупольным фильтрам масс (КФМ) и коллизионной ячейке не требуется периодическое обслуживание. В большинстве случаев КФМ не следует трогать. В случае чрезмерного загрязнения их можно очистить, но такую процедуру должен выполнять обученный представитель сервисной службы Agilent Technologies. Не трогайте керамический изолятор высокоэнергетического динода (ВЭД).

# ВНИМАНИЕ!

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

#### Дополнительная информация

Если требуется дополнительная информация о местонахождении или функциях компонентов анализатора, см. *Руководство по обслуживанию* и устранению неполадок ГХ/MC Agilent Triple Quad cepuu 7000.

# Открытие камеры переднего анализатора



Камеру переднего анализатора можно открывать только для очистки или замены ионного источника либо замены нити накала.

#### Необходимые материалы

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

# ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды, поступающие на компоненты анализатора, проводятся на плату привода КФМ, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества (см. раздел «Статическое электричество» на стр. 108), прежде чем открывать камеру анализатора.

#### Процедура

- 1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 54).
- 2 Откройте левую боковую панель. (См. «Открывание левой боковой панели для получения доступа к камерам анализатора» на стр. 68.)

ОСТОРОЖНО!

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

#### ВНИМАНИЕ!

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

**3** Ослабьте винты боковой панели переднего анализатора (Рис. 21), если они затянуты.

Нижний винт боковой панели переднего анализатора должен быть ослаблен при стандартной эксплуатации. Его затягивают только при транспортировке. Верхний винт передней боковой панели должен быть затянут только при работе в режиме XИ, а также при использовании водорода, огнеопасного или токсичного газа-носителя.

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

4 Осторожно снимите боковую панель.



Рис. 21 Камера переднего анализатора

# Извлечение ионного источника ЭУ



#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 72).

#### ОСТОРОЖНО!

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

# ВНИМАНИЕ! При работе с любыми компонентами внутри камеры анализатора пользуйтесь чистыми перчатками во избежание загрязнения камеры. 2 Откройте камеру переднего анализатора. (См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.) ВНИМАНИЕ! Прежде чем прикоснуться к компонентам анализатора, наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества.

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

**3** Отсоедините провода от ионного источника. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (Рис. 22 и Таблица 16).

**4** Проследите, как идут провода нагревателя ионного источника и температурного датчика к сквозной панели. Отсоедините их от панели (Рис. 22).

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос	
		Экстрактор	Вставная сборка
Синий	Входная линза	1	1
Оранжевый	Ионный фокус	1	1
Коричневый	Линза экстрактора	1	н/д
Белый	Нить накала 1 (верхняя нить)	2	2
Красный	Отражатель	1	1
Черный	Нить накала 2 (нижняя нить)	2	2
Белый с шариковой изоляцией	Сквозная панель (снизу, слева)	2	2
Белый	Сквозная панель (снизу, посредине)	2	2

Таблица 16	Провода	ионного	источника	ЭУ
------------	---------	---------	-----------	----

- 5 Открутите винты, удерживающие ионный источник.
- 6 Извлеките ионный источник из радиатора.



Рис. 22 Извлечение ионного источника ЭУ

# Разборка ионного источника ЭУ



#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

- 1 Извлеките ионный источник. См. «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 116.
- 2 Извлеките нити накала. См. «Удаление нити накала» на стр. 145.
- **3** Отсоедините блок нагревателя источника от корпуса источника, для этого открутите два винта. Блок нагревателя источника состоит из нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним. (См. Рис. 23.)
- 4 Разберите блок отражателя, для этого открутите его гайку, шайбы, керамические изоляторы и сам отражатель. (См. Рис. 23.)
- **5** Открутите разъем интерфейса от корпуса источника. Для откручивания разъема интерфейса подходит гаечный ключ 10 мм с открытым концом.
- **6** Открутите стопорный винт, фиксирующий линзы на корпусе источника.
- 7 Вытащите линзы из корпуса источника и отделите изолятор линзы, линзу ионного фокуса, линзу экстрактора, изолятор линзы экстрактора и входную линзу. (См. Рис. 23.)



Рис. 23 Разборка ионного источника ЭУ

Таблица 17	Список компонентов ионного истолника ЭУ (Рис. 23)
таолица т/	Список компонентов ионного источника 33 (Рис. 23)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорные винты
2	Винты
3	Корпус источника
4	Линза экстрактора

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

# Таблица 17 Список компонентов ионного источника ЭУ (Рис. 23) (продолжение)

# Очистка ионного источника ЭУ



#### Необходимые материалы

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

#### Подготовка

- 1 Разберите ионный источник. См. «Разборка ионного источника ЭУ» на стр. 119.
- **2** При очистке ионного источника ЭУ соберите следующие компоненты для очистки. (Рис. 24)
  - Отражатель
  - Корпус источника
  - Линза экстрактора
  - Линза ионного фокуса
  - Входная линза

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

# ВНИМАНИЕ!

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



Рис. 24 Компоненты источника ЭУ, которые нужно очистить

# ВНИМАНИЕ!

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

- **3** При серьезном загрязнении, например, обратный поток масла в анализатор, необходимо рассмотреть возможность замены загрязненных компонентов.
- **4** Выполните абразивную очистку поверхностей, контактирующих с пробой или ионным пучком.

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

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

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

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

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

- **7** Выполните ультразвуковую очистку компонентов (для каждой группы отдельно) в течение 15 минут в каждом из следующих растворителей:
  - Хлористый метилен (чистый для анализа);
  - Ацетон (чистый для анализа);
  - Метиловый спирт (чистый для анализа).

ОСТОРОЖНО!

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

- 8 Поместите компоненты в чистый химический стакан. Накройте химический стакан чистой алюминиевой фольгой *с зазором* (матовой поверхностью вниз).
- **9** Высушите очищенные компоненты в термокамере при температуре 100 °C в течение 5–6 минут.

# Сборка ионного источника ЭУ

Необходимые материалы

	• Перчатки, чистые, безворсовые:
	• Большие (8650-0030);
	• Маленькие (8650-0029);
	• Гаечный ключ-шестигранник, 1,5 мм (8710-1570)
	• Гаечный ключ-шестигранник, 2,0 мм (8710-1804)
	• Гаечный ключ с открытым концом, 10 мм (8710-2353)
	Процедура
ВНИМАНИЕ!	При работе с любыми компонентами внутри камеры анализатора пользуйтесь чистыми перчатками во избежание загрязнения камеры.
	1 Соберите линзу ионного фокуса, входную линзу и изолятор линзы (Рис. 25).
	<b>2</b> Присоедините изолятор к линзе экстрактора и поместите их в корпус источника (Рис. 25).
	3 Вставьте собранные на этапе 1 компоненты в корпус источника.
	4 Закрутите стопорный винт, удерживающий линзу на месте.
ВНИМАНИЕ!	Не затягивайте разъем интерфейса слишком сильно. Чрезмерное затягивание может привести к тому, что резьба войдет в интерфейс.
	5 Вставьте разъем интерфейса.
ВНИМАНИЕ!	Не затягивайте гайку отражателя слишком сильно, иначе керамические изоляторы отражателя могут треснуть при нагреве источника. Закручивайте гайку только вручную.
	6 Соберите блок отражателя, прикрепив отражатель, изоляторы, шайбы и гайку к блоку нагревателя источника.
	<b>7</b> Прикрепите блок отражателя к корпусу источника с помощью двух винтов и шайб.
	8 Установите нити накала. См. «Установка нити накала» на стр. 147.



Рис. 25 Сборка ионного источника ЭУ

Таблица 18 Список компонентов ионного источника ЭУ (Рис. 25)

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

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

# Таблица 18 Список компонентов ионного источника ЭУ (Рис. 25) (продолжение)

# Установка ионного источника ЭУ



#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

# ВНИМАНИЕ!

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

- 1 Вставьте ионный источник в радиатор источника (Рис. 26).
- 2 Соедините провода ионного источника, как показано на «Подсоединение проводов ионного источника к боковой панели» на стр. 148.
- **3** Установите и вручную затяните винты источника. Не затягивайте винты слишком сильно.
- **4** Закройте камеру переднего анализатора. См. «Закрытие камеры переднего анализатора» на стр. 152.
- 5 Выполните откачку МС (см. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69).
- **6** Настройте MC (см. раздел «Автоматическая настройка MC для режима ЭУ» на стр. 66).



Нагреватель источника и провода датчика температуры

Радиатор источника

Рис. 26 Установка ионного источника ЭУ

# Извлечение ионного источника ХИ



#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 72).

ОСТОРОЖНО! Анализаторы, интерфейс ГХ/МС и другие компоненты камер анализаторов работают при очень высоких температурах. Не прикасайтесь к ним, если нет уверенности, что они холодные.

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

**2** Откройте камеру переднего анализатора. (См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.)

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

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

- **3** Отсоедините провода от ионного источника. Не сгибайте провода больше, чем необходимо (Таблица 19, Рис. 36).
- **4** Проследите, как идут провода нагревателя ионного источника и температурного датчика к сквозной панели. Отсоедините их от панели (Рис. 34).

Цвет провода	Соединяет с	Количество полос
Синий	Входная линза	1
Оранжевый	Ионный фокус	1
Белый	Нить накала 1 (верхняя нить)	2
Красный	Отражатель	1
Черный	Нить накала 2 (нижняя нить)	2
Белый с шариковой изоляцией	Сквозная панель (снизу, слева)	2
Белый	Сквозная панель (снизу, посредине)	2
Коричневый	Не используется	н/д

Таблица 19 Провода ионного источника ХИ

- 5 Открутите винты, удерживающие ионный источник.
- 6 Извлеките ионный источник из радиатора.

#### СП = сквозная панель



Рис. 27 Разводка проводов ионного источника ХИ

# Разборка ионного источника ХИ

#### Необходимые материалы

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

#### Процедура

- 1 Извлеките ионный источник XИ. См. «Извлечение ионного источника XИ» на стр. 130.
- 2 Извлеките нити накала. См. «Удаление нити накала» на стр. 145.
- **3** Отделите блок нагревателя источника от корпуса источника. Блок нагревателя источника состоит из нагревателя источника, отражателя и соответствующих компонентов к ним. (См. Рис. 28.)
- 4 Разберите блок отражателя, для этого открутите керамические изоляторы от отражателя. (См. Рис. 28.)
- 5 Открутите стопорный винт, фиксирующий линзы на корпусе источника.
- **6** Вытащите линзы из корпуса источника и отделите изолятор линзы, линзу ионного фокуса, вставной цилиндр, вставную линзу и входную линзу. (См. Рис. 28.)





#### Таблица 20 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 28)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорный винт
2	Винт нити накала
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ
4	Изолятор отражателя ХИ
5	Изолятор линзы ХИ
6	Вставной цилиндр ХИ
7	Вставная пластина ХИ

Номер компонента	Описание компонента
8	Блок нагревателя ионного источника ХИ
9	Входная линза
10	Корпус ионного источника ХИ
11	Линза ионного фокуса ХИ
12	Отражатель ХИ
13	Нить накала ХИ
14	Заглушка нити накала
14	Ящик с инструментами

Таблица 20 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 28) (продолжение)

# Очистка ионного источника ХИ

#### Частота очистки

Поскольку ионный источник XИ работает под более высоким давлением, его необходимо чистить чаще, чем ионный источник ЭУ. Очистка источника не является плановой процедурой технического обслуживания. Источник необходимо чистить, если в процессе работы возникают аномалии, связанные с его загрязнением. Для получения сведений о признаках, указывающих на загрязнение ионного источника, см. руководство по обслуживанию и устранению неполадок ГХ/МС Triple Quad серии 7000.

Внешний вид ионного источника XИ нельзя воспринимать как надежный показатель его чистоты. На ионном источнике может быть немного или вовсе не быть выцветших пятен, но при этом его все равно необходимо чистить. Необходимость очистки может подтвердить анализ производительности.

#### Необходимые материалы

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

#### Подготовка

- 1 Разберите ионный источник XИ. См. «Разборка ионного источника XИ» на стр. 133.
- 2 Соберите следующие компоненты для очистки: (Рис. 29)
  - Отражатель
  - Корпус источника
  - Вставная пластина
  - Вставной цилиндр
  - Линза ионного фокуса
  - Входная линза

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



Рис. 29 Компоненты ионного источника ХИ, которые нужно очистить



#### Процедура

Процедуры чистки ионных источников XИ и ЭУ очень похожи. Выполните процедуру очистки, приведенную в разделе «Очистка ионного источника ЭУ», за исключением следующего.

- Ионный источник может быть чистым на вид, но налет после химической ионизации очень трудно устранить. Тщательно очистите ионный источник XИ.
- Для мягкой очистки входного отверстия для электронов в корпусе источника и выходного отверстия для ионов во вставной пластине используйте закругленную деревянную зубочистку.
- Не используйте галогенированные растворители. Для конечной промывки используйте гексан.

ВНИМАНИЕ!

Не используйте галогенированные растворители для очистки ионного источника ХИ.

# Сборка ионного источника ХИ



#### Необходимые материалы

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

#### Процедура



- **2** Установите вставную пластину и вставной цилиндр в корпус источника (Рис. 30).
- 3 Вставьте собранные на этапе 1 компоненты в корпус источника.
- 4 Закрутите стопорный винт, удерживающий линзу на месте.
- **5** Присоедините керамический диск к отражателю и расположите диск в верхней части корпуса источника.

# ВНИМАНИЕ!

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

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





Таблица 21 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 30)

Номер компонента	Описание компонента
1	Стопорный винт
2	Винт нити накала
3	Уплотнение наконечника интерфейса ХИ
4	Изолятор отражателя ХИ
5	Изолятор линзы ХИ
6	Вставной цилиндр ХИ
7	Вставная пластина ХИ
8	Блок нагревателя ионного источника ХИ

Номер компонента	Описание компонента
9	Входная линза
10	Корпус ионного источника ХИ
11	Линза ионного фокуса ХИ
12	Отражатель ХИ
13	Нить накала ХИ
14	Заглушка нити накала
14	Ящик с инструментами

Таблица 21 Список компонентов ионного источника ХИ (Рис. 30) (продолжение)

# Установка ионного источника ХИ

# ВНИМАНИЕ!

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

#### Процедура



- 1 Выполните напуск в МС. См. раздел стр. 72.
- **2** Откройте камеру переднего анализатора. См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.
- 3 Вставьте ионный источник ХИ в радиатор.
- 4 Закрутите винты (Рис. 31).
- **5** Подсоедините провода, как описано в главе «Подсоединение проводов ионного источника к боковой панели».



Рис. 31 Установка ионного источника ХИ

- **6** Закройте камеру переднего анализатора. (См. «Закрытие камеры переднего анализатора» на стр. 152.)
- 7 Выполните откачку МС (см. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69).
- 8 Настройте MC (см. раздел «Выполнение автоматической настройки в режиме XИ» на стр. 100).

# Установка уплотнения наконечника интерфейса ХИ

#### Необходимые материалы

• Уплотнитель наконечника интерфейса (G1099-60412)

Для работы в режиме XИ должен быть установлен уплотнитель наконечника интерфейса. Это необходимо, чтобы ионный источник достиг соответствующего давления для XИ. При работе в режиме ЭУ уплотнение наконечника XИ может оставаться на месте.

# ВНИМАНИЕ!

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

#### Процедура

1 Извлеките уплотнитель из коробки для хранения ионного источника.



- 2 Убедитесь, что ионный источник ХИ установлен.
- **3** Разместите уплотнение над концом интерфейса. Чтобы снять уплотнение, выполните указанные выше действия в обратном порядке.
- 4 проверьте, что анализатор и интерфейс выровнены.

Когда анализатор правильно выровнен, камеру переднего анализатора можно полностью закрыть. При этом не будет ощущаться никакого сопротивления, кроме напряжения от уплотнителя наконечника интерфейса.

# ВНИМАНИЕ!

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

**5** Для выравнивания камеры переднего анализатора и интерфейса можно поворачивать боковую панель на петле. Если анализатор по-прежнему не будет закрываться, свяжитесь с представителем сервисной службы Agilent Technologies.



**6** Закройте камеру переднего анализатора. (См. «Закрытие камеры переднего анализатора» на стр. 152.)

Рис. 32 Уплотнитель наконечника ионного источника ХИ
# Удаление нити накала



## Необходимые материалы

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

## Процедура

1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 54).

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

- **2** Откройте камеру переднего анализатора. См. «Открытие камеры переднего анализатора» на стр. 113.
- **3** Извлеките ионный источник. См. раздел «Извлечение ионного источника ЭУ» на стр. 116 или «Извлечение ионного источника XИ» на стр. 130.
- **4** Удалите винт, закрепляющий нить накала в корпусе ионного источника. (См. Рис. 33.)
- 5 Извлеките нить накала из блока ионного источника. (См. Рис. 33.)

# ОСТОРОЖНО!

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



Рис. 33 Замена нити накала

# Установка нити накала

#### Необходимые материалы

- Блок нитей накала, ЭУ (G7005-60061);
- Блок нитей накала, 2 шт., XИ (G7005-60072);
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Пинцет (8710-2460)

## Процедура

- 1 Удалите старую нить накала. (См. «Удаление нити накала» на стр. 145.)
- **2** Установите новую нить накала в корпус ионного источника. (См. Рис. 33.)
- 3 Закрепите нить накала в корпусе ионного источника с помощью винта.
- 4 Завершив установку нити накала, проверьте, чтобы она не замыкалась на корпус источника.
- 5 Повторно установите ионный источник. (См. раздел «Установка ионного источника ЭУ» на стр. 128 или «Установка ионного источника XИ» на стр. 141.)
- **6** Закройте камеру переднего анализатора. (См. «Закрытие камеры переднего анализатора» на стр. 152.)
- 7 Выполните откачку МС (см. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69).
- 8 Выполните автоматическую настройку МС.

# Подсоединение проводов ионного источника к боковой панели

#### Необходимые материалы

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

## Процедура

**1** Прикрепите внутренние электрические выводы переднего анализатора к контактам, указанным в Таблица 22.

Сведения о разводке приведены в Таблица 22, а схема показана на Рис. 34, Рис. 35 и Рис. 36. Слово «панель» в таблице обозначает сквозную панель, расположенную рядом с ионным источником.

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

#### Таблица 22 Разводка проводов анализатора

Таблица 22 Разводка проводов анализатора (продолжение)

Описание провода	Компонент	Подключение к разъему
Зеленый	Панель, внизу слева	Радиатор ионного источника
Желтый	Панель, внизу слева	Передний КФМ



Рис. 34 Разводка сквозной панели

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

#### СП = сквозная панель



Рис. 35 Разводка проводов источника ЭУ

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000



#### СП = сквозная панель

Рис. 36 Разводка проводов источника ХИ

## Закрытие камеры переднего анализатора

#### Процедура

1 Проверьте кольцевой уплотнитель на боковой панели.

Убедитесь, что кольцо покрыто *оченъ* тонким слоем смазки для высокого вакуума Apiezon L. Если уплотнитель загрязнен, он может не обеспечивать герметичность. Если уплотнитель блестит, значит, на нем слишком много смазки. (См. инструкции по смазке в *Руководстве по обслуживанию и устранению неполадок MC серии 7000.*)



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

2 Захлопните боковую панель переднего анализатора.

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

- 3 Убедитесь, что дверь заднего анализатора закрыта.
- 4 Убедитесь, что клапан напуска закрыт.
- **5** Если в качестве газа-носителя используется водород или другой огнеопасный либо токсичный газ, *слегка* затяните рукой верхний винт на боковой панели переднего анализатора.
- 6 Выполните откачку МС (см. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69).

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

# ВНИМАНИЕ!

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

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

# Снятие задней левой крышки для получения доступа к камере заднего анализатора



Для открытия боковой панели заднего анализатора необходимо снять заднюю крышку. Это необходимо для замены рожка для электронного умножителя. Для получения доступа к камере заднего анализатора необходимо снять заднюю крышку согласно приведенным далее указаниям (Рис. 37).

#### Необходимые материалы

• Отвертки Torx T-10 и T-20

#### Процедура

- 1 Откройте левую боковую панель, следуя процедуре. (См. «Снятие задней левой крышки для получения доступа к камере заднего анализатора» на стр. 153.)
- 2 Снимите верхний болт с задней крышки.
- **3** Извлеките нижний клапан крышки из паза в задней части МС, чтобы освободить крышку.

## ОСТОРОЖНО!

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





Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

154

# Открытие камеры заднего анализатора

Камеру заднего анализатора можно открывать только с целью замены рожка для электронного умножителя.

#### Необходимые материалы

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

# ВНИМАНИЕ!

Электростатические разряды, поступающие на компоненты анализатора, проводятся на плату привода КФМ, где они могут повредить чувствительные компоненты. Наденьте антистатический браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества (см. раздел «Статическое электричество» на стр. 108), прежде чем открывать камеру анализатора.

#### Процедура

- 1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 72).
- 2 Снимите крышку окна анализатора и откройте левую боковую панель. Снимите заднюю крышку. (См. «Снятие задней левой крышки для получения доступа к камере заднего анализатора» на стр. 153.)

## ОСТОРОЖНО!

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

#### ВНИМАНИЕ!

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

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000

**3** Ослабьте винты боковой панели заднего анализатора (Рис. 21), если они затянуты.

Нижний винт боковой панели заднего анализатора должен быть ослаблен при стандартной эксплуатации. Его затягивают только при транспортировке. Верхний винт задней боковой панели должен быть затянут только при использовании в качестве газа-носителя водорода, огнеопасного или токсичного газа.

# ВНИМАНИЕ!

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

4 Осторожно снимите боковую панель.



Камера закрыта (для удобства кабели сняты)



Камера открыта

Рис. 38 Камера заднего анализатора

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

# Замена рожка для электронного умножителя



Масс-спектрометры серии 7000 поставляются с двумя разными сериями детекторов с тройной осью. Две серии оснащены умножителями, которые не являются взаимозаменяемыми. Поэтому при заказе необходимо указывать правильную версию умножителя. Номер умножителя указан на передней лицевой части детектора. С помощью MassHunter серию детектора можно определить, не прибегая к его осмотру. Серия детектора указывается как «Triple Axis Series 1» (С тройной осью, серия 1) или «Triple Axis Series 2» (С тройной осью, серия 2) на вкладке ручной настройки детектора, в разделе детектора на второй странице отчета о настройке и в окне откачки.

## Необходимые материалы

- Рожок для электронного умножителя (серия I HED TAD G3170-80103, серия II HED TAD G7000-80103)
- Перчатки, чистые, безворсовые:
  - Большие (8650-0030);
  - Маленькие (8650-0029);
- Острогубцы (8710-1094).

## Процедура

1 Выполните напуск в МС (см. раздел «Напуск в МС» на стр. 72).

# ОСТОРОЖНО!

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

# ВНИМАНИЕ!

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

2 Откройте камеру заднего анализатора. (См. «Открытие камеры заднего анализатора» на стр. 155.)

- **3** Откройте фиксатор (Рис. 39). Поднимите рычажок фиксатора и поверните фиксатор в сторону от рожка для электронного умножителя.
- 4 Протяните красный сигнальный провод от разъема в боковой панели.
- 5 Извлеките рожок для электронного умножителя.
- **6** Удерживая новый рожок с красным сигнальным проводом концом вниз, повторно присоедините красный сигнальный провод к разъему в боковой панели.
- 7 Установите рожок для электронного умножителя на место.
- 8 Закройте фиксатор.
- **9** Закройте камеру заднего анализатора. (См. «Закрытие камеры заднего анализатора» на стр. 162.)



Рис. 39 Замена рожка для электронного умножителя

Руководство по эксплуатации ГХ/МС Triple Quad серии 7000



Рис. 40 Замена рожка (серия TAD 2)



Рис. 41 Рожки для электронного умножителя серий 1 и 2

Руководство по эксплуатации ГХ/MC Triple Quad серии 7000

## Закрытие камеры заднего анализатора

#### Необходимые материалы

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

## Процедура

1 Проверьте кольцевой уплотнитель на боковой панели.

Убедитесь, что кольцо покрыто очень тонким слоем смазки для высокого вакуума Apiezon L. Если уплотнитель загрязнен, он может не обеспечивать герметичность. Если уплотнитель блестит, значит, на нем слишком много смазки. (См. инструкции по смазке в *Руководстве* по обслуживанию и устранению неполадок MC серии 7000.)

2 Закройте боковую панель заднего анализатора. Начальный фильтр на входной стороне КФМ способствует приведению коллизионной ячейки в нужное положение при закрытии двери анализатора. При закрытии дверь должна оказывать минимальное сопротивление, пока КФМ размещает коллизионную ячейку. Для установки анализатора на место необходимо минимальное давление.

## ВНИМАНИЕ!

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

- 3 Убедитесь, что дверь переднего анализатора закрыта.
- 4 Убедитесь, что клапан напуска закрыт.
- 5 Выполните откачку МС (см. раздел «Откачивание из МС» на стр. 69).

## ОСТОРОЖНО!

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

# ВНИМАНИЕ!

На следующем этапе не закручивайте винт слишком сильно, т.к. это может вызвать попадание воздуха или помешать откачке. Не затягивайте винт отверткой.

- **6** Если в качестве газа-носителя используется водород или другой огнеопасный газ, слегка затяните рукой верхний винт на боковой панели заднего анализатора.
- **7** После завершения откачки MC закройте левую крышку анализатора, а также установите на место заднюю крышку и окно анализатора.
- 8 Настройте МС.



© Agilent Technologies, Inc. Напечатано в США, июль 2013

G7000-98044