



225-23905
Март 2014

**Газовый хроматомасс-спектрометр,
вариант исполнения GCMS-TQ8040
с принадлежностями**

**Основной блок (одна из моделей):
GCMS-TQ8040 или GCMS-TQ8040nci**

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ

Перед использованием прибора внимательно прочитайте данное Руководство. Берегите данное Руководство для использования в качестве справочного материала в дальнейшей работе.

SHIMADZU CORPORATION


SATOSHI MORIYASU
GENERAL MANAGER
INTERNATIONAL OPERATIONS DEPARTMENT
ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION

КОРПОРАЦИЯ ШИМАДЗУ
КИОТО ЯПОНИЯ

ОТДЕЛ АНАЛИТИЧЕСКОГО И ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ





Данная страница намеренно оставлена пустой.

Введение

Благодарим вас за приобретение данного продукта.

Это руководство описывает: установку, работу, предупреждения по использованию, а также принадлежности и опции для газового хроматомасс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями. Продукт работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-TQ8040 SYSTEM или GCMS-TQ8040nci SYSTEM,

- модели для российского рынка: GCMS-TQ8040 или GCMS-TQ8040nci

Внимательно прочитайте руководство перед началом использования продукта и управляйте продуктом в соответствии с инструкциями в нем. Данный продукт содержит следующие руководства:

- | | | | |
|---|---|------------|--|
| 1 | Руководство по установке | S225-23907 | Используется сервисным инженером Шимадзу для установки продукта. |
| 2 | Инструкция по безопасности для газа-носителя водорода | S225-23971 | Указание на важные предупреждения по безопасности при использовании водорода в виде газа носителя. |

Сохраняйте данное руководство для дальнейшего использования.

Этот документ подразумевает, что пользователь имеет опыт работы с Windows. Для информации о функциях и специфической терминологии операционной системы Windows, обращайтесь к соответствующему руководству. Пользователи, которые никогда не работали с Windows, должны прочитать руководство по Windows перед использованием этого документа.

PDF версия этого руководства, руководства по работе и прочие необходимо поместить в папку «GCMSsolution\Manual» на вашем компьютере. Пожалуйста, обращайтесь к ним при необходимости.

Важно

- Если пользователь или место использования сменились, убедитесь, что данное руководство всегда находится рядом с продуктом.
- Если, это руководство или предупреждающая этикетка пропали или испорчены, немедленно свяжитесь с вашим представителем Шимадзу для их замены.
- Для обеспечения безопасной работы прочитайте все инструкции по безопасности перед использованием данного продукта.
- Для обеспечения безопасной работы, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу для установки продукта, настройки или переустановки (изменения местоположения).

ОБЪЯВЛЕНИЕ

- Информация, опубликованная в данном Руководстве, может быть изменена без предварительного уведомления и каких-либо обязательств со стороны продавца.
- Мы будем признательны за любые замечания об ошибках или неточностях в данном руководстве, они обязательно будут устранены в ближайшее время, но необязательно сразу после их обнаружения.
- Все права сохранены. Данное издание, в целом и частично, не может воспроизводиться без письменного разрешения Корпорации Шимадзу.
- В США и других странах используются зарегистрированные торговые марки программного обеспечения Microsoft Windows и Windows 7 корпорации Microsoft. Используемые в Руководстве названия других компаний и приборов зарегистрированы их представителями. В тексте инструкции не используются индексы «ТМ» и «®».
- Операционная система Microsoft® Windows 7® приводится в инструкции как «Windows 7».

© 2014 Shimadzu Corporation. Все права защищены. Оригинальная версия поставляется на Английском языке.

Обозначения, используемые в данном руководстве

Предупреждения и примечания даны с использованием следующих символов:



Опасно

Указывает на потенциально опасную ситуацию, которая может привести к серьезным травмам или даже к смерти, если ее не устранить.



Внимание

Указывает на потенциально опасную ситуацию, которая может привести к повреждению здоровья средней тяжести или повреждение оборудования, если ее не устранить.



Примечание

Подчеркивает дополнительную информацию, необходимую для правильного использования продукта.



Квадратные скобки

Обозначает текст или выражения, которые появляются в окне, такие как кнопки, пункты меню, установленные опции, названия окон и значки. Например: Нажмите [OK].

Инструкции по безопасности

Газовый хроматомасс-спектрометр — это аналитический прибор, используемый для качественного и количественного анализов.

Для обеспечения безопасной работы продукта, прочитайте эти важные инструкции по безопасности перед использованием, и следуйте всем инструкциям (Опасно и Внимание) из этого раздела.

Использование продукта. Внимание! Правила и нормы по технике безопасности. Для уведомлений по установке и безопасности управления, выполните необходимые процедуры в соответствии с законами и правилами, применяемыми в стране, где используется продукт.

Место установки



Опасно

- Растворители, используемые в газовом хроматомасс-спектрометре, горючие и токсичные. Устанавливайте прибор в хорошо проветриваемом помещении. В противном случае пары растворителей приведут к отравлению или воспламенению.
- Не устанавливайте данный прибор в местах с горючими или взрывоопасными газами или жидкостями. Прибор не имеет взрывозащиты, из-за этого может случиться пожар или взрыв.



Опасно

Не ставьте горючие материалы около выхлопа термостата, сзади прибора, они могут воспламениться и привести к пожару.



Опасно

Лабораторный стол или другая поверхность, на которой установлен прибор, должна быть ровной, надежной и достаточно прочной чтобы выдерживать вес приборов. В противном случае блок может опрокинуться или испортить поверхность.



Опасно

- Не устанавливайте прибор в местах с коррозирующими газами, газами, содержащими органические растворители, соединениями галогенов или силоксанов, паров масел или высокого содержания частиц пыли. Иначе характеристики прибора будут снижены, а срок службы сокращен.
- Не работайте с прибором в местах с образованием конденсата. Иначе могут возникнуть неисправности.



Внимание

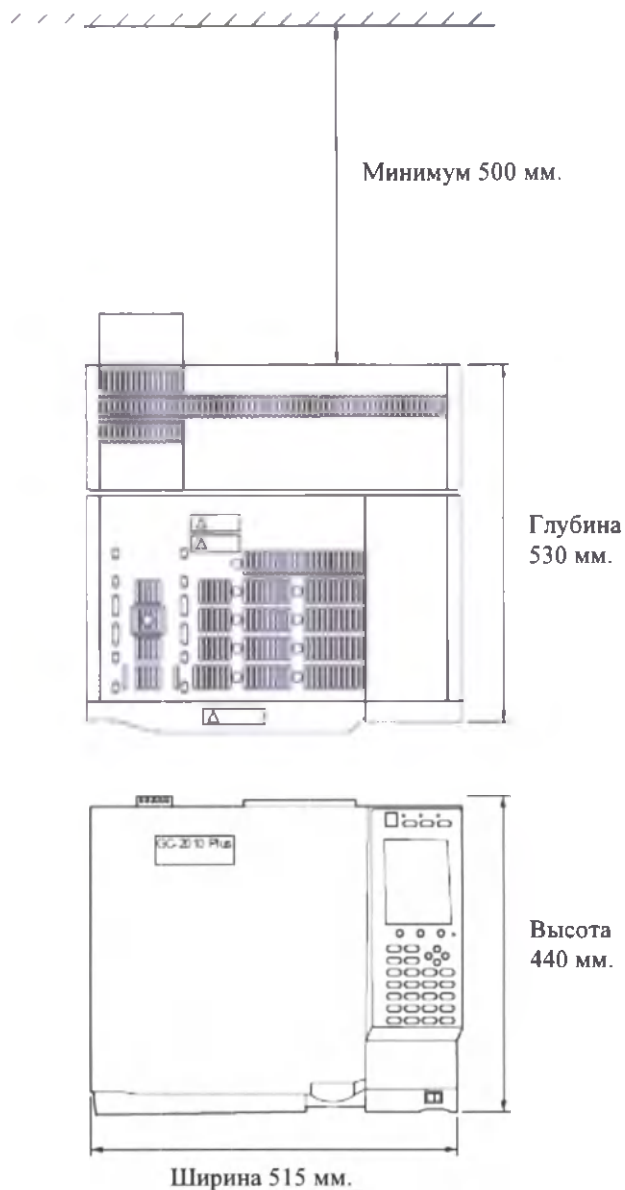
Выключатель питания находится слева, сзади прибора. Если прибор установлен около стены или другого объекта, для возможности его выключения, оставьте зазор, по меньшей мере, 30 см.

Зазоры для установки



Опасно

Горячий воздух выбрасывается через задний выхлоп. Не помещайте около него горючие материалы.
Обращайтесь к *Приложению А.3.1 «Примеры установки».*



Задний зазор

Горячий воздух выбрасывается сзади прибора при охлаждении термостата. При установке продумайте следующее:

- Не размещайте горючие материалы позади прибора.
- Оставьте зазор между задней частью прибора и стеной* в 50 или более сантиметров.
- Оставьте дополнительное место сзади прибора для обслуживания.

* При использовании опционального выхода (S221-47748-41), расстояние до стены должно быть минимум 25 см.

Установка



Опасно

- Для обеспечения безопасной работы, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу для установки продукта, настройки или переустановки (изменения местоположения). В противном случае вы можете получить травму или испортить прибор. Это также важно для обеспечения стабильного функционирования прибора.
- Примите меры для предотвращения падения прибора во время землетрясения.
Падение прибора может привести к травме.



Внимание

Масс-спектрометр весит около 70 кг. Газовый хроматограф около 30 кг. Используйте трех человек для поднятия и перемещения масс-спектрометра и двух для газового хроматографа.
Будьте осторожны, не придавите пальцы при опускании прибора.

Электропитание

Требования к питанию

Для типа 100-115В

Переменное однофазное, частотой 50/60 Гц.

ГХ:	1800 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая монитор):	Смотрите руководство ПК.
Принтер:	Смотрите руководство принтера.
Категория установки:	Перенапряжение Категория II (IEC)
Защитное стекло:	Класс I (IEC)

Для типа 220-240В

Переменное однофазное, частотой 50/60 Гц.

ГХ:	2600 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая монитор):	Смотрите руководство ПК.
Принтер:	Смотрите руководство принтера.
Категория установки:	Перенапряжение Категория II (IEC)
Защитное стекло:	Класс I (IEC)



Опасно

Используйте электропитание с автоматическим выключателем, подходящим для данного прибора. Избегайте распределения питания с другими приборами. Не используйте кабели, кроме тех, которые поставляются с прибором, это может привести к пожару или электрическому удару.

* Необходимо заметить, что дополнительные опции увеличивают требуемый потребляемый ток.



Опасно

Заземлите прибор. Заземление необходимо для предотвращения электрического удара в случае аварии или короткого замыкания. Оно так же необходимо для обеспечения стабильной работы прибора. Сопротивление заземления должно быть не более 100 Ом. Подключите газовый хроматограф, персональный компьютер и дополнительный источник питания к заземляющему контуру



Опасно

- Не ставьте тяжелые предметы на кабель, и избегайте размещения горячих предметов около него.
- Не перегибайте и не растягивайте кабель питания. Он может быть поврежден, что приведет к пожару или электрическому удару. Если он все же поврежден, обратитесь к вашему представителю Шимадзу.

Окружающие условия

Температура: 18-28⁰С и должна быть постоянной (диапазон гарантирующий спецификацию); 15-35⁰С (диапазон гарантирующий рабочее состояние)

Влажность: 40-70% (без образования конденсата)

Высота над уровнем моря: 2000 м. максимально

Степень загрязнения 2 (IEC)

Только для использования внутри помещений



Примечание

Выбирайте место установки с минимальными пагубными факторами, такими как пыль, вибрация, шум, коррозирующие газы и магнитные поля. Для обеспечения хороших характеристик, выполните следующие указания.

1. Уменьшите температурные колебания во время использования.
2. Избегайте воздействия горячего или холодного воздуха.
3. Избегайте попадания прямого солнечного света.



Примечание

Данный прибор может работать в диапазоне, гарантирующем рабочее состояние, но интенсивная эксплуатация в диапазоне ниже гарантирующего спецификацию может привести к проблемам, таким как сокращение срока службы.



Внимание

Проветривайте помещение, где установлен прибор. В течение рабочего дня периодически проверяйте работоспособность системы вентиляции.

Газы

Газ носитель: Гелий

Давление подачи: 300 – 980 кПа

Чистота: 99.995 % или выше и содержание кислорода менее 3 ppmV.

- Некоторые дополнительные принадлежности могут использовать газ отличающийся от указанного выше. Для большей информации обращайтесь к руководствам поставленным вместе с ними.
- Некоторые приложения, такие как агрохимические анализы, могут потребовать наличие гелия более высокой чистоты (99.999 – 99.9999 %).
- Устанавливаемый диапазон давления и скорости потока на ГХ зависят от давления подачи. Обычно, необходимо давление подачи 700 – 800 кПа.

Газ соударительно-индуцированной диссоциации CID: Аргон

Давление подачи: 350 – 450 кПа

Чистота: 99.99 % или выше.

* Когда давление подачи не поднимается до 450 кПа или ниже в зависимости от места установки, добавьте опциональный регулятор (S225-22680-41). Необходимый диапазон давления подачи будет от 500 до 800 кПа.



Примечание

Гелий с чистотой указанной выше подается, как газ носитель через поставляемый трубопровод.

Аргон с чистотой указанной выше подается, как газ для CID через поставляемый трубопровод.

Если используется газ носитель с более низкой чистотой, то характеристики могут быть скомпрометированы.

Для большей информации, обращайтесь к разделу 2.3 «Требования к газам».

Электромагнитные поля и шум электропитания.

Данный прибор не должен использоваться вблизи от сильных электромагнитных полей. Электропитание не должно иметь шума или он должен быть минимальным.

Наличие данных пунктов может привести к проблемам с прибором.

Не используйте сотовый телефон вблизи от прибора.

Работа



Опасно

Всегда одевайте защитные перчатки и очки при работе с растворителями. Если растворитель попадет в глаза, это может привести к потере зрения. Если он все же попал, промойте глаза большим количеством воды и обратитесь к врачу.



Опасно

Не ставьте растворители около ПК, принтера или других приборов, может произойти пожар или поломка приборов.



Опасно

Не используйте вблизи прибора горючие аэрозоли (лаки для волос, средства борьбы с вредителями и пр.), они могут стать причиной пожара.



Опасно

Защитные очки должны быть одеты во время инжектирования образца для предотвращения опасности связанной с механическим повреждением шприца или разбрызгивания растворителя в глаза. Инжекторный порт обычно находится под давлением в несколько кПа для возможности обеспечения потока газа носителя через колонку. В результате, когда жидкий образец вводится шприцем, плунжер может быть либо выброшен из него, либо наоборот введен под действием обратного давления. Кроме этого, при дозировании больших объемов образца, вследствие быстрого загрязнения септы, образец может выбрасываться из инжекторного порта



Внимание

Если вода, органический растворитель или другая жидкость разлилась на прибор, немедленно вытрите ее.
В противном случае возможна поломка прибора.

Проверка и обслуживание



Опасно

Для предотвращения повреждений и выхода прибора из строя, не разбирайте, не осуществляйте ремонт внутренних частей и не модифицируйте этот прибор.



Опасно

Никогда не снимайте кожух основного блока.
Делая это, вы подвергаетесь опасности или можете повредить прибор.
Для обычного обслуживания или проверки снятие основного кожуха не требуется. Если для ремонта необходимо его удалить, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.



Опасно

Если кабель питания загрязнен, отсоедините его от электросети и протрите сухой тряпкой. Дальнейшее накопление пыли может привести к возгоранию.



Опасно

- Отсоединяйте кабель питания от электросети перед проверкой, обслуживанием или заменой деталей прибора.
В противном случае, это может привести к короткому замыканию или электрическому удару.
- Заменяйте детали только теми, которые указаны в руководстве. Использование других частей может привести поломке прибора из-за его неправильной работы.



Примечание

Для чистки поверхности прибора, используйте мягкую тряпочку и воду или нейтральное моющее средство. Протрите его насухо чистой тряпочкой.



Примечание

Рекомендуется регулярное обслуживание роторного и турбомолекулярного насосов. Относительно интервала обслуживания, обращайтесь к соответствующим руководствам.



Примечание

Периодически проверяйте работоспособность системы, используя стандартный контрольный образец.

Ремонт, разборка и модификация



Внимание

- Не модифицируйте или разбирайте прибор без разрешения авторизованного представителя Шимадзу.
- Делая это, вы создаете опасность электрического удара или короткого замыкания. Они могут стать причинами ущерба или неисправности прибора.



Внимание

Для замены, свяжитесь с Шимадзу или вашим региональным представителем Шимадзу.

Не делайте ничего, что может послужить причиной пожара, электрического удара или повреждения.

Операции при чрезвычайных ситуациях

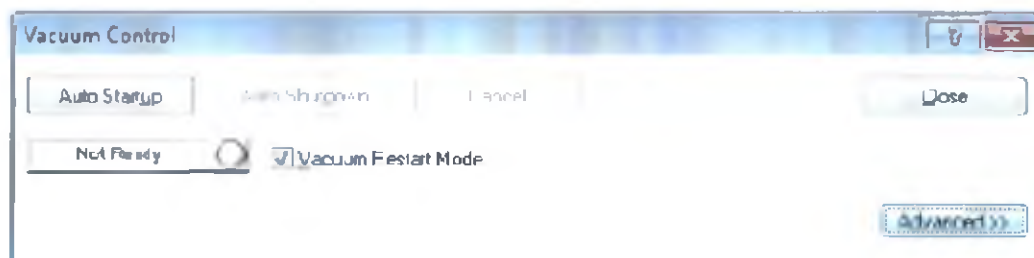
При возникновении чрезвычайных ситуаций, таких как неисправность газового хроматомасс-спектрометра, необходимо предпринять следующие меры. Выполните необходимые меры предосторожности и свяжитесь с вашим представителем Шимадзу перед возобновлением использования прибора.

Если произошла чрезвычайная ситуация...

1. Выключите газовый хроматограф и масс-спектрометр.
2. Выключите все принадлежности.
3. Закройте вентили всех газов носителей и воздушных линий.
4. Отключите основное электропитание.
 - Если кабель питания подключен к блоку питания, выключите его.
 - Если кабель присоединен к розетке, вытащите его из нее.

Отключение электропитания во время измерения

При отключении питания на 10 минут или меньше, обычно не требуется выполнение специальной операции, если в диалоговом окне контроля вакуума «Vacuum Control» стоит отметка на режиме возобновления вакуума «Vacuum Restart Mode». Прибор автоматически возобновит работу при восстановлении электропитания.



При длительном отключении питания, выполните следующую процедуру.

Операция выключения при длительном отключении электропитания

1. Выключите газовый хроматограф и масс-спектрометр.
2. Выключите все принадлежности.
3. Закройте вентили всех газов носителей, газа CID и воздушных линий.
4. Ослабьте крепление гайки колонки к интерфейсу для сброса вакуума в вакуумной системе.
5. Отключите основное электропитание.
 - Если кабель питания подключен к блоку питания, выключите его.
 - Если кабель присоединен к розетке, вытащите его из нее.

При отключении питания во время использования газа носителя водорода, выполните следующую процедуру.

Операция отключения питания во время использования газа носителя водорода

1. Немедленно прекратите подачу водорода.
2. Выключите газовый хроматограф и масс-спектрометр.
3. Откройте окна и двери комнаты где установлен прибор для улучшения вентиляции.
4. Убедитесь, что рядом нет источников воспламенения, которые могут поджечь водород.
5. Подождите пока температура всех компонентов данного продукта не опустится до комнатной (примерно 1 час).
6. Откройте переднюю дверку ГХ и отпустите гайку интерфейса для выравнивания давления в масс-спектрометре с атмосферным.
7. Убедитесь, что ручка передней дверки масс-спектрометра полностью ослабла.
8. Подождите, пока водород полностью улетучится (примерно 30 минут).
9. После проверки пунктов описанных в «мерах предосторожности при установке» и «мерах предосторожности при операциях и работе прибора», используйте стандартную процедуру запуска для ГХ и МС.

Знаки опасности



Обозначает опасность высокого напряжения.



Обозначает опасность высокой температуры компонентов.



Указывает на руководство по эксплуатации для деталей о работе или по управлению.



Внимание

Не блокируйте вентиляцию DO NOT BLOCK VENTS

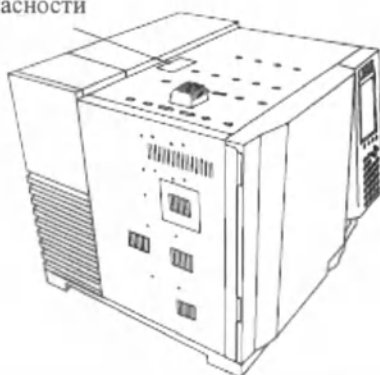
Ничего не кладите на верхнюю часть прибора, это может привести к перекрытию вентиляционных отверстий и его перегреву.

 **Опасно**

DO NOT TOUCH Не прикасайтесь

Высокая температура инжекторных портов, детекторов и верхней крышки.

Знак
опасности



 **Опасно**

DO NOT TOUCH Не прикасайтесь

Задняя панель может быть горячей и может причинить ожог.



Знак опасности



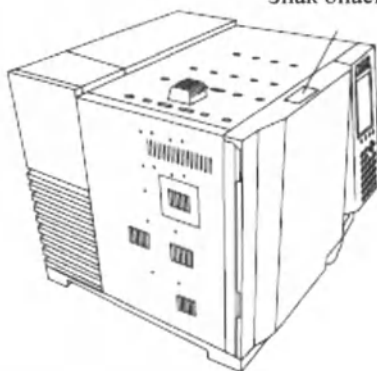
Опасно

PRECAUTIONS IN USING HYDROGEN GAS

Меры предосторожности при использовании водорода

Выключите водород и заглушите неиспользуемые колонки для предотвращения накопления водорода в термостате и возможного взрыва.

Знак опасности

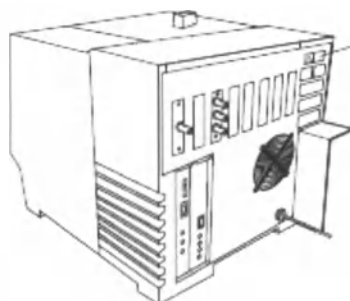


Опасно

HOT AIR EXHAUST Выхлоп горячего воздуха

Держите термочувствительные материалы вдали от отверстия.

Знак
опасности



Допустимый зазор между задней панелью и стеной 50см. и более.

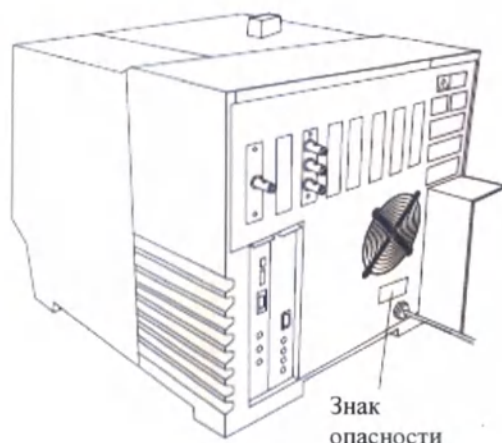


Опасно

HIGH VOLTAGE

Высокое напряжение

Перед снятием кожуха отключите кабель питания. Относится только для квалифицированного сервисного персонала.



Опасно

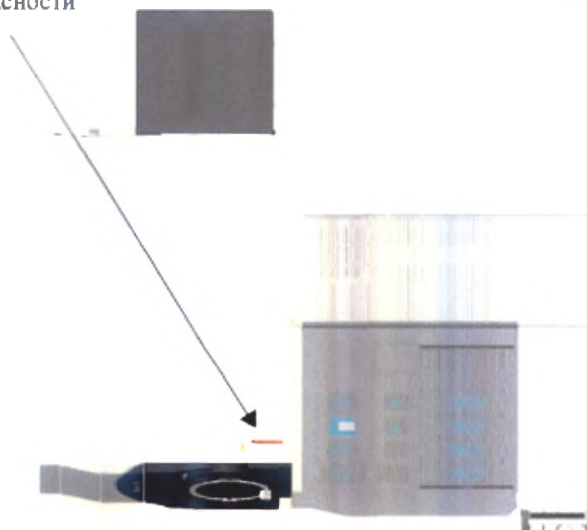
PRECAUTIONS IN USING HYDROGEN GAS

Меры предосторожности при использовании водорода

Если водород накапливается внутри вакуумной камеры, он может загореться.

При использовании водорода в виде газа носителя, держите ручку передней дверки полностью открученной кроме времени запуска вакуумного насоса.

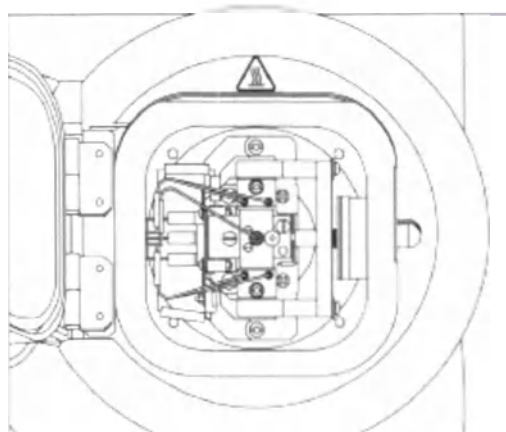
Знак опасности



 Внимание

HIGH TEMPERATURE Высокая температура

Избегайте контакта с ионным источником, когда он горячий.



 Опасно

HYDROGEN GAS HANDLING PRECAUTIONS

Меры предосторожности при работе с водородом

Водород может взорваться при накоплении в плохо проветриваемом помещении.

1. Правильно соедините газовые линии. Водород будет попадать в помещение если трубопровод случайно подключен к выводу воздуха. Для предотвращения неправильного соединения, GC-2010Plus оборудован правосторонней резьбой воздушного входа и левосторонней резьбой входа для водорода.
2. Когда блок не используется, закройте главный вентиль на баллоне с водородом. Проверьте утечку главного вентиля.
3. Каждый раз при использовании блока, проверяйте утечки линии потока газа от баллона до прибора.
4. Для предотвращения взрыва из-за утечки водорода, комната в которой используется прибор, должна хорошо проветриваться. Запрещается использование открытого огня в данном помещении.
5. Закройте главный вентиль баллона с водородом сразу после завершения анализов. Затем, выключите блок и выполните обычные процедуры выключения.



Внимание

Меры предосторожности при использовании водорода

Если водород накапливается внутри термостата, он может взорваться. Закройте вентили регуляторов давления водорода, когда он не используется и заглушите колонку.

Крышка
термонизолятора

Графитовая феррула
со стержнем

Гайка колонки
(или гайка колонки
инжекторного порта)

Когда детектор используется без газообразного водорода.

Меры предосторожности с газом высокого давления

Опасно



Газовые баллоны высокого давления могут использоваться для подачи газа носителя. При работе с ними, обратите внимание на следующие указания.

1. Держите газовые баллоны в хорошо проветриваемом помещении за пределами места установки прибора. Избегайте попадания прямого солнечного света. Используйте трубопровод для подачи газа от баллона к прибору. Для горючих газов, меры предосторожности определены правилами пожарной безопасности.
2. Не устанавливайте газовые баллоны высокого давления в местах, где температура может подниматься выше 40°C.
3. Выбирайте место установки прибора с хорошей вентиляцией, и включите проверку на утечку газа в вашу ежедневную работу. Не курите и не используйте открытый огонь менее чем за 5 метров от прибора при использовании сильно воспламеняющихся газов, таких как ацетилен и водород или потенциально воспламеняющихся газов, таких как кислород и закись азота. Установите и храните эффективные огнетушители.
4. Закрепите газовые баллоны высокого давления при помощи стоек для баллонов или цепей, так чтобы они не упали.
5. Используйте «безмасляные» редукторы. Так же, не используйте редукторы или трубки, внутренние поверхности которых, контактирующие с газом, покрыты маслом.
6. После завершения использования газа, сразу закройте главный вентиль баллона.
7. Проверяйте работу газового манометра раз в три месяца.
8. Предупреждающие знаки (алюминиевые таблички, P/N S221-44025-01) доступны для обозначения использования водорода. Для дополнительной информации спросите вашего регионального представителя Шимадзу. Знаки поставляются бесплатно в места, где они обязательны.

Для использования баллонов с объемом 300 м³ и более, требуется специальное разрешение.

Для безопасного использования газа носителя водорода



Опасно

Водород, который используется, как газ носитель в газовом хроматографе, это опасный газ, который может взорваться. Внимательно прочитайте меры безопасности в пункте «Безопасность газа носителя водорода» перед использованием прибора и используйте продукт правильно. Обязательно посмотрите предупреждения описанные здесь. Они очень важны для обеспечения безопасности. Предупреждения, касающиеся водорода, так же перечислены в руководстве по эксплуатации хроматографа. Внимательно прочитайте их.

Свойства водорода

Водород является опасным газом, который при неправильном обращении может взорваться.

Когда он используется в качестве газа носителя, необходимо понимать его характеристики для правильного обращения с ним.

- Газ без цвета и запаха
- Широкий диапазон возгорания, возгорается в диапазоне от 4 % до 75 % по объему при смешивании с воздухом.
- Поджигается при экстремально низкой энергии.
- Легко накапливается у потолка, так как легче воздуха.
- Быстро смешивается с воздухом из-за высокой скорости диффузии.
- Автоматически загорается при быстром расширении.
- Водородное пламя невидимо и легко переносится ветром.
- При смешивании с галогеном, таким как хлор, он взрывается под действием прямого солнечного света.

Гарантия

Шимадзу обеспечивает следующие гарантийные обязательства для данного прибора.

1. Период гарантии

По данному вопросу проконсультируйтесь с вашим региональным представителем Шимадзу.

2. Предписания

Если прибор/компонент прибора вышли из строя по вине производителя, в течение гарантийного срока, то Шимадзу отремонтирует или заменит продукт без оплаты. Но в случае, если вышедший из строя продукт доступен на рынке только в течение ограниченного времени (ПК, периферия), то Шимадзу не сможет обеспечить идентичную замену.

3. Ограничения ответственности

1. Шимадзу не может нести ответственность за разного рода финансовые потери пользователя, связанные с неспособностью или неправильным использованием товара, даже при условии информированности о данной проблеме.
2. Шимадзу не может нести ответственность перед пользователем на сумму превосходящую стоимость, оплаченную за товар.

4. Исключения

Гарантийный период не распространяется на следующие обстоятельства, даже если они произошли в течение гарантийного срока.

1. В случае несоответствующего использования прибора пользователем.
 2. При использовании для ремонта или модификации прибора компонентов других производителей и не рекомендованных Шимадзу.
 3. При использовании программного управления и компонентов, не рекомендованных Шимадзу.
 4. При повреждении программного обеспечения компьютерными вирусами.
 5. При повреждениях, вызванных перепадами питания в сети, которые привели к порче программного обеспечения, включая основное программное обеспечение прибора.
 6. В случае отключения электропитания с нарушением правил выключения прибора, которое привело к порче данных и программного обеспечения, включая основное программное обеспечение прибора.
 7. В случае причин, не имеющих отношения к использованию прибора.
 8. При использовании прибора в опасных условиях среды, при высокой температуре, влажности, в атмосфере воздействия коррозионных газов, сильной вибрации.
 9. В случае пожара, землетрясений и других стихийных бедствий, загрязнений радиоактивными и опасными отходами, военных и криминальных действий.
 10. При перенесении или перевозке прибора на другое место, после его установки представителем Шимадзу.
 11. Расходные материалы
- Примечание: Носители информации (дискеты, CD-ROM и др.), являются расходными материалами.

* Если имеется документ, как гарантия, поставляемая с продуктом или отдельное соглашение включающее гарантийные условия, то применяются условия этих документов.

Послепродажное обслуживание и замена частей

Послепродажное обслуживание

При возникновении проблем с прибором, выполните проверку и примите соответствующие меры по устранению, которые описаны в этом руководстве в разделе поиска неисправностей. Если неисправность не устраняется или симптомы не значатся в разделе поиска неисправностей, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.

Замена частей

Запасные части для прибора остаются в доступности в течение семи (7) лет после прекращения его производства. Тем не менее, некоторые детали еще могут быть в доступности. Доступность запасных частей, не производимых Шимадзу, зависит от их производителей.

После получения извещения о прекращении выпуска приборов или деталей, их необходимое количество для использования в течение данного периода, пересчитывается и резервируется. Стоит заметить, что доступность деталей и приборов в течение этих семи (7) лет, также определяется индивидуальными условиями сторонних производителей и изменениями их требуемого количества.

Периодическая проверка и обслуживание

Ежедневная, периодическая проверки и калибровки, необходимы для обеспечения поддержания уровня характеристик прибора и правильного измерения данных.

- Для информации касающейся ежедневных проверок, обслуживания и замены деталей, смотрите раздел 3. Обслуживание, в данном руководстве.
- Для периодического обслуживания и калибровок, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.
- Указанная частота замены для расходных частей является нормативом. Действительный период замены может быть короче, и зависит от условий измерений и частоты использования.

Утилизация

Для утилизации продукта, свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.

Если утилизация производится покупателем, то осуществляйте ее отдельно от обычных производственных отходов или бытового мусора в соответствии с законами и нормативами, принятыми в вашем регионе.

Меры по сохранению окружающей среды

Для всех пользователей оборудования Шимадзу в Европе:



WEEE Mark

Наличие данной этикетки на оборудовании означает, что оно приобретено после 13 августа 2005 г и не может быть утилизировано в бытовом порядке. Наше оборудование предназначено только для промышленного и профессионального использования.

После окончания срока использования оборудования и для его утилизации следует связаться с представителем Шимадзу, который укажет, куда доставить оборудование.

Совместно с Вами мы решим, как уменьшить степень загрязнения и вреда для окружающей среды от электронного оборудования путем его переработки.

За дополнительной информацией обращайтесь к представителям Шимадзу.

Неустойчивость напряжения

Для всех пользователей оборудования Шимадзу в Европе:

Данное оборудование может быть подключено к электросети с сопротивлением 0.1 Ом или ниже. При необходимости определения сопротивления, обращайтесь к поставщику электроэнергии.



Примечание

Если действительное сопротивление системы Z_{act} превышает 0.1 Ом в точке взаимодействия с точкой передачи прав пользователю, то поставщик электроэнергии может наложить запрет на подключение и использование оборудования.



Примечание

Если действительное сопротивление системы Z_{act} было признано или измерено пользователем, то он может использовать эту информацию, относительно совместимости оборудования, без обращения к поставщику электроэнергии.



Содержание

Введение.....	i
Обозначения, используемые в данном руководстве.....	ii
Инструкции по безопасности.....	iii
Гарантия.....	xx
Послепродажное обслуживание и замена частей.....	xxi
Периодическая проверка и обслуживание.....	xxi
Утилизация.....	xxi
Меры по сохранению окружающей среды.....	xxii
Неустойчивость напряжения.....	xxii

1 Обзор

1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с

принадлежностями.....	1
1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.....	1
1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.....	1
1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями по предусмотренному назначению	1
1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.....	1
1.2 GCMS-TQ8040.....	2
1.3 Возможности.....	3
1.4 Названия компонентов.....	4
1.4.1 Аналитическая система ГХ/МС.....	4
1.4.2 Ионный источник.....	6
1.4.3 Роторный насос.....	6
1.5 Стандартные принадлежности.....	7

2 Основные операции

2.1 Введение.....	8
2.2 Основы ГХ.....	8

2.2.1	Параметры прибора.	8
2.2.2	Описание инжекторного порта.	8
2.3	Требования к газам.	9
2.3.1	О газе носителе.	9
2.3.2	О газе CID.	9
2.4	Запуск и выключение прибора.	11
2.4.1	Запуск прибора.	11
2.4.2	Выключение прибора.	23
2.5	Ежедневный запуск и выключение.	24
2.5.1	Ежедневное выключение.	24
2.5.2	Ежедневный запуск.	26
2.6	Замена колонки.	27
2.6.1	Выключение вакуумной системы.	27
2.7	Конфигурация системы.	28
2.7.1	Конфигурация системы.	28
2.7.2	Давление газа CID.	30
2.8	Проверка и настройка системы.	31
2.8.1	Настройка.	31
2.8.2	Проверка системы.	35
2.8.3	Настройка для больших масс.	47
2.9	Разрешение и энергия соударения.	48
2.9.1	Изменение разрешения.	48
2.9.2	Изменение энергии соударения.	48

3 Обслуживание

3.1	Меры предосторожности.	49
3.2	Замена филамента.	49
3.2.1	Процедура замены филамента.	50
3.3	Чистка ионного источника и электрода отражателя частиц.	51
3.3.1	Снятие ионного источника и электрода отражателя частиц.	52
3.3.2	Сборка ионного источника и электрода отражателя частиц.	54
3.3.3	Чистка ионного источника и электрода отражателя частиц.	56
3.3.4	Необходимые материалы.	56
3.4	Обслуживание вакуумного насоса.	57
3.4.1	Замена масла вакуумного насоса.	57
3.4.2	Обслуживание турбомолекулярного насоса.	59
3.5	Чистка вентилятора.	59
3.5.1	Чистка вентилятора.	59
3.6	Проверка утечек.	60
3.6.1	Проверка утечки газа носителя ГХ.	60
3.6.2	Проверка утечки вакуума МС.	64
3.6.3	Проверка утечки вакуума с использованием мониторинга пиков.	65
3.6.4	Проверка утечки вакуума с использованием Петролейного эфира.	67

3.7 Сброс частоты и времени использования расходных частей.....	69
---	----

4 Поиск и устранение неисправностей

4.1 Проблемы работы и меры их устранения.....	71
4.1.1 Состояния ошибок, показываемые светодиодами на МС.....	72
4.1.2 Ошибки при запуске ПО GCMSsolution.....	73
4.1.3 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы.....	74
4.1.4 Ошибки при включении филамента МС.....	75
4.1.5 Ошибки при автоматической настройке и анализах.	76
4.1.6 Ошибка контроля температуры RF.	79
4.2 Функции защиты вакуумной системы.	79
4.2.1 Обзор.....	79
4.2.2 Функциональные возможности защиты.	80

Приложение А Характеристики

A.1 Характеристики.	81
A.2 Оборудование.	81
A.3 Требования к месту установки.	82
A.3.1 Примеры установки.....	83

Приложение В Список запасных и расходных частей

B.1 Список запасных и расходных частей.	85
B.1.1 GCMS-TQ8040.....	85
B.1.2 Набор инструментов (Опция).....	92
B.1.3 Набор расходных частей (Опция).....	92

Приложение С Технические примечания

C.1 Режимы анализов.	93
C.1.1 Анализы МС.....	93
C.1.2 Режим сканирования МС.	93
C.1.3 Режим SIM.....	94
C.1.4 Режим анализа МС/МС.	95
C.1.5 Режим сканирования иона прекурсора.....	95
C.1.6 Режим сканирования продукт иона.....	96
C.1.7 Режим сканирования нейтральных потерь.	96
C.1.8 Режим MRM.....	97
C.2 Характеристики вакуума.	98
C.3 Усиление детектора.	98
C.4 Напряжение ионизации, ток эмиссии и время жизни филамента.	99

Указатель.	101
-----------------	-----

1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.

В данной главе приведены сведения, касающиеся медицинского применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями (основной блок (одна из моделей): GCMS-TQ8040 или GCMS-TQ8040nci).

1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.

Специфическое медицинское назначение хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями:

Диагностика *in-vitro*: Ранняя диагностика онкологических заболеваний. Уточняющая диагностика наследственных нарушений обмена веществ.

Судебно-медицинская экспертиза: Скрининг и количественное определение токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в биологических образцах.

1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.

Области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями в соответствии с его видом – медицинское изделие для *in vitro* диагностики: онкология, акушерство и гинекология, педиатрия, наркология.

1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями по предусмотренному назначению.

Показания к применению газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями: предварительное диагностирование онкологических заболеваний, нарушения обмена веществ.

Предположительное содержание токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в организме человека.

Противопоказания газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями: нет.

Возможные побочные воздействия газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями: не выявлены.

1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.

Виды исследуемых проб биологического материала: Кровь, сыворотка крови, плазма, моча, слюна, спинно-мозговая жидкость, пот.

Рекомендуемый способ получения и подготовки проб к исследованию: растворение отобранной жидкой пробы в смеси метанол:вода:хлороформ (2,5:1:1), центрифугирование, отбор супернатанта и его высушивание, триметилирование полученного сухого остатка. Готовая проба вводится в порт инъекции газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями.

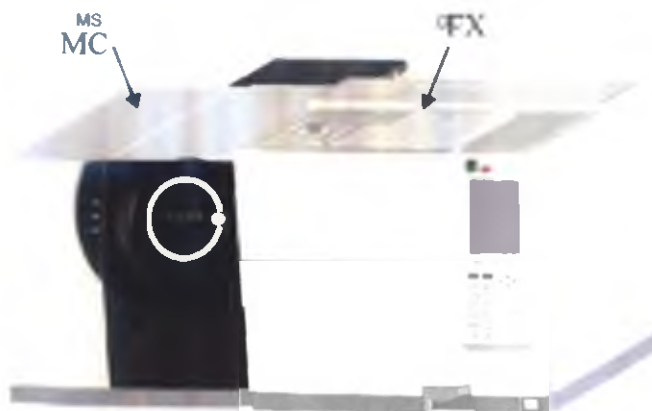
1.2 GCMS-TQ8040

Этот раздел представляет обзор газового хроматомакс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-TQ8040 с принадлежностями (далее - прибор). Прибор работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-TQ8040 SYSTEM или GCMS-TQ8040nci SYSTEM,
- модели для российского рынка: GCMS-TQ8040 или GCMS-TQ8040nci

Прибор - это настольный тип газового хроматографа масс-спектрометра, предназначенного для высокоточных анализов ГХ/МС и ГХ/МС/МС.

Прибор может выполнять измерения масс-спектров для качественных анализов или идентификацию неизвестных и мониторинг выбранных ионов (SIM) и измерение мониторинга множественных реакций MRM для количественного определения следовых составляющих.



Стандартная модель содержит следующие компоненты:

- GC-2010Plus – высокопроизводительный газовый хроматограф
- Вакуумная система состоит из дифференциального турбомолекулярного и роторного насосов.
- Системы мониторинга давления вакуума в камере
- Непосредственно связанного интерфейса ГХ/МС
- Источника ионов с электронным ударом (EI) и независимым температурным контролем.
- Источник ионов со сдвоенным филаментом (нить накала), энергия или ток электронов.
- Квадрупольные масс-фильтры с предварительными стержнями
- Соударительная ячейка
- Детектор, электронный умножитель с динодом преобразования
- Источник питания и схемы контроля прибора

Программное обеспечение GCMSsolution ver.4 используется для контроля GCMS-TQ8040, измерения данных и выполнения последующих анализов.

- Контроль GCMS-TQ8040 и внешних устройств, таких как автодозатор
- Автоматическая настройка прибора при выполнении функции автонастройки
- Создание методов анализов
- Измерение данных сканирования, измерения по выбранному иону (SIM), сканирование по иону прекурсора, сканирование продукт-ионов, сканирование нейтральных потерь и мониторинг множественных реакций (MRM)
- Качественная обработка, которая включает в себя изображения и обработку масс-спектров, а также поиск по библиотеке
- Количественная обработка, которая включает в себя создание таблиц соединений, калибровочных кривых и расчет концентраций
- Настраиваемые отчеты

- Последовательное измерение данных или анализы во время обработки серии

1.3 Возможности

Данный раздел описывает функции и характеристики возможностей данного продукта.

Высокая чувствительность

GCMS-TQ8040 с наивысшей чувствительностью в своем классе значительно расширяет диапазон приложений для ГХ/МС.

Высокая производительность

Созданная соударительная ячейка допускает ультра скоростные измерения MRM, скорость переходов которых достигает до 800 переходов в секунду.

Максимальная скорость сканирования 20000 а.е.м./с

Компактность

GCMS-TQ8040 требует минимум пространства, даже при установленном автодозаторе.

Интуитивное управление

Так как программное обеспечение GCMSsolution интуитивное, то даже новички ГХ/МС могут сделать измерения и провести анализ данных, включая создание отчета в привычной для них оболочке операционной системы Windows. Функции обеспечения и контроля качества QA/QC осуществляют управление состоянием прибора и точностью данных.

Энергосберегающий продукт

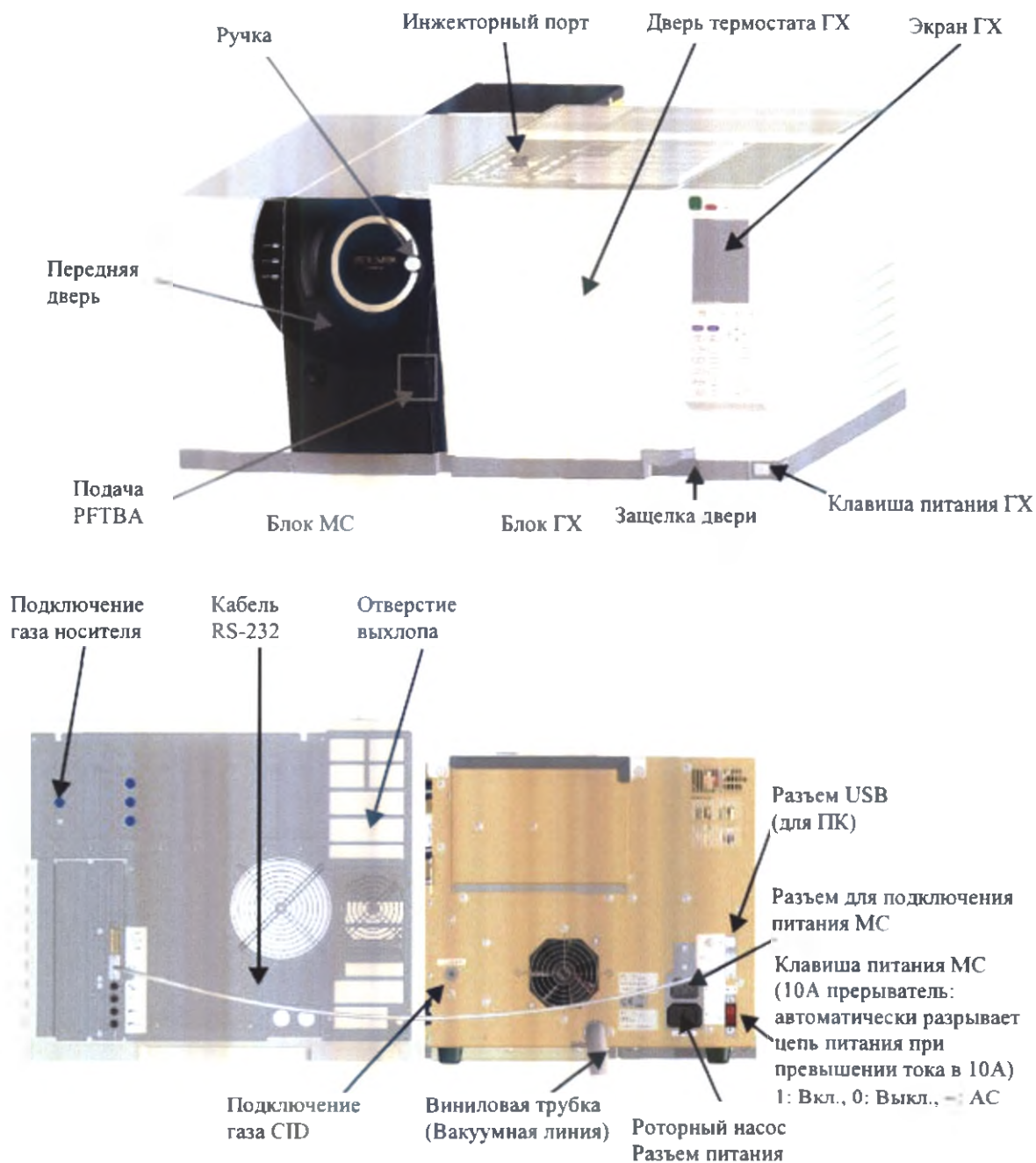
Экологичный режим позволяет снизить расход энергии во время ожидания работы на 26.2% по сравнению с обычным режимом. (Дни анализов: 20 дней в месяц, выполнение анализов: 6 часов в день, режим ожидания: 18 часов в день. В режиме ожидания, температура термостата ГХ 100°C)

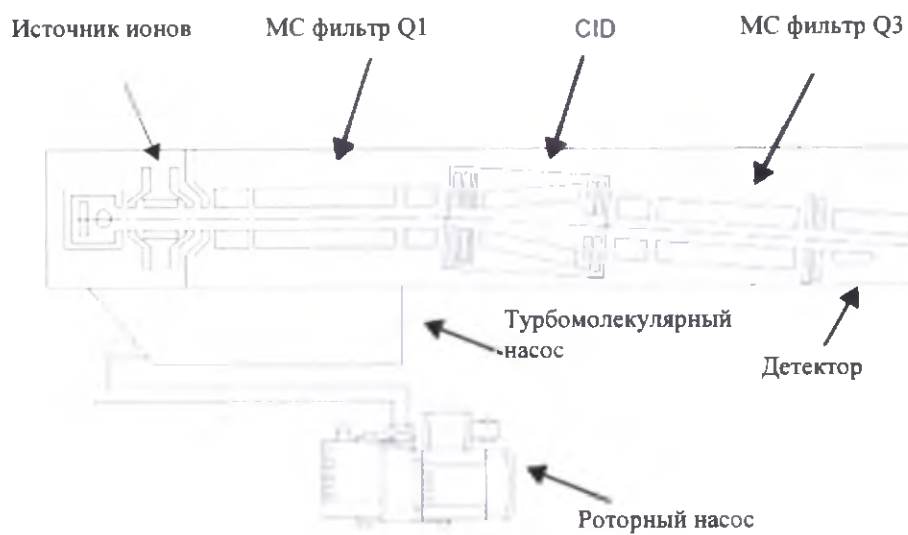
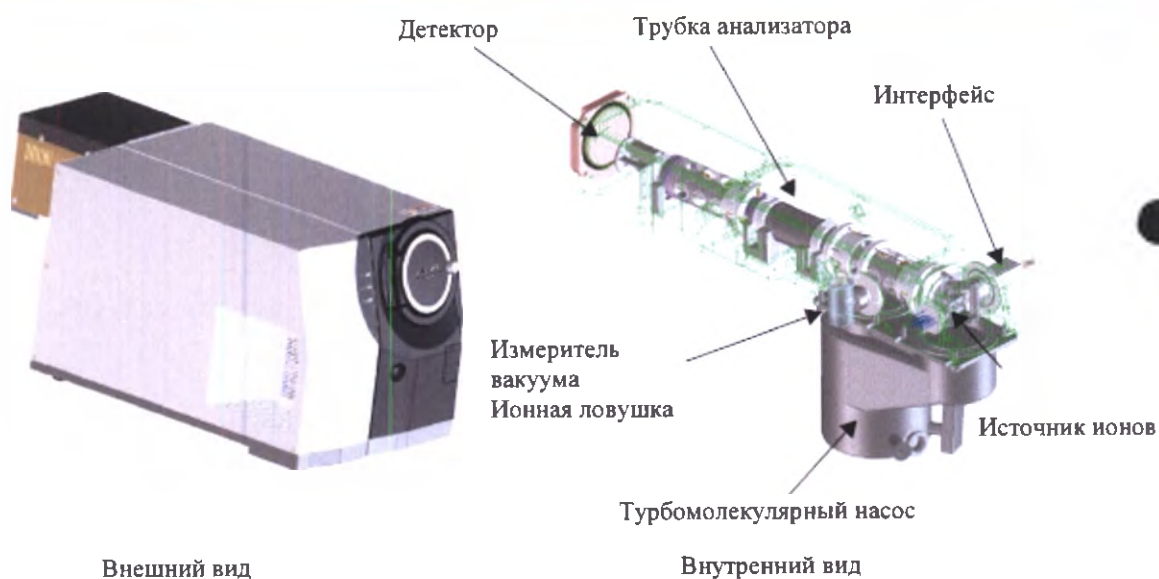


1.4 Названия компонентов

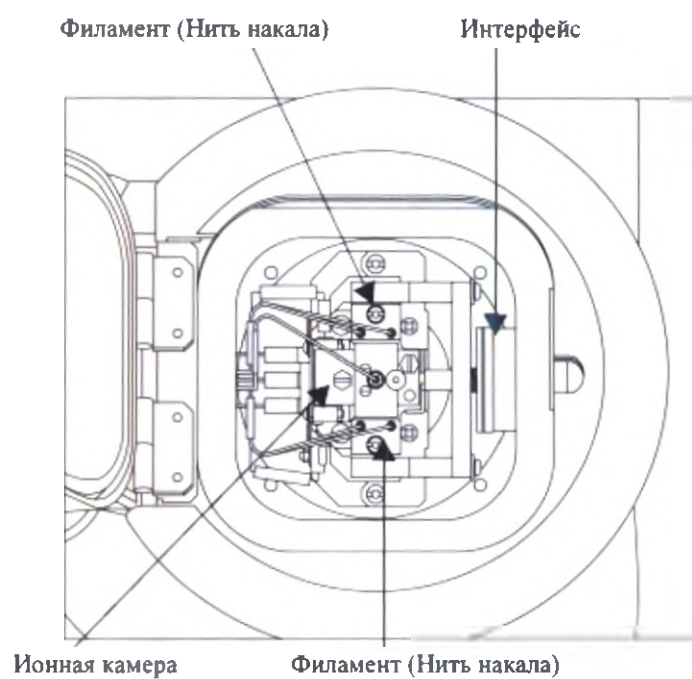
Данный прибор содержит газовый хроматограф (ГХ), масс-спектрометр (МС), роторный насос, персональный компьютер (ПК), включающий монитор и принтер, а также другие опции. Для газового хроматографа GC-2010Plus, обращайтесь к отдельному руководству по эксплуатации GC-2010Plus.

1.4.1 Аналитическая система ГХ/МС

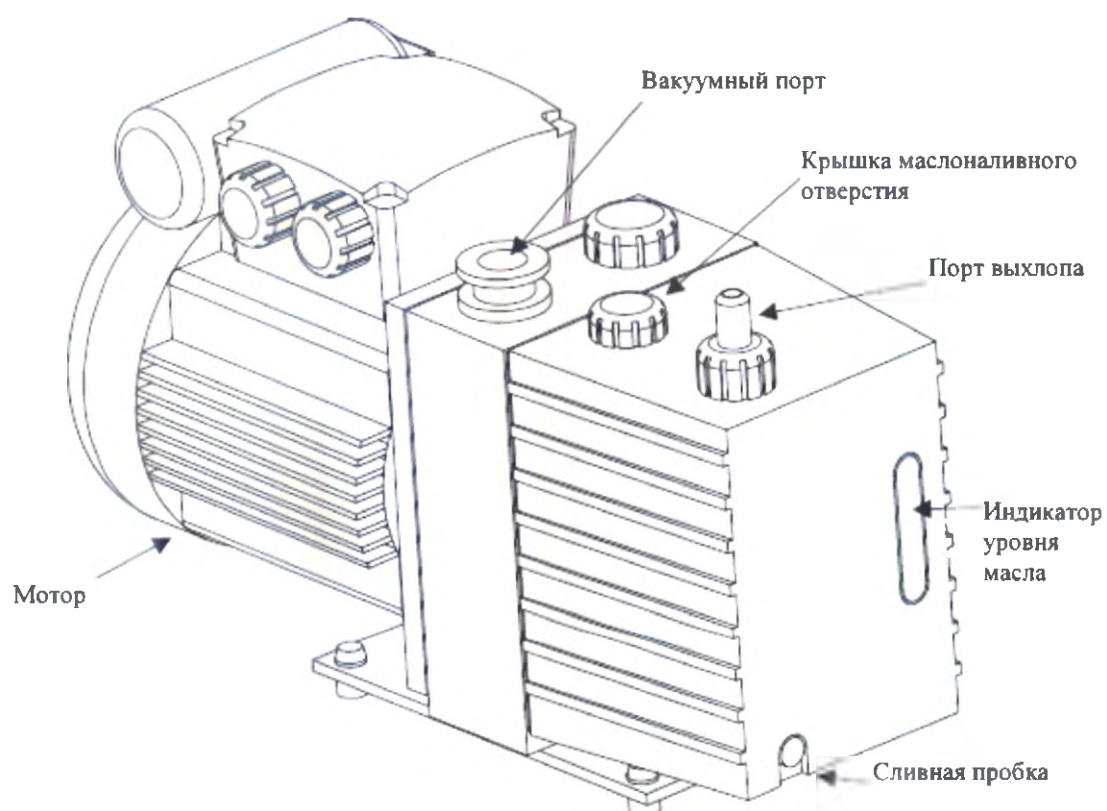




1.4.2 Ионный источник



1.4.3 Роторный насос



1.5 Стандартные принадлежности

Следующие стандартные принадлежности GC-2010Plus включены в набор принадлежностей главного блока ГХ/МС.

Название части	Каталожный номер	Кол-во
Кабель, USB	S088-50825-30	1
Кабель, RS-232	S088-50906-11	1
Крышка интерфейса	S225-11674	1
Виниловая трубка	S016-31331	1
Хомуты	S037-61019	2
Крышка инжектора	S221-43597-01	1
Трубка, входа воздуха, чистая	S221-72658-91	1

Относительно дополнительного набора расходных, обращайтесь к разделу «[Приложение В.1.3](#)
Набор расходных частей (Опция)».

2.1 Введение

Данный раздел описывает следующие основные рабочие процедуры GCMSsolution:

- Включение и выключение прибора
- Ежедневное включение и выключение
- Замену колонки
- Конфигурирование системы
- Проверку и настройку системы

Понимание этих значений очень важно для работы с прибором GCMS-TQ8040 и программным обеспечением GCMSsolution.

2.2 Основы ГХ

Для информации о газовом хроматографе GC-2010Plus, обращайтесь к поставляемому вместе с ним руководству по эксплуатации. Заметьте, что стандартные процедуры для работы с GC-2010Plus могут отличаться от тех, которые описаны ниже.

2.2.1 Параметры прибора

Параметры прибора, включая температуры ГХ и параметры давления, могут быть установлены через ПК. Параметры сохраняются в файле называемом «файлом метода». Файл метода может храниться на жестком диске, а сохраненные в нем параметры могут загружаться в программу. Для более полной информации о файлах метода, обращайтесь к разделу 3.3 «Установка методов измерения данных» в руководстве по эксплуатации GCMSsolution.

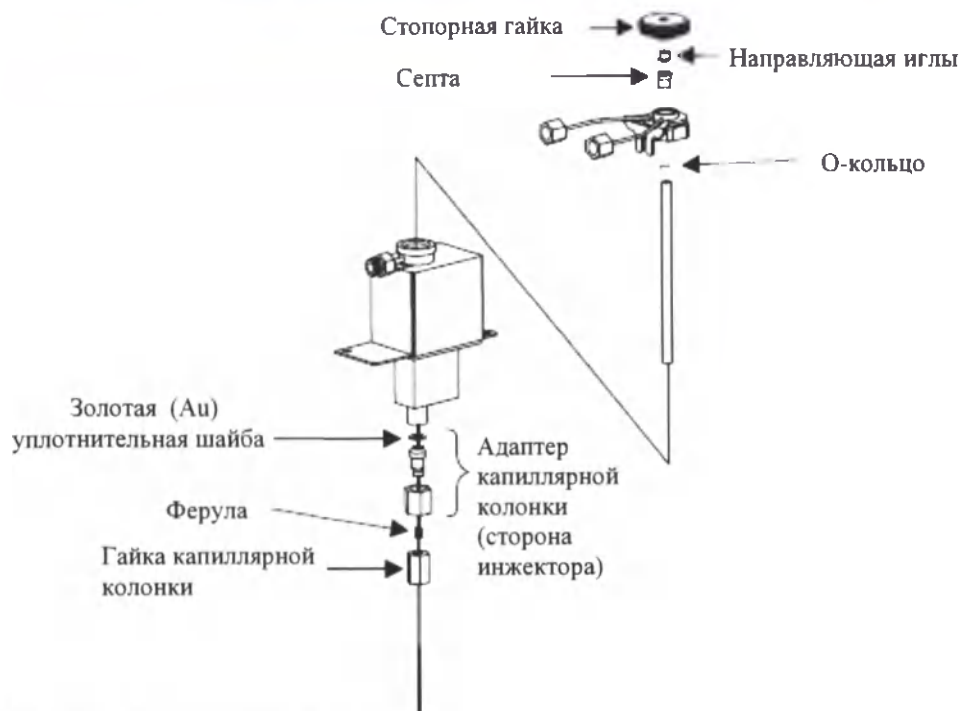
Параметры ГХ могут быть заданы напрямую через клавиатуру или из файла метода на ПК.

2.2.2 Описание инжекторного порта

При работе с ГХ/МС системой, должно быть исключено попадание воздуха в газ носитель. Обеспечение чистоты газа приводит:

1. К отсутствию загрязнения колонки.
2. К продлению срока службы МС филамента и источника ионов.
3. К уменьшению фоновому шуму в анализаторе.

Для предотвращения напуска воздуха в газ носитель, стандартный инжекторный порт продукта уплотнен золотой уплотнительной шайбой (Au), как показано на рисунке ниже.



2.3 Требования к газам

Этот раздел описывает газ носитель и газ CID используемые данной системой. Для поддержания безопасности и обеспечения характеристик прибора должны выполняться представленные ниже условия.

2.3.1 О газе носителе

Гелий (Давление подачи: 300 – 980 кПа)
Чистота: 99.995% или выше и кислород $O_2 < 3 \text{ ppmV}$

При характеристиках газа отличающихся от указанных выше могут использоваться дополнительные принадлежности. Для более подробной информации, обращайтесь к руководствам поставляемым вместе с ними.

- Некоторые приложения, такие как анализ пестицидов, могут потребовать наличие гелия более высокой чистоты (99.999 – 99.9999 %).
- Диапазон установок давления и скорости потока в ГХ зависит от давления подачи. Обычно, необходимо давление подачи в 700 – 800 кПа.



Примечание

Любой напуск воздуха в линию газа носителя приводит к снижению чистоты газа и может ухудшить характеристики системы. Гелий, подаваемый в ГХ должен соответствовать или превышать приведенные характеристики чистоты. Использование газа меньшей чистоты может ухудшить характеристики системы.

2.3.2 О газе CID

Характеристики аргона

Аргон, используемый для газа CID (Ионизация соударительной диссоциации). Используйте газ с представленными ниже характеристиками.

Давление подачи аргона: 350 – 450 кПа

Чистота: 99.99 % или выше

* Когда давление подачи не поднимается до 450 кПа или ниже, в зависимости от места установки, добавьте опциональный регулятор (S225-22680-41). Требуемое давление подачи станет от 500 до 800 кПа.



Опасно

Предостережения при использовании газовых баллонов высокого давления

Если вы используете газовые баллоны высокого давления для подачи газа носителя, то для безопасного обращения и предотвращения несчастного случая при работе с ними, следуйте указаниям поставщиков и прочим.

- Держите газовые баллоны в хорошо проветриваемом помещении за пределами места установки прибора. Избегайте попадания прямого солнечного света. Используйте трубопровод для подачи газа от баллона к прибору. В случае использования сжиженных газов, меры предосторожности определены правилами пожарной безопасности.
- Не устанавливайте газовые баллоны высокого давления в местах, где температура может подниматься выше 40°C. Не используйте открытый огонь менее чем за 2 метра от баллона.
- Выбирайте место с хорошей вентиляцией, и перед началом работы проверяйте утечку газа с использованием, например, мыльного раствора.
- Закрепите газовые баллоны высокого давления при помощи стоек для баллонов или цепей, так чтобы они не упали.
- Используйте «безмасляные» редукторы. Так же, не используйте редукторы или трубки, внутренние поверхности которых, контактирующие с газом, покрыты маслом.
- После завершения использования газа, сразу закройте главный вентиль баллона.
- Проверяйте работу газового манометра раз в три месяца.
- Для использования баллонов с объемом 300м³ и более, требуется специальное разрешение.

Обращайтесь с газовыми баллонами высокого давления аккуратно и в соответствии с правилами и законами, принятыми в вашей стране.

Подача газа CID

1

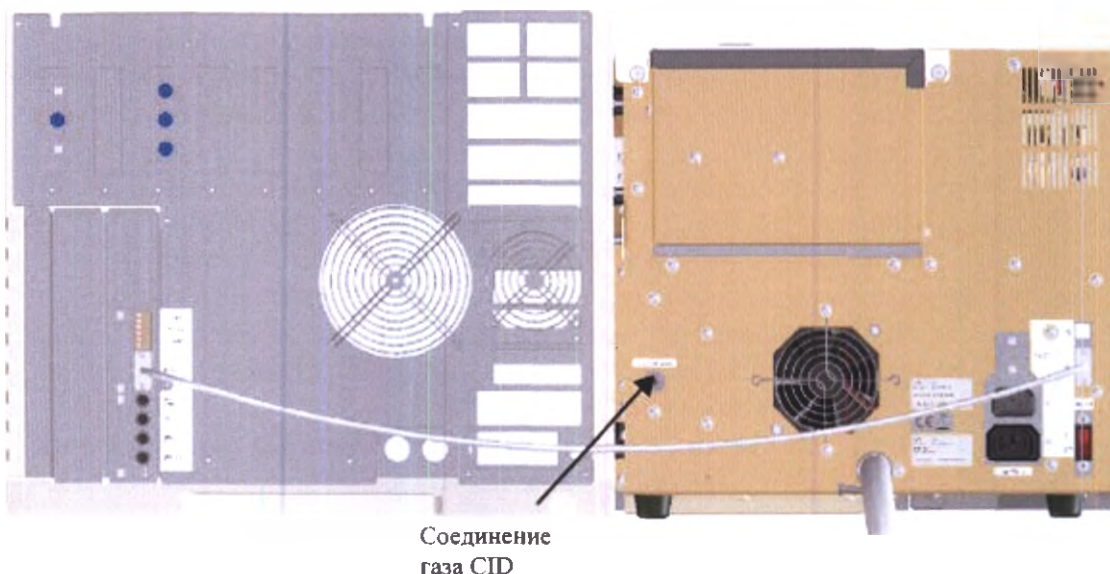
Подсоедините газовую трубку аргона сзади прибора.

Соединение М-типа Шимадзу установлено сзади прибора.

Следующие газовая арматура должна быть приготовлена для подключения GCMS-TQ8040 к баллону с аргоном.

Название части	Кат. №
Редуктор	S221-35999-01
Газовая линия (длина: 2.5 м)	S201-48067
Газовая линия (длина: 5 м)	S201-48067-05
Газовая линия (длина: 10 м)	S201-48067-10
Газовая линия (длина: 15 м)	S201-48067-15
Удлинитель газовой линии (длина: 2 м)	S221-26171-20

- 2** Откройте главный вентиль аргона для подачи газа CID.
Проверьте, что давление подачи 300 – 450 кПа.



2.4 Запуск и выключение прибора

Этот раздел объясняет, как включать и выключать установленный прибор.

2.4.1 Запуск прибора

- 1** Включите газ носитель.

1.1 Газ носитель

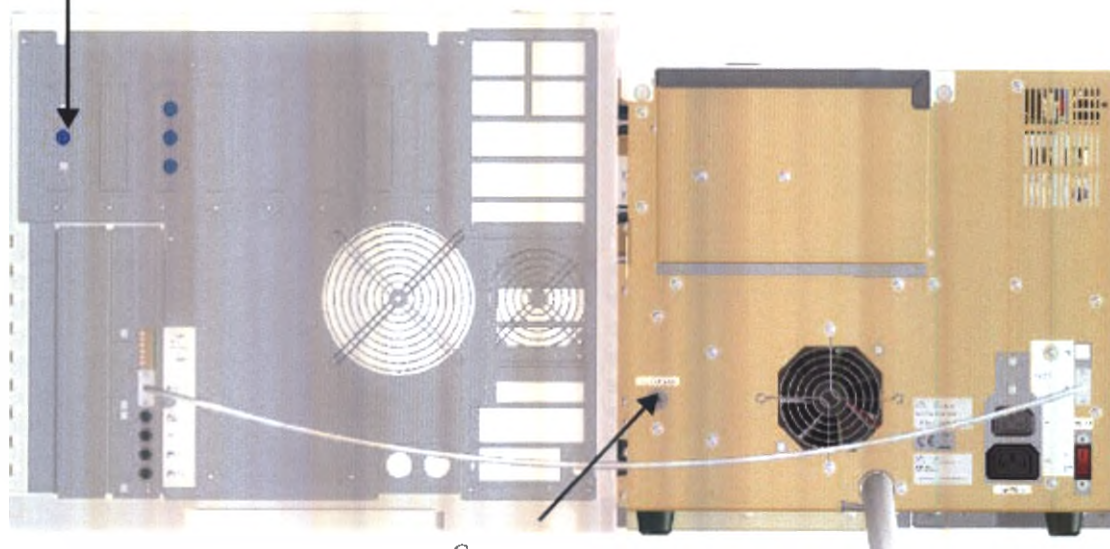
- 1 После подтверждения того, что газ носитель гелий с чистотой не менее 99.995 %, проверьте чтобы линия газа носителя была соединена, как показано на рисунке ниже.
- 2 Откройте главный вентиль баллона газа носителя.
- 3 Убедитесь, что давление подачи или давление газа носителя на входе в ГХ, 300 – 980 кПа (около 3 – 9.8 kgf/cm²).



Примечание

При смене газовых баллонов, убедитесь, что отсутствует утечка в соединениях на баллоне.

Соединение
газа носителя



Соединение
газа CID

1.2 Газ CID

- 1 После подтверждения того, что CID газ аргон с чистотой не менее 99.99 %, проверьте чтобы линия газа CID была соединена, как показано на рисунке ниже.
- 2 Откройте главный вентиль баллона газа CID.
- 3 Убедитесь, что давление подачи 350 – 450 кПа (около 3.5 – 4.5 kgf/cm²).



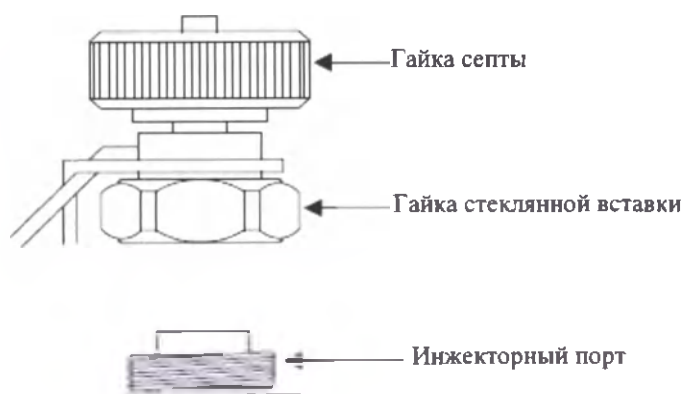
Примечание

При смене газовых баллонов, убедитесь, что отсутствует утечка в соединениях на баллоне.

2 Проверьте вставку (лайнер).

Проверьте стеклянную вставку инжекторного порта на предмет пригодности для приложения используя следующую процедуру.

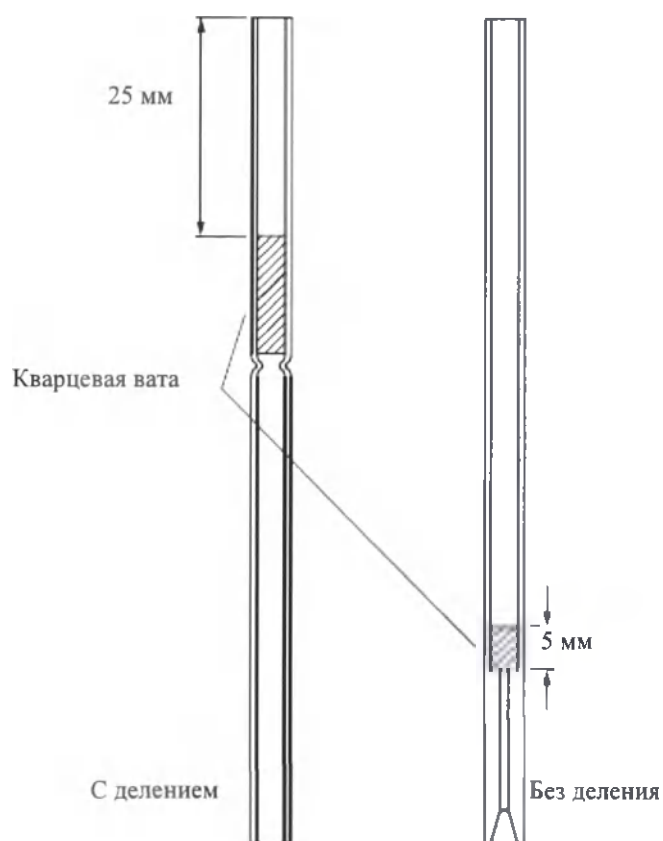
Удерживая гайку септы открутите гайку стеклянной вставки инжекторного порта. Поднимите гайку септы вертикально вверх и удалите ее.



Внимание

Очень важно держать гайку септы во время снятия гайки стеклянной вставки. Если вы откручиваете гайку стеклянной вставки не держа гайку септы, то она натягивает трубки. Гайка септы давит на стеклянную вставку и ломает ее.

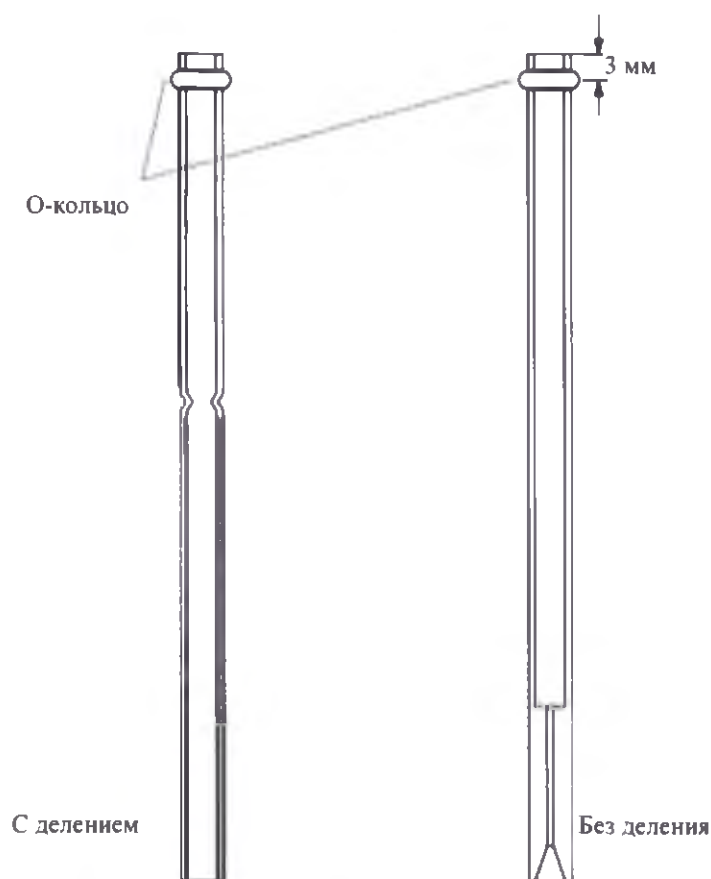
- 2 Выньте стеклянную вставку пинцетом и убедитесь, что она подходит для приложения. Согласно рисунку ниже. Проверьте, чтобы кварцевая вата была чистой и установлена правильно.



- Если кварцевая вата загрязнена, удалите, почистите или замените ее. Поместите необходимое количество чистой кварцевой ваты в указанное место. Для дозирования с делением, это около 10 мг., а без деления около 2 мг..

Установите стеклянную вставку и графитовую ферулу, как показано ниже. При необходимости обращайтесь к рисунку верхней части инжекторного порта.

- 1) Надвиньте О-кольцо на стеклянную вставку, так чтобы оно находилось в 4-х мм от верхнего края, как показано на рисунке ниже. Вставьте стеклянную вставку в инжекторный порт пока она не коснется дна. При правильной установке вставки, О-кольцо окажется в 3-х мм от верха вставки.
- 2) Установите сборку гаек инжекторного порта сверху стеклянной вставки.
- 3) Аккуратно затяните гайку рожковым ключом из набора инструментов (опция) и полностью затяните ее на треть или половину оборота.

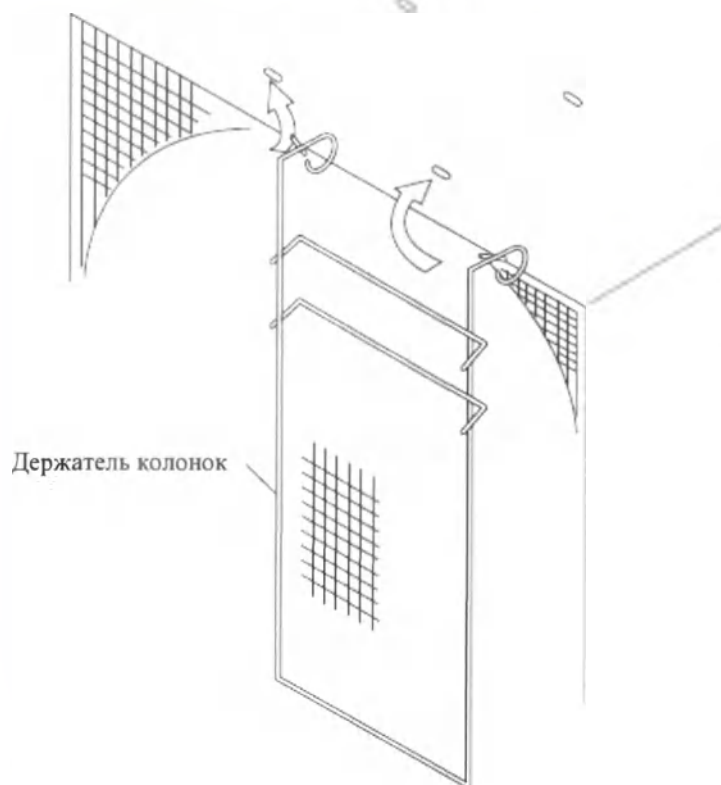


3 Установите держатель колонок и капиллярную колонку.

Установка держателя колонок

Вставьте держатель колонок в установочные отверстия следующим образом:

Сдавите верхнюю часть держателя, так чтобы его концы могли быть вставлены в установочные отверстия. Стандартное положение для установки держателя находится в задней части. Когда устанавливаются две колонки, то установите одну спереди, а другую сзади.



Подсоединение капиллярной колонки к инжекторному порту

- 1 Проденьте капиллярную колонку через гайку и Веспелевскую ферулу. В соответствии с рисунком «Использование приспособления для сборки колонок».
- 2 Вставьте конец капиллярной колонки в приспособление для сборки (Кат.№ S225-01453-95) из набора (опция), так чтобы капиллярная колонка выступала из другого конца приспособления примерно на 1 см, как показано на рисунке «Использование приспособления для сборки колонок», плотно затяните гайку для ее фиксации. Отрежьте выступающий кончик капиллярной колонки.
- 3 Пометьте колонку ниже затянутой гайки липкой лентой, как показано на рисунке «Маркировка колонки липкой лентой».
- 4 Удалите капиллярную колонку из приспособления без смещения ленты и смочите ее ацетоном. Вставьте колонку в инжекторный порт и затяните гайку руками. Если ферула новая, используйте ключ для затягивания гайки еще на один оборот. Если ферула уже использовалась ранее, подтяните гайку, повернув на 20 – 40 градусов.
- 5 Удалите ленту использованную для пометки колонки.

Название части	Кат. №
Веспелевская ферула	S670-15003-03 (для колонок 0.25 мм) (опция)
	S670-15003-04 (для колонок 0.32 мм) (опция)
	S670-15003-07 (для колонок 0.53 мм) (опция)
Приспособления для сборки колонок	S225-01453-95 (опция)

Название части	Кат. №
Гайка	S670-11009 (опция)
Резак для капиллярных колонок	S221-50595-91 (опция)

Отрежьте
выступающий из
приспособления
кончик колонки

Приспособление для
установки колонки
(для инжектора)

Ферула

Гайка

Капиллярная колонка

40 мм

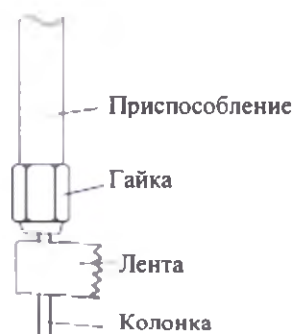
(21 мм для колонок
0.53 мм)

Использование приспособления для сборки колонок



Примечание

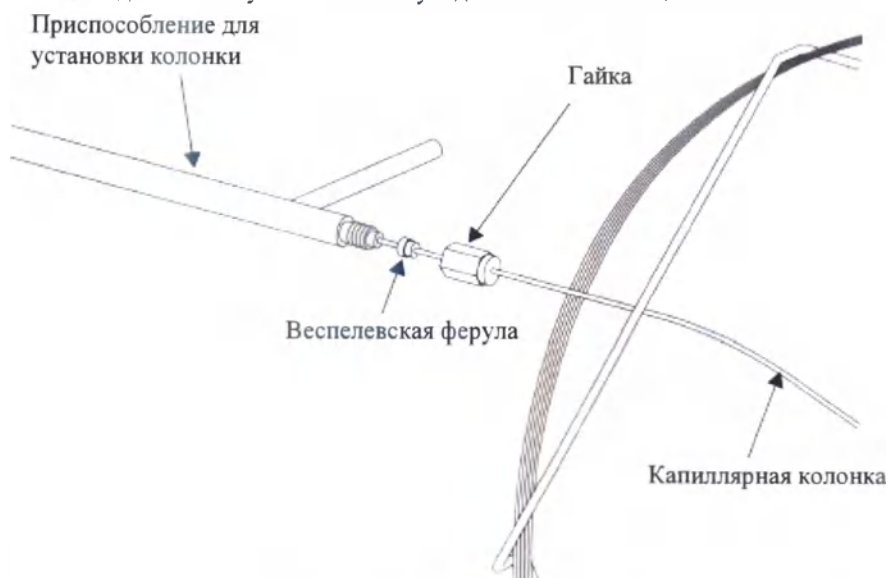
Графитовая ферула фиксируется на колонке при помощи приспособления, однако Веспелевская ферула не фиксируется и может сдвигаться по колонке. Для ее установки на колонке в требуемом положении, пометьте колонку под Веспелевской ферулой и гайкой липкой лентой. Обязательно удалите ленту после установки.



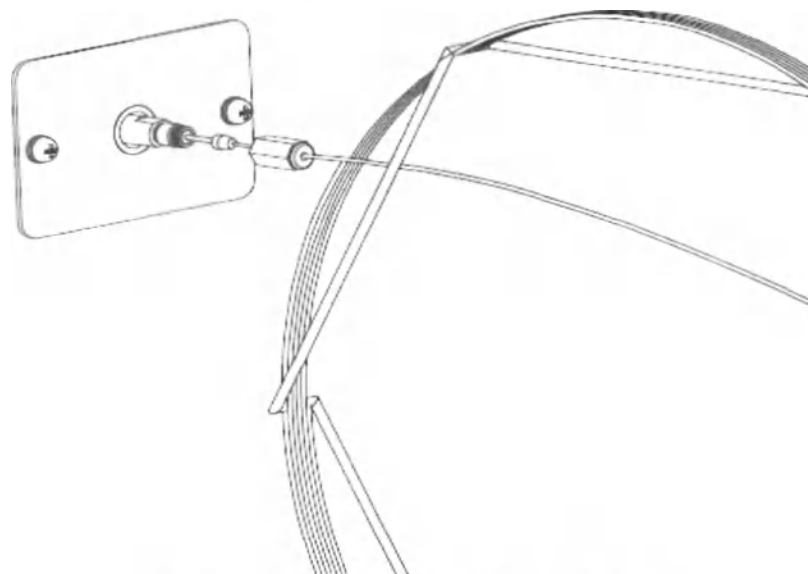
Маркировка колонки липкой лентой

Подключение капиллярной колонки к масс-спектрометру

- 1 Проденьте капиллярную колонку через гайку и Веспелевскую ферулу. В соответствии с рисунком «Использование приспособления для сборки колонок».
- 2 Вставьте конец капиллярной колонки в приспособление для сборки (Кат. № S225-01453-94) из набора (опция), так чтобы капиллярная колонка выступала из другого конца приспособления примерно на 1 см, как показано на рисунке «Использование приспособления для сборки колонок», плотно затяните гайку для ее фиксации. Отрежьте выступающий кончик капиллярной колонки.
- 3 Пометьте колонку ниже затянутой гайки липкой лентой, как показано в примечании.
- 4 Удалите капиллярную колонку из приспособления без смещения ленты и смочите ее ацетоном. Вставьте колонку в интерфейс МС и затяните гайку руками. Если ферула новая, используйте ключ для затягивания гайки еще на один оборот. Если ферула уже использовалась ранее, подтяните гайку, повернув на 20 – 40 градусов.
- 5 Удалите ленту использованную для пометки колонки.



Использование приспособления для сборки колонок



Подключение капиллярной колонки к МС



Примечание

Для предотвращения фоновго шума, всегда используйте Веспелевскую ферулу для подключения колонки к МС. Графитовая ферула фиксируется на колонке при помощи приспособления, однако Веспелевская ферула не фиксируется и может сдвигаться по колонке. Для ее установки на колонке в требуемом положении, пометьте колонку под Веспелевской ферулой и гайкой липкой лентой. Обязательно удалите ленту после установки.



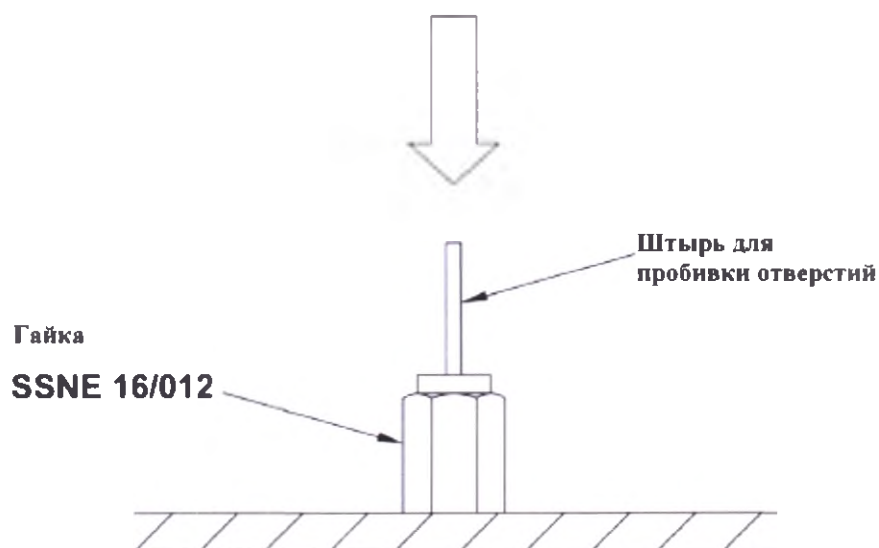
Маркировка колонки липкой лентой



Примечание

Штырь, для пробивки отверстий поставляемый в наборе инструментов (опция) для установки гаек (SSNE 16/012) использованных для установки капиллярных колонок. Он предназначен для удаления ферул застрявших внутри установочных гаек (SSNE 16/012) при их повторном использовании. Для уменьшения износа на резьбе интерфейса, используйте их только два или три раза.

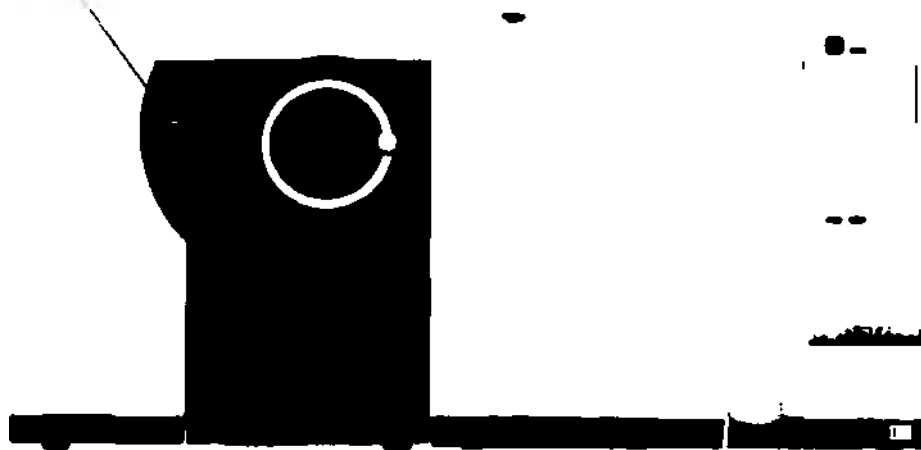
Забивается молотком



4 Включите прибор.

- 1 Убедитесь, что прерыватель контролирующий питание прибора включен и включите ГХ.
- 2 Включите компьютер, монитор и принтер, и запустите Windows.
- 3 Включите Масс-спектрометр. Загорится светодиод питания в верхнем левом угле МС.

Светодиод питания

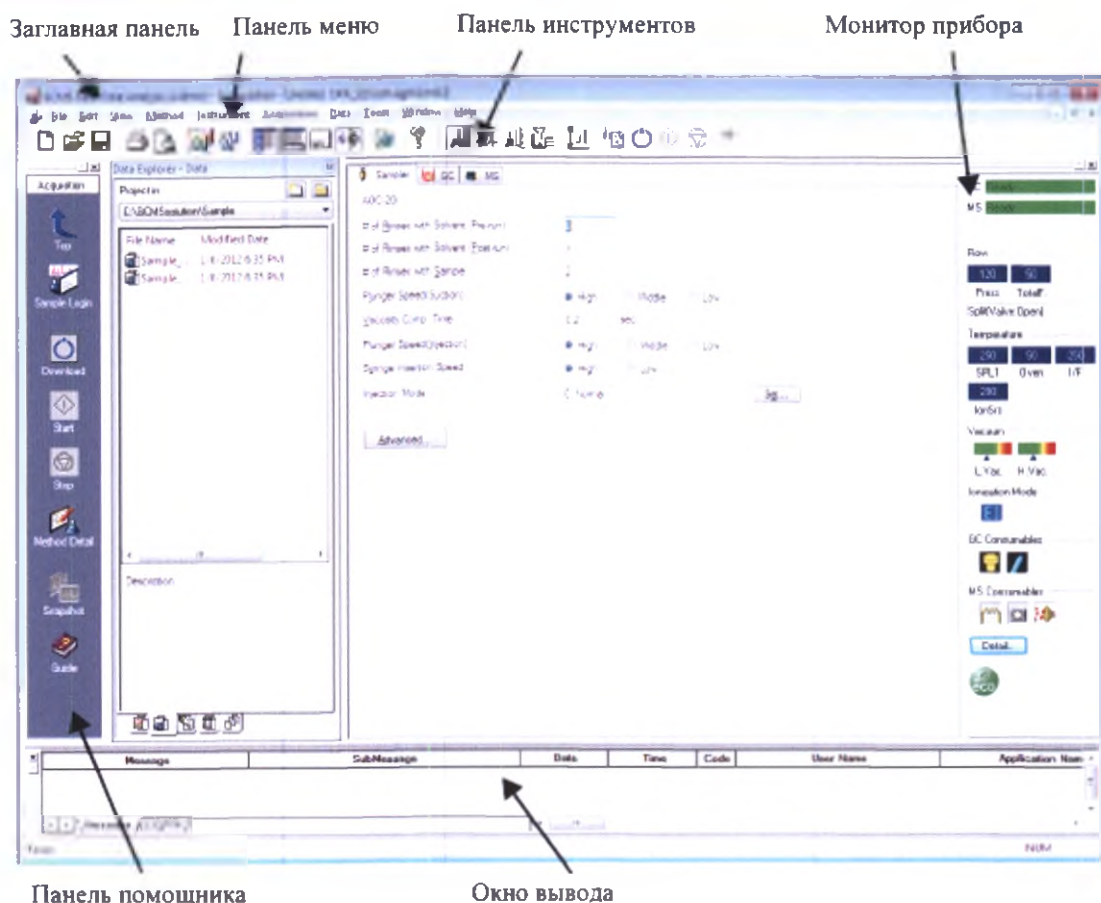


5 Запустите программу GCMSsolution.

- 1 Дважды нажмите значок  анализа ГХМС в реальном времени [GCMS Real Time Analysis]. Появится диалоговая панель входа в систему [Login].



- 2 Введите ваши имя пользователя и пароль. При первом доступе к программе, используйте исходное имя пользователя «Admin» и пустое поле для пароля. После ввода необходимой информации, нажмите кнопку [OK]. Запустится программа ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis].



6 Запустите вакуумирование системы

⚠ Внимание

Если прибор был выключен длительное время и окружающая температура низкая, то масло роторного насоса станет очень вязким. Когда во время работы насоса вязкость масла слишком большая, происходит сильная нагрузка на мотор. Прерыватель подачи основного питания (сзади прибора, смотрите раздел «1.3.1 Аналитическая система GX/MC») может сработать, выключив прибор. Когда прибор был выключен и оставлен в холодном помещении, увеличьте окружающую температуру и запустите прибор после того, как температура роторного насоса станет выше минимальной требуемой по спецификации (18°C).

⚠ Внимание

Перед началом вакуумирования системы, убедитесь, что ручка дверки на передней панели MC затянута.



Внимание

Не затягивайте ручку дверки на передней панели МС после запуска вакуумирования системы. В противном случае, ее будет невозможно открутить после выключения прибора.



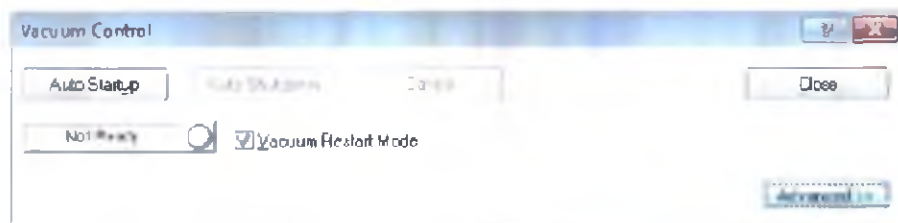
Внимание

При замене колонки на другую, с большим внутренним диаметром, в масс-спектрометр может поступать значительный поток газа носителя, что помешает запуску вакуумирования системы. Перед началом вакуумирования системы, настройте давление газа носителя и убедитесь, что его поток через колонку ниже 15 мл/мин. (менее 5 мл/мин для CI/NCI (положительной или отрицательной химической ионизации)).

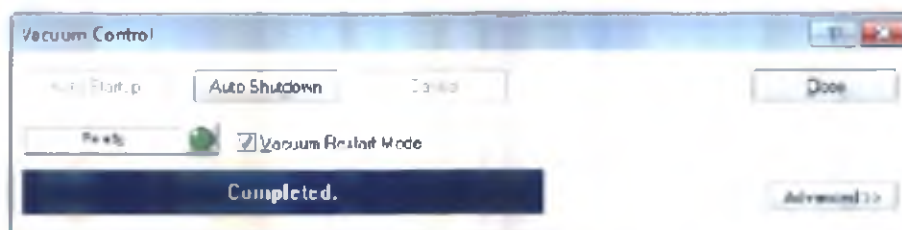


Vacuum Control

- 1 Нажмите значок контроля вакуума [Vacuum Control] на панели помощника. Появится диалоговая панель контроля вакуума [Vacuum Control].



- 2 Нажмите кнопку автоматического запуска [Auto Startup].
Замигает индикатор запуска, будет представлена панель хода процессов и начнется последовательность включения вакуумирования системы. Последовательно будут запущены различные компоненты, как представлено на панели развития, а когда вакуум системы будет готов к работе, появится сообщение о завершении процесса «Completed».



Примечание

Если на диалоговой панели контроля вакуума [Vacuum Control] выбран пункт режима перезапуска вакуумирования [Vacuum Restart Mode], то прибор будет автоматически перезапускаться во время случайного отключения прибора (например, при отключении электропитания).

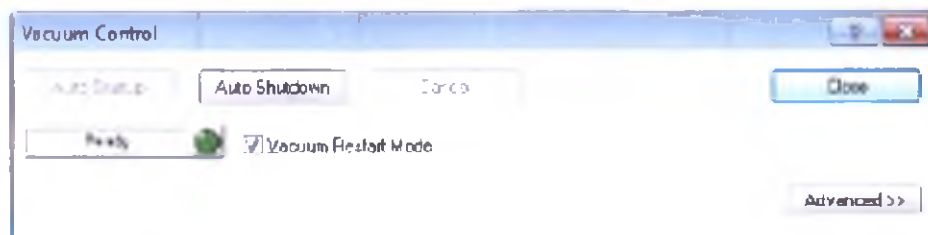
- 3 Закройте диалоговую панель контроля вакуума [Vacuum Control].

2.4.2 Выключение прибора

1 Выключение вакуумирования системы.

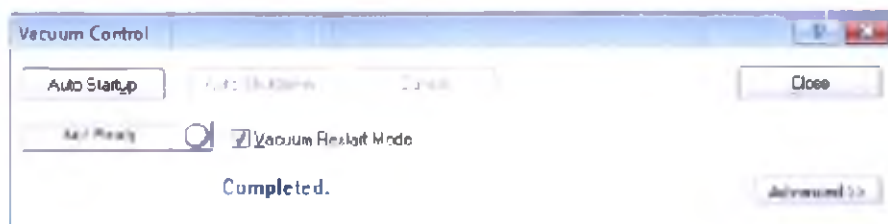
/ Для открытия диалоговой панели контроля вакуума [Vacuum Control] на панели помощника

 нажмите значок **Control** контроля вакуума [Vacuum Control].



2 Нажмите кнопку автоматического выключения [Auto Shutdown].

Замигает индикатор выключения, появится панель хода процессов и начнется последовательность выключения вакуумирования системы. Последовательно будут выключаться различные компоненты, как показано на панели, а затем, когда выключение вакуумирования системы завершится, появится сообщение об этом «Completed».



3 Чтобы закрыть диалоговую панель контроля вакуума [Vacuum Control] нажмите кнопку закрыть [Close].



Внимание

Если передняя дверка вакуумной камеры открывалась после выключения вакуумирования системы, то ослабьте ручку, повернув ее на один оборот влево.

2 Выйдите из программы GCMSsolution.

/ Выберите выход в меню файла.

Программа ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis] будет закрыта.

3 Выключите питание и подачу газа носителя.

/ Выключите компьютер, монитор и принтер.

2 Выключите ГХ.

3 Выключите МС.

4 Закройте главный вентиль баллона с газом носителем.

5 Закройте главный вентиль баллона с газом CID.

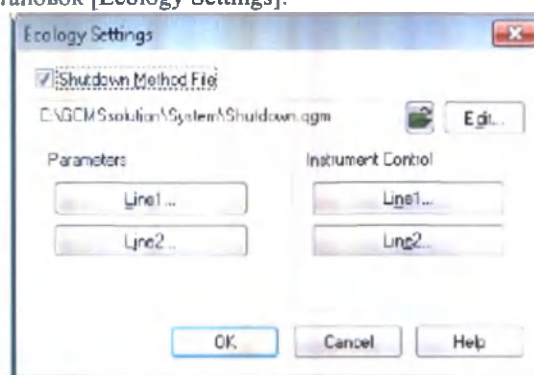
2.5 Ежедневный запуск и выключение

При ежедневном использовании прибора, вакуумная система остается включенной после каждого использования в отличие от выключения и перезапуска, что позволяет получать пригодные для анализа условия, значительно быстрее. Этот раздел описывает то, как установить параметры выключения, когда прибор остается в режиме ожидания анализа и как выполнить выключение.

2.5.1 Ежедневное выключение

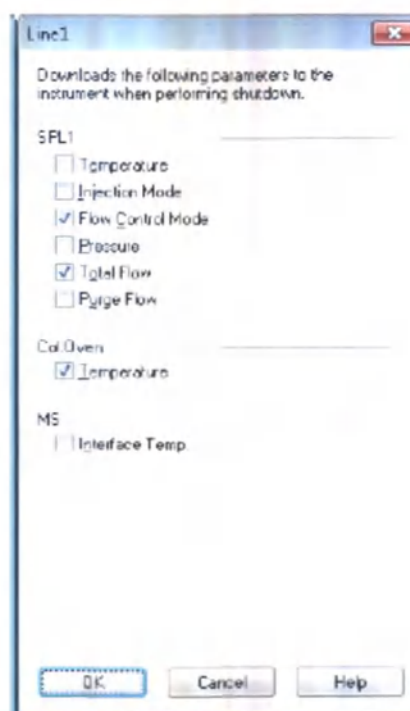
Установка параметров выключения

- 1 Выберите выключение [Shutdown] в меню инструментов [Tools] для открытия диалоговой панели экологических установок [Ecology Settings].

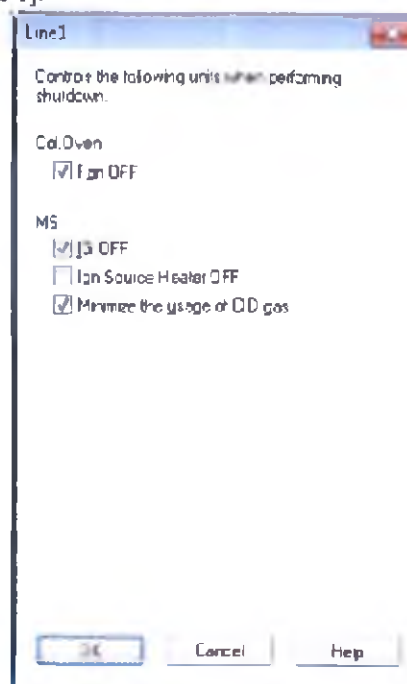


- 2 В текстовой панели файла метода выключения [Shutdown Method File], введите название файла метода для загрузки в прибор при выполнении выключения. Для изменения установок метода, нажмите кнопку редактирования [Edit] и сделайте новые установки в открывшейся программе редактора ГХМС анализа [GCMS Analysis Editor].

- 3 Нажмите кнопку первой линии [Line 1] в параметрах [Parameters], чтобы открыть диалоговую панель [Line 1].



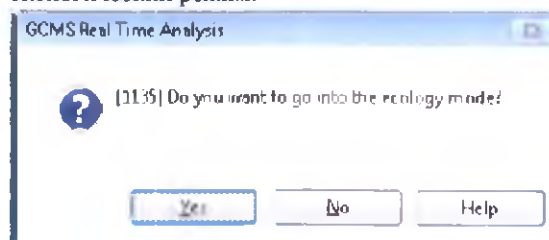
- 4 Выберите какие из параметров файла метода выключения должны загружаться в прибор и нажмите кнопку [OK]. Только отмеченные параметры будут загружаться в прибор при выключении.
- 5 Введите необходимые установки для используемого оборудования в диалоговом окне второй линии [Line 2] и диалоговом окне дополнительного нагревателя или потока [Additional Heater/Flow].
- 6 Нажмите кнопку первой линии [Line 1] в контроле прибора [Instrument Control] для открытия диалогового окна [Line 1].



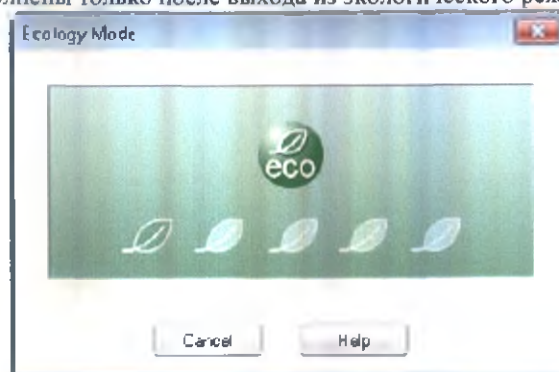
- 7 Выберите параметры для отключения во время завершения работы и нажмите кнопку [OK]. Только отмеченные параметры будут выключены.
- 8 Аналогично, сделайте установки в диалоговом окне второй линии [Line 2].
- 9 Нажмите OK в диалоговом окне экологических установок [Ecology Settings].

Выполнение выключения

- 1 Нажмите значок экологического режима  на мониторе прибора в программе ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis]. Появится сообщение о том, хотите вы или нет войти в экологический режим.



- 2 Нажмите да [Yes]. Установки диалоговой панели экологических установок [Ecology Settings] будут загружены в прибор, и он перейдет в экологический режим. Во время выполнения экологического режима открыта диалоговая панель экологического режима [Ecology Mode]. Все остальные операции в программе ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis] могут быть выполнены только после выхода из экологического режима.



Примечание

Если передняя дверка вакуумной камеры открывалась после выключения вакуумирования системы, то ослабьте ручку, повернув ее на один оборот влево.

- Прибор автоматически не переключится в энергосберегающий режим, пока он выполняет измерение. Прибор перейдет в энергосберегающий режим после завершения текущих процессов и истечению заданного времени.
- Режим энергосбережения может быть активирован вручную, в зависимости от опциональных установок питания. Однако не переключайтесь вручную в режим энергосбережения, пока прибор выполняет измерение. Иначе может возникнуть ошибка связи с прибором.
- Эта возможность не совместима с блоками предварительной подготовки кроме HS-20, Turbomatrix HS серии или AOC-20.

Для информации об установках режима энергосбережения, обращайтесь к руководству по эксплуатации или меню помощи для Windows.

2.5.2 Ежедневный запуск

Когда вакуумная система уже работает при выполнении процедуры ежедневного выключения, следуйте процедуре описанной ниже.

- 1 На диалоговой панели экологического режима [Ecology Mode], нажмите отменить Cancel. Прибор автоматически перейдет в состояние до входа в экологический режим.

Примечание

Когда ПК находится в энергосберегающем режиме, сначала выйдите из него, а затем отмените экологический режим.

Для информации об установках энергосберегающего режима, обращайтесь к руководству по эксплуатации или меню помощи для Windows.

Примечание

Во время работы программы ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis] не подключайте и не отключайте устройства соединенные через USB (такие как USB память или принтеры). В противном случае могут возникнуть проблемы со связью.

2.6 Замена колонки

Этот раздел описывает процедуру замены колонки при снижении ее производительности или когда необходима колонка более подходящая для приложения. Если колонка заменена неправильно, может произойти утечка вакуума.

2.6.1 Выключение вакуумной системы

1 Выключение вакуумной системы.

Обращайтесь к разделу «2.4.2 Выключение прибора».

2 Замена колонки.

1 Удалите установленную колонку.

2 Открутите гайки соединений инжектора и масс-спектрометра и снимите капиллярную колонку. Если Веспелевская ферула и гайка со стороны МС остались на колонке, то она может храниться вместе с ними.

Веспелевские ферулы и гайки, требуемые для установки капиллярной колонки, считаются расходными частями и должны храниться в достаточном количестве. Обращайтесь к «Приложению В.1 Список запасных и расходных частей».

3 Подсоедините колонку к инжекторному порту.

Обращайтесь к параграфу «Подключение капиллярной колонки к инжекторному порту» в разделе 2.4.1 «Запуск прибора».

4 Подсоедините колонку к порту интерфейса МС.

Обращайтесь к параграфу «Подключение капиллярной колонки к МС» в разделе 2.4.1 «Запуск прибора».

5 Включите прибор.

Обращайтесь к параграфу «Включение прибора» в разделе 2.4.1 «Запуск прибора».

6 Запустите программу GCMSsolution.

Обращайтесь к параграфу «Запуск программы GCMSsolution» в разделе 2.4.1 «Запуск прибора».

7 Запустите вакуумирование системы.

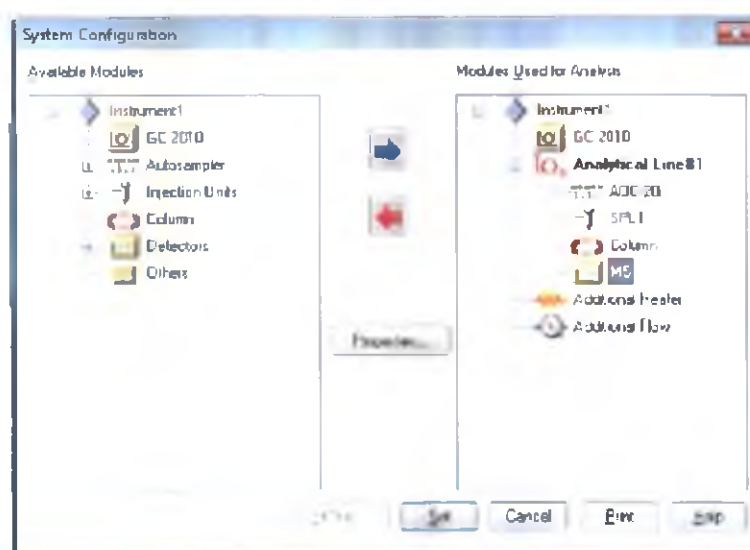
Обращайтесь к параграфу «Запуск вакуумирования системы» в разделе 2.4.1 «Запуск прибора».

2.7 Конфигурация системы

Этот раздел описывает конфигурацию системы. Здесь описываются процедуры ввода свойств для автодозатора, инжекторного порта, колонки, детектора, дополнительного температурного контроля, дополнительного потока и других установленных компонентов.

2.7.1 Конфигурация системы

- 1 Нажмите значок панели помощника конфигурации системы  чтобы открыть диалоговую панель конфигурации системы [System Configuration].



Компоненты, которые могут быть включены в конфигурацию, перечислены на панели доступных модулей слева. Древо структуры включает различные ГХ, автодозаторы, инжекторные порты, детекторы и дополнительные устройства. Для просмотра доступных опций одного компонента, нажмите символ (+) слева от соответствующего значка.

- 2 Для включения компонента в конфигурацию, выберите его значок на панели доступных модулей и нажмите кнопку правой стрелки. Так же можно дважды нажать на значок или перетащить его из левого окна в правое.
Текущая конфигурация системы представлена на панели используемых для анализа модулей справа.

Доступные ГХМС модули

Модуль	Опции
ГХ	GC-2010Plus
Автодозаторы	AOC-20i AOC-20i+s AOC-20d(M) AOC-20d(S)
Инжекторные порты	SPL OCI WBI PTV
Колонки	Колонки
Детекторы	FID FPD FTD ECD TCD MS Другие
Другие блоки	Другие блоки
Дополнительные нагреватели*	
Дополнительные потоки*	
* Блоки подключенные к основному устройству отображаются автоматически.	

3 Дважды нажмите на каждый из перечисленных компонентов на панели используемых для анализа модулей, чтобы открыть диалоговую панель свойств [Properties] и введите необходимые параметры. Для большинства параметров могут быть использованы исходные значения. Для свойств колонок, выберите тип используемой колонки, чтобы автоматически ввести ее характеристики. Проверьте, чтобы МС источник ионов был выбран правильно. Измените все остальные параметры исходя из приложения и конфигурации. Для более полной информации о параметрах для каждого из компонентов ГХ/МС системы, проконсультируйтесь с онлайн помощником ГХМС. Для распечатки конфигурации и свойств, нажмите кнопку печати [Print] на диалоговой панели конфигурации системы [System Configuration].

4 После того, как все компоненты включенные в конфигурацию перечислены на панели модулей используемых для анализа и их параметры заданы, нажмите кнопку установки (Set) и выйдите из диалоговой панели конфигурации системы [System Configuration].

2.7.2 Давление газа CID

Название параметра	Исходное значение [кПа]	Максимум [кПа]	Минимум [кПа]	Замечания
Газ CID	200	230	17	Когда в окне конфигурации системы на странице закладки [MS] нет отметки об использовании CID газа [Use CID Gas], он выключен.

The screenshot shows the 'Modules of Analytical Line#1' configuration window. The 'MS' tab is active. The 'CID Gas Initial value of tuning' is set to 200 kPa. The 'Ion Source' is set to EI. The 'Turbo Molecular Pump 1' and '2' are both set to 200. The 'Vacuum Units' are set to Pa. The 'Test Value of System Check' button is visible at the bottom right.



Примечание

Если используется CID газ, то для анализа могут использоваться все режимы измерений. Если CID газ не используется, то возможны анализы, как для одиночной ГХМС системы использующей режимы измерений, Q3 сканирования или Q3 SIM (измерение по выбранному иону).

2.8 Проверка и настройка системы

Этот раздел описывает, как выполнить проверку и настройку ГХ/МС системы. Проверка системы, это диагностика, которая выполняется перед началом анализа, чтобы удостовериться в нормальной работе прибора. Настройка системы осуществляется при выборе соответствующего пункта в окне настройки [Tuning].

2.8.1 Настройка

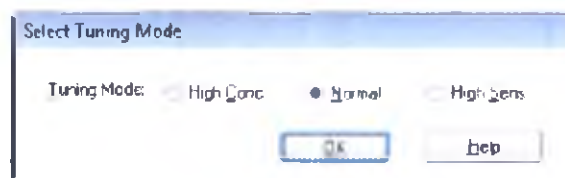
В окне настройки [Tuning], параметры контроля масс-спектрометра могут быть настроены для получения пиков выбранных масс.

Имеется два метода настройки: автоматическая и ручная. Автоматическая настраивает различные параметры контроля прибора заданные в условиях автоматической настройки. При ручной настройке, различные параметры контроля прибора используются для ручной настройки пиков масс. Когда открыто окно настройки [Tuning], будет представлен последний сохраненный или используемый для измерения данных файл настройки. До тех пор пока не внесено никаких изменений, автоматически открывшийся в окне настройки [Tuning] файл настройки будет использоваться для проверки системы или измерения данных.

Операции, связанные с созданием или доступом к файлу настройки описаны ниже.

- 1 Нажмите значок панели помощника настройки  в программе ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis]. Появится окно настройки [Tuning].

Для создания нового файла настройки, выберите в меню файла [File] новый файл настройки [New Tuning File]. Когда тип источника ионов EI (электронный удар), откроется диалоговая панель выбора режима настройки [Select Tuning Mode]. Выберите один из них: большая концентрация, нормальная или высокая чувствительность и переходите к второму шагу.

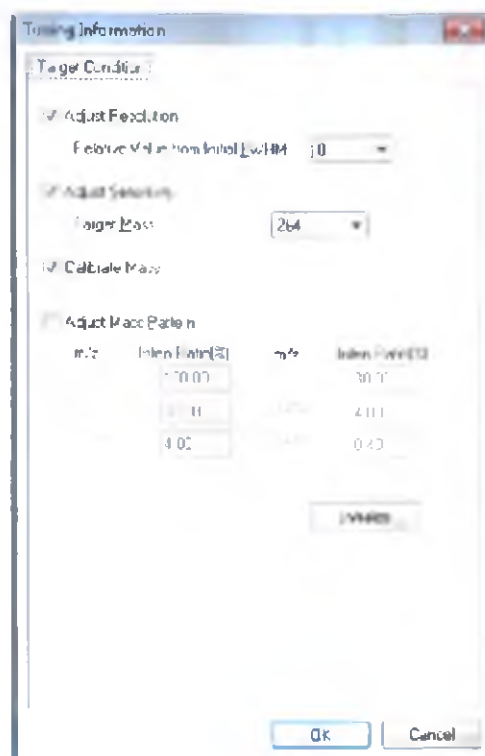


Параметр	Описание
Режим настройки	Когда выбрана большая концентрация [High Conc.], установлен ток излучения 20 мкА. Когда выбрана нормальная [Normal], установлен ток излучения 60 мкА. Когда выбрана высокая чувствительность [High Sens.], установлен ток излучения 150 мкА.

Для выполнения настройки по имеющемуся файлу, выберите [File] > [Open Tuning File] для отображения диалоговой панели открытия файла настройки [Open Tuning File]. Выберите необходимый файл настройки и нажмите открыть [Open]. Переходите к третьему шагу.

- 2 Нажмите значок панели помощника условий автоматической настройки  [Assistant Bar Autotuning

Condition] , или выберите [Tuning] > [Condition of Autotuning], чтобы открыть диалоговую панель информации настройки [Tuning Information].



Условия настройки

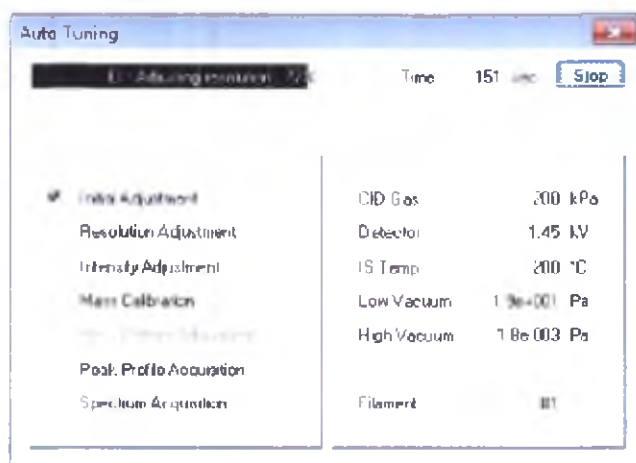
Выберите параметры для применения во время настройки и введите их. Параметры состоят из: настройки разрешения, настройки чувствительности, калибровки масс и настройки модели масс. Выберите параметры для использования во время автоматической настройки. Когда меняются условия настройки, могут измениться результаты проверки МС системы или автоматической настройки.

Параметр прибора	Описание
Проведение автоматической настройки даже при выключенном газе для соударительной диссоциации	Выберите, проводить ли автоматическую настройку без использования газа для соударительной диссоциации в добавление к автонастройке с включенным газом.
Настройка разрешения	Настраивает разрешение, так чтобы значение ширины пика на половине высоты, полученное по стандарту (PFTBA) было около введенного относительного значения от исходной FWHM (ширины на половине высоты) [Relative Value from Initial FWHM].
Относительное значение от исходной FWHM (ширины на половине высоты)	-0.1u, 0u, 0.1u (где «u» обозначает атомную единицу массы) Настраивает данную установку, так чтобы значение FWHM для формы пика полученного с использованием стандартного образца (PFTBA) приближалось к сумме исходного значения FWHM плюс относительное значение от исходной FWHM ширины на половине высоты. Примечание: Несмотря на то, что при снижении значения ширины на половине высоты увеличивается разрешение, интенсивность сигнала имеет тенденцию к снижению.
Настройка чувствительности	Выполняет настройку по искомому иону, которая настраивает систему линз для получения максимальной чувствительности указанных искомых ионов при Q3 сканировании форм пиков.
Калибровка масс (*1)	Спектр, полученный из стандарта (PFTBA) используется для коррекции перекоса осей масс.
Настройка модели масс	Настраивает систему линз для максимальной формы сигнала пика при Q3 сканировании и коррекции уровней интенсивности, так чтобы модель интенсивности по спектру стандартного образца измеренного с использованием магнитных полей блока МС типа, соответствовало модели интенсивности измеренной при помощи данного прибора. Калибровка модели устанавливает параметр коррекции интенсивности для соответствия заданному соотношению интенсивности.

(*1) Если используется CID газ, то настраиваются Q1 и Q3.
Если CID газ не используется, то настраивается только Q3.

После выбора подходящих параметров и введения необходимых значений, нажмите кнопку [OK] и закройте диалоговую панель информации настройки [Tuning Information].

- 3 Для автоматической настройки прибора, нажмите значок  запуская автоматической настройки [Start Autotuning] панели помощника или кнопку запуска автоматической настройки на панели инструментов. Автоматическая настройка может быть активирована также при помощи команд [Tuning] > [Start Autotuning].

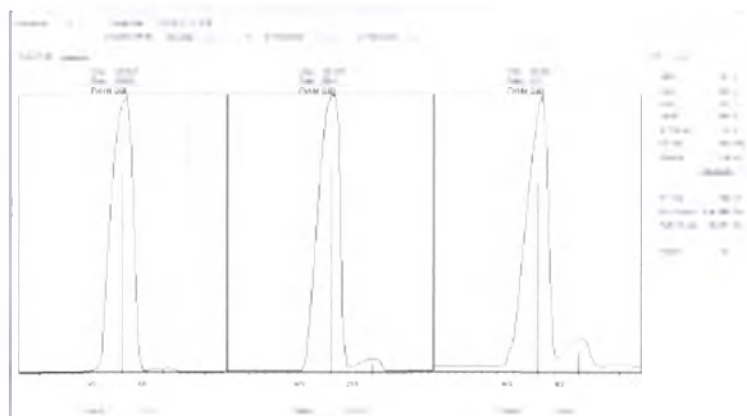


После завершения автоматической настройки, сохраните файл. Выберите [File] > [Save Tuning File As] первоначальный файл будет сохранен или сохранен под новым именем. Выберите [File] > [Save Tuning File] для перезаписи уже существующего файла настройки.

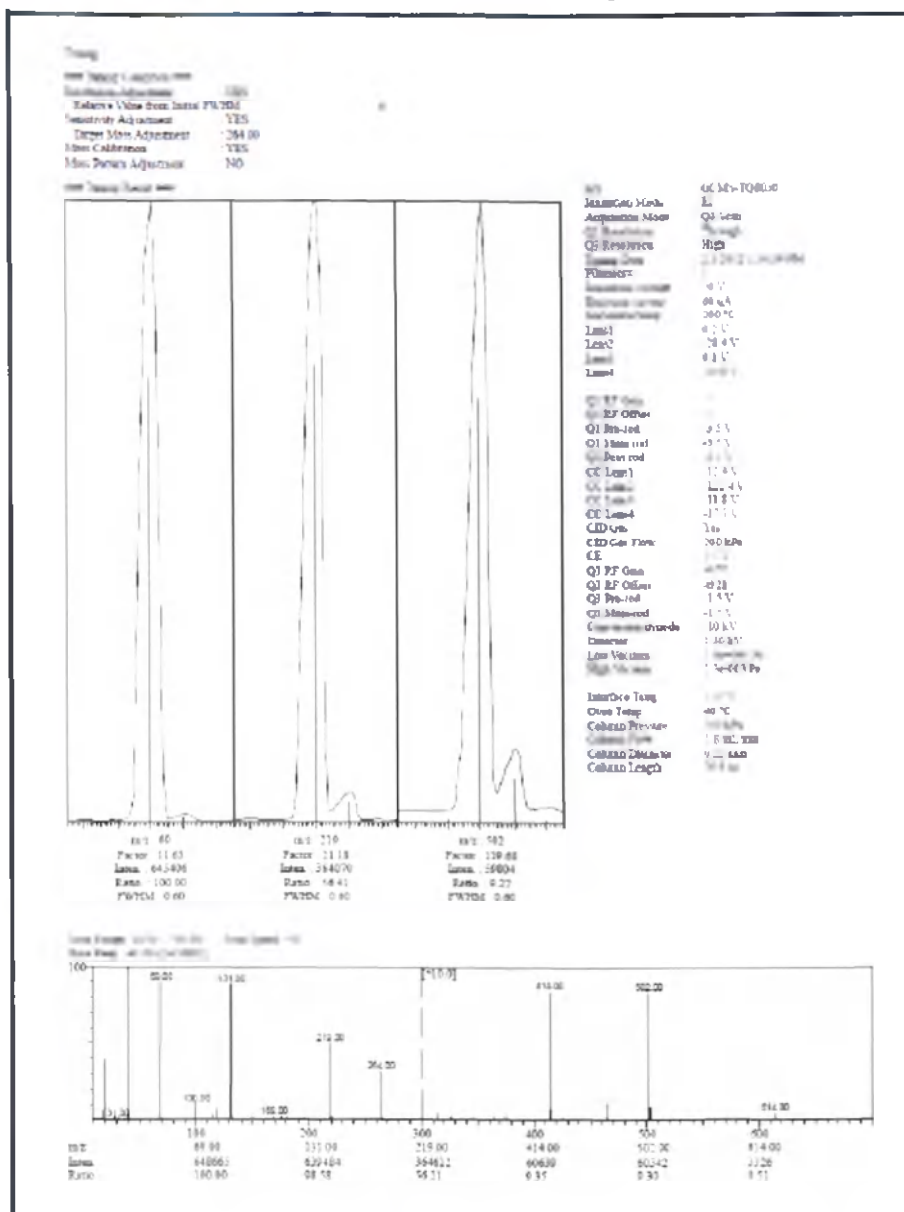
- 4 Нажмите значок  [Tuning Result View] панели помощника для просмотра результатов настройки.

Будут представлены формы пиков соответствующие каждому m/z (отношению массы к заряду) Формы пиков измерены с использованием сканирования Q1 и Q3. (Если CID газ не используется, то они измерены только с использованием сканирования Q3.)

Для представления результатов настройки в выпадающем окне [Газ CID] можно выбрать либо «Результаты настройки с использованием соударительного газа», либо «Результаты настройки без использования соударительного газа».



Нажмите кнопку  на панели инструментов для печати результатов настройки.



Примечание

Peak Minor
Mass

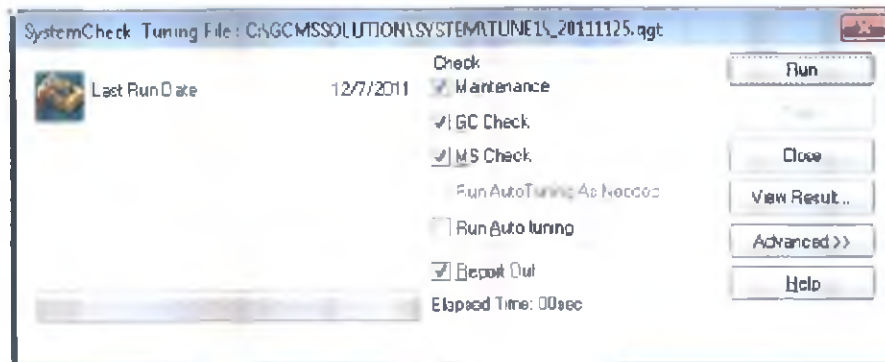
Окно монитора пиков [Peak Monitor] представлено при нажатии значка просмотра монитора пиков [Peak Monitor View] на панели помощника аналогично экрану представляемому во время проверки утечки вакуума и других операций. Для дополнительной информации о проверке вакуума на утечку, обращайтесь к разделу 3.6 «Проверка утечек».

2.8.2 Проверка системы

Обзор

Параметр	Описание	Действия, если проверка системы неудачная
Обслуживание	Проверка, как долго и сколько раз были использованы расходные части ГХ/МС.	Замените часть и сбросьте ее число использования.
Проверка ГХ	Проверка состояния системы ГХ.	Если требуется настройка или замена, проконсультируйтесь с вашим представителем Шимадзу. Если требуется замена части, то замените ее, как рекомендуется.
Проверка МС	Проверка различных значений относящихся к точности анализа МС.	Если требуется настройка или замена, проконсультируйтесь с вашим представителем Шимадзу. Если требуется замена части или настройка, то замените ее или настройте, как рекомендуется.
Выполнение автоматической настройки по требованию	Выполнение автоматической настройки при неудачной проверке системы.	
ИЛИ		
Выполнение автоматической настройки	Выполнение автоматической настройки независимо от результатов проверки системы.	
Вывод отчета	Печать результатов проверки системы.	

- 1 Нажмите значок [System Check] на панели помощника, чтобы открыть диалоговую панель проверки системы [System Check].



Примечание

Стандарты, вводимые во время проверки системы, являются критериями, используемыми для тестов, и они не отражаются на заводских характеристиках. Когда выполняется автоматическая настройка, текущий файл настройки перезаписывается. В зависимости от пунктов, которые были настроены, некоторые ранее построенные калибровочные кривые не смогут быть использованы в дальнейшем.

Диалоговая панель проверки системы [System Check]

На диалоговой панели проверки системы [System Check] представлены следующие пункты.

Пункт	Описание
Дата последнего выполнения	Представлена дата, когда выполнялась последняя проверка системы.
Сообщения о результате	Показаны сообщения о том, что проверка пройдена, неудачная или прочее.
Затраченное время	Показано время, затраченное на проведение проверки системы.

Проверка системы

Проверка системы осуществляется в соответствии с пунктами, выбранными на диалоговой панели проверки системы [System Check].

Пункт	Описание
Обслуживание	Проверка, как долго и сколько раз были использованы расходные части ГХ/МС.
Проверка ГХ	Проверка состояния системы ГХ.
Проверка МС	Проверка различных значений относящихся к точности анализа МС.
Выполнение автоматической настройки по требованию	Если показаны сообщения, что интенсивность сигнала неустойчивая [Signal intensity fluctuation], перекошены оси масс [Mass axis misalignment] или неправильный спектр полувысоты пика [Spectrum peak half-width fail], проведите автоматическую настройку.
Выполнение автоматической настройки	Выполнение автоматической настройки независимо от результатов проверки системы.
Вывод отчета	Печать результатов проверки системы.

Для представления деталей установленных для каждого из пунктов, нажмите кнопку дополнительно [Advanced>>].



Примечание

Некоторые проверки могут быть выполнены только с источником ионов для электронного удара (EI). Так же имеются проверки, которые могут быть выполнены только после завершения операций МС. Проверки, которые не могут быть осуществлены, недоступны. Для более полной информации, пожалуйста, обращайтесь к помощнику ГХМС.

Автоматическая настройка обычно выполняется по исходным параметрам:

- Выбрана настройка разрешения [Resolution adjustment]
- Относительное значение от исходной ширины на половине высоты FWHM [Relative Value from Initial FWHM] = «0»
- Выбрана настройка чувствительности [Sensitivity adjustment]
- Выбрана калибровка масс [Mass Calibration]

Параметры автоматической настройки могут быть изменены при нажатии кнопки настройки [Tuning] на панели помощника. Выберите файл настройки для использования на закладке дополнительных параметров МС.

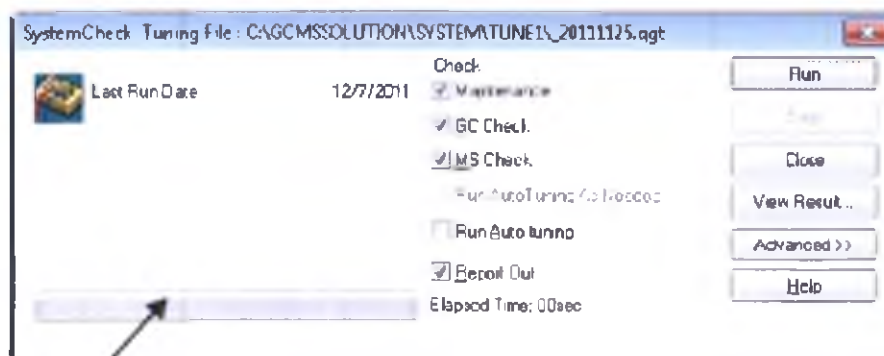
Система будет настраиваться в соответствии с параметрами, введенными в файл настройки. Помните, что в зависимости от пунктов, которые были настроены, некоторые ранее построенные калибровочные кривые не смогут быть использованы в дальнейшем.

Кнопки

На диалоговой панели проверки системы [System Check] представлены следующие кнопки.

Кнопка	Описание
Выполнение (Run)	Запуск проверки системы.
Остановка (Stop)	Остановка проверки системы. Доступна только во время выполнения проверки системы.
Заккрыть (Close)	Закрывает диалоговую панель проверки системы [System Check].
Просмотр результатов (View Result)	Отображает результаты проверки системы. Они могут быть распечатаны из диалоговой панели результатов проверки системы [System Check Result].
Помощь (Help)	Открывает файл помощника.
Дополнительно (Advanced)	Показывает дополнительные параметры. Только авторизованные для изменения установок проверки системы [Changing System Check settings] пользователи имеют доступ к этим параметрам.

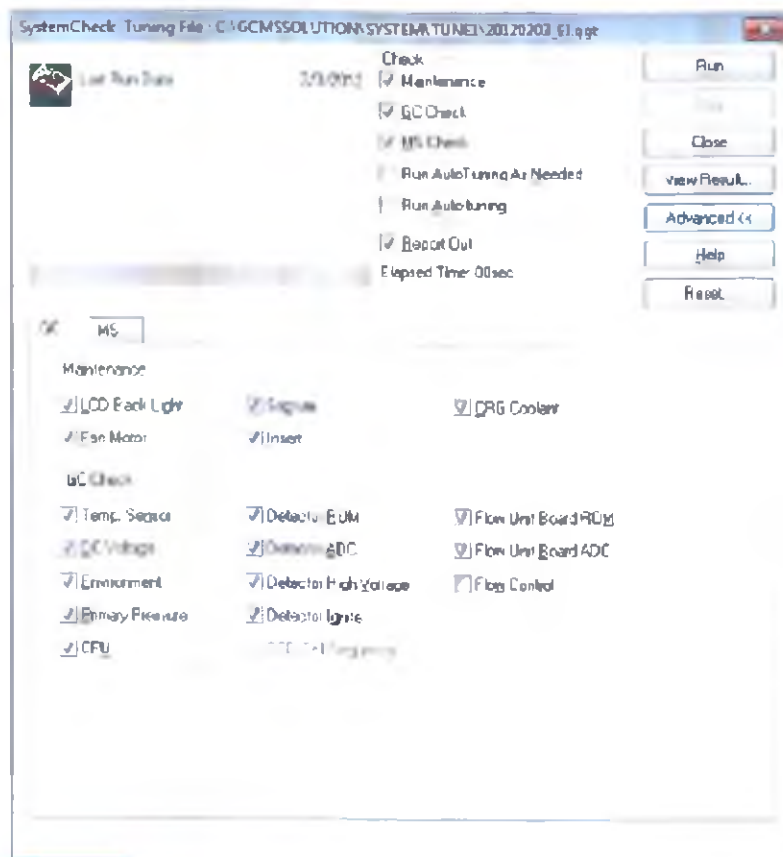
Проверка системы начинается при нажатии кнопки выполнения (Run). Будет представлено время прошедшее в ходе проверки и панель показывающая процесс выполнения проверки системы.



Панель хода проверки

Если проверка системы завершена без каких-либо проблем, то на панели хода проверки будет представлено сообщение «Pass». Если обнаружены проблемы, то представлено сообщение «Fail».

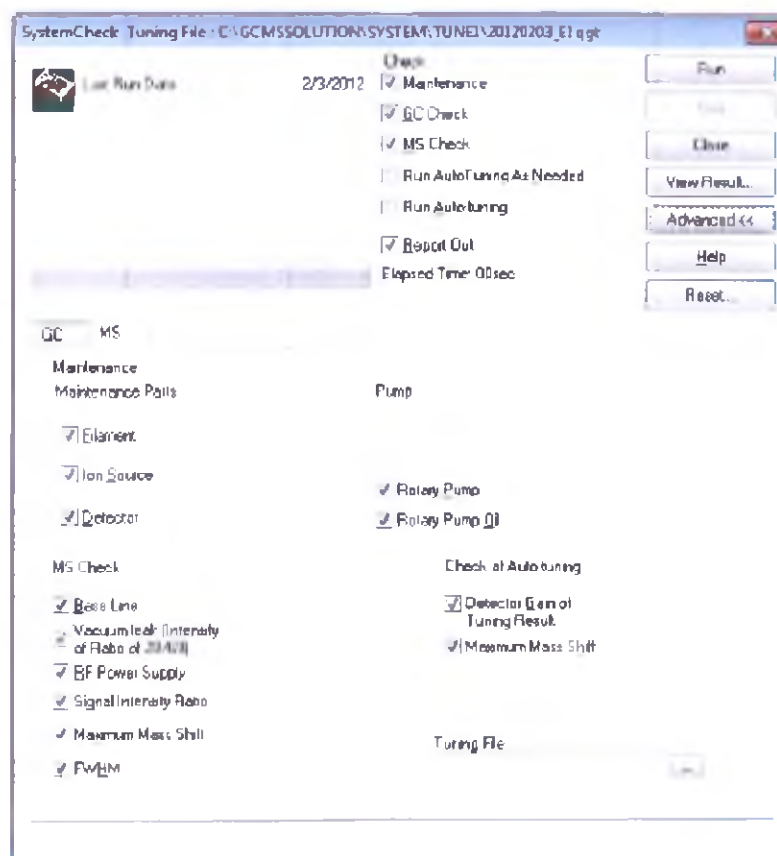
- 2 Нажмите кнопку [Advanced>>] для представления дополнительных закладок ГХ и МС. Выберите закладку [GC] для выбора пунктов обслуживания и расходных частей, которые должны быть проверены во время проверки системы.



Пункты обслуживания ГХ

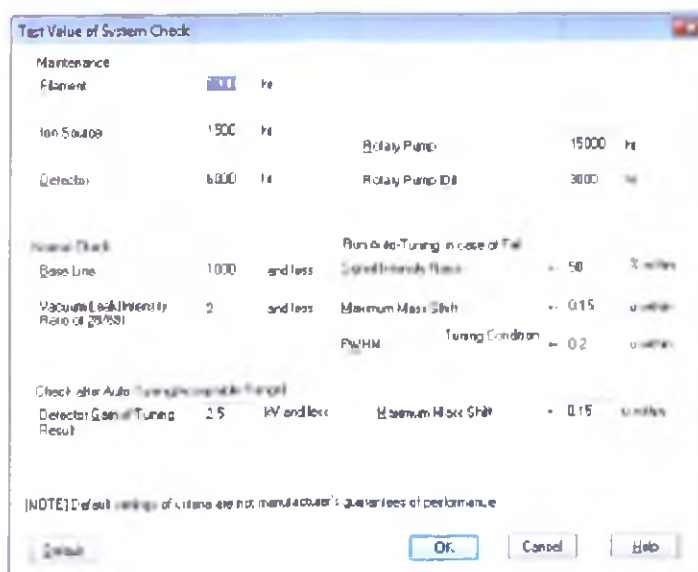
Пункт	Описание
Подсветка ЖК монитора (LCD Back Light)	Проверяет, как долго была активна подсветка.
Двигатель вентилятора (Fan Motor)	Проверяет, как долго работает мотор вентилятора.
Охладитель криогенной приставки (CRG Coolant)	Проверяет счетчик расхода охладителя криогенной приставки.
Септа (Septum)	Проверяет, сколько раз была использована установленная септа. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Вставка (Insert)	Проверяет, сколько раз была использована установленная стеклянная вставка. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.

- 3 Выберите закладку [MS] для выбора пунктов обслуживания и расходных частей, которые необходимо проверить во время проверки системы.



Примечание

Стандартные значения для проверки системы заданы на диалоговой панели тестовых значений проверки системы [Test Value of System Check] в диалоговой панели конфигурации системы [System Configuration].



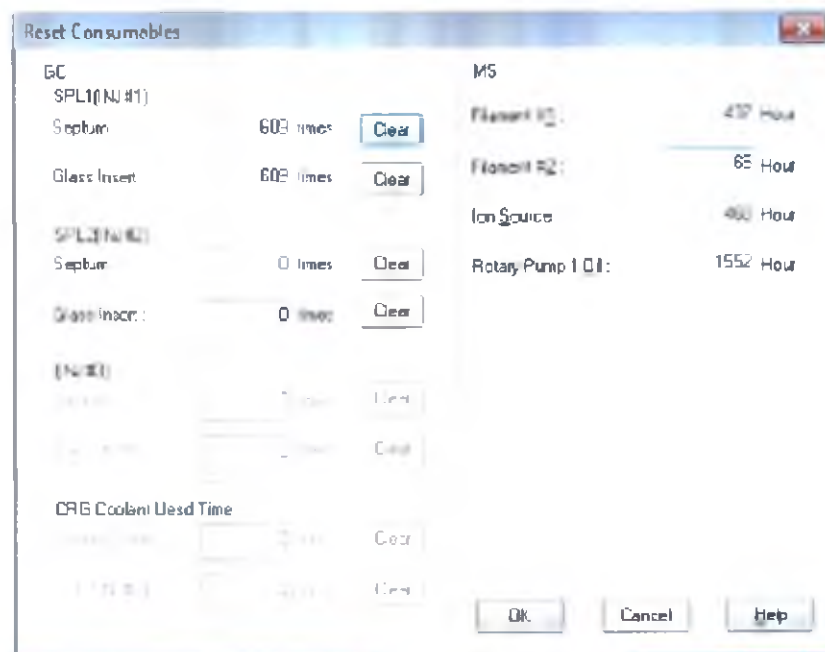
Для деталей, обращайтесь к помощнику.

Пункты обслуживания МС

Пункт	Описание
Филамент (Filament)	Проверяет, как долго был использован филамент (нить накала). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Источник ионов (Ion Source)	Проверяет, как долго был использован источник ионов. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Детектор (Detector)	Проверяет, как долго был включен и использован детектор. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Турбомолекулярный насос (Turbo Molecular Pump)	Проверяет, как долго работает и был использован турбомолекулярный насос. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Роторный насос (Rotary Pump)	Проверяет, как долго работает и был использован роторный насос. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Масло роторного насоса (Rotary Pump Oil)	Проверяет, как долго было использовано масло роторного насоса. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Сброс (Reset)	Открывает диалоговую панель для установки времени или числа использования частей для обслуживания. Примечание: Только представитель Шимадзу может сбросить время использования турбомолекулярного насоса.

4

Когда нажата кнопка сброса [Reset], открывается диалоговая панель сброса для расходников [Reset Consumables]. Сбрасывайте время или число использования, каждый раз после замены расходных частей.



Примечание

Только авторизованные для изменения установок проверки системы [Changing System Check settings] пользователи могут сбросить время или число использований.

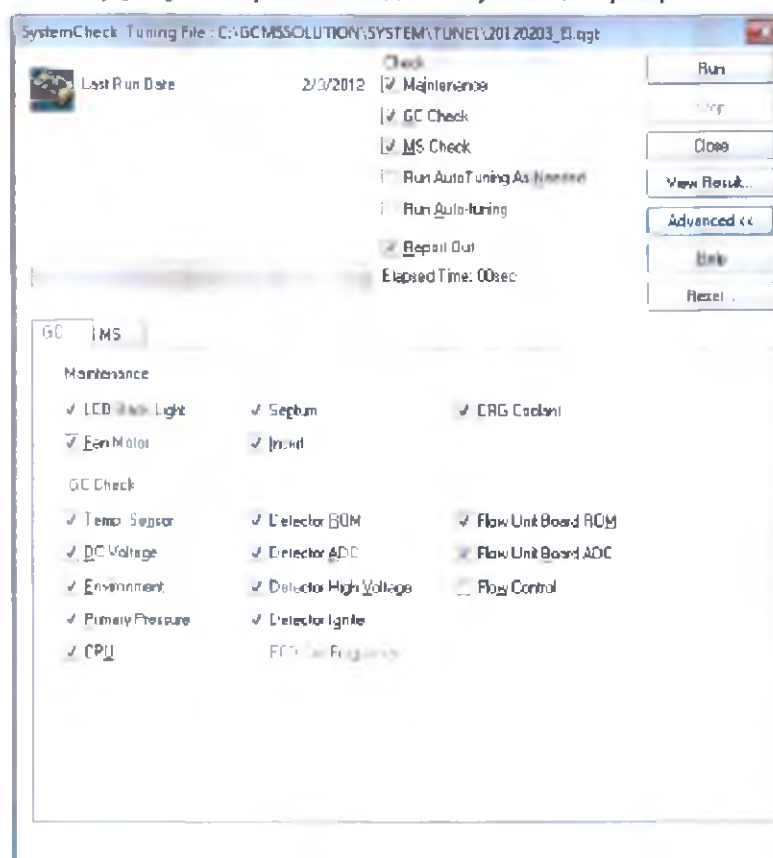
- При нажатии кнопки стереть [Clear], вводится «0».
- Если часть была заменена ранее, введите соответствующее значение.
- Значение заменяется после нажатия кнопки [OK].
- Представленное значение имеет ту же самую величину, которая была представлена на диалоговой панели сброса для расходников [Reset Consumables]. Значение не обновляется автоматически.

Пункты для сброса

	Пункт	Описание
ГХ	Септа (Septum)	При нажатии кнопки стереть [Clear], число использований сбрасывается на «0». Число использований не может быть установлено пользователем.
	Стеклоанная вставка (Glass Insert)	
	Охлаждатель криогенной приставки (термостат колонок) (CRG Refrigerant (Column Oven))	
	Охлаждатель криогенной приставки (инжектор №2) (CRG Refrigerant (INJ#2))	
МС	Филамент №1 (Filament #1)	Когда эти части были заменены, введите «0», а если они уже были в использовании, то соответствующее время.
	Филамент №2 (Filament #2)	
	Источник ионов (Ion Source)	
	Масло роторного насоса 1 (Rotary pump 1 Oil)	Это отображается только в случае использования второго роторного насоса. Когда эти части были заменены, введите «0», а если они уже были в использовании, то соответствующее время.
	Масло роторного насоса 2 (Rotary pump 2 Oil)	

5

Нажмите закладку [GC] и выберите необходимые пункты для проверки ГХ.

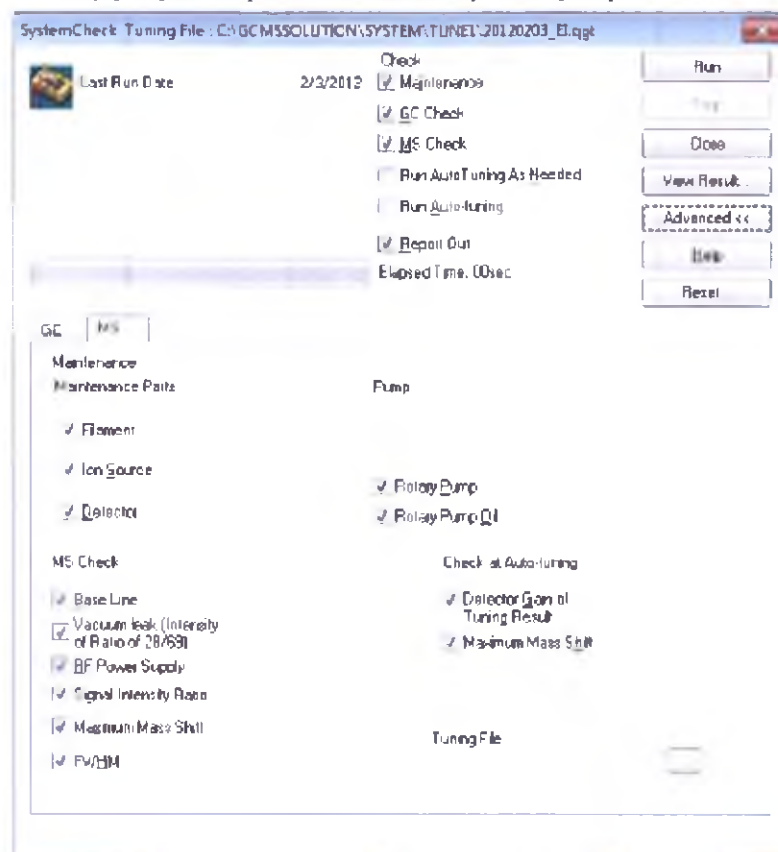


Пункты проверки ГХ

Пункт	Описание
Датчик нагрева (Heat Sensor)	Проверяет, как долго был использован датчик температуры при 300°C или выше. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Постоянное напряжение (DC Voltage)	Измеряет постоянное напряжение и проверяет наличие ошибки в стандартном диапазоне. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Окружающая обстановка (Environment)	Измеряет комнатную температуру и давление воздуха и проверяет, соответствуют ли они гарантируемым условиям эксплуатации. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Первичное давление (Primary Pressure)	Измеряет первичное давление газа носителя и проверяет выше ли оно окружающего. Если выбран диапазон [350–500 кПа], то стандартное значение составит 150 кПа. В случае, если выбран диапазон [500–900 кПа], стандартное значение составит 350 кПа.
Блок центрального процессора (CPU)	Проверяет регистр центрального процессора и часы реального времени. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Постоянная память детектора (Detector ROM)	Проверяет постоянную память каждого из детекторов. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Постоянный ток детектора (Detector ADC)	Проверяет постоянный ток для каждого из детекторов. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Высокое напряжение детектора (Detector High Voltage)	Проверяет высокое напряжение детекторов. Выполняется, только если установлены детекторы: FID (ПИД), FTD (ТИД) или FPD (ПФД). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Поджиг детектора (Detector Ignite)	Проверяются импульсы поджига и процедура поджига каждого детектора. Выполняется, только если установлены детекторы: FID (ПИД), FTD (ТИД) или FPD (ПФД). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Частота ячейки электрон-захватного детектора (ECD Cell Frequency)	Измеряет полосу пульсации напряжения для каждого детектора ECD (ДЭЗ) и сравнивает загрязненность ячейки с фоном. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Постоянная память платы блока потока (Flow Unit Board ROM)	Проверяет постоянную память каждой платы контроля потока (SLOT). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.

Пункт	Описание
Постоянный ток платы блока потока (Flow Unit Board ADC)	Проверяет постоянный ток для каждой платы контроля потока (SLOT). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Контроль потока (Flow Control)	Проверяет, правильно ли контролируется поток для каждого порта потока. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.

6 Нажмите закладку [MS] и выберите необходимые пункты проверки МС.



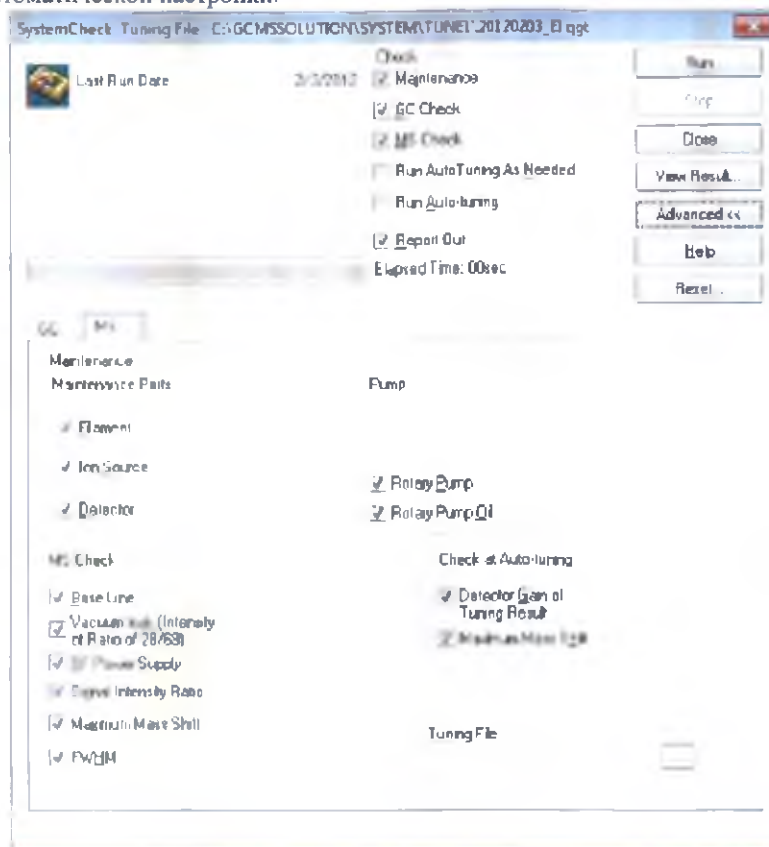
Пункты проверки МС

Пункт	Описание
Базовая линия (Base Line)	Определяется значение изменения базовой линии (RMS). Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Соотношение интенсивности 28/69 (Intensity Ratio of 28/69)	Оценивается соотношение, полученное при измерении (азота) $m/z = 28$ и (PFTBA) $m/z = 69$. Соотношение используется для определения наличия утечки. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Блок питания RF (RF Power Supply)	Подтверждается нормальная работа высокочастотного питания. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Соотношение интенсивности сигнала (Signal Intensity Ratio)	Сравнивается интенсивность сигнала PFTBA с предыдущим результатом автоматической настройки. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Максимальный сдвиг массы (Maximum Mass Shift)	Определяется, нет ли сдвига осей масс. Чтобы этот параметр корректировался во время автоматической настройки, в условиях автоматической настройки должна быть выбрана калибровка масс [Mass Calibration]. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Ширина пика на половине высоты (FWHM)	Определяется сдвиг спектра ширины пика на половине его высоты по отношению к значениям ширины пика на половине высоты заданным для $m/z = 69, 219$ и 502 . Для корректировки этих параметров во время автоматической настройки, в условиях автоматической настройки, должна быть выбрана настройка разрешения [Adjust Resolution]. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.

(*1) Если используется CID газ, то настраиваются Q1 и Q3.
Если CID газ не используется, то настраивается только Q3.

7

На закладке [MS] в разделе [Check at Autotuning], выберите необходимые пункты для проверки во время автоматической настройки.



Когда выбрано выполнение автоматической настройки по требованию [Run Autotuning As Needed] или выполнение автоматической настройки [Run Auto-tuning], данные пункты проверяются после завершения выполнения автоматической настройки.

Проверки после автоматической настройки

Пункт	Описание
Усиление детектора по результатам настройки (Detector Gain of Tuning Result)	Определяет напряжение детектора, установленное в результате автоматической настройки. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.
Максимальный сдвиг масс (Maximum Mass Shift)	Определяет сдвиг осей масс. Заметьте, что в условиях автоматической настройки должна быть задана калибровка масс [Mass Calibration]. Для большей информации, обращайтесь к помощнику ГХМС.

8

Выберите файл настройки [Tuning File] для использования автоматической настройки во время проверки системы.

Файл настройки

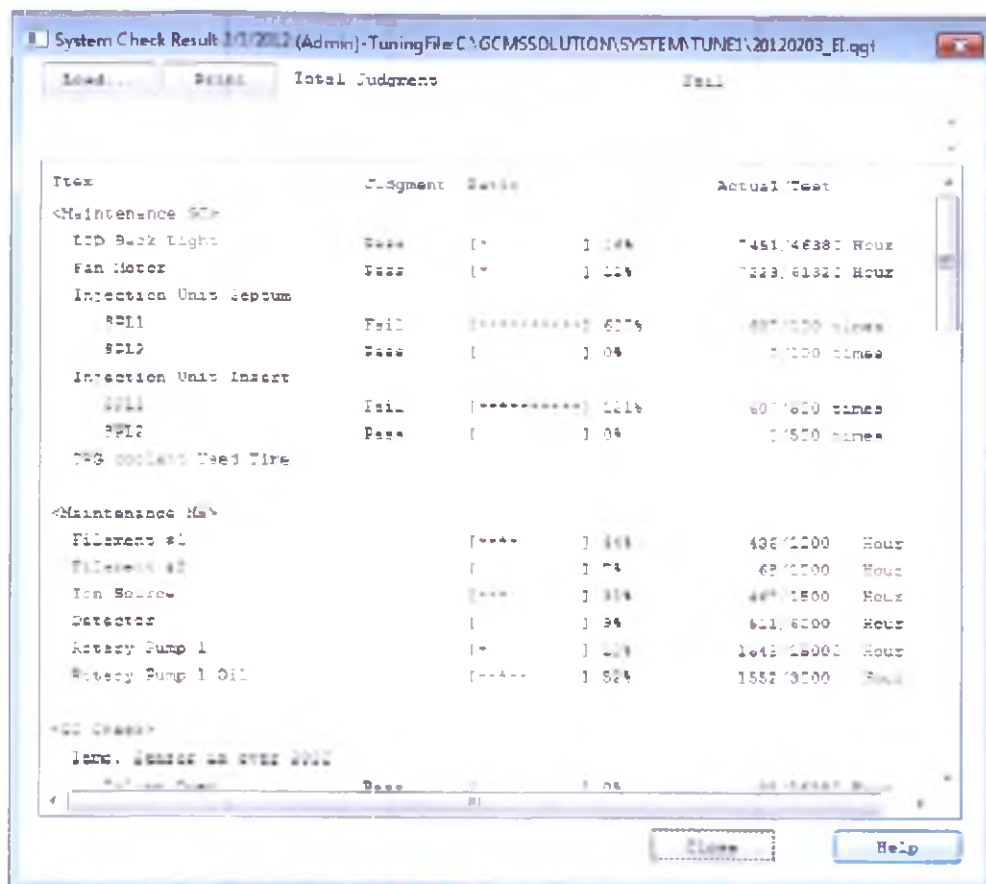
Пункт	Описание
Настройка (Tuning)	Файл, представленный в настройке, используется для автоматической настройки прибора во время проверки системы. Для выбора или изменения файла, непосредственно введите полный путь к файлу, или нажатием кнопки [...] справа, откройте диалоговую панель выбора файла настройки [Select Tuning File]. В ней выберите необходимый файл и нажмите [OK]. Теперь в настройке будет представлено название файла.

9

Нажмите кнопку [Run] для выполнения проверки системы.

10

Для просмотра диалоговой панели результатов проверки системы [System Check Result] выберите просмотр результатов [View Result...]. Будут представлены результаты последней проверки системы.



Примечание

После выполнения проверки результаты представляются автоматически. Текущие и предыдущие результаты проверки системы могут быть распечатаны. Нет необходимости проводить проверку системы для отображения или печати предыдущих результатов.

Таблица проверки системы

Колонки	Описание
Пункт (Item)	Проверка выполненного пункта.
Оценка (Judge)	Пройдена или не пройдена проверка и предполагаемые действия.
Соотношение (Ratio)	Соотношение измеренного значения к стандартному значению. Позволяет быстро оценить состояние системы.
Реальный/Стандартный (Actual/Standard)	Измеренное и стандартное значение для пункта.

Кнопки на диалоговой панели результатов проверки системы [System Check Result]

Кнопка	Описание
Загрузка (Load)	Откройте последние результаты, сохраненные в папке журнала. Файлы были автоматически сохранены и названы. Им было присвоено 14-ти значное обозначение. Первый знак, это номер системы. Второй, это подчеркивание (_). С третьего по шестой, это год. Седьмой и восьмой, это месяц. Девятый и десятый, день. Одиннадцатый и двенадцатый, часы, а тринадцатый и четырнадцатый, это минуты. Таким образом, если выполнялась проверка системы 1 первого января, 2000 года, в 13:00, то название будет следующим. 1_200001011300.qgc.
Печать (Print)	Печать результатов представленных в данный момент.

- 11** Нажмите кнопку [Print] для распечатки представленных в данный момент результатов проверки системы. Пункты обслуживания ГХ, МС и проверки после настройки, а также их результаты будут распечатаны в соответствии с заданной информацией ГХ и МС.

Текст, распечатываемый вместе с результатами проверки системы

Текст	Описание
Верхний колонтитул (Header)	Печатаются имя пользователя, дата и время проверки системы, а также время печати.
Нижний колонтитул (Footer)	По центру печатаются номер страницы и число страниц.

2.8.3 Настройка для больших масс

Данный прибор содержит функцию автоматической настройки, которая проводит калибровку масс для молекулярных весов до 614 m/z. Сдвиг масс в обычном диапазоне работы (примерно до 700 m/z) редок. Однако, он возможен за пределом калибровки m/z в диапазоне больших масс выше 700 m/z. Для выполнения точной калибровки диапазона от 700 m/z и выше требуется ручная калибровка по следующей процедуре.

Условия анализа

(Колонка: DB-5 ms, внутренний диаметр 0.25 мм, длина 30 м, толщина фазы 0.25 мкм)

Образец 1: Tris (перфторгептил) –S-triazine (S-триазин) 1% раствор (ацетона)

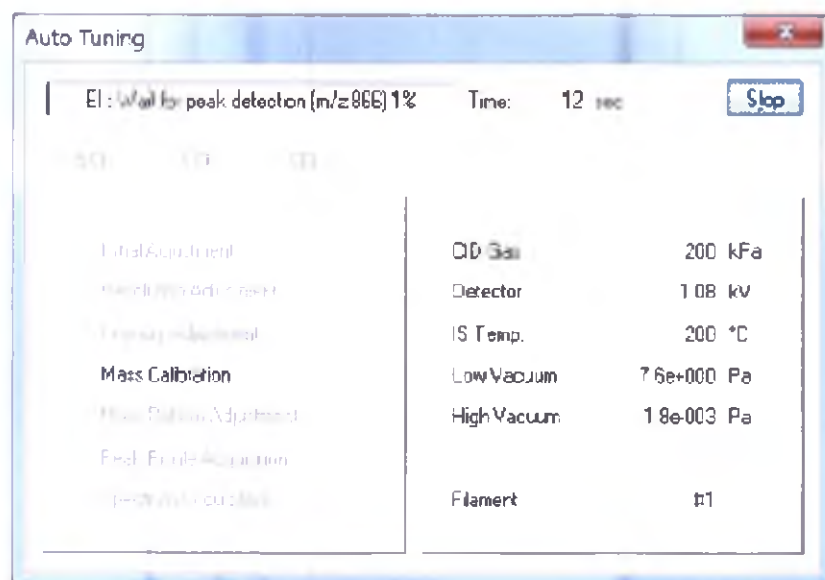
Образец 2: Tris (перфторнонил) –S-triazine (S-триазин) 1% раствор (ацетона)

ГХ: Инжектор INJ 250 °C, давление на входе в колонку 100 кПа, общая скорость потока 30 мл/мин, дозирование без деления (ввод 1 мин.)

Термостат: 50°C (1 мин) _ 5°C/мин _ 100°C(1 мин) _ 30°C/мин _ 250°C(10 мин)

МС: Интерфейс (I/F) 250°C, источник ионов 200°C

- 1 Запустите команду автоматической настройки.
- 2 Когда автоматическая настройка будет завершена, в меню настройки [Tuning] выберите автоматическую калибровку больших масс [Auto High Mass Calibration] – [m/z: 866].
- 3 После завершения инициализации и ожидания прибором детектирования пиков (m/z 866), введите 1 мкл. образца (1) указанного выше в аналитических условиях и запустите ГХ блок.



- 4 После примерно 10 минут, извлеченные пики для m/z 866 будут обнаружены и произведена автоматическая калибровка масс.
- 5 После завершения калибровки масс, следом за датой и временем настройки будут представлены результаты выполнения калибровки больших масс [High Mass Calibration: Done (m/z866)].

6 В меню настройки [Tuning] выберите автоматическую калибровку больших масс [Auto High Mass Calibration] – [m/z: 1066], аналогично шагу 2.

7 После завершения инициализации и ожидания прибором детектирования пиков (m/z 1066), введите 1 мкл. образца (2) указанного выше в аналитических условиях и запустите ГХ блок.



Примечание

Перед запуском блока ГХ, убедитесь, что режим дозирования установлен без деления. Если случайно он установлен с делением, то триазин не будет обнаружен.

8 После примерно 10 минут, извлеченные пики для m/z 866 будут обнаружены и произведена автоматическая калибровка масс.

9 После завершения калибровки масс, следом за датой и временем настройки будут представлены результаты выполнения калибровки больших масс [High Mass Calibration: Done].

10 Сохраните файл настройки.



Примечание

Следы введенного триазина могут остаться в инжекторе, колонке и т.д. и мешать следующим анализам после калибровки. В этом случае, задайте температуру колонки 250°C и выполните отжиг. Так же около 1 ppm образца будет анализироваться примерно час во время отжига, рекомендуется заменить вставку или отжечь ее несколько часов для проведения ультра-микроанализов.

2.9 Разрешение и энергия соударения

2.9.1 Изменение разрешения

Для режимов анализа использующих SIM (смотрите С.1 Режимы анализов), разрешение Q1 или Q3 может быть изменено. Имеется три уровня разрешения – (1) Единичный, (2) Высокий и (3) Низкий, где высокий применяется для узких пиков, а низкий для пиков шире, чем при единичном. Низкий увеличивает интенсивность сигнала, но снижает разрешение.

Если имеется взаимовлияние со стороны загрязняющих компонентов, устанавливайте разрешение на единичное или на высокое.

2.9.2 Изменение энергии соударения

Изменение энергии соударения меняет результаты фрагментирования при использовании CID. Оптимальная энергия соударения отличается в зависимости от соединения, перед установкой энергии соударения обращайтесь к разделу разработки метода Руководства по эксплуатации газового хроматомасс-спектрометра.

3

Обслуживание

3.1 Меры предосторожности

Прочитайте и выполняйте следующие меры предосторожности при обслуживании, для получения оптимальной производительности МС и предотвращения несчастных случаев.

Перед выполнением обслуживания ГХ, сначала отключите вакуумную систему МС, а затем выключите все модули.

Затем, выполните обслуживание ГХ, как описано в руководстве по эксплуатации ГХ.

Опасно

1. Следуйте всем мерам предосторожности, когда выполняете процедуры обслуживания.
2. Одевайте чистые перчатки при работе с камерой источника ионов или внутренними частями масс-спектрометра. Для дополнительной информации, обращайтесь к разделу Помощь программного обеспечения GCMSsolution.
3. Используйте чистый инструмент для разборки частей. Загрязнения от грязного инструмента или перчаток могут генерировать фоновый шум. Очистите инструмент для использования внутри прибора при помощи ацетона и тряпочки без ворса.
4. Снятые части кладите на чистую тряпочку, чтобы они остались чистыми.
5. Запоминайте, как они были установлены, чтобы снова установить их правильно.
6. Операции, которые требуют открывания блока питания или перемещение МС должны выполняться авторизованным персоналом Шимадзу. Только замена колонок и обслуживание ионного источника могут быть выполнены пользователем.

3.2 Замена филамента

После длительного использования или из-за снижения уровня вакуума филамент (нить накала) может сгореть. При выполнении данной процедуры следуйте этим мерам предосторожности.

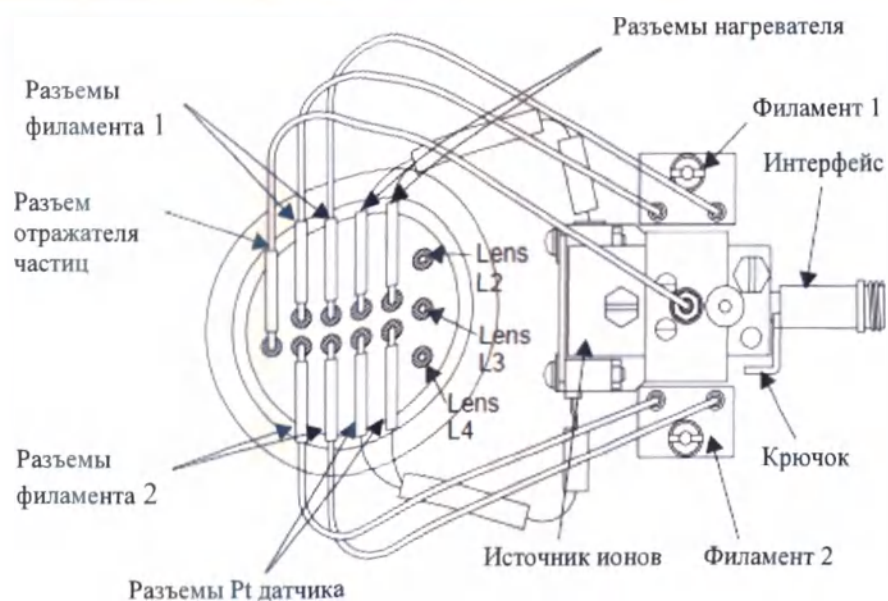
Опасно

Опасность электрического удара. Выключите прибор и убедитесь, что главный выключатель так же выключен.

Проверьте, чтобы был выключен прерыватель питания прибора.

Опасно

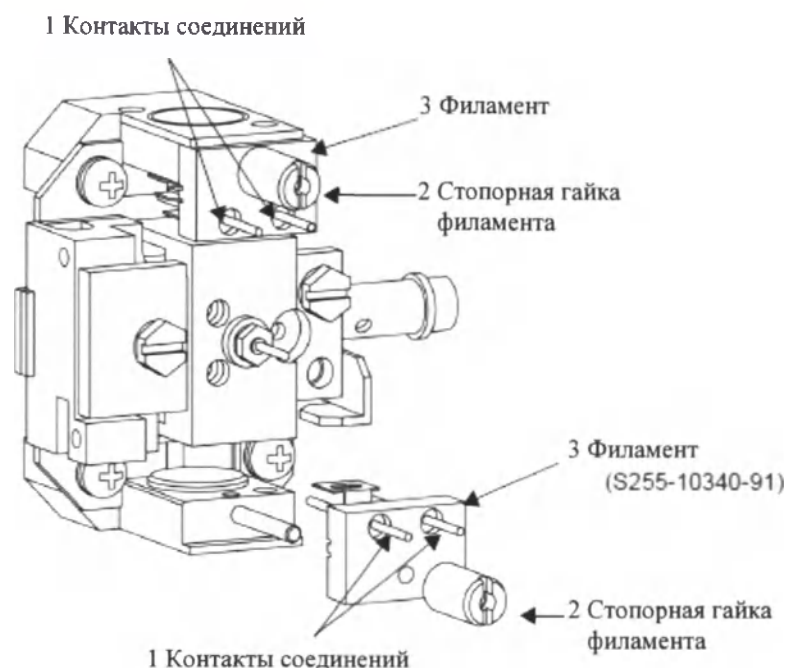
Источник ионов и интерфейс нагреваются во время работы. Перед обслуживанием, дайте прибору остыть примерно 10 минут после его выключения.



3.2.1 Процедура замены филамента

- 1** Выключите прибор, как описано в разделе «2.4.2 Выключение прибора».
- 2** Убедитесь, что главный выключатель прибора выключен.
- 3** Проверьте, чтобы был выключен прерыватель питания прибора.
- 4** Поверните ручку и откройте переднюю панель.
- 5** Отключите филамент сняв провода с разъемов с контактов соединений. (1).

- 6 Открутите стопорную гайку (2) и вытащите филамент (3).



- 7 Полностью вставьте новый филамент и затяните стопорную гайку.
- 8 Соедините провода филамента надев разъемы на контакты соединений.



Примечание

Меры предосторожности во время установки филамента:

1. Полностью вставьте филамент.
2. Не допускайте контакта проводов филамента с другими частями, когда он закреплен.

- 9 После завершения смены филамента, включите прибор и установите время использования филамента на «0» в соответствии с процедурами, описанными в разделе 3.7 «Сброс частоты и времени использования расходных частей».

3.3 Чистка ионного источника и электрода отражателя частиц

Функция источника ионов, это бомбардировка образца электронами, вызывающая ионизацию и дальнейшее образование ионов. Следовательно, через некоторое время части источника загрязняются. Когда камера источника ионов или электрод отражателя частиц загрязняются, образование ионов происходит не эффективно, снижается чувствительность. Периодически снимайте камеру источника ионов и чистите ее.



Опасно

Опасность электрического удара. Выключите прибор и убедитесь, что главный выключатель прибора и прерыватель питания выключены

⚠ Опасно

Проявляйте осторожность, когда пользуетесь органическими растворителями для чистки камеры источника ионов. Обеспечьте хорошую вентиляцию помещения при их использовании.

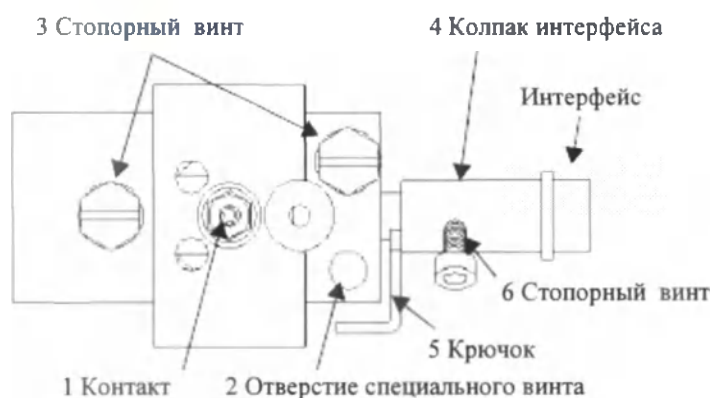
⚠ Опасно

Источник ионов и интерфейс нагреваются во время работы. Перед обслуживанием, дайте прибору остыть примерно 10 минут после его выключения.

⚠ Опасно

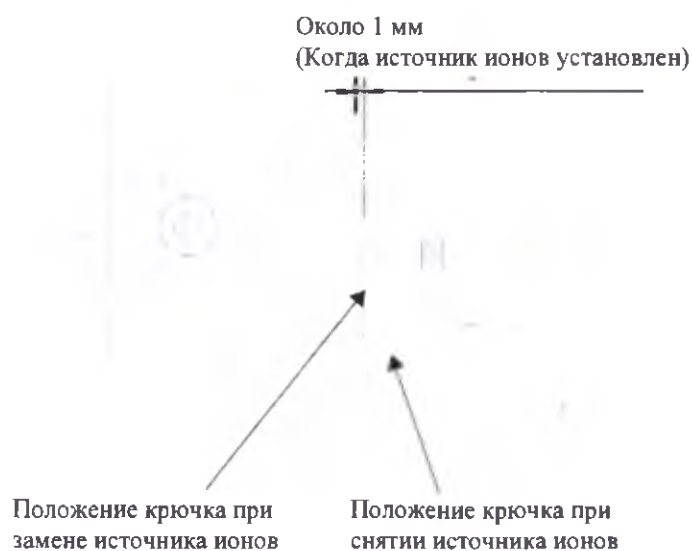
Имеется риск ожога, так как после сушки/обжига камера источника ионов и электрод отражателя частиц еще горячие. Перед обслуживанием убедитесь, что части полностью остыли.

3.3.1 Снятие ионного источника и электрода отражателя частиц



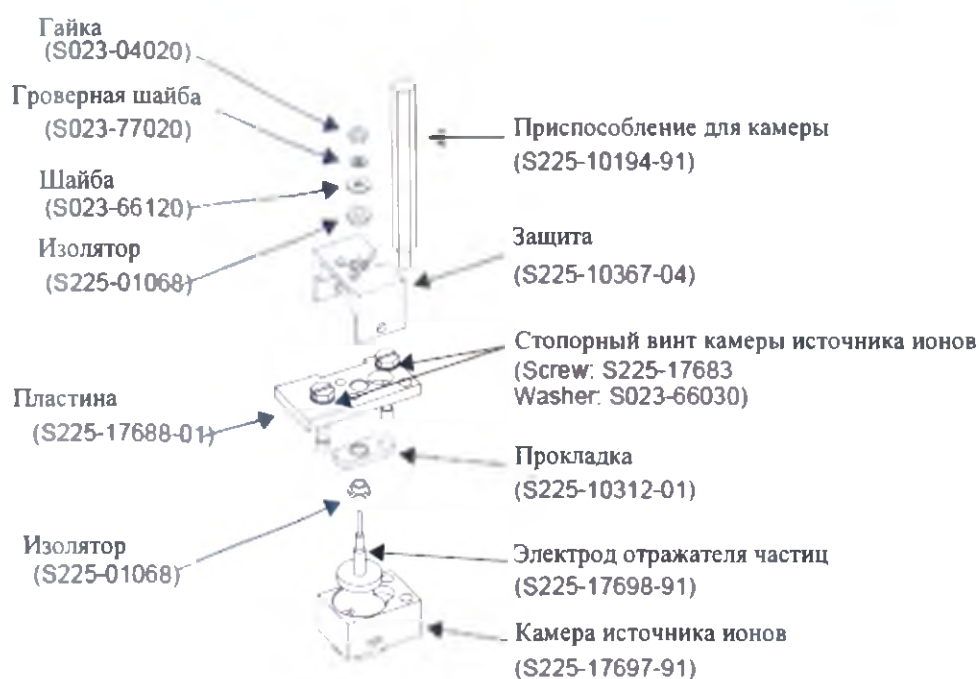
- 1 Выключите прибор, как описано в разделе «2.4.2 Выключение прибора».
- 2 Убедитесь, что главный выключатель прибора выключен.
- 3 Проверьте, чтобы был выключен прерыватель питания прибора.
- 4 Поверните ручку и откройте переднюю панель.
- 5 Аккуратно снимите щипцами разъем с контакта электрода отражателя частиц, рисунок выше.

- 6 Закрутите в резьбовое отверстие камеры специальный винт для установки/ снятия камеры источника ионов.
- 7 Открутите стопорный винт (3), который удерживает камеру источника ионов на половину оборота.
- 8 Открутите стопорный винт (6).
- 9 Сдвиньте колпак интерфейса (4) на право и поверните вниз крючок (5).

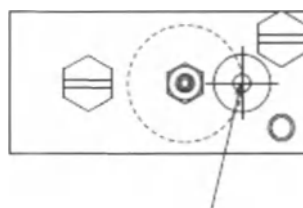


- 10 Открутите стопорный винт (3) и снимите камеру.
- 11 Снимите специальный винт и разделите камеру и отражатель частиц.
- 12 Открутите гайку ключом и снимите электрод отражателя частиц.
- 13 Проведите чистку в соответствии с разделом «3.3.3 Чистка ионного источника и электрода отражателя частиц».

3.3.2 Сборка ионного источника и электрода отражателя частиц



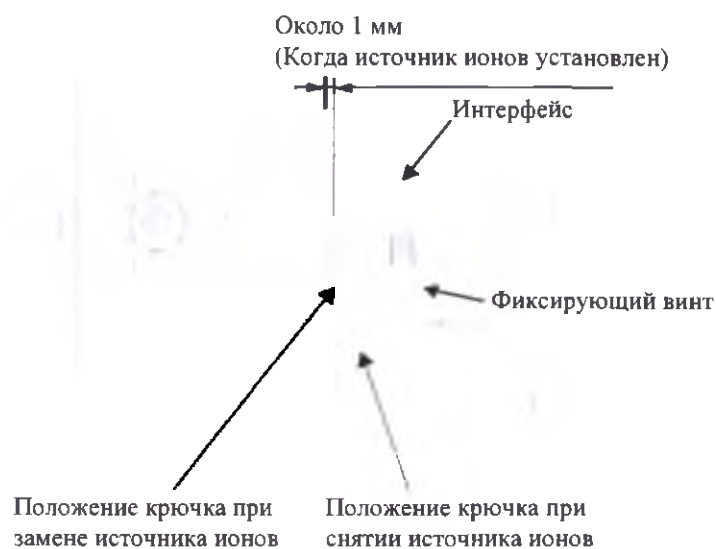
- 1 Поместите электрод отражателя частиц в камеру источника ионов и отрегулируйте его так, чтобы он был расположен в центре камеры.



Маленький круг
центрируется внутри большого круга.

- 2 Установите части в камеру источника ионов. Используя два стопорных винта временно закрепите части вместе.
- 3 Присоедините установочное приспособление к камере источника ионов.

- 4 Поднимите вверх крючок на колпаке интерфейса и присоедините его к камере.



- 5 Отрегулируйте приспособление вертикально, так чтобы колпак интерфейса полностью встал в камеру.
- 6 Снимите приспособление и затяните два стопорных винта использованных для удержания частей вместе. Левый винт должен быть затянут первым.
- 7 Отпустите стопорный винт (6).
- 8 Подсоедините разъем провода отражателя частиц.



Примечание

1. Убедитесь, что колпак на краю интерфейса плотно сидит в отверстие источника ионов.
2. Убедитесь, что разъем электрода отражателя частиц подсоединен.
3. Убедитесь, что источник ионов стоит ровно.



Примечание

Меры предосторожности при установке источника ионов и линзы 1.

1. Не прикладывайте чрезмерных усилий при затяжке винтов; это может привести к изгибу линзы или поломке изолирующих частей.
2. Используйте мультиметр для проверки изоляции электрода отражателя частиц и камеры источника ионов.
3. Не подвергайте чистке изолирующие части. Новые части должны использоваться взамен загрязненных.

- 9 После завершения сборки, включите прибор и установите время использования источника ионов на «0» в соответствии с процедурой, описанной в разделе «3.7 Сброс частоты и времени использования расходных частей».

3.3.3 Чистка ионного источника и электрода отражателя частиц

- 1 Отполируйте детали абразивной бумагой. Обращайтесь к разделу «3.3.4 Необходимые материалы».



Примечание

Меры предосторожности во время полировки камеры источника ионов и электрода отражателя частиц:

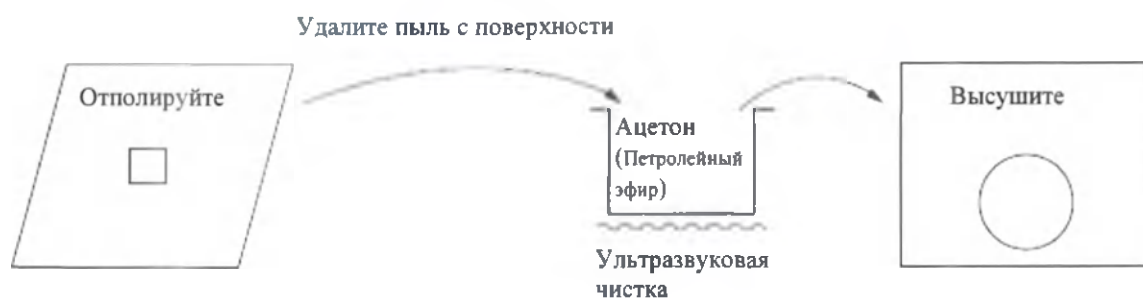
1. Будьте осторожны, не изгибайте электрод во время полировки.

- 2 Удалите пыль с поверхности чистым сжатым воздухом.
- 3 Выполните ультразвуковую чистку в ацетоне или петролейном эфире.
- 4 Просушите ионный источник и электрод отражателя частиц в течение 60 минут при температуре 400°C.
- 5 Храните их в чистом контейнере.



Примечание

Не подвергайте чистке изоляторы. Заменяйте грязные изоляторы новыми.
(Кат.№ S225-01068)



3.3.4 Необходимые материалы

1. Абразивная бумага

- Кат.№ S085-35124-02 (Основная чистка, 20 листов)
- Кат.№ S085-35124-03 (Высокоточная чистка, 20 листов)

Все сильно загрязненные части, отполируйте сначала бумагой для основной чистки, а затем высокоточной. Если части загрязнены слегка, отполируйте их только высокоточной бумагой.

3.4 Обслуживание вакуумного насоса

Этот раздел описывает, как менять масло роторного насоса и менять смазку главного турбомолекулярного насоса. Имейте в виду, что после выключения системы, масло роторного насоса остается слишком горячим. Подождите минимум 10 минут перед тем, как начать обслуживание.

3.4.1 Замена масла вакуумного насоса

Роторный насос (модель E2M1.5) требует замены масла каждые 3000 часов. Масляная ловушка меняется для предупреждения загрязнения вакуума, утечки масла и сильного шума.

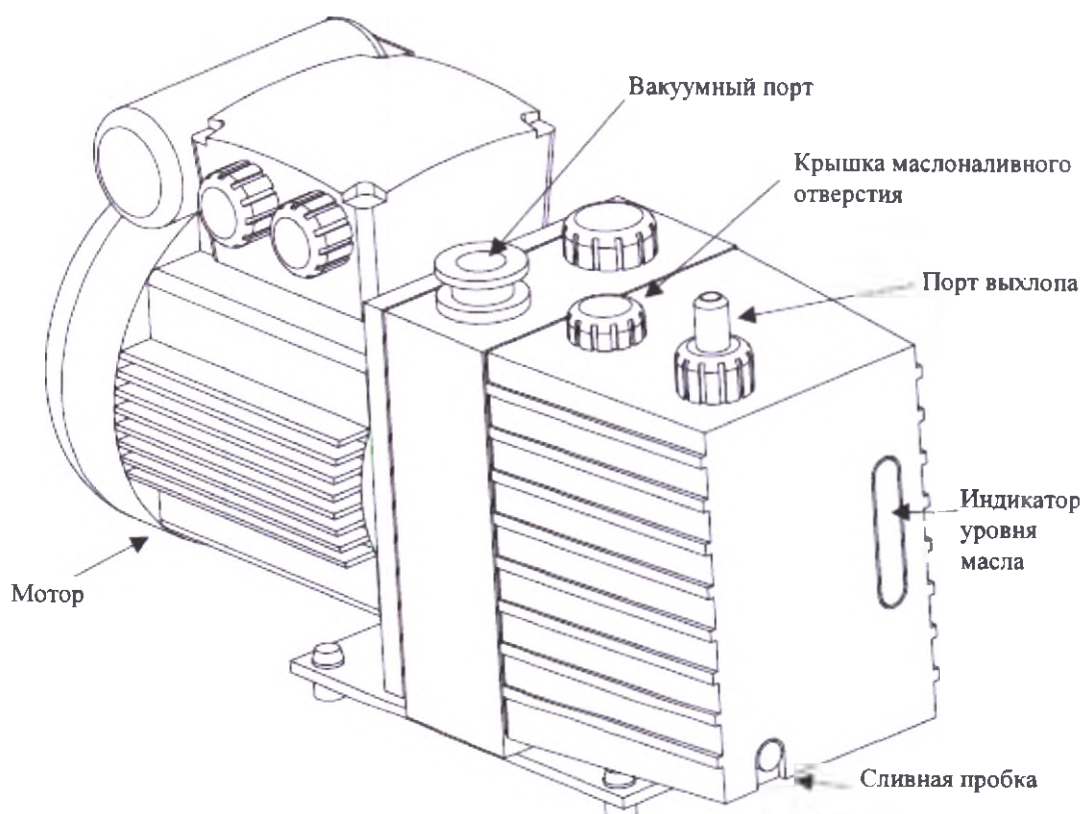
Масло должно иметь определенные характеристики для насоса. Используйте только чистое масло со следующей спецификацией: Высококачественное масло для роторных насосов 15 л. (Кат. № S017-30163-11).

Процедура замены масла



Опасно

Опасность сильного ожога. После выключения системы, масло роторного насоса остается слишком горячим. Подождите минимум 10 минут перед тем, как начать обслуживание.

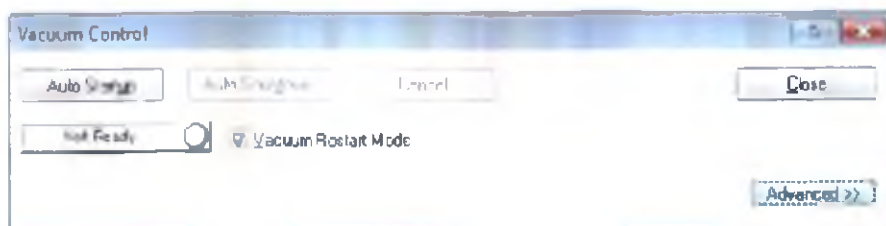


- 1 Выключите прибор в соответствии с разделом 2.4.2 «Выключение прибора».
- 2 Подождите минимум 10 минут.

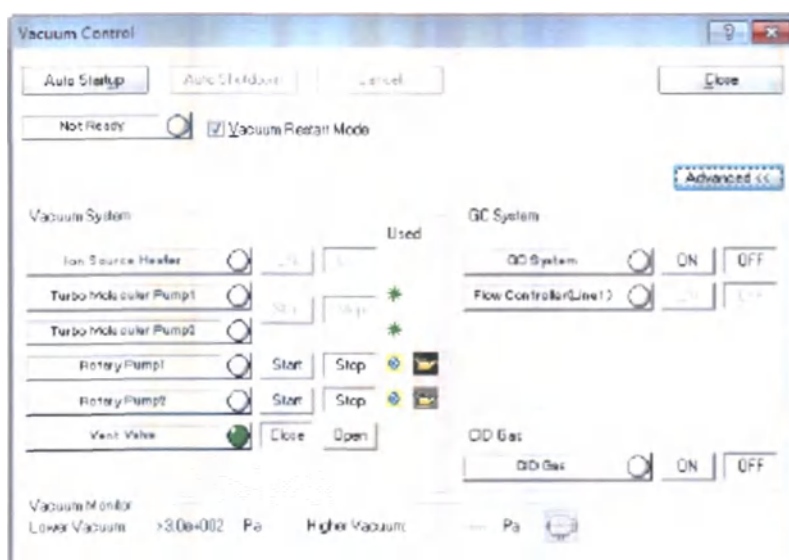
3 Используя подходящую емкость и одев резиновые перчатки открутите сливную пробку и слейте масло. Внимание: Масло начнет вытекать сразу, как только будет откручена пробка.

4 Когда масло перестанет вытекать, временно установите пробку и включите мотор.

5 Нажмите значок контроля вакуума  на панели помощника, чтобы открыть диалоговую панель контроля вакуума [Vacuum Control].



6 Нажмите кнопку дополнений (Advanced) в нижней части диалогового окна для доступа к ручным операциям с системой.



Нажмите кнопку старта [Start] для роторного насоса рядом с пунктом замены масла в группе вакуумной системы [Vacuum System].

Оставьте насос включенным на 5-10 секунд. Насос будет работать, выгоняя остатки масла.

7 Нажмите кнопку остановки [Stop] на диалоговой панели контроля вакуума [Vacuum Control].

8 Снимите пробку и слейте остатки масла.

9 Закрутите сливную пробку и открутите крышку маслоналивного отверстия. Налейте чистое масло до отметки максимума (MAX) в индикаторе уровня (примерно 0.28 л.).

10 Закрутите крышку маслоналивного отверстия.

11

Установите время использования масла роторного насоса на «0» в соответствии с процедурой описанной в разделе «3.7 Сброс частоты и времени использования расходных частей».



Примечание

В дополнение к процедуре смены масла, каждые 1500 часов выполняется проверка насоса. Обращайтесь к руководству по эксплуатации E2M1.5.

3.4.2 Обслуживание турбомолекулярного насоса

Когда прибор работает постоянно, для него не требуется специального обслуживания. Однако вращающиеся детали имеют ограниченный срок эксплуатации и должны заменяться каждые три года для обеспечения безопасности.

Если оборудование не может использоваться постоянно, то оно должно работать минимум по восемь часов каждые полгода. Если оно не используется более шести месяцев, то могут возникнуть неполадки.

3.5 Чистка вентилятора

Вентилятор и его защита должны периодически очищаться.



Примечание

Не используйте прибор, если накопилась пыль на вентиляторе или его защите. Плохое охлаждение может привести к ухудшению производительности.

3.5.1 Чистка вентилятора

- 1 Выключите прибор в соответствии с разделом 2.4.2 «Выключение прибора». Убедитесь, что все выключатели находятся в выключенном положении.
- 2 Пропылесосьте отверстия МС.
- 3 Пропылесосьте вентилятор и его защиту сзади газового хроматографа (ГХ).
- 4 Пропылесосьте отверстия персонального компьютера (ПК) и остальных модулей прибора, таких как автодозатор.



Опасно

Для предупреждения травм и несчастных случаев убедитесь, что прибор выключен и проверьте, чтобы все выключатели находились в выключенном состоянии перед чисткой вентилятора и его защиты.

3.6 Проверка утечек

Этот раздел описывает, как проверить прибор на утечки. Если утечка явная, определите ее место, как описано в разделе «3.6.2 Проверка утечки вакуума МС» и примите соответствующие меры по ее устранению.

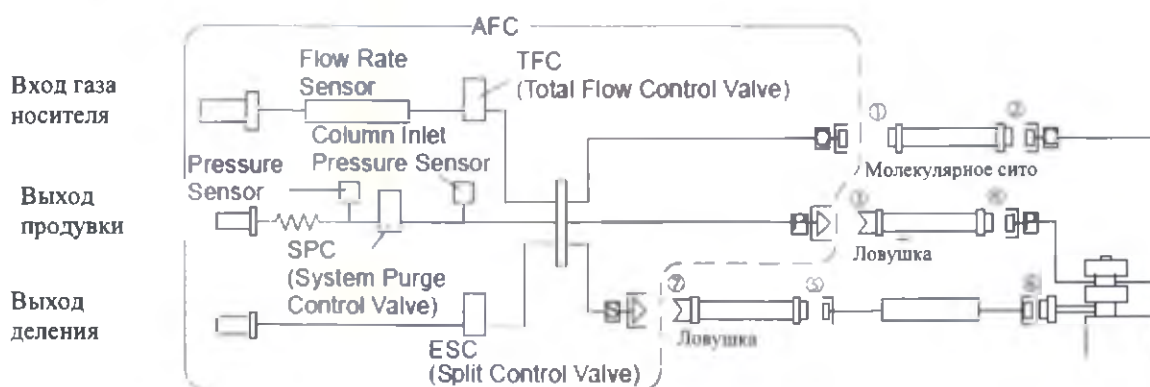
Работа при наличии утечки может привести к снижению чувствительности, увеличению шума, перегоранию филаментов или другим проблемам. Всегда выполняйте проверку на утечки после обслуживания.

Симптомы утечки ГХ отличаются от МС. Обычно, газ носитель вытекает из системы при утечке ГХ, в то время, как воздух засасывается в систему в случае утечки МС. Для проверки утечек ГХ, обращайтесь к разделу «3.6.1 Проверка утечки газа носителя ГХ». Для проверки утечек в МС, обращайтесь к разделам «3.6.2 Проверка утечки вакуума МС» и «3.6.3 Проверка утечки вакуума с использованием мониторинга пиков».

3.6.1 Проверка утечки газа носителя ГХ

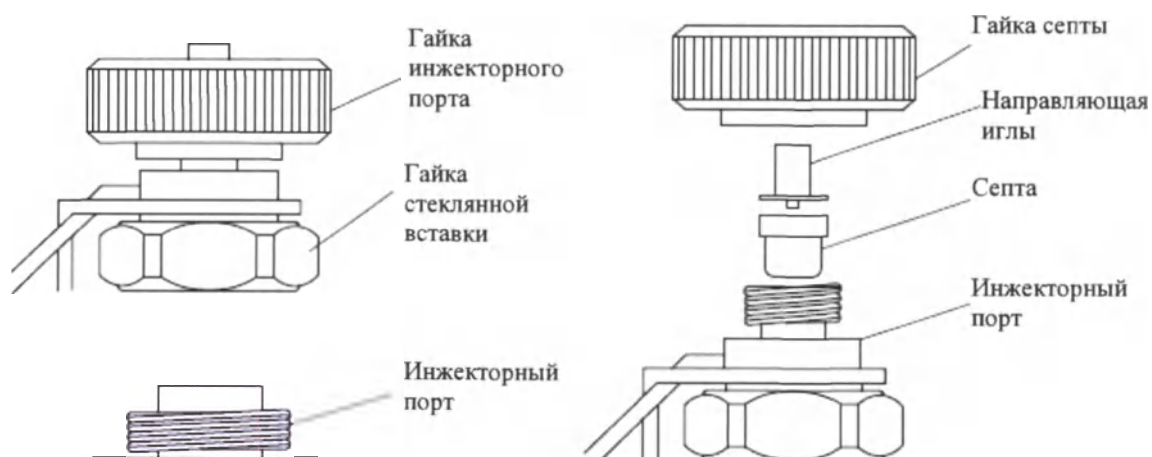
Для проверки ГХ на утечку газа носителя, установите заглушку на инжекторный порт со стороны подключения колонки, а так же заглушите выходы деления (Split) и продувки (Purge) уплотнительными гайками. Это позволит уплотнить линию потока инжекторного порта, линии газа носителя, линии деления и продувки. Утечки детектируются путем отслеживания изменения давления газа носителя с течением времени. Изменение отслеживается на отображаемой панели мониторинга потока на дисплее хроматографа GC-2010Plus.

- 1 Выключите прибор в соответствии с разделом 2.4.2 «Выключение прибора». Выключите источник питания МС, но оставьте включенным питание GC-2010Plus.
- 2 Откройте термостат ГХ и отсоедините колонку со стороны инжектора.
- 3 Установите вместо колонки заглушку.
- 4 Установите закрытые гайки G-типа на выходы газа деления и продувки.



- 5 Убедитесь, что давление подачи газа носителя (Давление баллона) превышает 350 кПа.
- 6 На экране GC-2010Plus, кнопка потока [Flow key], установите прямой [Direct] режим дозирования и режим контроля по давлению [Pressure].
- 7 Установите давление дозирования на 350 кПа, нажмите вкл./выкл [ON/OFF] в меню PF (PF Menu) и включите AFC.

- 8 Подождите 5 минут и убедитесь, что давление дозирования между 300 и 400 кПа. Если давление выше 400 кПа, слегка отпустите гайку колонки и снизьте его. Если давление ниже 300 кПа, слегка увеличьте его.
- 9 Убедитесь, что общий поток ниже 2 мл/мин. Общий поток выше, чем 2 мл/мин показывает наличие утечки.
- 10 На экране кнопки потока [Flow key] нажмите [ON/OFF](PF Menu) и выключите контроль AFC.
- 11 Дайте давлению стабилизироваться после отключения контроля AFC.
- 12 Убедитесь, что давление не снижается более чем на 30 кПа в час. Если оно снижается больше чем на 30 кПа, в системе имеется утечка.
- 13 Пока газ носитель находится под давлением, утечку можно проверить при помощи электронного датчика утечки (коммерчески доступен) в каждом из соединений линии потока, таких как гайки G-типа и гайки инжекторного порта.
- 14 Когда утечка обнаружена, подтяните соединение или снимите его и исследуйте для обнаружения проблемы. Когда снимаете гайки G-типа, заменяйте три алюминиевые прокладки.
- 15 Если утечка обнаружена в связи со снижением давления после шага 14, замените септу инжекторного порта и убедитесь, что на стеклянной вставке инжекторного порта правильно установлено O-кольцо. Повторите проверку утечки по давлению, описанную в шагах 8-12.



16 Если утечка обнаруживается после 15 шага, подтяните гайки инжекторного порта и повторите проверку утечки по давлению, описанную в шагах 8-12.

17 Если утечка продолжает обнаруживаться, возможно она находится в линиях потоков газа носителя, деления или продувки. Подтяните соединения (1) – (7) показанные на схеме линии потока представленной в разделе «3.6.1 Проверка утечки газа носителя ГХ», или снимите части и проверьте на предмет проблемы. Когда снимаете гайки G-типа, заменяйте три алюминиевые прокладки.

18 Повторите проверку утечки по давлению, описанную в шагах 8 - 12.



Примечание

Меры предосторожности при работе с уплотнителями газа носителя ГХ под давлением:

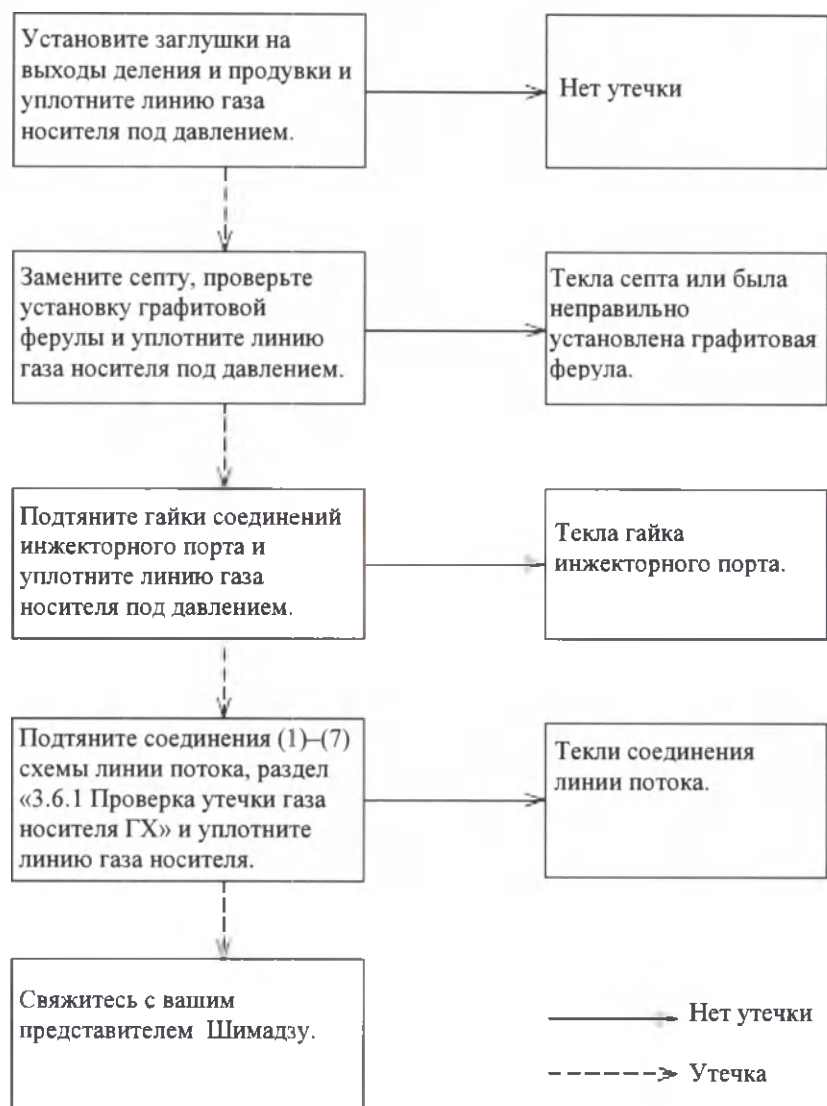
1. Убедитесь, что нет утечки после отсоединения и присоединения гаек G-типа или M-типа.
2. Заменяйте три алюминиевых шайбы, если откручиваете гайку G-типа.
3. Не прикасайтесь к остальным частям ГХ, кроме соединений инжекторного порта и частей (1) – (7) схемы потока «3.6.1 Проверка утечки газа носителя ГХ». Для обслуживания других областей обращайтесь к вашему представителю Шимадзу.



Примечание

Не используйте мыльный раствор для инжекторного порта ГХ и трубопровода AFC.

Процедура для уплотнения давления газа носителя



3.6.2 Проверка утечки вакуума МС

Этот раздел описывает процедуру проверки утечки вакуума МС. Утечка может быть достаточно сильной для прекращения работы роторного насоса или достаточно слабой, чтобы турбомолекулярный насос в основном работал нормально.

Убедитесь, чтобы О-кольцо на дверке МС было правильно установлено. Оно служит уплотнением между двумя поверхностями, предотвращая утечку вакуума и обеспечивая соответствующий вакуум в МС.

Когда открываете дверку масс-спектрометра для обслуживания, чтобы избежать утечки просмотрите следующие меры предосторожности.



Примечание

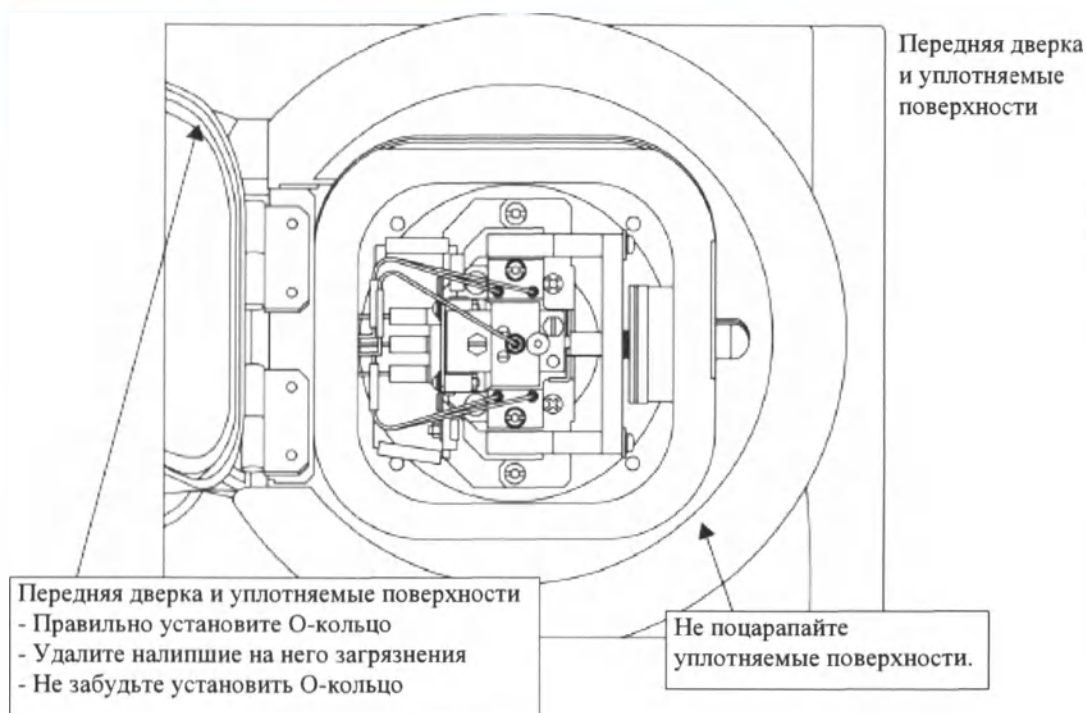
Меры предосторожности для предотвращения утечки вакуума:

- Не забудьте установить О-кольцо.
- Установите его правильно.
- Удалите с него посторонние материалы.
- Удалите с уплотняющих поверхностей О-кольца посторонние материалы, включая частички самого кольца.
- Не царапайте уплотняемые поверхности.
- Не забудьте установить Веспелевскую ферулу при подсоединении колонки к интерфейсу.
- Сильно затяните гайку крепления колонки к интерфейсу.
- Регулярно меняйте септу ГХ (примерно от 80 до 100 дозирования).

Если роторный или турбомолекулярный насосы работают неправильно.

1. Звук выбрасываемого воздуха из роторного насоса не стихает после нескольких минут.
2. Турбомолекулярный насос работает, но примерно через 5 минут питание вакуумной системы выключается.

Если происходит ситуация описанная в шаге 2, имеется утечка вакуума. Подождите, пока давление в МС выровняется с окружающим, потом проверьте переднюю дверку и соединения между колонкой и интерфейсом в соответствии с указаниями выше. Если имеется утечка вакуума в других местах, кроме передней дверки и соединения между колонкой и интерфейсом, то свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.



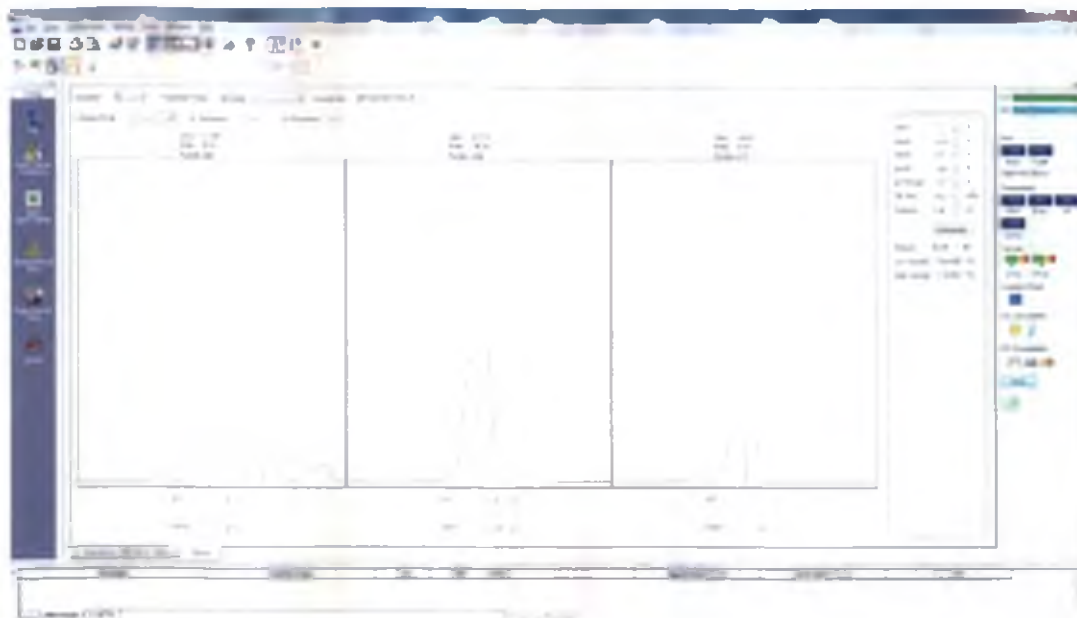
3.6.3 Проверка утечки вакуума с использованием мониторинга пиков

Утечка вакуума слишком маленькая для прекращения работы прибора, по-прежнему влияет на его производительность. Этот раздел описывает процедуру для проверки данных утечек. Операции, описанные в данном разделе, могут использоваться, когда прибор и турбомолекулярный насос работают правильно, и лампа турбомолекулярного насоса на диалоговой панели контроля вакуума [Vacuum Control] горит зеленым.

Этот метод отслеживает пики воды (m/z 18) и азота (m/z 28) в окне мониторинга пиков [Peak Monitor]. Высота этих пиков оценивается для проверки наличия маленькой утечки вакуума.

- 1 Нажмите значок настройки  на панели помощника ГХМС анализа в реальном времени. Откроется окно настройки [Tuning].
- 2 Нажмите значок  панели помощника просмотра мониторинга пиков [Peak Monitor View]. При этом откроется окно мониторинга пиков [Peak Monitor].
- 3 В окне мониторинга пиков [Peak Monitor] установите режим измерения [Acquisition Mode] на сканирование по Q3 [Q3 Scan] и установите отношение массы к заряду m/z для мониторинга ионов, 18 (воды) и 28 (азота) или выберите группу мониторинга [Monitor Group] для воды и воздуха [Water, Air].
- 4 Установите напряжение детектора примерно от 0.60 до 1.50 кВ., так чтобы пики воды m/z 18 и азота m/z 28 были видны.
- 5 Включите филамент.

- 6 Сравните высоты пиков m/z 18 и m/z 28. Если высота m/z 28 более чем вдвое превышает m/z 18, имеется утечка вакуума.



Примечание

В некоторых случаях, сразу после набора вакуума, пик m/z 19 может быть больше чем m/z 18.



Примечание

Если присутствует CID газ (аргон), появится пик m/z 20 для двухвалентного иона аргона (Ar^{2+}).

- 7 Когда обнаружена утечка вакуума, выключите прибор в соответствии с разделом 2.4.2 «Выключение прибора». Выключите главный выключатель питания прибора.

- 8 Для предотвращения утечки вакуума следуйте мерам предосторожности описанным в разделе «3.6.2 Проверка утечки вакуума МС».



Примечание

Если подключена принадлежность для ввода образца, проверка утечки вакуума может выглядеть не обычно, даже если в ГХ/МС нет утечки.
Недостаточная продувка может привести к увеличению соотношения m/z 28 к m/z 18. Когда это происходит, для продувки увеличьте общий поток ГХ примерно до 200 мл/мин.

3.6.4 Проверка утечки вакуума с использованием петролейного эфира



Примечание

Меры предосторожности при выполнении проверки на утечку вакуума при помощи Петролейного эфира

1. Используйте только Петролейный эфир.
2. Избегайте попадания Петролейного эфира на электронику.
3. Не допускайте контакта Петролейного эфира с любыми поверхностями кроме области между колонкой и интерфейсом.

Данная процедура основана на всасывании продукта в случае имеющейся утечки вакуума в масс-спектрометре. Если она имеется, петролейный эфир, нанесенный на поверхность в области контакта колонки и интерфейса будет детектироваться в окне мониторинга пиков «Peak Monitor», как пик m/z 43. Проверка вакуума основана на мониторинге изменений этого пика m/z 43.

1



Нажмите значок настройки на панели помощника ГХМС анализа. Откроется окно настройки «Tuning».

2



Нажмите значок просмотра монитора пиков на панели помощника, чтобы открыть окно «Peak Monitor».

3

Установите m/z иона для просмотра в окне монитора пиков на 43 (фрагмент иона петролейного эфира). Установите коэффициент усиления на 50 – 100.

4

Выберите в режиме измерения сканирование по Q3 «Q3 Scan».

5

Установите напряжение детектора на 0.60 – 1.00 кВ.

6

Включите филамент.

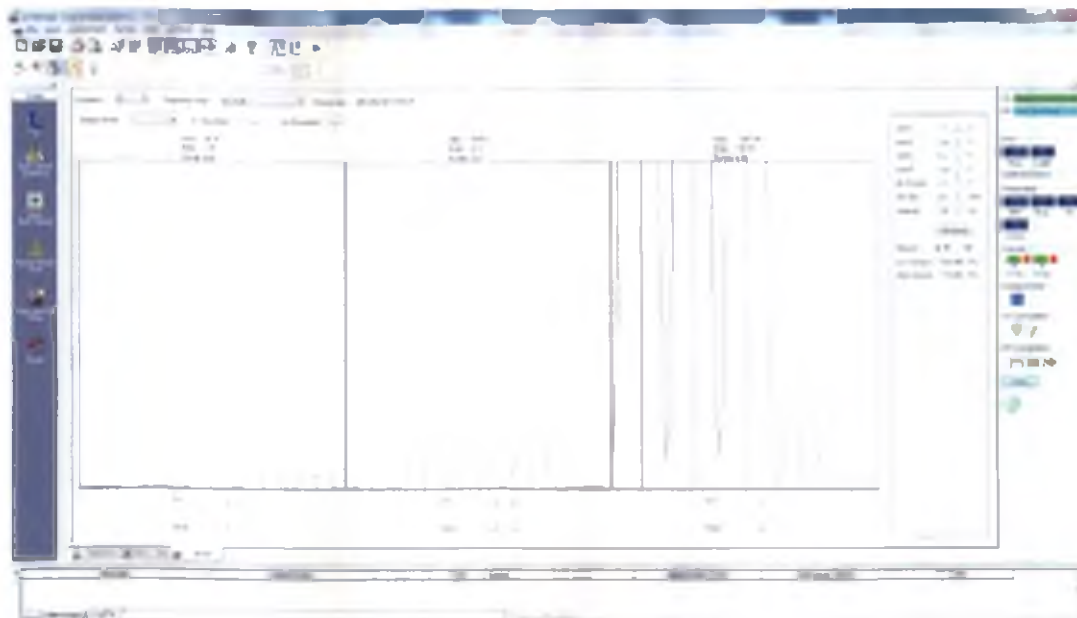
7

Заполните шприц петролейным эфиром.

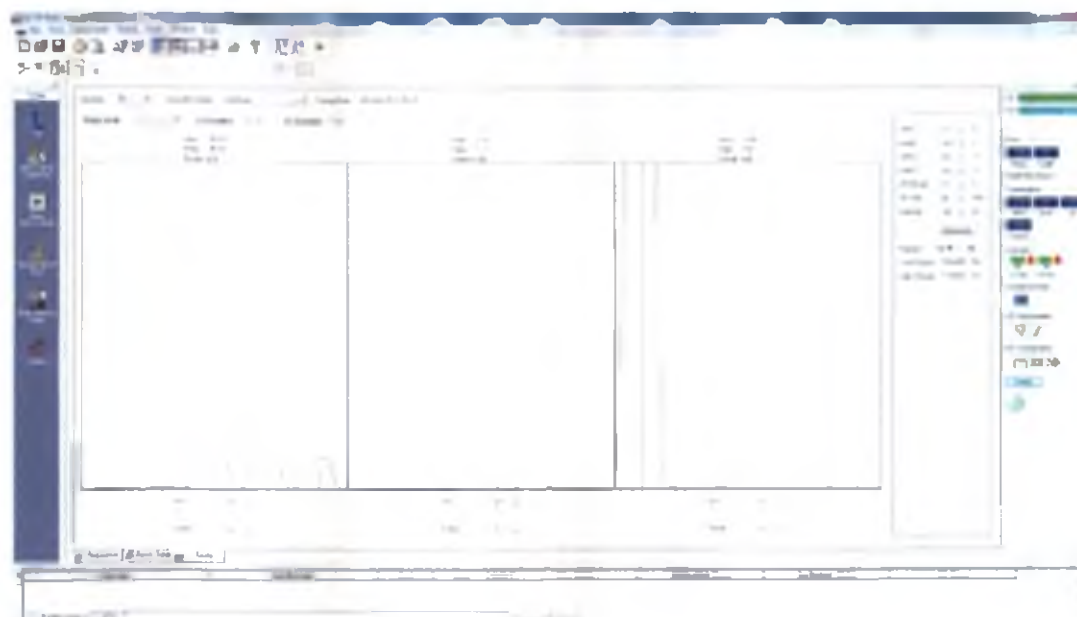
8

Нанесите петролейный эфир в месте контакта поверхностей передней дверки и между колонкой и интерфейсом.

- 9 Наблюдайте пик m/z 43 в окне монитора пиков «Peak Monitor». Если он сильно изменяется (увеличивается), то в местах нанесения петролейного эфира имеется утечка вакуума.



- 10 Повторите процедуры описанные в шагах 7 и 8. Если нет изменений пика m/z 43, это значит, что нет утечки.



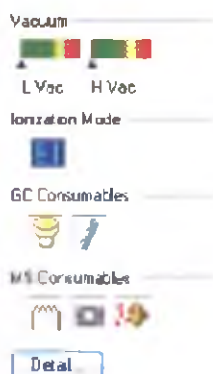
- 11 Если была обнаружена утечка вакуума, то следуйте мерам предосторожности по устранению утечки вакуума, описанным в разделе «3.6.2 Проверка утечки вакуума МС».

3.7 Сброс частоты и времени использования расходных частей

Частота и время использования каждой расходной части записывается в мониторе прибора ПО GCMSsolution.

Этот раздел описывает процедуры по сбросу частоты и времени использования каждой расходной части. После замены расходных частей или чистки ионного источника, обязательно сбросьте частоту и время их использования при помощи процедуры описанной ниже.

- 1 Нажмите кнопку деталей (Detail) в мониторе прибора [Instrument Monitor], в программе ГХМС анализа в реальном времени [GCMS Real Time Analysis].



- 2 Нажмите закладку расходных частей (Consumable) в окне монитора установок [Monitor Settings]. Затем, нажмите кнопку сброса расходных частей [Reset Consumables].



- 3 Нажмите кнопку очистить [Clear] или введите «0» в ячейку времени использования для расходной части, которая только что была заменена или очищена. Нажмите кнопку [OK]. Вы вернетесь в предыдущее окно.

GC		MS	
SPL1(INJ#1)		Filament #1	437 Hour
Septum:	609 times	Filament #2	68 Hour
Glass Insert	609 times	Ion Source	458 Hour
SPL2(INJ#2)		Relay Pump 1	1549 Hour
Septum:	0 times		
Glass Insert	0 times		
(INJ#3)			
Septum:	0 times		
Glass Insert	0 times		
CRG Coolant Used Time			
Relay Pump 1	0		
Relay Pump 2	0		

- 4 Нажмите кнопку [OK] на диалоговой панели монитора установок [Monitor Settings], чтобы закрыть ее.

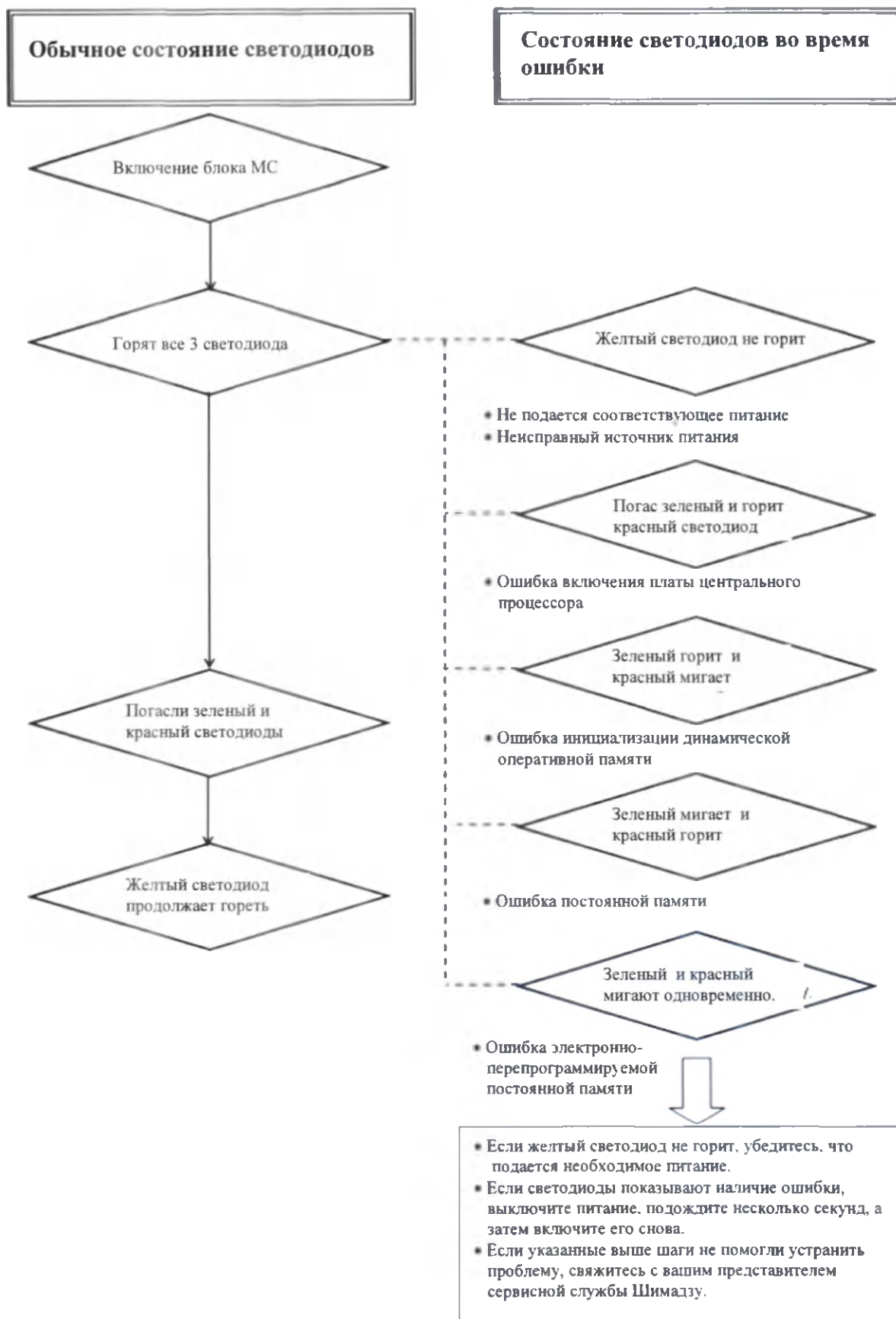
4

Поиск и устранение неисправностей

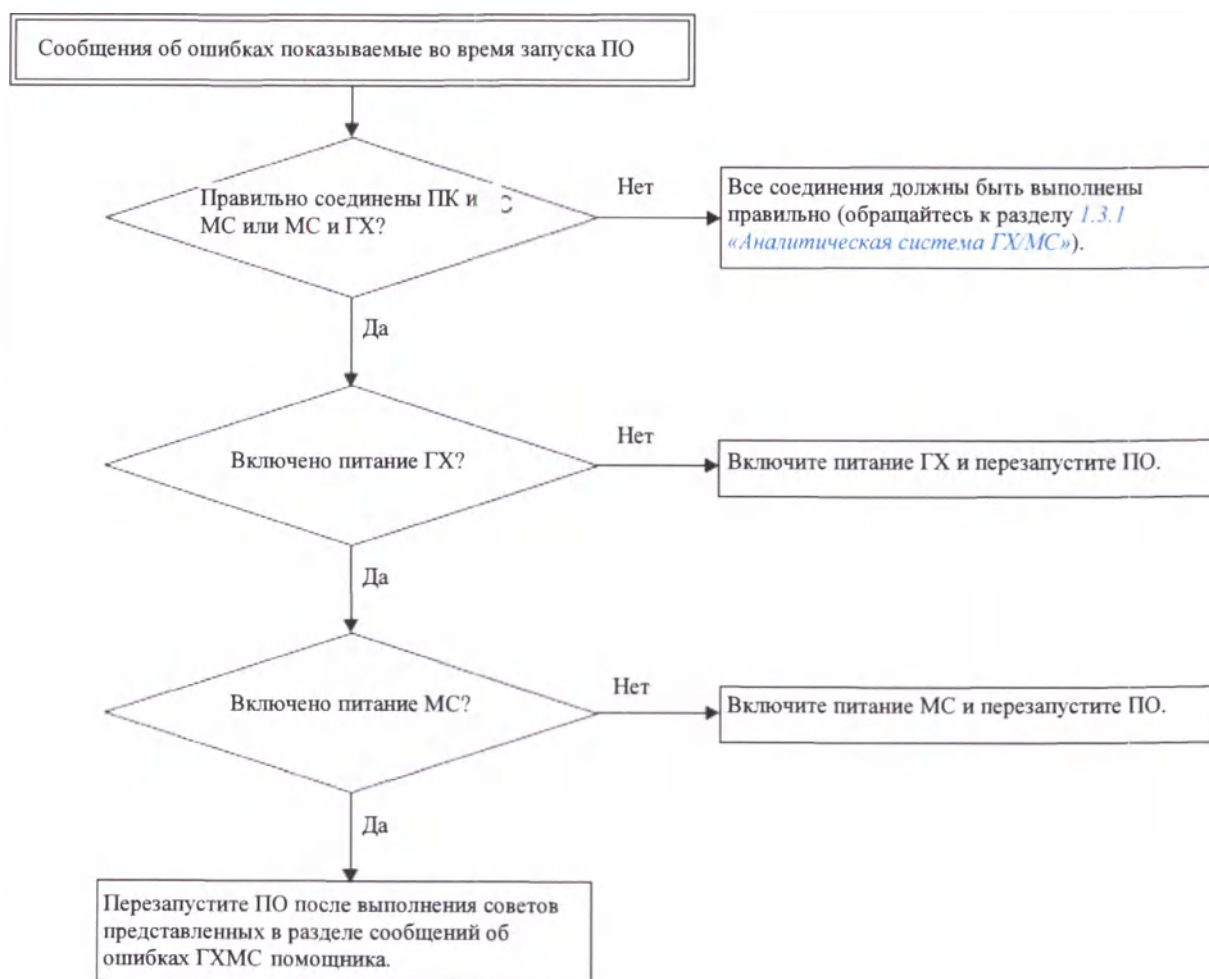
4.1 Проблемы работы и меры их устранения

Этот раздел описывает проблемы работы, которые могут возникнуть во время анализа, варианты этих проблем и рекомендуемые решения. Если симптомы сохраняются после выполнения действий по их устранению или возникли другие проблемы, то свяжитесь с вашим представителем Шимадзу.

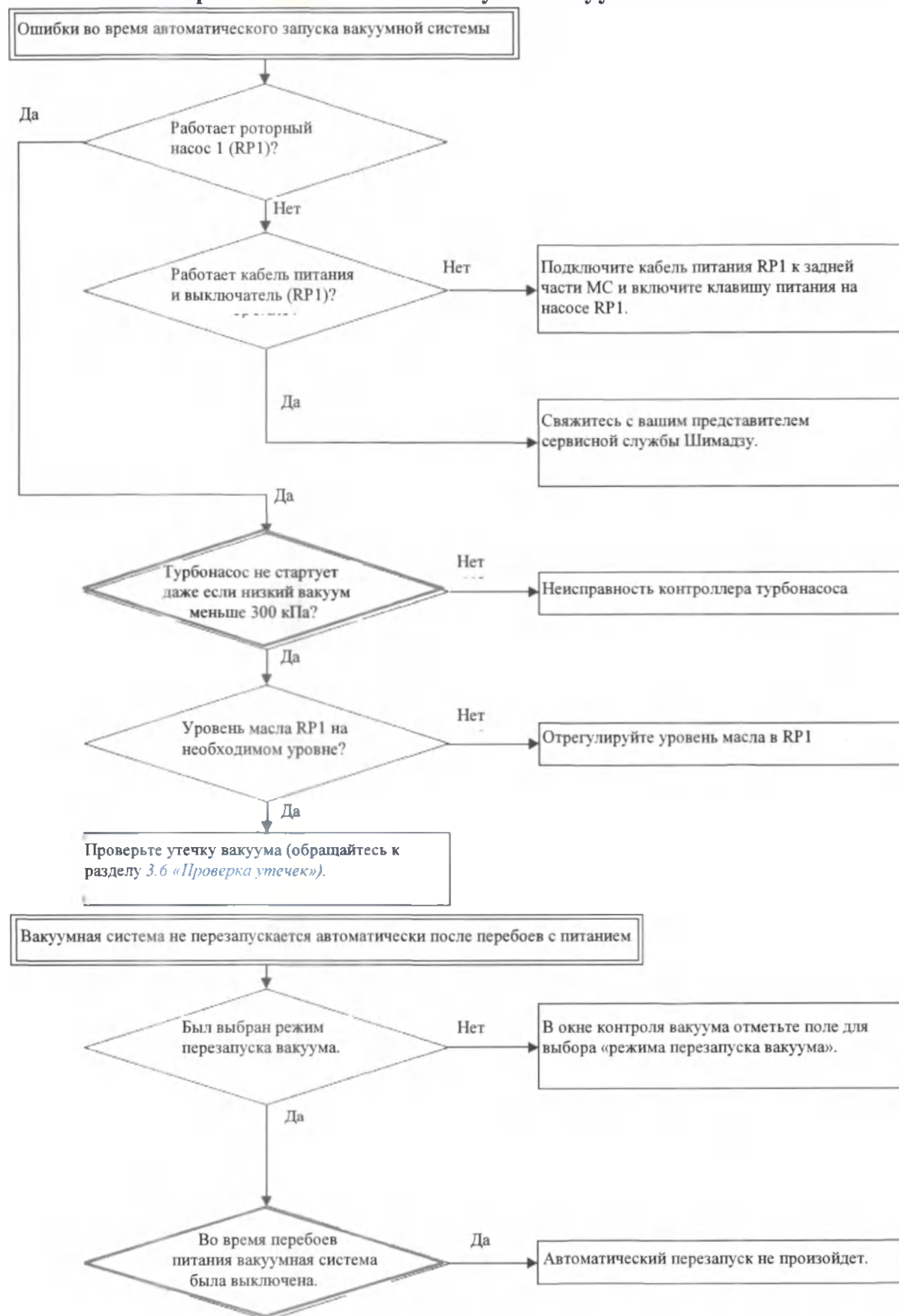
4.1.1 Состояния ошибок, показываемые светодиодами на МС



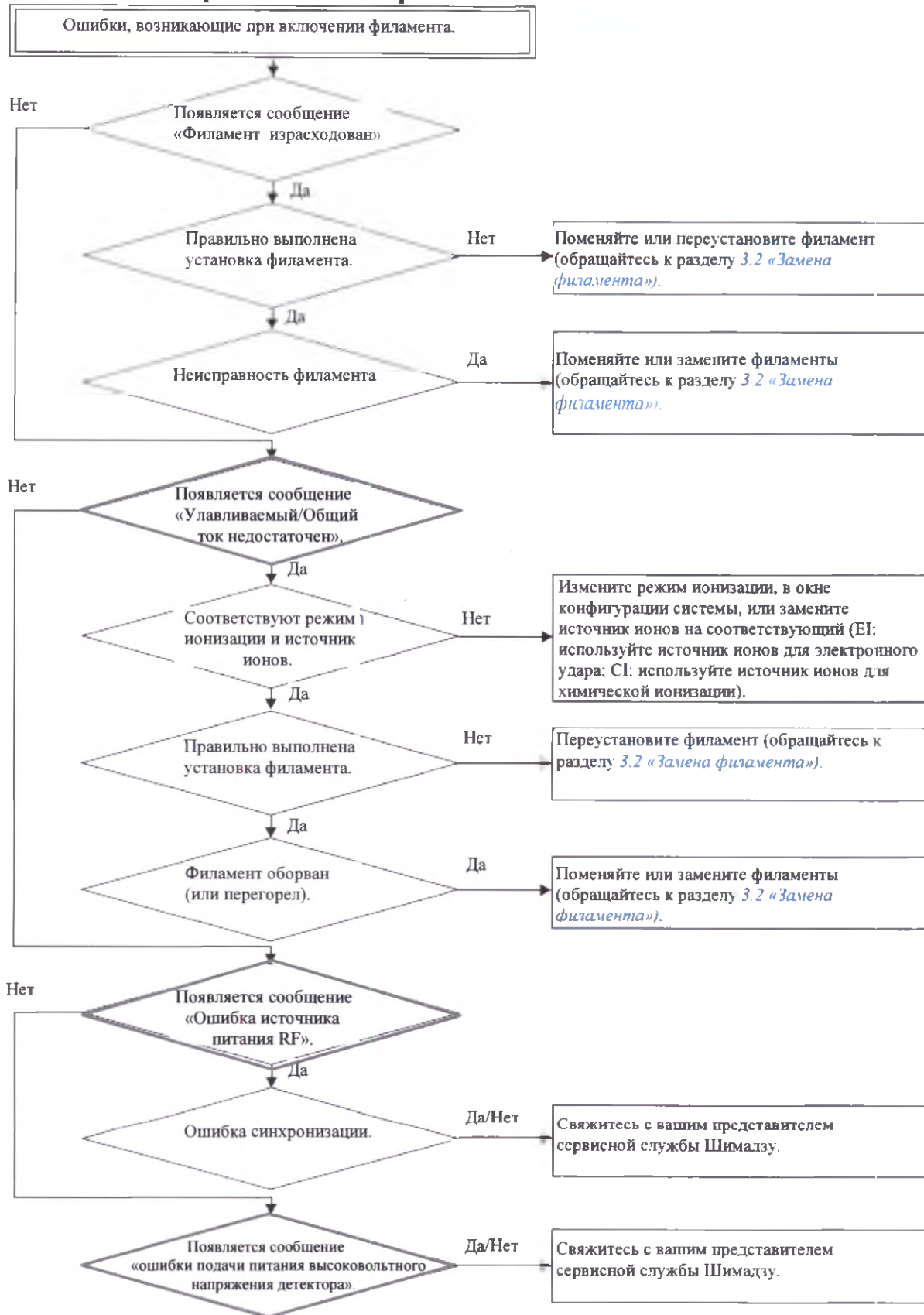
4.1.2 Ошибки при запуске ПО GCMSsolution



4.1.3 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы



4.1.4 Ошибки при включении филамента МС



4.1.5 Ошибки при автоматической настройке и анализах

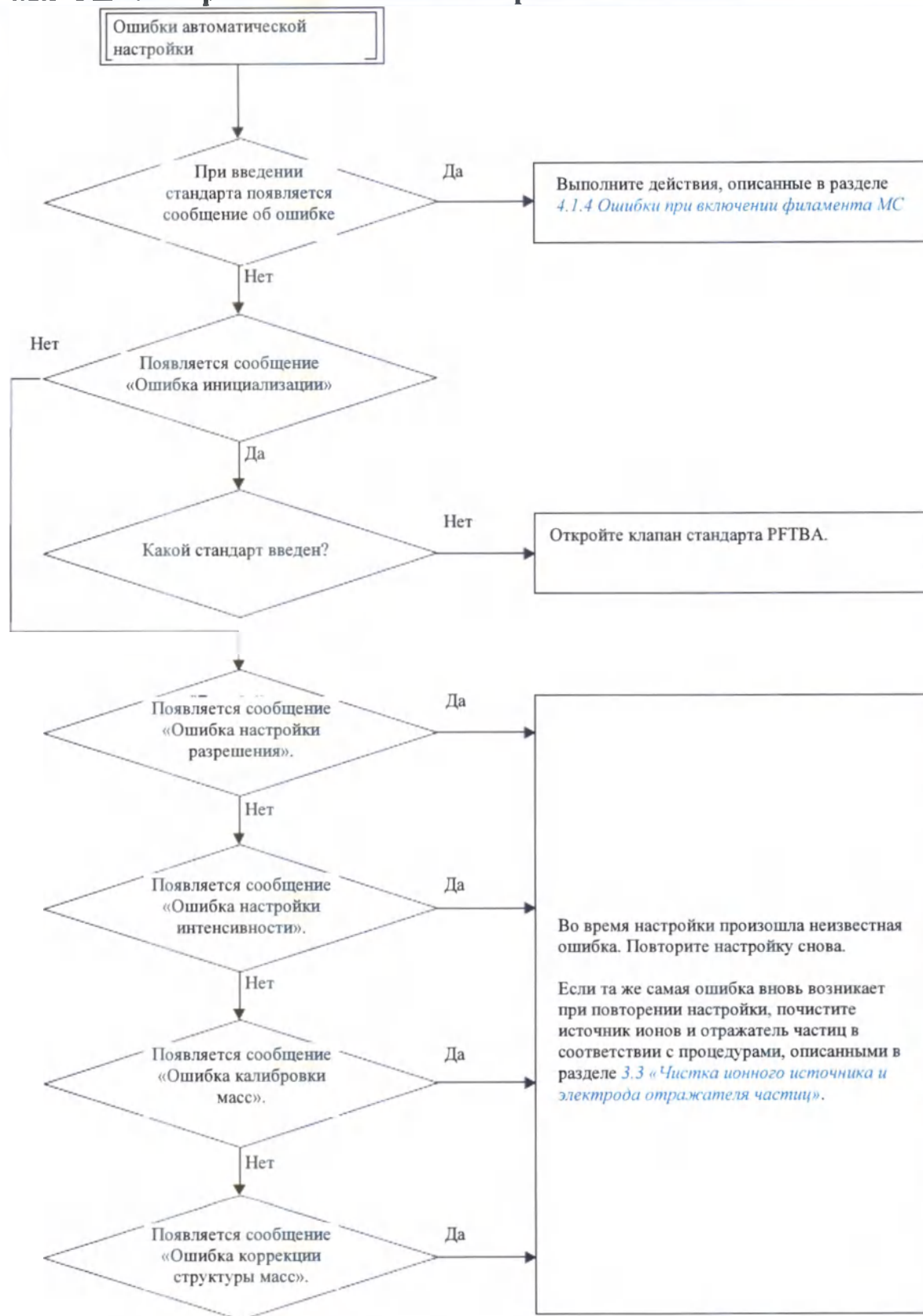
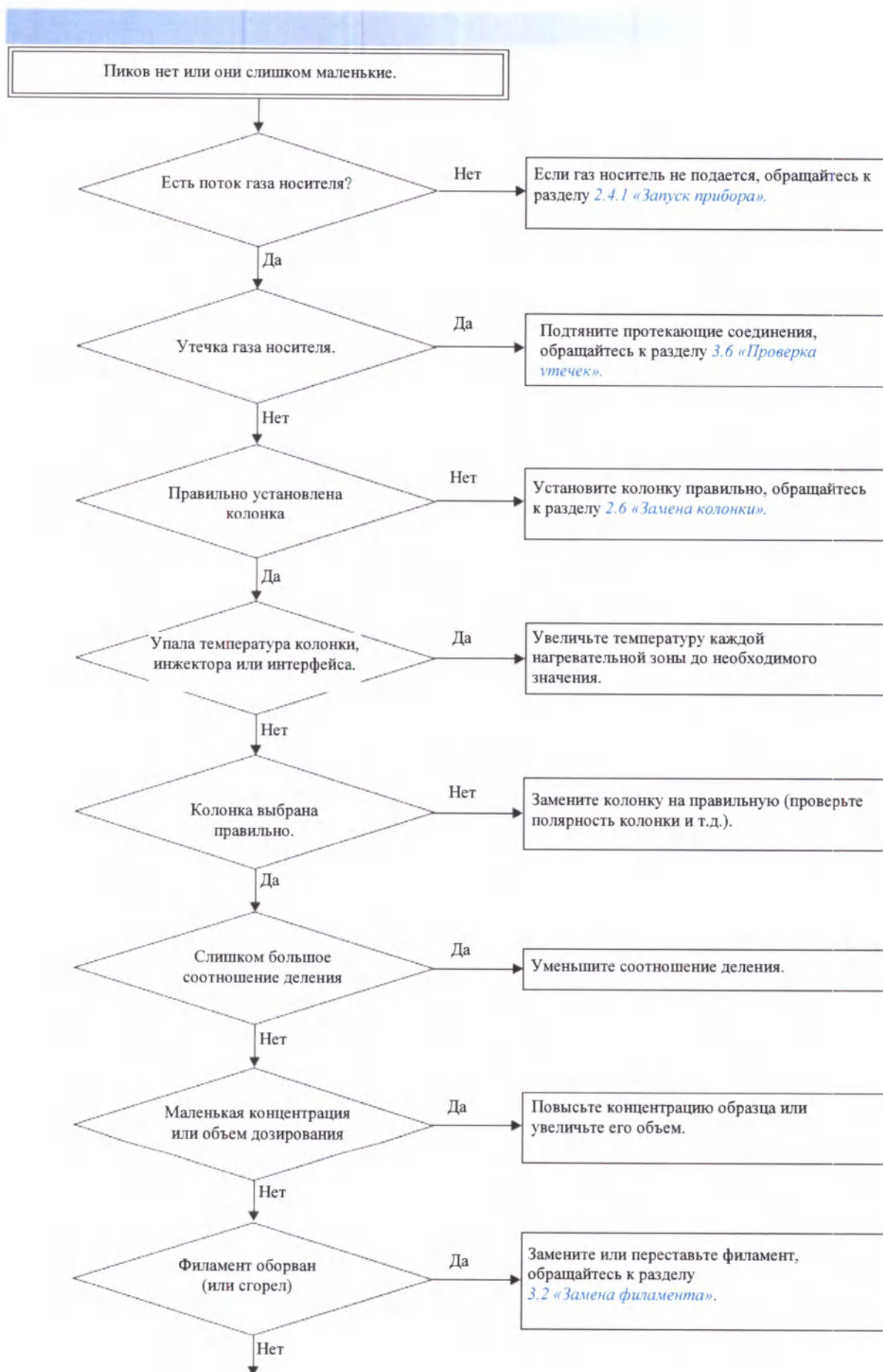
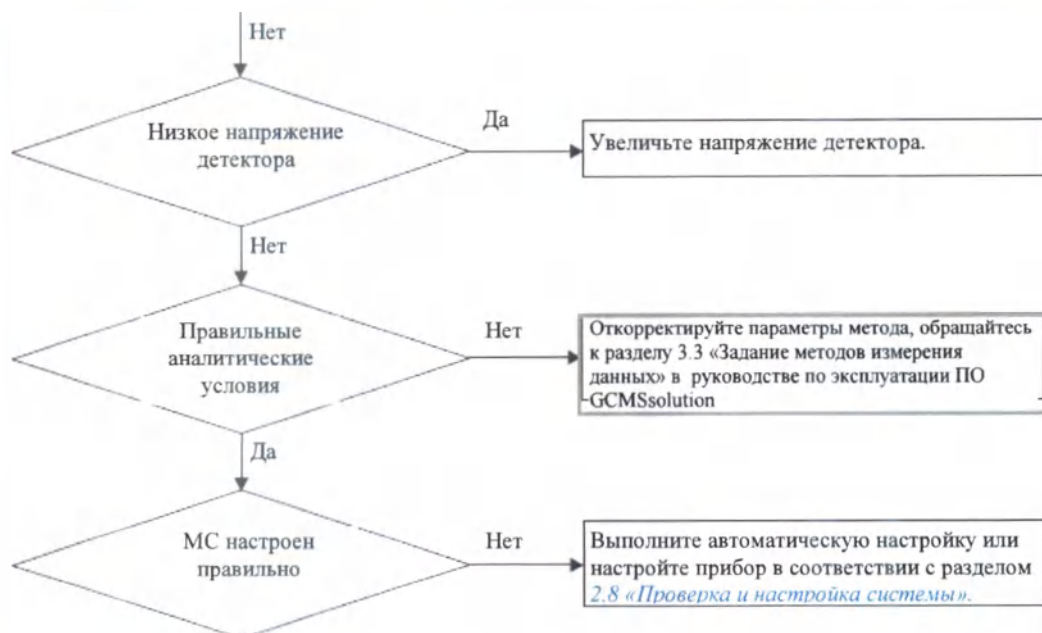
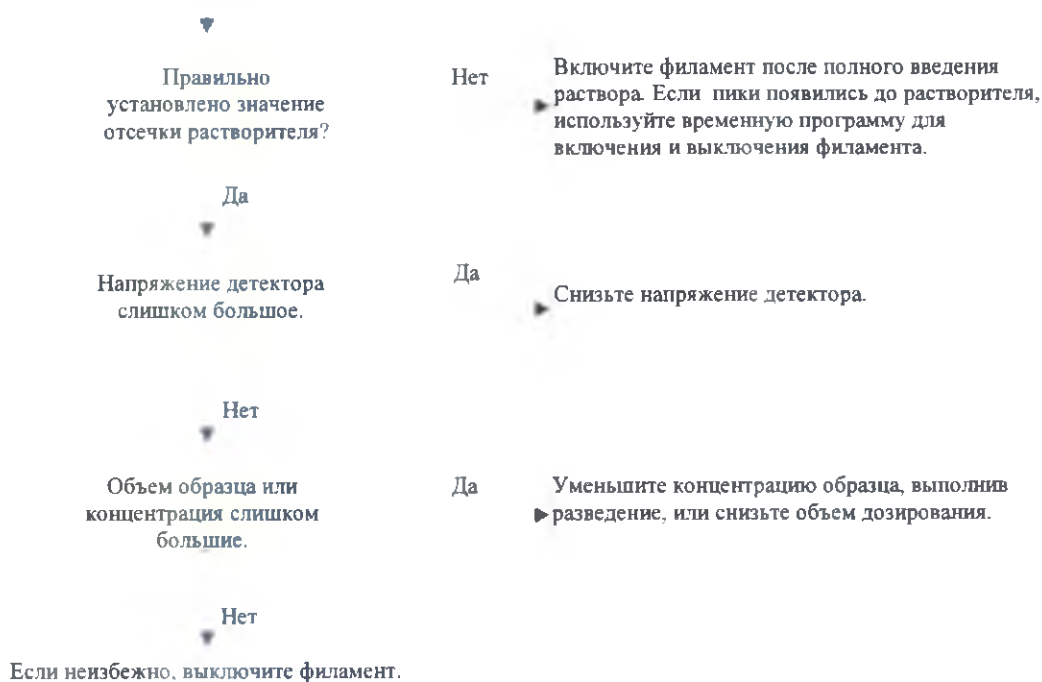


Рисунок 4.1 Ошибки автоматической настройки



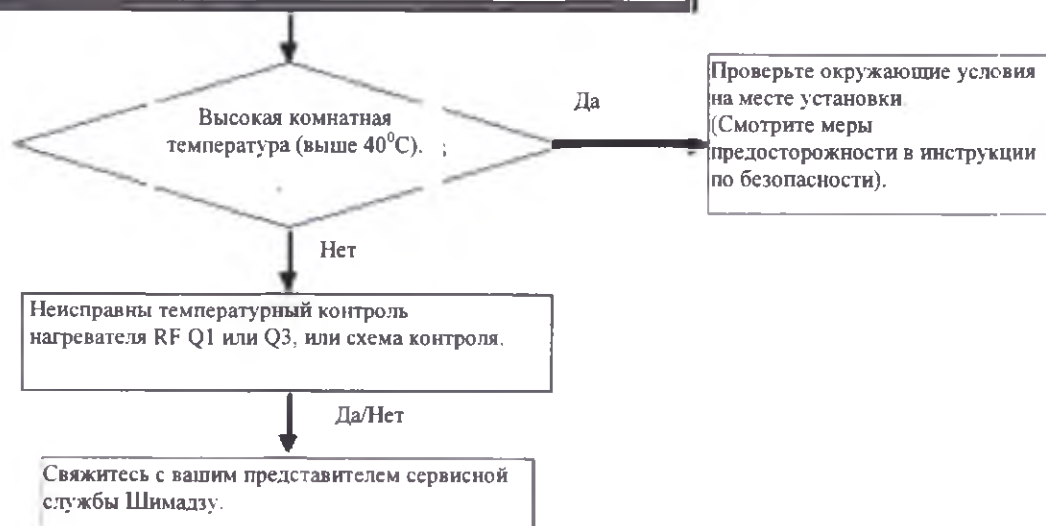


Во время анализа появилось сообщение «детектор насыщен».



4.1.6 Ошибка контроля температуры RF

Во время подключения блока МС или при старте анализа появилось сообщение о прекращении нагрева RF Q1 «Q1 RF heater has stopped» или Q3 «Q3 RF heater has stopped».



Примечание

RF нагреватель отключается при возникновении ошибки контроля температуры RF. В этом состоянии еще возможно проведение анализа, но может произойти смещение осей масс. Для предотвращения данного смещения, перед измерением данных, выполните автоматическую настройку при выключенном контроле температуры RF.

4.2 Функции защиты вакуумной системы

Этот раздел описывает функции защиты при обнаружении отклонений в вакуумной системе.

4.2.1 Обзор

При вакуумировании прибора отслеживаются три пункта. Система защиты срабатывает при обнаружении отклонений.

- Состояние турбомолекулярного насоса.
- Обратное давление турбомолекулярного насоса. (Низкий вакуум в «Мониторе прибора» показывает наличие обратного давления)
- Вакуум анализирующей камеры. (Глубокий вакуум в «Мониторе прибора» показывает вакуум)
Когда в окне конфигурации системы ионный датчик (Ion Gauge) установлен на «None», глубокий вакуум не отображается.

4.2.2 Функциональные возможности защиты

1. Филамент, высокое напряжение детектора и питание RF отключаются при возникновении следующего:

- (1) Низкий вакуум (отслеживаемый датчиком Пирани) больше 100.0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос не находится в состоянии готовности «Ready».
- (3) Глубокий вакуум (отслеживаемый датчиком ионизации) больше $1.0E-2$ Па.

Филамент, высокое напряжение детектора и питание RF вновь включаются при выполнении следующих условий.

- (1) Низкий вакуум (отслеживаемый датчиком Пирани) меньше 80.0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос находится в состоянии готовности «Ready».
- (3) Глубокий вакуум (отслеживаемый датчиком ионизации) меньше $0.8E-2$ Па.

2. Вакуумная система автоматически останавливается, когда одно или несколько следующих условий продолжают более 5 минут.

- (1) Низкий вакуум (отслеживаемый датчиком Пирани) больше 100.0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос не находится в состоянии готовности «Ready».

Светодиод вакуумной системы горит красным светом и мигает, когда она остановлена.

А.1 Характеристики

Диапазон масс	m/z 10-1090	
Разрешение	R > 1.5M (FWHM) в окне монитора пиков [Peak Monitor]	
Чувствительность сканирования при электронном ударе	S/N > = 600 / 1пг октафторнафталин молекулярный ион m/z 272	
	Колонка	RTX-5ms 30м x 0.25 мм В.Д., 0.25мкм или аналогичная
	Диапазон сканирования	m/z 200 – 300
	Интервал (время события)	0.2 с
Максимальная скорость сканирования	20000 u/sec (сканирование по Q3) (где u – атомная единица массы)	
Чувствительность MRM	S/N > = 4000 / 100 фг октафторнафталин молекулярный ион m/z 272 - > 222	
	Колонка	RTX-5ms 30 м x 0.25 мм В.Д., 0.25 мкм или аналогичная
	Энергия соударения	25 В
	Интервал (время события)	0.2 с

А.2 Оборудование

Газовый хроматограф	Модель	GC-2010Plus
	Температура термостата	Максимум 450 ⁰ С
	Линейная скорость подъема температуры (с переменным напряжением источника питания 100, 115 В)	40 ⁰ С/мин до 200 ⁰ С 25 ⁰ С/мин до 250 ⁰ С 15 ⁰ С/мин до 380 ⁰ С 7 ⁰ С/мин до 450 ⁰ С
	Линейная скорость подъема температуры (с переменным напряжением источника питания 230 В) (термостат большой мощности)	70 ⁰ С/мин до 200 ⁰ С 50 ⁰ С/мин до 350 ⁰ С 35 ⁰ С/мин до 450 ⁰ С
	Температура инжекторного порта	Максимум 450 ⁰ С
ГХ/МС интерфейс	Модель	Прямой интерфейс для капиллярной колонки
	Температура	От комнатной до 350 ⁰ С
Источник ионов	Тип ионизации	Электронный удар (EI)
	Температура	Контролируемая температура: 140 – 300 ⁰ С
	Филамент	Двойной филамент (автоматическое переключение)
	Диапазон установки напряжения электрона	10 – 200 В
	Диапазон установки тока электрона	5 – 250 мкА
Анализирующие части	Цилиндрический четырехполюсник с предварительными стержнями	
	Соударительная ячейка	Ультрабыстрая соударительная ячейка восьмиполюсного типа
Детектор	Вторичный электронный умножитель с динодом преобразования	

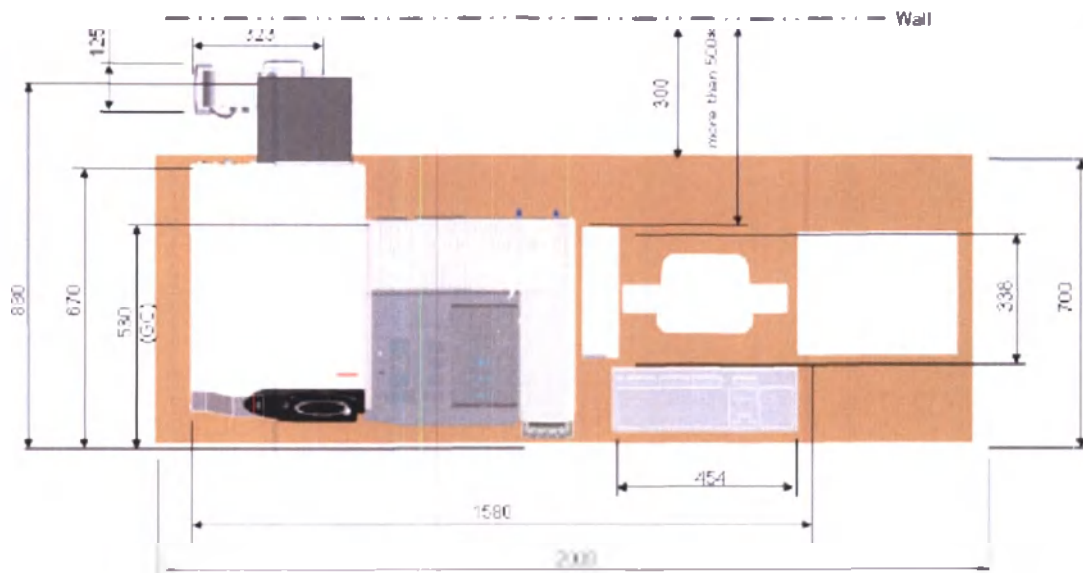
Вакуумная система	Основной насос TMP (турбомолекулярный)	Дифференциальная вакуумная система Сторона источника ионов: 179 л/сек (Гелий) Сторона Стержни/Детектор: 185 л/сек (Гелий)
	Поддерживающий насос RP (роторный)	30 л/мин (60 Гц) масляный роторный насос

А.3 Требования к месту установки

Источник питания	Частота	50/60 Гц
	Для ГХ	Однофазное переменное 100, 115В, 1800 ВА
		Однофазное переменное 230В, 2600 ВА (для термостат большой мощности)
	Для МС	Однофазное переменное от 100 до 240В, 1000 ВА
	Изменение напряжения	Диапазон напряжения питания для работы $\pm 10\%$
		Диапазон напряжения питания для обеспечения характеристик $\pm 5\%$
	Категория установки	Категория перенапряжения II (IEC)
	Защитное стекло	Класс I (IEC)
	Номинальный ток короткого замыкания	1000 А
	* Для блока необходим отдельный источник питания с автоматическим выключателем. Не используйте источник питания для других устройств. * В случае изменений напряжения, прибор рассчитан на работу в диапазоне $\pm 10\%$ включая высокочастотные шумы, но для большей эффективности рекомендуется использование в диапазоне $\pm 5\%$, включая высокочастотные шумы. Изменения частоты должны быть не более ± 0.5 Гц * Так же рекомендуются источники питания для ПК, монитора и принтера.	
Условия эксплуатации	Сопротивление заземления	Не более 100 Ом Подключите ГХ, МС, компьютер и дополнительные источники электропитания к заземляющему контуру.
	Температура	Постоянная от 18 до 28°C
	Влажность	От 40 до 70% (Без образования конденсата)
	* Должна быть установлена вытяжка. Выхлоп насоса должен быть подсоединен к вытяжке для предотвращения образования масляного тумана и попадания вводимых растворителей и образцов в помещение. Если это невозможно, должен быть установлен фильтр для улавливания паров масла. При установленном фильтре, вводимые растворители и образцы будут попадать в помещение. (Кат. № 042-00124-31, Масло улавливающий фильтр EMF3) * Наличие пыли, вибрации, сильного шума и коррозирующих газов не допускается.	
	Высота над уровнем моря	Максимум 2000 м.
	Уровень загрязнения	Уровень загрязнения 2 (IEC)

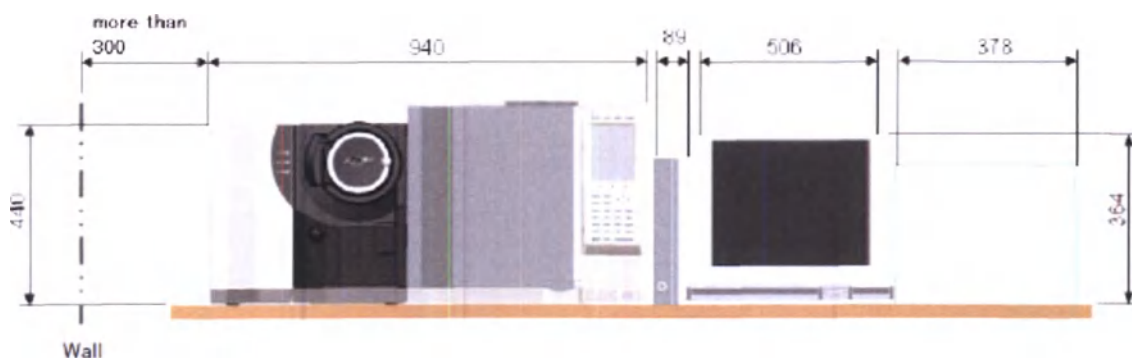
А.3.1 Примеры установки

Пример установки (размеры зависят от используемых ПК и принтера.)



Во время охлаждения термостата горячий воздух выбрасывается из задней части прибора. Во время установки примите во внимание следующее.

- Не помещайте горючие материалы в задней части прибора.
- Оставьте расстояние от стены до задней части прибора не менее 50 см.*
- Оставьте сзади прибора дополнительное пространство для обеспечения проверок и обслуживания.
- Когда используется дополнительный вытяжной воздуховод (S221-47748-41), расстояние от стены может быть минимум 25 см.



Длина трубопроводов и кабелей следующие.

Роторный насос MC	Вакуумный трубопровод	примерно 1.5 м.
	Вытяжной трубопровод	примерно 4 м.
ПК – MC	Кабель питания	примерно 1.5 м.
	Кабель	примерно 2 м.



Данная страница оставлена пустой намеренно.

В.1 Список запасных и расходных частей

Данный раздел представляет список запасных и расходных частей для стандартной конфигурации прибора. Части для дополнительных блоков находятся в их руководствах по эксплуатации. Большинство расходных и запасных частей для ГХ устройства (GC-2010Plus) представлены в списке, но относительно дополнительных деталей обращайтесь к руководству по эксплуатации GC-2010Plus, поставляемому отдельно. Если у вас возникли вопросы относительно частей в данном списке, обращайтесь к вашему представителю Шимадзу.

Для расходных частей без указания периода замены в столбце примечаний, заменяете их по мере необходимости.

В.1.1 GCMS-TQ8040

Список расходных частей

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
	S221-35507-02	Набор септ, (LB-2), 50 шт.	
	S036-11203-84	О-кольцо, 4D P5, 5 шт.	Для установки стеклянной вставки
	S221-41444-01	Стеклянная вставка, SPL-2010	Для дозирования с делением
	S221-48335-01	Стеклянная вставка, SLESS/WBI	Для дозирования без деления
	S221-48600	Дезактивированная кварцевая вата, 2 гр.	
	S221-48876-03	Дезактивированная стеклянная вставка, SLESS	5 шт.
	567366	Стеклянная вставка Sky Liner Splitless Single Taper Gooseneck	По возникшим вопросам свяжитесь с Restek Corporation
	S225-20803-01	Дезактивированная стеклянная вставка, SPLIT	5 шт.
	S221-49065-91	Золотое уплотнение 5 шт.	1 шт. 221-48990
	S221-34121-94	Фильтр молекулярное сито	Для удаления загрязнений в газе носителя Рекомендуемый период замены 1 год
	S221-42559-92	Фильтр в сборе (SPLIT)	Для линии потока деления Рекомендуемый период замены 1 год
	S221-42559-92	Фильтр в сборе (PURGE)	Для линии потока продувки септы Рекомендуемый период замены 1 год
	S201-35183-84	Уплотнение, алюминиевое, набивной колонки, 500 шт.	Для соединений линии потока
	S670-15003-03	Ферула, GVF/004, 10 шт.	Для капиллярных колонок шириной менее 0.25 мм
	S670-15003-04	Ферула, GVF/005, 10 шт.	Для капиллярных колонок шириной менее 0.32 мм
	S670-15003-07	Ферула, GVF/008, 10 шт.	Для капиллярных колонок шириной менее 0.53 мм
Прямой интерфейс	S670-11009	Гайка, SSNE16/012, 5 шт.	

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Источник ионов	S225-10340-91	Филамент	
	S225-17659-91	Отражатель частиц в сборе	
	S225-17697-91	Камера (термически обработанная)	
	S225-17698-91	Отражатель частиц (термически обработанный)	
	S225-01068	Изолятор	
CI/NCI (Положительная и отрицательная химическая ионизация)	S202-75101	Трубки в сборе	
	S225-17705-91	Камера в сборе, CI+ (термически обработанная)	Для CI
	S225-17705-92	Камера в сборе, NCI+ (термически обработанная)	Для NCI
	S225-17710-91	Отражатель частиц в сборе, CI+	Для CI/NCI
	S016-37575-03	PTFT, 7040AMS3653#16	Для CI/NCI трубка PTFE (10 м.)
DI (Прямой ввод)	S200-33168	Уплотнение	
	S036-15550-12	О-кольцо, AS568A-012-AD	
	S225-09344	Тигель для образца (100 шт.)	
	S225-04209	Крышка	
	S225-10627-91	Датчик прямого ввода в сборе	
	S225-17711-91	Отражатель частиц 2, CI+DI(C)	Для CI анализов с DI
Калибровочный газ	S225-09493-03	Стандартный образец, PFTBA (5 гр.)	
	S225-09493-01	Стандартный образец, TRIS (0.5 гр.)	Для калибровки m/z 866
	S225-09493-05	Tris (перфторнонил) –S-triazine (S-триазин) (1 гр.)	Для калибровки m/z 1066
Вакуум	S017-30163-11	Масло роторного насоса Ultragrade 15 l.	
Приспособления и инструмент	S085-35124-03	Абразивная ткань, доводочная, 20 шт.	
	S225-10194-91	Приспособление для источника ионов	
	S225-01453-94	Приспособление для подсоединения колонки (к интерфейсу)	
	S225-01453-95	Приспособление для подсоединения колонки (к инжектору)	

Список запасных частей

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
ГХ	S221-71662-41	Клавиатура в сборе, GC2010	
	S078-12146-01	Дисплей, LM32019P	
	S221-46470-02	Клавиша резиновая 1, GC2010	
	S221-46471-02	Клавиша резиновая 2, GC2010	
	S221-43695-41	РТ датчик в сборе, 17A+	
	S221-43696-91	Термопара с контактами, V2	
	S221-72675-91	Комплект инжектора SPL+	
	S221-73437-91	Комплект порта инжектора	
	S225-10167-91	Соединительная гайка, MC	
Прямой интерфейс	S225-10547	Изолятор, интерфейса	
	S018-23651	Клейкая лента	
	S036-11251	О-кольцо, 4D P50	
	S225-10549-41	Нагревательный блок в сборе	Для 100 – 115В (включает нагреватель и Pt датчик)
	S225-10549-42	Нагревательный блок в сборе	Для 220 – 240В (включает нагреватель и Pt датчик)

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Источник ионов	S200-44394	Керамический изолятор A24-251-1	
	S225-17652-91	Нагревательный блок в сборе	
	S225-10436-91	РТ в сборе, источник ионов	
	S018-17301	Фольга алюминиевая 250#, #10MT	
	S225-17651-91	Источник ионов в сборе	Линзы, магниты и нагревательный блок
	S225-17670-91	Колпак интерфейса в сборе	
	S022-27031	Болт, SST HEXSOCKET M2 ,, 3	Для колпака интерфейса
	S225-10238	Витая пружина	
	S225-10434-91	Кабель в сборе, F1(S)	
	S225-10434-92	Кабель в сборе, F2(S)	
	S225-10434-93	Кабель в сборе, F1(L)	
	S225-10434-94	Кабель в сборе, F2(L)	
	S225-10434-95	Кабель в сборе, L1	
Детектор	S225-09340-11	Электронный умножитель, AF620	Детектор, только вторичный электронный умножитель
	S225-10466-41	Сигнальный кабель в сборе, DET-B	
	S225-10466-42	Кабель линз в сборе, DET-B	
	S225-10466-43	Высоковольтный кабель в сборе, DET-B	
	S225-10466-44	CDD кабель в сборе, DET-B	
	S225-10464-91	Сквозное соединение в сборе, CDD	
	S225-09148-92	Сквозное соединение	
	S036-11218	О-кольцо, 4DP18	
	S036-11276	О-кольцо, 4DP125	
МС фильтр	S225-01132	Штырь/QP-5000	
	S225-10408-93	Короткий кабель 3, предварительные стержни	
	S225-01373	Короткая пружина	
	S225-10390-01	Клеммная панель (PRE)	
	S225-11659-91	Предварительный стержень	
	S225-10401	Изолятор	Для предварительных стержней
	S225-10402	Винт (PRE)	Для предварительных стержней
	S225-10403	Фланец	Для предварительных стержней
СС (Соударительная ячейка)	S225-22300-41	Соударительная ячейка в сборе	
	S225-12217-41	TQ-CC игольчатый контакт линзы 1 в сборе	
	S225-12218-41	TQ-CC игольчатый контакт линзы 2 в сборе	
	S225-12219-41	TQ-CC игольчатый контакт линзы 3 в сборе	
	S225-12220-41	TQ-CC игольчатый контакт линзы 4 в сборе	
	S225-14092	TQ_OP пластина 2 CC	
	S022-66303-16	Болт, PEEK /SH-M4-20	

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Корпус	S036-11203	О-кольцо, 4DP5	
	S036-11216	О-кольцо, 4DP15	
	S036-11218	О-кольцо, 4DP18	
	S036-11243	О-кольцо, 4DP40	
	S036-11266	О-кольцо, 4DP90	
	S036-11271	О-кольцо, 4DP105	
	S036-11272	О-кольцо, 4DP110	
	S225-09148-92	Сквозное соединение	
Блок МС	S225-14423	Пояс 1	
	S225-12015	Пояс, TQ-CC	
	S036-19004-01	О-кольцо, 4D-S4	
	S036-15553-72	О-кольцо, AS568A-372 4D	
	S036-15553-79	О-кольцо, AS568A-379 4D	
	S225-22260-41	Кабель в сборе, MS-B	
	S225-22261-41	Кабель в сборе, MS-QP80	
	S225-22261-42	Кабель в сборе, MS-QP130	
	S225-22261-43	Кабель в сборе, MS-QP150	
	S225-22262-41	Кабель в сборе, MS-CCRF80	
	S225-22262-42	Кабель в сборе, MS-CCRF13	
	S225-22263-41	Кабель в сборе, MS-CCL80A	
	S225-22263-42	Кабель в сборе, MS-CCL80B	
	S225-22263-43	Кабель в сборе, MS-CCL80C	
	S225-22263-44	Кабель в сборе, MS-CCL150	
Ввод стандарта SI	S225-10179-41	Клапан в сборе, SI-B	
	S225-01559-91	Капилляр в сборе	
	S035-62971-05	Втулки набор, 1/16F-T	
	S225-04257-91	Стекланная бутылочка (5 шт.)	
	S036-11203	О-кольцо, 4DP5	
Вакуумная система	S225-09490-01	Ионный датчик вакуума	Рекомендуемый период замены 3 года
	S225-20310-91	Датчик вакуума Пирани, PB-1	Рекомендуемый период замены 3 года
		Турбомолекулярный насос TMP, EXT200/200H GCMS	Основной блок + контроллер Рекомендуемый период ремонта 3 года
		EXDC160	Контроллер TMP (Деление потока) Рекомендуемый период ремонта 3 года
	225-09517-01	Роторный насос RP, E2M1.5 (100-120)	Без кабеля Рекомендуемый период ремонта 1 год
	225-09517-02	Роторный насос RP, E2M1.5 (220-240)	Без кабеля Рекомендуемый период ремонта 1 год
	S225-11446-91	Кабель, MS-RP	Кабель для RP
	S221-09895-09	Значок, AC 220 240B	Значок для кабеля

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
	S221-09895-10	Значок, AC 110 115B	Значок для кабеля
	S210-13532-71	Значок, RP 1	Значок для кабеля
	S204-30020-01	Шланг, 16KF-18	Для RP
	S035-06033-14	Центрирующее кольцо, SNS1016	Для RP Рекомендуемый период замены 3 года
	S035-02415-01	Зажим кольца, 10/16KF	Для RP Рекомендуемый период замены 3 года
	S016-31697-03	Шланг, PVC CHEMFLEX 19X26	
	S037-61024	Зажим шланга, НВ-1-28	
	S017-30290-11	Смазка	
	S225-18838-41	Прямое соединение, KF25#15	
	S035-06033-03	Центрирующее кольцо, SNS7025	Рекомендуемый период замены 3 года
	S035-02415-02	Зажимное кольцо, 20/25KF	
	S225-09588-07	ISO 100 Кольцо с грубой сеткой	Центрирующее кольцо с грубой сеткой (Сторона детектора) Рекомендуемый период замены 3 года
	S225-09588-08	ISO 100 Кольцо с тонкой сеткой	Центрирующее кольцо с тонкой сеткой (Сторона источника ионов) Рекомендуемый период замены 3 года
	S036-11271	О-кольцо, 4DP105	О-кольцо передней дверки Рекомендуемый период замены 3 года
	S225-10125	Сквозное соединение 12P	
	S036-11243	О-кольцо, 4DP40	Для сквозного соединения 12P
	S225-03540-94	Напускной клапан в сборе	
	S036-11202	О-кольцо, 4DP4	
	S035-06033-01	Центрирующее кольцо, SNS7010	Для напускного клапана Рекомендуемый период замены 3 года
Основное питание	S225-22520-41	Основное питание в сборе, В	
	S074-80435-38	Блок питания, ZWS240PAF24/J	
	S074-80429-55	Блок питания, ZWS100AF-24/*	
	S074-80383-40	Блок питания, ZWS50-5/J HFP	
	S225-22920-41	Плата в сборе, PUMP-CTPL-B	
Светодиод	S225-22524-41	Кабель вентилятора в сборе, M/P B	
	S225-22890-41	Плата в сборе, LED-B	
Плата высоковольтного питания	S225-21100-41	Высоковольтная плата в сборе	Модель EI, CI
	S225-21100-42	Высоковольтная плата в сборе, NC1	Модель NC1
Питание RF	S225-22450-42	Блок питания RF в сборе, В	
	S225-22860-41	Плата в сборе, Q1RF DIFF-B	
	S225-22880-41	Плата в сборе, Q3RF DIFF-B	
	S225-22458-41	Кабель вентилятора в сборе, RF PS	
Главный контроллер	S225-21080-42	Плата в сборе, MAIN CTRL-B	

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Плата процессора	S225-22800-41	Плата процессора в сборе, CPU-B	
Контроль источника ионов	S225-21150-43	Плата контроля в сборе, IS-CTRL-A-PRO	
Постоянное питание	S225-22930-41	Плата питания постоянного тока	
Контроль ионного датчика	S225-21180-41	Плата контроля ионного датчика	
Предусилитель	S225-22830-41	Плата предусилителя	
Кабель (снаружи прибора)	S071-60825-51	Кабель, PHP-206S+PHS-3	Для 220 – 240В
	S071-60821-08	Кабель, UC-975-N01	Для 100 – 115В
	S088-50825-30	Кабель USB (2м)	(USB, 2 м)
	S088-50825-31	Кабель USB (5м)	(USB, 5 м)
	S088-50906-11	Кабель RS232C	(RS-232C)
Кабель (внутри прибора)	S225-22973-41	Кабель, RFPS-DIFF	
	S225-22982-41	Кабель, CPU-Q1 RF	
	S225-22982-42	Кабель, CPU-Q3 RF	
	S225-22981-41	Кабель, MAIN CPU	
	S225-22980-41	Кабель, MAIN	
	S225-22974-41	Кабель, CC LENS	
	S225-22964-41	Кабель, PW-CCRF HV	
	S225-22965-41	Кабель, PW-CCRF DC	
	S225-22962-41	Кабель, PW-Q1 RFPS DC	
	S225-22962-42	Кабель, PW-Q3 RFPS DC	
	S225-22961-41	Кабель, PW-Q1 RFPS HV	
	S225-22961-42	Кабель, PW-Q3 RFPS HV	
	S225-22966-41	Кабель, PW-CCGAS	
	S225-22985-41	Кабель, CPU DC POWER	
	S225-22979-41	Кабель, CPU-PUMP	
	S225-22953-41	Кабель, PS-PW	
	S225-22969-41	Кабель, PW-LED	
	S225-22963-41	Кабель, PW-IG CTRL	
	S225-22975-41	Кабель, CCRF-DIFF	
	S225-22976-41	Кабель, PREAMP-CPU	
	S225-22983-41	Кабель, CPU-CCRF	
	S225-22984-41	Кабель, CPU-CCGAS	
	S225-22987-41	Кабель, MAIN HV	
Контроль газа соударительной ячейки CC	S225-22500-41	Плата контроля газа, CC GAS CTRL	
	S221-48813-91	Клапан в сборе, SAGINOMIYA	Пропорциональный клапан (CID)
	S225-22505-41	Клапан в сборе, CC GAS-B	Соленоидный клапан
	S221-18154	Фильтр, PTFE 4 MICROMETER	
	S221-42555	Фильтр, PTFE	
Вход газа CC	S225-22430-41	Вход газа соударительной ячейки в сборе	
	S225-22433-42	Клапан в сборе, CID	С установленными клеммами
	S225-22430-42	Капилляр газа, CID	
	S221-18154	Фильтр, PTFE 4 MICROMETER	
	S036-11203	О-кольцо, 4DP5	
CC-RF	S225-22550-41	Плата в сборе, CC RF	Собранная плата

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Прочее	S225-10333-91	Вентилятор в сборе	
	S225-22624-41	Верхняя панель	Кожух
	S225-22601-41	Левая панель	Кожух
	S225-22610-41	Задняя панель	Кожух
	S225-22625-41	Опора панели	Кожух
CI/NCI	S225-22650-41	Контроллер газа CI	
	S225-17708-91	Фланец, KF25#15, CI+	
	S016-70402-06	Кварцевый капилляр (рекомендуется 500 мм)	
	S225-01287-01	Ферула PTFE	

В.1.2 Набор инструментов (Опция)

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Набор инструментов (Опция) S225-20051-91	S086-03047-02	Ключ гаечный рожковый 10х12	2 шт.
	S086-03047-01	Ключ гаечный рожковый 6х8	2 шт.
	S221-46977	Ключ, SPL-2010	1 шт.
	S016-16111-01	Пинцет	1 шт.
	S086-11002	Отвертка №2 100мм	1 шт.
	S086-12011	Гаечная отвертка, 4.0	1 шт.
	S086-10403	Плоская отвертка 100мм	1 шт.
	S225-20801-01	Ключ гаечный 3/16х1/4	1 шт.
	S225-10194-91	Приспособление для ионного источника	1 шт.
	S225-01453-94	Приспособление для подсоединения колонки (интерфейс)	1 шт.
	S225-01453-95	Приспособление для подсоединения колонки (инжектор)	1 шт.
	S221-50595-91	Резак для капиллярных трубок	1 шт.
	S086-10530-01	Шестигранная отвертка 006-1.5мм	1 шт.
	S026-11007-02	Параллельные штыри, SUS304 1х12	1 шт.
	S221-35566-92	Закрывающаяся гайка G-типа (2шт.)	1 шт.
	S018-20211-11	Липкая лента, желтая	1 шт.

В.1.3 Набор расходных частей (Опция)

Название блока	Кат.№	Название части	Примечания
Набор расходных частей (Опция) S225-20052-91	S221-34121-94	Фильтр молекулярное сито, SPL-14	1 шт. Рекомендуемый период замены 1 год
	S221-42559-92	Фильтр в сборе	2 шт. Рекомендуемый период замены 1 год
	S221-48990	Золотое уплотнение	1 шт.
	S221-35507-02	Набор септ, (LB-2), 50шт./уп.	1 шт.
	S221-48876-03	Деактивированная стеклянная вставка, SLESS	5 шт.
	S225-20803-01	Деактивированная стеклянная вставка, SPLIT	5 шт.
	S036-11203-84	О-кольцо, 4DP5, 5шт.	2 шт.
	S670-15003-03	Ферула, GVF/004, 10шт.	1 шт.
	S670-15003-04	Ферула, GVF/005, 10шт.	1 шт.
	S670-11009	Гайка, SSNE16/012, 5шт.	2 шт.
	S225-10340-91	Филамент	2 шт.
	S221-34618	Микролитровый шприц	1 шт.
	S201-35183-84	Алюминиевое уплотнение, 500шт.	1 шт.
	S225-01068	Изолятор	1 шт.
	S221-45177-91	Держатель поршня 5шт.	1 шт.
	S225-20804-91	Абразивная ткань, нарезанная	1 шт.

С.1 Режимы анализов

Измерительный прибор GCMS-TQ8040 предназначен для получения различных типов спектров масс при помощи комбинации двух четырехполюсных масс фильтров. Наряду с МС/МС анализом, при выборе соответствующего режима, возможен и обычный МС анализ.

С.1.1 Анализы МС

В GCMS-TQ8040, при выключенной подаче газа CID возможен только Q3 МС анализ, в то время как при включенной подаче CID газа возможны анализы с Q1 и Q3. Возможны два сканирующих анализа и анализ по выбранному иону SIM, как в обычных приборах ГХМС, таких как GCMS-QP2010Ultra. Высокая скорость сканирования 20,000 а.е.м./с (20000 атомных единиц массы в секунду), которая является одной из основных возможностей GCMS-QP2010Ultra, может быть получена только в режиме Q3 МС.

Режим анализа	Q1	Соударительная ячейка	Q3
Q1 МС	Режим выбора	Режим переноса	
Q3 МС	Режим переноса		Режим выбора

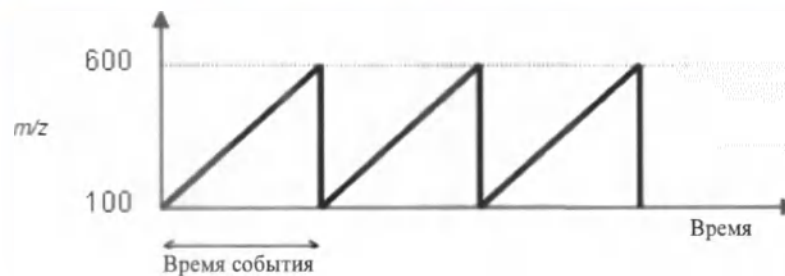
С.1.2 Режим сканирования МС



Сканирующее измерение, это метод при котором данные измеряются повторным сканированием диапазона масс в фиксированном временном интервале (при фиксированной скорости сканирования). (То есть, один масс-спектр получается за каждый фиксированный интервал.)

Данный метод используется в основном для качественных анализов.

Например, на рисунке, представленном ниже, сканируется диапазон m/z от 100 до 600.



Если установлено время сканирования 1 секунда и диапазон m/z от 100 до 600, то это соответствует диапазону масс 500, сканируемому за одну секунду.

Это называется скоростью сканирования 500 а.е.м./с

GCMS-TQ8040 рассчитан на сканирующие измерения с максимальной скоростью в 20000 а.е.м./с, в режиме Q3 MS. Высокоскоростные сканирующие измерения доступны только в режиме Q3 MS и невозможны в режиме Q1 MS.

TIC хроматограмма (хроматограмма полного ионного тока)

TIC хроматограмма, это хроматограмма полученная при сложении всех детектированных ионов.

MX (хроматограмма масс)

Это хроматограмма, которая показывает время изменения интенсивности иона конкретной массы полученной при сканировании данных.

С.1.3 Режим SIM

В то время, как в сканирующем измерении масс-спектр измеряется непрерывно, SIM (измерение по выбранному иону), это метод, в котором отдельно определяются только ионы искоемых масс.

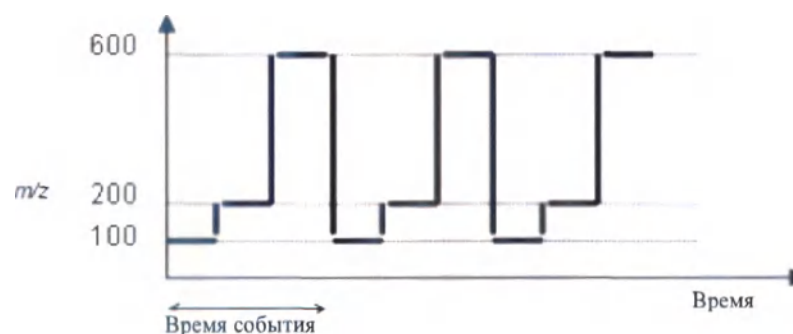
В сравнении со сканирующим измерением, SIM обеспечивает высокочувствительный анализ без потери времени на определение не нужных ионов.

Так как высота и площадь пика стабильна, SIM обычно используется для количественных анализов.

Ниже представлен пример, когда с использованием SIM, анализируются m/z 100, 200 и 600.

Для одного события может быть установлено до 16 каналов. До 64 событий может быть задано для каждой группы.

В целом максимальное число задаваемых событий 2048 (на примере ниже заданы 3 канала.)



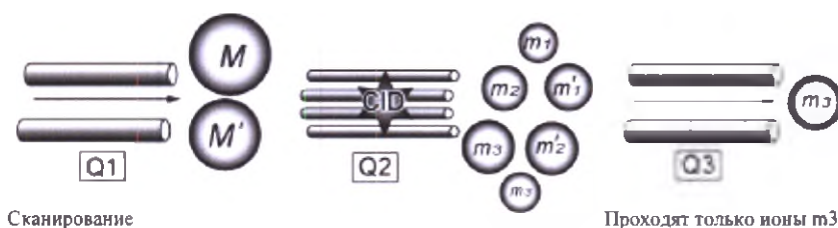
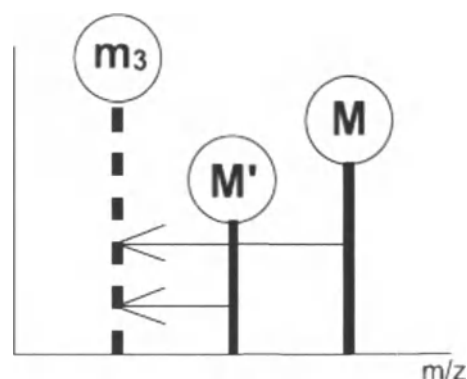
С.1.4 Режим анализа MS/MS

В режиме анализа MS/MS, первый четырехполюсный масс-фильтр (Q1) выбирает необходимые ионы, называемые ионами-прекурсорами. Ионы-прекурсоры соударяются с инертным газом в соударительной ячейке (диссоциация индуцированных столкновений, CID) образуя ионы-продукты. При измерении продукт-ионов во втором четырехполюсном масс-фильтре (Q3), мы получаем информацию относительно структуры ионов-прекурсоров. Этот метод анализа называется тандемной масс-спектрометрией (MS/MS). При конфигурировании сканирующих анализов или анализов по выбранному иону для Q1 и Q3 возможны четыре типа измерений.

Режим измерения	Q1	Соударительная ячейка	Q3
Сканирование иона-прекурсора	Сканирование	Режим переноса	Измерение по выбранному иону
Сканирование иона-продукта	Измерение по выбранному иону		Сканирование
Сканирование нейтральных потерь	Сканирование		Сканирование
Мониторинг множественных реакций (MRM)	Измерение по выбранному иону		Измерение по выбранному иону

С.1.5 Режим сканирования иона-прекурсора

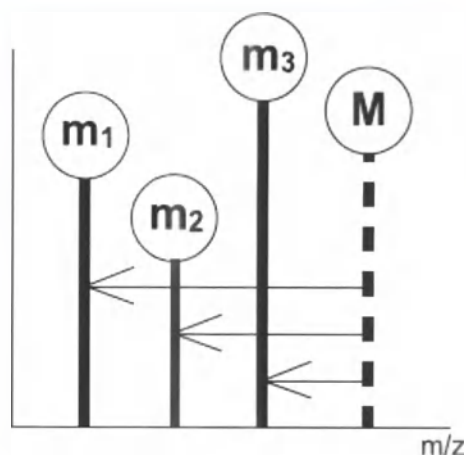
Метод анализа в данном режиме содержит выполнение сканирования в Q1, фиксирование Q3 для конкретной m/z и выборочный анализ ионов образовавшихся в CID. Это позволяет исследовать ионы-прекурсоры вместе с обычными продукт-ионами. Этот режим применим для отбора ионов с общим основанием. Горизонтальная ось представленного спектра масс показывает шкалу Q1, а вертикальная интенсивность продукт-ионов.



С.1.6 Режим сканирования продукт иона

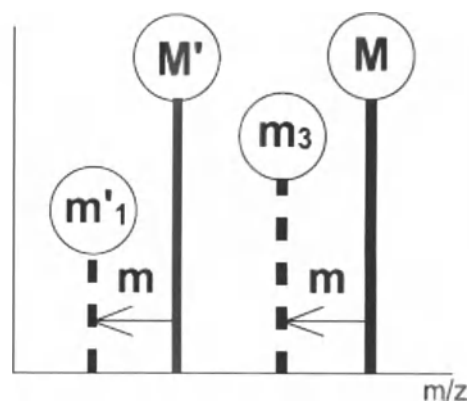
Метод анализа в этом режиме содержит фиксацию Q1 для конкретной m/z и выполнение сканирования в Q3 образовавшихся ионов при CID выбранного иона прекурсора. Этот режим применим для исследования структуры ионов выбранных в Q1 основываясь на спектре продукт иона. Горизонтальная ось обозначает m/z по шкале Q3.

Пример использования: Определение условий анализа MRM для идентификации продукт иона.



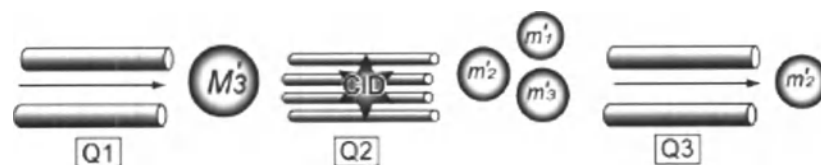
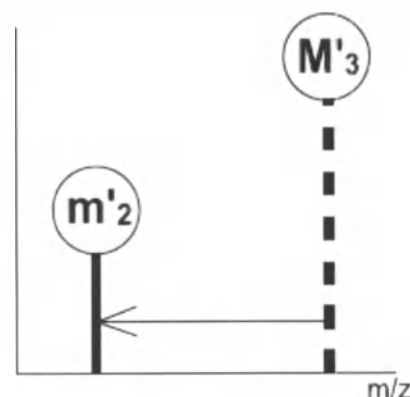
С.1.7 Режим сканирования нейтральных потерь

Метод анализа в данном режиме содержит выполнение одновременного сканирования в Q1 и Q3 с удерживанием постоянной разницы m/z между двумя масс фильтрами. Это позволяет сканировать ионы, от которых в результате диссоциации отделены общие нейтральные фрагменты. Как и в случае режима сканирования иона прекурсора, данный режим применим для отбора ионов с общим основанием (нейтральные фрагменты). Как правило, горизонтальная ось представленного спектра обозначает шкалу Q1, а вертикальная интенсивность продукт ионов.



С.1.8 Режим MRM

Метод анализа в данном режиме содержит фиксирование Q1 и Q3 для конкретных m/z и выборочный анализ ионов. Продукт ионы, которые образовались в CID и последовательно выбираются в Q3, содержат структурную информацию ионов прекурсоров. При этом, могут быть получены высоко селективные анализы, которые всегда свободны от нежелательных веществ в отличие от измерений SIM, так как ионы прекурсоры и продукт ионы заданы и отслежены. Это значит, что данный режим эффективен при определении количества следов анализируемых образцов содержащих большую матрицу. Это не масс-спектр, который может быть получен в режиме MRM, а хроматограммы, так как сканирование не выполняется.



MRM (Мониторинг выборочных реакций)

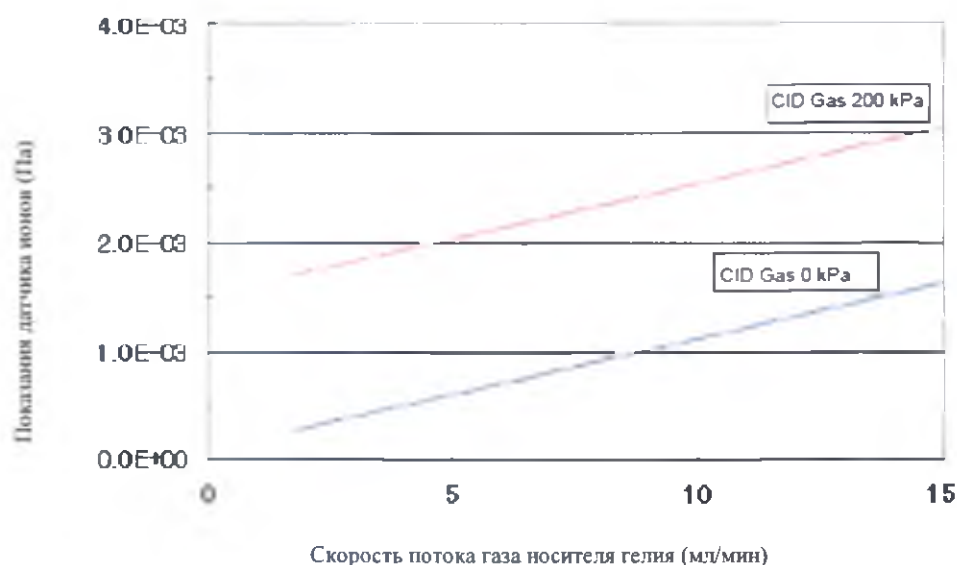
С.2 Характеристики вакуума

График ниже показывает зависимость вакуума от скорости потока газа носителя. Примерное $\pm 20\%$ изменение вакуума может наблюдаться в зависимости от интервала ионизации.

Удаление газа из вакуумных компонентов может влиять на вакуум, особенно при низкой скорости потока или когда он отслеживается сразу после начала вакуумирования.

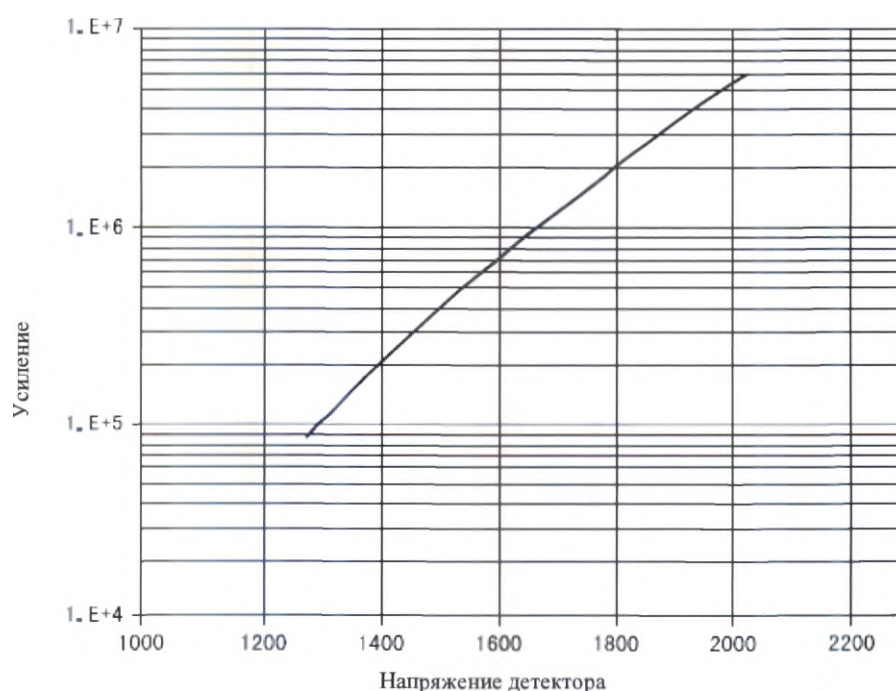
Максимальная скорость потока через колонку, при которой возможно измерение данных, это 10 мл/мин (5 мл/мин при источнике ионов для положительной или отрицательной химической ионизации CI/NCI). Если внутренний диаметр колонки составляет 0.53 мм.

Скорость потока газа носителя и давление вакуума



С.3 Усиление детектора

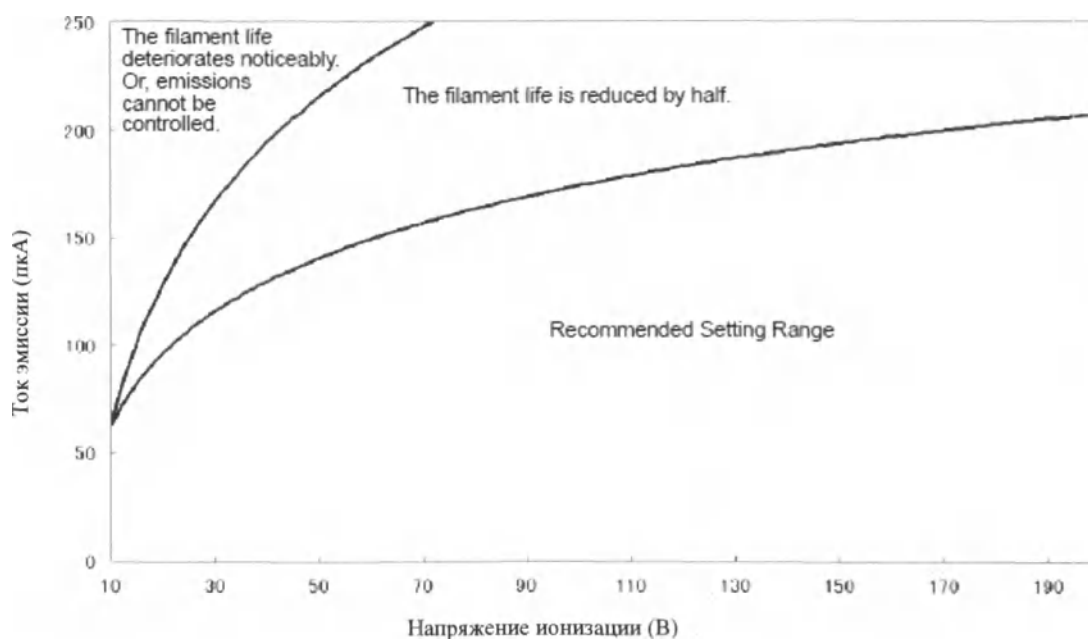
Характеристический график, представленный ниже, показывает усредненные значения. На нем показаны небольшие изменения в зависимости от детектора.



С.4 Напряжение ионизации, ток эмиссии и время жизни филамента

Напряжение ионизации и ток эмиссии могут быть изменены; однако, заданные параметры могут повлиять на жизнь филамента. Руководствуйтесь представленным ниже графиком для изменения данных параметров.

Напряжение ионизации/Ток эмиссии и время жизни филамента





Данная страница оставлена пустой намеренно.



Указатель

A

Принадлежности, Стандартные.....	6
Меры по сохранению окружающей среды.....	xxii
Настройка разрешения.....	32
Дополнительная закладка МС, проверка системы.....	39
Дополнительная диалоговая панель контроля вакуума.....	58
Ошибки анализа, автонастройки.....	76
Аналитическая система ГХ/МС.....	3
Установка держателя колонки.....	16
Ошибки автозапуска, вакуумной системы.....	74
Автонастройка	
Проверки после.....	44
Ошибки.....	76
Работа при невыполнении.....	35
Доступные модули ГХ/МС.....	29

B

Базовая линия.....	43
Основы, ГХ.....	8

C

Капиллярная колонка	
Подключение к инжектору.....	16
Газ носитель.....	viii, xviii, 9, 11, 60
Проверка утечки ГХ.....	60
Уплотнение давления.....	63
Замена масла роторного насоса.....	57
Проверка	
После автонастройки.....	44
Утечка газа носителя.....	60
ГХ.....	35, 42
МС.....	35, 43
Система.....	31, 35, 36
Утечка вакуума.....	64
Проверка утечек.....	60
Хроматограф, газ.....	iii, 1, 3, 8, 81
CID газ.....	viii, 9, 30
Чистка	
Вентилятор.....	59
Камера источника ионов и электрод отражателя частиц.....	51, 56
Колонка	
Подключение к инжектору.....	16, 18
Держатель.....	16
Замена.....	27
Названия компонентов.....	3

Условия, Настройка.....	32
Конфигурация, Система.....	28
Присоединение	
Колонки к инжектору.....	16, 18

D

Ежедневное выключение.....	24
Ежедневное включение.....	24, 26
Детектор.....	40, 80, 81, 87
Диалоговая панель	
Дополнительный контроль вакуума.....	58
Проверка системы.....	36
Разборка камеры источника ионов.....	54
Разборка электрода отражателя частиц.....	54

E

Экологический режим.....	25
Экологические установки.....	24
Ошибки	
Автонастройки.....	76
МС включение филамента.....	75
Автозапуск вакуумной системы.....	74
Примеры, Установка.....	83

F

Вентилятор, Чистка.....	59
Особенности.....	2
Ферула	
Веспелевская.....	16
Филамент.....	40, 49, 50, 80, 81, 86
Ошибки.....	75
Замена.....	49, 50
Файл	
Настройка.....	31, 44
Функции	
Защита.....	80
Защита вакуумной системы.....	79

G

Газ	
Носитель.....	viii, xviii, 9, 11, 60, iii, 1, 3
Требования.....	9
ГХ	
Основы.....	8
Проверка утечки газа носителя.....	60, 35, 42
Пункты обслуживания.....	38
ГХ/МС.....	2, 3, 66
Аналитическая система.....	3
GCMS-TQ8040.....	1

H

Держатель, Установка колонки.....	16
Оборудование.....	81

I

Инжектор	
Порт.....	ix, 8, 13, 16
Установка	
Примеры.....	83
Требования.....	82
ПО.....	69
Прибор	
Параметры.....	8, 32
Выключение.....	23, 11
Источник ионов.....	5, 40, 51, 81
Камера источника ионов	
Чистка.....	51, 56
Разборка.....	54
Сборка.....	54, 52

L

Утечка	
Проверка газа носителя.....	60
Проверка вакуума.....	64, 65

M

Пункты обслуживания, ГХ.....	38
Пункты обслуживания, МС.....	39
Масс-спектрометр.....	iii, 1, 3
Режим MRM.....	97

MC

Проверка.....	35, 43, 18
Ошибка при включении филамента.....	75
Пункты обслуживания.....	39
Проверка утечки вакуума МС системы.....	64

N

Режим сканирования нейтральных потерь.....	96
--	----

O

Масло, Замена.....	57
Опции.....	29
Обзор	
Функции защиты.....	79
Проверка системы.....	35

P

Параметры	
Прибор.....	8
Название частей.....	6
Кат. №.....	6
Петролейный эфир, Использование для проверки вакуума.....	67
Порт, Инжектор.....	ix, 8, 13
Требования к питанию.....	vi
Питание.....	vi
Питание, RF.....	43, 80
Меры предосторожности	
Безопасная работа.....	xxii
Режим сканирования иона прекурсора.....	95
Уплотнение давления газа носителя.....	63
Процедуры	
Замена масла.....	57
Уплотнение давления газа носителя.....	63
Режим сканирования продукт иона.....	96
Функции защиты, Вакуумная система.....	79, 80
Насос, Роторный.....	5, 21, 40, 57, 82, 83

R

Сборка камеры источника ионов.....	54
Сборка электрода отражателя частиц.....	54
Снятие камеры источника ионов.....	52
Электрод отражателя частиц.....	52
Чистка.....	51, 56

Разборка.....	54
Сборка.....	54
Замена	
Колонки.....	27
Филамента.....	49, 50
Требуемые материалы.....	56
Требования	
Газ.....	9
Установка.....	82
Питание.....	vi
Сброс пунктов.....	41
Сброс частоты использования.....	69
Роторный насос.....	5, 21, 40, 57, 82, 83
Замена масла.....	57
Выполнение автонастройки при невыполнении.....	35

S

Безопасная работа.....	xxii
Режим сканирования.....	93
Режим выбора.....	93
Выделение.....	52
Выключение.....	24
Выключение и включение.....	11
Ежедневное выключение.....	24
Выключение прибора.....	23
Выключение вакуумной системы.....	27
Режим SIM.....	94
ПО	
Ошибки при запуске.....	73
Источник ионов.....	5, 40, 51, 81
Спектрометр	
Масс.....	iii, 1, 3
Стандарт.....	85
Стандартные принадлежности.....	6
Запуск прибора.....	11
Запуск и выключение прибора.....	11
Ошибки запуска	
ПО.....	73
Вакуумная система.....	74
Ежедневный запуск.....	24, 26
Питание.....	vi
Питание RF.....	43, 80
Система	
Вакуумная.....	74, 79, 80, 82
Проверка системы.....	31, 35, 36
Закладка дополнительных параметров	
МС.....	39
Таблица.....	45, 31
Диалоговая панель проверки системы.....	36
Конфигурация системы.....	28
Система, ГХ/МС.....	3

T

Таблица	
Проверка системы.....	45
Режим переноса.....	93
Настройка.....	31, 44, 47
Условия.....	32
Файл.....	44
Проверка системы.....	31

U

Использование	
Монитор пиков для проверки утечки вакуумной системы.....	65, 67

V

Проверка вакуума с использованием	
Петролейного эфира.....	67
Проверка утечки вакуума с использованием монитора пиков.....	65
Проверка утечки вакуума, МС.....	64
Обслуживание вакуумного насоса.....	57
Завершение запуска вакуума.....	22
Вакуумная система.....	79, 80, 82
Ошибки автозапуска.....	74
Функции защиты.....	27
Выключение.....	27
Веспелевская ферула.....	16



Данная страница оставлена пустой намеренно.

Registered No : 971 2018

Certificate of acknowledgment of Notary

On this 29th day of November, 2018, before me, Kazunori Nakada a notary in and for the Tokyo Legal Affairs Bureau, personally appeared Gaku Furutani, with satisfactory evidence of his identification and of his being an agent of Satoshi Moriyasu, General Manager International Operations Department of Shimadzu Corporation, and in accordance with the Japanese Notary Act, stated that the principal, said Satoshi Moriyasu, had acknowledged affixing his signature to the attached document.

In witness whereof, I set my hand and seal

Kazunori Nakada

Kazunori Nakada



株式会社島津製作所海外営業部部長である森安里志の代理人古谷岳は、本公証人に対し、上記森安里志が添付書面の署名を自らしたものであると承認している旨陳述した。

● よって、これを認証する。

平成30年11月29日、本公証人役場において

東京法務局所属

公証人

Notary

中田 和範

Kazunori Nakada

証 明

上記署名は、東京法務局所属公証人の署名に相違ないものであり、かつ、その押印は、真実のものであることを証明する。

平成30年11月29日

東京法務局長

岩山 伸二

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: JAPAN
This public document
2. has been signed by Kazunori Nakada
3. acting in the capacity of Notary of the Tokyo Legal Affairs Bureau
4. bears the seal/stamp of Kazunori Nakada, Notary
Certified
5. at Tokyo
6. Nov.29.2018
7. by the Ministry of Foreign Affairs
8. 18-N^o 016832
9. Seal/stamp:
10. Signature



T. TANAKA

Toshie TANAKA

For the Minister for Foreign Affairs



№ 3128

Перевод с английского языка на русский язык

Перевод руководства пользователя «Газовый хроматомасс-спектрометр GCMS-TQ8040 с принадлежностями, основной блок (одна из моделей): GCMS-TQ8040/ GCMS-TQ8040psi »

Личная печать компании на японском языке

Печать: Бюро по юридическим вопросам г. Токио
НОТАРИУС
1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO CHIYODA KU)
ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)

Штамп:

/подпись/

Сатоси Мориясу

Генеральный директор

Подразделения международных отношений

Отдел аналитического и измерительного оборудования.

НОТАРИАЛЬНОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

Сегодня, 29 ноября 2018 года, ко мне, нотариусу Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариусу бюро по юридическим вопросам г. Токио, лично явился Гаку Фурутани (Gaku Furutani) и представил убедительные доказательства его личности и статуса представителя Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), Генерального директора подразделения международных отношений и отдела аналитического и измерительного оборудования ШИМАДЗУ КОРПОРЕЙШН, и, в соответствии с Законом Японии о нотариате, заявил, что руководитель, вышеуказанный Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), собственноручно подписал и скрепил печатью прилагаемый документ.

В удостоверение чего, я скрепляю настоящий документ собственноручной подписью и официальной печатью.

Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)

/Штамп: Бюро по юридическим вопросам г. Токио

НОТАРИУС

1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO CHIYODA KU)

ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

АПОСТИЛЬ

(Гаагская конвенция от 5 октября 1961 г.)

1. Страна: **ЯПОНИЯ**

Настоящий официальный документ

- | | |
|-------------------------------|---|
| 2. подписан | Кадзунори Накада (Kazunori Nakada) |
| 3. выступающим(ей) в качестве | Нотариуса бюро по юридическим вопросам г. Токио |
| 4. скреплен печатью / штампом | Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариуса |

УДОСТОВЕРЕНО

5. в г. Токио 6. 29 ноября 2018 г.

7. Министерство иностранных дел

8. № 016832

9. Печать/штамп

10. Подпись

/Печать:

/Подпись/

Министерство Иностранных
Дел, Япония/

Тошие ТАНАКА
За министра иностранных дел

Российская Федерация.

Город Москва.

Шестого декабря две тысячи восемнадцатого года.

Я, Дзиковская Галина Владимировна, нотариус города Москвы, свидетельствую подлинность подписи переводчика Горбатковой Кристины Георгиевны.

Подпись сделана в моём присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № 77/165-н/77-2018-32-3523

Взыскано по тарифу: 100 рублей

Уплачено за оказание услуг правового и технического характера: 200 руб.



Г.В.Дзиковская



Всего прошнуровано, пронумеровано
и скреплено печатью 72 лист (-а, -ов)

Нотариус

Российская Федерация.

Город Москва.

Шестого декабря две тысячи восемнадцатого года.

Я, Дзиковская Галина Владимировна, нотариус города Москвы, свидетельствую подлинность подписи переводчика Горбатковой Кристины Георгиевны.

Подпись сделана в моём присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № 77/165-Н/77-2018- 32-3523

Взыскано по тарифу: 100 рублей

Уплачено за оказание услуг правового и технического характера: 200 руб.



Г.В.Дзиковская



Всего прошнуровано, пронумеровано
и скреплено печатью 72 лист (-а, -ов)

Нотариус



Газовый хроматомасс-спектрометр, вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями

**Основной блок (одна из моделей):
GCMS-TQ8050 или GCMS-TQ8050nci**

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ



Перед использованием прибора внимательно прочтите это руководство.
Сохраните это руководство для обращения к нему в дальнейшем.

SHIMADZU CORPORATION

SATOSHI MORIYASU
GENERAL MANAGER
INTERNATIONAL OPERATIONS DEPARTMENT
ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION



Эта страница намеренно оставлена пустой.

Введение

Благодарим вас за приобретение данного продукта.

Это руководство описывает: установку, работу, предупреждения по использованию, а также принадлежности и опции для газового хроматомасс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.

Продукт работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-TQ8050 SYSTEM или GCMS-TQ8050nci SYSTEM,
- модели для российского рынка: GCMS-TQ8050 или GCMS-TQ8050nci

Перед началом работы внимательно прочитайте данное руководство. Используйте прибор в соответствии с приведенными в руководстве инструкциями.

С прибором поставляются следующие руководства:

1	Руководство по установке	S225-23907	Используется сервисным инженером Шимадзу для установки прибора.
2	Меры предосторожности при работе с газом-носителем водородом	S225-23971	В этом руководстве содержатся замечания по безопасной работе с водородом.

Данное руководство сохраните для дальнейшего обращения к нему.

В данном руководстве предполагается, что его читатель знаком с основными операциями Windows. При работе с Windows обратитесь к руководству, поставляемому с этим ПО.

Электронные версии данного руководства по эксплуатации, а также руководства по работе и другие документы в формате PDF следует разместить в папке "GCMSsolution\Manual" вашего компьютера. При необходимости обращайтесь к ним.

ВАЖНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

- При смене пользователя или перемещении прибора убедитесь, что данное руководство всегда находится при приборе.
- Если данное руководство или предупреждающие ярлыки прибора утеряны или повреждены, немедленно запросите их замену у представителя Shimadzu.
- Для обеспечения безопасной работы на приборе сначала внимательно прочтите "Инструкции по безопасности".
- В случае необходимости установки, настройки, повторной установки (после перемещения прибора) или его ремонта, обратитесь к местному представителю Shimadzu для обеспечения безопасной работы на приборе.

УВЕДОМЛЕНИЕ

- Содержание данного руководства может быть изменено без предупреждения и не находится в ответственности продавца.
- Данное руководство было тщательно проверено. Тем не менее, в нем могут встретиться пропуски и ошибки, которые будут в скорейшем времени исправлены, но не обязательно сразу же немедленно после обнаружения.
- Все права зарегистрированы, включая права на распространение данного руководства или его частей в любом виде без письменного разрешения Shimadzu Corporation.
- Microsoft Windows и Windows 7 являются зарегистрированными торговыми марками Microsoft Corporation в Соединенных Штатах и (или) других странах. Другие названия компаний или продуктов, упомянутые в данном руководстве, являются торговыми марками или зарегистрированными торговыми марками соответствующих компаний. Символы TM и ® в данном руководстве опущены.
- Операционная система Microsoft® Windows 7 ® обозначено как Windows 7.

© 2014-2016 Shimadzu Corporation. Все права зарегистрированы.
Исходная версия утверждена на английском языке.

Обозначения, используемые в данном руководстве

Сообщения об опасности и примечания обозначены следующим образом:

	Опасно	Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к серьезным ранениям или смерти.
	Осторожно	Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к ранениям малой или средней тяжести, а также к порче оборудования.
	Примечание	Обращает внимание на дополнительную информацию, знание которой помогает осуществлению правильной работы на приборе.

Инструкции по безопасности

Газовый хроматомасс-спектрометр — это аналитический прибор, предназначенный для проведения качественного и количественного анализа.

Для обеспечения безопасной работы на приборе перед его использованием прочтите данные инструкции по безопасности, обращая внимание на знаки ОПАСНО и ОСТОРОЖНО, приведенные в этом разделе.

Использование прибора



Опасно

Правила и нормы по технике безопасности.

Для обеспечения безопасности по установке и управления прибором выполняйте необходимые процедуры в соответствии с законами и правилами, применяемыми в стране, где используется продукт.

Место установки



Опасно

- Органические растворители, используемые при работе на данном газовом хроматомасс-спектрометре, являются легковоспламеняющимися и токсичными. Устанавливайте прибор в помещении с достаточной вентиляцией. В противном случае пары растворителей могут вызвать отравление или возгораться и привести к пожару.
- Не устанавливайте прибор в помещении, где находятся горючие или взрывоопасные газы или жидкости. Поскольку исполнение прибора не является взрывозащищенным, это может привести к пожару или взрыву.



Опасно

Не размещайте горючие материалы вблизи выходного отверстия термостата колонок позади прибора, поскольку они могут возгораться и привести к пожару.



Опасно

Рабочий стол или иная поверхность, на которой устанавливается прибор, должна быть ровной, устойчивой и достаточно прочной, чтобы выдержать вес прибора. В противном случае прибор может опрокинуться или упасть со стола.



Опасно

- Не устанавливайте прибор в помещениях с наличием коррозионно-опасных газов, паров органических растворителей, галогенсодержащих соединений, силоксанов, масляного тумана или высокого уровня запыленности. Это может негативно сказаться на характеристиках прибора и снизить срок его службы.
- Не работайте на приборе в помещении, в котором имеется возможность образования конденсата. Это может привести к поломке прибора.



Осторожно

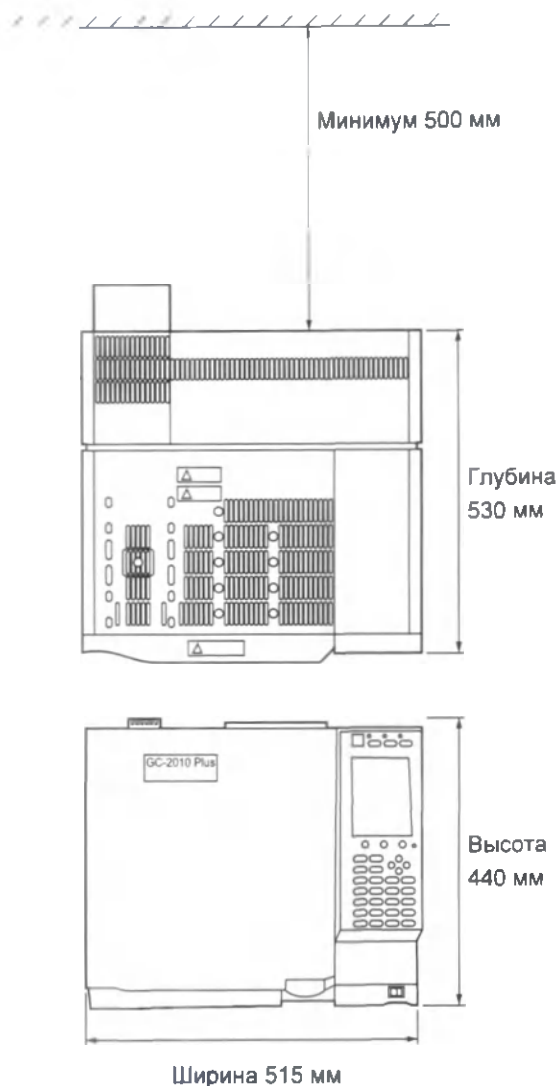
Сетевой выключатель расположен на задней стороне прибора слева. Если слева от прибора расположена стена или иное препятствие, следует обеспечить не менее 30 см свободного пространства между стеной и прибором, чтобы имелась возможность свободно выключить прибор.

Установочные зазоры



Опасно

Из вентиляционных отверстий, расположенных на задней стороне прибора, выходит горячий воздух. Не размещайте вблизи него горючие материалы.
См. Раздел А.3.1 "Примеры установки"



Расстояние между задней частью прибора и стеной

При остывании термостата колонок из расположенных на задней стороне прибора отверстий выбрасывается горячий воздух. При установке прибора примите во внимание следующее:

- Не размещайте позади прибора никаких горючих материалов.
- Обеспечьте между задней крышкой и стеной пространство не менее 50 см.*
- Обеспечьте позади прибора дополнительное пространство для осмотра и технического обслуживания.

* Если установлен опциональный выхлопной патрубок (S221-47748-41), то пространство до стены должно составлять не менее 25 см.

Установка



Опасно

- В случае необходимости установки, настройки, повторной установки (после перемещения прибора), обратитесь к представителю Shimadzu для обеспечения безопасной работы на приборе. В противном случае можно получить телесные повреждения или может произойти поломка прибора. Это также важно для обеспечения стабильной работы прибора.
- Примите меры, чтобы прибор не упал при землетрясении. Если прибор упадет, он может вызвать телесные повреждения.



Осторожно

Блок масс-спектрометра весит около 45 кг. Блок газового хроматографа весит около 30 кг. Поднимайте и переносите прибор вдвоем. При опускании прибора будьте осторожны, чтобы не прищемить пальцы.

Электропитание

Требования к электропитанию

Для типа 100–115 В

Однофазный переменный ток, частота 50–60 Гц

ГХ:	1800 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая терминал удаленного доступа):	См. руководство к ПК.
Принтер:	См. руководство к принтеру.
Категория установки:	Категория по перенапряжению II (IEC)
Класс защиты:	Класс I (IEC)

Для типа 220–240 В

Однофазный переменный ток, частота 50–60 Гц

ГХ:	2600 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая терминал удаленного доступа):	См. руководство к ПК.
Принтер:	См. руководство к принтеру.
Категория установки:	Категория по перенапряжению II (IEC)
Класс защиты:	Класс I (IEC)



Опасно

Электропитание прибора должно быть оборудовано автоматом защиты цепи. Избегайте подключения прибора к электропитанию одновременно с другими приборами. Не используйте иные сетевые шнуры кроме тех, что поставляются с прибором, поскольку это может вызвать возгорание или поражение электротоком.

* Обратите внимание, что дополнительные опции увеличивают требуемую допустимую нагрузку по току.



Опасно

- Заземлите прибор. Заземление необходимо для предотвращения поражения током при электрическом разряде, а также важно для обеспечения стабильной работы.
- Сопротивление заземления должно быть 100 Ом или менее.
- Подключайте ГХ, МС, компьютер и дополнительное электропитание к эквипотенциальному заземлению.



Опасно

- Не помещайте на сетевой шнур тяжелые предметы, не размещайте рядом с ним горячие предметы.
- Не перегибайте шнур чрезмерно, не вытягивайте его. Он может быть поврежден, в результате чего произойдет возгорание или поражение электротоком. В случае повреждения кабеля обратитесь к представителю Shimadzu.

Условия окружающей среды

Температура: 18–28 °C и этот уровень температуры должен поддерживаться постоянным (гарантированный в технических характеристиках диапазон); 15–35 °C (гарантированный рабочий диапазон)

Влажность: 40–70 % (при недопущении образования конденсата)

Высота установки над уровнем моря: до 2000 м.

Степень загрязнения 2 (IEC)

Использование внутри помещения



Примечание

Для установки прибора выбирайте место с минимальным уровнем неблагоприятных факторов, таких как пыль, вибрация, фоновый шум, коррозионно-опасные газы и магнитные поля. Для обеспечения наилучших рабочих характеристик руководствуйтесь следующим:

1. Минимизируйте колебания температуры во время работы.
2. Избегайте воздействия холодного или горячего воздуха.
3. Избегайте воздействия прямого солнечного света



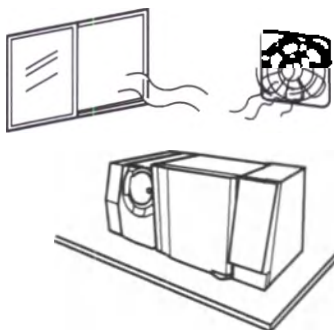
Примечание

Хотя прибор и может работать в гарантированном рабочем диапазоне, тем не менее, чрезмерно продолжительная работа за пределами гарантированного в технических характеристиках диапазона может привести к сокращению срока службы прибора.



Опасно

Обеспечьте вентиляцию в помещении, где установлен прибор. Ежедневно осматривайте вентиляционную систему, чтобы убедиться в ее нормальной работе.



Газы

Газ-носитель: Гелий

Давление подачи: 300–980 кПа

Чистота: 99,995 % или выше, при содержании $O_2 < 3$ ppm об

При работе с некоторыми дополнительными принадлежностями может потребоваться газ, отличный от вышеуказанных. За дополнительной информацией обратитесь к руководству пользователя, которое поставляется с этой принадлежностью.

- Для некоторых приложений, например, агрохимического анализа, может понадобиться гелий большей чистоты (99,999–99,9999 %).
- Диапазон задаваемых на ГХ давления или расхода зависит от давления подачи. Обычно требуется давление подачи 700–800 кПа.

Соударительный газ: Аргон

Давление подачи: 350–450 кПа

Чистота: 99,99 % или выше

- * Если давление подачи газа опускается до 450 кПа и ниже, используйте опциональный регулятор (S225-22680-41). Давление должно восстановиться до диапазона 500–800 кПа.



Примечание

Гелий чистотой не ниже вышеуказанной должен подаваться в качестве газа-носителя через вводную трубку.

Аргон чистотой не ниже вышеуказанной должен подаваться в качестве соударительного газа через вводную трубку.

Если использовать газ-носитель меньшей чистоты, то рабочие характеристики прибора могут ухудшиться. За дополнительной информацией обратитесь к Разделу 2.3 "Требования к газу".

Электромагнитные поля и колебания напряжения сети

Прибор не следует использовать вблизи источников сильных электромагнитных полей.

Необходимо свести к минимуму колебания напряжения сети.

Указанные факторы могут помешать работе прибора.

Вблизи прибора не пользуйтесь сотовыми телефонами.

Предосторожности при работе



Опасно

При работе с растворителями всегда надевайте чистые перчатки и защитные очки или маску. При попадании растворителя в глаза немедленно промойте их большим количеством воды и обратитесь за медицинской помощью.



Опасно

Не размещайте растворители вблизи компьютеров, принтеров и другого оборудования, поскольку может произойти возгорание или порча оборудования.



Опасно

Не пользуйтесь горючими спреями (для волос, от насекомых и т.п.) вблизи прибора, поскольку они могут воспламениться и вызвать пожар.



Опасно

Во время ввода пробы следует надевать защитные очки, чтобы предотвратить повреждения глаз деталями шприца или растворителями. Для того, чтобы обеспечить ввод газа-носителя в колонку, инжектор должен находиться под давлением в сотни килопаскалей. В результате, в момент ввода жидкой пробы шприцем поршень шприца может выскочить из цилиндра или же проба может быть сброшена в обратном направлении. Кроме того, при вводе проб большого объема септа изнашивается быстрее, и проба может быть выброшена из инжектора.



Осторожно

Если на прибор пролилась вода, органический растворитель или другие жидкости, немедленно вытрите их.

Если этого не сделать, прибор может выйти из строя.

Осмотр и техническое обслуживание



Опасно

Для предотвращения получения телесных повреждений и порчи прибора не разбирайте и не переделывайте прибор, не производите его ремонт самостоятельно



Опасно

Никогда не снимайте основную крышку. Это может привести к получению телесных повреждений и порче прибора. Для обычного обслуживания, осмотра и настройки основную крышку снимать не требуется. Для выполнения любых ремонтных работ, требующих снятия основной крышки, обратитесь к представителям Shimadzu.



Опасно

Если вилка сетевого шнура покрылась пылью, выньте вилку из розетки и протрите ее сухой тканью. Скопление пыли на вилке может вызвать пожар.



Опасно

- Перед выполнением осмотра, обслуживания или замены деталей всегда отключайте электропитание прибора и вынимайте вилку из сетевой розетки. Невыполнение этой рекомендации может привести к поражению электротоком или короткому замыканию.
- При замене деталей используйте только те, что предписаны настоящим руководством. Использование других запасных частей может привести к повреждению деталей и поломке прибора



Примечание

Для очистки поверхности прибора используйте только мягкую ткань и воду или нейтральное моющее средство. Вытрите поверхность прибора чистой тканью.



Примечание

Рекомендуется производить регулярное техническое обслуживание форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Периодичность обслуживания см. в соответствующем руководстве.



Примечание

Для проверки характеристик системы периодически выполняйте анализ контрольного образца (QC).

Ремонт, разборка и изменение конфигурации прибора



Осторожно

- Не разбирайте и не переделывайте прибор без разрешения уполномоченного представителя Shimadzu.
- В противном случае может произойти поражение электротоком или короткое замыкание. Также это может привести к телесным повреждениям и порче прибора.



Осторожно

Если необходим ремонт, обратитесь в компанию Shimadzu или к ее представителю. В противном случае могут произойти возгорание, поражение электротоком или телесные повреждения.

Ваши действия в случае аварийной ситуации

При возникновении аварийной ситуации, например, сбоя в работе газового хроматомасс-спектрометра, необходимо выполнить нижеследующие действия.

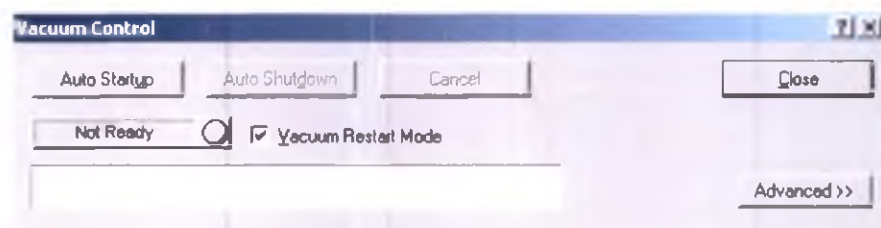
Перед тем, как возобновить работу на приборе, примите соответствующие меры и свяжитесь с представителем Shimadzu.

В случае аварийной ситуации выполните следующие действия:

1. Выключите газовый хроматомасс-спектрометр.
2. Выключите все дополнительные аксессуары/устройства.
3. Перекройте вентили всех линий газа-носителя и воздуха.
4. Отключите электропитание.
 - Если сетевой шнур подключен к блоку питания, отключите блок питания.
 - Если сетевой шнур подключен к розетке, выньте его из розетки.

Ваши действия при сбоях в электропитании

При отключении электропитания в течение 10 и менее минут обычно не требуется никакой специальной процедуры, но для этого заблаговременно необходимо выбрать "Vacuum Restart Mode" ("Режим перезапуска вакуума") в диалоговом окне "Vacuum Control" ("Управление вакуумом"). При возобновлении подачи электропитания прибор будет автоматически перезапущен.



Если электропитание отключается на длительный срок, выполните следующую процедуру.

Операция выключения прибора при длительном отключении электропитания

1. Выключите блоки газового хроматографа и масс-спектрометра.
2. Выключите все дополнительные аксессуары/устройства.
3. Перекройте вентили всех линий газа-носителя и воздуха.
4. Ослабьте гайку, крепящую колонку к интерфейсу, чтобы напустить воздух в вакуумируемый объем.
5. Отключите электропитание.
 - Если сетевой шнур подключен к блоку питания, отключите блок питания.
 - Если сетевой шнур подключен к розетке, выньте его из розетки.

Если в качестве газа-носителя используется водород, то при отключении электропитания на длительный срок выполните следующую процедуру.

Операция выключения прибора при отключении электропитания, если в качестве газа-носителя используется водород

1. Немедленно прекратите подачу водорода.
2. Отключите сетевые выключатели блока газового хроматографа и блока масс-спектрометра.
3. Откройте окна и двери в помещении, где установлен прибор, чтобы хорошо проветрить его.
4. Убедитесь, что в помещении нет источника воспламенения, который мог бы поджечь водород.
5. Подождите, пока температура компонентов GCMS-TQ Series не опустится до комнатной (примерно 1 час).
6. Откройте переднюю дверцу газового хроматографа и ослабьте гайку интерфейса, чтобы привести давление внутри масс-спектрометра к атмосферному.
7. Убедитесь, что ручка передней дверцы масс-спектрометра полностью ослаблена.
8. Подождите, пока выйдет весь водород (около 30 минут).
9. После проверки всех пунктов разделов "Меры предосторожности при установке" и "Меры предосторожности при работе на приборе" запустите блоки ГХ и МС в соответствии со стандартной процедурой запуска.

Предупреждающие ярлыки



Примечание



Обозначает опасность высокого напряжения



Обозначает опасность высоких температур



Обратитесь к Руководству Пользователя за дополнительной информацией



Опасно

НЕ ЗАГОРАЖИВАЙТЕ ВЫХЛОПНЫЕ ОТВЕРСТИЯ

Не кладите на прибор никакие предметы, которые могут загорodить выхлопные отверстия и вызвать перегрев.

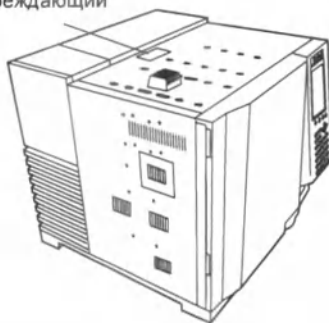


Опасно

НЕ ПРИКАСАТЬСЯ

к нагретым инжекторам, детекторам и верхней крышке.

Предупреждающий
ярлык

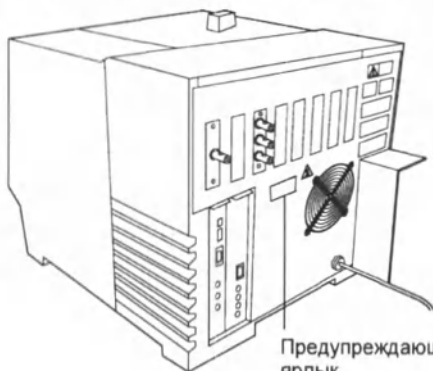




Опасно

НЕ ПРИКАСАТЬСЯ

Задняя панель может быть горячей. Прикосновение к ней может вызвать ожоги.



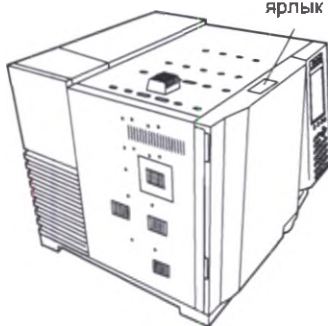
Предупреждающий
ярлык



Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Отключите подачу водорода и закройте заглушками неиспользуемые подключения колонок, чтобы предотвратить накопление водорода и возможный взрыв.



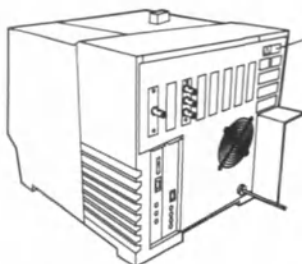
Предупреждающий
ярлык



Опасно

ВЫХЛОП ГОРЯЧЕГО ВОЗДУХА

Держите термически неустойчивые материалы подальше от выхлопных отверстий.



Предупреждающий
ярлык



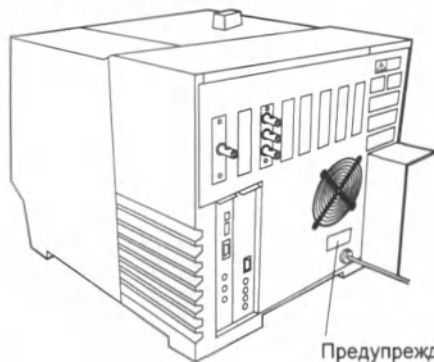
Обеспечьте пространство между задней крышкой и стеной не менее 50 см.



Опасно

ВЫСОКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ

Перед тем, как снять крышку, отсоедините сетевой шнур. Для обслуживания обратитесь к квалифицированным исполнителям.



Предупреждающий
ярлык

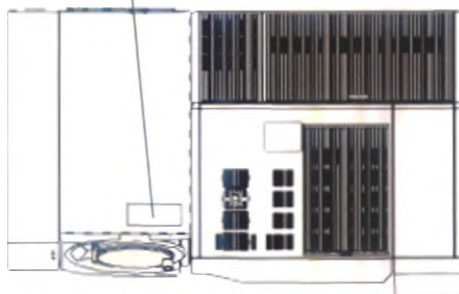


Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Если произойдет накопление водорода внутри вакуумной камеры, то он может воспламениться. При использовании водорода в качестве газаносителя держите ручку передней дверцы полностью ослабленной за исключением времени запуска вакуумного насоса.

Предупреждающий
ярлык

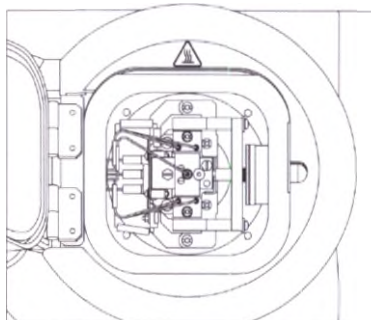




Осторожно

ВЫСОКАЯ ТЕМПЕРАТУРА

Избегайте прикосновений к источнику ионизации, когда он нагрет.



Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Если водород накопится в плохо вентилируемом пространстве, то он может взорваться.

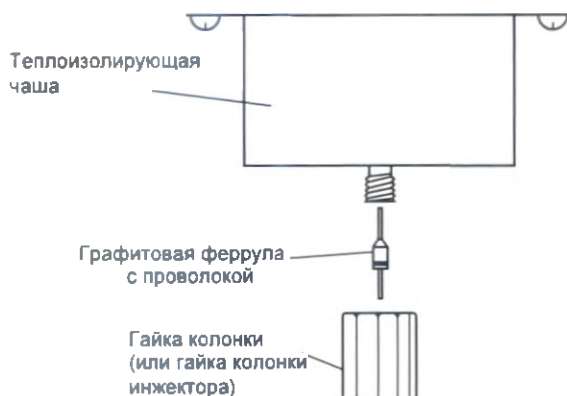
1. Правильно подключайте газовые линии. Если случайно подключить водородную трубку к вводу воздуха, то произойдет утечка водорода в помещение. Во избежание неправильного подключения ввод воздуха на GC-2010 Plus оснащен правой резьбой, а ввод водорода — левой.
2. Пока прибор не используется, закрывайте главный вентиль баллона с водородом. Проверяйте главный вентиль на течь.
3. При каждом использовании прибора проверяйте наличие утечки газа вдоль всей линии потока от баллона с газом до внутреннего пространства прибора.
4. Во избежание взрыва при утечке водорода помещение, в котором установлен прибор, должно иметь хорошую вентиляцию. В этом помещении должно быть запрещено применение открытого огня.
5. По завершении анализов немедленно перекройте главный вентиль баллона с водородом. Затем обесточьте прибор и выполните обычную процедуру завершения работы.



Осторожно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ОБРАЩЕНИИ С ВОДОРОДОМ

Накопление водорода внутри термостата колонок может вызвать взрыв. Перекрывайте все неиспользуемые клапаны регулирования давления и всегда проверяйте плотность присоединения колонки.



Сведения об остаточном риске

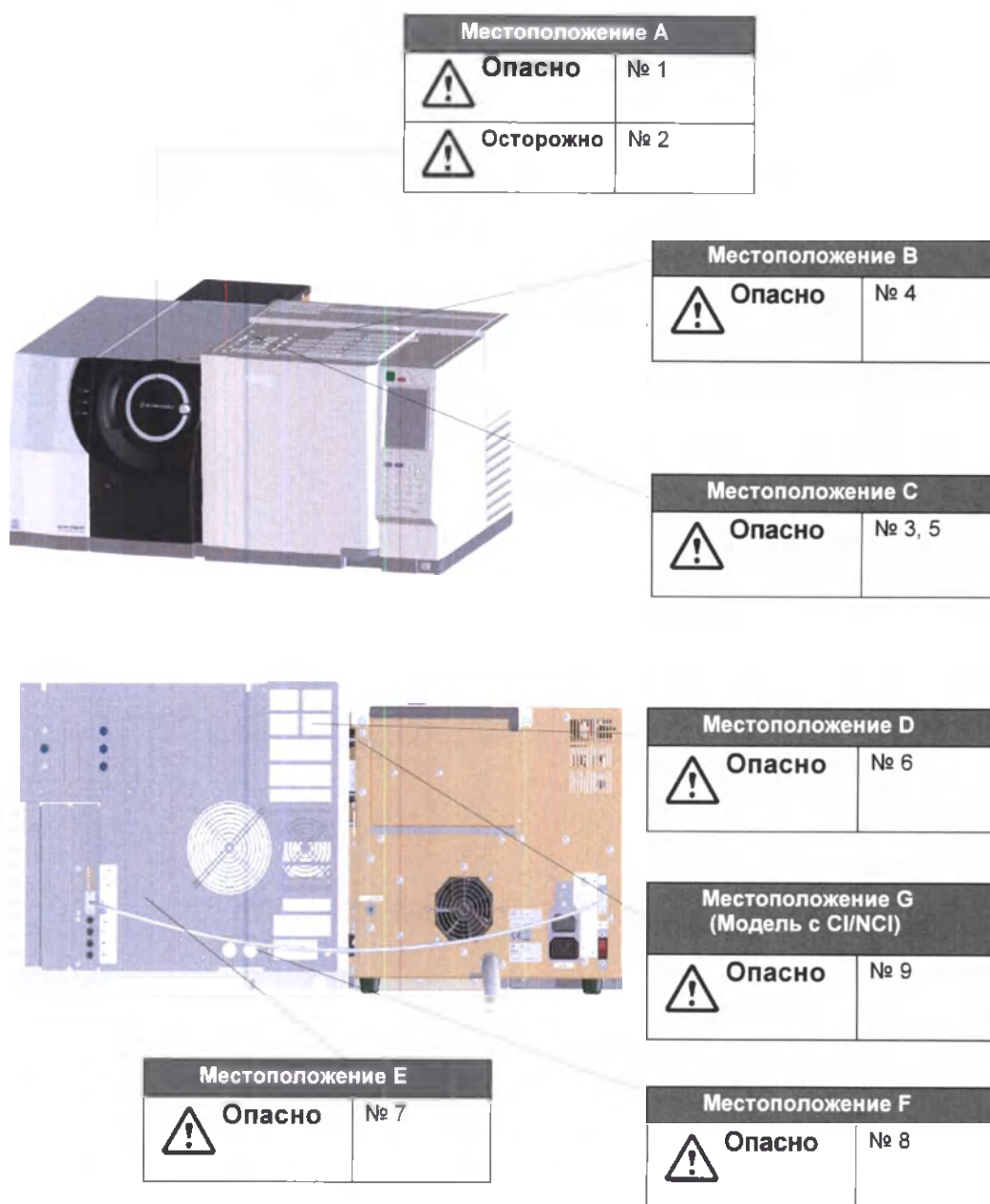
Остаточный риск — это риск, который нельзя устранить при конструировании и изготовлении.

Проверьте места расположения рисков на "Схеме остаточных рисков" и примите соответствующие меры защиты, описанные в "Списке остаточных рисков".

Схема остаточных рисков

Приведенные ниже "Местоположение" и "№" соответствуют таковым в "Списке остаточных рисков".

Подробнее см. в "Списке остаточных рисков".



Остаточные риски, не имеющие собственного местоположения		
⚠	Опасно	№ 10, 11, 12, 13

Список остаточных рисков

Приведенные ниже "Местоположение" и "№" соответствуют таковым на "Схеме остаточных рисков". Правильно определите истинное "Местоположение" согласно "Схеме остаточных рисков". Кроме того, прочтите и уясните содержимое "Ссылки", чтобы предпринять правильные защитные меры.

Подготовка

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
1	А	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	Оставляйте ручку передней дверцы ослабленной, за исключением времени работы вакуумного насоса.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	При использовании водорода и остановленном насосе
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
2	А	 Осторожно Ожоги от нагретого источника ионизации	Перед выполнением технического обслуживания подождите, пока температура не упадет значительно.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Техническое обслуживание
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
3	С	 Опасно Ожоги от нагретого инжектора	Если температура в процессе анализа высока, не прикасайтесь к инжектору или детектору. Перед выполнением технического обслуживания подождите, пока температура не упадет значительно.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Анализ Техническое обслуживание
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором		
4	В, без собственного местоположения	 Опасно Пожар вследствие размещения каких-либо предметов на приборе	Не помещайте на прибор никаких предметов.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
5	С	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	Когда водород не используется, отключите автоматическое управление потоком и перекройте главный вентиль газового баллона.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
7	Е	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	При работе с водородом обратитесь к Руководству по безопасности при использовании водорода в качестве газа-носителя.	Ссылка	Безопасность при использовании газа-носителя водорода
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
9	G	 Опасно Пожар вследствие утечки газа-реагента	При использовании газа-реагента на моделях с источниками ионизации CI/NCI проверяйте утечку газа.	Ссылка	Руководство по эксплуатации устройства для CI/NCI
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	*
10	Прочее	 Опасно Телесные повреждения органическими растворителями	При работе с растворителями надевайте защитные очки и перчатки.	Ссылка	-
				Категория работы	Пробоподготовка
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
11	Прочее	 Опасно Повреждения оборудования органическими растворителями	Не пользуйтесь органическими растворителями вблизи компьютеров, принтеров и иного оборудования.	Ссылка	-
				Категория работы	Пробоподготовка
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
12	Прочее	 Опасно Использование горючих спреев	Не пользуйтесь горючими спреями вблизи прибора.	Ссылка	-
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

Работа с прибором

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	*
6	D	 Опасно Возгорание огнеопасных объектов от нагретого воздуха	Не размещайте огнеопасные объекты вблизи выхлопных отверстий.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Анализ
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
13	Прочее	 Опасно Телесные повреждения органическими растворителями	При вводе проб в инжектор надевайте защитные очки.	Ссылка	-
				Категория работы	В процессе анализа
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

Обслуживание

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
8	Е	 Опасно Поражение электрическим током высокого напряжения	Снимать основную крышку имеют право только сертифицированные сервис-инженеры.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Ремонт
				Требуемые квалификация/образование	Сотрудники сервисной службы

Меры предосторожности при работе с газом высокого давления



Опасно

Для подачи газа-носителя используются газовые баллоны высокого давления. При работе с ними выполняйте следующее:

1. Храните газовые баллоны в хорошо вентилируемом помещении за пределами помещения, в котором установлен прибор. Избегайте воздействия прямого солнечного света. Подавайте газ из баллонов на прибор по соответствующим линиям. Для горючих газов эта мера предосторожности предписана законом.
2. Не размещайте баллон высокого давления там, где температура может превысить 40 °C.
3. Для установки прибора используйте помещение с достаточной вентиляцией, а в процедуру ежедневного осмотра включите поиск утечек газа при помощи электрического детектора утечки газа. При использовании легковоспламеняющихся газов, таких как ацетилен и водород или поддерживающих горение газов, таких как кислород и закись азота, не курите и не используйте открытый огонь ближе 5 м от прибора. Установите и держите в рабочем состоянии эффективные огнетушители.
4. Закрепите баллон высокого давления на баллонной стойке или цепью, чтобы он не упал.
5. Убедитесь, что используемые редукционные клапаны имеют маркировку "не смазывать маслом". Также не используйте контактирующие с газом редукционные клапаны, трубки которых покрыты маслом.
6. По завершении работы с газом немедленно перекройте главный вентиль баллона.
7. Проверяйте работоспособность манометров не реже 1 раза в три месяца.
8. Для обозначения работы с водородом можно использовать предупреждающие значки (алюминиевые самоклеящиеся шильдики: P/N S221-44025-01). Сведения о них запросите у представителя Shimadzu. Эти значки поставляются бесплатно туда, где их наличие является обязательным.

При использовании баллонов высокого давления емкостью 300 м³ и более поставьте об этом в известность местные органы власти

Меры для безопасного использования водорода в качестве газа-носителя



Опасно

Водород, используемый в газовых хроматографах в качестве газа-носителя, является взрывоопасным. Перед тем, как использовать прибор, внимательно прочтите о мерах безопасности в разделе "Безопасность при использовании водорода в качестве газа-носителя". Не забывайте выполнять приведенные в этом разделе меры предосторожности. Они важны для обеспечения безопасности. Меры предосторожности, касающиеся работы с водородом, также перечислены в руководстве пользователя к газовому хроматографу. Прочтите и их тоже.

Свойства водорода

Водород — это опасный газ, легко взрывающийся при неправильном обращении с ним. Если водород применяется в качестве газа-носителя, убедитесь, что вы осведомлены о его свойствах и правилах обращения с ним:

- Газ без цвета и запаха.
- Имеет широкие пределы возгорания, при смешении с воздухом возгорается в пределах от 4% об. до 75% об.
- Возгорается при приложении чрезвычайно малой энергии.
- Будучи легче воздуха, легко накапливается под потолком.
- Имея высокую скорость диффузии, легко смешивается с воздухом.
- При быстром распространении самовозгорается.
- Пламя при горении водорода не имеет цвета и легко разносится ветром.
- При смешении с галогенами, например, с хлором, под воздействием прямого солнечного света взрывается.

Информация о гарантии

Компания Shimadzu предоставляет на изделие следующую гарантию:

1. **Срок:** О длительности гарантийного срока спросите представителя Shimadzu.
2. **Описание:** Если в течение гарантийного срока обнаружится неисправность изделия или его частей по вине Shimadzu, то Shimadzu бесплатно отремонтирует или заменит их. Однако в случае изделий, обычно присутствующих на рынке в течение короткого периода времени, таких как компьютеры, их периферия и комплектующие, Shimadzu может оказаться не в состоянии подобрать идентичные изделия на замену.
3. **Ограничение ответственности:**
 1. Shimadzu ни при каких обстоятельствах не несет ответственность за утерю прибыли, дохода или данных; или за фактические, не прямые, косвенные, неумышленные и присуждаемые в порядке наказания убытки, независимо от того, происходят ли они по теории ответственности, происходят от или связаны с использованием или невозможностью использования продукта, даже если компания Shimadzu была предупреждена о возможности подобных убытков.
 2. Ни при каких обстоятельствах ответственность Shimadzu, независимо от причины (по контракту, за правонарушение, включая небрежность или в любом другом случае) не превысит суммы, уплаченной за оборудование.
4. **Исключения:** неисправности, вызванные нижеуказанными причинами, не входят в гарантию, даже если они произошли в течение гарантийного срока.
 1. Ненадлежащее обращение с изделием
 2. Ремонт или изменения конфигурации, выполненные не представителями компании Shimadzu или ее уполномоченными
 3. Использование прибора в сочетании с аксессуарами/устройствами или программными продуктами, не разрешенными компанией Shimadzu
 4. Компьютерные вирусы, приведшие к отказам оборудования и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение прибора
 5. Перебои в электроснабжении, в том числе отключение питания и внезапные падения напряжения, приведшие к порче прибора и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение прибора
 6. Отключение питания прибора без выполнения надлежащей процедуры выключения, приведшее к порче прибора и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение изделия
 7. Причины, не связанные с прибором
 8. Использование прибора в недопустимых условиях окружающей среды, таких как высокая температура, влажность, коррозирующие газы или сильная вибрация
 9. Пожары, землетрясения или другие стихийные бедствия, загрязнение радиоактивными или опасными веществами, а также другие форсмажорные обстоятельства, включая войны, бунты и преступления
 10. Перемещение и перевозка прибора после инсталляции
 11. Расходные материалы

Примечание: Носители информации, такие как дискеты и диски CD-ROM, считаются расходными материалами

* Если существует документ, такой как гарантийное обязательство, поставляемый с продуктом, или есть отдельный контракт об условиях гарантии, следует руководствоваться условиями этих документов.

Послепродажное обслуживание и доступность запасных частей

Послепродажное обслуживание

Если возникли проблемы с изделием, проведите осмотр и примите меры по устранению проблем, описанные в разделе о поиске и устранении неисправностей данного руководства. Если проблема сохранилась или признаки неисправности в указанном разделе не описаны, свяжитесь с представителем Shimadzu.

Доступность запасных частей

Запасные части для изделия будут доступны в течение семи (7) лет после прекращения выпуска изделия. Впоследствии эти части могут быть недоступны.

Обратите внимание, что некоторые детали прибора выпускает не Shimadzu. Для таких деталей после получения уведомления о прекращении их производства мы установим уровень их необходимости в течение вышеупомянутого периода времени и создадим запас. Однако в случае неверного установления количества или собственных обстоятельств изготовителя деталей, изготавливаемые не компанией Shimadzu детали могут оказаться недоступными в течение 7-летнего периода после прекращения выпуска изделия.

Осмотр и техническое обслуживание

Чтобы поддерживать рабочие характеристики прибора на должном уровне и получать достоверные данные измерений, необходимо проводить текущий и периодический осмотр, а также калибровку.

- За информацией о текущем осмотре и замене деталей обратитесь к разделу "3. Техническое обслуживание" настоящего руководства.
- Для проведения периодических осмотров и калибровки свяжитесь с представителем Shimadzu.
- Сроки периодической замены деталей указаны приблизительно. Замена может понадобиться и раньше в зависимости от условий и частоты использования.

Утилизация

Чтобы утилизировать данное изделие, свяжитесь с представителем Shimadzu.

Если утилизация производится самим потребителем, то необходимо хранить изделие отдельно от обычных промышленных и бытовых отходов, а утилизацию производить в соответствии с действующими законами и правилами.

Меры предосторожности при утилизации

Меры по защите окружающей среды (WEEE)

Всем пользователям оборудования компании Shimadzu в Европейском Союзе:



Знак WEEE

Данный символ на оборудовании означает, что оно было продано после 13 августа 2005 года, и, следовательно, не может быть утилизировано совместно с обычным бытовым мусором. Обратите внимание, что данное оборудование предназначено только для промышленного (профессионального) применения.

По окончании срока службы оборудования свяжитесь с представителем компании Shimadzu. От него вы получите совет по возврату оборудования.

При вашем содействии мы рассчитываем уменьшить загрязнение отходами электронного и электрического оборудования и сохранить природные ресурсы путем повторного использования и переработки отходов.

Для получения дополнительной информации обращайтесь к сотрудникам сервисной службы компании Shimadzu.

Колебания напряжения сети

Всем пользователям оборудования компании Shimadzu в Европейском Союзе:

Данное оборудование можно подключать только к источникам электропитания с полным сопротивлением 0,1 Ом или менее. При необходимости узнайте полное сопротивление сети в энергоснабжающей организации.



Примечание

Если истинное полное сопротивление системы Z_{act} превосходит 0,1 Ом в точке подключения на территории потребителя, то энергоснабжающая организация может наложить ограничения на использование подключенного оборудования.



Примечание

Если истинное полное сопротивление системы Z_{act} сообщено пользователю или измерено им, то пользователь может использовать эту информацию для заявления о соответствии оборудования нормативам без уведомления энергоснабжающей организации.

Эта страница намеренно оставлена пустой.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	i
Обозначения, используемые в данном руководстве.....	ii
Инструкции по безопасности.....	iii
Информация о гарантии.....	xxv
Послепродажное обслуживание и доступность запасных частей.....	xxvi
Осмотр и техническое обслуживание.....	xxvi
Утилизация.....	xxvi
Меры предосторожности при утилизации.....	xxvii
Колебания напряжения сети.....	xxvii

1 Обзор

1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.....	1
1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс- спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.....	1
1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.....	1
1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS- TQ8050 с принадлежностями по предусмотренному назначению.....	1
1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.....	1
1.2 GCMS-TQ8050.....	2
1.3 Особенности прибора.....	3
1.4 Названия компонентов системы.....	4
1.4.1 Аналитическая система ГХМС.....	4
1.4.2 Источник ионизации.....	6
1.4.3 Форвакуумный насос.....	6
1.5 Стандартные принадлежности.....	7

2 Основные операции

2.1 Введение.....	8
2.2 Основы работы на газовом хроматографе.....	8
2.2.1 Параметры прибора.....	8
2.2.2 Описание инжектора.....	8
2.3 Требования к газу.....	9
2.3.1 Газ-носитель.....	9
2.3.2 Соударительный газ.....	9
2.4 Запуск и остановка прибора.....	11
2.4.1 Запуск прибора.....	11
2.4.2 Остановка прибора.....	24
2.5 Ежедневные запуск и остановка.....	25
2.5.1 Ежедневная остановка.....	25
2.5.2 Ежедневный запуск.....	27

2.6	Замена колонки.	28
2.6.1	Отключение вакуумной системы.	28
2.7	Конфигурация системы.	29
2.7.1	Конфигурация системы.	29
2.7.2	Давление соударительного газа.	31
2.8	Проверка и настройка системы.	32
2.8.1	Проверка системы.	32
2.8.2	Настройка.	45
2.8.3	Настройка на большие массы.	49
2.9	Разрешение и энергия соударения.	50
2.9.1	Изменение разрешения.	50
2.9.2	Изменение энергии соударения.	50

3 Обслуживание

3.1	Меры предосторожности.	51
3.2	Замена филамента.	52
3.2.1	Процедура замены филамента.	53
3.3	Чистка ионного источника и отражающего электрода.	54
3.3.1	Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода.	55
3.3.2	Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода.	57
3.3.3	Чистка ионного источника и отражающего электрода.	59
3.3.4	Необходимые материалы.	59
3.4	Обслуживание вакуумного насоса.	60
3.4.1	Замена масла в роторном насосе.	60
3.4.2	Обслуживание турбомолекулярного насоса.	62
3.5	Чистка вентилятора.	63
3.5.1	Чистка вентилятора.	63
3.6	Проверка на герметичность.	64
3.6.1	Проверка ГХ на утечку газа-носителя.	64
3.6.2	Проверка утечек в вакуумной системе МС.	67
3.6.3	Проверка вакуума на утечки с помощью мониторинга пиков.	68
3.6.4	Проверка вакуума на утечки с помощью петролейного эфира.	70
3.7	Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов.	72

4 Диагностика неисправностей

4.1	Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению.	74
4.1.1	Индикация статуса ошибки масс-спектрометра.	74
4.1.2	Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution.	75
4.1.3	Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы.	76
4.1.4	Ошибки при включении филамента.	77
4.1.5	Ошибки автонастройки и анализа.	78
4.1.6	Ошибка контроля температуры RF.	81
4.2	Защитные функции вакуумной системы.	82
4.2.1	Обзор.	82
4.2.2	Функционирование защиты.	82

Приложение А Спецификации

A.1 Характеристики.....	83
A.2 Оборудование.....	83
A.3 Требования к установке.....	84
A.3.1 Примеры установки.....	85

Приложение В Расходные материалы и средства технического обеспечения

B.1 Список расходных материалов.....	87
B.1.1 GCMS-TQ Series.....	87
B.1.2 Набор инструментов (опция).....	89
B.1.3 Набор расходных материалов (опция).....	89

Приложение С Технические примечания

C.1 Режимы анализа.....	91
C.1.1 Масс-спектрометрический анализ.....	91
C.1.2 Режим сканирования Scan.....	91
C.1.3 Режим мониторинга выбранных ионов SIM.....	92
C.1.4 Режим анализа MC/MC.....	93
C.1.5 Режим сканирования иона-прекурсора.....	93
C.1.6 Режим сканирования иона-продукта.....	94
C.1.7 Режим сканирования нейтральных потерь.....	94
C.1.8 Режим мониторинга множественных реакций MRM.....	95
C.2 Характеристики вакуума.....	96
C.3 Коэффициент усиления детектора.....	97
C.4 Энергия ионизации/ток эмиссии и срок службы филамента.....	98
Алфавитный указатель.....	100

1

1 Обзор

1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.

В данной главе приведены сведения, касающиеся медицинского применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями (основной блок (одна из моделей): GCMS-TQ8050 или GCMS-TQ8050nci).

1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.

Специфическое медицинское назначение хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями:

Диагностика *in-vitro*: Ранняя диагностика онкологических заболеваний. Уточняющая диагностика наследственных нарушений обмена веществ.

Судебно-медицинская экспертиза: Скрининг и количественное определение токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в биологических образцах.

1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.

Области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями в соответствии с его видом – медицинское изделие для *in vitro* диагностики: онкология, акушерство и гинекология, педиатрия, наркология.

1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями по предусмотренному назначению.

Показания к применению газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями: предварительное диагностирование онкологических заболеваний, нарушения обмена веществ. Предположительное содержание токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в организме человека.

Противопоказания газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями: нет. Возможные побочные воздействия газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями: не выявлены.

1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.

Виды исследуемых проб биологического материала: Кровь, сыворотка крови, плазма, моча, слюна, спинно-мозговая жидкость, пот.

Рекомендуемый способ получения и подготовки проб к исследованию: растворение отобранной жидкой пробы в смеси метанол:вода:хлороформ (2,5:1:1), центрифугирование, отбор супернатанта и его высушивание, триметилирование полученного сухого остатка. Готовая проба вводится в порт инъекции газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями.

1.2

1 Обзор

GCMS-TQ8050

Этот раздел представляет обзор газового хроматомасс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-TQ8050 с принадлежностями (далее - прибор, или GCMS-TQ Series). Прибор работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-TQ8050 SYSTEM или GCMS-TQ8050nci SYSTEM,
- модели для российского рынка: GCMS-TQ8050 или GCMS-TQ8050nci

Прибор представляет собой настольный газовый хроматомасс-спектрометр, предназначенный для высокочувствительного ГХ/МС и ГХ/МС/МС анализа.



Модель в стандартном исполнении включает следующие компоненты:

- Высокоэффективный газовый хроматограф GC-2010 Plus
- Дифференциальная вакуумная система, состоящая из турбомолекулярного насоса и роторного форвакуумного насоса
- Вакуумметр для контроля давления в камере
- Напрямую соединенный ГХ/МС интерфейс
- Источник ионизации электронным ударом (EI) с независимым температурным контролем
- Двойной катод источника ионизации с регулировкой по энергии электронов или току
- Квадрупольный масс-анализатор с префильтром
- Соударительная ячейка
- Детектор — электронный умножитель с конверсионным динодом
- Блок питания и контур управления прибором

Управление GCMS-TQ Series, получение и обработка данных осуществляется при помощи программного обеспечения GCMSsolution Ver. 4. Это ПО включает следующие функции:

- Управление GCMS-TQ Series и периферийными устройствами, например, автодозатором
- Автоматическая регулировка прибора путем автонастройки
- Создание методик анализа
- Получение данных в режимах Scan, SIM, сканирование ионов-прекурсоров, сканирование ионов-продуктов, сканирование нейтральных потерь, MRM
- Обработка данных качественного анализа, включающая отображение и обработку масс-спектра, а также поиск по библиотекам
- Обработка данных количественного анализа, включающая создание таблиц соединений, калибровочных кривых и расчет концентрации
- Настройка отчета по индивидуальным требованиям пользователя
- Последовательное получение данных/пакетная обработка информации

1.3

➤ 1 Обзор

Особенности прибора

В этом разделе описаны особенности функций и технических характеристик приборов GCMS-TQ Series.

Высокая чувствительность

Приборы GCMS-TQ Series обладают наивысшей чувствительностью в своем классе, что значительно расширяет диапазон применения метода ГХМС.

Высокая производительность

Скорость регистрации MRM переходов новой соударительной ячейки достигает 800 MRM переходов/с, что позволяет проводить ультрабыстрый анализ в режиме MRM. Максимальная скорость сканирования достигает 20 000 а.е.м./с.

Компактность

Приборы GCMS-TQ Series даже с установленным автодозатором требуют минимального пространства в лаборатории.

Интуитивно понятное управление

Поскольку программное обеспечение GCMSsolution является интуитивно понятным, то даже начинающие пользователи ГХМС могут получать и анализировать данные, а также создавать отчеты в операционной системе, подобной Windows. Функции QA/QC отвечают за поддержание прибора в надлежащем состоянии и управляют точностью получения данных.

Режим энергосбережения

Эко-режим позволяет снизить потребление энергии в режиме ожидания на 26,2 % по сравнению с обычным режимом. (Расчет произведен исходя из следующих данных: 20 рабочих дней в месяц, 6 рабочих часов в день, 18 часов в режиме ожидания в день. В режиме ожидания температура термостата колонок составляет 100 °С.)



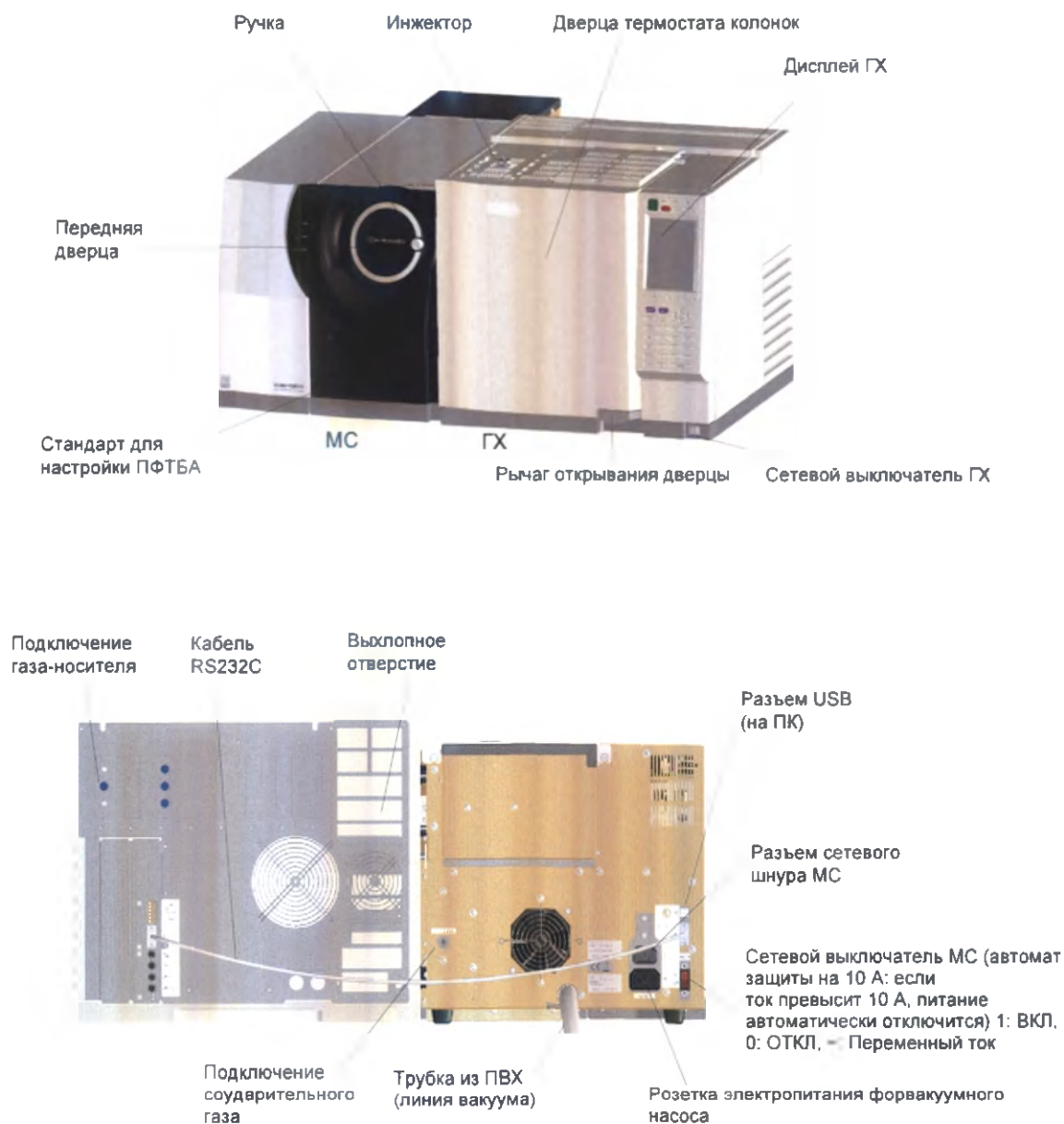
1.4

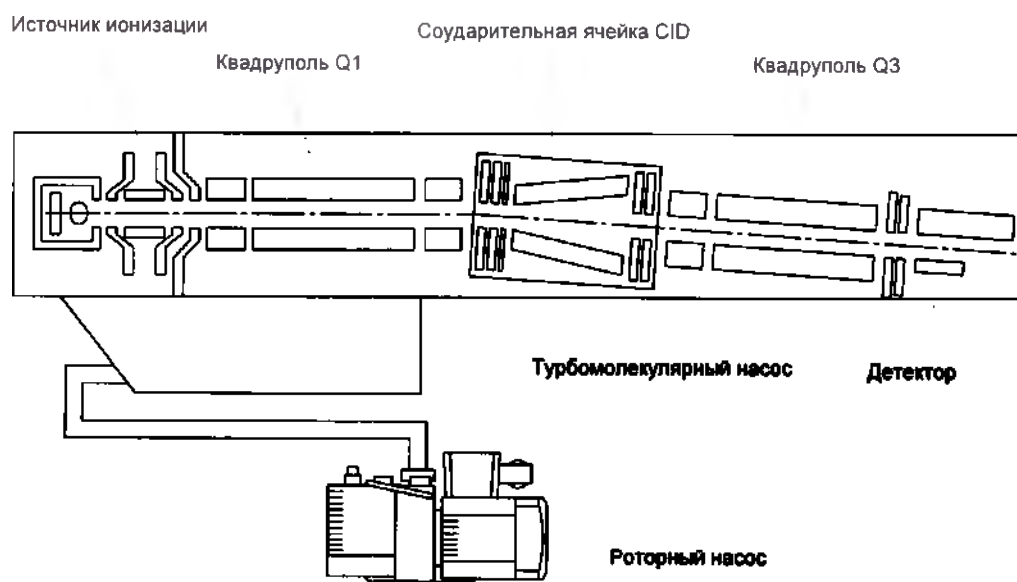
1 Обзор

Названия компонентов системы

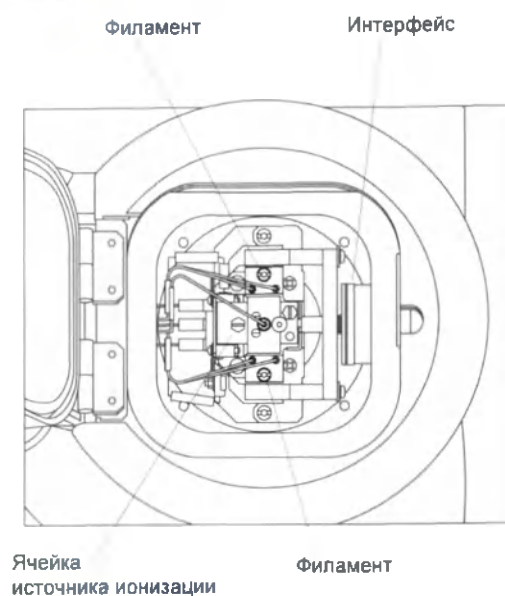
Данный прибор состоит из газового хроматографа (ГХ), масс-спектрометра (МС), форвакуумного насоса, персонального компьютера (ПК) с монитором, принтером и другими опциями. Для подробного описания функций газового хроматографа GC-2010 Plus обратитесь к отдельному руководству пользователя для GC-2010 Plus.

1.4.1 Аналитическая система ГХМС





1.4.2 Источник ионизации



1.4.3 Форвакуумный насос

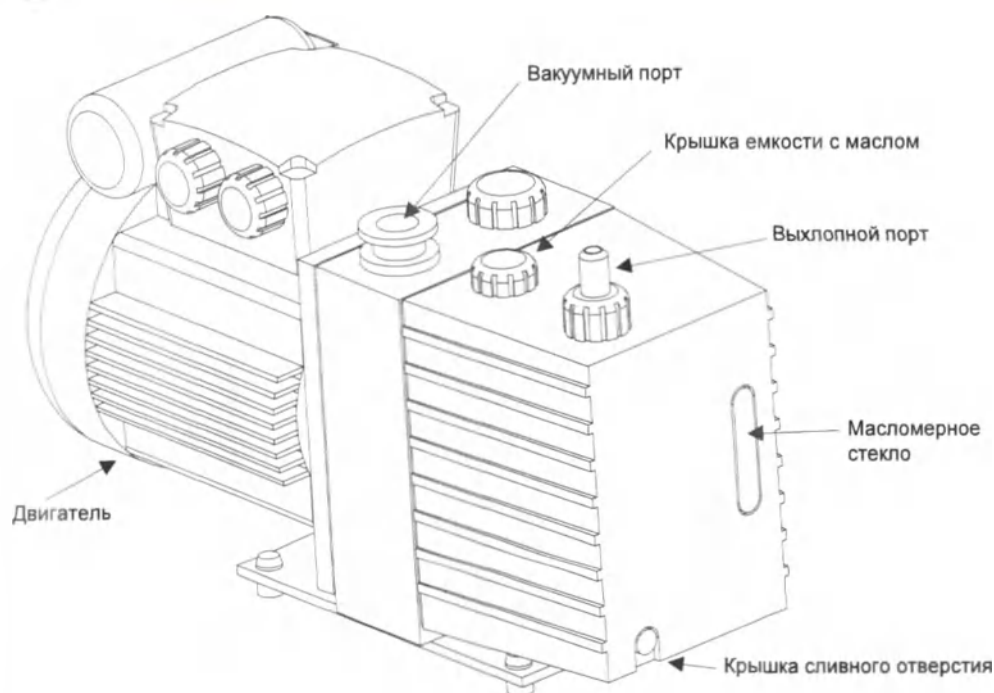


Рис. 1.7 Форвакуумный насос

1.5

1 Обзор

Стандартные принадлежности

Вместе с главным модулем ГХМС поставляются следующие стандартные принадлежности к газовому хроматографу GC-2010 Plus.

Наименование детали	Номер детали	Кол-во
Кабель, USB	S088-50825-30	1
Кабель, RS232C	S088-50906-11	1
Крышка интерфейса	S225-11674	1
Трубка из ПВХ	S016-31331	1
Хомут на шланг	S037-61019	2
Крышка инжектора	S221-43597-01	1
Трубка ввода воздуха, с очисткой*	S221-72658-91	1

О комплекте расходных материалов (опция) см. Приложение В.1.3 "Набор расходных материалов (опция)".

2.1 Введение

В этом разделе описаны следующие основные рабочие процедуры GCMSsolution:

- Запуск и остановка прибора
- Ежедневные запуск и остановка
- Замена колонки
- Конфигурация системы
- Проверка и тюнинг системы

Понимание этих пунктов является абсолютно необходимым условием для работы на приборах GCMS-TQ Series и программном обеспечении GCMSsolution.

2.2 Основы работы на газовом хроматографе

Информацию, касающуюся работы на газовом хроматографе GC-2010 Plus, можно найти в соответствующем руководстве пользователя. Обратите внимание, что стандартные процедуры для работы на GC-2010 Plus могут отличаться от описанных ниже.

2.2.1 Параметры прибора

Параметры прибора, включая температуру и давление в системе ГХ, можно задать с ПК. Параметры прибора сохраняются в файле, называемом "файлом метода". Файлы метода можно сохранить на жестком диске, а сохраненные параметры загружать в программное обеспечение. Более подробную информацию см. в Разделе 3.3 "Использование шаблона" в Руководстве к программному обеспечению GCMSsolution. Параметры ГХ можно задать непосредственно с клавиатуры или из файла метода на ПК.

2.2.2 Описание инжектора

В системе ГХМС необходимо предотвращать попадание воздуха в газ-носитель. Поддержание чистоты газа-носителя способствует следующему:

1. Предотвращение износа капиллярной колонки.
2. Продление срока службы филамента масс-спектрометра и ионного источника.
3. Минимизация фонового шума анализатора.

Для предотвращения попадания воздуха в газ-носитель используется уплотнитель из золота (Au) для уплотнения стандартного инжектора, как это показано на схеме ниже.



2.3 Требования к газу

В этом разделе описывается газ-носитель и соударительный газ, используемые в данной системе. Для обеспечения безопасной работы и поддержания рабочих характеристик прибора необходимо придерживаться нижеследующей спецификации.

2.3.1 Газ-носитель

Гелий (Давление подачи: 300–980 кПа)

Чистота: 99,995 % или выше, при этом концентрация кислорода O₂ должна быть менее 3 ppm об.

Для некоторых дополнительных принадлежностей может понадобиться газ, отличный от вышеуказанного. За дополнительной информацией обратитесь к руководству соответствующей принадлежности.

- Для некоторых приложений, например, для анализа пестицидов, может понадобиться гелий большей чистоты (99,999–99,9999 %).
- Диапазон установки давления и расхода на ГХ изменяется в зависимости от давления подачи. Обычно необходимым уровнем давления подачи газа является 700–800 кПа.



Примечание

Любое попадание воздуха в линию подачи газа ухудшит его качество и может отразиться на рабочих характеристиках системы. Подаваемый на линию ГХ гелий должен соответствовать заданной чистоте или превосходить ее. Использование газа меньшей чистоты может ухудшить рабочие характеристики системы.

2.3.2 Соударительный газ

Спецификация на аргон

В качестве соударительного газа используется аргон. Необходимо придерживаться нижеследующей спецификации газа.

Давление подачи аргона: 350–450 кПа

Чистота: 99,99 % или выше.

- Если давление подачи газа опускается до 450 кПа и ниже, используйте опциональный регулятор (S225-22680-41). Давление должно восстановиться до диапазона 500–800 кПа.



Опасно

Предостережения при использовании газовых баллонов высокого давления. Если вы используете газовые баллоны высокого давления для подачи газа-носителя, то для безопасного обращения и предотвращения несчастного случая следуйте указаниям поставщиков баллонов, а также обращайтесь с баллонами таким образом, чтобы предотвратить возможные несчастные случаи.

- Держите газовые баллоны в хорошо проветриваемом помещении за пределами места установки прибора. Избегайте попадания прямого солнечного света. Используйте трубопровод для подачи газа от баллона к прибору. В случае использования сжиженных газов, меры предосторожности определены правилами пожарной безопасности.
- Не устанавливайте газовые баллоны высокого давления в местах, где температура может подниматься выше 40 °C. Не используйте открытый огонь менее чем за 2 метра от баллона.
- Выбирайте место с хорошей вентиляцией, и перед началом работы проверяйте утечку газа с использованием, например, мыльного раствора.
- Закрепите газовые баллоны высокого давления при помощи стоек для баллонов или цепей, так чтобы они не упали.
- Используйте «безмасляные» редукторы. Так же, не используйте редукторы или трубки, внутренние поверхности которых, контактирующие с газом, покрыты маслом.
- После завершения использования газа сразу закройте главный вентиль баллона.
- Проверяйте работу газового манометра раз в три месяца.
- Для использования баллонов с объемом 300 м³ и более требуется специальное разрешение.

Обращайтесь с газовыми баллонами высокого давления аккуратно и в соответствии с правилами и законами, принятыми в вашей стране.

Подача соударительного газа

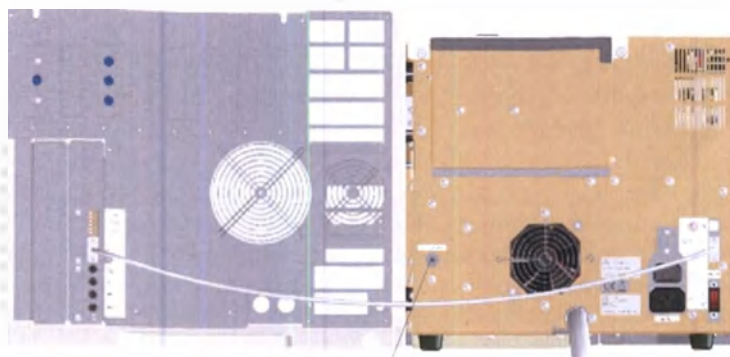
Подсоедините трубку подачи аргона к задней панели прибора.

1. Задняя панель прибора имеет соединение М-типа.

Для подсоединения подачи аргона из цилиндра к прибору GCMS-TQ Series должны быть подготовлены следующие детали:

Наименование детали	Каталожный номер
Регулятор давления	S221-35999-01
Газовая линия (длина: 2,5 м)	S201-48067
Газовая линия (длина: 5 м)	S201-48067-05
Газовая линия (длина: 10 м)	S201-48067-10
Газовая линия (длина: 15 м)	S201-48067-15
Удлинитель газовой линии (длина: 2 м)	S221-26171-20

2. Откройте кран баллона с аргоном для подачи соударительного газа. Проверьте, чтобы давление подачи было в диапазоне 300–450 кПа.



Подсоединение
соударительного газа

2.4 Запуск и остановка прибора

В этом разделе описано, как запускать и останавливать установленный прибор.

2.4.1 Запуск прибора

1. Включите газ-носитель

1.1 Газ-носитель

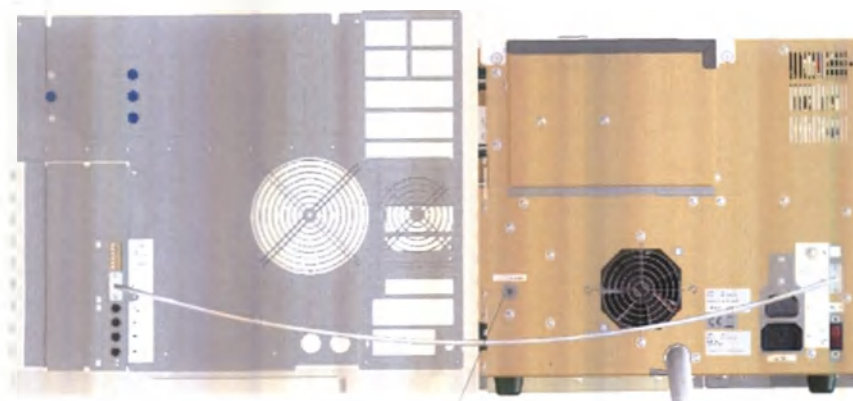
1. Удостоверившись, что газом-носителем является гелий с чистотой не менее 99,995 %, проверьте, что линии газа-носителя подсоединены так, как показано на схеме ниже.
2. Откройте главный вентиль на газовом баллоне газа-носителя.
3. Проверьте, что давление подачи, или входное давление газа-носителя в ГХ, составляет 300–980 кПа (около 3–9,8 кгс/см²).



Примечание

При замене газовых баллонов убедитесь в отсутствии утечек в местах соединений.

Подсоединение
газа-носителя



Подсоединение
соударительного
газа

1.2 Соударительный газ

1. Удостоверившись, что соударительным газом является аргон с чистотой не менее 99,99 %, проверьте, что линии соударительного газа подсоединены так, как показано на схеме ниже.
2. Откройте главный вентиль на газовом баллоне соударительного газа.
3. Проверьте, что давление подачи составляет 350–450 кПа (около 3,5–4,5 кгс/см²).



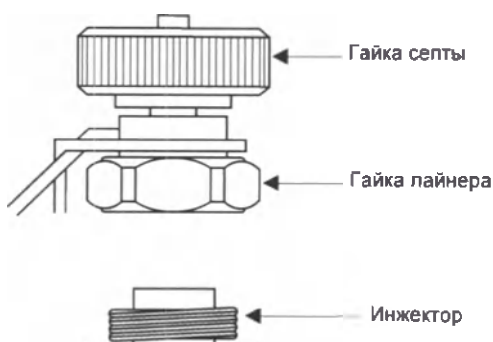
Примечание

При замене газовых баллонов убедитесь в отсутствии утечек в местах соединений.

2. Установите стеклянный лайнер.

Осмотрите стеклянный лайнер инжектора (см. подробное описание ниже), чтобы определить его пригодность к использованию.

1. Удерживая гайку септы, снимите гайку лайнера с инжектора. Потяните гайку септы вверх и снимите ее.

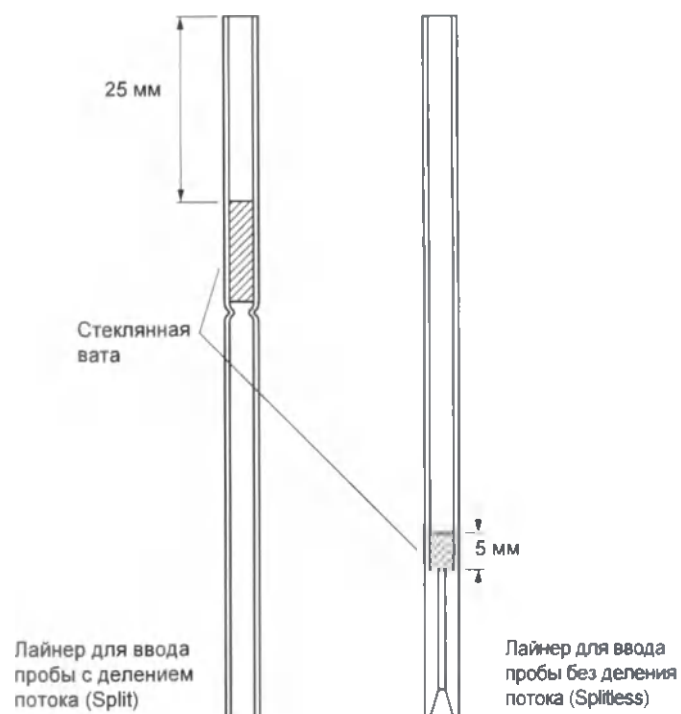


Осторожно

При снятии гайки лайнера необходимо удерживать гайку септы. Если вы снимете гайку лайнера без удерживания гайки септы, то она зацепится за трубку. Гайка септы ударит по лайнеру и разобьет его.

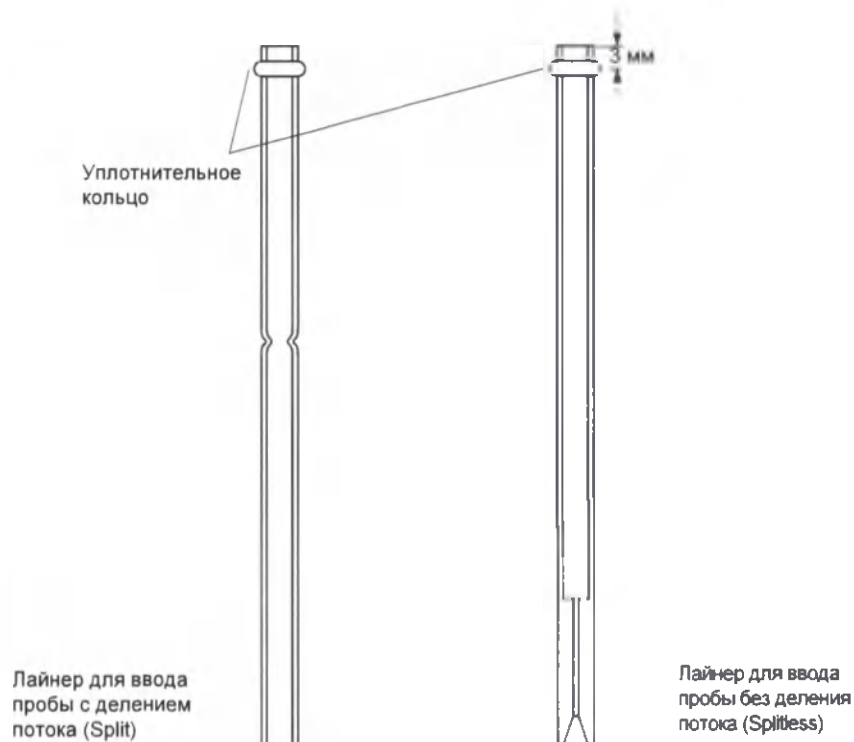


2. Пинцетом выньте лайнер и проверьте, что он подходит для выполнения поставленной задачи (см. рис. ниже). Проверьте, что кварцевая вата чистая и расположена в нужном положении.



3. Если кварцевая вата загрязнена, то удалите ее, очистите или замените. Вставьте нужное количество кварцевой ваты в лайнер в указанное положение. Для ввода с делением потока понадобится около 10 мг ваты, без деления потока — около 2 мг ваты.

4. Установите лайнер и графитовую феррулу так, как указано ниже. При необходимости см. схему инжектора выше.
- а) Временно надвиньте уплотнительное кольцо на лайнер так, чтобы оно было примерно в 4 мм от его верха, как показано на схеме ниже. Вставляйте лайнер в инжектор, пока он не коснется его дна. Правильно установленное уплотнительное кольцо будет находиться в 3 мм от верха лайнера.
 - б) Наденьте гайку инжектора в сборе на лайнер.
 - в) Туго и аккуратно затяните гайку прилагаемым шестигранным ключом из набора инструментов (опция) и ослабьте ее на 1/3 или 1/2 оборота.

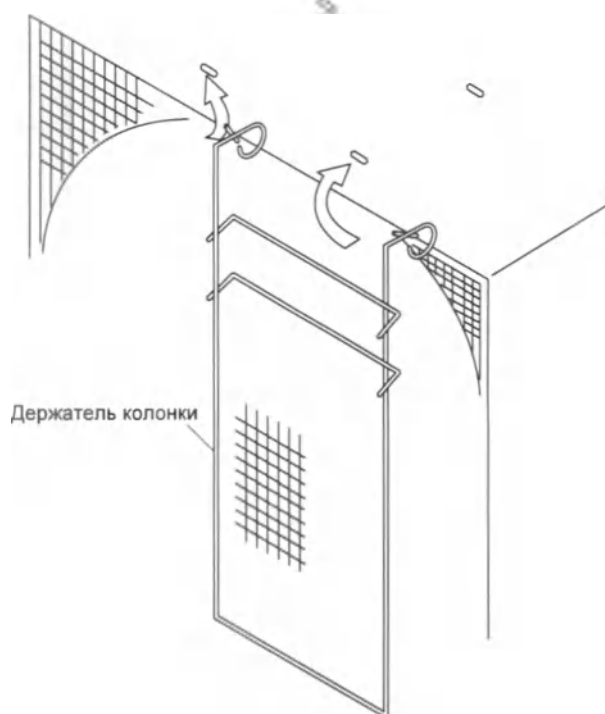


3. Установите держатель колонки и капиллярную колонку.

Установка держателя колонки

Вставьте держатель колонки в отверстия следующим образом:

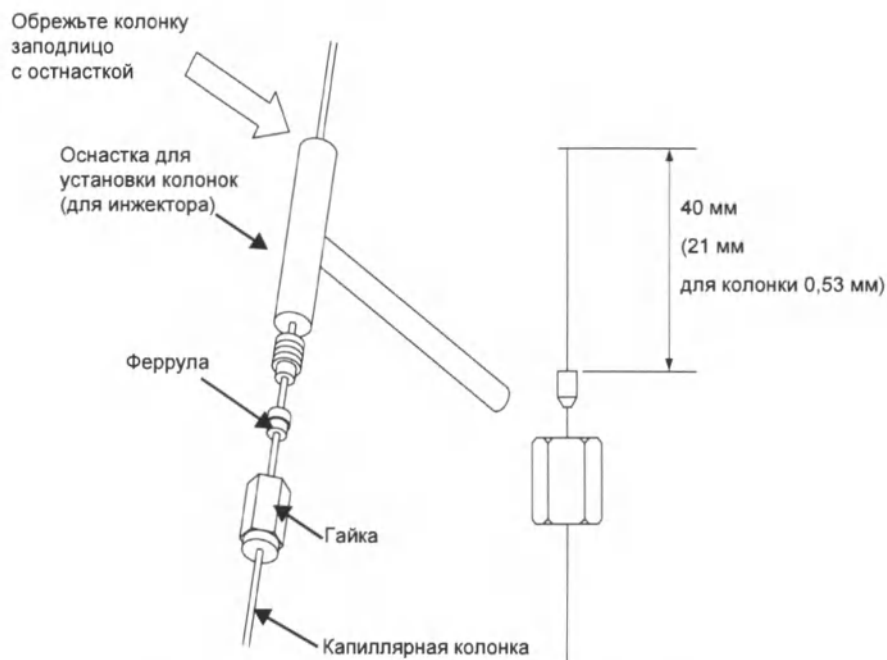
1. Сожмите петли на верхней части держателя так, чтобы держатель можно было вставить в отверстия. Стандартно колонка размещается на задней стороне держателя. Если устанавливаются две колонки, то одну колонку размещают на передней стороне, а другую — на задней.



Подсоединение капиллярной колонки к инжектору

1. Пропустите капиллярную колонку через феррулу из весела и гайку.
См. Рис. "Использование оснастки для установки колонок".
2. Вставьте конец капиллярной колонки в оснастку для установки колонок (P/N 225-01453-95), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца оснастки, как показано на Рис. "Использование оснастки для установки колонок". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
3. Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. "Пометка колонки липкой лентой".
4. Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из оснастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в инжектор и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если феррула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если феррула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
5. Удалите ленту, использованную для пометки колонки.

Наименование детали	Номер детали
Феррула из вспела	S670-15003-03 (для колонок 0,25 мм) (опция)
	S670-15003-04 (для колонок 0,32 мм) (опция)
	S670-15003-07 (для колонок 0,53 мм) (опция)
Оснастка для установки колонок	S225-01453-95 (опция)
Гайка	S670-11009 (опция)
Резак для капиллярных колонок	S221-50595-91 (опция)



Использование оснастки для установки колонок



Примечание

Графитовая феррула обжимается остнасткой и становится неотделимой от колонки, а феррула из веспела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под феррулой из веспела и гайкой. Не забудьте после установки удалить ленту.



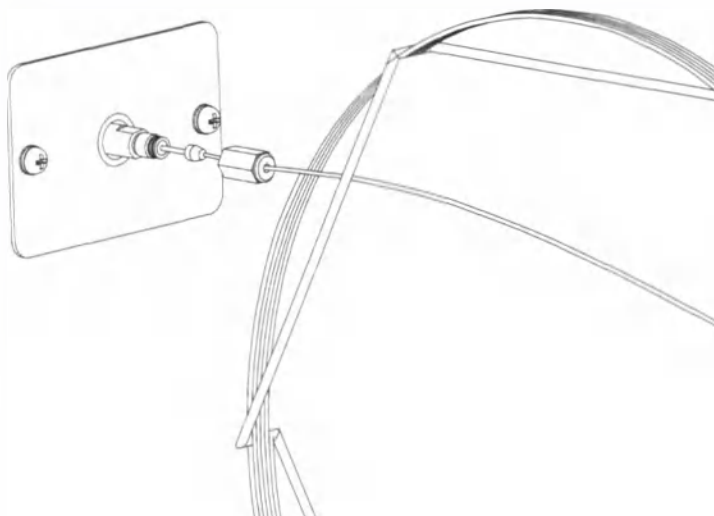
Пометка колонки липкой лентой

Подсоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру

1. Пропустите капиллярную колонку через феррулу из веспела и гайку. См. Рис. "Использование оснастки для установки колонок".
2. Вставьте конец капиллярной колонки в оснастку для установки колонок (P/N S225-01453-94), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца оснастки, как показано на Рис. "Присоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
3. Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. "Пометка колонки липкой лентой".
4. Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из оснастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в интерфейс масс-спектрометра и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если феррула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если феррула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
5. Удалите ленту, использованную для отметки колонки.



Использование оснастки для установки колонок

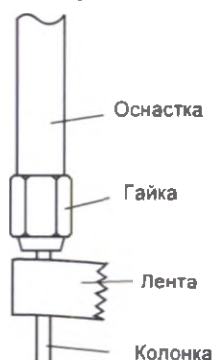


Присоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру



Примечание

Чтобы снизить фоновый шум, для присоединения колонки к масс-спектрометру всегда используйте феррулу из веспела. Графитовая феррула обжимается оснасткой и становится неотделимой от колонки, а феррула из веспела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под феррулой из веспела и гайкой. Не забудьте после установки удалить ленту.





Примечание

Для обслуживания гаек (SSNE 16/012), используемых для установки капиллярной колонки, в набор инструментов (опция) входит нагель. Нагель предусмотрен для удаления феррулы, застрявшей в гайке (SSNE 16/-12) при использовании гайки повторно. Для уменьшения износа гаек используйте их не более трех раз.



4. Включите прибор.

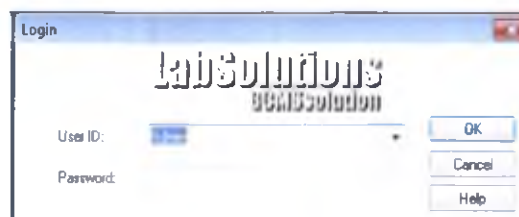
1. Проверьте, что управляющий прибором прерыватель включен, и включите ГХ.
2. Включите компьютер, монитор и принтер, а затем запустите Windows.
3. Включите масс-спектрометр. Загорится светодиодный индикатор включения в верхнем левом углу масс-спектрометра.

Индикатор включения



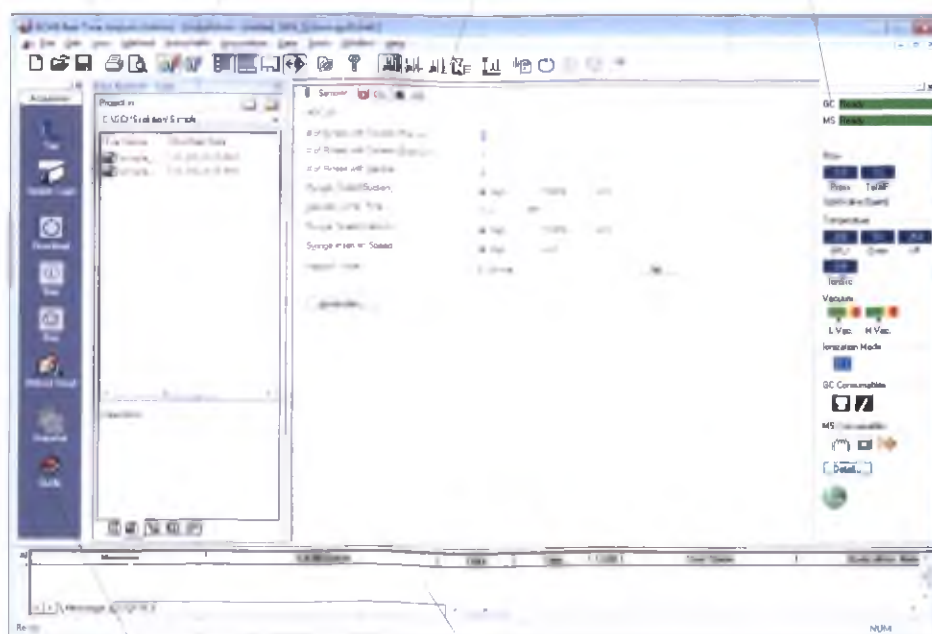
5. Запустите GCMSsolution.

1. Дважды кликните по значку **GCMS Real Time Analysis** (ГХМС анализ в реальном времени). Появится диалоговое окно "Login" (Регистрация).



2. Введите имя пользователя и пароль. При первом запуске ПО используйте имя по умолчанию "Admin" (Администратор), а пароль не вводите. После ввода нужной информации кликните по кнопке **OK**.
Будет запущена программа "GCMS Real Time Analysis" (ГХМС анализ в реальном времени).

Строка заголовка Панель меню Панель инструментов Панель состояния прибора



Вспомогательная панель

Окно вывода

6. Запустите вакуумную систему.



Осторожно

Если прибор был выключен в течение продолжительного времени, а температура окружающей среды низка, то масло в форвакуумном насосе может стать очень вязким. Если вязкость масла высокая, а форвакуумный насос работает, то нагрузка на двигатель насоса чрезмерно возрастает. От этого может сработать прерыватель главного контура электропитания (на задней панели прибора, см. Раздел 1.3.1 "Аналитическая система ГХМС") и прибор выключится.

Если прибор был выключен и находился при низкой температуре окружающей среды, то увеличьте температуру окружающей среды и запустите прибор после того, как температура форвакуумного насоса достигнет, по меньшей мере, минимально требуемого уровня (18 °C).



Осторожно

Перед запуском вакуумной системы убедитесь, что ручка на передней дверце масс-спектрометра плотно закрыта.



Осторожно

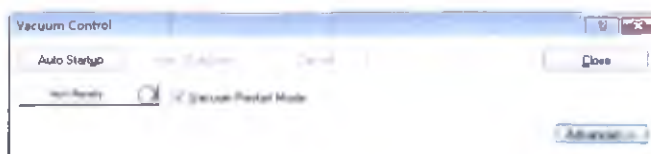
После запуска вакуумной системы ослабьте ручку на передней дверце масс-спектрометра. В противном случае существует вероятность не открыть ее после отключения прибора.



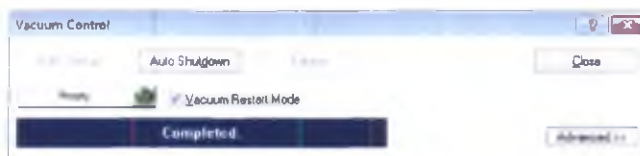
Осторожно

При замене колонки на колонку с большим внутренним диаметром в МС может поступать газ-носитель большего объема, что может препятствовать запуску вакуума. Перед запуском вакуума отрегулируйте давление газа-носителя и убедитесь, что поток в колонку меньше 15 мл/мин. (меньше 5 мл/мин. для режима CI/NCI).

1. Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом).



2. Кликните по кнопке **Auto Startup** (Автоматический запуск).
Начинает мигать индикатор запуска, отображается индикатор выполнения и запускается стартовая последовательность. Различные компоненты запускаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система будет готова к работе, на индикаторе выполнения отобразится "Completed" (Завершено).



Примечание

При выборе **Vacuum Restart Mode** (Режим запуска вакуума) в окне **Vacuum Control** (Управление вакуумом) прибор автоматически перезапустится при включении питания после аварийного отключения прибора (например, в случае прекращения подачи электроэнергии).



Примечание

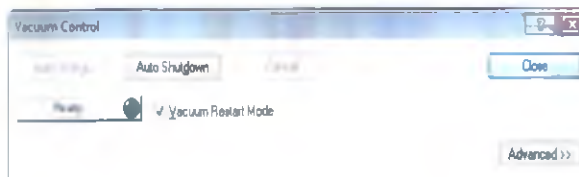
После запуска вакуум первое время может быть нестабильным, появится сообщение "Ухудшение уровня вакуума. Ионный датчик немедленно выключается". В этом случае подождите около 1 ч, затем откройте окно **Monitor Settings** (Отображение установок) и в области **Higher Vacuum** (Высокий вакуум) нажмите на иконку Ion gauge (Ионный датчик). Если сообщение об ошибке не выводится, вы можете использовать систему.

3. Закройте диалоговое окно **Vacuum Control** (Управление вакуумом).

2.4.2 Остановка прибора

1. Остановите вакуумную систему.

- (1) Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом).



- (2) Кликните по кнопке **Auto Shutdown** (Автоматическое отключение).

Начинает мигать индикатор выключения, отображается индикатор выполнения и запускается последовательность выключения. Различные компоненты отключаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система отключится, на индикаторе выполнения отобразится "Completed." (Завершено).



- (3) Закройте диалоговое окно "Vacuum Control".



Осторожно

Если передняя дверка вакуумной камеры будет открыта после выключения вакуумной системы, ослабьте ручку, повернув ее на один оборот влево.

2. Выйдите из GCMSsolution.

- (1) В меню File (Файл) выберите Exit (Выйти).

Программа GCMS Real Time Analysis (ГХМС анализ в реальном времени) закроется.

3. Отключите электропитание и перекройте подачу газа-носителя.

- (1) Отключите компьютер, монитор и принтер.
- (2) Отключите хроматограф.
- (3) Отключите масс-спектрометр.
- (4) Перекройте главный вентиль баллона с газом-носителем.
- (5) Перекройте главный вентиль баллона с соударительным газом.

2 Основные операции

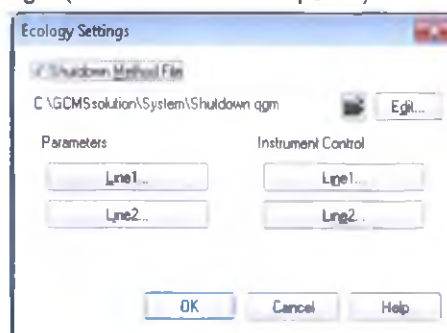
2.5 Ежедневные запуск и остановка

Если прибор используется ежедневно, то для быстрого достижения правильных условий анализа вакуумную систему следует после каждого использования прибора оставлять включенной, а не выключать и запускать заново. В этом разделе описано, как задать параметры выключения таким образом, чтобы прибор оставался в режиме ожидания, а также приведено описание того, как выполнить остановку.

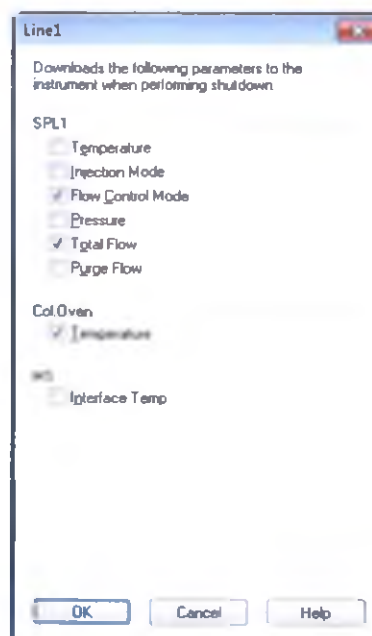
2.5.1 Ежедневная остановка

Задайте параметры отключения

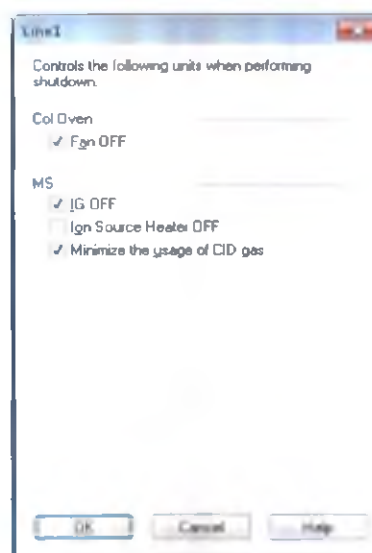
1. В меню Tools (Инструменты) выберите Shutdown (Остановка), чтобы открыть диалоговое окно "Ecology Settings" (Экологические настройки).



2. В текстовом блоке Shutdown Method File (Файл метода остановки) введите имя файла, загружаемого для выполнения остановки прибора. Чтобы изменить установки этого метода, кликните по кнопке **Edit** (Редактировать) и установите новые параметры в открывшейся программе "GCMS Analysis Editor" (Редактор ГХМС анализа).
3. В пункте Parameters (Параметры) кликните по кнопке **Line 1** (Линия 1), чтобы открыть диалоговое окно "Line 1".



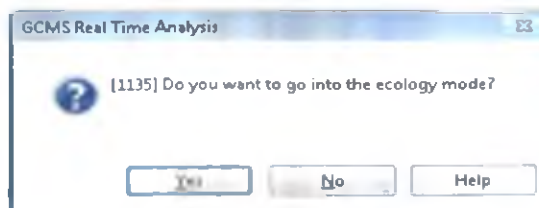
4. Выберите, какие из параметров метода остановки следует загрузить на прибор, и кликните по кнопке ОК. Только те параметры, для которых проставлены галочки, будут загружены при остановке прибора.
5. Введите необходимые параметры для используемого оборудования в диалоговые окна "Line 2" (Линия 2) и "Additional Heater / Flow" (Дополнительный нагреватель/ Поток).
6. Кликните по кнопке **Line 1** в Instrument Control (Управление прибором), чтобы открыть диалоговое окно "Line 1".



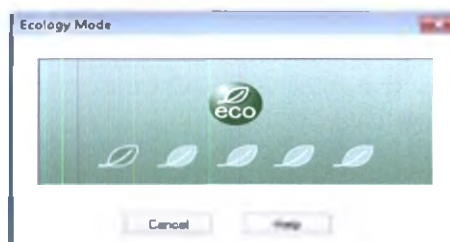
7. Выберите параметры, отключаемые при остановке прибора, и кликните по кнопке ОК. Только те параметры, для которых проставлены галочки, будут отключены при остановке прибора.
8. Подобным же образом выполните нужные установки в диалоговом окне "Line 2".
9. В диалоговом окне "Ecology Settings" кликните по кнопке ОК.

Выполните отключение

1. Кликните по значку Ecology Mode (Экологический режим) панели состояния прибора в программе "GCMS Real Time Analysis". Появится сообщение с запросом, включать ли режим Ecology mode.



2. Кликните Yes. На прибор будут загружены установки диалогового окна "Ecology Settings" (Экологические установки), а прибор перейдет в режим Ecology mode. При выполнении режима Ecology mode откроется диалоговое окно "Ecology Mode". Прочие операции программы "GCMS Real Time Analysis" можно будет выполнять только после отмены режима Ecology mode.



Примечание

Если передняя дверка вакуумной камеры будет открыта после выключения вакуумной системы, ослабьте ручку, повернув ее на один оборот влево. Прибор не переключится автоматически в режим сохранения электроэнергии в процессе проведения анализа. Прибор переключится в режим сохранения после завершения текущего процесса и по истечению определенного периода времени. Режим сохранения электроэнергии может быть активирован автоматически, в зависимости от опциональных настроек. Не включайте вручную режим сохранения электроэнергии до завершения текущего процесса анализа, это вызовет ошибку соединения с прибором. Эта функция не совместима с устройствами для проведения пробоподготовки, такими как HS-20, Turbomatrix HS series или AOC-20. Для более детальной информации об установках режима сохранения электроэнергии обратитесь к Руководству пользователя или меню Помощь ОС Windows.

2.5.2 Ежедневный запуск

Если вакуумная система уже работает, например, после выполнения процедуры ежедневной остановки, то выполните описанную ниже процедуру.

1. В диалоговом окне "Ecology Mode" кликните Cancel (Отмена). Прибор автоматически вернется в то состояние, в котором он был перед входом в режим Ecology mode.



Примечание

Если ПК находится в энергосберегающем режиме, то сначала отмените этот режим, а затем отмените режим Ecology mode. Для более детальной информации об установках режима сохранения электроэнергии обратитесь к Руководству пользователя или меню Помощь ОС Windows.



Примечание

Пока программа [GCMS Real Time Analysis] работает, не подключайте и не отключайте никакие USB устройства (например, устройства памяти или принтеры), а также не переключайте выключатель электропитания. Это может нарушить связь.

2 Основные операции

2.6 Замена колонки

В этом разделе описано, как заменить колонку в случае, если ухудшились ее характеристики, или если нужно установить другую колонку, более подходящую для выполнения поставленной задачи. Если установить колонку неправильно, то может быть нарушен вакуум в системе.

2.6.1 Отключение вакуумной системы

1. Отключите вакуум системы
Обратитесь к разделу 2.4.2. "Остановка прибора"
2. Замените колонку
 1. Удалите установленную колонку
 2. Ослабьте гайки на соединении инжектора и масс-спектрометра и снимите капиллярную колонку. Если на ней со стороны масс-спектрометра остались феррула из веспела и гайка, то оставьте их на колонке при ее хранении. Феррулы из веспела и гайки для установки капиллярных колонок считаются расходными материалами и должны иметься в достаточном количестве. См. Раздел В.1 "Список расходных материалов".
 3. Подсоедините капиллярную колонку к инжектору.
Обратитесь к параграфу "Подсоединение капиллярной колонку к инжектору" Раздела 2.4.1 "Запуск прибора".
 4. Подсоедините капиллярную колонку к МС.
Обратитесь к параграфу "Подсоединение капиллярной колонку к МС" Раздела 2.4.1 "Запуск прибора".
 5. Включите прибор.
Обратитесь к параграфу "Включение прибора" Раздела 2.4.1 "Запуск прибора".
 6. Запустите GCMSsolution
Обратитесь к параграфу "Запуск GCMSsolution" Раздела 2.4.1 "Запуск прибора".
 7. Запустите вакуум системы.
Обратитесь к параграфу "Запуск вакуума системы" Раздела 2.4.1 "Запуск прибора".

2.7

➡ 2 Основные операции

Конфигурация системы

В этом разделе описывается конфигурация системы. Объясняется, как задавать характеристики автодозатора, инжектора, колонки, детектора, дополнительного контролера температуры, дополнительного потока и других устанавливаемых компонентов.

2.7.1 Конфигурация системы

1. Кликните на иконку **Конфигурация системы (System Configuration)** для открытия диалогового окна «Конфигурация системы» ("System Configuration").



Компоненты, которые могут быть включены в конфигурацию, перечислены в окне «Доступные модули» (Available Modules) слева. Разветвленная конфигурационная схема включает в себя различные компоненты: ГХ, автодозатор, инжектор, детектор и дополнительные опции. Чтобы посмотреть опции, доступные для отдельного компонента, нажмите на «плюс» (+) слева от соответствующей иконки.

2. Чтобы включить какой-либо компонент в конфигурацию, выберите иконку в окне «Доступные модули» (Available Modules) и нажмите на стрелку справа. Также можно дважды кликнуть на иконку или перетащить иконку из левого окна в правое.
Текущая конфигурация системы отображается справа в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis).

Доступные ГХМС модули

Модули	Опции
ГХ	GC-2010 Plus
Автодозаторы	AOC-20i AOC-20i+s AOC-20d(M) AOC-20d(S)
Инжекторы	SPL OCI WBI PTV
Колонка	Column
Детекторы	FID FPD FTD ECD TCD MS Другие
Другие блоки	Другие блоки
Дополнительный нагрев *	
Дополнительный поток*	

* Блоки, которые соединены с главным модулем, отображаются автоматически.

3. Кликните дважды на любой компонент из перечисленных в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis), чтобы открыть диалоговое окно «Свойства» ("Properties"), и задайте необходимые параметры. Для большинства параметров можно использовать установки по умолчанию. Для установки свойств колонки выберите тип используемой колонки, и автоматически введутся ее характеристики. Убедитесь, что ионный источник МС выбран правильно. Измените любые другие параметры согласно применению и конфигурации. Для получения более подробной информации о каждом компоненте ГХ/МС системы используйте online GCMS Help.

Чтобы распечатать конфигурацию или свойства, нажмите на кнопку **Печать (Print)** в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").

4. После того, как все включенные в конфигурацию компоненты перечислены в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis) и определены их свойства, кликните кнопку **Установить (Set)** и закройте диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration").

2.7.2 Давление соударительного газа

Название Компонента	Значение по умолчанию (кПа)	Макс.значение (кПа)	Мин.значение (кПа)	Комментарии
Соударительный газ	17	230	200	Для отключения подачи соударительного газа необходимо убрать галочку со строки [Use CID Gas] (Использовать соударительный газ) во вкладке [MS] окна конфигурирования системы.

Modules of Analytical Line

AOC 20 | SPL1 | Column | MS

Gas: MS

Detector Type: MS

Gas #: O2070 ROM Version: 1.04

Model: Dual Stage TMP (TQ8040) Manufactured Year-Month: 2013.08

Gas ID:

☒ Use CID Gas CID Gas (initial value of tuning): 200 kPa

Interface:

Heat Port: DET1 Max Temp: 350 °C

Ion Source:

Type: EI

Temperature: 200 °C

Vacuum Unit:

Turbo Molecular Pump1: 200 Pirani Gauge (Lower Vacuum): Present

Turbo Molecular Pump2: 200 Ion Gauge (Higher Vacuum): Present

Rotary Pump 2: None

☒ Separator Present ☐ None Vacuum Units: Pa

DI Type: None

Test Value of System Check...

OK Cancel Help



Примечание

Если соударительный газ используется, возможно проводить измерения во всех режимах. Если соударительный газ не используется, возможно проводить анализы как на системе с моноквадрупопом в режимах Q3 Scan или Q3 SIM.

2 Основные операции

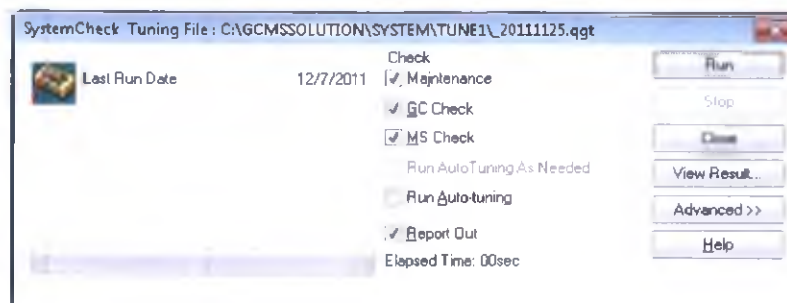
2.8 Проверка и настройка системы

В этом разделе описывается, как проводить проверку и настраивать ГХ/МС систему. Проверка системы — это диагностический контроль, который следует проводить перед анализом, чтобы убедиться в правильности работы прибора. Система настраивается выбором соответствующего пункта в окне «Настройка» ("Tuning").

2.8.1 Проверка системы

Обзор		
Параметр	Описание	Действия в случае неудовлетворительного результата проверки
Обслуживание	Проверяет, как давно и сколько раз использовались расходные материалы для ГХ/МС	Замените деталь и сбросьте счетчик ее использования.
↓		
Проверка ГХ	Проверяет состояние ГХ системы	Если рекомендуется наладка или ремонт, обсудите это с Вашими представителями фирмы Shimadzu. Если необходима замена детали, то замените деталь, как рекомендуется.
↓		
Проверка МС	Проверяет различные показатели, влияющие на точность МС анализа	Если рекомендуется наладка или ремонт, обсудите это с Вашими представителями фирмы Shimadzu. Если необходима замена или настройка детали, то замените деталь или настройте, как рекомендуется.
↓		
Запуск автонастройки по необходимости	Проводит автонастройку, если проверка не выполнена	
ИЛИ		
Запуск автонастройки	Проводит автонастройку независимо от результата проверки	
↓		
Вывод отчета	Распечатывает результаты проверки системы	

1. Кликните на иконку «Проверка системы» ("System check") на вспомогательной панели, чтобы появилось диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")



Примечание

Стандарты, введенные в диалоговом окне «Проверка системы», являются критериями для тестирования и не отражают спецификаций производителя. Когда проводится автонастройка, текущий файл настройки перезаписывается. В зависимости от критериев, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие пункты.

Пункт	Описание
Дата последней проверки (Last Run Date)	Показывает дату проведения последней проверки.
Результирующие сообщения (Result messages)	Отображается сообщение: Пройдено (Pass), Ошибка (Fail) или другое.
Продолжительность (Elapsed Time)	Отображает время, затраченное на проверку системы.

Проверка системы

Проверка системы проводится в соответствии с пунктами, отмеченными в окне «Проверка системы» ("System Check").

Пункт	Описание
Обслуживание (Maintenance)	Проверяет, как долго и сколько раз использовались расходные материалы для ГХ/МС.
Проверка ГХ (GC Check)	Проверяет состояние ГХ системы.
Проверка МС (MS Check)	Проверяет различные показатели, влияющие на точность МС анализа.
Запуск автонастройки по необходимости (Run Autotuning As Needed)	Если появляются сообщения «Колебания интенсивности сигнала» ("Signal intensity fluctuation"), «Децентрация осей масс» ("Mass axis misalignment") или «Ошибка полуширины пика» ("Spectrum peak half-width fail"), то запускается автонастройка.
Запуск автонастройки (Run Autotuning)	Проводит автонастройку независимо от результата проверки.
Вывод отчета (Report Out)	Распечатывает результаты проверки системы.

Для просмотра детальных настроек по каждому пункту, нажмите кнопку «Дополнительно» (Advanced>>)



Примечание

Некоторые виды проверки могут быть выполнены только с ионным источником EI (электронный удар). Кроме того, есть виды проверки, которые могут быть выполнены только после завершения работы МС. Виды проверки, которые не могут быть выполнены, неактивны. За более подробной информацией можно обратиться к ГХМС справке (GCMS Help).

Как правило, автонастройку следует проводить с параметрами по умолчанию:

- «Настройка разрешения» ("Resolution adjustment") – выбрано
- «Полуширина пика» ("Spectrum peak half-width") = "0"
- «Настройка чувствительности» ("Sensitivity adjustment") – выбрано
- «Калибровка по массе» ("Mass Calibration") – выбрано

Параметры автонастройки можно изменить, нажав на иконку **Настройка (Tuning)** на вспомогательной панели. В закладке дополнительных параметров МС выберите файл настройки, который будет использоваться.

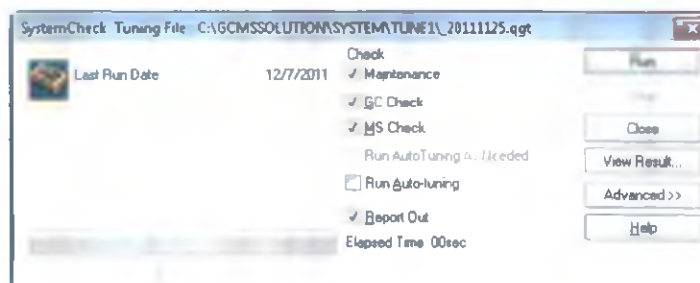
Система настраивается в соответствии с параметрами, заданными в файле настройки. Обратите внимание на то, что в зависимости от пунктов, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Кнопки

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие кнопки.

Кнопка	Описание
Старт (Run)	Запускает проверку системы.
Стоп (Stop)	Останавливает проверку системы. Кнопка активна только во время выполнения проверки.
Заккрыть (Close)	Закрывает диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check").
Просмотр результата (View result)	Отображает результаты проверки системы. Результаты могут быть распечатаны из диалогового окна «Результаты проверки системы» ("System Check Result").
Помощь (Help)	Открывает справку.
Дополнительно (Advanced)	Выводит дополнительные параметры. Только пользователи, авторизованные для «Изменения параметров настройки системы» ("Changing System Check settings"), имеют доступ к этим параметрам.

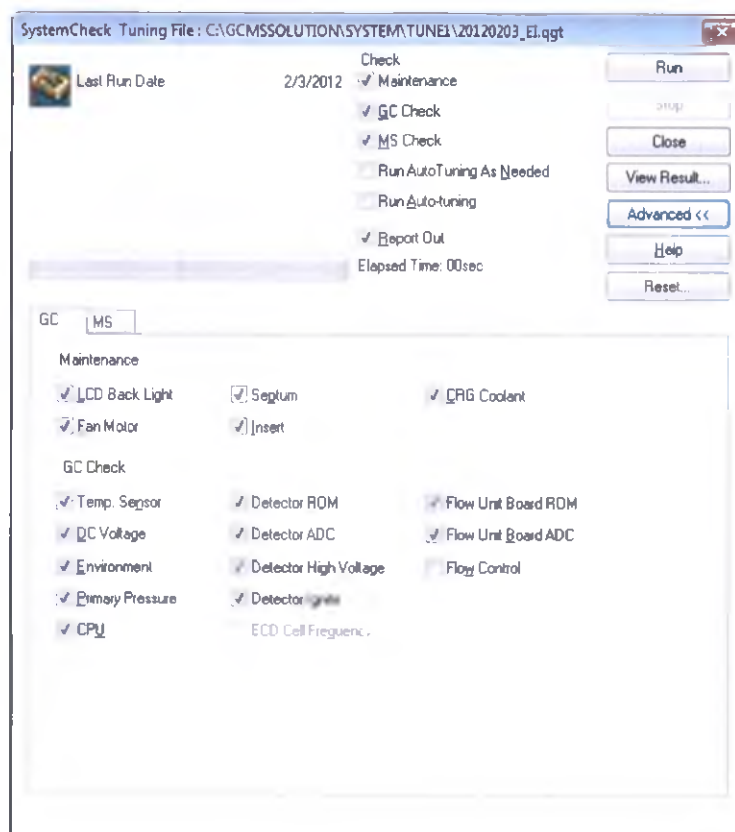
Проверка системы начинается при нажатии кнопки **Старт (Run)**. Отображается время, затраченное на проверку системы, а полоса состояния показывает ход проверки системы.



Индикатор выполнения

Если в результате проверки системы не выявлено ни одной ошибки/проблемы, то над полосой состояния выводится сообщение «Пройдено» ("Pass"). Если обнаружены проблемы, выводится сообщение «Ошибка» ("Fail").

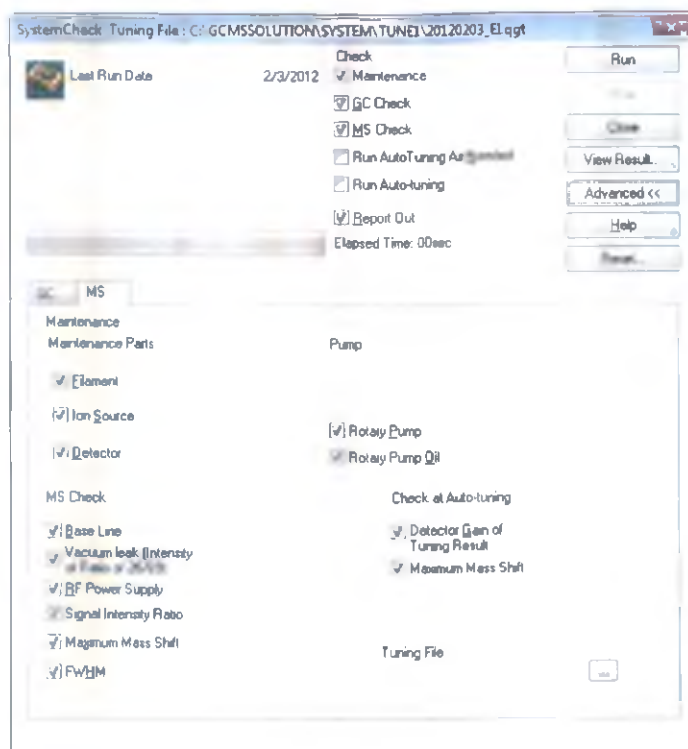
2. Нажмите на кнопку **Дополнительно (Advanced>>)** для отображения содержания дополнительных закладок «ГХ» (GC) и «МС» (MS). Выберите закладку «ГХ» (GC), чтобы отметить параметры эксплуатации и расходные материалы ГХ системы, которые будут проконтролированы в ходе проверки.



Параметры эксплуатации ГХ

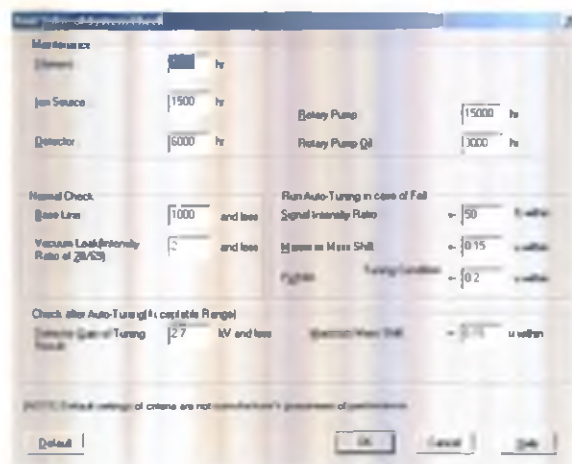
Параметр	Описание
LCD подсветка (LCD Back Light)	Проверяет, как долго работает подсветка.
Вентиляция мотора (Fan Motor)	Проверяет, как долго работает вентилятор мотора.
Хладагент CRG (CRG Refrigerant)	Проверяет счетчик истощения охлаждающего вещества CRG.
Септа (Septum)	Проверяет, сколько раз использовалась установленная септа. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Вставка (Insert)	Проверяет, сколько раз использовалась установленная в данный момент стеклянная вставка (линза). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

3. Выберите закладку «МС» (MS), чтобы отметить определения параметров эксплуатации и расходные материалы, которые будут проконтролированы в ходе проверки.



Примечание

Стандартные значения для проверки системы заданы в окне [Тестовые значения для проверки системы] [Test Value of System Check] в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").



Для более детальной информации обратитесь к справке (Help).

Параметры эксплуатации МС

Параметр	Описание
Филамент (Filament)	Проверяет, как долго используется филамент. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Ионный источник (Ion Source)	Проверяет, как долго используется ионный источник. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Детектор (Detector)	Проверяет, как долго включен и как долго используется детектор. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Турбомолекулярный насос (Turbo Molecular Pump)	Проверяет, как давно был запущен турбомолекулярный насос и сколько времени он используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Роторный насос (Rotary Pump)	Проверяет, как давно был запущен роторный насос и сколько используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Масло в роторном насосе (Rotary Pump Oil)	Проверяет, сколько времени используется масло в роторном насосе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Сброс (Reset)	Открывает диалоговое окно для установки времени использования или количества раз использования расходных материалов Примечание: Переустанавливать время использования турбомолекулярного насоса имеет право только представитель фирмы Shimadzu.

4. При нажатии клавиши **Сброс (Reset)** появится диалоговое окно «Сброс времени использования расходных материалов» ("Reset Consumables"). Сбрасывайте время и счетчик использования каждый раз при замене детали.



Примечание

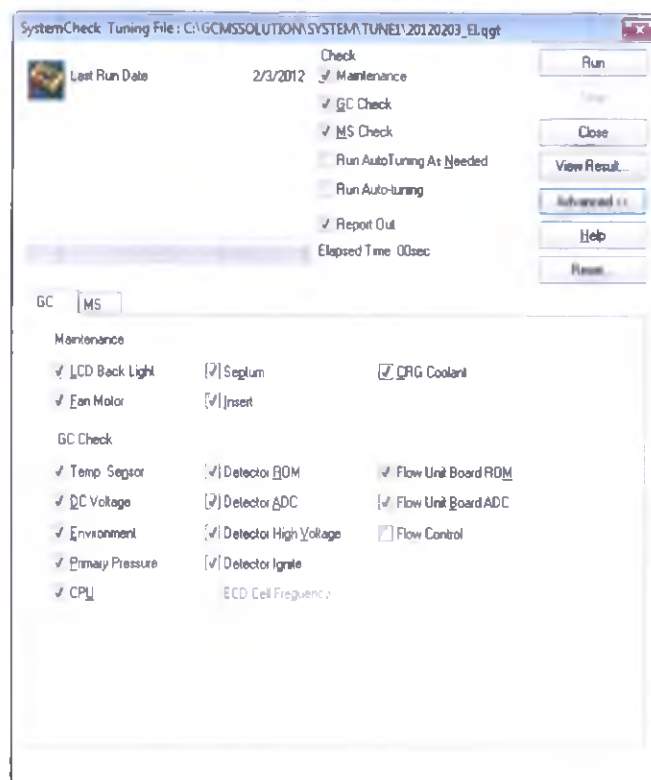
Только пользователи, авторизованные для «Изменения параметров проверки системы» ("Changing System Check Settings"), могут сбрасывать время и счетчик использований.

- "0" вводится, если нажать кнопку **Очистить (Clear)**.
- Если какая-то расходная деталь была ранее заменена, но время использования не было обнулено, то введите соответствующее правильное значение.
- Значение переустановится после щелчка на кнопку **OK**.
- Значения времени и количества использования не обновляются автоматически.

Сброс параметров (обнуляемые параметры)

	Деталь	Описание
ГХ	Септа (Septum)	Чтобы сбросить число использований, нажмите кнопку Очистить (Clear) . Число не может быть введено пользователем, пользователь может только обнулить значение.
	Стекланная вставка (Glass Insert)	
	Хладагент CRG (термостат) CRG Refrigerant (Column Oven)	
	Хладагент CRG (инжектор#2) CRG Refrigerant (INJ#2)	
МС	Филамент #1 (Filament #1)	После замены этих деталей, введите «0» или определенное время использования, если деталь уже была в использовании.
	Филамент #2 (Filament #2)	
	Ионный источник (Ion Source)	
	Роторный насос 1 (Rotary pump 1 Oil)	
	Роторный насос 2 (Rotary pump 2 Oil)	Отображается, только если установлен второй насос. После замены этой детали, введите «0» или определенное время, если деталь уже была в использовании.

5. Выберите закладку «ГХ» (GC) и отметьте необходимые параметры, которые будут проконтролированы в ходе проверки ГХ системы.

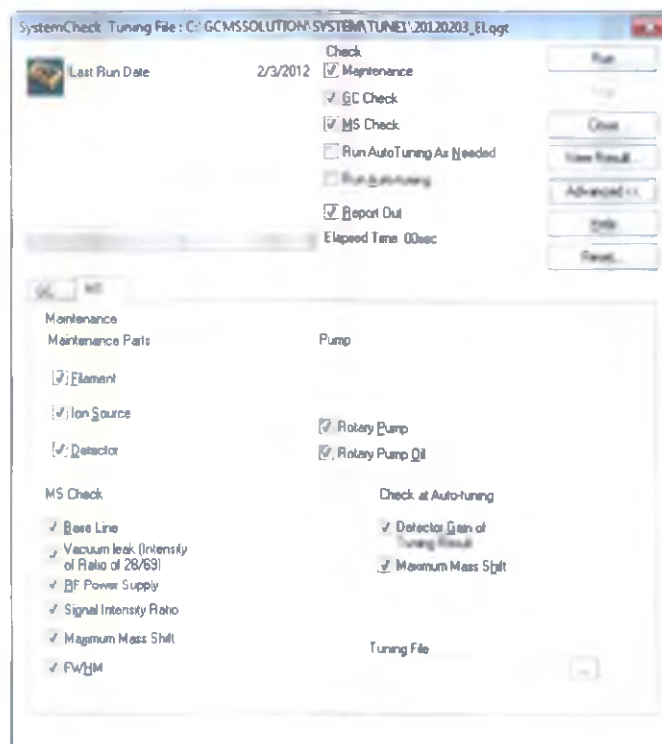


Параметры проверки ГХ системы

Параметр	Описание
Тепловой датчик (Heat Sensor)	Проверяет, как долго тепловой датчик работает при 300 °C или более высокой температуре. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Постоянное напряжение (DC Voltage)	Измеряет постоянное напряжение и проверяет, не выходит ли ошибка за допустимый диапазон. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Окружающая среда (Environment)	Измеряет температуру и давление воздуха в помещении и проверяет, находятся ли эти показатели в пределах гарантийных условий работы. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Начальное давление (Primary Pressure)	Измеряет начальное давление газа-носителя и проверяет, есть ли отклонения от стандартных значений. Если выбран диапазон 350–500 кПа, то стандартное значение — 150 кПа. Если выбран диапазон 500–900 кПа, то стандартное значение 350 кПа.
Центральный процессор (ЦП) (CPU)	Проверяет регистр CPU и датчик истинного времени. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Постоянное запоминающее устройство (ПЗУ) (Detector ROM)	Проверяет состояние ПЗУ для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Аналого-цифровой преобразователь (АЦП) (Detector ADC)	Проверяет состояние АЦП для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

Параметр	Описание
Высокое напряжение в детекторе (Detector High Voltage)	Проверка проводится, только если установлены детекторы ПИД, ПТД или ПФД. Проверяет высокое напряжение в соответствующих детекторах. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Поджиг детектора (Detector Ignition)	Проверка проводится, только если установлены детекторы ПИД, ПТД или ПФД. Проверяет импульс зажигания и процесс поджига каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Частота ячейки ЭЗД (ECD Cell Frequency)	Измеряет импульс разности потенциалов для каждого ЭЗД и сравнивает шум ячеек с порогом чувствительности. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ROM управления единицей потока (Flow Unit Board ROM)	Проверяет исправность ПЗУ каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ADC управления единицей потока (Flow Unit Board ADC)	Проверяет исправность АЦП каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Контроль потока (Flow Control)	Проверяет, правильно ли осуществляется контроль потока на входе в каждый порт. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

6. Выберите закладку «МС» (MS) и отметьте необходимые параметры, которые будут проконтролированы в ходе проверки МС системы.

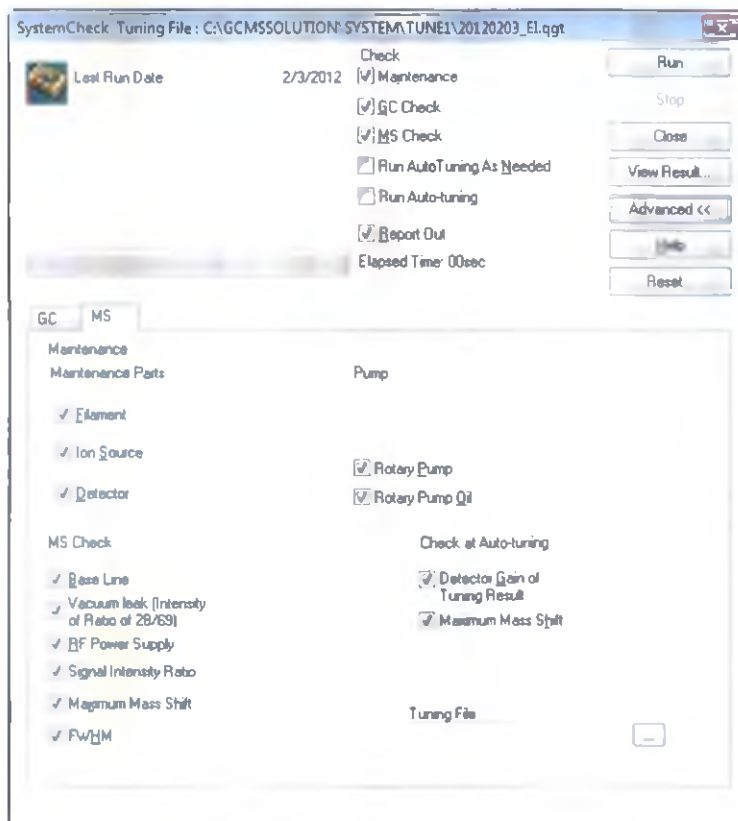


Параметры проверки системы GC

Параметр	Описание
Базовая линия (Base Line)	Определяет значение колебания базовой линии (RMS). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Соотношение интенсивностей 28/69 (Intensity Ratio of 28/69)	Оценивает отношение интенсивности пиков с $m/z=28$ (азот) и $m/z=69$ (PFTBA). По соотношению устанавливается наличие или отсутствие утечки газа. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Высокочастотный источник питания RF (RF Power Supply)	Подтверждает, что высокочастотный источник питания работает нормально. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Соотношение интенсивности сигнала (Signal Intensity Ratio)	Сравнивает интенсивность сигнала PFTBA с ранее полученными результатами автонастройки. Чтобы применить параметр корректировки чувствительности ("Adjust Sensitivity parameter"), необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси масс. Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе автонастройки, необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Ширина пика на полувысоте (FWHM)	Определяет отклонение ширины пика на полувысоте по сравнению с заданным значением ширины пика на полувысоте для пиков с $m/z = 69, 219$ и 502 . Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе автонастройки, необходимо выбрать «Настроить разрешение» ("Adjust Resolution") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

(*1) При использовании соударительного газа оцениваются оба квадруполя, Q1 и Q3. Если соударительный газ не используется, оценивается только квадруполь Q3.

7. В разделе «Проверка при автонастройке» ("Check at Autotuning"), которая находится во вкладке «МС» (MS), выберите пункты, по которым необходима проверка при автонастройке.



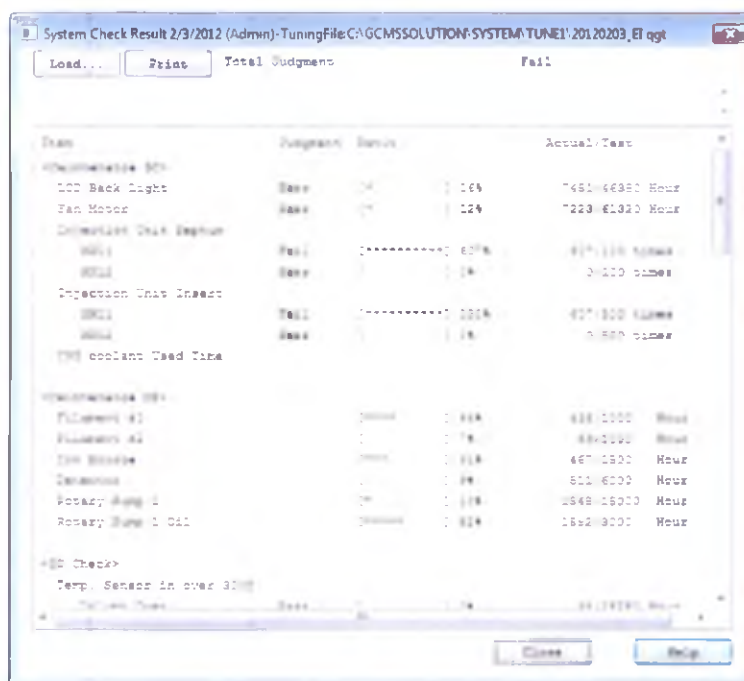
Если выбраны пункты «Запуск автонастройки по необходимости» ("Run Autotuning as Needed") или «Запуск автонастройки» ("Run Autotuning"), то по этим пунктам проводится проверка после завершения автонастройки.

Проверка параметров после автонастройки

Параметр	Описание
Результаты настройки детектора (Detector Gain of Tuning Result)	Определяет установившееся в результате автонастройки напряжение в детекторе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси масс. Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе автонастройки, необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

- ### Файл регулювання

9. Нажмите кнопку **Старт (Run)**, чтобы запустить проверку системы.
10. Выберите **Просмотр результатов (View Result...)**, чтобы появилось диалоговое окно «Результаты проверки системы» ("System Check Result"). В нем отображаются результаты последней проверки системы.



После окончания проверки результаты выводятся автоматически. Можно распечатать результаты текущей и предыдущей проверок системы. Чтобы просмотреть или распечатать результаты предыдущих проверок системы, не нужно снова запускать проверку системы.

Таблица проверки системы

Колонки	Описание
Параметр (Item)	Параметр, по которому была проведена проверка.
Оценка (Judge)	Отображает результат проверки (пройдена (pass) или не пройдена (fail)) и предлагает последующие действия.
Соотношение (Ratio)	Соотношение измеренного значения и стандартного значения. Позволяет быстро оценить состояние системы.
Фактическое значение/ Стандартное значение (Actual/Standard)	Измеренное и стандартное значение для параметра.

Кнопки в диалоговом окне «Результаты проверки системы» ("System Check Result")

Кнопка	Описание
Загрузить (Load)	Открывает результаты предыдущих проверок, которые были сохранены в папке log. Файлы сохраняются и им автоматически присваиваются имена. Присваиваемое имя состоит из 14-ти символов. Первый символ — это системный номер. Второй — нижнее подчеркивание (_). С третьего по шестой — год. Седьмой и восьмой — месяц. Девятый и десятый — день. Символы 11 и 12 — час, 13 и 14 — минуты. Таким образом, если проверка системы 1 проводилась 1-го января 2000 года в 13:00, имя файла будет следующим: 1_200001011300 qgc.
Печать (Print)	Распечатывает выведенные на экран результаты

11. Нажмите кнопку **Печать (Print)**, для того чтобы распечатать выведенные на экран результаты проверки системы.
Параметры обслуживания, проверки ГХ и МС блоков после настройки и их результаты распечатываются, далее распечатывается специальная информация о ГХ и МС:

Текст, распечатываемый вместе с результатами проверки

Текст	Описание
Верхний колонтитул (Header)	Указывается имя пользователя, дата и время проверки системы и время отправки документа на печать.
Нижний колонтитул (Footer)	Указывается номер страницы и общее количество страниц (размещается в центре в нижней части страницы).

2.8.2 Настройка

В окне «Настройка» ("Tuning") параметры контроля МС блока могут быть скорректированы таким образом, чтобы получить требуемые пики масс-спектра.

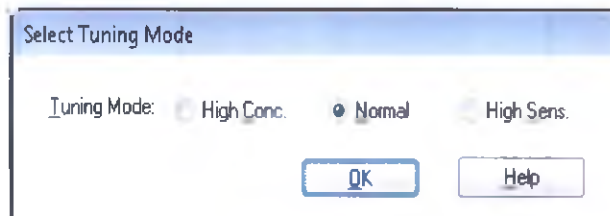
Существуют два метода настройки: автонастройка и ручная настройка. Автонастройка корректирует различные параметры управления прибором, указанные и заданные в «Условиях автонастройки» ("Autotuning Conditions").

При ручной настройке различные параметры управления используются для ручной корректировки масс пиков. Когда окно «Настройка» ("Tuning") открыто, отображается файл настройки, который был сохранен последним или использовался для записи данных. Если не задано иное, то автоматически открывшийся в окне «Настройка» ("Tuning") файл используется в процессе проверок системы и записи данных.

Ниже описаны операции, связанные с созданием или доступом к файлу настройки.



1. Кликните на иконку **Настройка (Tuning)**, которая находится на вспомогательной панели в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"). Появится окно «Настройка» (Tuning).
Чтобы создать новый файл настройки, выберите «Создать файл настройки» ("New Tuning File") в файловом меню (File menu). Когда выбран ионный источник EI (электронный удар), открывается диалоговое окно «Выбор режима настройки» ("Select Tuning Mode"). Выберите один из следующих режимов: режим высокой концентрации (High Conc.), обычный режим (Normal) или режим высокой чувствительности (High Sens.) и перейдите к шагу 2.

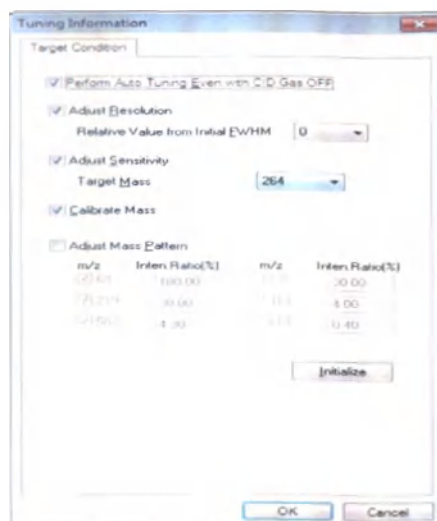


Параметр	Описание
Режим настройки	Если выбран режим Высокой концентрации, то сила эмиссионного тока составляет 20 μA. Если выбран нормальный режим, то сила эмиссионного тока составляет 60 μA. Если выбран режим Высокой чувствительности, то сила эмиссионного тока составляет 150 μA.

Для проведения настройки с применением действующего файла, выберите **Файл > Открыть файл регулировки (File > Open Tuning File)**, чтобы появилось диалоговое окно «Открыть файл регулировки» ("Open Tuning File"). Выберите нужный файл регулировки и нажмите **Открыть (Open)**. Перейдите к шагу 3.

2. Кликните на иконку **Параметры автонастройки (Condition of Autotuning)**, которая находится на вспомогательной панели, или выберите **Настройка > Параметры настройки (Tuning > Condition of Autotuning)** чтобы открыть диалоговое окно «Информация о настройке» ("Tuning Information").





Параметры настройки

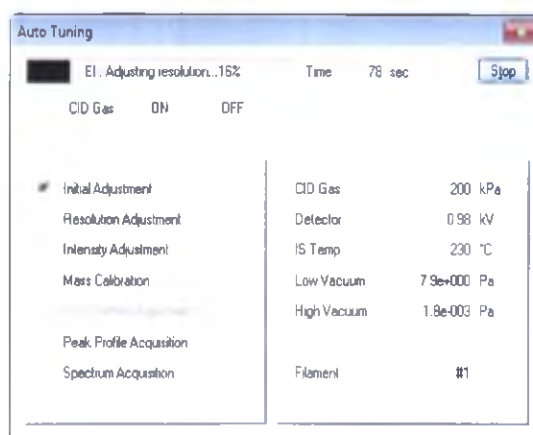
Укажите, какие действия необходимо выполнить в ходе автонастройки и задайте соответствующие значения. Действия включают: корректировку разрешения, корректировку чувствительности, калибровку масс и настройку исходной массы. Если изменены параметры настройки, то могут поменяться и результаты проверки МС системы или автонастройки.

Параметры прибора	Описание
Проведение автонастройки даже при выключенной подаче соударительного газа	Выберите, проводить ли автонастройку без подачи соударительного газа в дополнение к проведению автонастройки с подачей соударительного газа.
Корректировка разрешения (Adjust Resolution)	Корректирует разрешение так, чтобы ширина на полувысоте пика стандартного образца (PFTBA) была примерно равна значению, указанному для ширины на полувысоте пика спектра (FWHM).
Относительное значение ширины пика на полувысоте (Relative Value from Initial FWHM)	-0.1u, 0u, 0.1u ("u" обозначает единицу атомной массы) Сделайте установки таким образом, чтобы значение FWHM стандартного образца (PFTBA) приближалось к сумме значения FWHM по умолчанию и относительного значения FWHM по отношению к начальному. Примечание: Хотя разрешение и возрастает с уменьшением значения ширины на полувысоте, интенсивность сигнала падает.
Корректировка чувствительности (Adjust Sensitivity)	Проведите корректировку целевого иона, которая настраивает оптическую систему на максимальную чувствительность для специфического иона с помощью корректировки целевых ионов в профайле пиков Q3 scan.
Калибровка масс (Calibrate Mass) (*1)	Спектр, полученный с помощью стандарта (PFTBA), используется для корректировки смещения оси масс.
Настройка исходной массы (Adjust Mass Pattern)	Настраивает систему линз так, чтобы сигнал профайла пика в режиме Q3 scan был максимальным, и корректирует интенсивности так, чтобы сравнивать исходные интенсивности спектра стандартного образца, полученного на МС в магнитном поле, и спектра, полученного на основном приборе. Исходная калибровка устанавливает параметр корректировки интенсивности в соответствии с установленным соотношением интенсивностей.

(*1) При использовании соударительного газа настраиваются оба квадруполя, Q1 и Q3. Если соударительный газ не используется, настраивается только квадруполь Q3.

После того, как выбраны нужные действия и введены необходимые значения, нажмите кнопку ОК и закройте диалоговое окно «Информация о настройке» ("Tuning Information").

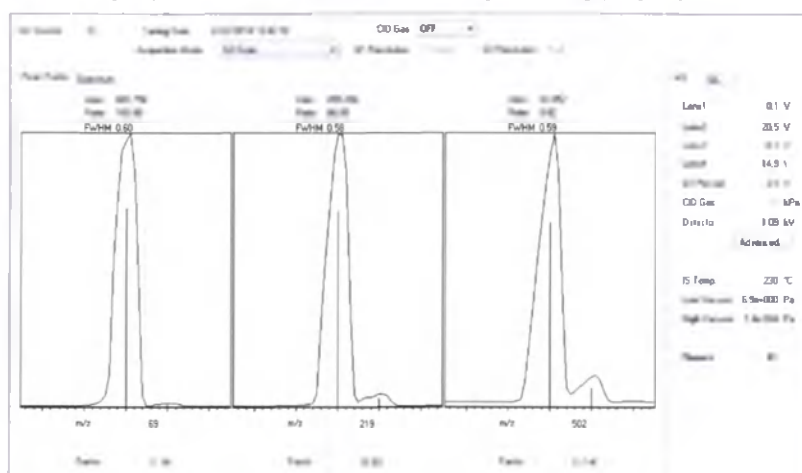
3. Нажмите на иконку **Начать автонастройку (Start Autotuning)**, которая находится на вспомогательной панели, или на кнопку **Начать настройку (Start Tuning)** на панели инструментов, чтобы регулировка прибора произошла автоматически. Также автонастройку можно запустить с помощью команды **Настройка > Начать автонастройку (Tuning > Start Autotuning)**.



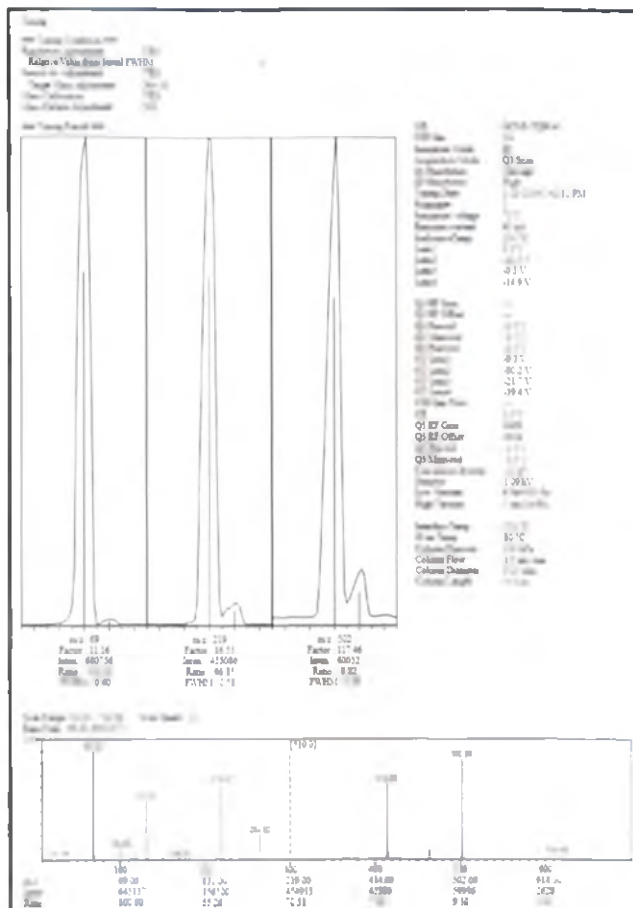
После завершения автонастройки сохраните файл регулировки. Выберите **Файл > Сохранить файл настройки как (File > Save Tuning File As)**, если файл сохраняется в первый раз или для сохранения файла под другим именем.

Выберите **Файл > Сохранить файл настройки (File > Save Tuning File)**, чтобы перезаписать существующий файл настройки.

4. Нажмите на иконку **Просмотр результата настройки (Tuning Result View)** на вспомогательной панели. Отобразятся профили пиков, соответствующие каждому значению m/z. Профили пиков измеряются в режимах Q1 Scan и Q3 Scan (Если соударительный газ не используется, то только в режиме Q3 Scan). Результаты авторенастройки можно переключать между «результатами автонастройки с использованием соударительного газа» и «результатами автонастройки без использования соударительного газа» во вкладке [CID Gas] (Соударительный газ).



5. Нажмите на кнопку  на вспомогательной панели, чтобы распечатать результаты настройки.



Примечание

Если нажать на иконку **Просмотр мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели, появится окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Оно выглядит так же, как и окно, проявляющееся в процессе проверки герметичности вакуумной системы и других операций.

Более подробную информацию о проверке герметичности вакуумной системы смотрите в Разделе 3.6 "Проверка на герметичность".



2.8.3 Настройка на большие массы

Прибор поддерживает функцию автонастройки, в результате которой происходит калибровка масс для значений молекулярного веса вплоть до m/z 614. В нормальном рабочем диапазоне (примерно до m/z 700) смещение масс происходит редко.

Однако возможны отклонения от калибровки для значений m/z в диапазоне больших масс свыше m/z 700.

Для того, чтобы убедиться в правильности калибровки в диапазоне значений m/z свыше 700, требуется ручная калибровка в соответствии со следующей процедурой.

Условия анализа (Колонка: DB-5 ms, внутренний диаметр 0,25 мм, длина 30 м, толщина слоя неподвижной фазы 0,25 мкм)

Образец 1: Трис (перфторгептил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

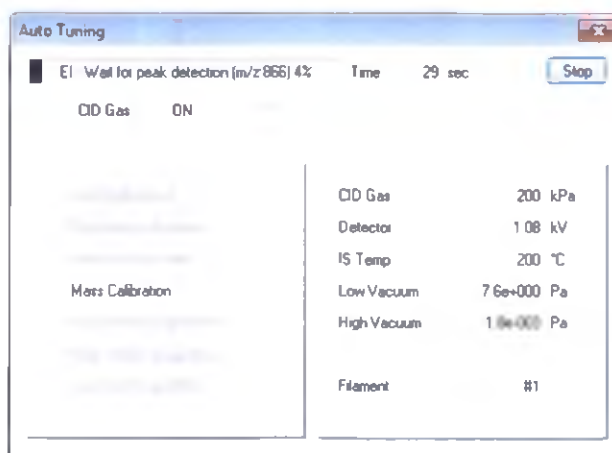
Образец 2: Трис (перфторнонил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

В случае прибора GCMS-QP2010 SE не требуется применение Образца 2.

ГХ: инжектор 250 °C, давление в колонке 100 кПа, общий поток составляет 30 мл/мин, ввод без деления потока (Splitless) (задержка 1 мин)
Колонка 50 °C (1 мин) _ 5 °C /мин_ 100 °C (1 мин)_ 30 °C /мин_ 250 °C (10 мин)

МС: интерфейс 250 °C , ионный источник 200 °C

1. Выполните автонастройку прибора.
2. Когда автоматическая настройка будет завершена, в меню настройки [Tuning] выберите автоматическую калибровку больших масс [Auto High Mass Calibration] — [m/z : 866].
3. После завершения инициализации и ожидания прибором детектирования пиков (m/z 866), введите 1 мкл. обозначенного образца (1) в аналитических условиях, указанных выше, и запустите ГХ.



4. Через 10 минут извлеченные пики с соотношением m/z 866 будут обнаружены и произведена автоматическая калибровка масс.
5. После завершения калибровки масс, следом за датой и временем настройки будут представлены результаты выполнения калибровки больших масс [High Mass Calibration: Done (m/z 866)].

6. В меню настройки [Tuning] выберите автоматическую калибровку больших масс [Auto High Mass Calibration] — [m/z: 1066], аналогично шагу 2.
7. После завершения инициализации и ожидания прибором детектирования пиков (m/z 1066), введите 1 мкл. обозначенного образца (2) в аналитических условиях, указанных выше, и запустите ГХ.

Примечание

Перед запуском блока ГХ, убедитесь, что установлен режим ввода проб без деления потока. Если случайно режим установлен с делением потока, то триазин не будет обнаружен.

8. Через примерно 10 минут извлеченные пики с соотношением m/z 866 будут обнаружены и произведена автоматическая калибровка масс.
9. После завершения калибровки масс, следом за датой и временем настройки, будут представлены результаты выполнения калибровки больших масс [High Mass Calibration: Done].
10. Сохраните файл настройки.



Примечание

Следы вводимого триазина могут остаться в инжекторе, колонке и т. д. и приводить к ошибке в результаты анализов, которые последуют за калибровкой. В этом случае установите в колонке температуру 250 °C и прогрейте ее. Хотя образец с концентрацией около 1 ppm можно анализировать после 1 часа выдержки колонки при температуре, для проведения ультра-микроанализа рекомендуется поменять стеклянную вставку или прогреть колонку в течение нескольких часов.

2.9 Разрешение и энергия соударения

2.9.1 Изменение разрешения

Для режимов анализа с использованием SIM (смотрите С.1 Режимы анализов), разрешение для Q1 или Q3 может быть изменено. Имеется три уровня разрешения — (1) Единичный, (2) Высокий и (3) Низкий.

Высокий уровень приводит к получению более низких пиков, а Низкий — к более широким пикам по сравнению с пиками, полученными в режиме Единичного уровня. Низкий увеличивает интенсивность сигнала, но снижает разрешение.

Если есть влияние со стороны загрязняющих компонентов, устанавливайте разрешение на Единичный или Высокий уровни

2.9.1 Изменение энергии соударения

Изменение энергии соударения меняет результаты фрагментирования при использовании CID. Оптимальная энергия соударения отличается в зависимости от соединения, перед установкой энергии соударения обращайтесь к разделу разработки метода Руководства по эксплуатации газового хроматомасс-спектрометра.

➤ 3 Обслуживание

3.1 Меры предосторожности

Прочитайте и соблюдайте следующие меры предосторожности при обслуживании МС для нормальной работы прибора и для избегания поломок.

Перед проведением обслуживания ГХ сначала отключите вакуумную систему МС и выключите все модули. Затем проведите обслуживание ГХ, как описано в руководстве пользователя для ГХ.



ОСТОРОЖНО

1. Соблюдайте все соответствующие меры предосторожности, когда проводите техническое обслуживание.
2. Надевайте чистые перчатки при работе с ионным источником и масс-спектрометром.
3. При разборке частей используйте чистые инструменты. Загрязнения с грязных инструментов или перчаток могут быть причиной «шумов». Все инструменты для работы внутри масс-спектрометра протирайте тканью, не оставляющей ворса, и с применением ацетона.
4. Снятые с прибора части складываете на чистую ткань, для того чтобы их не загрязнить.
5. Обратите внимание, как смонтированы части, чтобы потом их правильно собрать.
6. Операции, которые требуют открывания блока питания или перемещения МС, следует проводить представителям фирмы Shimadzu. Пользователю следует проводить только замену колонок и незначительное обслуживание ионного источника.

3 Обслуживание

3.2 Замена филамента

Филамент может перегореть после длительного использования или из-за понижения уровня вакуума. В этом разделе описывается замена филамента. Соблюдайте следующие меры предосторожности при выполнении этой операции.



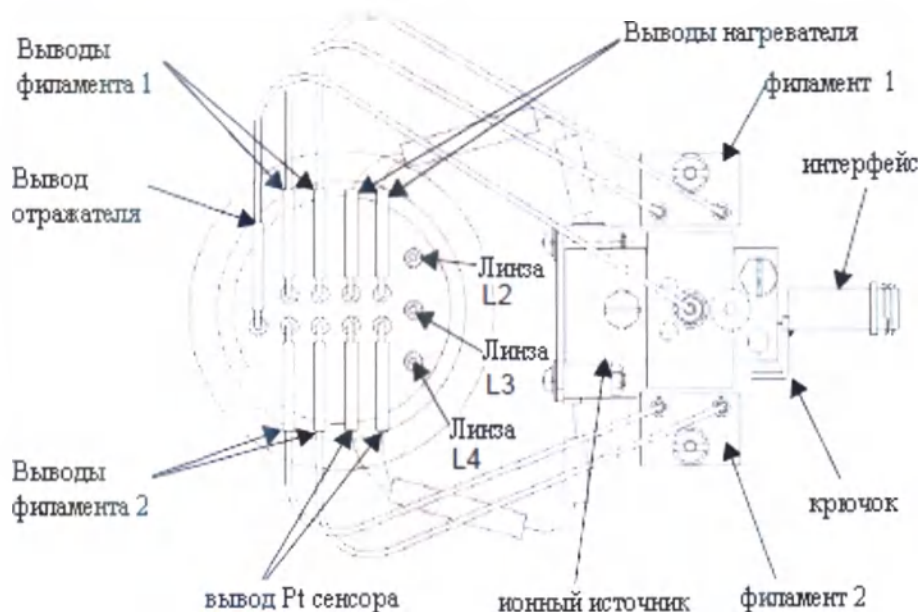
ОСТОРОЖНО

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.



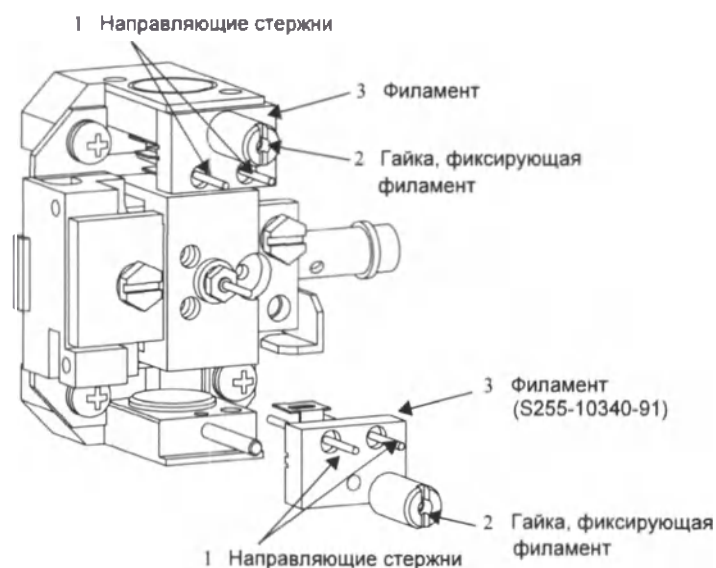
ОСТОРОЖНО

Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания, позвольте прибору остыть как минимум в течение 10 минут после выключения.



3.2.1 Процедура замены филамента

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Остановка прибора».
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Отсоедините филамент, потянув направляющий коннектор за направляющие стержни (1).
6. Ослабьте предохранительную гайку (2) и удалите филамент (3).



7. Вставьте новые филаменты и затяните гайку.
8. Соедините заново направляющие филамента, вставив направляющий коннектор в направляющие стержни.



Примечание

Меры предосторожности во время замены филамента:

1. Вставляйте филамент полностью.
2. Не допускайте контакта направляющих филамента с любыми другими частями во время установки филамента.

9. После замены филамента включите прибор и установите время использования филамента на "0" согласно процедуре, описанной в Разделе 3.7 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов».

➤ 3 Обслуживание

3.3 Чистка ионного источника и отражающего электрода

Функция ионного источника заключается в бомбардировке образца электронами, вызывая этим ионизацию и последующее образование ионов. Детали ионного источника со временем загрязняются. Если ионный источник и отражающий электрод загрязняются, то ионы образуются не эффективно, снижается чувствительность. Периодически снимайте и чистите ионный источник.



ОСТОРОЖНО

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.



ОСТОРОЖНО

Соблюдайте осторожность при обращении с органическим растворителем, когда используете его для чистки ионного источника. Обеспечьте хорошую вентиляцию в зонах, где использовался органический растворитель.



ОСТОРОЖНО

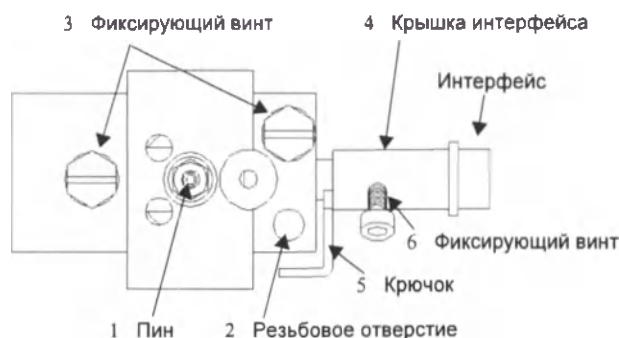
Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания позвольте прибору остыть как минимум в течение 10 минут после выключения.



ОСТОРОЖНО

Ионный источник и отражающий электрод остаются горячими после просушки/прокаливания, поэтому существует риск ожога. Перед тем, как приступить к техническому обслуживанию, убедитесь, что детали остыли.

3.3.1 Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода



1. Выключите прибор, как описано в Разделе 24.2 «Остановка прибора».
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Аккуратно, при помощи пинцета, потяните направляющий коннектор от пина направляющего электрода, как показано на рисунке выше.
6. Ввинтите инструмент для сборки/разборки ионного источника в резьбовое отверстие.
7. Ослабьте фиксирующие гайки (3), которые держат ионный источник, наполоборота.
8. Ослабьте фиксирующие гайки (6).
9. Сдвиньте крышку интерфейса (4) вправо и поверните крючок (5) вниз.



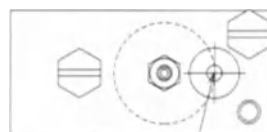


- 10.** Ослабьте удерживающие гайки (3) и отсоедините ионный источник.
- 11.** Отсоедините инструмент для сборки и разделите ионный источник и отражатель.
- 12.** Ослабьте гайки гаечным ключом и отсоедините отражающий электрод.
- 13.** Почистите его, как описано в Разделе 3.3.3 «Чистка ионного источника и отражающего электрода».

3.3.2 Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода



1. Поместите отражающий электрод в ионный источник и подгоните его так, чтобы отражатель находился в центре ионного источника.



Маленький круг центрирован
внутри большого круга

2. Установите составные части ионного источника, как показано на схеме. Используйте две удерживающие гайки для временного закрепления деталей.
3. Соедините инструмент для установки с ионным источником.

4. Поверните вверх крючок на крышке интерфейса и присоедините его к ионному источнику.



5. Присоедините инструмент для сборки вертикально так, чтобы крышка интерфейса полностью вставилась в ионный источник.
6. Отсоедините инструмент для сборки и затените удерживающие гайки, используемые для закрепления частей на месте. Левую гайку следует затянуть первой.
7. Ослабьте удерживающий винты (6).
8. Присоедините направляющий коннектор отражателя.



Примечание

1. Проверьте, чтобы крышка на конце интерфейса накрепко «села» в отверстие в ионном источнике.
2. Убедитесь, что направляющий коннектор отражающего электрода присоединен.
3. Проверьте, чтобы ионный источник был ровно установлен.



Примечание

Меры предосторожности при сборке ионного источника и линзы 1.

1. Не применяйте силу при затягивании гаек, т.к. этим можно погнуть линзу или сломать изоляторы.
2. Используйте электрический тестер, для того чтобы убедиться, что отражающий электрод и ионный источник изолированы.
3. Не чистите изоляторы. Можно приобрести новые изоляторы, если старые загрязнятся.

9. После того, как сборка закончена, включите прибор и установите время использования ионного источника на "0" согласно процедуре, описанной в Разделе 3.7 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов».

3.3.3 Чистка ионного источника и отражающего электрода

1. Почистите детали наждачной бумагой. Обратитесь к [Разделу 3.3.4 «Необходимые материалы»](#).



Примечание

Меры предосторожности при чистке ионного источника и отражающего электрода:

1. Будьте аккуратны при чистке, чтобы не погнуть отражающий электрод.

2. Удалите пыль с поверхности при помощи пневмической пушки.
3. Проведите очистку ультразвуком в ацетоне или в петролейном эфире.
4. Сушите ионный источник и отражающий электрод примерно 60 мин. при температуре 400 °C.
5. Храните сухой ионный источник и отражатель в чистой коробке.



Примечание

Не чистите изолятор. Замените грязный изолятор на новый.
(ИЗОЛЯТОР: P/N S225-01068)



3.3.4 Необходимые материалы

1. Наждачная бумага
 - P/N S085-35124-02 (грубая обработка, 20 листов)
 - P/N S085-35124-03 (тонкая обработка, 20 листов)

Если детали сильно загрязнены, то примените сначала наждачную бумагу тонкой обработки, а потом наждачную бумагу грубой обработки. Если детали слегка загрязнены, то примените только наждачную бумагу тонкой обработки.

Обслуживание вакуумного насоса

В этом разделе описывается, как менять масло в роторном насосе и как заменять смазку в турбомолекулярном насосе. Масло в роторном насосе остается горячим после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем, как начинать техническое обслуживание.

3.4.1 Замена масла в роторном насосе

В роторном насосе (модель E2M1.5) требуется менять масло через каждые 3000 часов. Масло нужно менять, чтобы избежать ухудшения уровня вакуума, утечек масла и появления шума, превышающего норму.

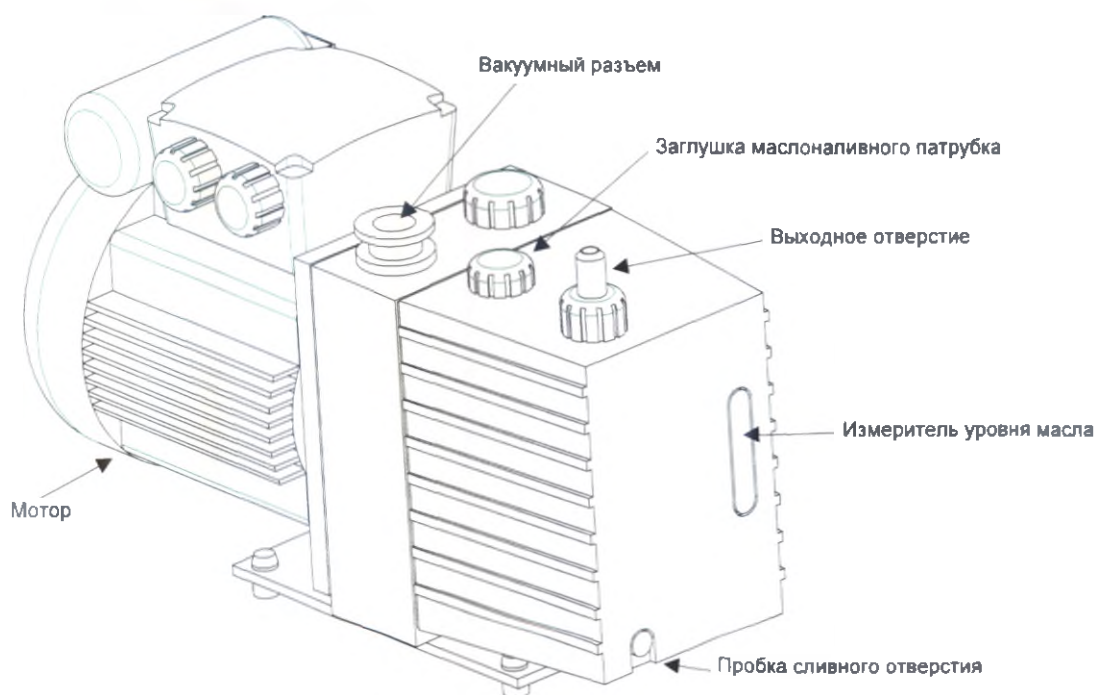
Для насоса нужно использовать масло с должными характеристиками. Используйте только чистое масло следующей спецификации: масло для роторного насоса «Ultragrade» 15 lL (P/N S017-30163-11).

Процедура замены масла

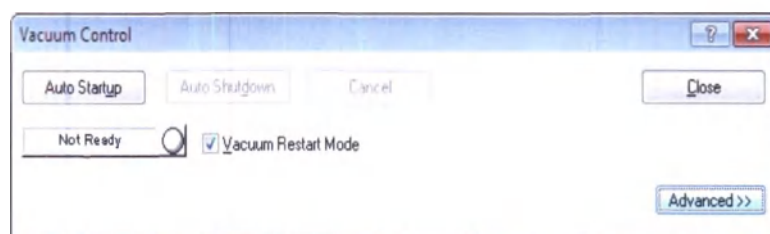


ОСТОРОЖНО

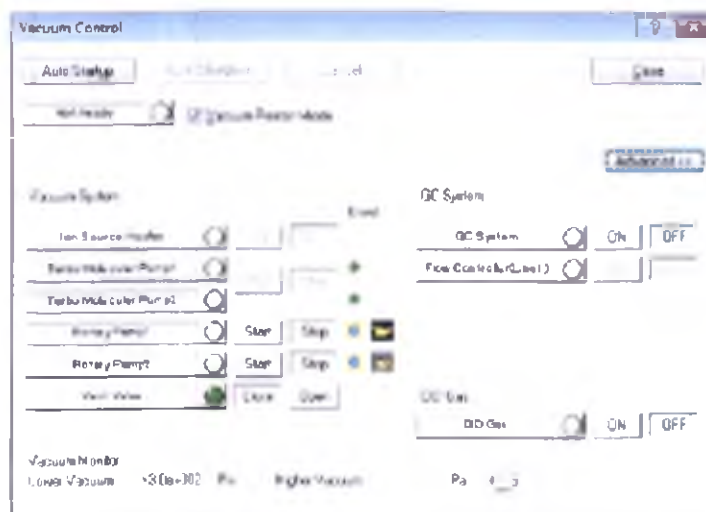
Опасность тяжелых ожогов. Масло в роторном насосе остается горячим сразу после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем как начинать техническое обслуживание.



1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Остановка прибора».
2. Подождите как минимум 10 мин.
3. Взяв подходящий контейнер и надев резиновые перчатки, снимите пробку со сливного отверстия и слейте масло. Будьте осторожны: при снятии крышки масло может разбрызгиваться.
4. После того, как масло слито, временно верните на место пробку сливного отверстия и включите мотор.
5. Нажмите на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)** на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").



6. Нажмите на кнопку **Расширенный контроль (Advanced)** в нижней части окна, чтобы войти в систему ручного оперирования.



Нажмите на кнопку **Старт (Start)** роторного насоса, смежную с пунктом «Замена масла роторного насоса» (Rotary Pump oil replacement) в группе «Вакуумная система» (Vacuum System). Оставьте роторный насос на 5–10 с. Насос будет работать, собирая масло, оставшееся внутри.

7. Нажмите кнопку **Стоп (Stop)** роторного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

8. Выключите мотор роторного насоса и слейте остатки масла.
9. Закройте сливную пробку и снимите заглушку с маслоналивного патрубка. Залейте свежее масло. Заливайте масло до тех пор, пока уровень не достигнет отметки MAX на измерителе уровня масла (примерно 0.28 л).
10. Поставьте на место заглушку маслоналивного патрубка.
11. Установите время использования масла в роторном насосе на "0" согласно процедуре, описанной в Разделе 3.7 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов»

**Примечание**

Помимо процедуры замены масла через каждые 1 500 часов следует проводить детальный осмотр насоса. Смотрите руководство пользователя E2M1.5.

3.4.2 Обслуживание турбомолекулярного насоса

Если насос работает непрерывно, то не требуется никакого специального технического обслуживания. Однако подвижные части имеют ограниченный период эксплуатации и их следует заменять через каждые 3 года, чтобы избежать поломок.

Если оборудование не будет использоваться длительное время, то насос следует включать на 8 часов хотя бы один раз в полгода. Если насос не включать более 6 месяцев, то он может сломаться.

Чистка вентилятора

Вентилятор и кожух вентилятора нужно периодически чистить.



Примечание

Не используйте прибор, если на вентиляторе или на кожухе вентилятора скопилась пыль. Так как в этом случае охлаждение будет осуществляться плохо.

3.5.1 Чистка вентилятора

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Остановка прибора». Убедитесь, что все силовые выключатели отключены.
2. Удалите пыль пылесосом с вентилятора МС.
3. Удалите пыль пылесосом с вентилятора и кожуха вентилятора на задней стенке газового хроматографа (ГХ).
4. Удалите пыль пылесосом с вентилятора персонального компьютера (ПК) и с любых других блоков, например, с вентилятора автодозатора.



ОСТОРОЖНО

Чтобы избежать травм и несчастных случаев при чистке вентилятора и кожуха для вентилятора, убедитесь в том, что прибор выключен и отключены все силовые выключатели.

Проверка на герметичность

В этом разделе описывается, как проверять прибор на герметичность. Если точно установлено, что есть течь воздуха, найдите место течи как описано в Разделе 3.6.2 «Проверка утечек в вакуумной системе МС», и примите соответствующие меры.

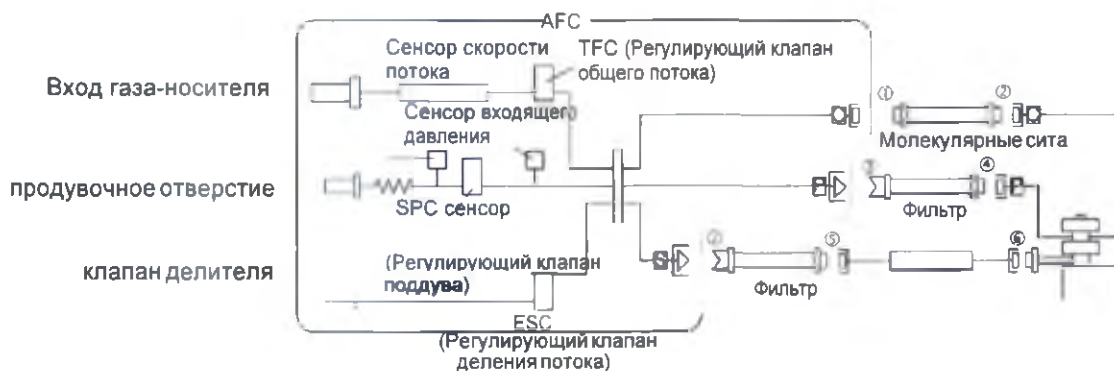
Работа на приборе, в котором есть течь воздуха, приведет к снижению чувствительности, увеличению шумов, перегоранию филаментов и к другим проблемам. Всегда проверяйте прибор на герметичность после проведения технического обслуживания.

Утечки в ГХ будут проявляться не так, как утечки в МС. Обычно, если есть утечка в ГХ, то из системы утекает газ-носитель, а если есть утечка в МС, то в систему попадает воздух. Чтобы проверить ГХ на утечки, обратитесь к Разделу 3.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа-носителя». Чтобы проверить МС на утечки, обратитесь к Разделу 3.6.2 «Проверка утечек в вакуумной системе МС» и Разделу 3.6.3 «Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков».

3.6.1 Проверка ГХ на утечку газа-носителя

Чтобы проверить ГХ на утечку газа-носителя, поставьте заглушку в инжектор (vespel феррула с проволокой) туда, где подсоединяется колонка и закройте клапан делителя потока и продувочное отверстие глухой гайкой. Это закупорит газ-носитель в линиях потока инжектора, газа-носителя, деления потока и линиях поддувочного газа. Наличие утечки определяется по изменению во времени давления закупоренного газа-носителя. За изменениями в давлении газа-носителя можно наблюдать с помощью контроля потока на панели дисплея GC-2010.

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 24.2 «Остановка прибора». Выключите МС, но оставьте GC-2010 Plus включенным.
2. Откройте дверцу термостата ГХ и отсоедините колонку со стороны инжектора.
3. Установите заглушку в инжектор на место колонки.
4. Установите глухие гайки G-типа на клапан делителя и продувочное отверстие.



5. Убедитесь, что входящее давление газа-носителя достигло 350 кПа.
6. На экране GC-2010Plus "Flow key", установите режим ввода «Прямой ввод» ("Direct") и режим контроля «Давление» ("Pressure").
7. Установите давление в инжекторе на уровне 350 кПа, нажмите ON/OFF (PF меню) и включите AFC.

8. Подождите 5 минут и убедитесь, что давление инжектора находится в интервале между 300 и 400 кПа. Если давление больше 400 кПа, слегка ослабьте гайку колонки и немного спустите давление. Если давление ниже 300 кПа, немного повысьте давление в инжекторе.
9. Убедитесь, что общий поток ниже 2 мл/мин. Если общий поток превышает 2 мл/мин, то это означает, что есть утечка.
10. Нажмите ON/OFF (PF меню) на экране "Flow key" и отключите AFC.
11. Дайте стабилизироваться давлению после отключения AFC.
12. Убедитесь, что давление не возрастает более чем на 30 кПа за час. Возрастание давления более чем на 30 кПа за час означает утечку.
13. Пока газ-носитель заперт под давлением, возможные утечки можно обнаружить, подсоединив электронный детектор утечки газа (имеется в продаже) к каждому соединению трубок потока газа. например, к гайке G-типа и гайке инжектора.
14. Если утечка обнаружена, то затяните эти соединительные части или удалите их для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
15. Если после выполнения пункта 14, обнаружена утечка по уменьшению давления газаносителя, то замените септу, и убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на стеклянной вставке инжектора. Повторите проверку на утечку по пунктам 8–12.

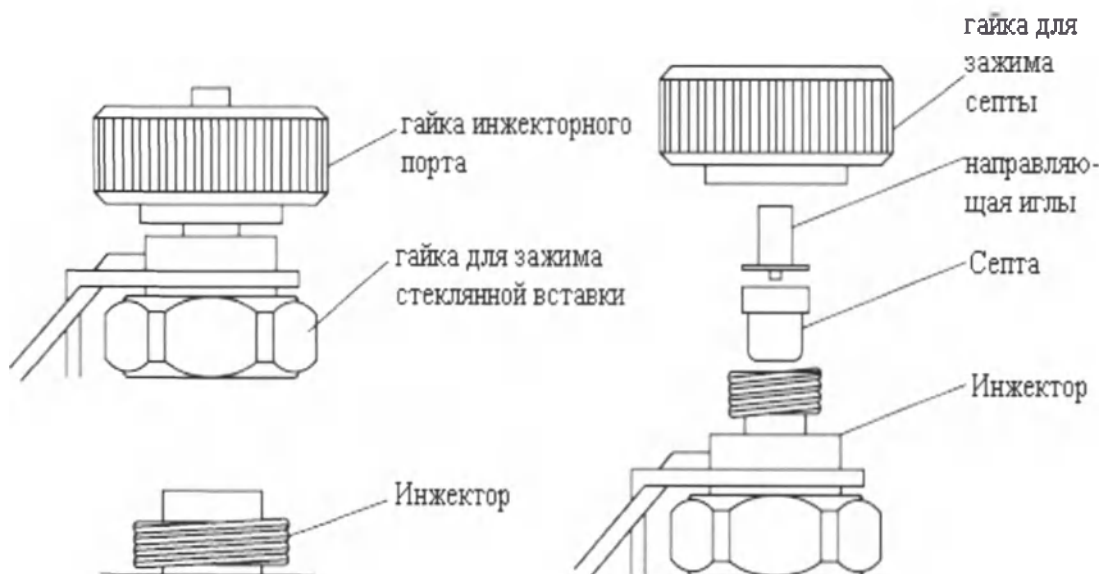


Рис. 10.19 Составляющие части инжектора

16. Если утечка обнаружена после выполнения пункта 15, подтяните все гайки инжектора, и повторите проверку на утечку по пунктам 8–12.
17. Если утечка обнаружена снова, она всего скорее находится в линиях потока газа носителя, в клапане делителя потока или в продувочном отверстии. Подтяните соединения (1)–(7), изображенные на схеме потоков приведенной в Разделе 3.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа-носителя», или удалите эти части для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
18. Повторите проверку на утечку по пунктам 8–12.



Примечание

Меры предосторожности при закупоривании газа-носителя под давлением:

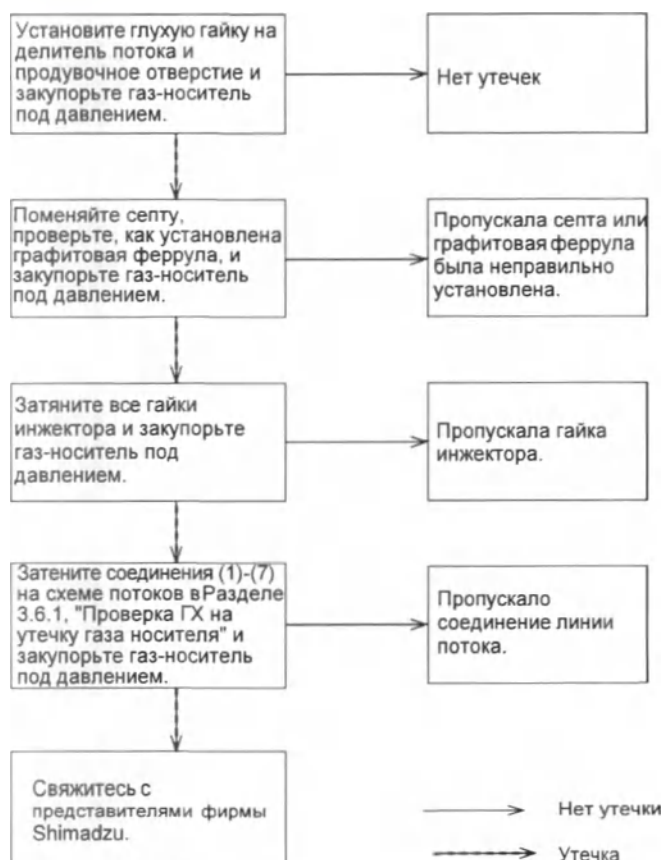
1. Убедитесь в том, что нет утечек после демонтирования и повторного присоединения гаек G-типа или M-типа.
2. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
3. Не трогайте никакие другие части ГХ кроме гаек инжектора и соединений (1)-(7), изображенных на схеме потоков, приведенной в Разделе 3.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа-носителя». Для проведения технического обслуживания других частей, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.



Примечание

Не используйте мыльную воду при работе с инжекторным портом ГХ и трубками AFC.

Процедура запираания под давлением газа-носителя



3.6.2 Проверка утечек в вакуумной системе MC

В этом разделе описывается процедура проверки утечек в вакуумной системе. Утечки могут быть достаточно серьезными, чтобы вывести из строя вакуумный насос, или довольно маленькими, что позволит турбомолекулярному насосу нормально работать.

Убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на дверце MC. Уплотнительное кольцо герметично соединяет две поверхности, предотвращая утечки и поддерживая нужный вакуум в MC.

Если дверца MC открывается для проведения технического обслуживания, то ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности во избежание утечек.



Примечание

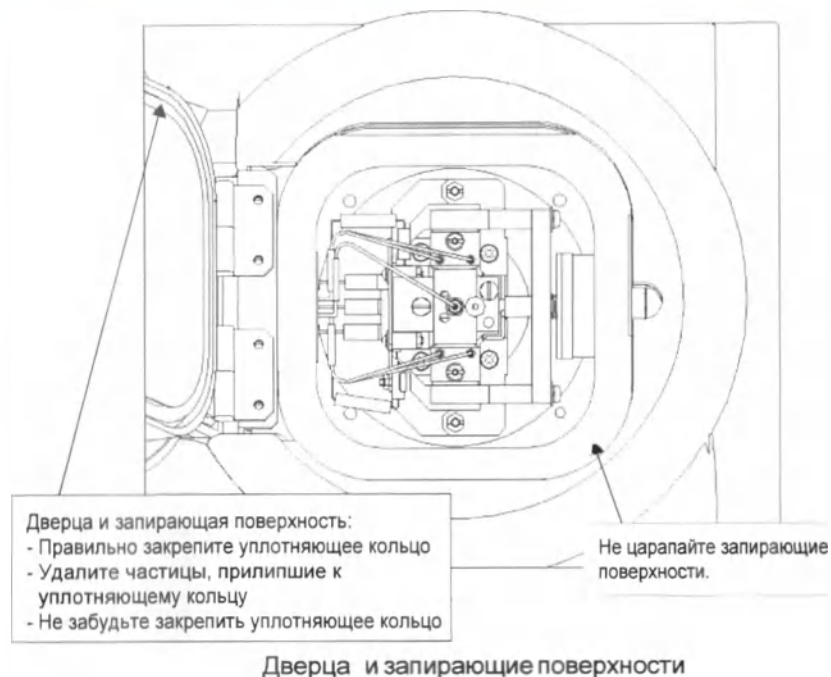
Ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности для предотвращения утечек в вакуумной системе:

- Не забывайте устанавливать уплотнительное кольцо.
- Правильно устанавливайте уплотнительное кольцо.
- Удаляйте любые посторонние вещества с уплотнительного кольца.
- Удаляйте посторонние вещества, включая частицы уплотнительного кольца, с запирающих поверхностей.
- Не царапайте запирающие поверхности.
- Не забывайте устанавливать Vespel феррулу, когда подсоединяете колонку к интерфейсу.
- Присоединяя колонку к интерфейсу, хорошо затягивайте гайку.
- Регулярно меняйте септу в инжекторе (примерно от 80 до 100 заколов).

Если вакуумный и турбомолекулярный насосы работают неправильно:

1. Звук откачки воздуха вакуумным насосом не уменьшается после нескольких минут.
2. Турбомолекулярный насос работает, но питание системы вакуума отключается после примерно 5 минут.

Если произошла ситуация, описанная в пункте 2, это означает, что в вакуумной системе есть утечка. Подождите, пока MC развакуумируется, затем проверьте дверцу и соединение между колонкой и интерфейсом в соответствии с мерами предосторожности для предотвращения появления утечек в вакуумной системе, описанными выше. Если причина утечки не связана ни с дверцей, ни с соединением между колонкой и интерфейсом, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.



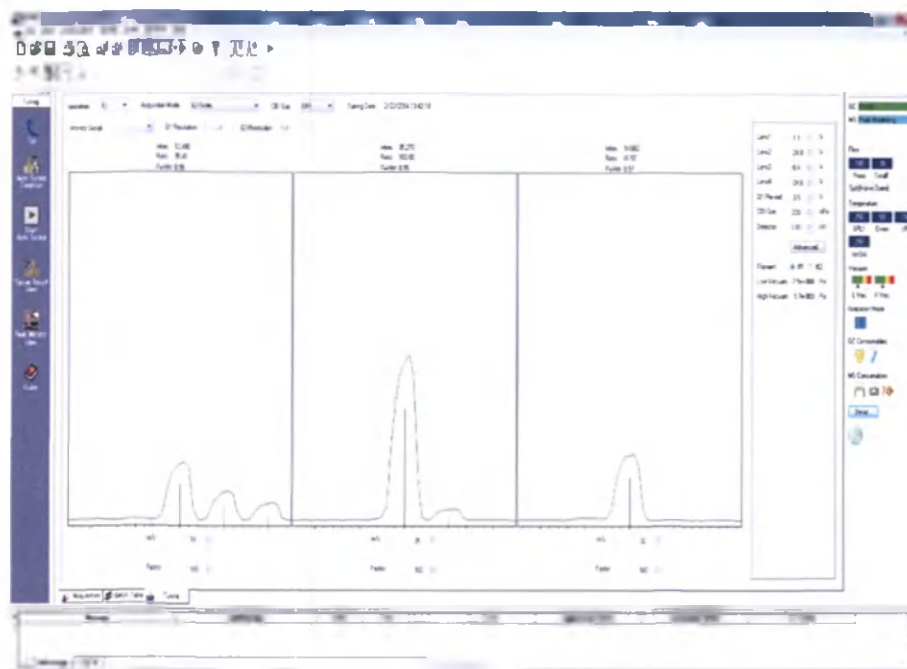
3.6.3 Проверка вакуума на утечки с помощью мониторинга пиков

Малая утечка вакуума не прекратит работу прибора, но может повлиять на нее. В этом разделе описывается процедура проверки таких утечек. Описанные в этом разделе операции могут применяться в том случае, если прибор и турбомолекулярный насос работают нормально и индикатор турбомолекулярного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control") зеленого цвета.

Этот метод отслеживает пики воды (m/z 18) и азота (m/z 28) в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Сравнивается высота этих двух пиков для установления малой утечки вакуума.

1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку Настройка (Tuning) на вспомогательной панели. Откроется окно «Настройка» ("Tuning").
2. Нажмите на иконку Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View) на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").
3. В окне "Мониторинг пиков" ("Peak Monitor") установите режим получения ионов ("Acquisition Mode") на Q3 Scan, а значение m/z для отслеживаемых ионов на 18 (вода) и 28 (азот), либо выберите отслеживаемые группы: Вода, Воздух.
4. Установите напряжение на детекторе примерно 0,60–1,50 кВ для того, чтобы были видны пики с m/z 18 и m/z 28.
5. Включите филамент.
6. Сравните высоту пиков для m/z 18 и m/z 28. Если высота пика m/z 28 в два раза больше высоты пика m/z 18, то это означает, что есть утечка.





Примечание

В некоторых случаях сразу после запуска вакуума пик с соотношением $m/z=19$ может быть больше, чем пик с соотношением $m/z=18$.



Примечание

В случае, если включен соударительный газ (аргон), появится пик двухвалентного иона аргона (Ar^{2+}) с соотношением $m/z=20$.

7. Если установлена утечка вакуума, то выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Остановка прибора». Отключите выключатель электропитания прибора.
8. Следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления утечки вакуума, описанным в Разделе 3.6.2 «Проверка утечек в вакуумной системе МС».



Примечание

Если подсоединено дополнительное устройство для ввода пробы, то стандартная проверка вакуума на утечку может не сработать, даже если нет утечки в ГХ/МС. Недостаточная продувка может оказаться причиной того, что пик 28 m/z окажется выше пика 18. Если такое произойдет, увеличьте общий поток ГХ примерно до 200 мл/мин для продувки.

3.6.4 Проверка вакуума на утечки с помощью петролейного эфира



Примечание

Меры предосторожности при проведении проверки вакуума на утечку с помощью петролейного эфира:

1. Используйте только петролейный эфир.
2. Не проливайте петролейный эфир на электронику.
3. Не допускайте попадания петролейного эфира на любые другие участки, кроме поверхности контакта интерфейса и колонки.

Эта процедура основывается на всасывании, которое происходит в случае течи вакуума МС. Если есть течь, то петролейный эфир, нанесенный на поверхность контакта колонки и интерфейса, в то же самое время будет обнаружен в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor") в качестве пика m/z 43. Проверка вакуума проводится по наблюдению за изменением пика m/z 43.

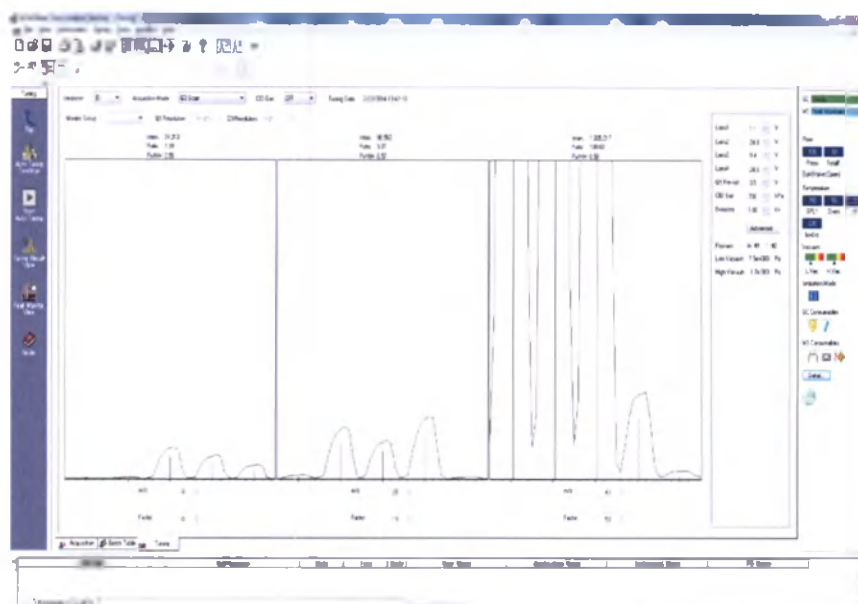
1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку **Настройка (Tuning)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Настройка» ("Tuning").
2. Нажмите на иконку **Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").
3. В окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor") установите значение m/z для отслеживаемого иона на 43 (фрагмент иона петролейного эфира). Установите коэффициент увеличения на 50–100.
4. В качестве режима получения данных (Acquisition Mode) выберите Q3 Scan.
5. Установите напряжение на детекторе примерно на 0,60–1,00 кВ.
6. Включите филамент.
7. Наберите в шприц петролейный эфир.
8. Нанесите петролейный эфир на поверхность соприкосновения дверцы и между колонкой и интерфейсом.
9. Наблюдайте за пиком m/z 43 в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Если будут наблюдаться большие изменения (возрастание) пика m/z 43, то это означает, что есть утечка.



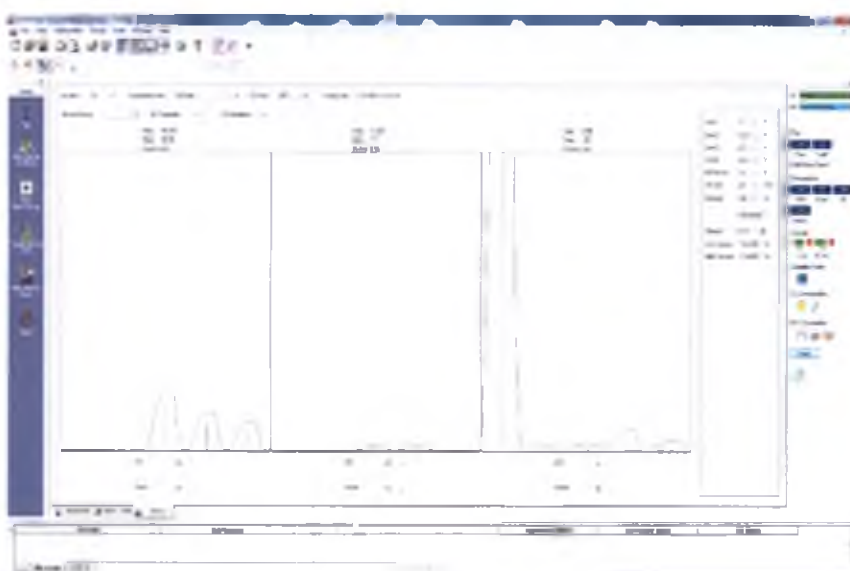
Tuning



Peak Monitor



10. Повторите процедуры, описанные в пунктах 7 и 8. Если изменений пика m/z 43 не будет, то это значит, что утечек нет.



11. Если обнаружена утечка в вакууме, то следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления утечек вакуума, описанным в Разделе 3.6.2 «Проверка утечек в вакуумной системе MC».

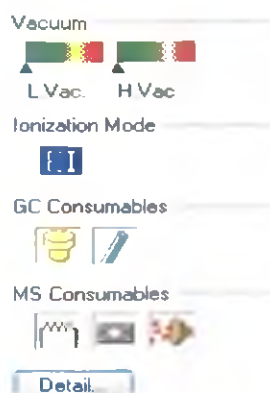
Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов

Периодичность использования и время использования расходных материалов регистрируется в окне «Состояние прибора» (GCMSsolution Instrument Monitor).

В этом разделе описывается процедура сброса показаний периодичности и времени использования расходных материалов.

После смены расходных материалов или чистки ионного источника обязательно сбросьте показания периодичности и времени использования расходных материалов, для этого совершите процедуру описанную ниже.

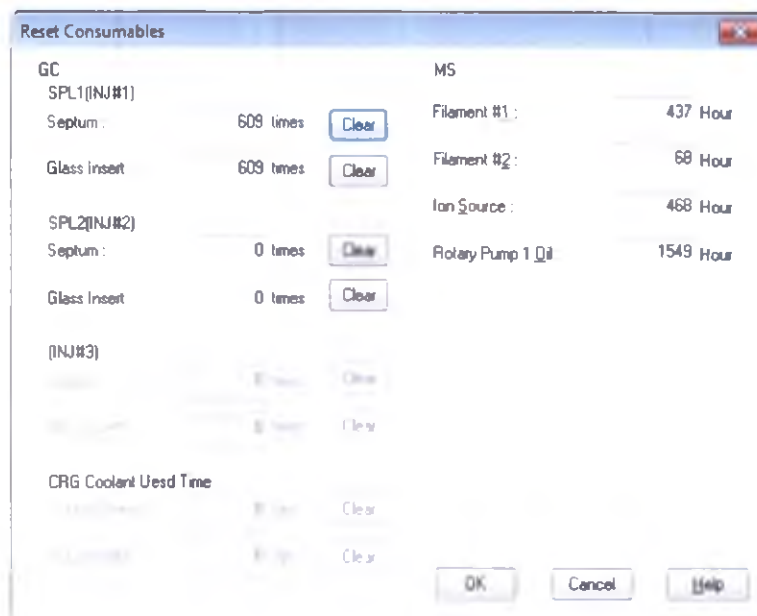
1. В окне «Состояние прибора» ("Instrument Monitor") нажмите на кнопку **Детали (Detail)**.



2. Откройте закладку «Расходные материалы» (Consumable) в окне «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"). Затем, нажмите на кнопку «Смена расходных материалов» (Reset Consumables).



3. Нажмите на кнопку «Очистить» ("Clear") или введите "0" в ячейки времени использования расходных материалов, которые Вы только что заменяли или чистили. Нажмите **OK**. Система перейдет к предыдущему окну.

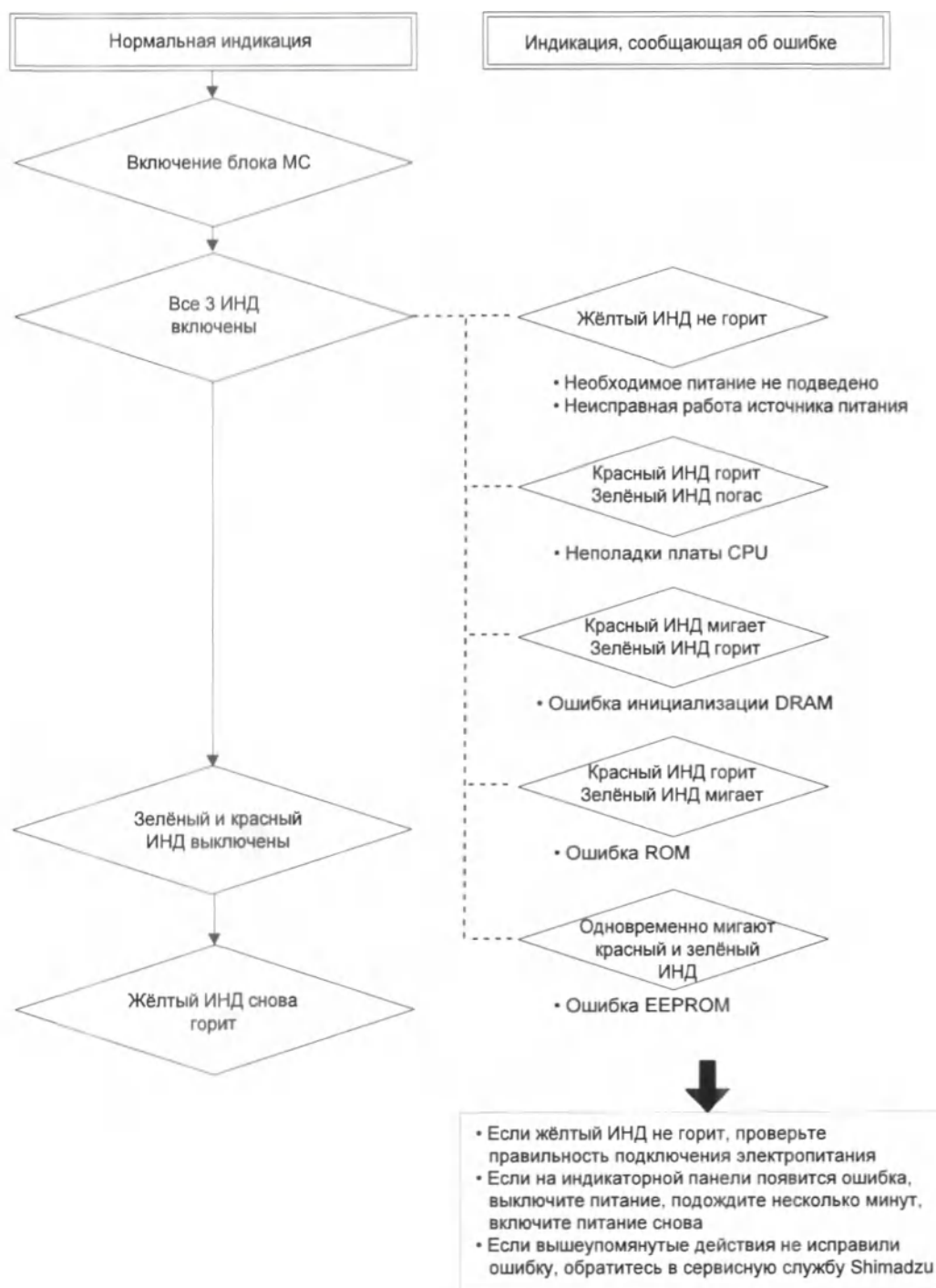


4. Чтобы закрыть окно «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"), нажмите **OK**.

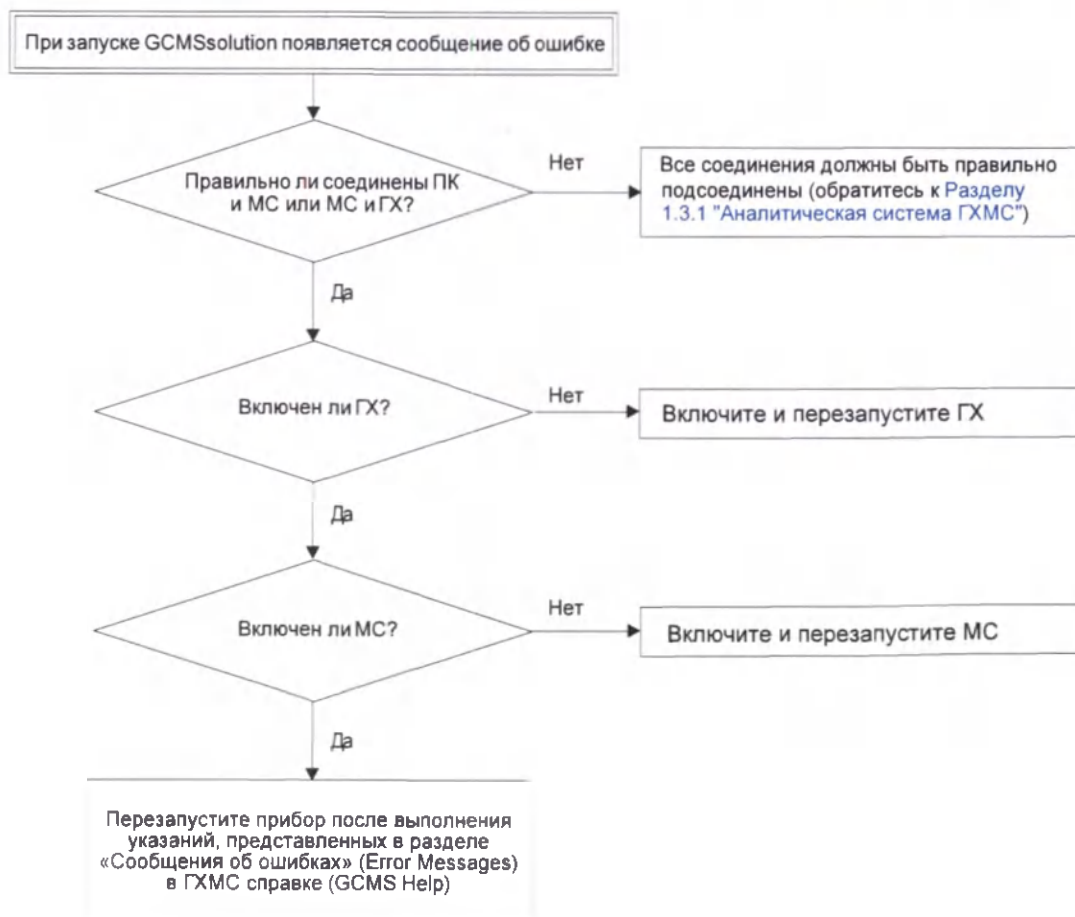
Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению

В этом разделе описываются эксплуатационные проблемы, которые могут возникнуть во время анализа, причины этих проблем и рекомендуемые решения. Если признаки проблемы сохраняются после корректных попыток ее устранения или если возникают другие проблемы, свяжитесь с сервисным отделом Shimadzu.

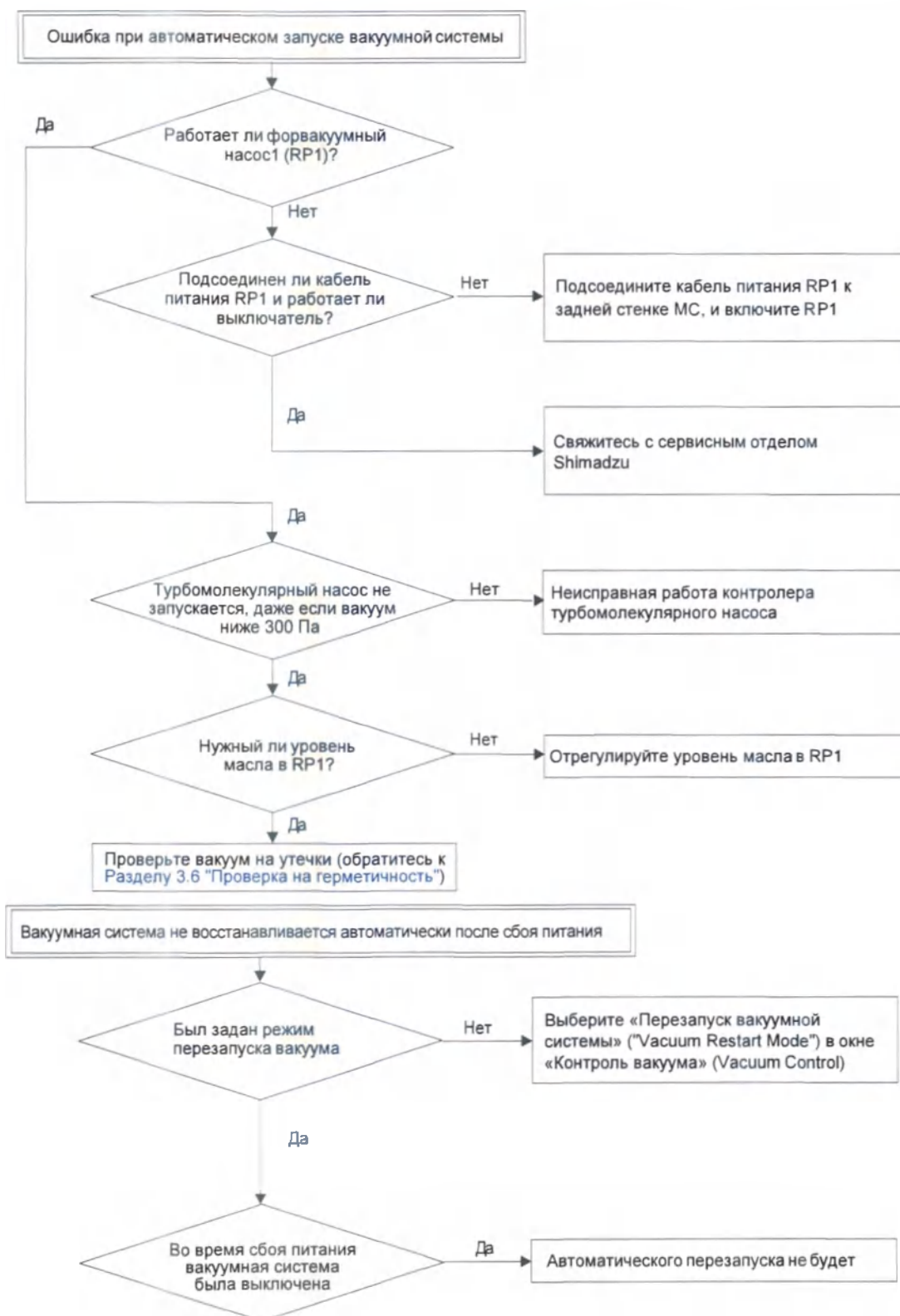
4.1.1 Индикация статуса ошибки масс-спектрометра



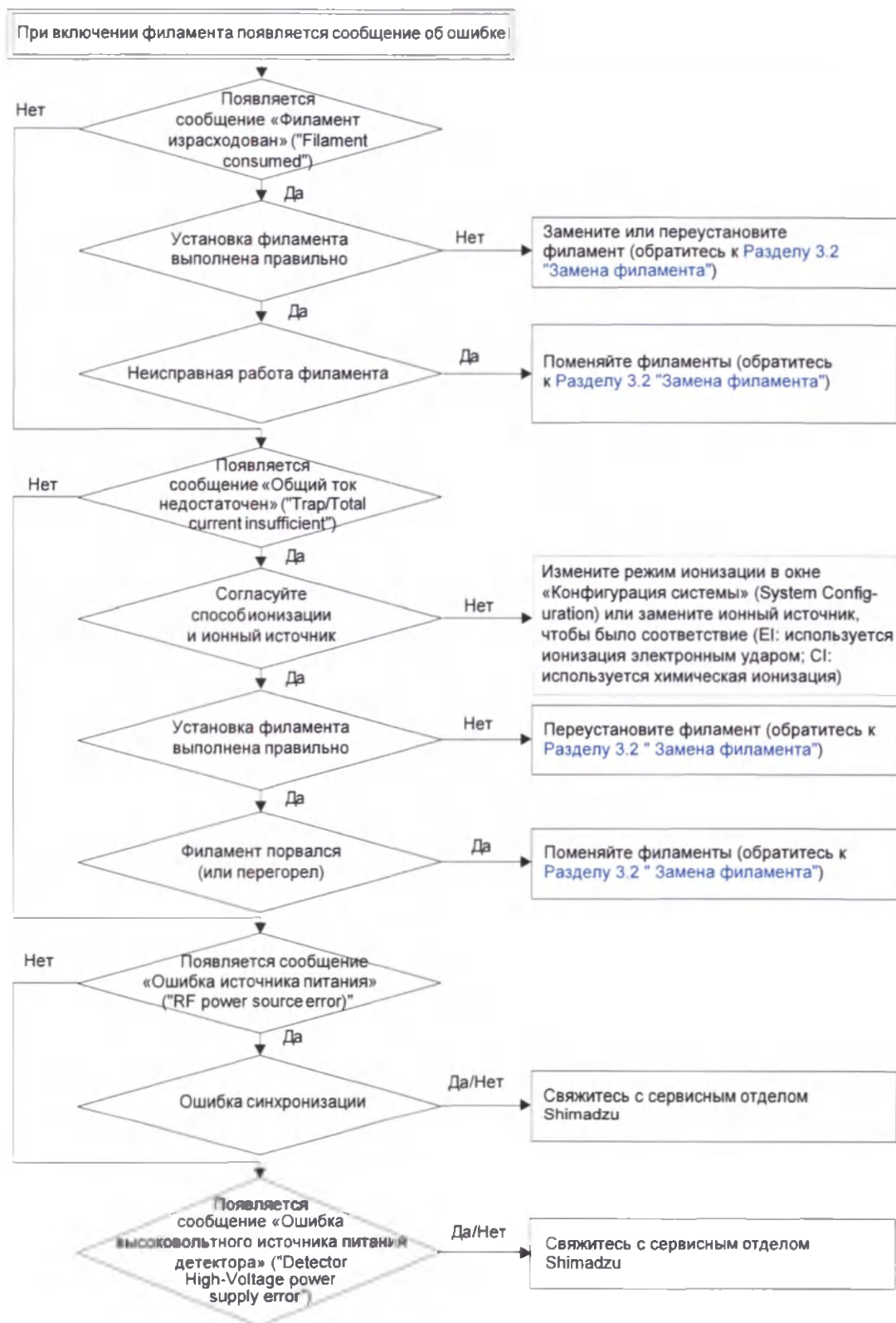
4.1.2 Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution



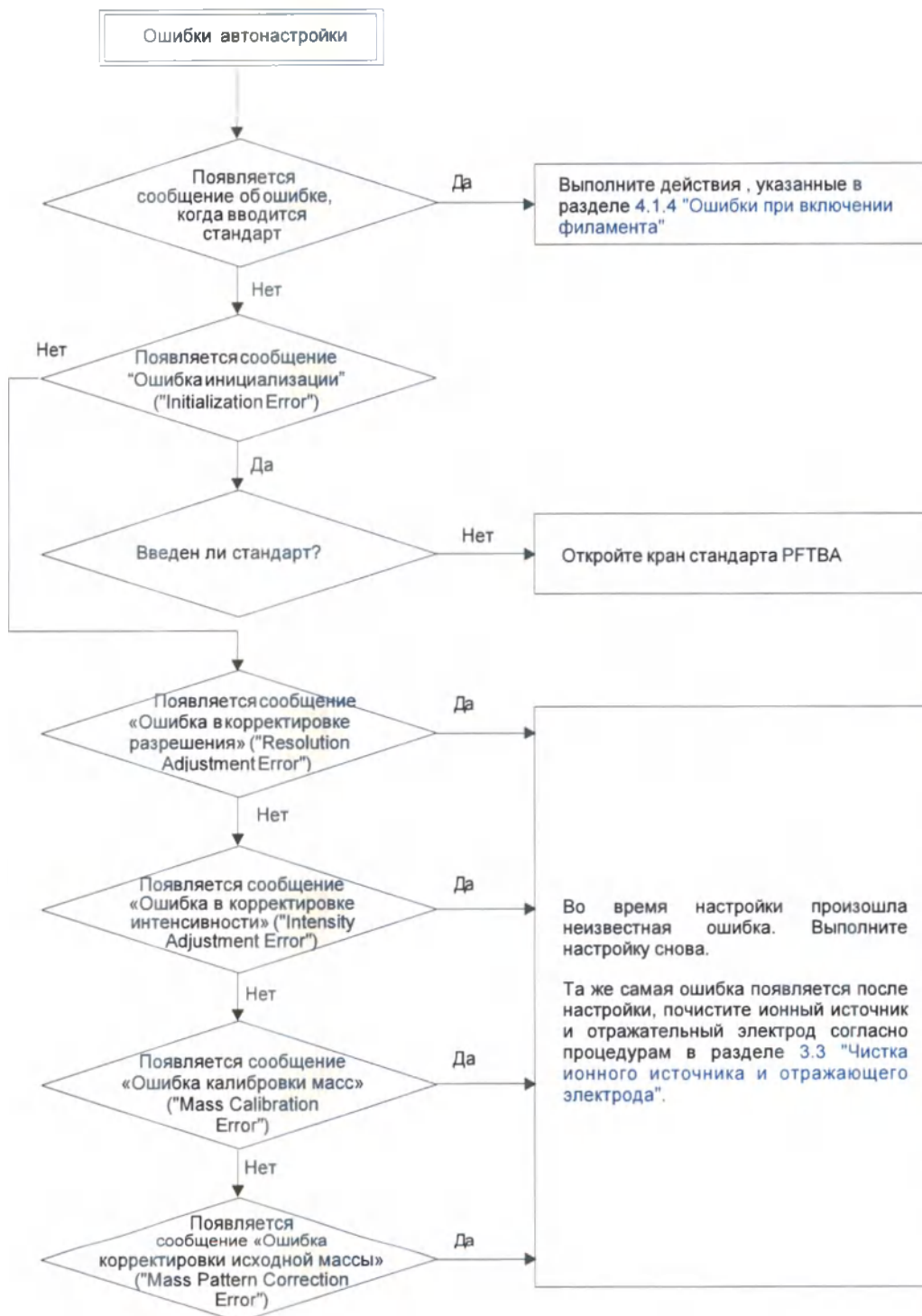
4.1.3 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы

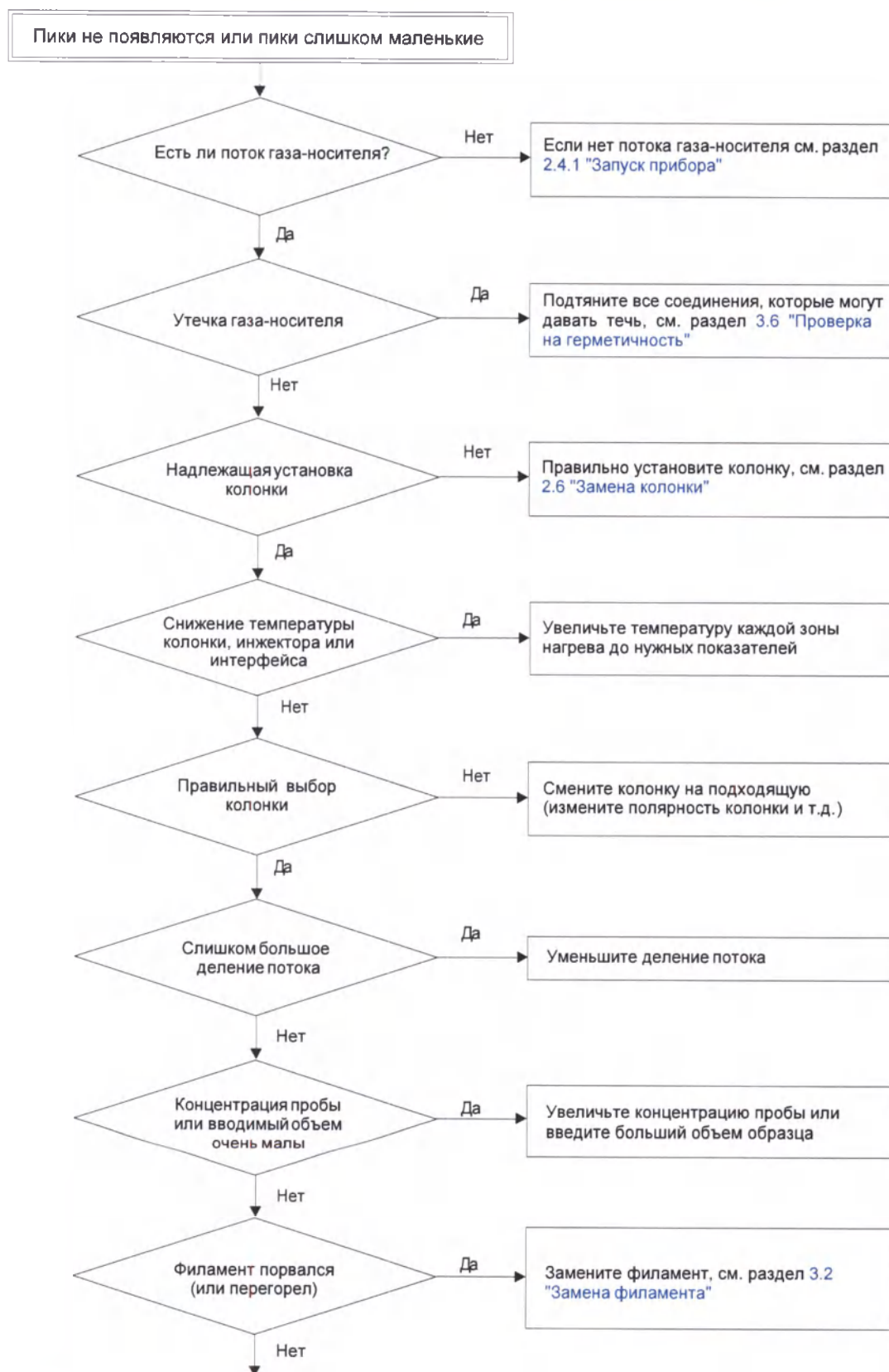


4.1.4 Ошибки при включении филамента



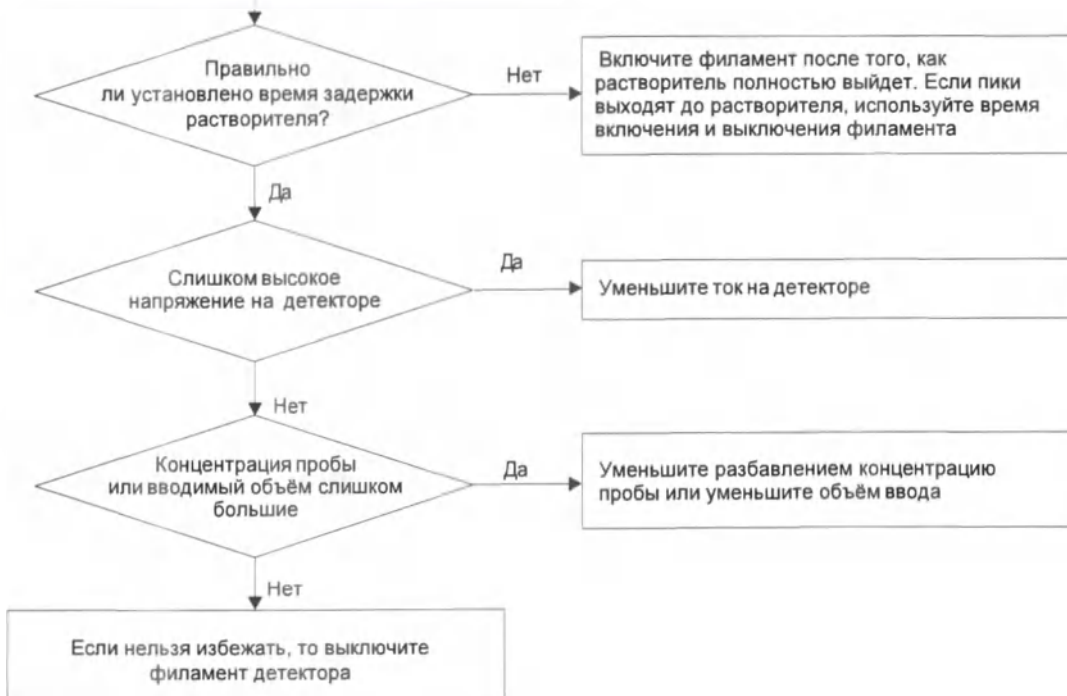
4.1.5 Ошибки автонастройки и анализа



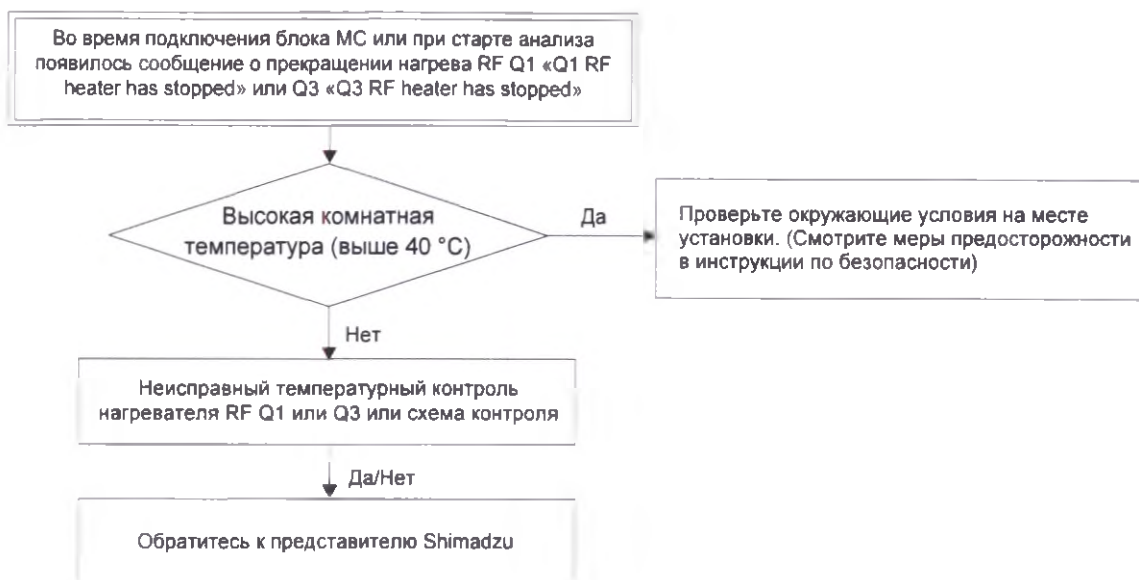




Сообщение во время анализа "Детектор перегружен"



4.1.6 Ошибка контроля температуры RF



Примечание

RF нагреватель отключается при возникновении ошибки контроля температуры RF. В этом состоянии еще возможно проведение анализа, но может произойти смещение осей масс. Для предотвращения данного смещения, перед измерением данных выполните автоматическую настройку при выключенном контроле температуры RF.

Защитные функции вакуумной системы

В этом разделе описываются функции защиты, если в вакуумной системе обнаружена неисправность.

4.2.1 Обзор

Три параметра отслеживают набор вакуума в GCMS-TQ Series. Защита системы происходит, когда в работе обнаружена ошибка.

- Состояние турбомолекулярного насоса.
 - Остаточное давление турбомолекулярного насоса. (Остаточное давление показывает низкий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))
 - Вакуум в корпусе анализатора. (Значение вакуума показывает высокий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))
- Высокий вакуум не показывается, когда ионный измеритель установлен на «Нет» ("None") в окне «Конфигурация системы» (System Configuration).

4.2.2 Функционирование защиты

1. Филамент, напряжение на детекторе и питание выключаются, когда происходит следующее:

- (1) Низкий вакуум (измеренный с помощью манометра Пирани) больше, чем 100,0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".
- (3) Высокий вакуум (измеренный с помощью ионного измерителя) больше, чем $1,0 \times 10^{-2}$ Па.

Филамент, напряжение на детекторе и питание опять включаются, если достигнуты следующие условия.

- (1) Низкий вакуум (измеренный с помощью манометра Пирани) меньше, чем 80,0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Готов".
- (3) Высокий вакуум (измеренный с помощью ионного измерителя) меньше, чем $0,8 \times 10^{-2}$ Па.

2. Вакуумная система автоматически отключается, если одно или более из следующих состояний продолжается более 5 минут.

- (1) Низкий вакуум (измеренный с помощью манометра Пирани) больше, чем 100,0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".

При отключении вакуума индикатор вакуумной системы мигает красным цветом.

A.1 Характеристики

См. лист спецификаций.

A.2 Оборудование

Газовый хроматограф	Модель	GC-2010 Plus
	Температура термостата	Максимум 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 100, 115 В AC)	40 °C/мин до 200 °C 25 °C/мин до 250 °C 15 °C/мин до 380 °C 7 °C/мин до 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 230 В AC) (термостат высокой мощности)	70 °C/мин до 200 °C 50 °C/мин до 350 °C 35 °C/мин до 450 °C
	Температура испарителя	Максимум 450 °C
Интерфейс ГХМС	Модель	Прямой интерфейс для капиллярной колонки
	Температура	Комнатная температура–350 °C
Ионный источник	Тип ионизации	EI (электронный удар)
	Температура	Управление температурой: 140–300 °C
	Филамент	Два филамента (автопереключение)
	Диапазон установки энергии ионизации	10–200 В
	Диапазон установки тока эмиссии	5–250 µA
Аналитическая часть	Цилиндрический квадруполь с префильтром	
	Ячейка соударений	Быстродействующая ячейка октопольного типа
Детектор	Вторичный электронный умножитель с обращенным динодом	
Вакуумная система	Главный насос (TMP)	Дифференциальная вакуумная система Область источника ионов: 190 л/с (He) Область квадруполя/Детектора: 170 л/с (He)
	Дополнительный насос (RP)	30 л/мин (60 Гц) масляный роторный насос

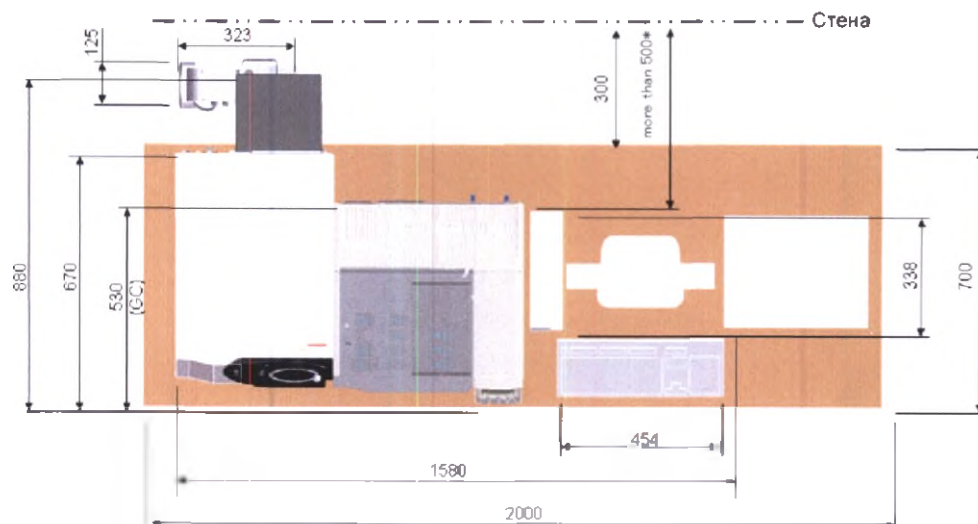
Приложение А Спецификации

A.3 Требования к установке

Источник питания	Частота	50/60 Гц
	Для GC	Одна фаза AC 100, 115 В 1800 ВА
		Одна фаза AC 230 В 2600 ВА (для высокомоощного термостата)
	Для MS	Одна фаза AC 100 до 240 В 1000 ВА
	Колебания напряжения	Диапазон рабочего напряжения $\pm 10\%$
		Определенный диапазон напряжения $\pm 5\%$
	Категория установки	II категория установки (IEC)
	Класс защищенности	I класс (IEC)
	Ток короткого замыкания	1000 А
	* Необходимо использовать специальный источник питания для переменного тока.	
Условия эксплуатации	* Относится к колебаниям напряжения, прибор предназначен для работы в диапазоне $\pm 10\%$, включая колебания, обусловленные высокими шумами, но для обеспечения лучшей производительности рекомендуется, чтобы колебания были в пределах $\pm 5\%$, включая шумы. Текущая частота колебаний должна быть в пределах $\pm 0,5$ Гц.	
	* Также необходимы источники питания для PC, монитора и принтера	
	Заземление	100 Ом или более Подключите ГХ, МС, компьютер и дополнительные источники электропитания к заземляющему контуру.
	Температура	Постоянная в пределах от 18 до 28 °C
	Влажность	От 40 до 70 % RH (без конденсации)
	* Должен быть установлен выхлопной канал. Вакуумный насос должен быть подсоединен к выхлопному каналу так, чтобы вводимые в колонку растворители и образцы постоянно отводились из рабочего помещения, а также необходимо избегать образования масляного тумана. Если это невозможно, снизу должен быть установлен масляный фильтр. Введенные растворители и образцы удаляются непосредственно через этот фильтр (P/N S042-00124-31, Масляный фильтр EMF3)	
	* Следует также избегать пыли, вибрации, посторонних шумов и коррозионных газов.	
	Высота над ур. моря	максимум 2000 м
	Загрязнения	Степень загрязнения 2 (IEC)

А.3.1 Примеры установки

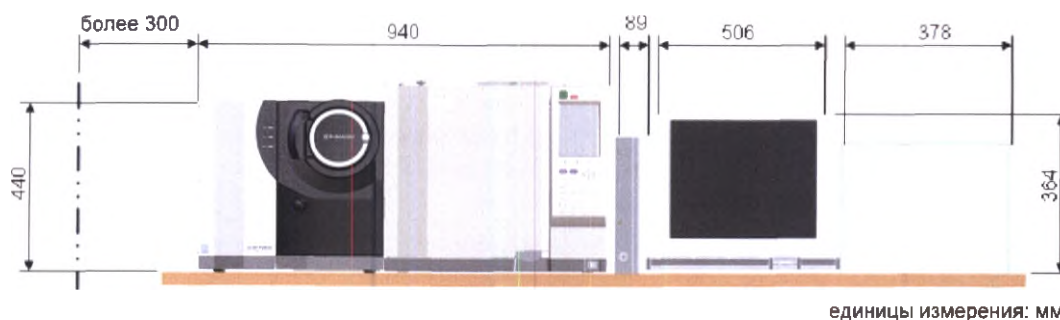
Пример установки (габаритные размеры будут изменяться в зависимости от используемого PC и принтера).



При охлаждении термостата колонок, горячий воздух выходит с задней стороны прибора. Поэтому учитывайте следующие аспекты при проведении установки.

- Не располагайте никакие воспламеняющиеся материалы позади прибора.
- Оставьте свободное пространство 50 см или более между задней стенкой прибора и стеной помещения.
- Оставьте место позади прибора для технического обслуживания и проверки.

Когда используется опциональная вытяжная система (S221-47748-41), расстояние от стены может быть минимум 25 см.



единицы измерения: мм

Длина кабелей и соединительных трубок следующая:

MS роторный насос	Вакуумные соединения приблиз. 1,5 м Выпускной трубопровод приблиз. 4 м Силовой провод приблиз. 1,5 м
PC-MS	Кабель приблиз. 2 м

Эта страница намеренно оставлена пустой.

Приложение В Расходные материалы и средства технического обеспечения

B.1 Список расходных материалов

В данном разделе представлены списки расходных материалов и средств технического обеспечения для стандартной конфигурации GCMS-TQ SERIES. Списки материалов, предоставляющихся отдельно (как опция) размещены в дополнительных руководствах пользователя. Большинство расходных материалов и средств технического обеспечения для блока газового хроматографа (GC-2010 Plus) включены в список. Для получения информации о дополнительных комплектующих см. Руководство пользователя GC-2010 Plus. При возникновении вопросов относительно данной информации, пожалуйста, обращайтесь в Ваше представительство Shimadzu.

Для некоторых расходных материалов не указан период замены, заменяйте их как только это станет необходимым.

B.1.1 GCMS-TQ Series

Список расходных материалов

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
ГХ	S221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/ПКТ	
	S036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/ПКТ	Для стеклянного соединения
	S221-41444-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SPL-2010	Для ввода с делением потока
	S221-48335-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SLESS/WBI	Для ввода без деления потока
	S221-48600	СИЛИКОНОВОЕ ВОЛОКНО, 2G	
	S221-48876-03	Деактивир. стеклянная вставка, SLESS	5 шт./уп.
	S225-20803-01	Деактивир. стеклянная вставка, SPLIT	5 шт./уп.
	567366	Стеклянная вставка Sky Liner Splitless Single Taper Gooseneck	По возникшим вопросам свяжитесь с Restek Corporation
	S221-49065-91	АУ УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/ПКТ	5 шт., 221-48990
	S221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	Для удаления примесей из газа-носителя Рекомендуемый период замены — 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВЫЙ ФИЛЬТР (Делитель)	Делитель потока Рекомендуемый период замены — 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВЫЙ ФИЛЬТР (Промывка)	Обдув септы Рекомендуемый период замены — 1 год
	S201-35183-84	ПРОКЛАДКА, AL, 500PC	Для соединения линий
Прямое соединение	S670-15003-03	ФЕРРУЛА, GVF/004, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0,25 мм
	S670-15003-04	ФЕРРУЛА, GVF/005, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0,32 мм
	S670-15003-07	ФЕРРУЛА, GVF/008, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0,53 мм
	S670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	

Приложение В Расходные материалы и средства технического обслуживания
В.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	Кат. №	Название части	Примечания
Источник ионов	S225-10340-91	Филамент	
	S225-17659-91	Отражательный электрод	
	S225-17697-91	Корпус (термообработанный)	
	S225-17698-91	Отражатель (термообработанный)	
	S225-01068	Изолятор	
CI/NCI (Положительная и отрицательная химическая ионизация)	S202-75101	Трубка	
	S225-17705-91	Камера, CI+ (термообработанная)	Для CI
	S225-17705-92	Камера, NCI+ (термообработанная)	Для NCI
	S225-17710-91	Отражательный электрод, CI+	Для CI/NCI
	S016-37575-03	PTFT 7040AMS3653#16	Для CI/NCI трубка PTFE (10 м)
DI (Прямой ввод)	S200-33168	Уплотнение	
	S036-15550-12	Кольцевой уплотнитель AS568A-012-AD	
	S225-09344	Тигель для образцов (100 шт.)	
	S225-04209	Крышка	
	S225-10627-91	Датчик прямого ввода проб	
	S225-17711-91	Отражательный электрод ² , CI+DI(C)	Для CI анализов с DI
Калибровочный газ	S225-09493-03	Стандартный образец, PFTBA (5 г)	
	S225-09493-01	Стандартный образец, TRIS (0,5 г)	Для калибровки m/z 866
	S225-09493-05	Трис(перфторнонил) –(S-триазин) (1г)	Для калибровки m/z 1066
Вакуум	S017-30163-11	Масло для роторного насоса Ultragrade 15, 1 л	
Приспособления и инструменты	S085-35124-03	Абразивная ткань доводочная 20 шт./уп	
	S225-10194-91	Приспособление для источника ионов	
	S225-01453-94	Приспособление для подсоединения колонки (к интерфейсу)	
	S225-01453-95	Приспособление для подсоединения колонки (к инжектору)	

В.1.2 Набор инструментов (опция)

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) S225-20051-91	S086-03047-02	Гаечный ключ 10x12	2 шт.
	S086-03047-01	Гаечный ключ 6x8	2 шт.
	S221-46977	Отвертка, SPL-2010	1 шт.
	S016-16111-01	Пинцет	1 шт.
	S086-11002	Отвертка, TORQUE #2 100 мм	1 шт.
	S086-12011	Торцевой ключ, 4.0	1 шт.
	S086-10403	Отвертка, MINUS 100 мм	1 шт.
	S225-20801-01	Гаечный ключ 3/16x1/4 AF	1 шт.
	S225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	1 шт.
	S225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для интерфейса)	1 шт.
	S225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для инжектора)	1 шт.
	S221-50595-91	Нож для обрезания капил. трубки	1 шт.
	S086-10530-01	Шестигранный ключ, 006-1,5 мм	1 шт.
	S026-11007-02	Параллельный пин, SUS304 1x12	1 шт.
	S221-35566-92	G-образная холостая гайка	1 шт.
	S018-20211-11	Липкая лента, желтая	1 шт.

В.1.3 Набор расходных материалов (опция)

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) S225-20052-91	S221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	1 шт. Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	ФИЛЬТР	2 шт. Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-48990	AU УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО	1 шт.
	S221-35507-02	Набор септ, (LB-2), 50 шт./уп.	1 уп.
	S221-48876-03	Деактивир. стекл. вставка, SLESS	5 шт./уп.
	S225-20803-01	Деактивир. стекл. вставка, SPLIT	5 шт./уп.
	S036-11203-84	Кольцевой уплотнитель, 4D P5, 5 шт./уп.	2 уп.
	S670-15003-03	ФЕРРУЛА, GVF/004, 10 шт./уп.	1 уп.
	S670-15003-04	ФЕРРУЛА, GVF/005, 10 шт./уп.	1 уп.
	S670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 шт.	2 шт.
	S225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	2 шт.
	S221-34618	Шприц микролитровый	1 шт.
	S201-35183-84	Уплотнитель, AL, 500 шт.	1 шт.
	S225-01068	Изолятор	1 шт.
	S221-45177-91	Держатель плунжера (5 шт.)	1 шт.
	S225-20804-91	Абразивная ткань, кусочками	1 шт.



Эта страница намеренно оставлена пустой.



С.1 Режимы анализа

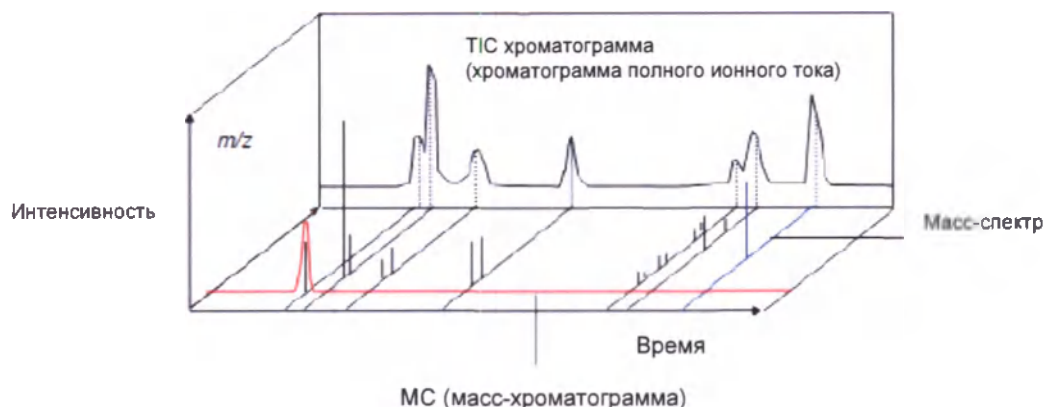
Измерительные приборы GCMS-TQ Series предназначены для получения различных типов масс-спектров при помощи комбинации двух квадрупольных фильтров масс. Наряду с MC/MC анализом, при выборе соответствующего режима, возможен и обычный MC анализ.

С.1.1 Анализ в режиме MC

В приборах GCMS-TQ Series при выключенной подаче соударительного газа возможен только режим анализа Q3 MC, в то время как при включенной подаче соударительного газа возможно проводить анализы как в режиме Q3 MC, так и в режиме Q1 MC. Возможно проводить как полное сканирование по всему диапазону масс (Scan), так и мониторинг выбранных ионов (SIM), т.е. как в обычных приборах ГХМС, таких как GCMS-QP2010Ultra. Высокая скорость сканирования 20,000 а.е.м./с, которая является одной из основных характеристик GCMS-QP2010Ultra, может быть получена только в режиме Q3 MC.

Режим анализа	Q1	Соударительная ячейка	Q3
Q1 MC	Режим выбора	Режим переноса	
Q3 MC	Режим переноса		Режим выбора

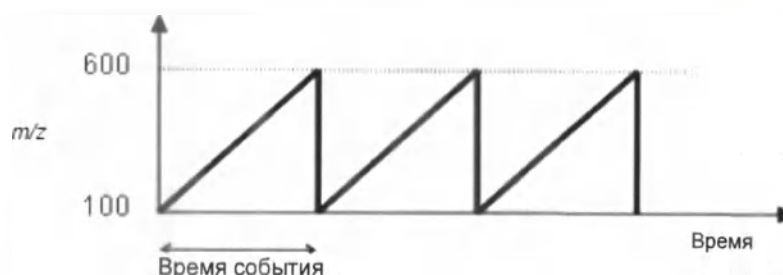
С.1.2 Режим MC Scan



Измерения в режиме сканирования — это метод, при котором данные измеряются повторным сканированием диапазона масс в фиксированном интервале времени (при фиксированной скорости сканирования). (Т.е. один масс-спектр получается за каждый фиксированный интервал.)

Данный метод используется в основном для качественного анализа.

Например, на рисунке, представленном ниже, проводится сканирование в диапазоне m/z от 100 до 600.



Если время сканирования установлено на 1 секунду, а диапазон m/z от 100 до 600, то это соответствует диапазону масс 500, сканируемому за одну секунду.

При этом говорится, что сканирование проводится со скоростью 500 а.е.м./с

Приборы GCMS-TQ Series способны проводить сканирование с максимальной скоростью в 20000 а.е.м./с в режиме Q3 МС. Высокоскоростные сканирующие измерения доступны только в режиме Q3 МС и невозможны в режиме Q1 МС

TIC хроматограмма (хроматограмма полного ионного тока)

TIC хроматограмма — это хроматограмма, полученная при сложении всех детектированных ионов.

МС (масс-хроматограмма)

Это хроматограмма, которая показывает время изменения интенсивности иона конкретной массы, полученной при сканировании данных.

С.1.3 Режим SIM

В то время как в режиме сканирования масс-спектр измеряется непрерывно, режим SIM — это метод, в котором отдельно определяются только ионы целевых масс. В сравнении с полным сканированием, SIM обеспечивает высокочувствительный анализ без потери времени на определение ненужных ионов

Так как высота и площадь пика стабильна, SIM обычно используется для количественного анализа. Ниже представлен пример определения ионов с соотношением m/z 100, 200 и 600 в режиме SIM.

Для одного события может быть установлено до 16 каналов. Для каждой группы может быть задано до 64 событий. В целом максимальное число задаваемых событий 2048 (на примере ниже заданы 3 канала.)



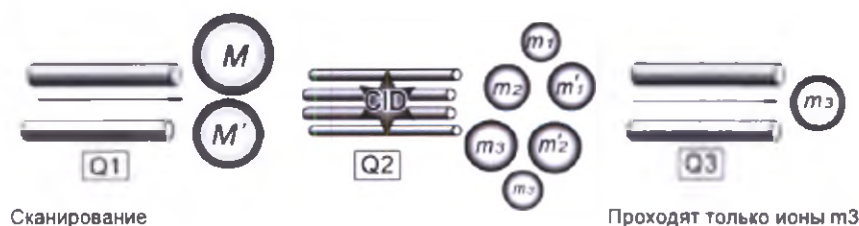
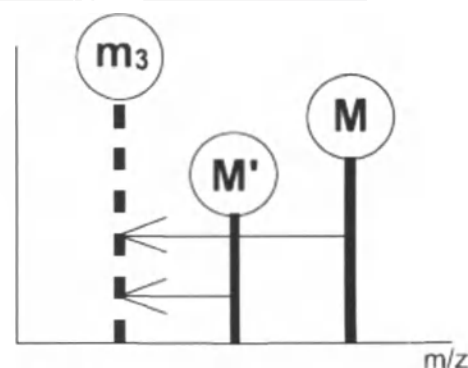
С.1.4 Анализ в режиме MS/MS

В режиме анализа MS/MS, первый квадрупольный фильтр масс (Q1) выбирает необходимые ионы, называемые ионами-прекурсорами. Ионы-прекурсоры соударяются с инертным газом в соударительной ячейке (диссоциация индуцированных столкновений, CID) образуя ионы-продукты. При измерении ионов-продуктов во втором квадрупольном фильтре масс (Q3) мы получаем информацию относительно структуры ионов-прекурсоров. Этот метод анализа называется tandemной масс-спектрометрией (MS/MS). В зависимости от выбранного режима анализа на квадруполях Q1 и Q3 (режим Scan или SIM) различают четыре типа измерений.

Режим измерения	Q1	Соударительная ячейка	Q3
Сканирование иона-прекурсора	Scan	Режим переноса	SIM
Сканирование иона-продукта	SIM		Scan
Сканирование нейтральных потерь	Scan		Scan
Мониторинг множественных реакций (MRM)	SIM		SIM

С.1.5 Режим сканирования иона-прекурсора

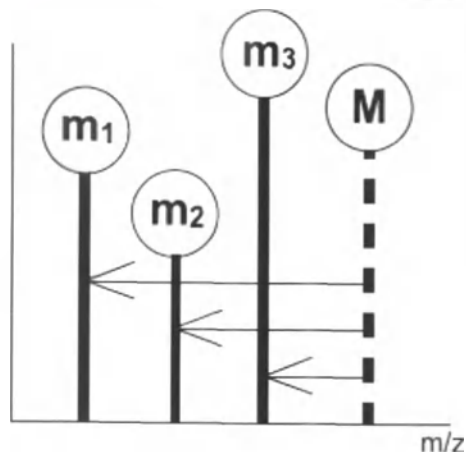
Метод анализа в данном режиме включает проведение сканирования в Q1, фиксирование Q3 для конкретного соотношения m/z и выборочный анализ ионов, образовавшихся в CID. Это позволяет исследовать ионы-прекурсоры вместе с обычными продукт-ионами. Этот режим применим для скрининга ионов с общей структурой. Горизонтальная ось представленного масс-спектра показывает шкалу Q1, а вертикальная — интенсивность продукт-ионов.



С.1.6 Режим сканирования иона-продукта

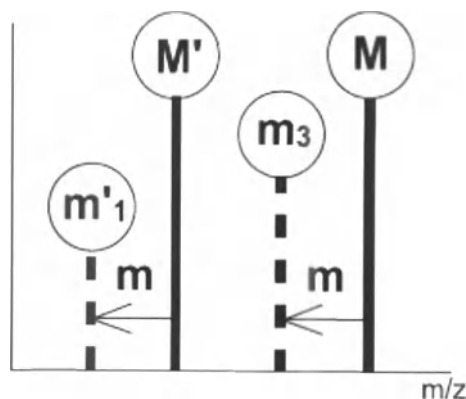
Метод анализа в этом режиме включает фиксацию Q1 для конкретного соотношения m/z и выполнение сканирования на Q3 ионов-прекурсоров, образовавшихся в CID. Этот режим применим для исследования структуры ионов, выбранных в Q1, на основании спектра продукт-иона. Горизонтальная ось обозначает m/z по шкале Q3.

Пример использования: определение условий анализа MRM для идентификации продукт-иона.



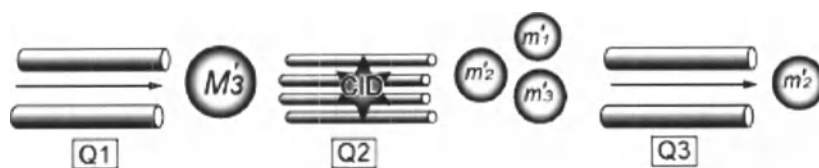
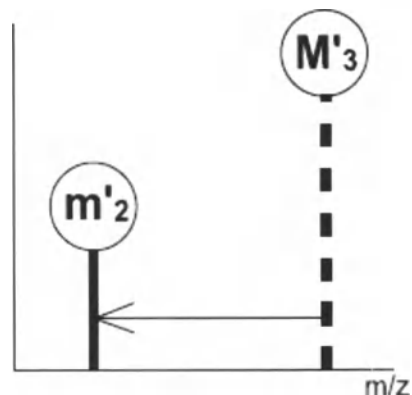
С.1.7 Режим сканирования нейтральных потерь

Метод анализа в данном режиме включает выполнение одновременного сканирования на Q1 и Q3 с удерживанием постоянной разницы m/z между двумя фильтрами масс. Это позволяет сканировать ионы, от которых в результате диссоциации отделяются общие нейтральные фрагменты. Как и в случае режима сканирования иона-прекурсора, данный режим применим для отбора ионов с общим основанием (нейтральные фрагменты). Как правило, горизонтальная ось представленного спектра обозначает шкалу Q1, а вертикальная — интенсивность продукт-ионов.



С.1.8 Режим MRM

Метод анализа в данном режиме включает фиксирование конкретных m/z на обоих Q1 и Q3 и выборочный анализ ионов. Продукт-ионы, которые образовались в CID и последовательно выбираются в Q3, содержат структурную информацию ионов-прекурсоров. При этом могут быть получены высокоселективные анализы, которые практически всегда свободны от нежелательных веществ, в отличие от измерений SIM, так как ионы-прекурсоры и продукт-ионы заданы и отслежены. Это значит, что данный режим эффективен при определении количества следов анализируемых образцов, содержащих большую матрицу. Это не масс-спектр, который может быть получен в режиме MRM, а хроматограмма, так как сканирование не выполняется.



MRM (мониторинг множественных реакций)



C.2

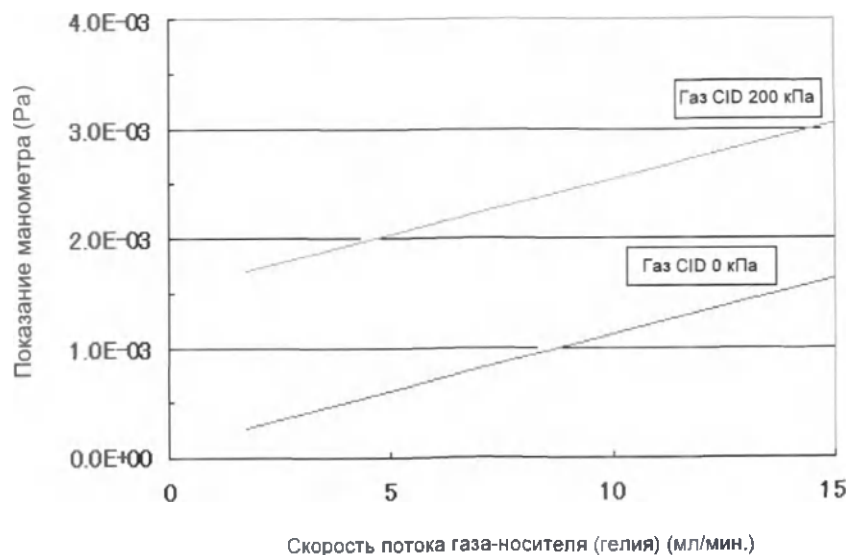
Характеристики вакуума

Следующий график отражает зависимость глубины вакуума от скорости потока газа-носителя. В зависимости от диапазона ионизации глубина вакуума может изменяться приблизительно на $\pm 20\%$.

Существенное влияние на вакуум может играть герметичность элементов вакуумной системы, особенно при низких скоростях потока газа-носителя или в случае, если наблюдение было проведено сразу же после начала процесса вакуумирования.

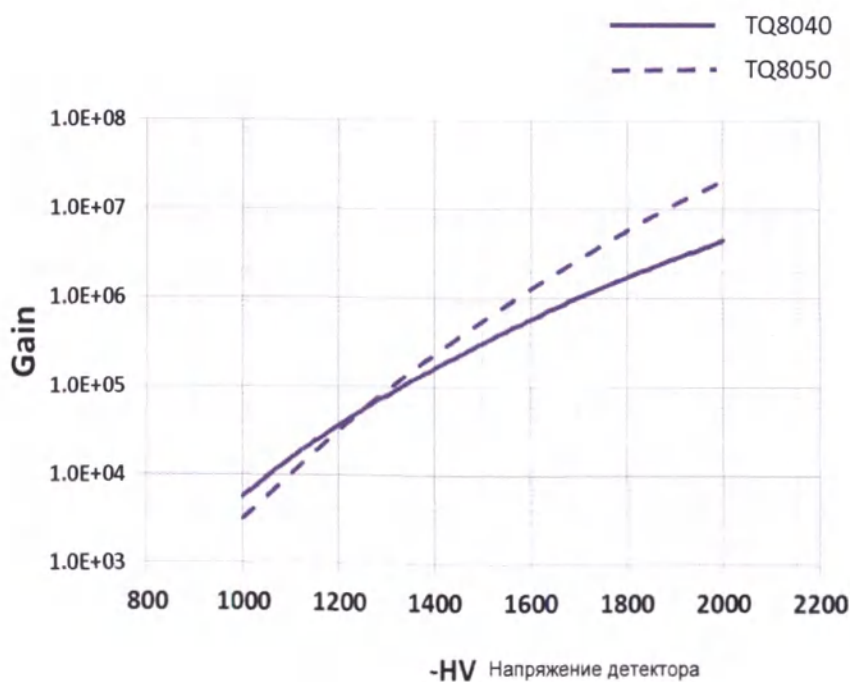
Максимальное значение скорости газа-носителя в колонке при выполнении анализа соответствует 10 мл/мин (5 мл/мин в режимах CI/NCI). Если внутренний диаметр колонки составляет 0,53 мм, то необходимо использовать колонку длиной более 25 м.

Скорость потока газа-носителя и глубина вакуума



С.3 Коэффициент усиления детектора

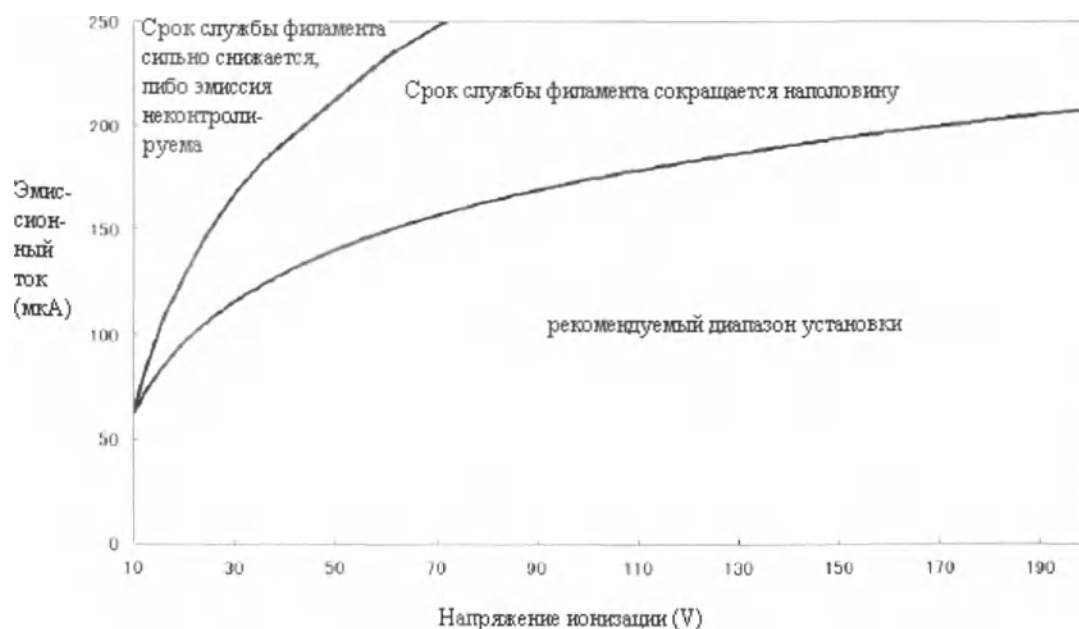
Изображенный ниже характеристический график отражает усредненные значения. В зависимости от детектора будут наблюдаться незначительные изменения.



С.4 Энергия ионизации/ток эмиссии и срок службы филамента

Энергия ионизации и ток эмиссии могут быть изменены в процессе работы; однако изменение параметров может существенно сказаться на сроке службы филамента. При смене параметров обратитесь к графику, представленному ниже.

Напряжение ионизации / Эмиссионный ток и срок службы филамента





Эта страница намеренно оставлена пустой.

АЛФАВИТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

А

Автонастройка	
Запуск в случае неудовлетворительного результата проверки	32
Ошибки автонастройки	78
Проверка параметров после автонастройки	42

В

Вакуумная система	
Ошибки при автоматическом запуске	76
Защитные функции	82
Ввод проб	
Инжектор	ix, 8, 13
Инжектор, Присоединение колонки	16

Г

Газ-носитель	
Газ-носитель	viii, xxiii, 9, 11, 64
Запирание под давление	66
Проверка ГХ на утечку	64
Требования к газу-носителю	9
Газовый хроматограф	
Газовый хроматограф	iii, 1, 3
ГХ	
Основы	8
Параметры проверки	39
Параметры эксплуатации	35
Проверка системы	32
Проверка на утечку газа-носителя	64
ГХ/МС	
Аналитическая система	3

Д

Диалоговое окно	
Проверка системы	33
Расширенный контроль вакуума	61

З

Замена	
Колонки	28
Филамента	52, 53

И

Использование	
Мониторинга пиков для проверки вакуума в системе	68
Петролейного эфира для проверки вакуума в системе	70

К

Камера ионного источника	
Сборка	57
Снятие	55
Разборка	57
Чистка	54, 59
Колонка	
Держатель	16
Замена	28
Подсоединение к блоку МС	18
Подсоединение к инжектору	16
Капиллярная колонка	
Подсоединение к инжектору	16

М

МС	
Ошибки при включении филамента	77
Параметры эксплуатации	36
Подсоединение колонки	18
Проверка	32, 40

Н

Настройка	
Параметры настройки	46
Проверка системы	32
Файл настройки	43

О

Обзор	
Защитные функции	82
Проверка системы	32
Отражающий электрод	
Отсоединение	57
Сборка	57
Чистка	54, 59

Ошибки	
Автонастройки	78
Автонастройки анализа	78
Включения филамента	77
Запуска ПО	75
При автоматическом запуске вакуума системы	76

П

Параметры	
Прибора	8
Подсоединение	
Колонки к блоку МС	18
Колонки к инжектору	16
Предостережения	
Инструкция по безопасности	xix, xx
Прибор	
Запуск	11
Параметры	8, 46
Остановка	24
Проверка	
ГХ блока	32, 39
МС блока	32, 40
На утечку газа-носителя	64
Параметров после автонастройки	42
Системы	32, 33, 45
Утечек в вакуумной системе	67
Проверка системы	
Настройка	45
Таблица дополнительных параметров МС	36
Таблица проверки системы	44
Программное обеспечение (ПО)	
Ошибки запуска	75
Процедура	
Замены масла	60
Запираания под давлением газа-носителя	66

Р

Роторный насос	
Замена масла	60

С

Система	
Вакуум	76, 82, 83
Сброс счетчика периодичности использования	72
Соударительный газ	viii, 9, 31
Спектрометр	
Масс-	iii, 1, 3

Т

Таблица	
Проверки системы	44
Требования	
К газу	9
К установке	84
К электропитанию	vi

У

Установка	
Примеры	55
ПО	72
Требования	84
Утечки	
Проверка газа-носителя	64
Проверка вакуума	67
Проверка вакуума с помощью мониторинга пиков	68
Проверка на	64

Ф

Файл	
Настройки	32, 43
Феррула	
Веспел	16
Филамент	
Замена	52, 53
Ошибки	77
Функции	
Защиты	82
Защиты вакуумной системы	82

Э

Экологический режим	26
Экологические настройки	25

Ч

Чистка	
Вентилятора	63
Камеры ионного источника и отражающего электрода	54, 59

Эта страница намеренно оставлена пустой.

Registered No : 969 2018

Certificate of acknowledgment of Notary

On this 29th day of November, 2018, before me, Kazunori Nakada a notary in and for the Tokyo Legal Affairs Bureau, personally appeared Gaku Furutani, with satisfactory evidence of his identification and of his being an agent of Satoshi Moriyasu, General Manager International Operations Department of Shimadzu Corporation, and in accordance with the Japanese Notary Act, stated that the principal, said Satoshi Moriyasu, had acknowledged affixing his signature to the attached document.

In witness whereof, I set my hand and seal

Kazunori Nakada



Kazunori Nakada



株式会社島津製作所海外営業部部長である森安里志の代理人古谷岳は、本公証人に対し、上記森安里志が添付書面の署名を自らしたものであると承認している旨陳述した。

よって、これを認証する。

平成30年11月29日、本公証人役場において

東京法務局所属

公証人

Notary

中田 和 範

Kazunori Nakada

証 明

上記署名は、東京法務局所属公証人の署名に相違ないものであり、かつ、その押印は、真実のものであることを証明する。

平成30年11月29日

東京法務局長

岩山 伸二

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: JAPAN
This public document
2. has been signed by **Kazunori Nakada**
3. acting in the capacity of Notary of the Tokyo Legal Affairs Bureau
4. bears the seal/stamp of **Kazunori Nakada, Notary**
Certified
5. at Tokyo
6. Nov.29.2018
7. by the Ministry of Foreign Affairs
8. 18-N~~0~~016830
9. Seal/stamp:
10. Signature



T. TANAKA

Toshie TANAKA

For the Minister for Foreign Affairs

№ 8710 01

Перевод с английского языка на русский язык

Перевод руководства пользователя «Газовый хроматомасс-спектрометр GCMS-TQ8050 с принадлежностями, основной блок (одна из моделей): GCMS-TQ8050/ GCMS-TQ8050nci »

Личная печать компании на японском языке

Печать: Бюро по юридическим вопросам г. Токио
НОТАРИУС
1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO CHIYODA KU)
ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)

Штамп:
/подпись/
Сатоси Мориясу
Генеральный директор
Подразделения международных отношений
Отдел аналитического и измерительного оборудования.

НОТАРИАЛЬНОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

Сегодня, 29 ноября 2018 года, ко мне, нотариусу Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариусу бюро по юридическим вопросам г. Токио, лично явился Гаку Фурутани (Gaku Furutani) и представил убедительные доказательства его личности и статуса представителя Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), Генерального директора подразделения международных отношений и отдела аналитического и измерительного оборудования ШИМАДЗУ КОРПОРЕЙШН, и, в соответствии с Законом Японии о нотариате, заявил, что руководитель, вышеуказанный Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), собственноручно подписал и скрепил печатью прилагаемый документ.

В удостоверение чего, я скрепляю настоящий документ собственноручной подписью и официальной печатью.

Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)

/Штамп: Бюро по юридическим вопросам г. Токио

НОТАРИУС

1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 КАЈІСНО СИҮОДА КУ)

ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

АПОСТИЛЬ

(Гаагская конвенция от 5 октября 1961 г.)

1. Страна: **ЯПОНИЯ**

Настоящий официальный документ

2. подписан **Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)**
3. выступающим(ей) в качестве **Нотариуса бюро по юридическим вопросам г. Токио**
4. скреплен печатью / штампом **Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариуса**

УДОСТОВЕРЕНО

5. в г. Токио **6. 29 ноября 2018 г.**

7. Министерство иностранных дел

8. № 016830

9. Печать/штамп

10. Подпись

/Печать:

/Подпись/

Министерство Иностранных
Дел, Япония/

Тошие ТАНАКА
За министра иностранных дел

Российская Федерация.

Город Москва.

Шестого декабря две тысячи восемнадцатого года.

Я, Дзиковская Галина Владимировна, нотариус города Москвы, свидетельствую подлинность подписи переводчика Горбатковой Кристины Георгиевны.

Подпись сделана в моём присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № 77/165-н/77-2018- 33-1115

Взыскано по тарифу: 100 рублей

Уплачено за оказание услуг правового и технического характера: 200 руб.



Г.В.Дзиковская



Всего прошнуровано, пронумеровано
и скреплено печатью 73 лист (-а, -ов)

Нотариус



**Газовый хроматомасс-спектрометр,
вариант исполнения GCMS-QP2020 с
принадлежностями**

**Основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2020 или GCMS-
QP2020ci или GCMS-QP2020nci**

**Газовый хроматомасс-спектрометр,
вариант исполнения GCMS-QP2010 с
принадлежностями**

Основной блок (модель): GCMS-QP2010SE

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ



SHIMADZU CORPORATION


SATOSHI MORIYASU
GENERAL MANAGER
INTERNATIONAL OPERATIONS DEPARTMENT
ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION

Перед использованием прибора внимательно прочтите это руководство.
Сохраните это руководство для обращения к нему в дальнейшем.

Эта страница намеренно оставлена пустой.

Введение

Благодарим вас за приобретение данного продукта.

Это руководство описывает: установку, работу, предупреждения по использованию, а также принадлежности и опции для газового хроматомасс-спектрометра, варианты исполнения: GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями. Продукт работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-QP2020 SYSTEM или GCMS-QP2020ci SYSTEM или GCMS-QP2020nci SYSTEM или GCMS-QP2010SE SYSTEM,

- модели для российского рынка: GCMS-QP2020 или GCMS-QP2020ci или GCMS-QP2020nci или GCMS-QP2010SE (далее: GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE).

1	Руководство по инсталляции	225-35064	В этом руководстве описана процедура использования ПО.
2	Меры предосторожности при работе с газом-носителем водородом	225-35068	В этом руководстве содержатся замечания по безопасной работе с водородом.

Данное руководство сохраните для дальнейшего обращения к нему.

В данном руководстве предполагается, что его читатель знаком с основными операциями Windows. При работе с Windows обратитесь к руководству, поставляемому с этим ПО.

Электронные версии данного руководства по эксплуатации, а также руководства по работе и другие документы в формате PDF следует разместить в папке "GCMSsolution\Manual" вашего компьютера. При необходимости обращайтесь к ним.

ВАЖНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

- При смене пользователя или перемещении прибора убедитесь, что данное руководство всегда находится при приборе.
- Если данное руководство или предупреждающие ярлыки прибора утеряны или повреждены, немедленно запросите их замену у представителя Shimadzu.
- Для обеспечения безопасной работы на приборе сначала внимательно прочтите "Инструкции по безопасности".
- В случае необходимости установки, настройки, повторной установки (после перемещения прибора) или его ремонта, обратитесь к местному представителю Shimadzu для обеспечения безопасной работы на приборе.

УВЕДОМЛЕНИЕ

- Содержание данного руководства может быть изменено без предупреждения и не находится в ответственности продавца.
- Данное руководство было тщательно проверено. Тем не менее, в нем могут встретиться пропуски и ошибки, которые будут в скорейшем времени исправлены, но не обязательно сразу же немедленно после обнаружения.
- Все права зарегистрированы, включая права на распространение данного руководства или его частей в любом виде без письменного разрешения Shimadzu Corporation.
- Microsoft, Windows и Windows Vista являются зарегистрированными торговыми марками Microsoft Corporation в Соединенных Штатах и (или) других странах. Adobe, Acrobat, Distiller, Acrobat Reader и Acrobat Distiller являются зарегистрированными торговыми марками Adobe Systems Incorporated в Соединенных Штатах и (или) других странах. Другие названия компаний или продуктов, упомянутые в данном руководстве, являются торговыми марками или зарегистрированными торговыми марками соответствующих компаний. Символы TM и [®] в данном руководстве опущены.

© 2015 Shimadzu Corporation. Все права зарегистрированы.
Исходная версия утверждена на английском языке.

GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE

Обозначения, используемые в данном руководстве

Сообщения об опасности и примечания обозначены следующим образом:

	Опасно	Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к серьезным ранениям или смерти.
	Осторожно	Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к ранениям малой или средней тяжести, а также к порче оборудования.
	Примечание	Обращает внимание на дополнительную информацию, знание которой помогает осуществлению правильной работы на приборе.

Названия меню и команды, а также названия значков на Вспомогательной панели (Assistant Bar) выделены жирным шрифтом.

Последовательности команд меню представлены в виде названия меню (или названия пункта), за которым следуют значок ">" и название пункта (или название подменю), как показано в следующих примерах:

Main Menu Item > Sub-Menu Item > Selected Menu Item

Start > Settings > Control Panel

File > Print

Если последовательность меню ведет ко вкладке диалогового окна, то выбираемая вкладка будет показана следующим образом:

Method > Set Parameters > General tab

Инструкции по безопасности

Газовый хроматомасс-спектрометр - это аналитический прибор, предназначенный для проведения качественного и количественного анализа.

Для обеспечения безопасной работы на приборе перед его использованием прочтите данные инструкции по безопасности, обращая внимание на знаки ОПАСНО и ОСТОРОЖНО, приведенные в этом разделе.

Место установки



Опасно

- Органические растворители, используемые при работе на данном газовом хроматомасс-спектрометре, являются легковоспламеняющимися и токсичными. Устанавливайте прибор в помещении с достаточной вентиляцией. В противном случае пары растворителей могут вызвать отравление или возгораться и привести к пожару.
- Не устанавливайте прибор в помещении, где находятся горючие или взрывоопасные газы или жидкости. Поскольку исполнение прибора не является взрывозащищенным, это может привести к пожару или взрыву.



Опасно

Не размещайте горючие материалы вблизи выходного отверстия термостата колонок позади прибора, поскольку они могут возгораться и привести к пожару.



Опасно

Рабочий стол или иная поверхность, на которой устанавливается прибор, должна быть ровной, устойчивой и достаточно прочной, чтобы выдержать вес прибора. В противном случае прибор может опрокинуться или упасть со стола.



Опасно

- Не устанавливайте прибор в помещениях с наличием коррозионно-опасных газов, паров органических растворителей, галогенсодержащих соединений, силиконов, масляного тумана или высокого уровня запыленности. Это может негативно сказаться на характеристиках прибора и снизить срок его службы.
- Не работайте на приборе в помещении, в котором имеется возможность образования конденсата. Это может привести к поломке прибора.



Осторожно

Сетевой выключатель расположен на задней стороне прибора слева. Если слева от прибора расположена стена или иное препятствие, следует обеспечить не менее 30 см свободного пространства между стеной и прибором, чтобы имелась возможность свободно выключить прибор

Установочные зазоры

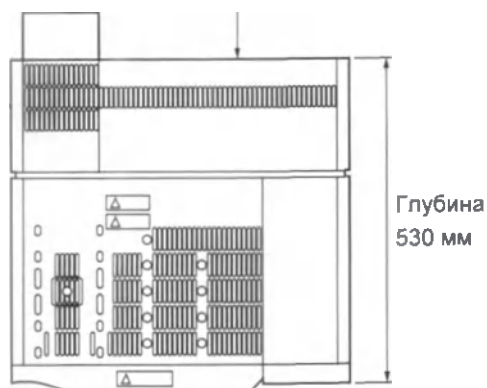


Опасно

Из вентиляционных отверстий, расположенных на задней стороне прибора, выходит горячий воздух. Не размещайте вблизи него горючие материалы.
См. Раздел С.4.1 "Примеры установки"



Минимум 500 мм



Глубина
530 мм



Высота
440 мм

Ширина 515 мм

Расстояние между задней частью прибора и стеной

При остывании термостата колонок из расположенных на задней стороне прибора отверстий выбрасывается горячий воздух. При установке прибора примите во внимание следующее:

- Не размещайте позади прибора никаких горючих материалов.
- Обеспечьте между задней крышкой и стеной пространство не менее 50 см.*
- Обеспечьте позади прибора дополнительное пространство для осмотра и технического обслуживания.
- * Если установлен опциональный выхлопной патрубок (S221-47748-41), то пространство до стены должно составлять не менее 25 см.

Установка



Опасно

- В случае необходимости установки, настройки, повторной установки (после перемещения прибора), обратитесь к представителю Shimadzu для обеспечения безопасной работы на приборе.
В противном случае можно получить телесные повреждения или может произойти поломка прибора. Это также важно для обеспечения стабильной работы прибора.
- Примите меры, чтобы прибор не упал при землетрясении.
Если прибор упадет, он может вызвать телесные повреждения.



Осторожно

Блок масс-спектрометра весит около 45 кг. Блок газового хроматографа весит около 30 кг. Поднимайте и переносите прибор вдвоем.
При опускании прибора будьте осторожны, чтобы не прищемить пальцы.

Электропитание

Требования к электропитанию

Для типа 100 В - 115 В

Однофазный переменный ток, частота 50 - 60 Гц.

ГХ:	1800 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая терминал удаленного доступа):	См. руководство к ПК.
Принтер:	См. руководство к принтеру.
Категория установки:	Категория по перенапряжению II (IEC)
Класс защиты:	Класс I (IEC)

Для типа 220 В - 240 В

Однофазный переменный ток, частота 50 - 60 Гц.

ГХ:	2600 ВА
МС:	1000 ВА
ПК (включая терминал удаленного доступа):	См. руководство к ПК.
Принтер:	См. руководство к принтеру.
Категория установки:	Категория по перенапряжению II (IEC)
Класс защиты:	Класс I (IEC)



Опасно

Электропитание прибора должно быть оборудовано автоматом защиты цепи. Избегайте подключения прибора к электропитанию одновременно с другими приборами. Не используйте иные сетевые шнуры кроме тех, что поставляются с прибором, поскольку это может вызвать возгорание или поражение электротоком.

* Обратите внимание, что дополнительные опции увеличивают требуемую допустимую нагрузку по току.



Опасно

- Заземлите прибор. Заземление необходимо для предотвращения поражения током при электрическом разряде, а также важно для обеспечения стабильной работы.
- Сопротивление заземления должно быть 100 Ом или менее.
- Подключайте ГХ, МС, компьютер и дополнительное электропитание к эквипотенциальному заземлению.



Опасно

- Не помещайте на сетевой шнур тяжелые предметы, не размещайте рядом с ним горячие предметы.
 - Не перегибайте шнур чрезмерно, не вытягивайте его. Он может быть поврежден, в результате чего произойдет возгорание или поражение электротоком.
- В случае повреждения кабеля обратитесь к представителю Shimadzu.

Условия окружающей среды

Температура: 18 - 28 °C и этот уровень температуры должен поддерживаться постоянным (гарантированный в технических характеристиках диапазон); 15 - 35 °C

(гарантированный рабочий диапазон)

Влажность: 40 - 70 % (при недопущении образования конденсата)

Высота: до 2000 м.

Степень загрязнения 2 (IEC)

Использование внутри помещения



Примечание

Для установки прибора выбирайте место с минимальным уровнем неблагоприятных факторов, таких как пыль, вибрация, фоновый шум, коррозионно-опасные газы и магнитные поля. Для обеспечения наилучших рабочих характеристик руководствуйтесь следующим:

1. Минимизируйте колебания температуры во время работы.
2. Избегайте воздействия холодного или горячего воздуха.
3. Избегайте воздействия прямого солнечного света



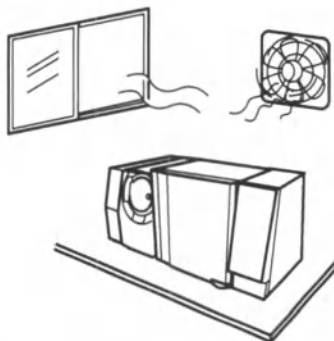
Примечание

Хотя прибор и может работать в гарантированном рабочем диапазоне, тем не менее чрезмерно продолжительная работа за пределами гарантированного в технических характеристиках диапазона может привести к сокращению срока службы прибора.



Опасно

Обеспечьте вентиляцию в помещении, где установлен прибор. Ежедневно осматривайте вентиляционную систему, чтобы убедиться в ее нормальной работе.



Газы

Газ-носитель:

- Гелий

Давление подачи: 300 - 980 кПа

Чистота: 99,995 % или выше, при содержании $O_2 < 3$ ppm об.

- Водород или азот

Давление подачи: 300 - 980 кПа

Чистота: квалификации G1 (99,9999 %)

- Диапазон задаваемых на ГХ давления или расхода зависит от давления подачи. Обычно требуется давление подачи 700 - 800 кПа.
- При работе с некоторыми дополнительными принадлежностями может потребоваться газ, отличный от вышеуказанных. За дополнительной информацией обратитесь к руководству пользователя, которое поставляется с этой принадлежностью.
- Для некоторых приложений, например агрохимического анализа, может понадобиться гелий большей чистоты (99,999 - 99,9999 %).



Примечание

Через вводную трубку должен подаваться гелий с чистотой не ниже вышеуказанной. Если использовать газ-носитель меньшей чистоты, то рабочие характеристики прибора могут ухудшиться. За дополнительной информацией обратитесь к Разделу 2.3 "Требования к газу", страница 13.

Электромагнитные поля и колебания напряжения сети

Прибор не следует использовать вблизи источников сильных электромагнитных полей.

Необходимо свести к минимуму колебания напряжения сети.

Указанные факторы могут помешать работе прибора.

Вблизи прибора не пользуйтесь сотовыми телефонами.

Предосторожности при работе



Опасно

При работе с растворителями всегда надевайте чистые перчатки и защитные очки или маску. При попадании растворителя в глаза немедленно промойте их большим количеством воды и обратитесь за медицинской помощью.



Опасно

Не размещайте растворители вблизи компьютеров, принтеров и другого оборудования, поскольку может произойти возгорание или порча оборудования.



Опасно

Не пользуйтесь горючими спреями (для волос, от насекомых и т.п.) вблизи прибора, поскольку они могут воспламениться и вызвать пожар.



Опасно

Во время ввода пробы следует надевать защитные очки, чтобы предотвратить повреждения глаз деталями шприца или растворителями. Для того, чтобы обеспечить ввод газа-носителя в колонку, инжектор должен находиться под давлением в сотни килопаскалей. В результате, в момент ввода жидкой пробы шприцем поршень шприца может выскочить из цилиндра или же проба может быть проброшена в обратном направлении. Кроме того, при вводе проб большого объема септа изнашивается быстрее, и проба может быть выброшена из инжектора.



Осторожно

Если на прибор пролилась вода, органический растворитель или другие жидкости, немедленно вытрите их.

Если этого не сделать, прибор может выйти из строя.

Осмотр и техническое обслуживание



Опасно

Для предотвращения получения телесных повреждений и порчи прибора не разбирайте и не переделывайте прибор, не производите его ремонт самостоятельно.



Опасно

Никогда не снимайте основную крышку.

Это может привести к получению телесных повреждений и порче прибора.

Для обычного обслуживания, осмотра и настройки основную крышку снимать не требуется. Для выполнения любых ремонтных работ, требующих снятия основной крышки, обратитесь к представителям Shimadzu.



Опасно

Если вилка сетевого шнура покрылась пылью, выньте вилку из розетки и протрите ее сухой тканью. Скопление пыли на вилке может вызвать пожар.



Опасно

- Перед выполнением осмотра, обслуживания или замены деталей всегда отключайте электропитание прибора и вынимайте вилку из сетевой розетки. Невыполнение этой рекомендации может привести к поражению электротоком или короткому замыканию.
- При замене деталей используйте только те, что предписаны настоящим руководством. Использование других запасных частей может привести к повреждению деталей и поломке прибора.



Примечание

Для очистки поверхности прибора используйте только мягкую ткань и воду или нейтральное моющее средство. Вытрите поверхность прибора чистой тканью.



Примечание

Рекомендуется производить регулярное техническое обслуживание форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Периодичность обслуживания см. в соответствующем руководстве



Примечание

Для проверки характеристик системы периодически выполняйте анализ контрольного образца (QC).

Ремонт, разборка и изменение конфигурации прибора



Осторожно

- Не разбирайте и не переделывайте прибор без разрешения уполномоченного представителя Shimadzu.
- В противном случае может произойти поражение электротоком или короткое замыкание. Также это может привести к телесным повреждениям и порче прибора.



Осторожно

Если необходим ремонт, обратитесь в компанию Shimadzu или к ее представителю. В противном случае могут произойти возгорание, поражение электротоком или телесные повреждения.

Ваши действия в случае аварийной ситуации

При возникновении аварийной ситуации, например, сбоя в работе газового хроматома-спектрометра, необходимо выполнить нижеследующие действия.

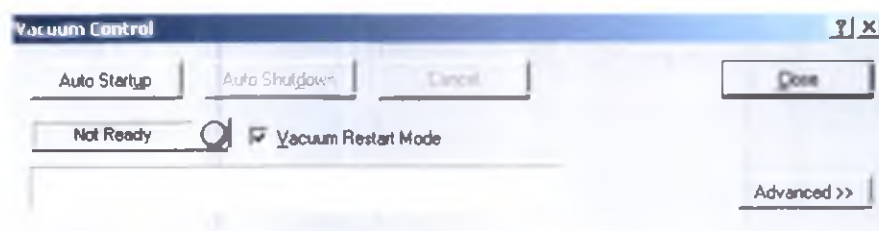
Перед тем, как возобновить работу на приборе, примите соответствующие меры и свяжитесь с представителем Shimadzu.

В случае аварийной ситуации выполните следующие действия:

1. Выключите газовый хроматома-спектрометр.
2. Выключите все дополнительные аксессуары/устройства.
3. Перекройте вентили всех линий газа-носителя и воздуха.
4. Отключите электропитание.
 - Если сетевой шнур подключен к блоку питания, отключите блок питания.
 - Если сетевой шнур подключен к розетке, выньте его из розетки.

Ваши действия при сбоях в электропитании

При отключении электропитания в течение 10 и менее минут обычно не требуется никакой специальной процедуры, но для этого заблаговременно необходимо выбрать "Vacuum Restart Mode" ("Режим перезапуска вакуума") в диалоговом окне "Vacuum Control" ("Управление вакуумом"). При возобновлении подачи электропитания прибор будет автоматически перезапущен.



Если электропитание отключается на длительный срок, выполните следующую процедуру.

Операция выключения прибора при длительном отключении электропитания

1. Выключите блоки газового хроматографа и масс-спектрометра.
2. Выключите все дополнительные аксессуары/устройства.
3. Перекройте вентили всех линий газа-носителя и воздуха.
4. Ослабьте гайку, крепящую колонку к интерфейсу, чтобы напустить воздух в вакуумируемый объем.
5. Отключите электропитание.
 - Если сетевой шнур подключен к блоку питания, отключите блок питания.
 - Если сетевой шнур подключен к розетке, выньте его из розетки.

Если в качестве газа-носителя используется водород, то при отключении электропитания на длительный срок выполните следующую процедуру.

Операция выключения прибора при отключении электропитания, если в качестве газа-носителя используется водород

1. Немедленно прекратите подачу водорода.
2. Отключите сетевые выключатели блока газового хроматографа и блока масс-спектрометра.
3. Откройте окна и двери в помещении, где установлен прибор, чтобы хорошо проветрить его.
4. Убедитесь, что в помещении нет источника воспламенения, который мог бы поджечь водород.
5. Подождите, пока температура компонентов GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE не опустится до комнатной (примерно 1 час).
6. Откройте переднюю дверцу газового хроматографа и ослабьте гайку интерфейса, чтобы привести давление внутри масс-спектрометра к атмосферному.
7. Убедитесь, что ручка передней дверцы масс-спектрометра полностью ослаблена.
8. Подождите, пока выйдет весь водород (около 30 минут).
9. После проверки всех пунктов разделов "Меры предосторожности при установке" и "Меры предосторожности при работе на приборе" запустите блоки ГХ и МС в соответствии со стандартной процедурой запуска.

Предупреждающие ярлыки



Примечание

Предупреждения об опасности, предостережения и другие важные пункты обозначены следующим образом:



Опасно

Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к серьезным ранениям или смерти.



Осторожно

Обозначает потенциально опасную ситуацию, которая, в случае ее неустранения, может привести к ранениям малой или средней тяжести, а также к порче оборудования.



Примечание

Обращает внимание на дополнительную информацию, знание которой помогает осуществлению правильной работы на приборе.



Опасно

НЕ ЗАГОРАЖИВАЙТЕ ВЫХЛОПНЫЕ ОТВЕРСТИЯ

Не кладите на прибор никакие предметы, которые могут загородить выхлопные отверстия и вызвать перегрев.

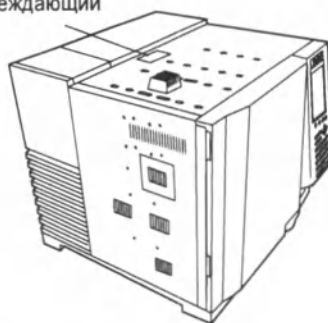


Опасно

НЕ ПРИКАСАТЬСЯ

к нагретым инжекторам, детекторам и верхней крышке.

Предупреждающий
ярлык

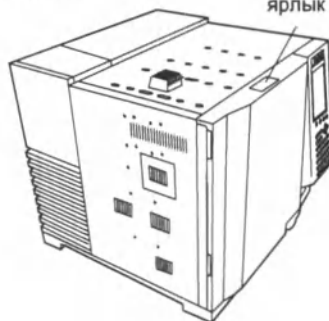


Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Отключите подачу водорода и закройте заглушками неиспользуемые подключения колонок, чтобы предотвратить накопление водорода и возможный взрыв.

Предупреждающий
ярлык

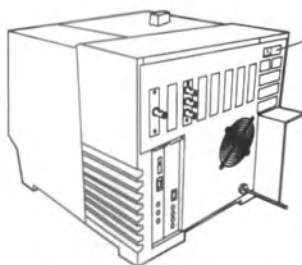




Опасно

ВЫХЛОП ГОРЯЧЕГО ВОЗДУХА

Держите термически неустойчивые материалы подальше от выхлопных отверстий.



Предупреждающий ярлык



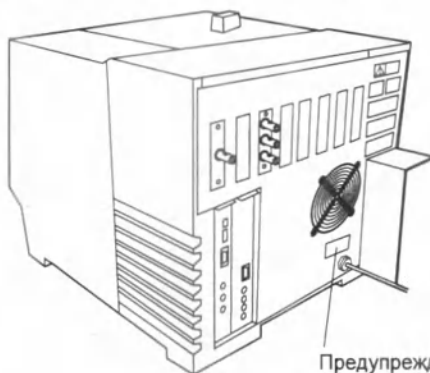
Обеспечьте пространство между задней крышкой и стеной не менее 50 см.



Опасно

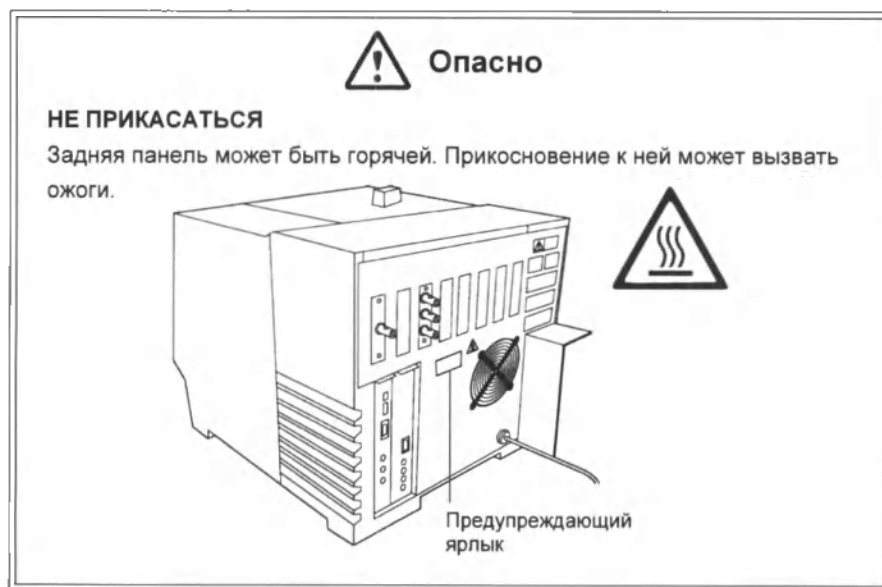
ВЫСОКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ

Перед тем, как снять крышку, отсоедините сетевой шнур. Для обслуживания обратитесь к квалифицированным исполнителям.



Предупреждающий ярлык





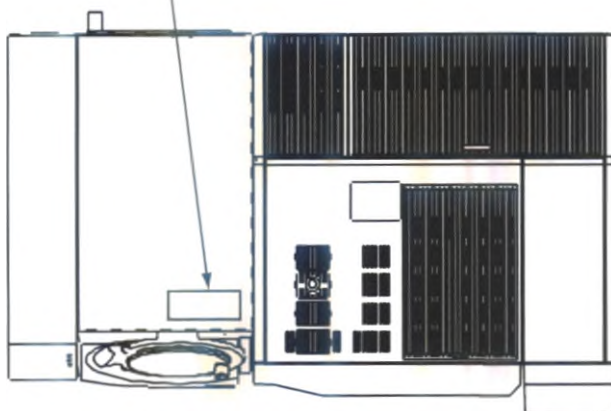


Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Если произойдет накопление водорода внутри вакуумной камеры, то он может воспламениться. При использовании водорода в качестве газа-носителя держите ручку передней дверцы полностью ослабленной за исключением времени запуска вакуумного насоса.

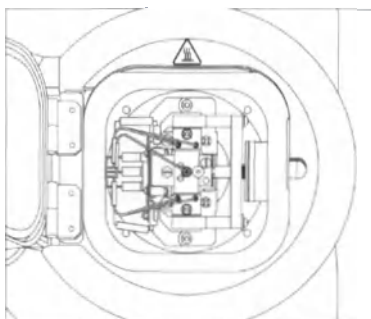
Предупреждающий
ярлык



Осторожно

ВЫСОКАЯ ТЕМПЕРАТУРА

Избегайте прикосновений к источнику ионизации, когда он нагрет.





Опасно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Если водород накопится в плохо вентилируемом пространстве, то он может взорваться.

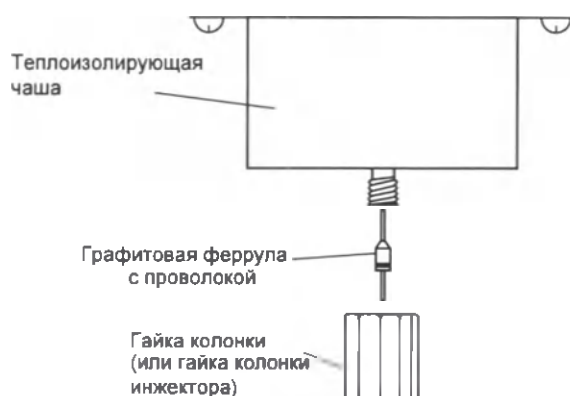
1. Правильно подключайте газовые линии. Если случайно подключить водородную трубку ко вводу воздуха, то произойдет утечка водорода в помещение. Во избежание неправильного подключения ввод воздуха на GC-2010 Plus оснащен правой резьбой, а ввод водорода - левой.
2. Пока прибор не используется, закрывайте главный вентиль баллона с водородом. Проверяйте главный вентиль на течь.
3. При каждом использовании прибора проверяйте наличие утечки газа вдоль всей линии потока от баллона с газом до внутреннего пространства прибора.
4. Во избежание взрыва при утечке водорода помещение, в котором установлен прибор, должно иметь хорошую вентиляцию. В этом помещении должно быть запрещено применение открытого огня.
5. По завершении анализов немедленно перекройте главный вентиль баллона с водородом. Затем обесточьте прибор и выполните обычную процедуру завершения работы.



Осторожно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ОБРАЩЕНИИ С ВОДОРОДОМ

Накопление водорода внутри термостата колонок может вызвать взрыв. Перекрывайте все неиспользуемые клапаны регулирования давления и всегда проверяйте плотность присоединения колонки.



Меры предосторожности при работе с газом высокого давления



Опасно

Для подачи газа-носителя используются газовые баллоны высокого давления. При работе с ними выполняйте следующее

1. Храните газовые баллоны в хорошо вентилируемом помещении за пределами помещения, в котором установлен прибор. Избегайте воздействия прямого солнечного света. Подавайте газ из баллонов на прибор по соответствующим линиям. Для горючих газов эта мера предосторожности предписана законом.
2. Не размещайте баллон высокого давления там, где температура может превысить 40 °C.
3. Для установки прибора используйте помещение с достаточной вентиляцией, а в процедуру ежедневного осмотра включите поиск утечек газа при помощи электрического детектора утечки газа. При использовании легковоспламеняющихся газов, таких как ацетилен и водород или поддерживающих горение газов, таких как кислород и закись азота, не курите и не используйте открытый огонь ближе 5 м от прибора. Установите и держите в рабочем состоянии эффективные огнетушители.
4. Закрепите баллон высокого давления на баллонной стойке или цепью, чтобы он не упал.
5. Убедитесь, что используемые редукционные клапаны имеют маркировку "не смазывать маслом". Также не используйте контактирующие с газом редукционные клапаны, трубки которых покрыты маслом.
6. По завершении работы с газом немедленно перекройте главный вентиль баллона.
7. Проверьте работоспособность манометров не реже 1 раза в три месяца.
8. Для обозначения работы с водородом можно использовать предупреждающие значки (алюминиевые самоклеящиеся шильдики). Сведения о них запросите у представителя Shimadzu. Эти значки поставляются бесплатно туда, где их наличие является обязательным.

При использовании баллонов высокого давления емкостью 300 м3 и более поставьте в известность об этом власти.

Обращайтесь к правилам и предписаниям закона, касающимся работы с газом высокого давления.

Меры для безопасного использования водорода в качестве газа-носителя



Опасно

Водород, используемый в газовых хроматографах в качестве газа-носителя, является взрывоопасным. Перед тем, как использовать GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE, внимательно прочтите о мерах безопасности в разделе "Безопасность при использовании водорода в качестве газа-носителя". Не забывайте выполнять приведенные в этом разделе меры предосторожности. Они важны для обеспечения безопасности. Меры предосторожности, касающиеся работы с водородом, также перечислены в руководстве пользователя к газовому хроматографу. Прочтите и их тоже.

Свойства водорода

Водород - это опасный газ, легко взрывающийся при неправильном обращении с ним. Если водород применяется в качестве газа-носителя, убедитесь, что вы осведомлены о его свойствах и правилах обращения с ним.

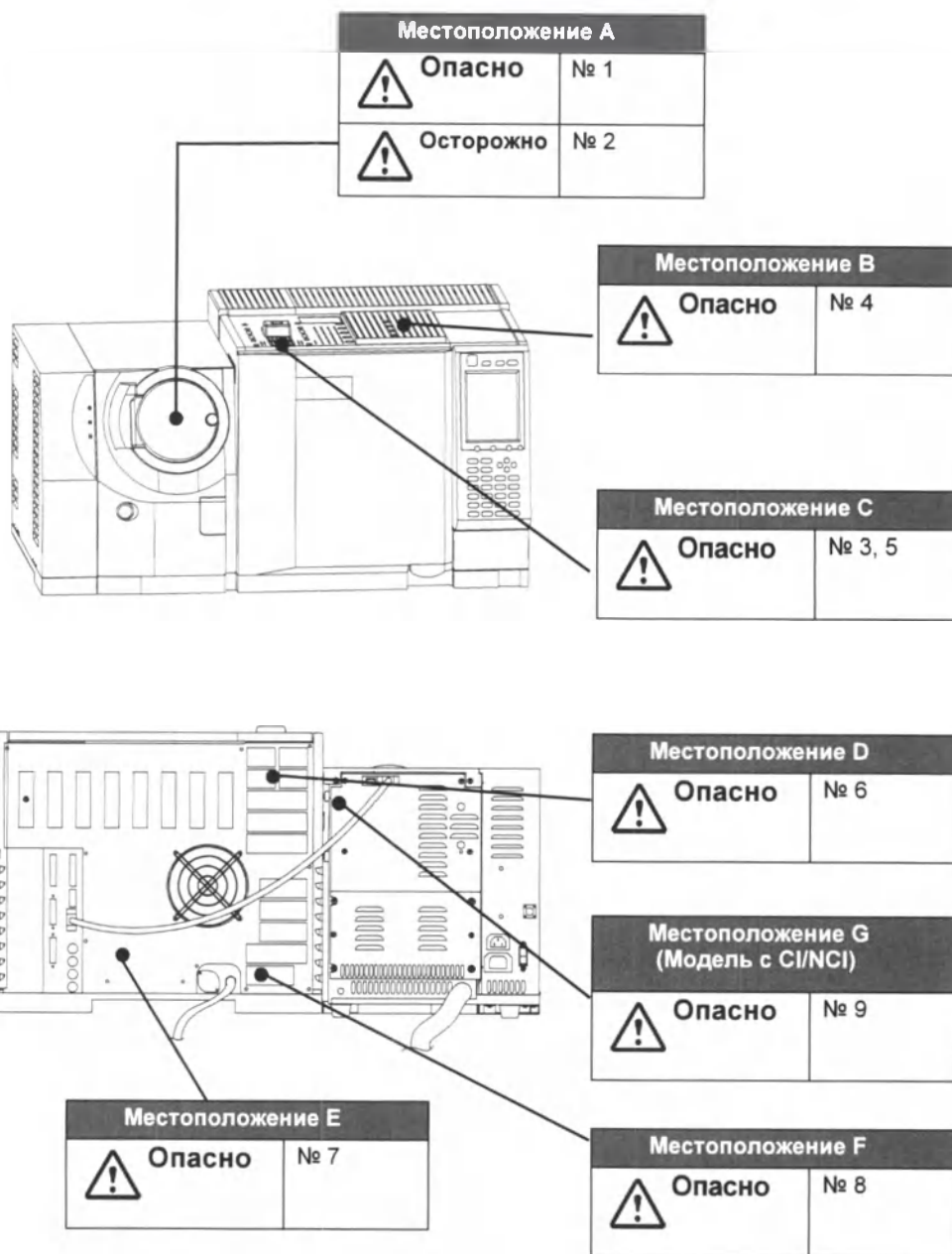
- Газ без цвета и запаха.
- Имеет широкие пределы возгорания, при смешении с воздухом возгорается в пределах от 4% об. до 75% об.
- Возгорается при приложении чрезвычайно малой энергии.
- Будучи легче воздуха, легко накапливается под потолком.
- Имея высокую скорость диффузии, легко смешивается с воздухом.
- При быстром распространении самовозгорается.
- Пламя при горении водорода не имеет цвета и легко разносится ветром.
- При смешении с галогенами, например, с хлором, под воздействием прямого солнечного света взрывается.

Сведения об остаточном риске

Остаточный риск - это риск, который нельзя устранить при конструировании и изготовлении.
Проверьте места расположения рисков на "Схеме остаточных рисков" и примите соответствующие меры защиты, описанные в "Списке остаточных рисков"

Схема остаточных рисков

Приведенные ниже "Местоположение" и "№" соответствуют таковым в "Списке остаточных рисков".
Подробнее см. в "Списке остаточных рисков"



Остаточные риски, не имеющие собственного местоположения		
⚠ Опасно	№ 10, 11, 12, 13	

Список остаточных рисков

Приведенные ниже "Местоположение" и "№" соответствуют таковым на "Схеме остаточных рисков". Правильно определите истинное "Местоположение" согласно "Схеме остаточных рисков". Кроме того, прочтите и уясните содержимое "Ссылки", чтобы предпринять правильные защитные меры.

Подготовка

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
1	А	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	Оставляйте ручку передней дверцы ослабленной, за исключением времени работы вакуумного насоса.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	При использовании водорода и остановленном насосе
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
2	А	 Осторожно Ожоги от нагретого источника ионизации	Перед выполнением технического обслуживания подождите, пока температура не упадет значительно.	Ссылка	С.201
				Категория работы	Техническое обслуживание
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
3	С	 Опасно Ожоги от нагретого инжектора	Если температура в процессе анализа высока, не прикасайтесь к инжектору или детектору. Перед выполнением технического обслуживания подождите, пока температура не упадет значительно.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Анализ Техническое обслуживание
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором		
4	В, без собственного местоположения	 Опасно Пожар вследствие размещения каких-либо предметов на приборе	Не помещайте на прибор никаких предметов.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
5	С	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	Когда водород не используется, отключите автоматическое управление потоком и перекройте главный вентиль газового баллона.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
7	Е	 Опасно Взрыв вследствие заполнения водородом	При работе с водородом обратитесь к Руководству по безопасности при использовании водорода в качестве газа-носителя.	Ссылка	Безопасность при использовании газа-носителя водорода
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
9	G	 Опасно Пожар вследствие утечки газа-реагента	При использовании газа-реагента на моделях с источниками ионизации CI/NCI проверяйте утечку газа.	Ссылка	Руководство по эксплуатации устройства для CI/NCI
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
10	Прочее	 Опасно Телесные повреждения органическими растворителями	При работе с растворителями надевайте защитные очки и перчатки.	Ссылка	-
				Категория работы	Пробоподготовка
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
11	Прочее	 Опасно Повреждения оборудования органическими растворителями	Не пользуйтесь органическими растворителями вблизи компьютеров или принтеров.	Ссылка	-
				Категория работы	Пробоподготовка
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе
12	Прочее	 Опасно Использование горючих спреев	Не пользуйтесь горючими спреями вблизи прибора.	Ссылка	-
				Категория работы	Обычная
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

Работа с прибором

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
6	D	 Опасно Возгорание огнеопасных объектов от нагретого воздуха	Не размещайте огнеопасные объекты вблизи выхлопных отверстий.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Анализ
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
13	Прочее	 Опасно Телесные повреждения органическими растворителями	При вводе проб в инжектор надевайте защитные очки.	Ссылка	-
				Категория работы	В процессе анализа
				Требуемые квалификация/образование	Квалифицированный сотрудник, обученный работе на приборе

Обслуживание

№	Место-положение	Описание	Защитные меры, предпринимаемые оператором	-	-
8	Е	 Опасно Поражение электрическим током высокого напряжения	Снимать основную крышку имеют право только сертифицированные сервис-инженеры.	Ссылка	Предупреждающие ярлыки
				Категория работы	Ремонт
				Требуемые квалификация/образование	Сотрудники сервисной службы

Информация о гарантии

Компания Shimadzu предоставляет на изделие следующую гарантию:

1. **Срок:** О длительности гарантийного срока спросите представителя Shimadzu.
2. **Описание:** Если в течение гарантийного срока обнаружится неисправность изделия или его частей по вине Shimadzu, то Shimadzu бесплатно отремонтирует или заменит их. Однако в случае изделий, обычно присутствующих на рынке в течение короткого периода времени, таких как компьютеры, их периферия и комплектующие, Shimadzu может оказаться не в состоянии подобрать идентичные изделия на замену.
3. **Ограничение ответственности:**
 1. Shimadzu ни при каких обстоятельствах не несет ответственность за утерю прибыли, дохода или данных или за фактические, не прямые, косвенные, неумышленные и присуждаемые в порядке наказания убытки, независимо от того, происходят ли они по теории ответственности, происходят от или связаны с использованием или невозможностью использования продукта, даже если компания Shimadzu была предупреждена о возможности подобных убытков.
 2. Ни при каких обстоятельствах ответственность Shimadzu, независимо от причины (по контракту, за правонарушение, включая небрежность или в любом другом случае) не превысит суммы, уплаченной за оборудование.
4. **Исключения:** Неисправности, вызванные нижеуказанными причинами, не входят в гарантию, даже если они произошли в течение гарантийного срока.
 1. Ненадлежащее обращение с изделием
 2. Ремонт или изменения конфигурации, выполненные не представителями компании Shimadzu или ее уполномоченными
 3. Использование прибора в сочетании с аксессуарами/устройствами или программными продуктами, не разрешенными компанией Shimadzu
 4. Компьютерные вирусы, приведшие к отказам оборудования и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение прибора
 5. Перебои в электроснабжении, в том числе отключение питания и внезапные падения напряжения, приведшие к порче прибора и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение прибора
 6. Отключение питания прибора без выполнения надлежащей процедуры выключения, приведшее к порче прибора и повреждению данных и программ, включая базовое программное обеспечение изделия
 7. Причины, не связанные с прибором
 8. Использование прибора в недопустимых условиях окружающей среды, таких как высокая температура, влажность, коррозирующие газы или сильная вибрация
 9. Пожары, землетрясения или другие стихийные бедствия, загрязнение радиоактивными или опасными веществами, а также другие форсмажорные обстоятельства, включая войны, бунты и преступления
 10. Перемещение и перевозка прибора после инсталляции
 11. Расходные материалы
Примечание: Носители информации, такие как дискеты и диски CD-ROM, считаются расходными материалами
 - * Если существует документ, такой как гарантийное обязательство, поставляемый с продуктом, или есть отдельный контракт об условиях гарантии, следует руководствоваться условиями этих документов.
 - * Для изделий в специальном исполнении и системных продуктов имеется отдельная гарантия.

Послепродажное обслуживание и доступность запасных частей

Послепродажное обслуживание

Если возникли проблемы с изделием, проведите осмотр и примите меры по устранению проблем, описанные в разделе о поиске и устранении неисправностей данного руководства. Если проблема сохранилась или признаки неисправности в указанном разделе не описаны, свяжитесь с представителем Shimadzu.

Доступность запасных частей

Запасные части для изделия будут доступны в течение семи (7) лет после прекращения выпуска изделия. Впоследствии эти части могут быть недоступны.

Обратите внимание, что некоторые детали прибора выпускает не Shimadzu. Для таких деталей после получения уведомления о прекращении их производства мы установим уровень их необходимости в течение вышеупомянутого периода времени и создадим запас. Однако в случае неверного установления количества или собственных обстоятельств изготовителя деталей, изготавливаемые не компанией Shimadzu детали могут оказаться недоступными в течение 7-летнего периода после прекращения выпуска изделия.

Осмотр и техническое обслуживание

Чтобы поддерживать рабочие характеристики прибора на должном уровне и получать достоверные данные измерений, необходимо проводить текущий и периодический осмотр, а также калибровку.

- За информацией о текущем осмотре и замене деталей обратитесь к разделу "3. Техническое обслуживание" настоящего руководства.
- Для проведения периодических осмотров и калибровки свяжитесь с представителем Shimadzu.
- Сроки периодической замены деталей указаны приблизительно.
Замена может понадобиться и раньше в зависимости от условий и частоты использования.

Утилизация

Чтобы утилизировать данное изделие, свяжитесь с представителем Shimadzu.

Если утилизация производится самим потребителем, то необходимо хранить изделие отдельно от обычных промышленных и бытовых отходов, а утилизацию производить в соответствии с действующими законами и правилами.

Меры по защите окружающей среды (WEEE)

Всем пользователям оборудования компании Shimadzu в Европейском Союзе:



Знак WEEE

Данный символ на оборудовании означает, что оно было продано после 13 августа 2005 года, и, следовательно, не может быть утилизировано совместно с обычным бытовым мусором. Обратите внимание, что данное оборудование предназначено только для промышленного (профессионального) применения.

По окончании срока службы оборудования свяжитесь с представителем компании Shimadzu. От него вы получите совет по возврату оборудования.

При вашем содействии мы рассчитываем уменьшить загрязнение отходами электронного и электрического оборудования и сохранить природные ресурсы путем повторного использования и переработки отходов.

Для получения дополнительной информации обращайтесь к сотрудникам сервисной службы компании Shimadzu.

Колебания напряжения сети

Всем пользователям оборудования компании Shimadzu в Европейском Союзе:

Данное оборудование можно подключать только к источникам электропитания с полным сопротивлением 0,1 Ом или менее. При необходимости узнайте полное сопротивление сети в энергоснабжающей организации.



Примечание

Если истинное полное сопротивление системы Z_{act} превосходит 0,1 Ом в точке подключения на территории потребителя, то энергоснабжающая организация может наложить ограничения на использование подключенного оборудования.



Примечание

Если истинное полное сопротивление системы Z_{act} сообщено пользователю или измерено им, то пользователь может использовать эту информацию для заявления о соответствии оборудования нормативам без уведомления энергоснабжающей организации.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	i
Обозначения, используемые в данном руководстве	ii
Инструкции по безопасности	iii
Меры для безопасного использования водорода в качестве газа-носителя	xx
Сведения об остаточном риске	xxi
Информация о гарантии	xxvii
Послепродажное обслуживание и доступность запасных частей	xxviii
Осмотр и техническое обслуживание	xxviii
Утилизация	xxviii
Меры по защите окружающей среды (WEEE)	xxix
Колебания напряжения сети	xxix
ОГЛАВЛЕНИЕ	xxx
 1 Обзор	 1
1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями	1
1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями	i
1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями	1
1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями по предусмотренному назначению	1
1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию	1
1.2 GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE	2
1.3 Особенности прибора	3
1.4 Названия компонентов системы	4
1.4.1 Аналитическая система ГХМС	4
1.4.2 Источник ионизации	6
1.4.3 Форвакуумный насос	6
1.5 Стандартные принадлежности	7
1.6 Обзор программного обеспечения	8
1.7 Блок-схема операций программного обеспечения	9
 2 Основные операции	 11
2.1 Введение	11
2.2 Основы работы на газовом хроматографе	12
2.2.1 Параметры прибора	12
2.2.2 Описание инжектора	12
2.3 Требования к газу	13

2.4	Запуск и остановка прибора	14
2.4.1	Запуск прибора.....	14
2.4.2	Остановка прибора	24
2.5	Ежедневные запуск и остановка	25
2.5.1	Ежедневная остановка	25
2.5.2	Ежедневный запуск	27
2.6	Замена колонки	28
2.6.1	Отключение вакуумной системы	28
2.6.2	Замена колонки	28
2.7	Конфигурация системы	36
2.7.1	Конфигурация системы	36
2.8	Проверка и настройка системы	38
2.8.1	Проверка системы	38
2.8.2	Настройка	51
2.8.3	Настройка на большие массы	55
2.9	Общие операции	57
2.9.1	Рабочие файлы	57
2.9.2	Открытие и сохранение файлов	60
2.9.3	Использование справки	62
2.9.4	Принцип системного управления	64
2.9.5	Системное управление	67
2.9.6	Шаблоны	77
3	Получение данных	79
3.1	Обзор	79
3.1.1	Окно "Получение данных для разработки методики анализа"	79
3.1.2	Окно "Получение данных"	81
3.1.3	Вспомогательная панель	82
3.1.4	Последовательность получения данных	83
3.2	Параметры создания метода	85
3.2.1	Параметры метода	85
3.2.2	Закладка "Автодозатор"	86
3.2.3	Параметры ГХ (Закладка "ГХ")	88
3.2.4	Параметры МС (Закладка "МС")	92
3.3	Настройки единичного анализа	97
3.3.1	Диалоговое окно "Имя образца"	97
3.4	Получение данных	100
3.4.1	Ожидание	100
3.4.2	Старт	100
3.4.3	Анализ данных	101
3.4.4	Остановка	101
3.5	Мониторинг прибора	102
3.5.1	Мониторинг прибора	102
4	Качественный анализ	103
4.1	Обзор	103
4.1.1	Окно "Качественный анализ данных"	103
4.1.2	Алгоритмы для проведения качественного анализа	104
4.2	Вывод на экран спектра	106
4.2.1	Отображение спектра	106
4.2.2	Усреднение спектра и работа с фоном	107
4.2.3	Отображение результатов математической обработки спектров	108

4.3	Интегрирование пиков.....	110
4.3.1	Ручное интегрирование пиков	110
4.3.2	Автоматическое интегрирование пиков.....	112
4.3.3	Ручные приемы.....	119
4.3.4	Интегрирование пиков при обработке серии анализов	121
4.4	Поиск по подобию	122
4.4.1	Поиск по библиотеке для отображаемого спектра	122
4.4.2	Повторный поиск по подобию при вычитании спектра	124
4.4.3	Занесение спектра в библиотеку.....	124
4.5	Печать результатов	125
4.5.1	Хроматограмма и спектр	125
4.5.2	Результаты поиска по подобию	126
4.5.3	Индивидуальный отчет	126
5	Количественный анализ	127
5.1	Обзор	127
5.1.1	Окно "Количественный анализ данных"	127
5.1.2	Алгоритм количественного анализа	131
5.2	Таблица компонентов	133
5.3	Создание градуировочных графиков	139
5.4	Проведение количественного анализа и подтверждение результатов	141
5.5	Поиск по подобию	144
5.5.1	Поиск по подобию для таблицы компонентов	144
5.5.2	Повторный поиск по подобию при вычитании спектра	147
5.5.3	Занесение спектра в библиотеку	147
5.6	Анализ неизвестных пиков	148
5.7	Группировка	149
5.8	Печать результатов	151
5.8.1	Градуировочный график	151
5.8.2	Индивидуальный отчет	151
6	Создание индивидуальных отчетов	153
6.1	Создание формата отчета	153
6.1.1	Окно "Отчет"	153
6.1.2	Панель инструментов отчета	154
6.1.3	Создание файла отчета	157
6.2	Использование файлов формата отчета	161
6.2.1	Как открывать файл отчета	161
6.2.2	Импортирование данных в файл формата отчета	161
6.2.3	Печать отчета	161
7	Непрерывный анализ	163
7.1	Обзор	163
7.1.1	Автоматическое получение данных и анализ данных	163
7.1.2	Автоматическая обработка данных	164
7.2	Автоматическое получение данных и анализ данных	165
7.2.1	Создание таблицы серии	165
7.2.2	Проведение непрерывного анализа	177
7.3	Автоматическая обработка данных	178
7.3.1	Создание таблицы серии	178
7.3.2	Проведение непрерывной обработки данных	180
7.4	Ошибки во время анализа серии	181

8	Обзор количественных результатов	183
8.1	Обзор	183
8.1.1	Окно "Обзор количественных результатов"	183
8.2	Основные операции в окне "Обзор количественных результатов"	184
8.2.1	Отображение списка количественных результатов для множества данных	184
8.2.2	Одновременное интегрирование пиков/количественный анализ для множества данных	186
8.2.3	Вывод списка количественных результатов в виде суммарного отчета	186
8.3	Работа с градуировочным графиком	187
8.4	Ручное интегрирование и идентификация пиков	188
8.5	Сохранение схемы окна "Обзор количественных результатов"	189
9	Обзор данных	191
9.1	Обзор	191
9.1.1	Окно "Обзор данных"	191
9.1.2	Как открыть файл данных	192
9.1.3	Изменение схемы ячеек	193
9.2	Работа с ячейкой хроматограммы	194
9.2.1	Установки отображенных хроматограмм	194
9.2.2	Работа с другими ячейками	194
9.2.3	Изменение масштаба	195
9.2.4	Печать изображения ячейки	196
9.3	Работа с ячейкой спектра	197
9.3.1	Показать спектр для выбранного времени удерживания	197
9.3.2	Вычитание спектра	197
9.3.3	Выполнение поиска по библиотеке для спектра	197
9.3.4	Работа с другими ячейками	198
9.3.5	Изменение масштаба	199
9.3.6	Печать изображения ячейки	199
9.4	Сохранение схемы окна "Обзор данных"	200
10	Обслуживание	201
10.1	Меры предосторожности	201
10.2	Замена филамента	202
10.2.1	Процедура замены филамента	203
10.3	Чистка ионного источника и отражающего электрода	205
10.3.1	Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода	206
10.3.2	Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода	208
10.3.3	Чистка ионного источника и отражающего электрода	211
10.3.4	Необходимые материалы	211
10.4	Обслуживание вакуумного насоса	212
10.4.1	Замена масла в роторном насосе	212
10.4.2	Обслуживание турбомолекулярного насоса	214
10.5	Чистка вентилятора	215

10.5.1	Чистка вентилятора	215
10.6	Проверка на герметичность	216
10.6.1	Проверка ГХ на утечку газа носителя	216
10.6.2	Проверка утечек в вакуумной системе МС	219
10.6.3	Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков	220
10.6.4	Проверка вакуума на течь с помощью петролейного эфира	221
10.7	Установка программного обеспечения	223
10.7.1	Перед установкой	223
10.7.2	Установка GCMSsolution	223
10.7.3	Удаление ПО GCMSsolution	232
10.8	Подключение ПК к прибору	236
10.8.1	Подключение ПК к прибору	236
10.8.2	Установка драйвера для МС	236
10.9	Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов	241
11	Диагностика неисправностей	243
11.1	Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению	243
11.1.1	Индикация статуса ошибки масс-спектрометра	243
11.1.2	Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution	244
11.1.3	Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы	245
11.1.4	Ошибки при включении филамента	246
11.1.5	Ошибки автонастройки и анализа	247
11.2	Защитные функции вакуумной системы	250
11.2.1	Обзор	250
11.2.2	Функционирование защиты	250
	Приложение А Обработка пиков и операции с масс-спектром	251
A.1	Параметры интегрирования и обработки пиков	251
A.1.1	Параметры интегрирования	251
A.1.2	Ширина	255
A.1.3	Наклон	256
A.1.4	Дрейф	257
A.1.5	Обработка плохо разделившихся пиков	259
A.1.6	T.DBL	260
A.1.7	Время разметки пиков	263
A.1.8	Временная программа разметки пиков	264
A.1.9	Минимальная площадь/высота	264
A.1.10	Сглаживание	265
A.2	Действия с масс-спектром	266
A.2.1	Коррекция фона масс-спектра (Вычитание)	266
A.2.2	Усреднение масс-спектра	266
A.2.3	Проведение действий с масс-спектром и поиска по библиотеке во время автоматической обработки	267
A.3	Функции и параметры поиска по библиотеке	268
A.3.1	Вычисления в процессе поиска по подобию	268
A.3.2	Функция предварительного поиска	268
A.3.3	Параметры поиска по библиотеке	269
A.3.4	Функции последующего поиска и поиска в обратном направлении	270
A.4	Идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка	271
A.4.1	ID номера	271
A.4.2	Идентификация пиков	271
A.4.3	Методы количественных вычислений	276
A.4.4	Калибровка	279
A.5	Диагностика неисправностей	282
A.5.1	Обработка пиков	282
A.5.2	Идентификация пиков	285

A.6	Выполнение измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью	286
A.6.1	m/z	286
A.6.2	Настройка процедуры измерений в режиме SIM	286
Приложение В	Вывод данных в формате PDF	289
B.1	Настройка вывода в PDF	289
B.1.1	Подготовка к выводу данных в формате PDF	289
B.1.2	Установка PostScript драйвера принтера	290
B.1.3	Закладка [PDF экспорт]	299
Приложение С	Спецификации	301
C.1	Характеристики	301
C.1.1	GCMS-QP2020	301
C.1.2	GCMS-QP2010SE	301
C.2	Оборудование	302
C.2.1	GCMS-QP2020	302
C.2.2	GCMS-QP2010SE	302
C.3	Рабочее место	303
C.3.1	ПК	303
C.3.2	Программное обеспечение	303
C.4	Требования к установке	305
C.4.1	Примеры установки	306
Приложение D	Расходные материалы и средства технического обеспечения	307
D.1	Список расходных материалов	307
D.1.1	GCMS-QP2020	307
D.1.2	GCMS-QP2010SE	312
D.1.3	Набор инструментов (опция)	316
D.1.4	Набор расходных материалов (опция)	317
Приложение E	Технические примечания	319
E.1	Характеристики вакуума	319
E.1.1	GCMS-QP2020	319
E.1.2	GCMS-QP2010SE	319
E.2	Коэффициент усиления детектора	320
E.3	Напряжение ионизации/ток излучения и срок службы филамента	321
E.3.1	GCMS-QP2020	321
E.3.2	GCMS-QP2010SE	321
Приложение F	Словарь терминов ГХМС	323
F.1	Сокращения	323
F.2	Словарь	324
Приложение G	Использование водорода и азота в качестве газа-носителя	339
G.1	Использование других газов помимо гелия	339
G.1.1	Присоединение линии газа к прибору	339
G.1.2	Настройки	339
G.1.3	Процедуры анализов	340
G.2	Предостережения при использовании водорода и азота в качестве газа-носителя	341
	Алфавитный указатель	I

1.1

1 Обзор

Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями.

В данной главе приведены сведения, касающиеся медицинского применения газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями (основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2020 или GCMS-QP2020ci или GCMS-QP2020nci или GCMS-QP2010SE).

1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями.

Специфическое медицинское назначение хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями:

Диагностика *in-vitro*: Ранняя диагностика онкологических заболеваний. Уточняющая диагностика наследственных нарушений обмена веществ.

Судебно-медицинская экспертиза: Скрининг и количественное определение токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в биологических образцах.

1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями.

Области применения газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями в соответствии с его видом — медицинское изделие для *in vitro* диагностики: онкология, акушерство и гинекология, педиатрия, наркология.

1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями по предусмотренному назначению.

Показания к применению газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями: предварительное диагностирование онкологических заболеваний, нарушения обмена веществ. Предположительное содержание токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в организме человека.

Противопоказания газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями: нет.

Возможные побочные воздействия газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями: не выявлены.

1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.

Виды исследуемых проб биологического материала: Кровь, сыворотка крови, плазма, моча, слюна, спинно-мозговая жидкость, пот.

Рекомендуемый способ получения и подготовки проб к исследованию: растворение отобранной жидкой пробы в смеси метанол:вода:хлороформ (2,5:1:1), центрифугирование, отбор супернатанта и его высушивание, триметилирование полученного сухого остатка. Готовая проба вводится в порт инъекции газового хроматомасс-спектрометра варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями.

1.2

➤ 1 Обзор

GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE

Этот раздел представляет обзор газового хроматомасс-спектрометра, варианты исполнения GCMS-QP2020 и GCMS-QP2010 с принадлежностями (далее - прибор). Прибор работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-QP2020 SYSTEM или GCMS-QP2020ci SYSTEM или GCMS-QP2020nci SYSTEM или GCMS-QP2010SE SYSTEM,
- модели для российского рынка: GCMS-QP2020 или GCMS-QP2020ci или GCMS-QP2020nci или GCMS-QP2010SE (далее: GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE).

Прибор представляет собой настольный газовый хроматомасс-спектрометр, предназначенный для высокочувствительного ГХМС анализа. Это аналитическое оборудование предназначено для получения масс-спектров для целей качественного анализа или идентификации неизвестных соединений, а также для проведения измерений в режиме мониторинга выбранных ионов (SIM) для количественного анализа следовых количеств вещества.



Рис. 1.1 GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE

Модель в стандартном исполнении включает следующие компоненты:

- Высокоэффективный газовый хроматограф GC-2010 Plus
- Дифференциальная вакуумная откачка турбомолекулярным насосом с роторным форвакуумным насосом
- Вакуумметр для контроля давления в камере
- Прямое соединение ГХ и МС при помощи интерфейса
- Источник ионизации электронным ударом (EI) с независимым температурным контролем
- Источник ионизации с двумя катодами и регулировкой по энергии электронов или току
- Квадрупольный масс-анализатор с префильтром
- Детектор - электронный умножитель с конверсионным диодом
- Блок питания и контур управления прибором

Управление GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE, получение и обработка данных осуществляется при помощи программного обеспечения GCMSsolution Ver. 4. Это ПО включает следующие функции:

- Управление GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE и периферийными устройствами (например, автодозатором), а также автоматическая регулировка прибора путем автонастройки
- Функции QA/QC, которые поддерживают точность получения данных и управление качеством
- Создание методик анализа
- Получение данных в режимах сканирования (Scan) и SIM
- Обработка данных качественного анализа, включающая отображение и обработку масс-спектра, а также поиск по библиотекам
- Обработка данных количественного анализа, включающая создание таблиц соединений, калибровочных кривых и расчет концентрации
- Настройка отчета по индивидуальным требованиям пользователя
- Последовательное получение данных/пакетная обработка информации

1.3

1 Обзор

Особенности прибора

В этом разделе описаны особенности функций и технических характеристик приборов GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE.

Высокая чувствительность

Квадрупольные системы фокусирования ионов для ГХМС обеспечивают в своем классе наивысшую чувствительность, значительно расширяя диапазон применения ГХМС.

Широкий диапазон масс

В случае GCMS-QP2020 анализ возможен до m/z 1090. В случае GCMS-QP2010SE анализ возможен до m/z 1000. Диапазон анализируемых соединений существенно увеличен.

Компактность

GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE даже с установленным автодозатором требует минимального пространства в лаборатории.

Интуитивно понятное управление

Поскольку ПО является интуитивно понятным, то даже начинающие пользователи ГХМС могут получать и анализировать данные, а также создавать отчеты в операционной системе, подобной Windows. Функции QA/QC отвечают за поддержание прибора в надлежащем состоянии и управляют точностью получения данных.

Многокомпонентный анализ

Высокая чувствительность GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE позволяет проводить анализ большого числа соединений в режиме SIM. Ионы можно одновременно регистрировать на 64 каналах (max). Анализ с высокой чувствительностью можно выполнить для большого числа соединений, поскольку установки деления по времени могут быть заданы для 128-ми групп, в каждой из которых до 64 каналов.

Режим энергосбережения

Эко-режим позволяет снизить потребление энергии в режиме ожидания на 26,2 % для GCMS-QP2020 и на 27,3 % для GCMS-QP2010SE по сравнению с обычным режимом. (20 рабочих дней в месяц, 6 рабочих часов в день, 18 часов в режиме ожидания в день. В режиме ожидания температура термостата колонок составляет 100 °C.)



1.4

1 Обзор

Названия компонентов системы

Данный прибор состоит из газового хроматографа (ГХ), масс-спектрометра (МС), форвакуумного насоса, персонального компьютера (ПК) с монитором, принтером и другими опциями. Для подробного описания функций газового хроматографа GC-2010 Plus обратитесь к отдельному руководству пользователя для GC-2010 Plus.

1.4.1 Аналитическая система ГХМС



Рис. 1.2 Вид спереди



Рис. 1.3 Вид сзади

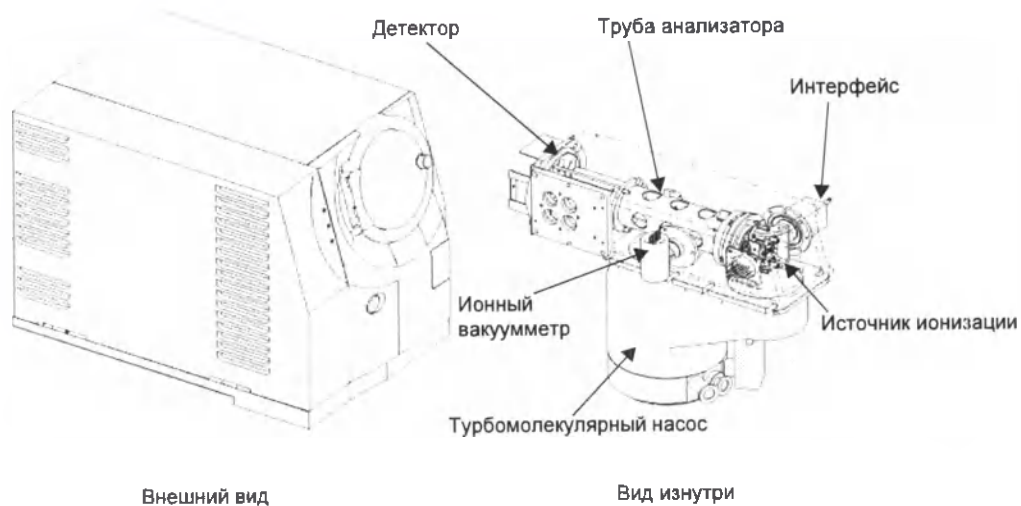


Рис. 1.4 GCMS-QP2020

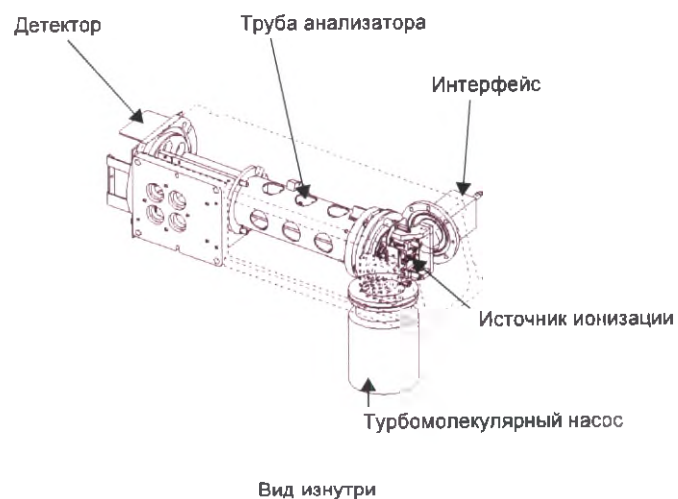


Рис. 1.5 GCMS-QP2010SE

1.4.2 Источник ионизации

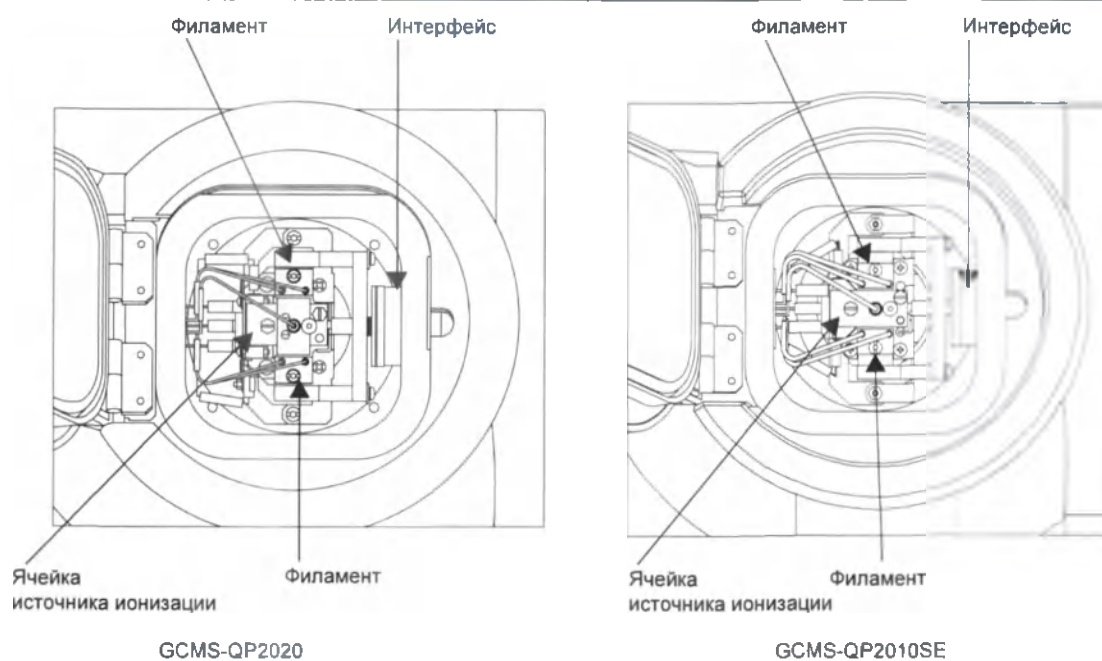


Рис. 1.6 Источник ионизации

1.4.3 Форвакуумный насос

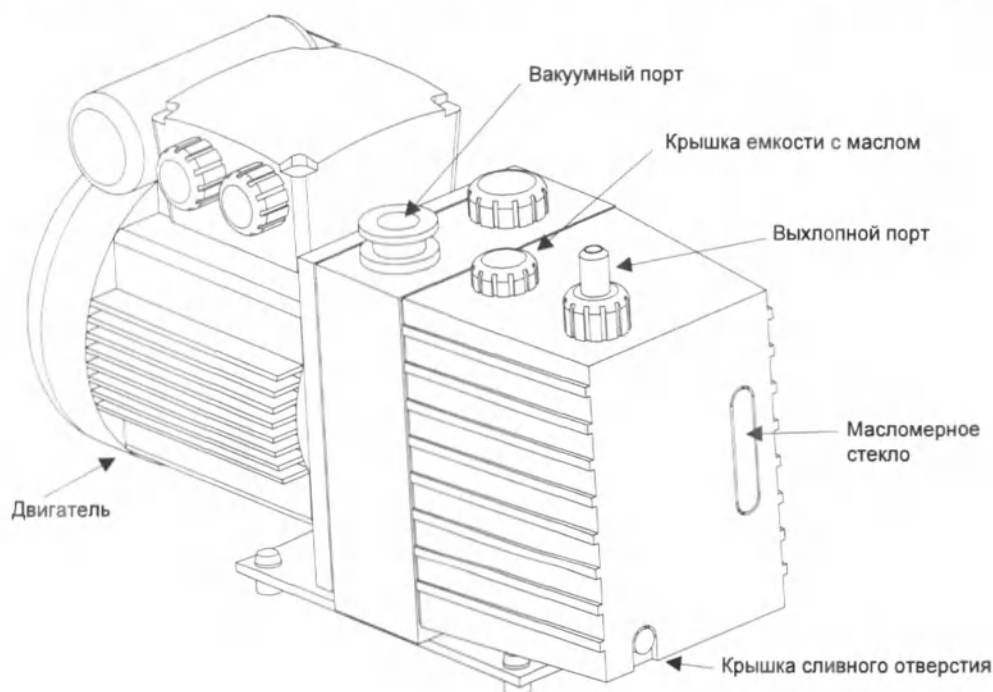


Рис. 1.7 Форвакуумный насос

1.5

➡ 1 Обзор

Стандартные принадлежности

Вместе с главным модулем ГХМС поставляются следующие стандартные принадлежности к газовому хроматографу GC-2010 Plus.

Наименование детали	Номер детали	Кол-во
Кабель, USB	S088-50825-30	1
Кабель, RS232C	S088-50906-11	1
Крышка интерфейса	S225-11674	1
Трубка из ПВХ	S016-31331	1
Хомут на шланг	S037-61019	2
Крышка инжектора	S221-43597-01	1
Трубка ввода воздуха, с очисткой*	S221-72658-91	1

О комплекте расходных материалов (опция) см. Приложение D.1.4 "Комплект расходных материалов (опция)" на с. 317.

* Не включена для модели GCMS-QP2010SE.

1.6

1 Обзор

Обзор программного обеспечения

В этом разделе приведен обзор ПО GCMSsolution.

GCMSsolution - это программное обеспечение, работающее в операционной системе Windows, которое используется для управления приборами GCMS-QP2020 или GCMS-QP2010SE, автодозатором и всеми другими периферийными модулями. С его помощью осуществляется получение аналитических данных, качественный анализ, количественный анализ и создание отчетов.

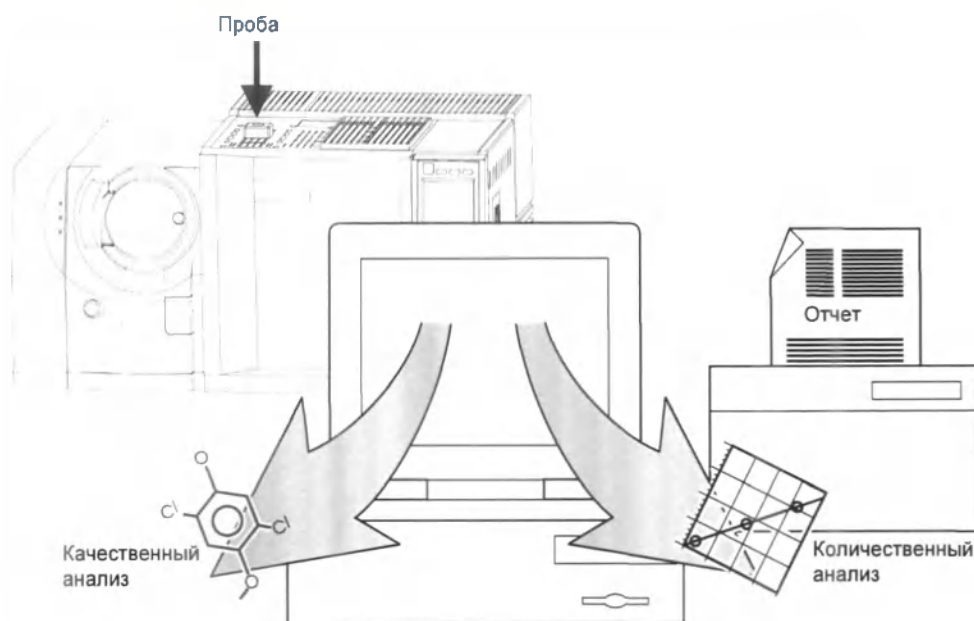


Рис. 1.8 Функции программного обеспечения

Программа использует команды, общие для операционных систем Windows XP и Windows Vista. Перед началом работы внимательно изучите руководство к соответствующей операционной системе. Настоящее руководство следует изучать уже после получения знаний о работе в операционной системе Windows (например, таких как открытие и сохранение файлов).

Блок-схема операций программного обеспечения

На данной блок-схеме представлен основной порядок операций ПО GCMSsolution. Там, где это необходимо, приведен список глав, в которых описаны соответствующие процедуры управления программным обеспечением.

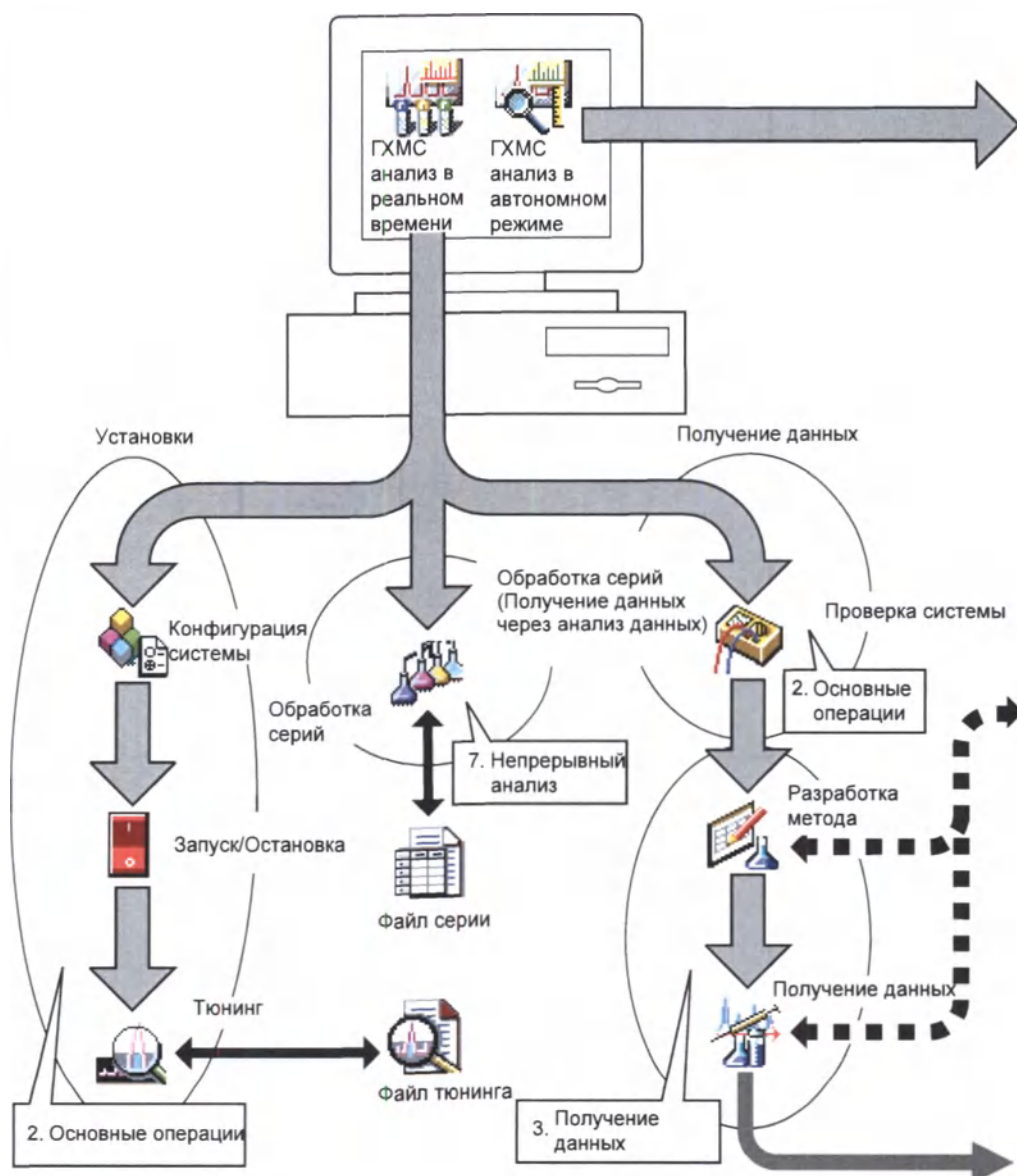


Рис. 1.9 Блок-схема операций программного обеспечения (часть 1)

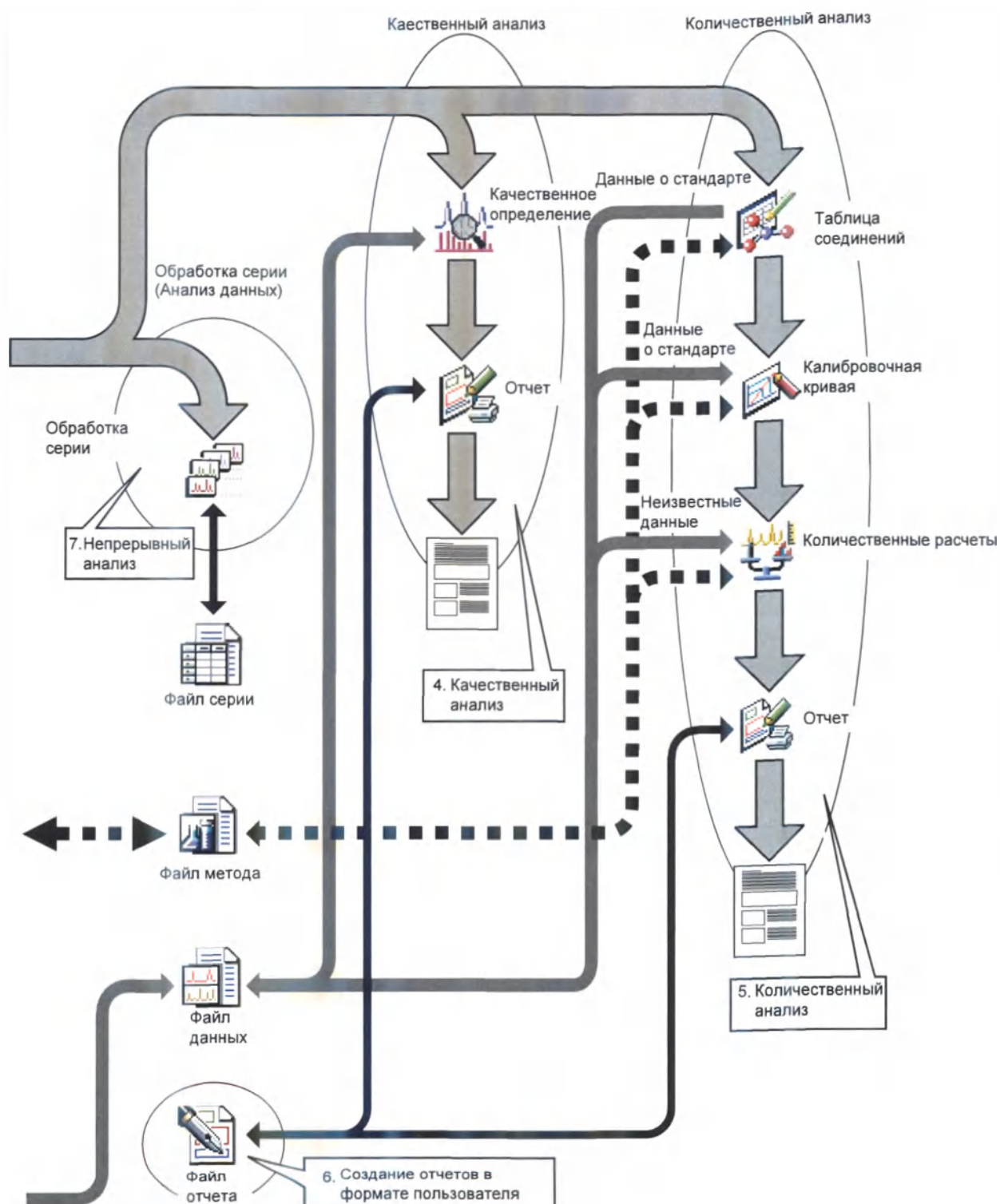


Рис. 1.10 Блок-схема операций программного обеспечения (часть 2)

2.1 Введение

В этом разделе описаны следующие основные рабочие процедуры GCMSsolution:

- Основы работы на газовом хроматографе
- Требования к газу
- Запуск и остановка прибора
- Ежедневные запуск и остановка
- Замена колонки
- Конфигурация системы
- Проверка и тюнинг системы
- Общие операции

Понимание этих пунктов является абсолютно необходимым условием для работы на GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE и программном обеспечении GCMSsolution .

2 Основные операции

2.2 Основы работы на газовом хроматографе

Информацию, касающуюся работы на газовом хроматографе GC-2010 Plus, можно найти в соответствующем руководстве пользователя. Обратите внимание, что стандартные процедуры для работы на GC-2010 Plus могут отличаться от описанных ниже.

2.2.1 Параметры прибора

Параметры прибора GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE включая температуру и давление в системе ГХ, можно задать с ПК. Параметры прибора сохраняются в файле, называемом "файлом метода". Файлы метода можно сохранить на жестком диске, а сохраненные параметры загружать в программное обеспечение. Подробнее о файлах метода см. в Разделе 2.9.1 "Управление файлами", страница 57.

Параметры ГХ можно задать непосредственно с клавиатуры или из файла метода на ПК.

2.2.2 Описание инжектора

В системе ГХМС необходимо предотвращать попадание воздуха в газ-носитель. Поддержание чистоты газа-носителя способствует следующему:

1. Предотвращение износа капиллярной колонки.
2. Продление срока службы филамента масс-спектрометра и ионного источника.
3. Минимизация фонового шума анализатора.

Для предотвращения попадания воздуха в газ-носитель на GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE для уплотнения стандартного инжектора используется уплотнитель из золота (Au), как это показано на схеме ниже.



Рис. 2.1 Инжектор

2.3 Требования к газу

В этом разделе описан газ-носитель, используемый в данной системе. Для обеспечения безопасной работы и поддержания рабочих характеристик прибора необходимо придерживаться нижеследующей спецификации:

- Газ-носитель: Гелий

Давление подачи: 300 - 980 кПа

Чистота: 99,995 % или выше, при этом концентрация кислорода O_2 должна быть менее 3 ppm об.

- Диапазон установки давления и расхода на ГХ изменяется в зависимости от давления подачи. Обычно необходимым уровнем давления подачи газ является 700 - 800 кПа.
- Для некоторых дополнительных принадлежностей может понадобиться газ, отличный от вышеуказанного.

За дополнительной информацией обратитесь к руководству для соответствующей принадлежности.

- Для некоторых приложений, например для агрохимического анализа, может понадобиться гелий большей чистоты (99,999 - 99,9999 %).



Примечание

Любое попадание воздуха в линию подачи газа ухудшит его качество и может отразиться на рабочих характеристиках системы. Подаваемый на линию ГХ гелий должен соответствовать заданной чистоте или превосходить ее. Использование газа меньшей чистоты может ухудшить рабочие характеристики системы.

2 Основные операции

2.4 Запуск и остановка прибора

В этом разделе описано, как запускать и останавливать установленный прибор.

2.4.1 Запуск прибора

1. Включите ток газа-носителя.

- (1) Удостоверившись, что газом-носителем является гелий с чистотой не менее 99,995 %, проверьте, что линии газа-носителя подключены так, как показано на схеме ниже.
- (2) Откройте главный вентиль на газовом баллоне.
- (3) Проверьте, что давление подачи или давление на вводе газа-носителя в ГХ составляет 300 - 980 кПа (около 3 - 9,8 кг/см²).



Примечание

При замене газовых баллонов убедитесь, что утечек в местах соединений газовых баллонов нет утечки.

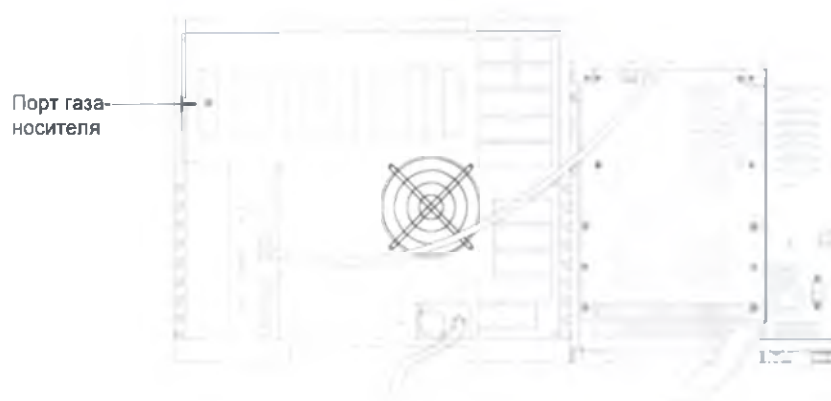


Рис. 2.2 Ввод газа-носителя

2. Осмотрите стеклянный лайнер инжектора (см. подробное описание ниже), чтобы определить его пригодность к использованию.

(1) Удерживая гайку септы, снимите гайку лайнера с инжектора. Потяните гайку септы вверх и снимите ее.

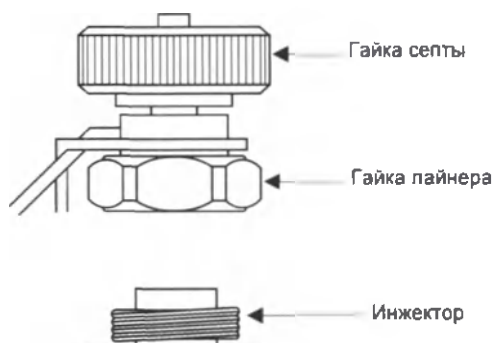


Рис. 2.3 Гайка инжектора в сборе



Осторожно

При удалении гайки лайнера необходимо удерживать гайку септы. Если вы снимете гайку лайнера без удерживания гайки септы, то она зацепится за трубку. Гайка септы ударит по лайнеру и разобьет его.



- (2) Пинцетом выньте лайнер и проверьте, что он подходит для выполнения поставленной задачи (см. рис. ниже). Проверьте, что кварцевая вата чистая и расположена в нужном положении.

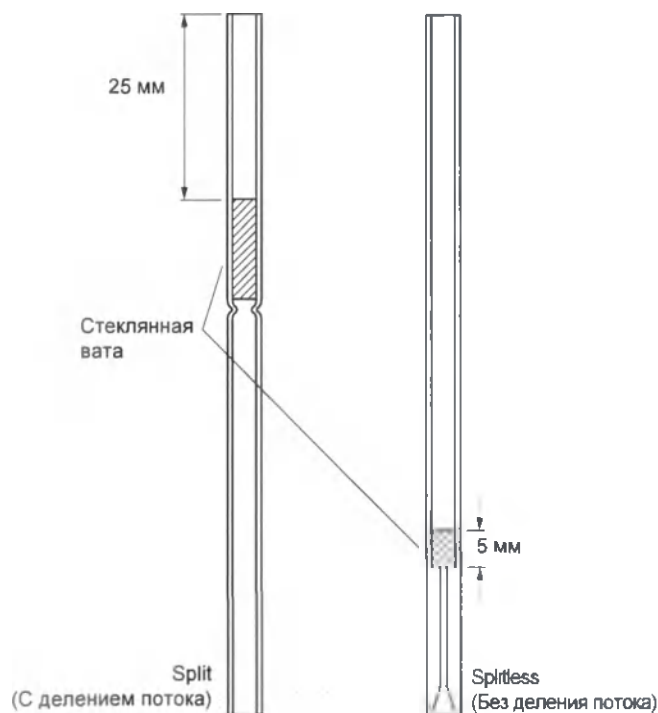


Рис. 2.4 Набивка лайнеров

- (3) Если кварцевая вата загрязнена, то удалите ее и очистите либо замените ее. Вставьте нужное количество кварцевой ваты в лайнер в указанном положении. Для ввода с делением потока понадобится около 10 мг ваты, без деления потока - около 2 мг ваты.

- (4) Установите лайнер и графитовую ферулу так, как указано ниже. При необходимости см. схему инжектора выше.
- а) Временно надвиньте уплотнительное кольцо на лайнер так, чтобы оно было примерно в 4 мм от его верха, как показано на схеме ниже. Вставляйте лайнер в инжектор, пока он не коснется его дна. Правильно установленное уплотнительное кольцо будет находиться в 3 мм от верха лайнера.
 - б) Наденьте гайку инжектора в сборе на лайнер.
 - в) Туго и аккуратно затяните гайку прилагаемым шестигранным ключом.

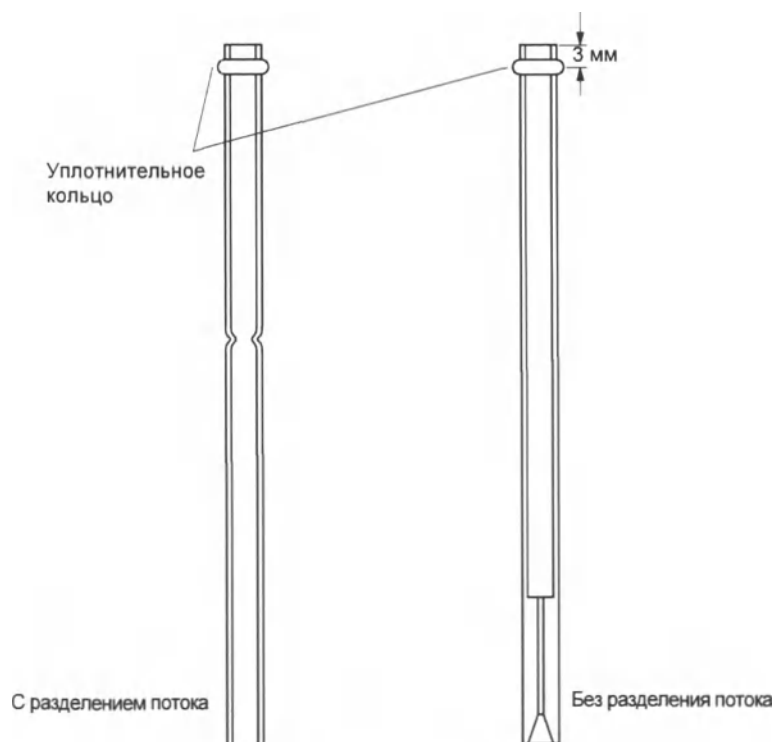


Рис. 2.5 Установка уплотнительного кольца

3. Установите держатель колонки и капиллярную колонку.

Установка держателя колонки

Вставьте держатель колонки в отверстия следующим образом:

- (1) Сожмите петли на верхней части держателя так, чтобы держатель можно было вставить в отверстия. Стандартно колонка размещается на задней стороне держателя. Если устанавливаются две колонки, то одну колонку размещают на передней стороне, а другую - на задней.

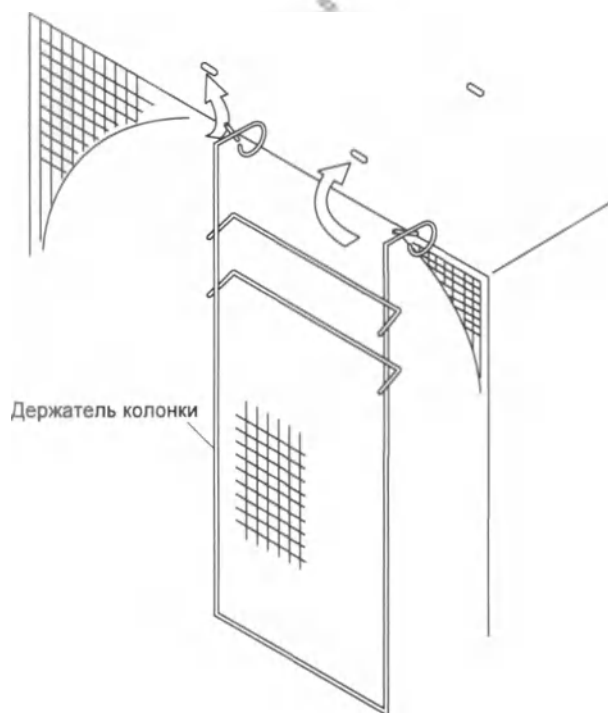


Рис. 2.6 Присоединение колонки к держателю

Присоединение капиллярной колонки к инжектору

- (1) Пропустите капиллярную колонку через ферулу из вспененной резины и гайку. См. Рис. 2.7 "Использование остнастки для установки колонок".
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в остнастку для установки колонок (P/N 225-01453-95), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца остнастки, как показано на Рис. 2.7 "Использование остнастки для установки колонок". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
- (3) Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. 2.8 "Пометка колонки липкой лентой".
- (4) Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из остнастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в инжектор и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если ферула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если ферула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
- (5) Удалите ленту, использованную для пометки колонки.

Наименование детали	Номер детали
Ферула из веспела	S670-15003-03 (для колонок 0,25 мм) (опция)
	S670-15003-04 (для колонок 0,32 мм) (опция)
	S670-15003-07 (для колонок 0,53 мм) (опция)
Остнастка для установки колонок	S225-01453-95 (опция)
Гайка	S670-11009 (опция)
Резак для капиллярных колонок	S221-50595-91 (опция)

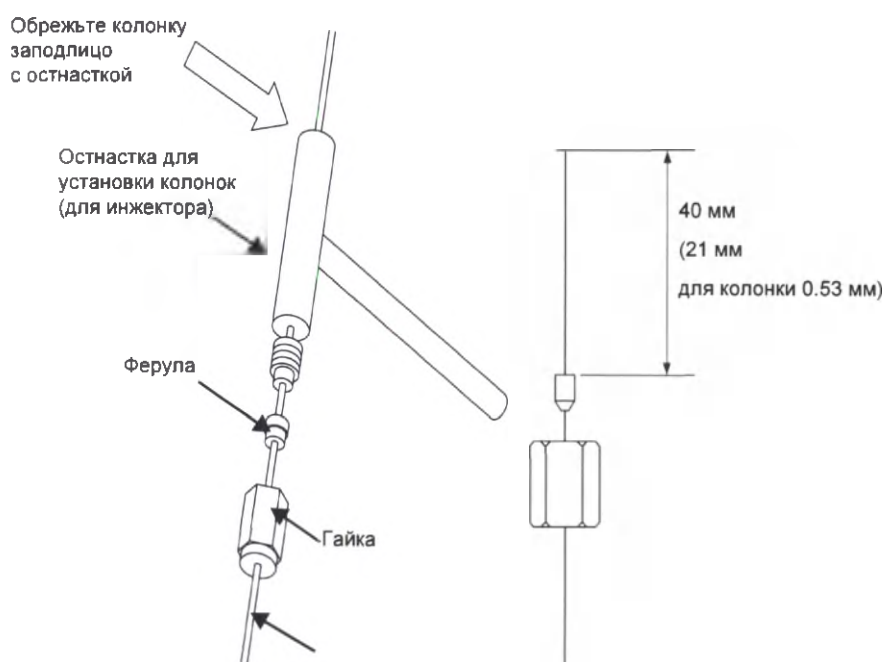


Рис. 2.7 Использование остнастки для установки колонок



Примечание

Графитовая ферула обжимается остнасткой и становится неотделимой от колонки, а ферула из веспела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под ферулой из веспела и гайкой. Не забудьте после установки удалить ленту.



Рис. 2.8 Пометка колонки липкой лентой

Присоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру

- (1) Пропустите капиллярную колонку через ферулу из вспела и гайку. См. Рис. 2.9 "Использование остнастки для установки колонок".
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в остнастку для установки колонок (P/N S225-01453-94), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца остнастки, как показано на Рис. 2.10 "Присоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
- (3) Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. 2.11 "Пометка колонки липкой лентой".
- (4) Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из остнастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в интерфейс масс-спектрометра и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если ферула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если ферула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
- (5) Удалите ленту, использованную для отметки колонки.



Рис. 2.9 Использование остнастки для установки колонок

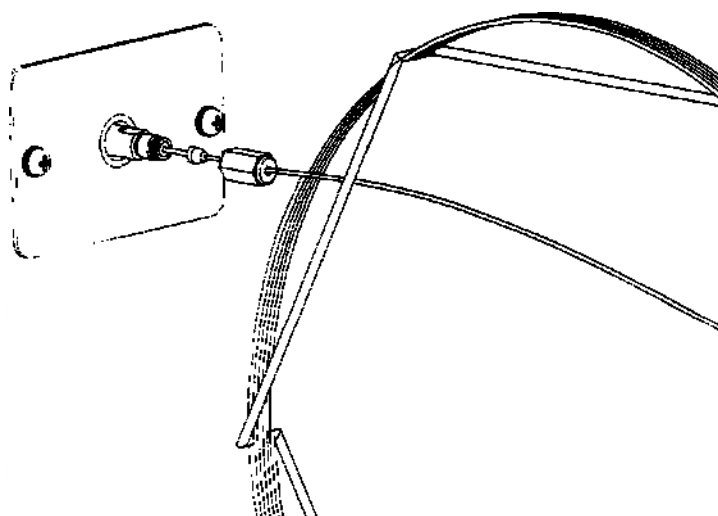


Рис. 2.10 Присоединение капиллярной колонки к масс-спектрометру



Примечание

Чтобы снизить фоновый шум, для присоединения колонки к масс-спектрометру всегда используйте ферулу из веспела. Графитовая ферула обжимается остнасткой и становится неотделимой от колонки, а ферула из веспела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под ферулой из веспела и гайкой. Не забудьте после установки удалить ленту.

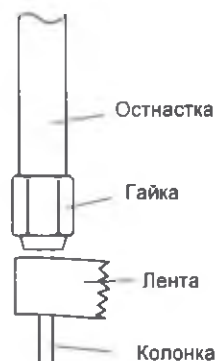


Рис. 2.11 Пометка колонки липкой лентой

4. Включите прибор.

- (1) Проверьте, что управляющий прибором прерыватель включен, и включите ГХ.
- (2) Включите компьютер, монитор и принтер, а затем запустите Windows.
- (3) Включите масс-спектрометр. Загорится светодиодный индикатор включения в верхнем левом углу масс-спектрометра.

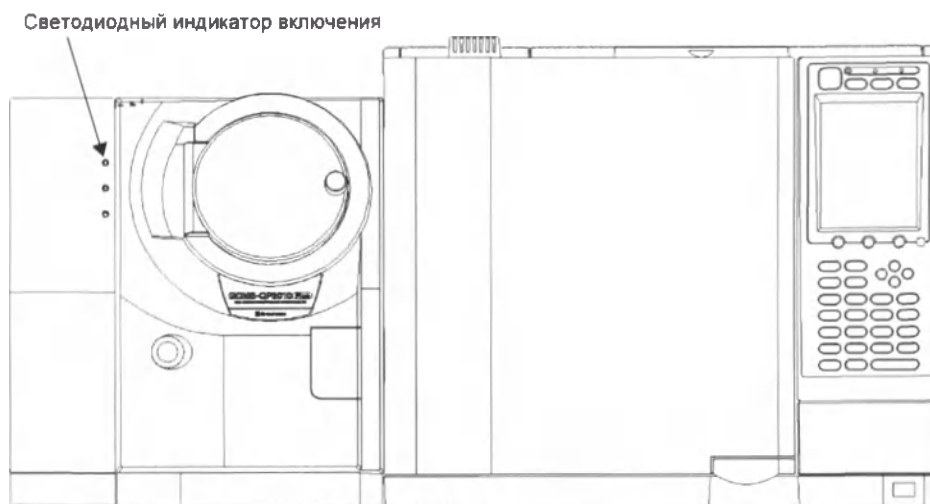


Рис. 2.12 Запуск масс-спектрометра

5. Запустите ПО GCMSsolution.

- (1) Дважды кликните по значку **GCMS Real Time Analysis** (ГХМС анализ в реальном времени).
Появится диалоговое окно "Login" (Регистрация).



Рис. 2.13 Диалоговое окно "Login"

- (2) Введите имя пользователя и пароль. При первом запуске ПО используйте имя по умолчанию "Admin" (Администратор), а пароль не вводите.
После ввода нужной информации кликните по кнопке **OK**.
Будет запущена программа "GCMS Real Time Analysis" (ГХМС анализ в реальном времени).

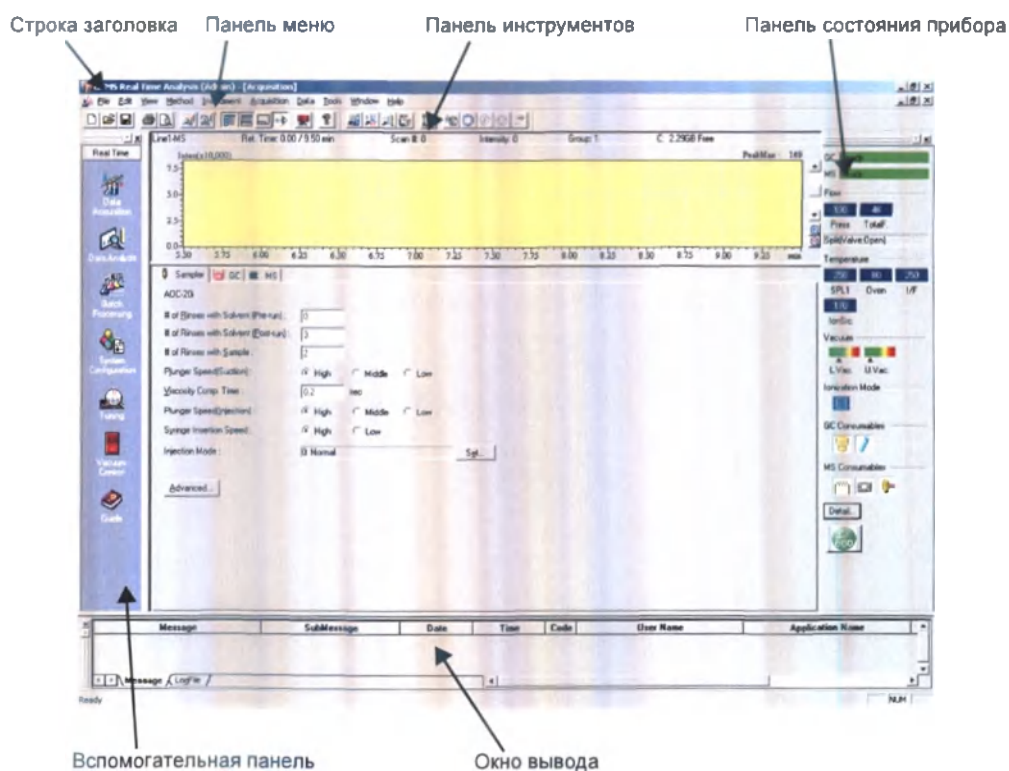


Рис. 2.14 Программа "GCMS Real Time Analysis"

6. Запустите вакуумную систему



Осторожно

Если прибор был выключен в течение продолжительного времени, а температура окружающей среды низка, то масло в форвакуумном насосе может стать очень вязким. Если вязкость масла высокая, а форвакуумный насос работает, то нагрузка на двигатель насоса чрезмерно возрастает. От этого может сработать прерыватель главного контура электропитания (на задней панели прибора, см. [Раздел 1.3.1 "Аналитическая система ГХМС", страница 3](#)) и прибор выключится. Если прибор был выключен и находился при низкой температуре окружающей среды, то увеличьте температуру окружающей среды и запустите прибор после того, как температура форвакуумного насоса достигнет по меньшей мере минимально требуемого уровня (18 °C).



Осторожно

Перед запуском вакуумной системы убедитесь, что ручка на передней дверце масс-спектрометра плотно закрыта.



Осторожно

После запуска вакуумной системы ослабьте ручку на передней дверце масс-спектрометра. В противном случае существует вероятность не открыть ее после отключения прибора.

- (1) Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом).

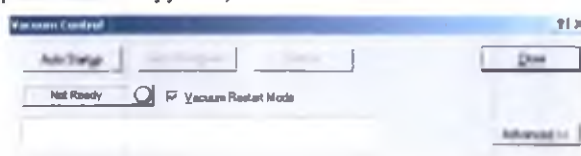


Рис. 2.15 Диалоговое окно "Vacuum Control"

- (2) Кликните по кнопке **Auto Startup** (Автоматический запуск). Начинает мигать индикатор запуска, отображается индикатор выполнения и запускается стартовая последовательность. Различные компоненты запускаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система будет готова к работе, на индикаторе выполнения отобразится "Completed." (Завершено).

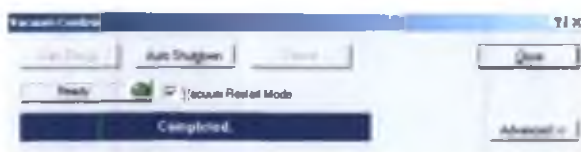


Рис. 2.16 Запуск вакуумной системы завершен

- (3) Закройте диалоговое окно "Vacuum Control".

2.4.2 Остановка прибора

1. Остановите вакуумную систему.

- (1) Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом). 
- (2) Кликните по кнопке **Auto Shutdown** (Автоматическое отключение).
Начинает мигать индикатор выключения, отображается индикатор выполнения и запускается последовательность выключения. Различные компоненты отключаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система отключится, на индикаторе выполнения отобразится "Completed." (Завершено).



Рис. 2.17 Отключение вакуумной системы завершено

- (3) Закройте диалоговое окно "Vacuum Control".

2. Выйдите из ПО GCMSsolution.

- (1) В меню File (Файл) выберите Exit (Выйти). Появится сообщение с запросом на подтверждение выхода.

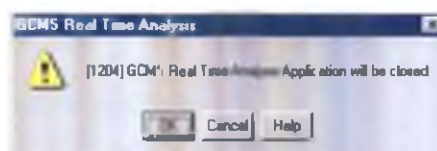


Рис. 2.18 Подтверждение выхода из GCMSsolution

- (2) Чтобы выйти из ПО GCMSsolution, кликните по кнопке **ОК**.

3. Отключите электропитание и прекройте подачу газа-носителя.

- (1) Отключите компьютер, монитор и принтер.
- (2) Отключите хроматограф.
- (3) Отключите масс-спектрометр.
- (4) Прекройте главный вентиль баллона с газом-носителем.

2 Основные операции

2.5 Ежедневные запуск и остановка

Если прибор используется ежедневно, то для быстрого достижения правильных условий анализа вакуумную систему следует после каждого использования прибора оставлять включенной, а не выключать и запускать заново. В этом разделе описано, как задать параметры выключения таким образом, чтобы прибор оставался в режиме ожидания, а также приведено описание того, как выполнить остановку.

2.5.1 Ежедневная остановка

Задайте параметры отключения

1. В меню Tools (Инструменты) выберите Shutdown (Остановка), чтобы открыть диалоговое окно "Ecology Settings" (Экологические настройки).

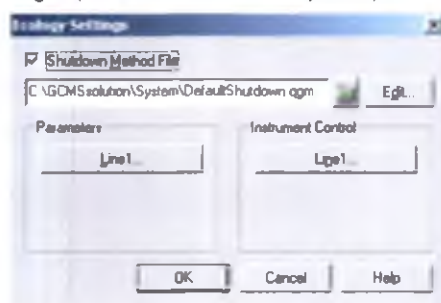


Рис. 2.19 Диалоговое окно "Shutdown"

2. В текстовом блоке Shutdown Method File (Файл метода остановки) введите имя файла, загружаемого для выполнения остановки прибора. Чтобы изменить установки этого метода, кликните по кнопке **Edit** (Редактировать) и установите новые параметры в открывшейся программе "GCMS Analysis Editor" (Редактор ГХМС анализа).
3. В пункте Parameters (Параметры) кликните по кнопке **Line 1** (Линия 1), чтобы открыть диалоговое окно "Line 1".

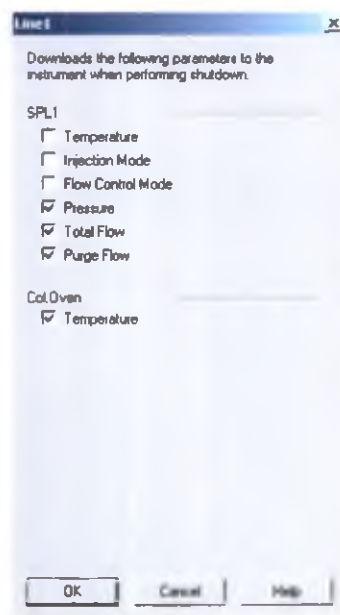


Рис. 2.20 Диалоговое окно "Line 1"

4. Выберите, какие из параметров метода остановки следует загрузить на прибор, и кликните по кнопке OK. Только те параметры, для которых проставлены галочки, будут загружены при остановке прибора.
5. Введите необходимые параметры для используемого оборудования в диалоговые окна "Line 2" (Линия 2) и "Additional Heater / Flow" (Дополнительный нагреватель/ Поток).
6. Кликните по кнопке **Line 1** в Instrument Control (Управление прибором), чтобы открыть диалоговое окно "Line 1".

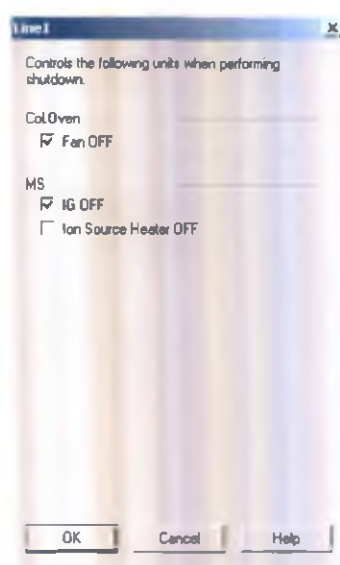
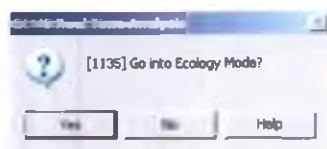


Рис. 2.21 Диалоговое окно "Line 1"

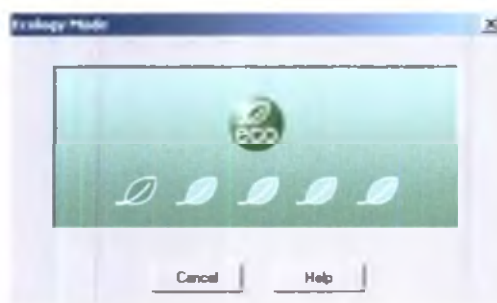
7. Выберите параметры, отключаемые при остановке прибора, и кликните по кнопке OK. Только те параметры, для которых проставлены галочки, будут отключены при остановке прибора.
8. Подобным же образом выполните нужные установки в диалоговом окне "Line 2".
9. В диалоговом окне "Ecology Settings" кликните по кнопке OK.

Выполните отключение

1. Кликните по значку Ecology Mode (Экологический режим) панели состояния прибора в программе "GCMS Real Time Analysis". Появится сообщение с запросом, включать ли режим Ecology mode.



2. Кликните Yes. На прибор будут загружены установки диалогового окна "Ecology Settings" (Экологические установки), а прибор перейдет в режим Ecology mode. При выполнении режима Ecology mode откроется диалоговое окно "Ecology Mode". Прочие операции программы "GCMS Real Time Analysis" можно будет выполнять только после отмены режима Ecology mode.



2.5.2 Ежедневный запуск

Если вакуумная система уже работает, например, после выполнения процедуры ежедневной остановки, то выполните описанную ниже процедуру.

1. В диалоговом окне "Ecology Mode" кликните Cancel. Прибор автоматически вернется в то состояние, в котором он был перед входом в режим Ecology mode.



Примечание

Если ПК находится в энергосберегающем режиме, то сначала отмените этот режим, а затем отмените режим Ecology mode.



Примечание

Пока программа [GCMS Real Time Analysis] работает, не подключайте и не отключайте никакие USB устройства (например, устройства памяти или принтеры), а также не переключайте выключатель электропитания. Это может нарушить связь.

2 Основные операции

2.6 Замена колонки

В этом разделе описано, как заменить колонку в случае, если ухудшились ее характеристики, или если нужно установить другую колонку, более подходящую для выполнения поставленной задачи. Если установить колонку неправильно, то может быть нарушен вакуум в системе.

2.6.1 Отключение вакуумной системы

1. Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом).
2. Кликните по кнопке **Auto Shutdown** (Автоматическое отключение).
Начинает мигать индикатор выключения, отображается индикатор выполнения и запускается последовательность выключения. Различные компоненты отключаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система отключится, на индикаторе выполнения отобразится "Completed." (Завершено).



Рис. 2.22 Отключение вакуумной системы завершено

3. Закройте диалоговое окно "Vacuum Control".



Осторожно

Если нужно открыть переднюю дверцу вакуумной камеры после отключения вакуумной системы, то ослабьте ручку на передней дверце, повернув ее влево.

2.6.2 Замена колонки

1. Снимите установленную колонку.
Ослабьте гайки на соединении инжектора и масс-спектрометра и снимите капиллярную колонку. Если на ней со стороны масс-спектрометра остались ферула из веспела и гайка, то оставьте их на колонке при ее хранении. Ферулы из веспела и гайки для установки капиллярных колонок считаются расходными материалами и должны иметься в достаточном количестве. См. Раздел D.1 "Перечень расходных материалов и деталей для технического обслуживания", страница 307.
2. Установите новую колонку.
Подключение капиллярной колонки к инжектору
 - (1) Пропустите капиллярную колонку сквозь феррулу из веспела и гайку.
См. Рис. 2.23 "Использование остнастки для установки колонок".
 - (2) Вставьте конец капиллярной колонки в остнастку для установки колонок (P/N 225-01453-95), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца остнастки, как показано на Рис. 2.7 "Использование остнастки для установки колонок". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
 - (3) Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. 2.24 "Пометка колонки липкой лентой".

- (4) Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из остнастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в инжектор и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если ферула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если ферула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
- (5) Удалите ленту, использованную для пометки колонки.

Наименование детали	Номер детали
Ферула из весела	S670-15003-03 (для колонок 0,25 мм) (опция)
	S670-15003-04 (для колонок 0,32 мм) (опция)
	S670-15003-07 (для колонок 0,53 мм) (опция)
Остнастка для установки колонок	S225-01453-95 (опция)
Гайка	S670-11009 (опция)
Резак для капиллярных колонок	S221-50595-91 (опция)

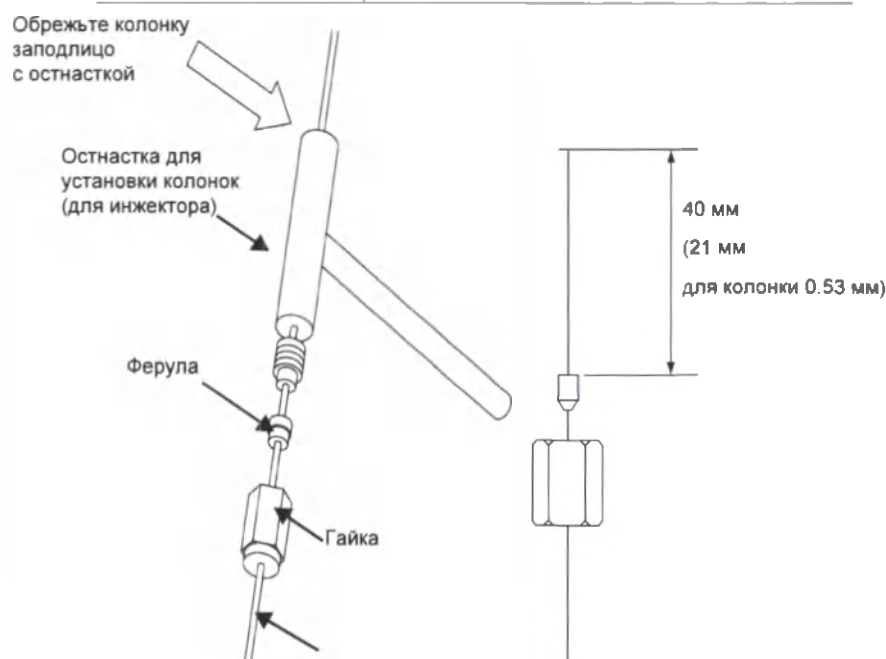


Рис. 2.23 Использование остнастки для установки колонок

Примечание

Графитовая ферула обжимается остнасткой и становится неотделимой от колонки, а ферула из весела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под ферулой из весела и гайкой.



Рис. 2.24 Пометка колонки липкой лентой

Подключение капиллярной колонки к масс-спектрометру

- (1) Пропустите капиллярную колонку сквозь ферулу из вспененного материала и гайку. См. Рис. 2.25 "Использование остнастки для установки колонок".
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в остнастку для установки колонок (P/N S225-01453-94), входящую в набор инструментов (опция) так, чтобы капиллярная колонка выглядывала примерно на 1 см из конца остнастки, как показано на Рис. 2.26 "Подключение капиллярной колонки к масс-спектрометру". Затяните гайку. Обрежьте выступающий конец капиллярной колонки.
- (3) Пометьте капиллярную колонку под затянутой гайкой липкой лентой, как показано на Рис. 2.24 "Пометка колонки липкой лентой".
- (4) Не сдвигая липкую ленту, извлеките капиллярную колонку из остнастки и протрите ее ацетоном. Вставьте колонку в интерфейс масс-спектрометра и закрепите ее, затянув гайку рукой. Если ферула новая, ключом сделайте еще один полный оборот. Если ферула была в употреблении, то поверните ключ на угол от 20 до 40 градусов.
- (5) Удалите ленту, использованную для пометки колонки.



Рис. 2.25 Использование остнастки для установки колонок

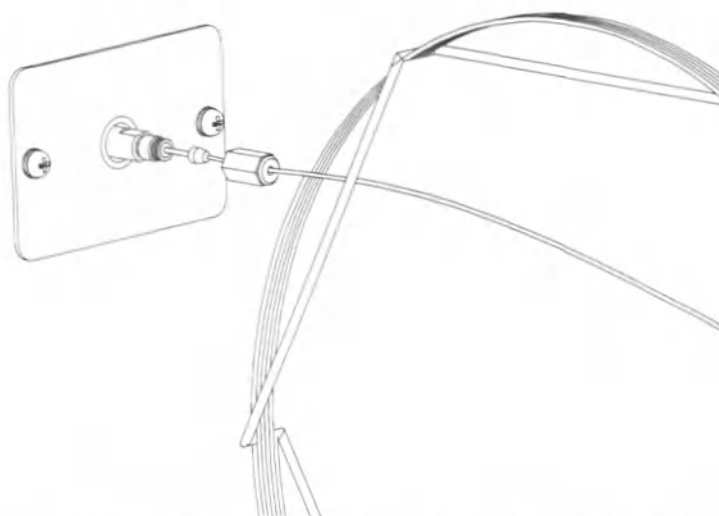


Рис. 2.26 Подключение капиллярной колонки к масс-спектрометру

Примечание

Чтобы снизить фоновый шум, для присоединения колонки к масс-спектрометру всегда используйте ферулу из веспела. Графитовая ферула обжимается остнасткой и становится неотделимой от колонки, а ферула из веспела не обжимается и может скользить по колонке. Чтобы убедиться, что колонка установлена правильно, пометьте колонку липкой лентой под ферулой из веспела и гайкой.

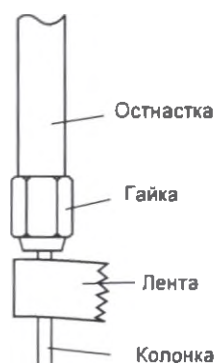


Рис. 2.27 Пометка колонки липкой лентой

Примечание

Для технического обслуживания гаек (SSNE 16/012), служащих для крепления капиллярных колонок, в набор инструментов (опция) входит выколотка. Она предназначена для удаления ферулы из гайки (SSNE16/012) при повторном использовании этой гайки. Чтобы не изнашивать винт интерфейса, используйте гайку только два-три раза.



Рис. 2.28 Удаление ферулы при помощи выколотки



3. Включите прибор.

- (1) Проверьте, что источник бесперебойного питания, подключенный к прибору, включен, и включите ГХ.
- (2) Включите компьютер, монитор и принтер, а затем запустите Windows.
- (3) Включите масс-спектрометр. Загорится светодиодный индикатор включения в верхнем левом углу масс-спектрометра.

Светодиодный индикатор включения

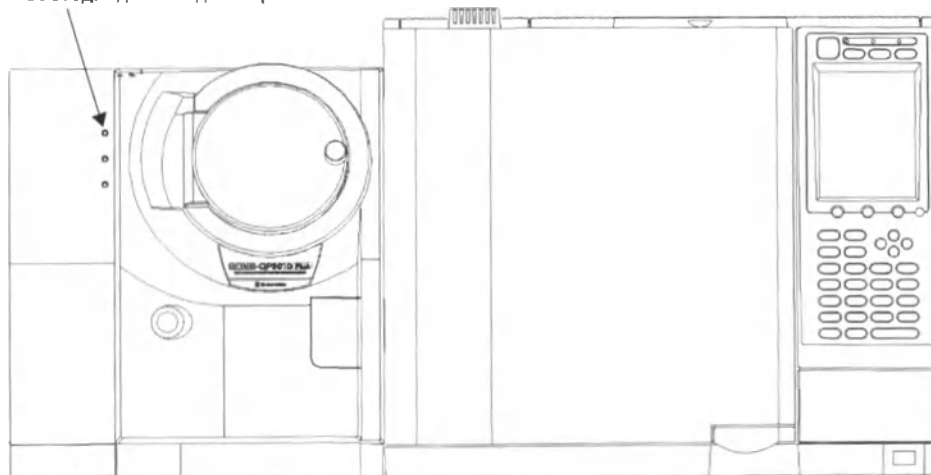


Рис. 2.29 Запуск прибора

4. Запустите ПО GCMSsolution.

- (1) Дважды кликните по значку **GCMS Real Time Analysis** (ГХМС анализ в реальном времени).
Появится диалоговое окно "Login" (Регистрация).

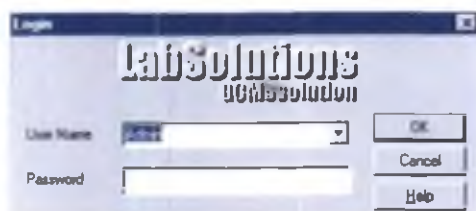


Рис. 2.30 Диалоговое окно "Login"

- (2) Введите имя пользователя и пароль. При первом запуске ПО используйте имя по умолчанию "Admin" (Администратор), а пароль не вводите. После ввода нужной информации кликните по кнопке **OK**.
Будет запущена программа "GCMS Real Time Analysis" (ГХМС анализ в реальном времени).

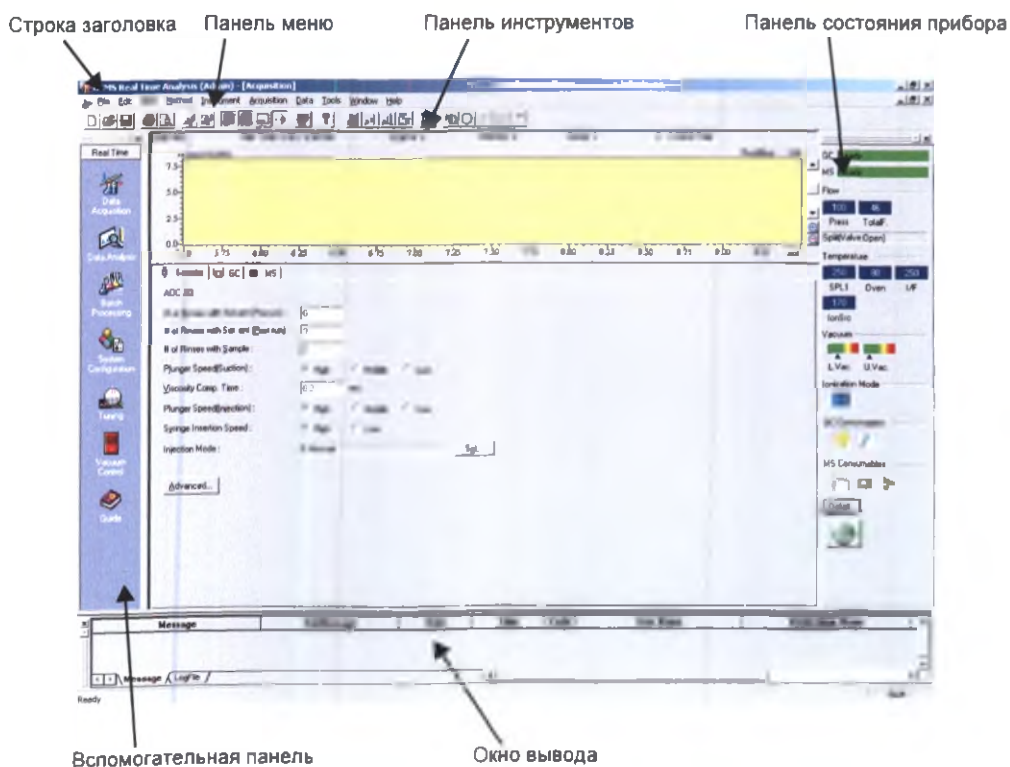


Рис. 2.31 Программа "GCMS Real Time Analysis"

5. Запустите вакуумную систему.



Осторожно

Если прибор был выключен в течение продолжительного времени, а температура окружающей среды низка, то масло в форвакуумном насосе может стать очень вязким. Если вязкость масла высокая, а форвакуумный насос работает, то нагрузка на двигатель насоса чрезмерно возрастает. От этого может сработать прерыватель главного контура электропитания (на задней панели прибора, см. Раздел 1.3.1 "Аналитическая система ГХМС", страница 3) и прибор выключится. Если прибор был выключен и находился при низкой температуре окружающей среды, то поднимите температуру окружающей среды и запустите прибор после того, как температура форвакуумного насоса достигнет по меньшей мере минимально требуемого уровня (18 °C).



Осторожно

Перед запуском вакуумной системы убедитесь, что ручка на передней дверце масс-спектрометра плотно закрыта.



Осторожно

После запуска вакуумной системы не затягивайте ручку на передней дверце масс-спектрометра. В противном случае существует вероятность не открыть ее после отключения прибора.



Осторожно

При замене колонки на другую с большим внутренним диаметром существует опасность попадания большого количества газа-носителя в масс-спектрометр, что может помешать запуску вакуумной системы. Поэтому перед запуском вакуумной системы необходимо отрегулировать давление газа-носителя и убедиться, что поток газа через колонку менее 15 мл/мин (для GCMS-QP2010SE менее 4 мл/мин).

- (1) Кликните по значку **Vacuum Control** (Управление вакуумом) на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно "Vacuum Control" (Управление вакуумом).



Рис. 2.32 Диалоговое окно "Vacuum Control"

- (2) Кликните по кнопке **Auto Startup** (Автоматический запуск).

Начинает мигать индикатор запуска, отображается индикатор выполнения и запускается стартовая последовательность. Различные компоненты запускаются в определенной последовательности, что отображается на индикаторе выполнения, а когда вакуумная система будет готова к работе, на индикаторе выполнения отобразится "Completed." (Завершено).

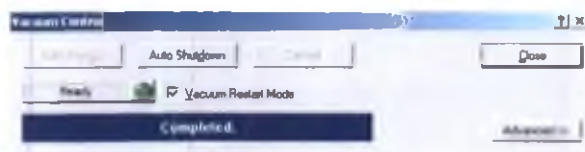


Рис. 2.33 Запуск вакуумной системы завершен

- (3) Закройте диалоговое окно "Vacuum Control".

2 Основные операции

2.7 Конфигурация системы

В этом разделе описывается конфигурация системы. Объясняется, как задавать характеристики автодозатора, инжектора, колонки, детектора, дополнительного контролера температуры, дополнительного потока и других устанавливаемых компонентов.

2.7.1 Конфигурация системы

1. Кликните на иконку **Конфигурация системы (System Configuration)** для открытия диалогового окна «Конфигурация системы» ("System Configuration").

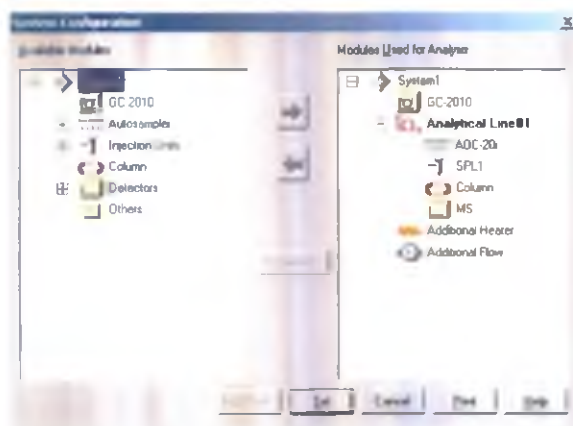


Рисунок 2.34 Диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration")

Компоненты, которые могут быть включены в конфигурацию, перечислены в окне «Доступные модули» (Available Modules) слева. Разветвленная конфигурационная схема включает в себя различные компоненты: ГХ, автодозатор, инжектор, детектор и дополнительные опции. Чтобы посмотреть опции, доступные для отдельного компонента, нажмите на "плюс" (+) слева от соответствующей иконки.

2. Чтобы включить какой-либо компонент в конфигурацию, выберите иконку в окне «Доступные модули» (Available Modules) и нажмите на стрелку справа. Также можно дважды кликнуть на иконку или перетащить иконку из левого окна в правое.
Текущая конфигурация системы отображается справа в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis).

Доступные ГХМС модули

Модули	Опции
ГХ	GC-2010 Plus
Автодозаторы	AOC-20i AOC-20i+s AOC-20d(M) AOC-20d(S)
Инжекторы	SPL OCI WBI PTV
Колонка	Column
Детекторы	FID FPD FTD ECD TCD MS Другие
Другие блоки	Other Units
Дополнительный нагрев *	
Дополнительный поток*	

* Блоки, которые соединены с главным модулем, отображаются автоматически.

3. Кликните дважды на любой компонент из перечисленных в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis), чтобы открыть диалоговое окно «Свойства» ("Properties"), и задайте необходимые параметры. Для большинства параметров можно использовать установки по умолчанию. Для установки свойств колонки выберите тип используемой колонки и автоматически введутся ее характеристики. Убедитесь, что ионный источник МС выбран правильно. Измените любые другие параметры согласно применению и конфигурации. Для получения более подробной информации о каждом компоненте ГХ/МС системы используйте online GCMS Help.

Чтобы распечатать конфигурацию или свойства, нажмите на кнопку **Печать (Print)** в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").

4. После того, как все включенные в конфигурацию компоненты перечислены в окне «Модули, используемые для анализа» (Modules Used for Analysis) и определены их свойства, кликните кнопку **Установить (Set)** и закройте диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration").

2.8

➤ 2 Основные операции

Проверка и настройка системы

В этом разделе описывается, как проводить проверку и настраивать ГХ/МС систему. Проверка системы – это диагностический контроль, который следует проводить перед анализом, чтобы убедиться в правильности работы прибора. Система настраивается выбором соответствующего пункта в окне «Настройка» ("Tuning").

2.8.1 Проверка системы

Обзор Параметр	Описание	Действия в случае неудовлетворительного результата проверки
Обслуживание	Проверяет, как давно и сколько раз использовались расходные материалы для ГХ/МС.	Замените деталь и сбросьте счетчик ее использования.
↓		
Проверка ГХ	Проверяет состояние ГХ системы.	Если рекомендуется наладка или ремонт, обсудите это с Вашими представителями фирмы Shimadzu. Если необходима замена детали, то замените деталь, как рекомендуется.
↓		
Проверка МС	Проверяет различные показатели, влияющие на точность МС анализа.	Если рекомендуется наладка или ремонт, обсудите это с Вашими представителями фирмы Shimadzu. Если необходима замена или настройка детали, то замените деталь или настройте, как рекомендуется.
↓		
Запуск автонастройки по необходимости	Проводит автонастройку, если проверка не выполнена	
ИЛИ		
Запуск автонастройки	Проводит автонастройку независимо от результата проверки	
↓		
Вывод отчета	Распечатывает результаты проверки системы.	

1. Кликните на иконку «Проверка системы» ("System check") на вспомогательной панели, чтобы появилось диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

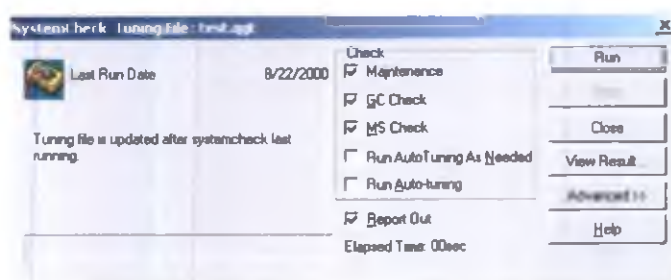


Рисунок 2.35 Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")



Примечание

Стандарты, введенные в диалоговом окне «Проверка системы», являются критериями для тестирования и не отражают спецификаций производителя. Когда проводится автонастройка, текущий файл настройки перезаписывается. В зависимости от критериев, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие пункты.

Пункт	Описание
Дата последней проверки (Last Run Date)	Показывает дату проведения последней проверки.
Результирующие сообщения (Result messages)	Отображается сообщение: Пройдено (Pass), Ошибка (Fail) или другое.
Продолжительность (Elapsed Time)	Отображает время, затраченное на проверку системы.

Проверка системы

Проверка системы проводится в соответствии с пунктами, отмеченными в окне «Проверка системы» ("System Check").

Пункт	Описание
Обслуживание (Maintenance)	Проверяет, как долго и сколько раз использовались расходные материалы для ГХ/МС.
Проверка ГХ (GC Check)	Проверяет состояние ГХ системы.
Проверка МС (MS Check)	Проверяет различные показатели, влияющие на точность МС анализа.
Запуск автонастройки по необходимости (Run Autotuning As Needed)	Если появляются сообщения «Колебания интенсивности сигнала» ("Signal intensity fluctuation"), «Децентрация осей масс» ("Mass axis misalignment") или «Ошибка полуширины пика» ("Spectrum peak half-width fail"), то запускается автонастройка.
Запуск автонастройки (Run Autotuning)	Проводит автонастройку независимо от результата проверки.
Вывод отчета (Report Out)	Распечатывает результаты проверки системы.

Для просмотра детальных настроек по каждому пункту, нажмите кнопку «Дополнительно» (Advanced>>)

**Примечание**

Некоторые виды проверки могут быть выполнены только с ионным источником EI (электронный удар). Кроме того, есть виды проверки, которые могут быть выполнены только после завершения работы МС. Виды проверки, которые не могут быть выполнены, неактивны. За более подробной информацией можно обратиться к ГХМС справке (GCMS Help).

Как правило, автонастройку следует проводить с параметрами по умолчанию:

- «Настройка разрешения» ("Resolution adjustment") – выбрано
- «Полуширина пика» ("Spectrum peak half-width") = "0.6"
- «Настройка чувствительности» ("Sensitivity adjustment") – выбрано
- «Калибровка по массе» ("Mass Calibration") – выбрано

Параметры автонастройки можно изменить, нажав на иконку **Регулировка (Tuning)** на вспомогательной панели. В закладке дополнительных параметров МС выберите файл настройки, который будет использоваться.

Система настраивается в соответствии с параметрами, заданными в файле настройки. Обратите внимание на то, что в зависимости от пунктов, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Кнопки

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие кнопки.

Кнопка	Описание
Старт (Run)	Запускает проверку системы.
Стоп (Stop)	Останавливает проверку системы. Кнопка активна только во время выполнения проверки.
Заккрыть (Close)	Закрывает диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check").
Просмотр результата (View result)	Отображает результаты проверки системы. Результаты могут быть распечатаны из диалогового окна «Результаты проверки системы» ("System Check Result").
Помощь (Help)	Открывает справку.
Дополнительно (Advanced)	Выводит дополнительные параметры. Только пользователи, авторизованные для «Изменения параметров настройки системы» ("Changing System Check settings"), имеют доступ к этим параметрам.

Проверка системы начинается при нажатии кнопки **Старт (Run)**. Отображается время, затраченное на проверку системы, а полоса состояния показывает ход проверки системы.

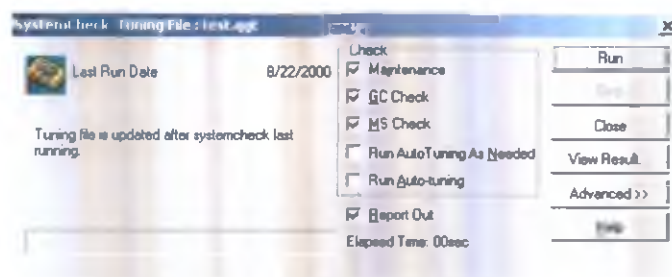


Рисунок 2.36 Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

Если в результате проверки системы не выявлено ни одной ошибки/проблемы, то над полосой состояния выводится сообщение «Пройдено» ("Pass"). Если обнаружены проблемы, выводится сообщение «Ошибка» ("Fail").

- Нажмите на кнопку **Дополнительно (Advanced>>)** для отображения содержания дополнительных закладок «ГХ» (GC) и «МС» (MS). Выберите закладку «ГХ» (GC), чтобы отметить параметры эксплуатации и расходные материалы ГХ системы, которые будут проконтролированы в ходе проверки.

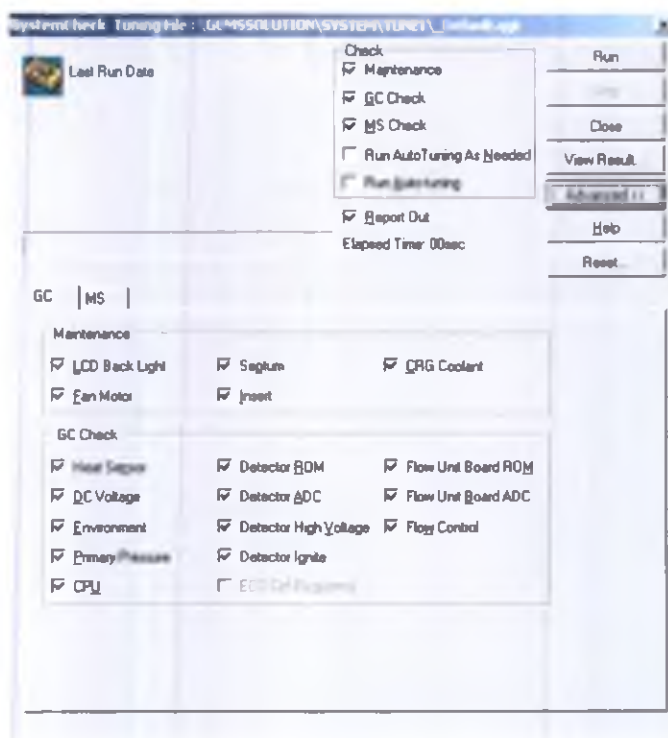


Рисунок 2.37 Таблица дополнительных параметров проверки системы ГХ

Параметры эксплуатации ГХ

Параметр	Описание
LCD подсветка (LCD Back Light)	Проверяет, как долго работает подсветка.
Вентиляция мотора (Fan Motor)	Проверяет, как долго работает вентилятор мотора.
Хладагент CRG (CRG Refrigerant)	Проверяет счетчик истощения охлаждающего вещества CRG.
Септа (Septum)	Проверяет, сколько раз использовалась установленная септа. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Вставка (Insert)	Проверяет, сколько раз использовалась установленная в данный момент стеклянная вставка (линза). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

3. Выберите закладку «МС» (MS), чтобы отметить определения параметров обслуживания и расходные материалы, которые будут проконтролированы в ходе проверки.

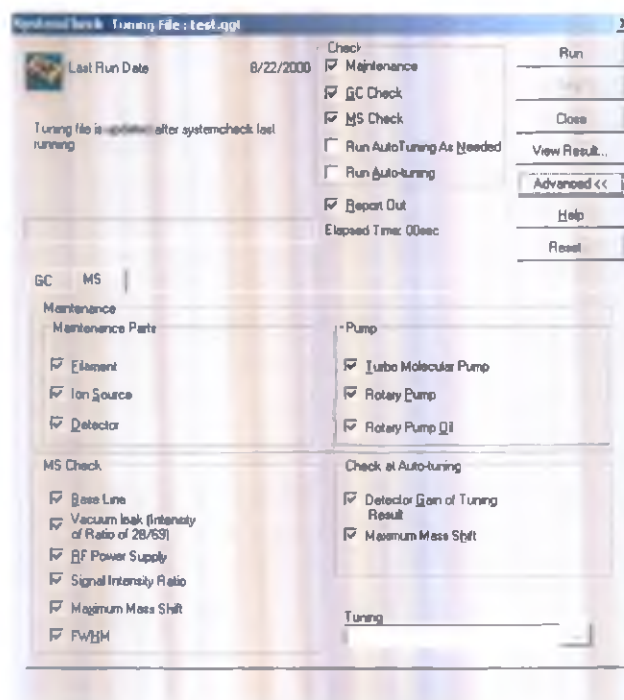
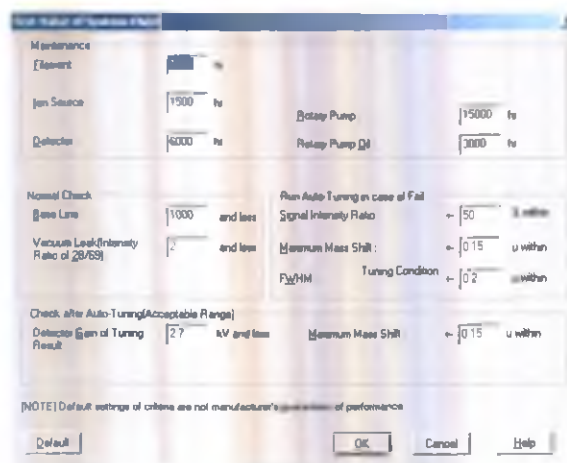


Рисунок 2.38 Таблица дополнительных параметров проверки системы МС



Примечание

Стандартные значения для проверки системы заданы в окне [Тестовые значения для проверки системы] [Test Value of System Check] в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").



Параметры эксплуатации MC

Параметр	Описание
Филамент (Filament)	Проверяет, как долго используется филамент. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Ионный источник (Ion Source)	Проверяет, как долго используется ионный источник. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Детектор (Detector)	Проверяет, как долго включен и как долго используется детектор. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Турбомолекулярный насос (Turbo Molecular Pump)	Проверяет, как давно был запущен турбомолекулярный насос и сколько времени он используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Роторный насос (Rotary Pump)	Проверяет, как давно был запущен роторный насос и сколько используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Масло в роторном насосе (Rotary Pump Oil)	Проверяет, сколько времени используется масло в роторном насосе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Сброс (Reset)	Открывает диалоговое окно для установки времени использования или количества раз использования расходных материалов.
	 Примечание Переустанавливать время использования турбомолекулярного насоса имеет право только представитель фирмы Shimadzu.

4. При нажатии клавиши **Сброс (Reset)** появится диалоговое окно «Сброс времени использования расходных материалов» ("Reset Consumables"). Сбрасывайте время и счетчик использования каждый раз при замене детали.

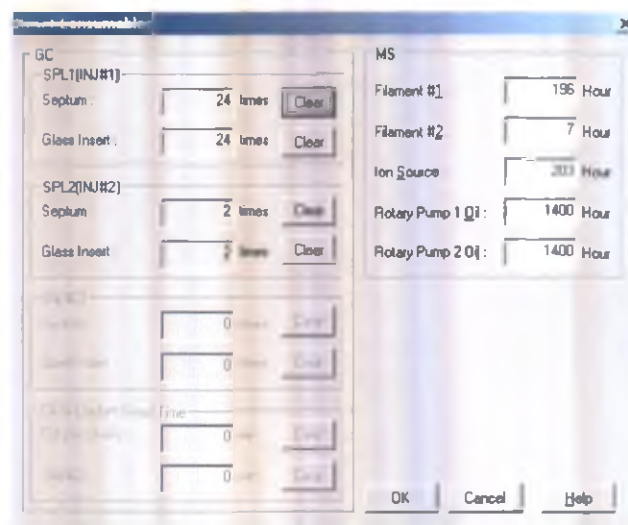


Рисунок 2.39 Диалоговое окно «Сброс времени использования расходных материалов» ("Reset Consumables")



Примечание

Только пользователи, авторизованные для «Изменения параметров проверки системы» ("Changing System Check Settings"), могут сбрасывать время и счетчик использований.

- "0" вводится, если нажать кнопку **Очистить (Clear)**.
- Если какая-то расходная деталь была ранее заменена, но время использования не было обнулено, то введите соответствующее правильное значение.
- Значение переустановится после щелчка на кнопку **OK**.
- Значения времени и количества использования не обновляются автоматически.

Сброс параметров (обнуляемые параметры)

	Деталь	Описание
ГХ	Септа (Septum)	Чтобы сбросить число использований, нажмите кнопку Очистить (Clear) . Число не может быть введено пользователем, пользователь может только обнулить значение.
	Стекланная вставка (Glass Insert)	
	Хладагент CRG (термостат) CRG Refrigerant (Column Oven)	
	Хладагент CRG (инжектор#2) CRG Refrigerant (INJ#2)	
МС	Филамент #1 (Filament #1)	После замены этих деталей, введите «0» или определенное время использования, если деталь уже была в использовании.
	Филамент #2 (Filament #2)	
	Ионный источник (Ion Source)	
	Роторный насос 1 (Rotary pump 1 Oil)	
	Роторный насос 2 (Rotary pump 2 Oil)	Отображается, только если установлен второй насос. После замены этой детали, введите «0» или определенное время, если деталь уже была в использовании.

5. Выберите закладку «ГХ» (GC) и отметьте необходимые параметры, которые будут проконтролированы в ходе проверки ГХ системы.

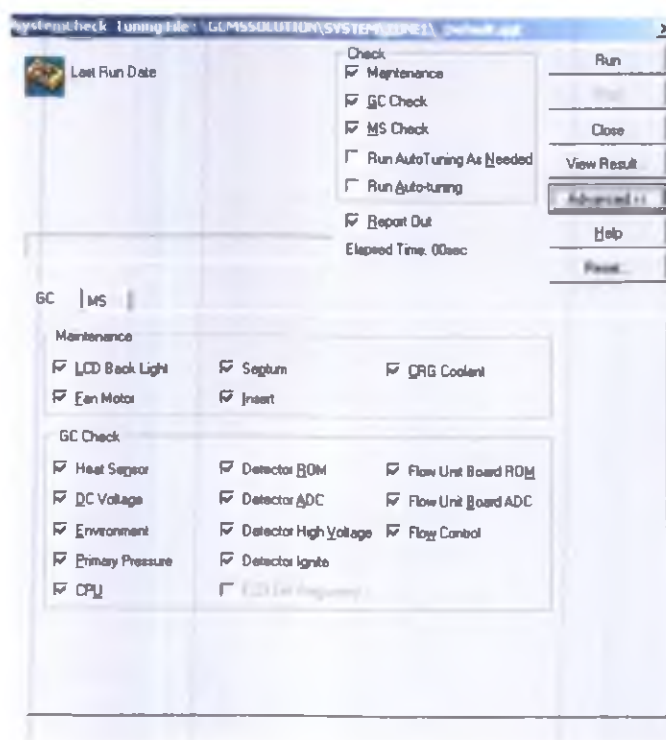


Рисунок 2.40 Таблица дополнительных параметров проверки системы ГХ

Параметры проверки ГХ системы

Параметр	Описание
Тепловой датчик (Heat Sensor)	Проверяет, как долго тепловой датчик работает при 300 °C или более высокой температуре. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Постоянное напряжение (DC Voltage)	Измеряет постоянное напряжение и проверяет, не выходит ли ошибка за допустимый диапазон. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Окружающая среда (Environment)	Измеряет температуру и давление воздуха в помещении и проверяет, находятся ли эти показатели в пределах гарантийных условий работы. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Начальное давление (Primary Pressure)	Измеряет начальное давление газа-носителя и проверяет, есть ли отклонения от установленных значений. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Центральный процессор (ЦП) (CPU)	Проверяет регистр CPU и датчик истинного времени. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Постоянное запоминающее устройство (ПЗУ) (Detector ROM)	Проверяет состояние ПЗУ для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Аналого-цифровой преобразователь (АЦП) (Detector ADC)	Проверяет состояние АЦП для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

Параметр	Описание
Высокое напряжение в детекторе (Detector High Voltage)	Проверка проводится, только если установлены детекторы ПИД, ПТД или ПФД. Проверяет высокое напряжение в соответствующих детекторах. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Поджиг детектора (Detector Ignition)	Проверка проводится, только если установлены детекторы ПИД, ПТД или ПФД. Проверяет импульс зажигания и процесс поджига каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Частота ячейки ЭЗД (ECD Cell Frequency)	Измеряет импульс разности потенциалов для каждого ЭЗД и сравнивает шум ячеек с порогом чувствительности. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ROM управления единицей потока (Flow Unit Board ROM)	Проверяет исправность ПЗУ каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ADC управления единицей потока (Flow Unit Board ADC)	Проверяет исправность АЦП каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Контроль потока (Flow Control)	Проверяет, правильно ли осуществляется контроль потока на входе в каждый порт. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

6. Выберите закладку «МС» (MS) и отметьте необходимые параметры, которые будут проконтролированы в ходе проверки МС системы.

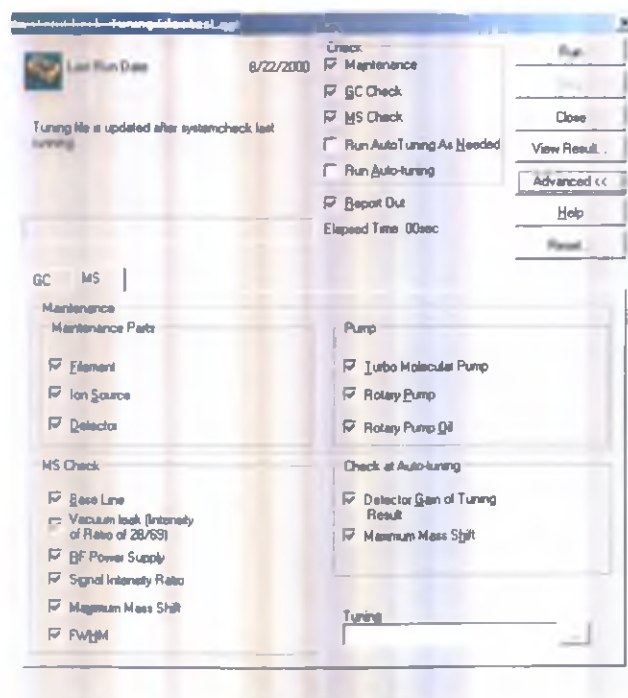


Рисунок 2.41 Таблица дополнительных параметров проверки системы МС

Параметры проверки системы GC

Параметр	Описание
Базовая линия (Base Line)	Определяет значение колебания базовой линии (RMS). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Соотношение интенсивностей 28/69 (Intensity Ratio of 28/69)	Оценивает отношение интенсивности пиков с $m/z=28$ (азот) и $m/z=69$ (PFTBA). По соотношению устанавливается наличие или отсутствие утечки газа. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Высокочастотный источник питания RF (RF Power Supply)	Подтверждает, что высокочастотный источник питания работает нормально. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Соотношение интенсивности сигнала (Signal Intensity Ratio)	Сравнивает интенсивность сигнала PFTBA с ранее полученными результатами автонастройки. Чтобы применить параметр корректировки чувствительности ("Adjust Sensitivity parameter"), необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси масс. Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе автонастройки, необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Ширина пика на полувысоте (FWHM)	Определяет отклонение ширины пика на полувысоте по сравнению с заданным значением ширины пика на полувысоте для пиков с $m/z = 69, 219$ и 512 . Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе автонастройки, необходимо выбрать «Настроить разрешение» ("Adjust Resolution") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

7. В разделе «Проверка при авторегулировке» ("Check at Autotuning"), которая находится во вкладке «МС» (MS), выберите пункты, по которым необходима проверка при авторегулировке.

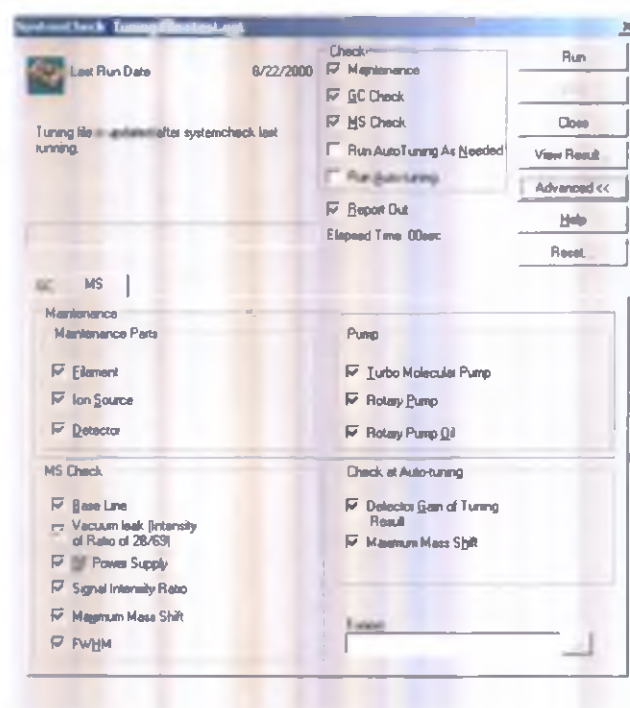


Рисунок 2.42 Таблица дополнительных параметров проверки системы МС

Если выбраны пункты «Запуск авторегулировки по необходимости» ("Run Autotuning as Needed") или «Запуск авторегулировки» ("Run Autotuning"), то по этим пунктам проведется проверка после завершения авторегулировки.

Параметры, которые проверяются после авторегулировки

Параметр	Описание
Результаты настройки детектора (Detector Gain of Tuning Result)	Определяет установившееся в результате авторегулировки напряжение в детекторе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси масс. Для того, чтобы этот параметр был скорректирован в процессе авторегулировки, необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Autotuning Conditions"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

8. Выберите файл регулировки, который будет использоваться для авторегулировки в процессе проверки системы.

Файл регулировки

Параметр	Описание
Регулировка (Tuning)	Файл, который отображается в строке «Регулировка» (Tuning), используется для авторегулировки прибора в процессе проверки системы. Для того, чтобы выбрать или изменить файл, нужно либо напрямую ввести полный путь к файлу, либо открыть диалоговое окно «Выбор файла регулировки» ("Select Tuning File"), нажав на кнопку Обзор, находящуюся справа. В окне «Выбор файла регулировки» ("Select Tuning File") выберите нужный файл и нажмите ОК. Теперь имя файла отображается в строке «Регулировка» (Tuning).

9. Нажмите кнопку Старт (Run), чтобы запустить проверку системы.
10. Выберите Просмотр результатов (View Result...), чтобы появилось диалоговое окно «Результаты проверки системы» ("System Check Result"). В нем отображаются результаты последней проверки системы.

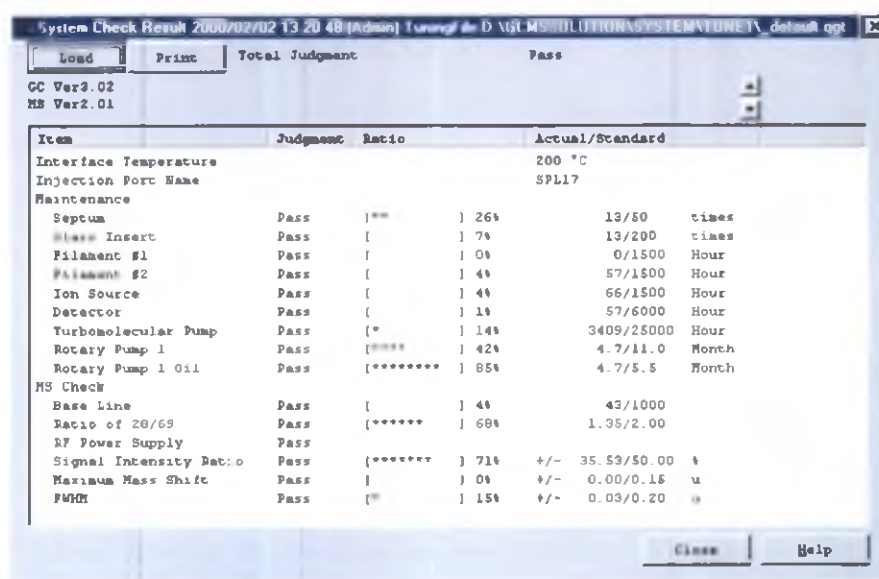


Рисунок 2.43 Диалоговое окно «Результаты проверки системы» ("System Check Result")



Примечание

После окончания проверки результаты выводятся автоматически. Можно распечатать результаты текущей и предыдущей проверок системы. Чтобы просмотреть или распечатать результаты предыдущих проверок системы, не нужно снова запускать проверку системы.

Таблица проверки системы

Колонки	Описание
Параметр (Item)	Параметр, по которому была проведена проверка.
Оценка (Judge)	Отображает результат проверки (пройдена (pass) или не пройдена (fail)) и предлагает последующие действия.
Соотношение (Ratio)	Соотношение измеренного значения и стандартного значения. Позволяет быстро оценить состояние системы.
Фактическое значение/ Стандартное значение (Actual/Standard)	Измеренное и стандартное значение для параметра.

Кнопки в диалоговом окне «Результаты проверки системы» ("System Check Result")

Кнопка	Описание
Загрузить (Load)	Открывает результаты предыдущих проверок, которые были сохранены в папке log. Файлы сохраняются и им автоматически присваиваются имена. Присваиваемое имя состоит из 14-ти символов. Первый символ - это системный номер. Второй - нижнее подчеркивание (_). С третьего по шестой - год. Седьмой и восьмой - месяц. Девятый и десятый - день. Символы 11 и 12 - час, 13 и 14 - минуты. Таким образом, если проверка системы 1 проводилась 1-го января 2000 года в 13:00, имя файла будет следующим: 1_200001011300.qgc.
Печать (Print)	Распечатывает выведенные на экран результаты.

11. Нажмите кнопку **Печать (Print)**, для того чтобы распечатать выведенные на экран результаты проверки системы.
Параметры обслуживания, проверки ГХ и МС блоков после регулировки и их результаты распечатываются, далее распечатывается специальная информация о ГХ и МС:

Текст, распечатываемый вместе с результатами проверки

Текст	Описание
Верхний колонтитул (Header)	Указывается имя пользователя, дата и время проверки системы и время отправки документа на печать.
Нижний колонтитул (Footer)	Указывается номер страницы и общее количество страниц (размещается в центре в нижней части страницы).

2.8.2 Настройка

В окне «Регулировка» ("Tuning") параметры контроля МС блока могут быть скорректированы таким образом, чтобы получить требуемые пики масс-спектра.

Существуют два метода регулировки: авторегулировка и ручная регулировка. Авторегулировка корректирует различные параметры управления прибором, указанные и заданные в «Условиях авторегулировки» ("Autotuning Conditions").

При ручной настройке различные параметры управления используются для ручной корректировки масс пиков. Когда окно «Регулировка» ("Tuning") открыто, отображается файл регулировки, который был сохранен последним или использовался для записи данных. Если не задано иное, то автоматически открывшийся в окне «Регулировка» ("Tuning") файл используется в процессе проверок системы и записи данных.

Ниже описаны операции, связанные с созданием или доступом к файлу регулировки.



1. Кликните на иконку **Регулировка (Tuning)**, которая находится на вспомогательной панели в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"). Появится окно «Регулировка» (Tuning).
Чтобы создать новый файл регулировки, выберите «Создать файл настройки» ("New Tuning File") в файловом меню (File menu). Когда выбран ионный источник EI (электронный удар), открывается диалоговое окно «Выбор режима регулировки» ("Select Tuning Mode"). Выберите один из следующих режимов: режим высокой концентрации (High Conc.), обычный режим (Normal) или режим высокой чувствительности (High Sens.) и перейдите к шагу 2.

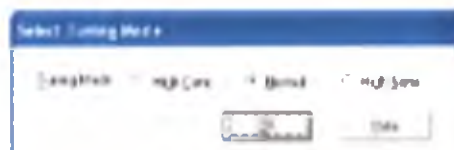


Рис. 2.44 Диалоговое окно «Выбор режима регулировки» ("Select Tuning Mode")

Параметр	Описание
Режим регулировки	Если выбран режим Высокой концентрации, то сила эмиссионного тока составляет 20 μA . Если выбран нормальный режим, то сила эмиссионного тока составляет 60 μA . Если выбран режим Высокой чувствительности, то сила эмиссионного тока составляет 150 μA . Режим высокой чувствительности может быть задан только для модели GCMS-QP2020.

Для проведения регулировки с применением действующего файла, выберите **Файл > Открыть файл регулировки (File > Open Tuning File)**, чтобы появилось диалоговое окно «Открыть файл регулировки» ("Open Tuning File"). Выберите нужный файл регулировки и нажмите **Открыть (Open)**. Перейдите к шагу 3.

2. Кликните на иконку **Параметры авторегулировки (Autotuning Condition)**, которая находится на вспомогательной панели, или выберите **Настройка > Параметры регулировки (Tuning > Condition of Autotuning)** чтобы открыть диалоговое окно «Информация о регулировке» ("Tuning Information").



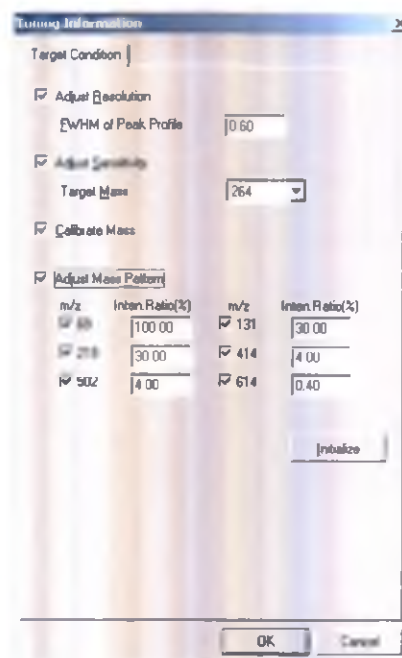


Рисунок 2.45 Диалоговое окно «Информация о регулировке» ("Tuning Information")

Параметры регулировки

Укажите, какие действия необходимо выполнить в ходе авторегулировки и задайте соответствующие значения. Действия включают: корректировку разрешения, корректировку чувствительности, калибровку масс и настройку исходной массы. Если изменены параметры регулировки, то могут поменяться и результаты проверки МС системы или авторегулировки.

Действия, выполняемые в ходе регулировки	Описание
Корректировка разрешения (Adjust Resolution)	Корректирует разрешение так, чтобы ширина на полувысоте пика стандартного образца (PFTBA) была примерно равна значению, указанному для ширины на полувысоте пика спектра (FWHM).
Измерение ширины на полувысоте профиля пика (FWHM of Peak Profile)	0.3 - 2.0 u ("u" обозначает единицу атомной массы) Примечание: Хотя разрешение и возрастает с уменьшением значения ширины на полувысоте, интенсивность сигнала падает.
Корректировка чувствительности (Adjust Sensitivity)	Настройте оптическую систему на максимальную чувствительность для специфического иона с помощью корректировки целевого иона.
Калибровка масс (Calibrate Mass)	Спектр, полученный с помощью стандарта (PFTBA), используется для корректировки смещения оси масс.
Настройка исходной массы (Adjust Mass Pattern)	Настраивает систему линз так, чтобы пик с m/z 502 был максимальным, и корректирует интенсивности так, чтобы сравнять исходные интенсивности спектра стандартного образца, полученного на МС в магнитном поле, и спектра, полученного на основном приборе. Исходная калибровка устанавливает параметр корректировки интенсивности в соответствии с установленным соотношением интенсивностей.

- После того, как выбраны нужные действия и введены необходимые значения, нажмите кнопку **ОК** и закройте диалоговое окно «Информация о регулировке» ("Tuning Information").
3. Нажмите на иконку **Начать авторегулировку (Start Autotuning)**, которая находится на вспомогательной панели, или на кнопку **Начать регулировку (Start Tuning)** на панели инструментов, чтобы регулировка прибора произошла автоматически. Также авторегулировку можно запустить с помощью команды **Настройка > Начать авторегулировку (Tuning > Start Autotuning)**.

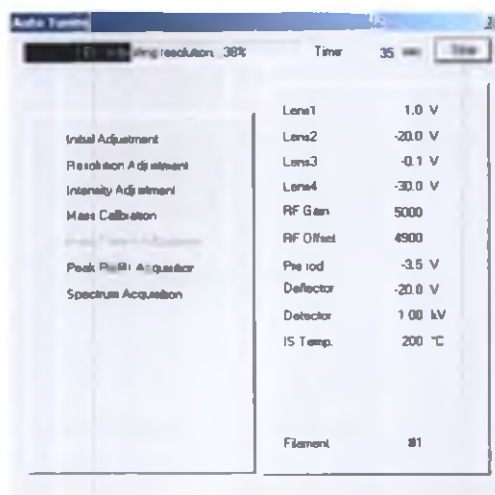


Рисунок 2.46 Диалоговое окно «Авторегулировка» ("Autotuning")

После завершения авторегулировки сохраните файл регулировки. Выберите **Файл > Сохранить файл регулировки как (File > Save Tuning File As)**, если файл сохраняется в первый раз или для сохранения файла под другим именем. Выберите **Файл > Сохранить файл регулировки (File > Save Tuning File)**, чтобы перезаписать существующий файл регулировки.

4. Нажмите на иконку **Просмотр результата регулировки (Tuning Result View)** на вспомогательной панели. Отобразятся профили пиков, соответствующие каждому значению m/z .

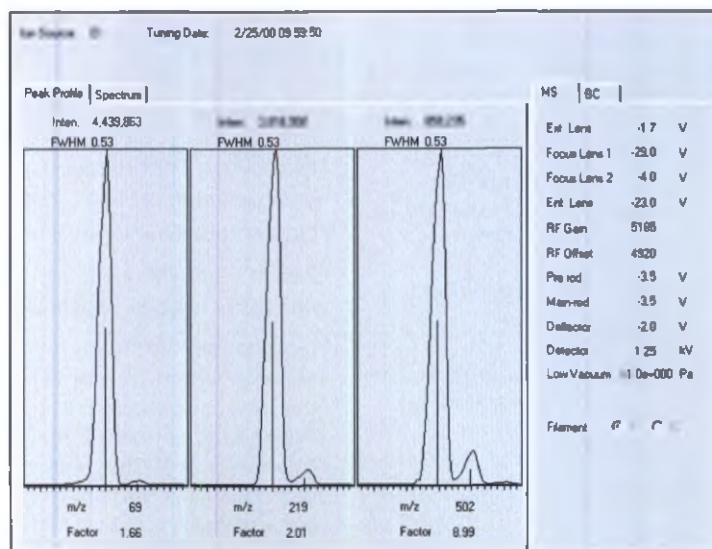


Рисунок 2.47 Результаты регулировки – Профили пиков

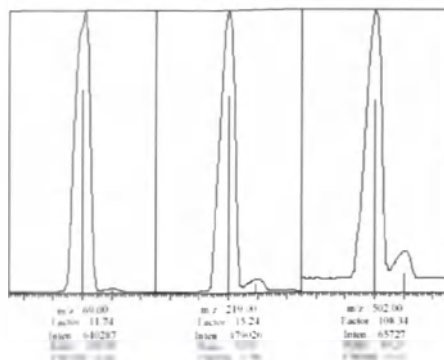


Рисунок 2.48 Распечатанный отчет, содержащий результаты регулировки

Примечание

 Peak Monitor View

Более подробную информацию о проверке герметичности вакуумной системы смотрите в Разделе 10.6 "Проверка герметичности", стр. 216.

2.8.3 Настройка на большие массы

Прибор поддерживает функцию авторегулировки, в результате которой происходит калибровка масс для значений молекулярного веса вплоть до m/z 614. В нормальном рабочем диапазоне (примерно до m/z 700) смещение масс происходит редко.

Однако возможны отклонения от калибровки для значений m/z в диапазоне больших масс свыше m/z 700.

Для того, чтобы убедиться в правильности калибровки в диапазоне значений m/z свыше 700, требуется ручная калибровка в соответствии со следующей процедурой.

Условия анализа (Колонка: DB-5 ms, внутренний диаметр 0.25 мм, длина 30 м, толщина слоя неподвижной фазы 0.25 мкм)

Образец 1: Трис (перфторгептил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

Образец 2: Трис (перфторнонил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

В случае прибора GCMS-QP2010SE не требуется применение Образца 2.

ГХ : инжектор 250 °C, давление в колонке 100 кПа, общий поток составляет 30 мл/мин, ввод без деления потока (Splitless) (задержка 1 мин)

Колонка 50 °C (1 мин) _ 5 °C /мин_ 100 °C (1 мин)_ 30 °C /мин_ 250 °C (10 мин)

МС : ионтерейс 250 °C , ионный источник 200 °C

1. Выполните авторегулировку прибора.
После завершения авторегулировки, откройте окно «Мониторинг пиков» (Peak Monitor) и выключите филамент.
2. Введите 1 мкл Образца 1 и запустите ГХ анализ.
3. В окне «Калибровка масс» (mass calibration), открытом из окна «Мониторинг пиков» (Peak Monitor), установите курсор в самой верхней ячейке для m/z 866.
4. Через 8 мин с момента введения образца включите филамент.
5. Через 10 минут на трехминутные сегменты пиков можно откалибровать. Чтобы это сделать, нажмите кнопку **Центрировать (Centering)**.
6. Далее введите 1 мкл Образца 2, выключите филамент и запустите ГХ анализ.
7. Также как и для Образца 1, в окне «Калибровка масс» (mass calibration) установите курсор в самой верхней ячейке для m/z 1066, затем через 8 минут включите филамент и откалибруйте пики как описано в пункте 5.
8. Нажмите кнопку **Дополнение (Supplement)**, потом нажмите **ОК**.
9. Сохраните файл регулировки. В окне сообщения «Записать и сохранить профиль пика/данные спектра?» ("Do you acquire and save peak profile/spectrum data?"), нажмите **Нет (No)**.



Примечание

Следы вводимого триазина могут остаться в инжекторе, колонке и т. д. и привносить ошибку в результаты анализов, которые последуют за калибровкой. В таком случае, установите в колонке температуру 250 °C и прогрейте ее. Хотя образец с концентрацией около 1 ppm можно анализировать после 1 часа выдержки колонки при температуре, для проведения ультра-микроанализа рекомендуется поменять стеклянную вставку или прогреть колонку в течение нескольких часов.

2 Основные операции

2.9 Общие операции

2.9.1 Рабочие файлы

1. Виды файлов

Вид	Описание	Расшир.
Файл данных (Data file)	Содержит ряд полученных данных, таких как хроматограммы и спектры, включая: - Результаты интегрирования пиков и вычисления концентраций - Состояние термостата и ошибки, произошедшие в процессе получения данных - Содержание файла метода, используемого при анализе, включая параметры настройки - Содержание файла отчета, если создается отчет - Содержание файла серии, если проводится серийный анализ - Содержание файла регулировки, используемого при анализе	.qgd
Файл метода (Method file)	Содержит параметры прибора, сбора данных, качественного и количественного определения, просмотра данных и QA/QC. Содержит конфигурацию системы, таким образом, ее можно проверить, когда файл открыт. Также содержит градуировочные графики.	.qgm
Файл формата отчета (Report format file)	Содержит сведения о том, какую информацию и в каком порядке необходимо включать в отчет. Наряду с этим содержит и другую информацию о формате отчета (например, вид верхних и нижних колонтитулов).	.qgr
Файл серии (Batch file)	Содержит таблицы серии, используемые при автоматическом сборе данных и анализе. Можно работать с одним и тем же файлом как в «ГХМС Анализ в реальном времени», так и в «ГХМС обработка данных»	.qgb
Файл регулировки (Tuning file)	Содержит параметры, используемые для регулировки прибора, а также результаты регулировки при использовании этих параметров.	.qgt
Файл библиотеки (Library file)	Содержит информацию о спектрах и компонентах для поиска по подобию. Файлы библиотек включают в себя дополнительную коммерческую базу данных NIST и библиотеки пользователя, созданные на основе информации о спектрах и компонентах целевых веществ. Спектры и информацию в файлах библиотек ищут по подобию со спектром.	.lib*1
Файлы просмотра (Browsing file)	Содержит схематично следующую информацию: загруженный метод/имена файла данных, порядок файлов и представление вычислений статистики.	*.qqq
Файл схемы (Layout file)	Содержит схему, данные, загруженные в каждую ячейку, и отображает соответствующую информацию.	*.lyt

*1 На самом деле, файл библиотеки состоит из множества файлов. Составные файлы отличаются от коммерческих библиотек и библиотек пользователя. При копировании файлов библиотек необходимо убедиться, что скопированы все файлы. Коммерческая библиотека: .lib, .c2s, .fom, .nam, .ncv, .spc, .str
Библиотека пользователя: .lib, .com, .fig, .fom, .nam, .spc, .add

2. Работа с файлами

В окне «Проводник данных» ("Data Explorer") различные типы файлов сортированы по типам для более простого управления. В «Проводнике данных» (Data Explorer) есть пять закладок: Данные (Data), Метод (Method), Формат отчета (Report Format), Таблицы серий (Batch) и Все файлы (All Files). Любой файл можно переместить, скопировать или удалить прямо в окне «Проводник данных» ("Data Explorer"). Нет необходимости для этого возвращаться в Windows.

(1) Открытие окна «Проводник данных» ("Data Explorer")

Чтобы открыть окно «Проводник данных» ("Data Explorer"), выберите **Файл > Проводник данных (File > Data Explorer)**. Когда окно «Проводник данных» открыто, в файловом меню слева от надписи «Проводник данных» (Data Explorer) появляется галочка, чтобы обозначить его видимость. Если необходимо закрыть окно «Проводник данных» ("Data Explorer"), выберите **Файл > Проводник данных (File > Data Explorer)**.

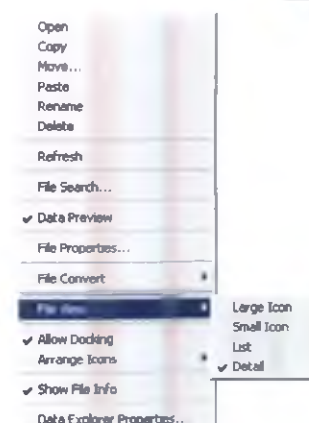
(2) Отображение файлов по типам

Кликните на закладку, соответствующую определенному типу файлов. Выберите интересующий Вас тип файла из списка: Данные, Метод, Отчет, Таблицы серий и Все файлы. Отображаются файлы выбранного типа.



(3) Изменение вида отображения файлов

Чтобы поменять вид отображения файлов, нужно щелкнуть правой кнопкой мышки по окну списка и выбрать **Вид файла (File View)**. В подменю выбрать вид отображения файлов: **Большие иконки (Large Icon)**, **Маленькие иконки (Small Icon)**, **Список (List)** и **Таблица (Detail)**. Поменять вид отображения файлов можно также с помощью команды **Вид > Вид файла (View > File View)**, если активно окно «Проводник данных» ("Data Explorer").

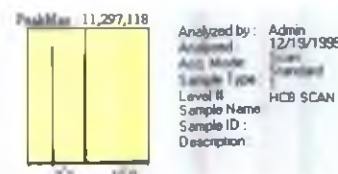


Примечание

Галочка в левой части окна подменю «Вид файла» ("File View") обозначает текущий режим отображения файлов.

(4) Подтверждение данных.

Предварительный просмотр данных отображается внизу окна списка, если кликнуть правой кнопкой мышки в окне списка и выбрать **Предварительный просмотр данных (Data Preview)**. Когда выбрана закладка «Данные» ("Data Tab"), то отображаются хроматограмма и данные об образце. Комментарии к файлу отображаются, если выбраны другие закладки.



(5) Смена проекта

Чтобы изменить директорию, в которой находится файл или проект, нажмите на крайнюю правую кнопку на комбинированной панели **Выбрать проект (Select Project)**. Появится диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection").

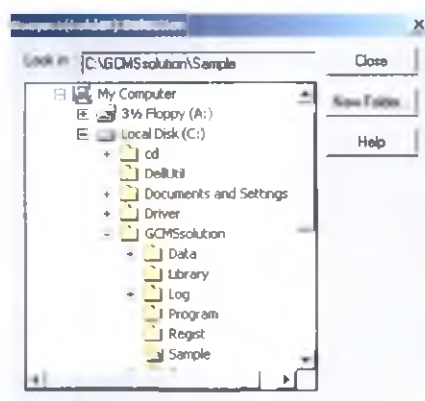


Рисунок 2.49 Диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection")

Когда отображается диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection"), открытая папка является выбранным на данный момент проектом. Уровни располагаются таким же образом, как в проводнике Windows. Выберите нужную папку и нажмите кнопку **Закрыть (Close)**. Диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection") закроется, а файлы из вновь выбранного проекта отобразятся в окне списка.

(6) Создание нового проекта

Чтобы открыть диалоговое окно «Создать новый проект (папку)» ("Create New Project (Folder)"), нажмите на кнопку **Создать новый проект (Create New Project)**, которая находится слева от кнопки **Выбрать проект (Select Project)**.

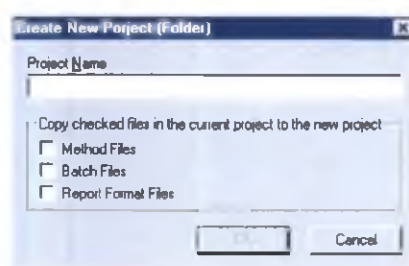


Рисунок 2.50 Диалоговое окно «Создать новый проект (папку)» ("Create New Project (Folder)")

Введите имя проекта. Для того, чтобы из текущего проекта скопировались файлы метода, серии или отчета, поставьте соответствующую галочку.

После того, как введено имя и выбраны файлы для копирования, нажмите **ОК**. Диалоговое окно «Создать новый проект (папку)» ("Create New Project (Folder)") закроется, и скопированные файлы отобразятся в окне списка.

2.9.2 Открытие и сохранение файлов

В этом разделе описывается, как открывать и сохранять файлы, такие как файлы данных и файлы метода. Команды Открыть и Сохранить являются аналогичными тем, которые используются в Windows. За более подробной информацией обращайтесь к руководству по Windows.

1. Открытие файла

Ниже описывается, как открыть файл метода. Тем не менее, эта процедура применима ко всем типам файлов.

- (1) Выберите **Файл > Открыть (File > Open)** или **Файл > Открыть файл метода (File > Open Method File)**, или нажмите кнопку **Открыть (Open)**, находящуюся на панели инструментов. Отобразится диалоговое окно «Открыть файл метода» ("Open Method File").

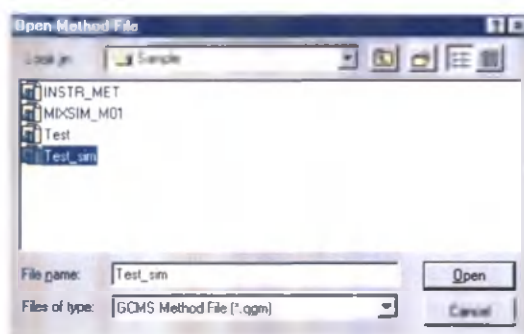
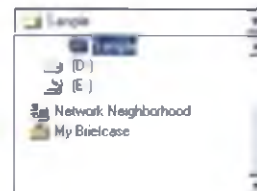


Рисунок 2.51 Диалоговое окно «Открыть файл метода» ("Open Method")

- (2) Нажмите кнопку «Искать в» ("Look in") на комбинированной панели и прокрутите список вверх или вниз, чтобы поменять директорию или диск. Нажмите кнопку **Вверх на один уровень (Up One Level)**, чтобы открыть директорию, содержащую открытую в текущий момент папку. Для открытия вложенной директории выберите папку из окна списка и нажмите **Открыть (Open)** или кликните два раза по папке. Изменяйте и расширяйте директории до тех пор, пока на комбинированной панели не появится папка, в которой сохранен нужный файл.
- (3) Выберите нужный файл из списка и подтвердите правильность имени файла, отображенного в строке ввода «Имя файла» (File Name). Нажмите кнопку **Открыть (Open)**, чтобы открыть выбранный файл.



2. Сохранение нового файла

Ниже описывается, как сохранить созданный файл данных. Тем не менее, эта процедура применима ко всем типам файлов.

- (1) Выберите **Файл > Сохранить файл данных как (File > Save Data File As)**, чтобы открыть диалоговое окно «Сохранить файл данных как» ("Save Data File As").

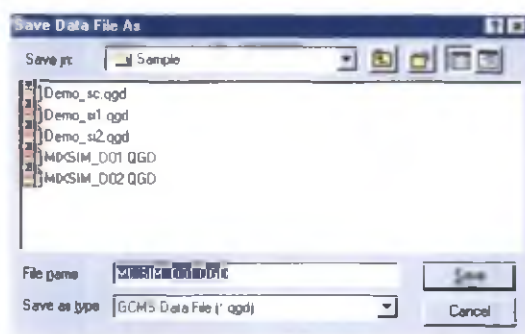


Рисунок 2.52 Диалоговое окно «Сохранить файл данных как»
("Save Data File As")

- (2) Нажмите кнопку «Сохранить в» ("Save in") на комбинированной панели и прокрутите список вверх или вниз, чтобы поменять директорию или диск. Нажмите кнопку **Вверх на один уровень (Up One Level)**, чтобы открыть директорию, содержащую открытую в текущий момент папку. Для открытия вложенной директории выберите папку из окна списка и нажмите **Открыть (Open)** или кликните два раза по папке. Изменяйте и расширяйте директории до тех пор, пока на комбинированной панели «Сохранить в» ("Save in") не появится папка, в которой сохранен нужный файл. Если необходимо, создайте новую папку, нажмите кнопку **Создать новую папку (Create New Folder)**.



- (3) Введите имя в строку ввода «Имя файла» (File Name) и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы сохранить файл под таким именем.

2.9.3 Использование справки

1. Открытие справки по определенной теме

Для доступа к информации об активном окне или диалоговом окне, нажмите клавишу F1 на клавиатуре. Если информация по теме доступна, то откроется окно «ГХМС Справка» ("GCMS Help") с соответствующим текстом, относящимся к активному окну или диалоговому окну.

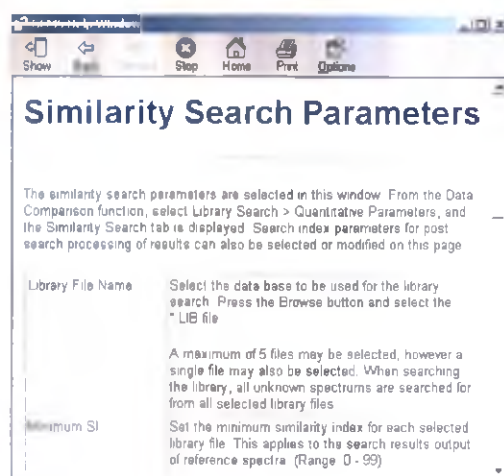


Рисунок 2.53 Окно «ГХМС справка» (GCMS HelpWindow)

Дополнительно в некоторых окнах или диалоговых окнах есть кнопка Справка (help), при нажатии на которую появляется справка по соответствующей теме.

2. Открытие справки по ключевому слову

Выберите **Справка > Оглавление (Help > Contents)**, чтобы открыть окно «ГХМС справка» ("GCMS Help").

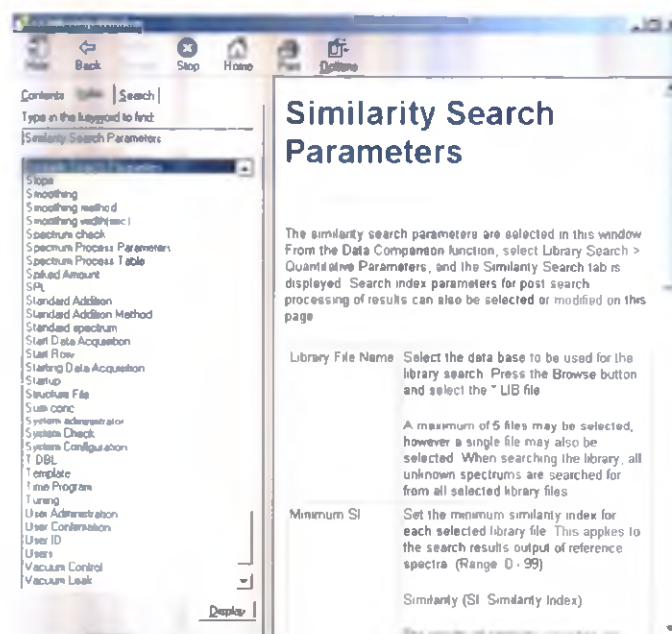


Рисунок 2.54 Окно «ГХМС справки» ("GCMS Help Contents")

Нажмите на закладку «Предметный указатель» (Index) в левой части окна «ГХМС Справка» (GCMS Help window). В окне списка появится предметный указатель ключевых слов.

Прокрутите список, чтобы найти нужную тему. Выберите ключевое слово и нажмите на кнопку **Показать (Display)**, чтобы открыть справку.



Примечание

Если одно и тоже ключевое слово встречается более чем в одной теме, то появляется список «Найденные темы» (Topics Found). Список отображается в правой части окна «ГХМС Справка» (GCMS Help). Прокрутите список, чтобы найти нужную тему. Выберите тему из списка и нажмите на кнопку **Показать (Display)**.

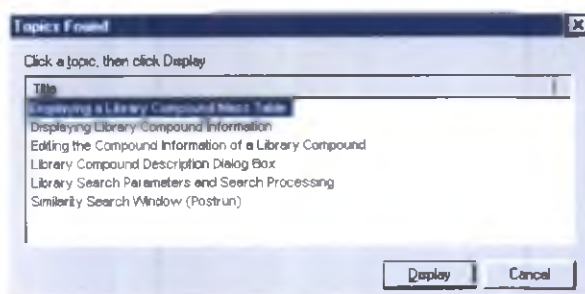


Рисунок 2.55 Список найденных тем



Примечание

В случае необходимости можно перемещать и изменять размеры окна «ГХМС Справка» ("GCMS Help"). Чтобы переместить, перетащите окно за верхнюю панель. Чтобы изменить размер, либо кликните двойным щелчком мыши по рамке окна, либо растяните окно за нижний правый угол, удерживая левую кнопку мыши.

2.9.4 Принципы системного управления

В приборе GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE система безопасности создана в соответствии с идеей управления пользователем. Программное обеспечение GCMSsolution позволяет администратору выбирать уровни полномочий для каждого пользователя. Уровень полномочий определяется количеством разрешенных доступов, которые есть у пользователя к прибору, данным и методам. Это предотвращает внесение случайных изменений в метод пользователем, которому не следует этого делать, и защищает систему от выключения пользователем, у которого нет прав на принятие такого решения.

1. Пользователи и группы

Системное управление касается пользователей, групп и уровней полномочий. Диаграмма ниже иллюстрирует пользователей, группы и систему авторизации. Каждый пользователь принадлежит к одной или более группам. Каждая группа наделена определенным уровнем полномочий. Каждый уровень полномочий состоит из определенного набора прав.

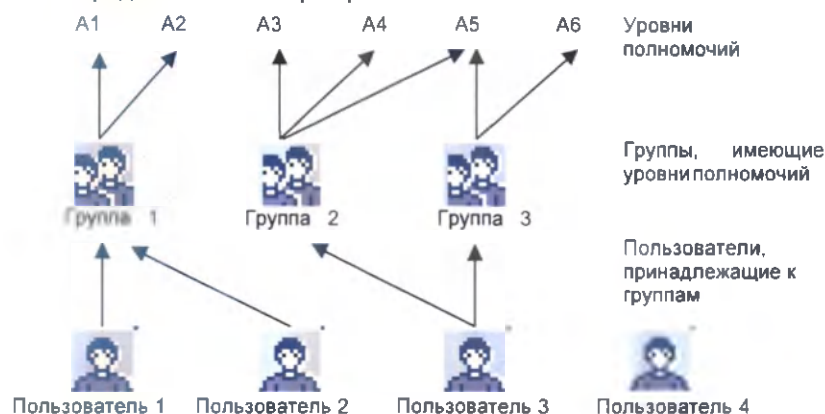


Рисунок 2.56 Пользователи, группы и уровни полномочий

- Пользователь 1 принадлежит только к Группе 1 и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 1 и 2 с помощью Группы 1.
- Пользователь 2, также как и пользователь 1, принадлежит только к Группе 1 и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 1 и 2.
- Пользователь 3 принадлежит к группам 2 и 3 и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 3 - 6, которые закреплены за двумя группами.
- Пользователь 4 не принадлежит ни к одной группе и, таким образом, не имеет никаких прав.

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Управление пользователями	Право добавлять или удалять пользователей, устанавливать правила и выполнять действия, описанные в Разделе 2.9.5 "Системное управление", стр. 67.			
Правка конфигурации системы	Право изменять конфигурацию системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.7 "Конфигурация системы", стр. 36.	x	x	

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Правка метода (параметров прибора)	Право изменять параметры прибора в файле метода и выполнять действия, описанные в Главе 2 "Основные операции"		x	
Правка метода (настройки отображения записи)	Право изменять параметры просмотра данных в файле метода или параметры, доступные через Вид > Параметры просмотра данных (View > Data View Parameters).		x	
Правка метода (параметры обработки данных)	Право на изменение параметров качественного и количественного анализов в файле метода или параметров, описанных в Главе 4 "Качественный анализ" на стр. 103 и Главе 5 "Количественный анализ" на стр. 127.		x	
Правка формата отчета	Право изменять файлы отчета и выполнять действия, описанные в Главе 6 "Создание отчетов" на стр. 153.		x	
Правка таблицы серии	Право изменять таблицы серий и выполнять действия, описанные в Главе 7 "Непрерывный анализ" на стр. 163.		x	x
Создание шаблона	Право создавать шаблоны файлов метода, серии и отчета и выполнять действия, описанные в Разделе 2.9.6 "Шаблоны", стр. 77.		x	
Изменять параметры авторегулировки	Право изменять условия настройки и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8.2 "Регулировка", стр. 51.	x		
Изменять настройки проверки системы	Право изменять параметры проверки системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8.1 "Проверка системы", стр. 38.	x		
Вкл/Выкл Вакуумной системы	Право на запуск и выключение приборов и на выполнение действий, описанных в Разделе 2.4 "Запуск и выключение прибора", стр. 14.	x		
Запуск проверки и автонастройки	Право проводить проверку системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8 "Проверка и настройка системы", стр. 38.	x	x	x
Запуск мониторинга пиков	Право на проведение мониторинга пиков.	x		
Запуск серийного анализа	Право на проведение автоматической записи данных и анализа, как описано в Разделе 7.2 "Автоматическая запись данных и анализ данных", стр. 165.		x	x
Запуск единичного анализа	Право на запись данных единичного образца и на выполнение действий, описанных в Разделе 3.3 "Настройки единичного анализа", стр. 97.		x	

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Запуск обработки данных	Право на работу с данными в ГХМС по обработке данных и на выполнение действий, описанных в Главе 4 "Качественный анализ" стр. 103 и Главе 5		x	x

2. Администраторы

Администраторы – это пользователи, у которых есть права на работу со всеми функциями, которые имеются в программном обеспечении GCMSsolution. После того, как программное обеспечение установлено, по умолчанию пользователю под именем "Admin" принадлежат привилегии администратора.

3. Использование инструмента аутентификации пользователя Shimadzu
Если Вы используете программное обеспечение CLASS-Agent (опция), вы можете управлять информацией, доступной пользователю с помощью инструмента аутентификации пользователя Shimadzu. Данный инструмент позволяет Вам разграничивать доступ пользователей к другим программам, таким как CLASS-Agent и GCSolution. Выберите «Инструмент аутентификации пользователя Shimadzu» ("Shimadzu User Authentication Tool") в диалоговом окне «Выбор режима аутентификации пользователя» ("User Authentication Mode Select") при установке программы GCMSsolution. Подробнее об установке Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu смотрите в инструкции по эксплуатации, прилагающейся к Инструменту аутентификации пользователя Shimadzu.



Примечание

Для управления информацией, доступной пользователю с помощью Инструмента аутентификации пользователя, убедитесь, что версия данной программы 1.08 или более поздняя.



Примечание

Если Вы решили использовать Инструмент аутентификации пользователя Shimadzu, когда программа GCMSsolution уже установлена и работает, текущая информация пользователя будет заменена при регистрации Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu. Таким образом, если пользователи были зарегистрированы только в GCMSsolution, то их необходимо заново зарегистрировать в Инструменте аутентификации пользователя Shimadzu. В соответствии с Разделом 2.9.5 «Системное управление» ("System administration"), зарегистрируйте пользователя в диалоговом окне «Пользователи» ("Users"). Следует отметить, что если имя пользователя и/или его номер идентичны между базой пользователей программы GCMSsolution и Инструментом аутентификации пользователя Shimadzu, то прежний пароль остается действующим. За дополнительной информацией обратитесь к Разделу 2.9.5 «Системное управление» ("System administration").

2.9.5 Системное управление

Диалоговое окно «Системное управление» ("System Administration") дает возможность администратору выполнять ряд действий: добавлять новых пользователей и присваивать им имена, давать пароли и определять права доступа, добавлять или редактировать группы, устанавливать параметры регистрации пользователя. Как только произведены изменения или добавлены пользователи, в журнал событий вносятся корректировки.

1. Выберите **Файл > Управление пользователями (File > User Administration)**, чтобы открыть диалоговое окно «Системное управление» ("System Administration").

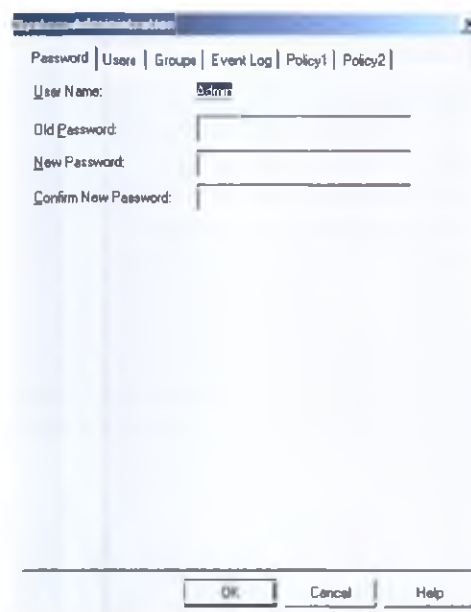


Рисунок 2.57 Диалоговое окно «Системное управление» ("System Administration")

2. Выбрав закладку «Пароль» ("Password"), можно изменять пароль для регистрации пользователя в системе. Если у пользователя нет пароля, то все поля неактивны.

Параметр	Описание
Имя пользователя (User Name)	Отображает текущее имя пользователя для входа в систему.
Старый пароль (Old Password)	Введите текущий пароль.
Новый пароль (New Password)	Введите новый пароль.
Подтверждение нового пароля (Confirm New Password)	Введите новый пароль точно так же, как в поле «Новый пароль» ("New Password") для подтверждения правильности ввода пароля.



Примечание

Если у пользователя нет пароля, то его можно ввести в закладке «Пользователь» ("User"). Более подробную информацию смотрите в следующем параграфе, в котором описывается закладка «Пользователь» ("User").

3. В закладке «Пользователь» ("User") отображается список всех зарегистрированных в системе пользователей. Чтобы посмотреть, к какой группе относится пользователь, выберите имя пользователя (user name) в окне «Присвоенные группы» ("Assigned Groups"). Чтобы добавить пользователя, нажмите кнопку **Добавить (Add)**. Появится диалоговое окно «Добавить пользователя» ("Add User").

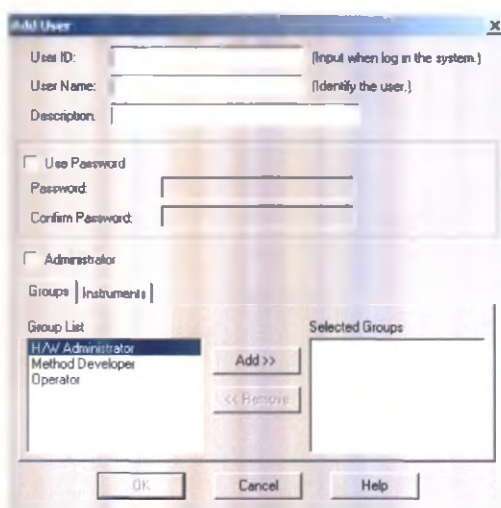


Рисунок 2.58 Диалоговое окно «Добавить пользователя» ("Add User")

Введите следующую информацию для каждого пользователя.

Свойство	Описание
ID пользователя (User ID)	Введите ID для нового пользователя. ID используется при входе в систему.
Имя пользователя (User Name)	Введите имя для нового пользователя.
Описание (Description)	Введите описание пользователя, в том числе полное имя.
Использовать пароль (Use Password)	Поставьте галочку, чтобы пользователю нужно было вводить пароль при входе в программу. Если галочка поставлена, то поля «Пароль» ("Password") и «Подтверждение пароля» ("Confirm Password") станут активными.
Пароль (Password)	Если отмечено «Использовать пароль» ("Use Password"), то введите пароль для входа пользователя в программу.
Подтверждение пароля (Confirm Password)	Введите пароль повторно, чтобы подтвердить правильность ввода пароля.
Администратор (Administrator)	Поставьте галочку, если хотите сделать пользователя администратором.
Список групп (Group List)	Выберите группу(ы), к которой будет принадлежать пользователь, и нажмите кнопку Добавить (Add) или кликните два раза по группе. Группа переместится в окно «Выбранные группы» ("Selected Groups").
Выбранные группы (Selected Groups)	Отображает группы, к которым принадлежит пользователь. Чтобы удалить пользователя из группы, выберите группу и нажмите Удалить (Remove) или кликните два раза по группе.
Список приборов	Выберите прибор, который может быть использован зарегистрированными пользователями и нажмите кнопку Добавить (Add) . Прибор будет зарегистрирован в окне Выбор прибора. Приборы также могут быть добавлены двойным щелчком мыши по соответствующему пункту.
Выбор прибора	Отображаются зарегистрированные приборы.



Примечание

Если используется пароль, то установите минимальную длину пароля в закладке «Правила 1» ("Policy 1").

Нажмите ОК после завершения настройки нового пользователя, и диалоговое окно «Добавить пользователя» ("Add User") закроется. Чтобы удалить какого-либо пользователя, выберите этого пользователя в закладке «Пользователи» ("Users") и нажмите кнопку **Удалить (Remove)**. Чтобы просмотреть свойства какого-либо пользователя, выберите этого пользователя в закладке «Пользователи» ("Users") и нажмите кнопку **Свойства (Properties)**. Появится диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property").

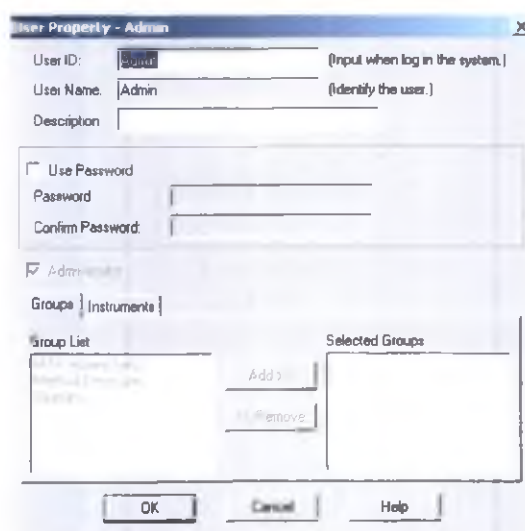


Рисунок 2.59 Диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property")

Для каждого пользователя отображаются следующие свойства.

Свойство	Описание
ID пользователя (User ID)	Отображает ID нового пользователя. Изменить нельзя.
Имя пользователя (User Name)	Отображает имя выбранного пользователя.
Описание (Description)	Отображает описание выбранного пользователя.
Использовать пароль (Use Password)	Поставьте галочку, чтобы пользователю нужно было вводить пароль при входе в программу. Если галочка поставлена, то поля «Пароль» ("Password") и «Подтверждение пароля» ("Confirm Password") станут активными. Введенный пароль – это текущий пароль.
Пароль (Password)	Если отмечено «Использовать пароль» ("Use Password"), то введите пароль для входа пользователя в программу.
Подтверждение пароля (Confirm Password)	Введите пароль повторно, чтобы подтвердить правильность ввода пароля.
Администратор (Administrator)	Поставьте галочку, если хотите сделать пользователя администратором. Если галочка уже поставлена, то текущий пользователь имеет привилегии администратора.
Список групп (Group List)	Выберите группу(ы), к которой будет принадлежать пользователь, и нажмите кнопку Добавить (Add) или кликните два раза по группе. Группа переместится в окно «Выбранные группы» ("Selected Groups").
Выбранные группы (Selected Groups)	Отображает группы, к которым принадлежит пользователь. Чтобы удалить пользователя из группы, выберите группу и нажмите Удалить (Remove) или кликните два раза по группе.
Список приборов	Добавить прибор может сам пользователь, для этого необходимо выбрать прибор и нажать на кнопку Добавить (Add) . Прибор будет добавлен в окно Выбор прибора. Прибор также может быть добавлен двойным щелчком мыши по соответствующему пункту. Все зарегистрированные приборы отображаются в окне Выбор прибора.
Выбор прибора	Отображаются зарегистрированные приборы. Удалить прибор может сам пользователь, для этого необходимо выбрать прибор и нажать на кнопку Удалить (Remove) .



Примечание

Если используется пароль, то установите минимальную длину пароля в закладке «Правила 1» ("Policy 1").

Нажмите **ОК** после завершения правки свойств пользователя, и диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property") закроется.

4. В закладке «Группы» ("Groups") отображается список всех групп. Выберите группу, чтобы просмотреть права, установленные для этой группы. Чтобы создать новую группу, нажмите кнопку **Добавить (Add)**. Появится диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group").

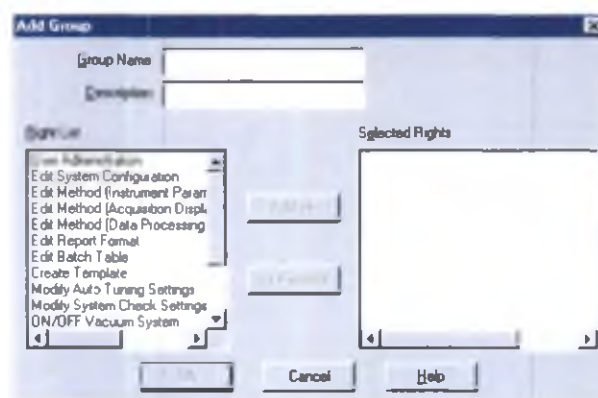


Рисунок 2.60 Диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group")

Введите следующую информацию для каждой новой группы.

Свойство	Описание
Имя группы (Group Name)	Введите название новой группы.
Описание (Description)	Введите краткое описание новой группы.
Список прав (Right List)	Выберите права, которые будут доступны группе, и нажмите кнопку Добавить (Add) или кликните два раза по выбранному праву. Группа переместится в окно « Выбранные права » (Selected Rights).
Выбранные права (Selected Rights)	Отображает права, которые будут доступны группе. Чтобы удалить какое-либо право, выберите его и нажмите Удалить (Remove) или кликните два раза по выбранному праву.

Нажмите **OK** после завершения настройки группы, и диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group") закроется.

Чтобы удалить группу, выберите нужную группу в закладке «Группы» ("Groups") и нажмите кнопку **Удалить (Remove)**.

Чтобы просмотреть свойства группы, выберите нужную группу в закладке «Группы» ("Groups") и нажмите кнопку **Свойства (Properties)**. Появится диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties").

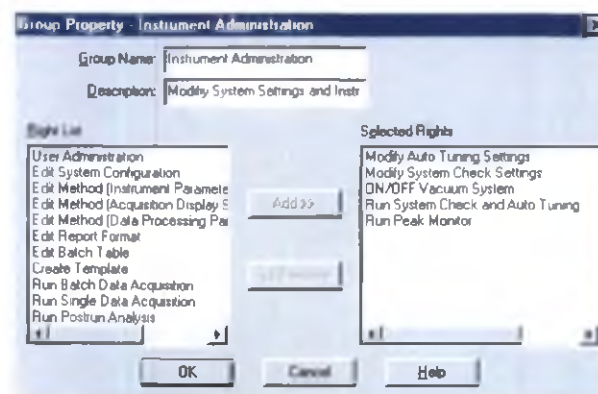


Рисунок 2.61 Диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties")

Для каждой группы отображаются следующие свойства.

Свойство	Описание
Имя группы (Group Name)	Отображает название выбранной группы.
Описание (Description)	Отображает краткое описание выбранной группы.
Список прав (Right List)	Выберите права, которые будут доступны группе и нажмите кнопку Добавить (Add) или кликните два раза по выбранному праву. Группа переместится в окно
Выбранные права (Selected Rights)	Отображает права, которые доступны группе. Чтобы удалить какое-либо право, выберите нужное право и нажмите Удалить (Remove) или кликните два раза по выбранному праву

Нажмите **ОК** после завершения правки свойств группы, и диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties") закроется.

5. Закладка «Журнал событий» (Event Log) отображает историю всех изменений и действий, выполненных в «Управлении пользователем» (User Administration). Чтобы использовать журнал с другими приложениями или GCMSsolution функциями, сохраните его как текстовый файл, нажав кнопку **Сохранить как текст (Save As Text)**. Появится диалоговое окно «Конвертировать журнал событий» ("Convert Event Log").

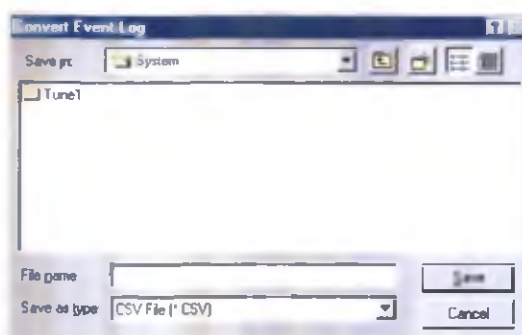


Рисунок 2.62 Диалоговое окно «Конвертирование журнала событий» ("Convert Event Log")

Выберите директорию, введите имя файла и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы сохранить файл. За более подробной информацией обратитесь к Разделу 2.9.2 "Открытие и сохранение файлов", стр. 60.

Чтобы удалить Журнал событий, нажмите кнопку **Очистить все события (Clear All Events)**. Появится запрос подтверждения. Нажмите **Yes**, чтобы очистить журнал.

6. Введите общие параметры управления пользователями, используя закладку «Правила 1» ("Policy1").
Изменять установки на этой странице может только пользователь с правами, назначенными системным администратором.

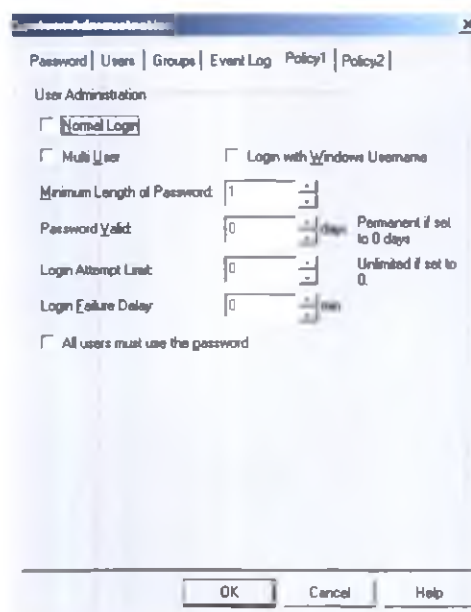


Рисунок 2.63 Системное управление, закладка «Правила 1» (Policy1)

Параметр	Описание		По умолчанию
Нормальный вход в программу (Normal Login)	Задано	Для входа в программу нужно вводить имя пользователя.	
	Не задано	В диалоговом окне "Login" содержится комбинированная ячейка combo box со списком всех введенных пользователей, в ней можно выбрать имя пользователя. По умолчанию отображается пользователь, который входил в программу последним.	Не задано
Множество пользователей (Multi User)	Не задано	Одновременно может зарегистрироваться только один пользователь. После регистрации при загрузке приложения GCMSsolution диалоговое окно "Login" не появляется.	Не задано
	Задано	В программе GCMSsolution одновременно может быть зарегистрировано несколько пользователей. При каждой загрузке приложения GCMSsolution появляется диалоговое окно "Login".	
Имя пользователя (Login with Windows Username)		Доступен только в однопользовательском режиме. В программе GCMSsolution производится поиск имени пользователя Windows, и если точно такое имя пользователя зарегистрировано для GCMSsolution, то вход в систему через диалоговое окно пропускается.	Не задано
Пароль (Password)	Мин. длина (Minimum Length)	Выберите минимальное количество символов в пароле. Нормальным диапазоном считается комбинация, содержащая от 1 до 8 символов.	1
	Действие (Valid)	Выберите, сколько дней будет действовать пароль. По истечению установленного времени пароль нужно будет поменять. Если выбрано 0, то пароль будет действительным без временных ограничений.	0

Параметр	Описание	По умолчанию
Пароль должен быть сложным	Выбранный пароль должен состоять только из букв или цифр и не быть слишком длинным. Используйте комбинацию букв и цифр при задании пароля.	Не задано
Установки блокировки (для ПК)	Если число ошибочного ввода логина превышает заданное число в параметрах блокировки, вход любого пользователя становится невозможным и ПК блокируется в течение заданного времени.	—
Предел попыток входа в систему (Login Attempt Limit)	Когда количество ошибок ввода пароля превысит заданный предел, вход в систему заблокируется на период, указанный в «Периоде блокировки входа» (Login Lock Period). Если выбрано 0, то можно делать [▲][▼] неограниченное количество попыток.	0
Продолжительность блокировки	Введите время длительности блокировки ПК, когда число попыток входа в систему больше установленного значения. Если задать «0», то блокировка ПК будет выключена.	0
Установки блокировки (для пользователей)	Если число ошибочного ввода логина пользователем превышает заданное число в параметрах блокировки, вход любого пользователя в систему становится невозможным и вход блокируется в течение заданного времени.	—
Предел попыток входа в систему (Login Attempt Limit)	Когда количество ошибок ввода пароля превысит заданный предел, вход в систему заблокируется на период, указанный в «Периоде блокировки входа» (Login Lock Period). Если выбрано 0, то можно делать неограниченное количество попыток.	0
Продолжительность блокировки	Введите время длительности блокировки [▲][▼] пользователя, когда число попыток входа в систему больше установленного значения. Если задать «0», то блокировка пользователя будет выключена.	0
Количество уровней для двойной проверки пароля	Запрещено создание пароля, который уже применялся ранее за период, определенный администратором. Если задать «0», то это отменит двойную проверку.	0
Все пользователи должны использовать пароль	Требование создания пароля для тех пользователей, которые ранее работали без пароля. Требование появится при очередном открытии окна «Свойства пользователя» ("User Property").	Не задано



Примечание

Если при установке программы GCMSsolution была поставлена отметка в диалоговом окне «Выбор режима аутентификации пользователя», то правила блокировки определяются согласно установкам Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu.



Примечание

Когда истечет время действия пароля, появится сообщение, предупреждающее пользователя о необходимости сменить пароль. Нажмите ОК, чтобы появилось диалоговое окно для смены пароля.

7. Закладка «Правила 2» (Policy2) используется для дополнительных настроек управления пользователями.
Изменять установки на этой странице может только пользователь с правами, назначенными системным администратором.

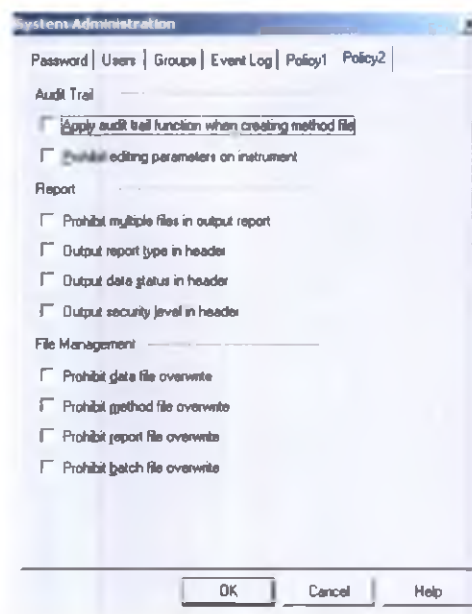


Рисунок 2.64 Системное управление, закладка «Правила 2» ("Policy2")

	Пункт настройки	Описание	По умолчанию
Журнал регистрации событий (Audit Trail)	Применение функции журнала регистрации событий при создании метода	Принуждает использовать настройки журнала регистрации событий при создании нового метода. Это аналогично созданию нового метода с использованием шаблона.	Не задано
	Запрет правки параметров прибора	Препятствует изменению параметров прибора в файле метода. Параметры могут быть изменены непосредственно в приборе.	Не задано
Отчет (Report)	Запрет распечатки составных файлов	Препятствует загрузке и печати файлов для отдельных пунктов в пункте «Отчет» в закладке «Свойства файла» (Properties File).	Не задано
	Вывод типа отчета в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле тип приложения, из которого распечатывается отчет.	Не задано
	Вывод состояния данных в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле состояние данных	Не задано
	Вывод уровня защиты в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле уровень защиты.	Не задано
Рабочие файлы (File Management)	Запрет перезаписи других файлов данных	В процессе единичных или серийных анализов при сохранении в исходный файл данных имя файла нужно изменить. В ГХМС обработке данных исходный файл не может быть перезаписан.	Не задано
	Запрет перезаписи других файлов метода	Исходный файл метода не может быть перезаписан ни в окне получения данных «ГХМС анализ в реальном времени», ни в окне калибровки «ГХМС обработка данных».	Не задано
	Запрет перезаписи других файлов отчета	Исходный файл отчета не может быть перезаписан в окне создания отчета ни в одном из приложений.	Не задано
	Запрет перезаписи других файлов серии	Исходный файл серии не может быть перезаписан в окне создание таблиц серии ни в одном из приложений.	Не задано



Примечание

Эти настройки хранятся в файле базы данных "SysAdmin.mdb" в системной папке (обычно, в C:\GCMSsolution, при стандартной установке). Кроме того, настройки цвета экрана и т.д. для индивидуальных пользователей хранятся в "SysAdmin.upf" в той же папке.

В качестве защиты от непредвиденных ошибок рекомендуется дублировать эти файлы.

2.9.6 Шаблоны

Для файлов метода, серии или отчета с одинаковыми параметрами можно создать шаблоны файлов, чтобы сэкономить время и предотвратить ошибки в настройке параметров.

1. Создание шаблонов

Ниже описывается процедура создания шаблона файла метода. Тем не менее, эта применима к шаблонам файлов серии и отчета.

- (1) Введите параметры метода для включения их в шаблон. Выберите **Файл > Сохранить метод как шаблон (File > Save Method As Template)**. Появится диалоговое окно «Сохранить как шаблон» ("Save As Template").

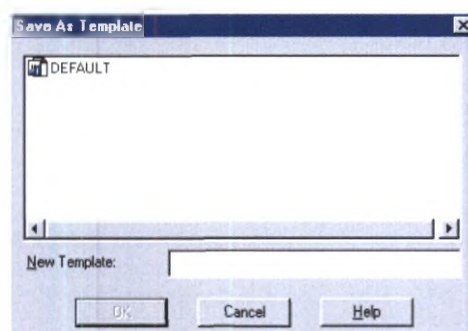


Рисунок 2.65 Диалоговое окно «Сохранить как шаблон»
("Save As Template")

- (2) Введите имя шаблона в строке ввода «Новый шаблон» ("New Template") и нажмите **ОК**. Если шаблона с таким именем нет, то он сохранится. Если шаблон с подобным именем уже существует, то появится предупреждающее сообщение для подтверждения перезаписи файла. Нажмите **ОК**, чтобы перезаписать файл и сохранить шаблон.

2. Создание новых файлов с помощью шаблонов

- (1) Выберите **Файл > Новый файл метода (File > New Method File)**, чтобы открыть диалоговое окно «Новый файл» ("File New").

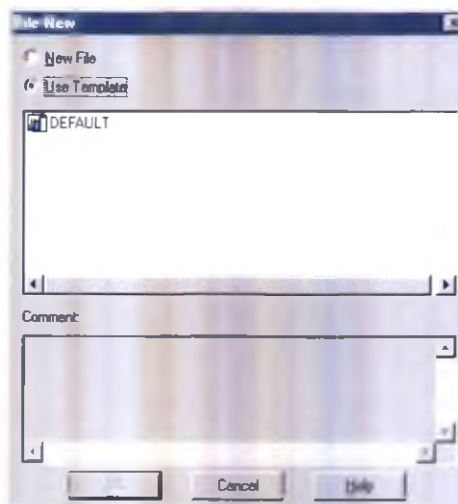


Рисунок 2.66 Диалоговое окно «Новый файл» ("File New")

Приведенное выше окно отображается только в том случае, если стоит отметка **Указание создания нового файла (Prompt on File New)** в диалоговом окне «Установка опций», которое открывается, если выбрано **Инструмент > Опция (Tool > Option)**. Диалоговое окно «Новый файл» ("File New") не отображается, когда выбран **Новый файл** или **Шаблон**.

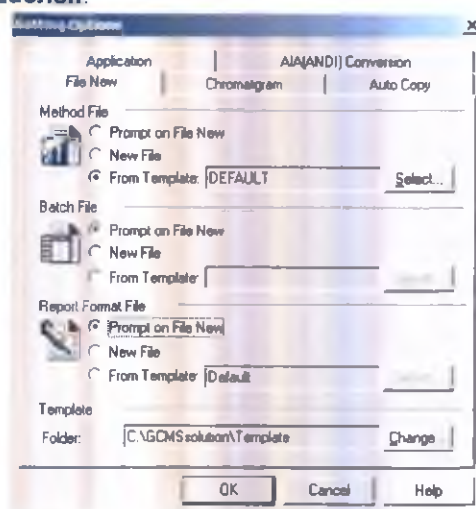


Рисунок 2.67 Диалоговое окно «Установка опций» ("Setting Options")

- (2) Нажмите на кнопку **«Из шаблона» (from Template)**, выберите нужный шаблон из списка и нажмите **ОК**.
Содержимое шаблона отобразится в созданном файле, и откроется режим правки.



Примечание

Выберите «Новый файл» ("File New"), если в новый файл не нужно включать содержимое шаблона.

3.1

Обзор

3 Получение данных

В этом разделе описываются окна и функции, необходимые для получения данных.

3.1.1 Окно "Получение данных для разработки методики анализа"

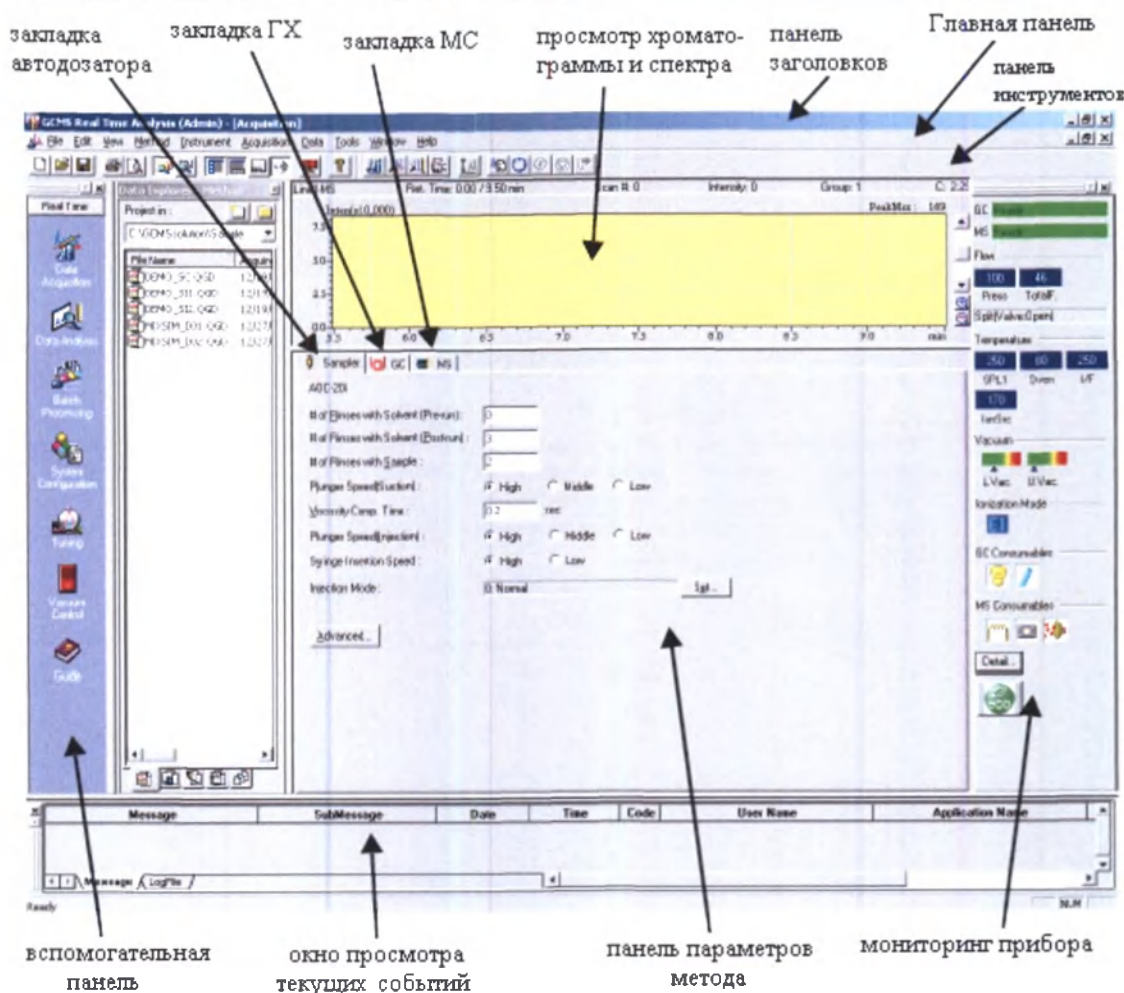


Рисунок 3.1 Окно «Создание метода» ("Acquisition")

Такой вид экрана появляется при выборе **Метод > Параметры прибора (Method > Instrument Parameters)**. Также он может появиться при нажатии на иконку **Разработка методики (Method Development)** на вспомогательной панели или при нажатии на кнопку **Параметры получения данных (Data Acquisition Param)** на панели инструментов. Такая структура окна хранится для каждого пользователя в случае, если окно «Анализ в реальном времени» ("Real Time Analysis") закрыто. Части этого окна описаны в нижеследующей таблице.

Окно «Создание метода получения данных»

Панель заголовков	Отображает имена используемых в данный момент приложений, название процесса или имена файлов.
Главная панель	Отображает меню различных команд для открытого окна.
Панель инструментов	Отображает кнопки различных инструментов, доступных для открытого окна.
Вспомогательная панель	Содержит список иконок, соответствующих последовательности основных операций. Обычно нужная операция выбирается нажатием на эти иконки.
Вид хроматограммы/спектра	Отображает в реальном времени данные, которые передаются от детектора в процессе получения данных.
Панель параметров метода	Для каждого блока прибора задаются параметры, которые будут использоваться при сборе данных. Для изменения параметров нажмите на закладку соответствующего блока.
Мониторинг прибора	Отображает различные параметры прибора на текущий момент времени. Применяется для определения готовности для начала анализа.

3.1.2 Окно «Получение данных»

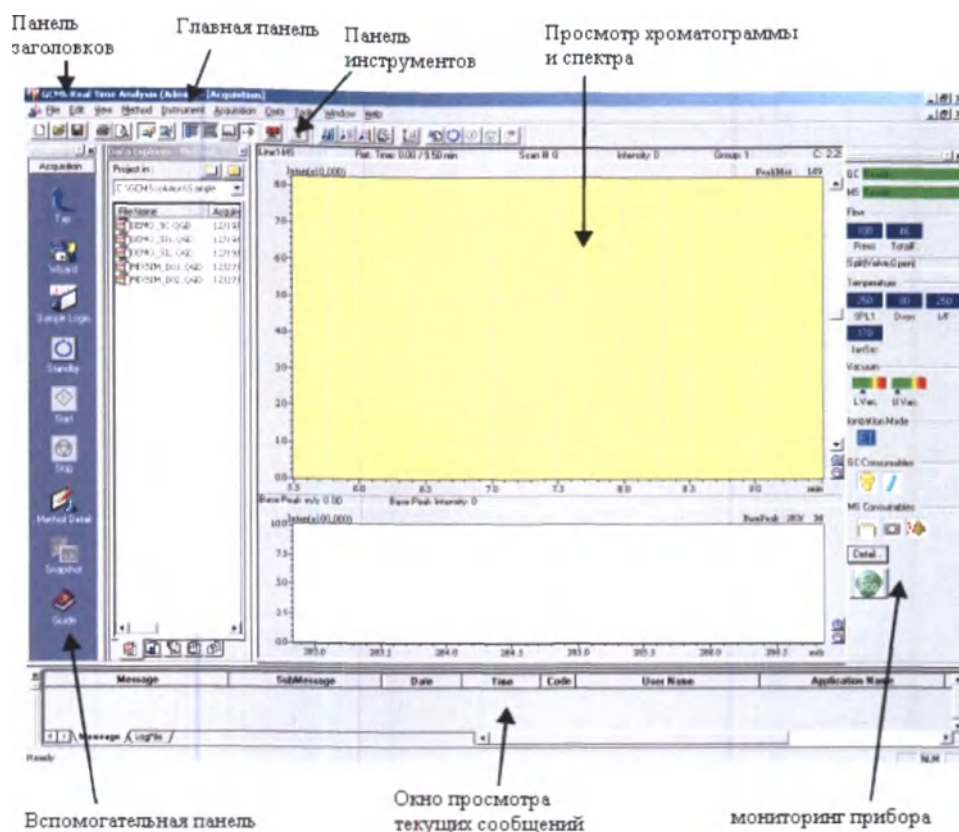


Рисунок 3.2 Окно «Получение данных» ("Acquisition")

Такой вид окна появляется при выборе иконки **Получение данных (Data Acquisition)** на вспомогательной панели или когда отменен выбор **Параметров прибора (Instrument Parameters)** в меню метода или на панели инструментов. Выход из режима создания метода происходит, когда рядом с пунктом меню **Параметры прибора (Instrument Parameters)** не стоит галочка и когда не нажата кнопка **Параметры получения данных (Data Acquisition Param)** на панели инструментов. Такая структура окна хранится для каждого пользователя в случае, если закрыто окно «Анализ в реальном времени» ("Real Time Analysis").

Панель заголовков	Отображает имена используемых в данный момент приложений, название процесса или имена файлов.
Главное меню	Отображает различные команды меню для открытого окна.
Панель инструментов	Отображает кнопки различных инструментов для открытого окна.
Вспомогательная панель	Отображает список иконок, соответствующих последовательности основных операций. Обычно нужная операция выбирается нажатием на эти иконки.
Вид хроматограммы/спектра	Отображает в реальном времени данные, которые передаются от детектора в процессе получения данных.
Мониторинг прибора	Отображает различные параметры прибора на текущий момент времени. Применяется для определения готовности прибора для начала анализа.

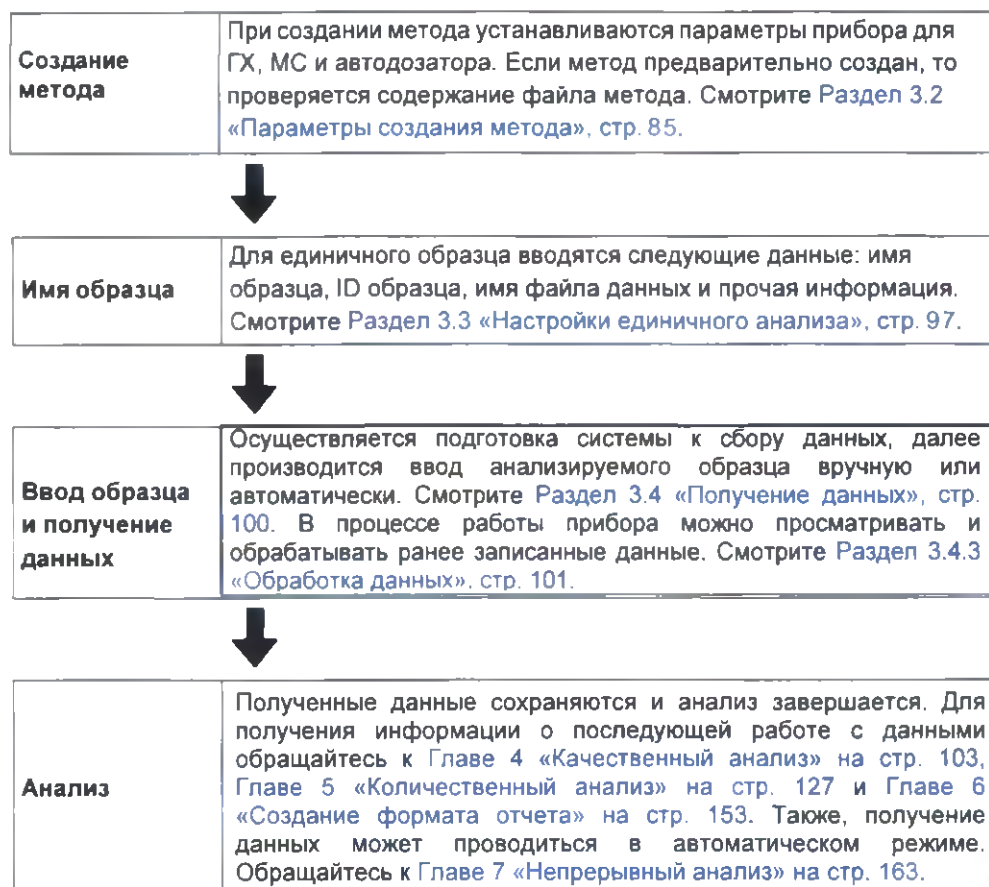
3.1.3 Вспомогательная панель

В этом разделе описываются различные иконки, которые отображаются на вспомогательной панели во время получения данных.

 Top	Наверх	Возвращает на вспомогательную панель режима «Реальное время».
 Method	Мастер настройки метода	Позволяет устанавливать параметры метода, используемые во время анализа для ГХ, МС и автодозатора.
 Sample Login	Имя образца	Используется при единичном анализе для присвоения имени файлу данных, выбора номера виалы и для принятия решения, нужно ли печатать отчет.
 Download	Загрузка	Загружает параметры, установленные в закладке параметров метода в прибор, и переводит прибор в режим готовности, чтобы можно было начать сбор данных.
 Start	Старт	Начинает сбор данных. Отображается продолжительность анализа, а также вид хроматограммы и спектра в реальном времени.
 Stop	Стоп	Останавливает МС операции. Программа увеличения температуры ГХ и временная программа продолжают работать. Операции ГХ останавливаются, если нажать кнопку STOP на хроматографе.
 Instrument Parameters	Параметры прибора	Отображает параметры прибора. Можно выбрать Вкл/Выкл.
 Snapshot	Просмотр	Выводит окно «ГХМС обработка данных», где можно работать с МС данными, полученными от начала сбора данных до момента нажатия кнопки Просмотр (Snap Shot) .
 Guide	Справка	Описывает процедуру получения данных.

3.1.4 Последовательность получения данных

Ниже описывается процесс получения данных.



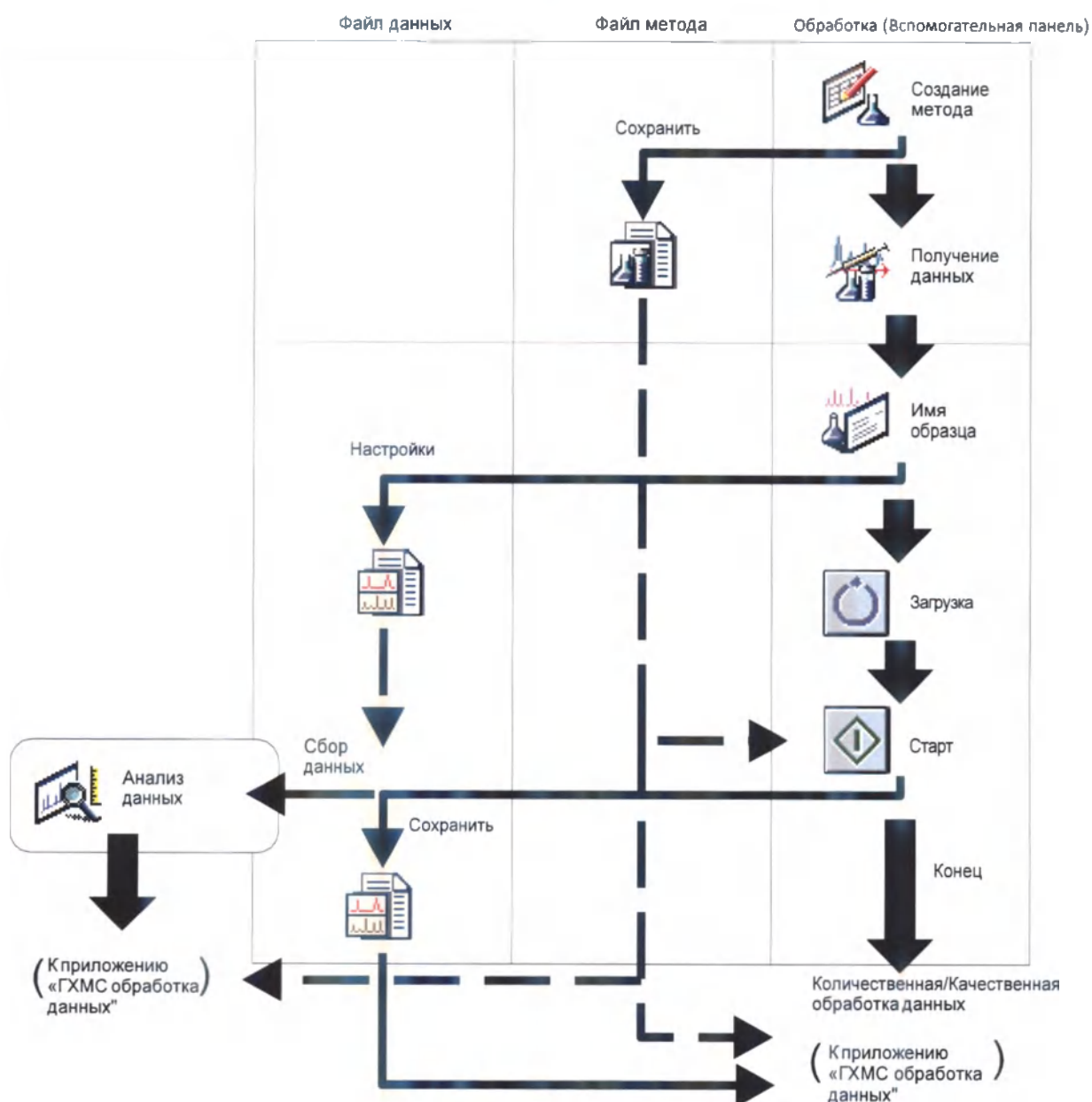


Рисунок 3.3 Процесс получения данных (схематично)

3.2

3 Получение данных

Параметры создания метода

В этом разделе описывается, как создавать метод, используя параметры в окне «Получение данных» ("Acquisition"). Когда метод сохраняется как файл метода, результаты последовательных анализов могут быть получены с использованием одного и того же метода.

Перед тем, как создавать метод, определите конфигурацию системы, используя приложение «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis").

Метод можно создавать в **Параметрах прибора (Instrument Parameters)** или с использованием **Мастера создания метода (Method Wizard)**.

3.2.1 Параметры метода

Нажмите на иконку «Мастер создания метода» (Method wizard) на вспомогательной панели, чтобы открыть окно «Мастер создания метода» ("Method wizard").

(1) Дозатор (Sampler)

Отображается, если в конфигурации системы отмечен АОС. Обратитесь к Разделу 3.2.2 "Закладка «Дозатор (автодозатор)»", стр. 86 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(2) ГХ параметры (1) (GC Parameters (1))

Отображается, если в конфигурации системы отмечен ГХ. Обратитесь к Разделу 3.2.3 "ГХ параметры (Закладка «ГХ»)", стр. 88 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(3) ГХ параметры (2) (GC Parameters (2))

Отображается, если в конфигурации системы отмечен ГХ. Обратитесь к Разделу 3.2.3 "ГХ параметры (Закладка «ГХ»)", стр. 88 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(4) МС параметры (1) (MS Parameters (1))

Отображается, если в конфигурации системы отмечен МС. Обратитесь к Разделу 3.2.4 "МС параметры (Закладка «МС»)", стр. 92 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(5) МС параметры (2) (MS Parameters (2))

Отображается, если в конфигурации системы отмечен МС. Обратитесь к Разделу 3.2.4 "МС параметры (Закладка «МС»)", стр. 92 для получения информации о параметрах и настройках. Для завершения настройки, нажмите **ОК**. Закроется окно «Мастер создания метода» и файл метода будет создан. Если требуются дополнительные настройки, то редактируйте параметры в закладках «ГХ» и «МС» в окне «Параметры прибора» ("Instrument Parameter").

3.2.2 Закладка «Автодозатор»

Выберите Вид > Параметры инструмента > Закладка «Дозатор» (View > Instrument Parameters > Sampler tab). Появится закладка «Дозатор».

Sampler
AOC-20

of Rinses with Solvent (Pre-run): 0

of Rinses with Solvent (Post-run): 0

of Rinses with Sample: 0

Plunger Speed(Suction): ☒ High ☐ Middle ☐ Low

Viscosity Comp. Time: 0 sec

Plunger Speed(Injection): ☒ High ☐ Middle ☐ Low

Syringe Insertion Speed: ☒ High ☐ Low

Injection Mode: ID: Normal

Рисунок 3.4 Параметры инструмента, закладка «Дозатор» ("Sampler")

Сбор данных и анализ можно проводить и при установках по умолчанию. Обратитесь к нижеприведенной таблице, если потребуются более детальные настройки.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Кол-во промывок растворителем (перед анализом) (# of Rinses with Solvent (Pre-run))	Установите число промывок шприца растворителем перед вводом пробы. Когда выбран режим ввода растворителя, этот параметр не доступен.		0 - 99	0
Кол-во промывок растворителем (после анализа) (# of Rinses with Solvent (Post-run))	Установите число промывок шприца растворителем после ввода пробы в хроматограф. Измените этот параметр, если анализируете образцы различного типа или если вводите один образец многократно.		0 - 99	1
Кол-во промывок образцом (# of Rinses with Sample)	Установите число промывок шприца образцом перед вводом пробы. Измените этот параметр, если анализируете образцы различного типа или если вводите один образец многократно.		0 - 99	2
Скорость штока (всасывание) (Plunger Speed (Suction))	Установите скорость штока при всасывании образца. Этот параметр применяется при всасывании для промывки образцом и для ввода образца. Для накачивания и для промывки растворителем всегда используется высокая скорость всасывания.		Высокая, средняя, низкая	Высокая
Время вязкости (Viscosity Comp. Time)	Установите время выдержки между всасыванием и вводом. Жидкости с низкой вязкостью затягиваются в шприц сразу за штоком. Если анализируется жидкость с высокой вязкостью, то следует устанавливать длительное время выдержки.	сек.	0 - 99.9	0.2
Скорость штока (ввод) (Plunger Speed (Injection))	Выберите скорость штока во время ввода образца. Этот параметр не является скоростью, с которой игла шприца входит в инжектор.		Высокая, средняя, низкая	Высокая

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Скорость ввода иглы шприца (Syringe Injection Speed)	Выберите скорость, с которой игла шприца входит в инжектор.		Высокая, низкая	Высокая
Режим ввода (Injection Mode)	Выберите обычный или один из режимов ввода с растворителем. Нажмите Установить (Set) , чтобы поменять режим ввода.			0
Дополнительно (Advanced)	Открывает доступ к детальным настройкам.			
Режим ввода (Injection mode)	Устанавливает режим ввода. Чтобы открыть окно «Режим ввода» ("Injection Mode") и изменить настройки, нажмите на кнопку Настройки... (Setting...). Выберите из 5 предложенных вариантов. 0: Обычный ввод (Normal) (только образец) 1: Образец + воздух + растворитель (Sample + air + solvent) 2: Образец + растворитель (Sample + solvent) 3: Образец + воздух + стандарт + воздух + растворитель (Sample + air + Standard + air + solvent) 4: Образец + стандарт + растворитель (Sample + Standard + solvent) Если выбран режим ввода, отличающийся от нормального (т.е. режим ввода с растворителем), выберите одну из следующих опций, чтобы установить количество промывок растворителем до ввода образца: Такое же, как количество промывок образцом до ввода (Same as number of sample rinses prior to injection); Такое же, как количество промывок растворителем после ввода (Same as number of solvent rinses after injection). После того, как параметры выбраны, нажмите ОК, чтобы завершить настройку.		0 - 4 3: Можно выбрать, только если установлен АОС-20s 4: Можно выбрать, только если установлен АОС-20s.	0

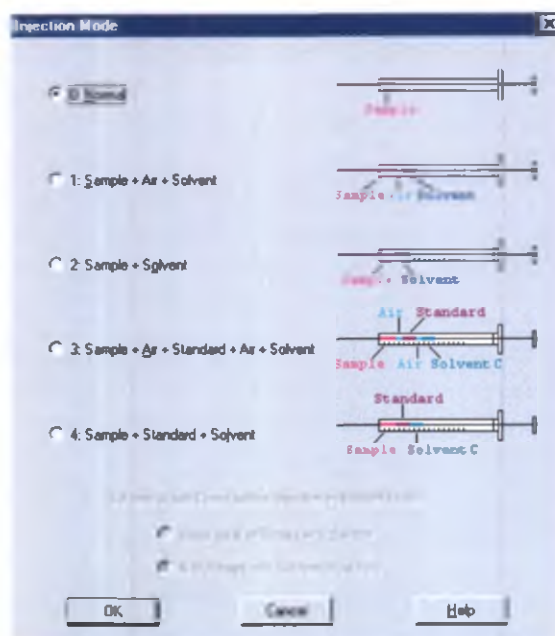


Рисунок 3.5 Диалоговое окно «Режим ввода» ("Injection Mode")



Примечание

Если нажать кнопку **Дополнительно (Advanced)**, то откроется доступ к параметрам автодозатора. За более подробной информацией по определенным параметрам обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

3.2.3 Параметры ГХ (Закладка «ГХ»)

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для газового хроматографа. Выберите Вид > Параметры прибора > Закладка «ГХ» (View > Instrument Parameters > GC tab). Появится закладка «ГХ».

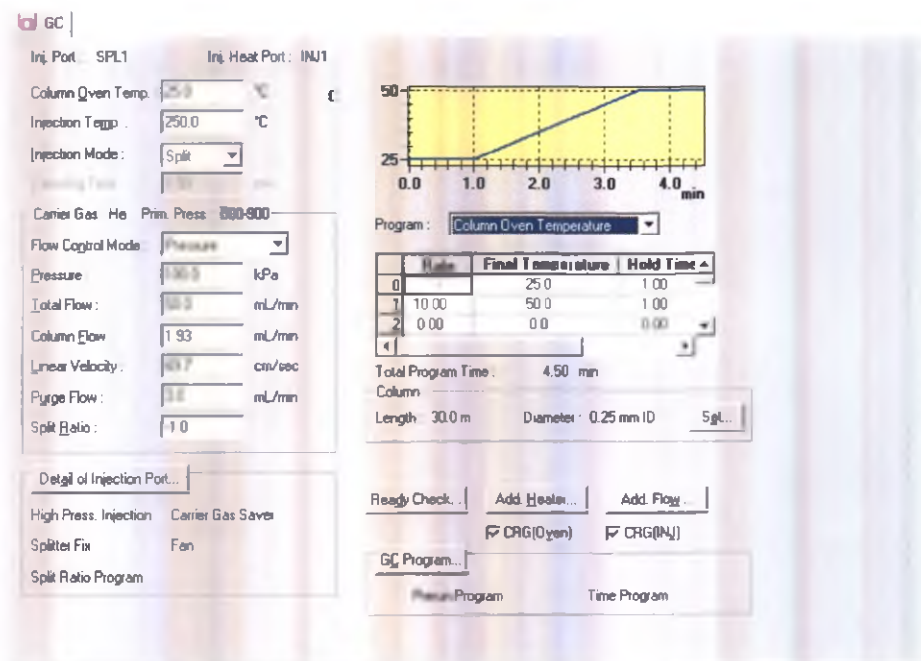


Рисунок 3.6 Параметры инструмента, закладка «ГХ» (GC)



Примечание

Параметр режима управления определяет, какие из параметров газа-носителя будут отображаться. Параметры газа-носителя включают в себя: давление на входе в колонку, поток по колонке, линейную скорость, деление потока, общий поток и поток газа носителя. Параметры управления давлением и потоком не могут быть установлены для прибора, у которого отсутствует электронная регулировка скорости потока.

**Примечание**

Если для модели GCMS-QP2020 используется капиллярная колонка большого диаметра (внутренний диаметр 0.53 мм), то диапазон регулирования скорости потока при низких температурах термостата колонок сужается и может служить причиной возникновения ошибок. Будьте внимательны при задании скорости потока, используйте нижеследующие рекомендации.

Диапазоны регулирования (ввод максимального объема образца в колонку с внутренним диаметром 0.53 мм, длиной 30 м)

Температура термостата (°C)	Допустимый диапазон скорости потока (мл / мин)
50	10 - 15
100	7 - 15
150	6 - 15
200	4 - 15

В зависимости от скорости потока ошибка может возникать при понижении температуры, даже если при высокой температуре анализ осуществляется нормально.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Темп. термостата колонок (Column Oven Temp.)	Устанавливает температуру термостата колонок.	°C	-99 - *	50
Темп. инжектора (Injection Temp.)	Устанавливает температуру инжектора.	°C	-99 - *	25
Режим ввода пробы (Injection Mode)	Выбирает режим ввода пробы. Этот параметр не отображается для OCI/WBI.		С делением / без деления / прямой ввод (Split/ Splitless / Direct)	С делением (Split)
Время ввода образца (Sampling Time)	Если выбран режим без деления потока, параметр «Время ввода образца» устанавливается как интервал времени между вводом пробы и моментом, когда откроется делитель потока.	мин.	0 - 9999.99	1
Режим управления потоком (Flow Control Mode)	Выбирает режим управления потоком газа носителя. Поток (Flow) не может быть выбран, если установлены режимы ввода с делением или без деления потока (Split or Splitless).		Поток/линейная скорость/давление (Flow/Linear Velocity/ Pressure)	не доступен в режиме с делением потока
Давление (Pressure)	Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct), а в качестве режима управления потоком выбран Поток (Flow).	кПа	0 - 970	100 кПа
		кгс/см ²	0 - 9.89	
		psi	0 - 140.7	
Общий поток (Total Flow)	Общий поток = Поток в колонке + Деление потока + Обдув септы. Поддерживается постоянное значение вне зависимости от температурной программы колонки. Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct), а в качестве режима управления потоком выбраны линейная скорость (Linear Velocity) или давление (Pressure).	мл/мин	0 - 1200	50

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Поток в колонке (Column Flow)	Отображает объемную скорость потока внутри колонки. Поток в колонке автоматически рассчитывается из значения давления на входе в колонку. Рекомендуется устанавливать значение потока в колонке не выше 15 мл/мин (не выше 4 мл/мин для модели GCMS-QP2010SE). Причиной является то, что при превышении этого значения достаточная степень вакуума не достигается и это может оказать плохое влияние на генерацию ионов.	мл/мин	GCMS-QP2020: 0.00 – 20.00 GCMS-QP2010SE: 0.00 – 4.00	
Линейная скорость (Linear Velocity)	Отображает линейную скорость. Линейная скорость автоматически рассчитывается на основании значения давления на входе в колонку.	см/сек		
Обдув септы (Purge Flow)	Устанавливает обдув септы. Заблокировано в режиме без обдува септы.	мл/мин	0.0 - 1200	
Деление потока (Split Ratio)	Устанавливает деление потока или отношение потока в колонке к сбрасываемому потоку. Если установлено деление потока, то система устанавливает скорость общего потока, основываясь на вычислении скорости потока газа-носителя так, чтобы требуемое деление потока установилось при заданной температуре. Установите деление потока равное –1.0, чтобы зафиксировать скорость общего потока независимо от температуры термостата. Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct).		–1, 0 - 120000	–1
Расширенные настройки инжектора (Detail of Injection Port)	Открывает окно «Дополнительные настройки инжектора» ("Detail Setting of Injection Port"). Если настройки изменены, то буквы становятся черными. Такие расширенные настройки недоступны для WBI.			
Программа (Program)	Позволяет задавать этапы временной программы. Объект программирования (температура, давление, и/или скорость потока) можно выбрать из выпадающего списка.		Температура, Поток, Давление, обдув септы	
Скорость (Rate)	Скорость увеличения или уменьшения температуры, давления и скорости потока, выраженная в пошаговых единицах.			
Темп./Давление/Поток (Temp./Pressure/Flow)	Программируемые значения температуры, давления или скорости потока.			
Время выдержки (Hold Time)	Время, в течение которого поддерживается заданные температура, давление или скорость потока.	мин	0 - 9999.99	
Колонка (Column)	Отображает параметры, относящиеся к колонке, задаваемые в окне «Конфигурация системы» (System Configuration). Чтобы изменить эти параметры, нажмите кнопку Установить (Set) в разделе «Колонка».			
Автоматическая установка нуля после готовности (Automatic Zero Correction after Ready)	Проводит автоматическую нуль-коррекцию, когда прибор готов к работе. Для всех детекторов, кроме MS.			

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
CRG (Термостат) (CRG (Oven))	Использует CRG для термостата колонок. Этот параметр отображается, если CRG (Термостат) отмечен в закладке «Опции» (Option) в GC2010 / окно «Конфигурация системы» (System Configuration).			
CRG (инжектор) (CRG (INJ))	Использует CRG для охлаждения инжектора. Этот параметр отображается, если CRG (инжектор#2) отмечен в закладке «Опции» (Option) в GC2010 / окно «Конфигурация системы» (System Configuration).			

* Для уточнения верхних пределов, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

Чтобы изменить меняющиеся во времени параметры ГХ в процессе получения данных, создайте временную программу. Нажмите на кнопку **ГХ программа (GC Program)**, чтобы открыть диалоговое окно «ГХ программа» ("GC Program").

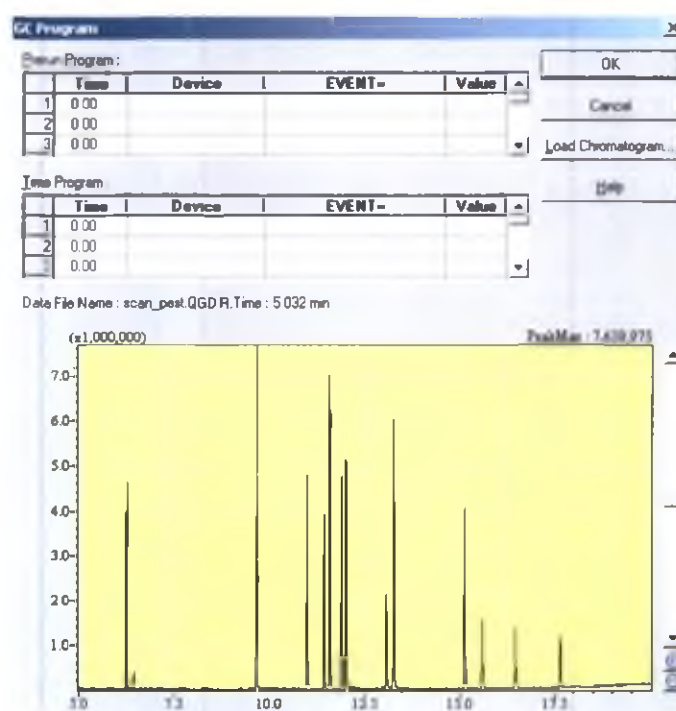


Рисунок 3.7 Диалоговое окно «ГХ программа» ("GC Program")

Предварительная программа (pre-run program) – это временная программа, которая контролирует работу различных элементов до анализа.

Программа во время анализа (run-time program) – это временная программа, которая контролирует работу различных элементов во время анализа.

Параметры	Описание	Ед-цы	Диапазон
Время (Time (min))	Введите определенное время удерживания, при котором необходимо выполнить команду.	мин.	0 - 655

Параметры	Описание	Ед-цы	Диапазон
Устройство (Device)	Выберите устройство, которое будет использоваться из выпадающего списка. Устройства задаются в меню «Конфигурация прибора» (Instrument Configuration).		
Событие (Event)	Введите нужную команду. За более подробной информацией обращайтесь к «ГХ справке» (GCMS Help).		
Величина (value)	Введите значение, которое соответствует выбранным устройству и событию. За более подробной информацией обращайтесь к «ГХ справке» (GCMS Help).		



Примечание

Если в диалоговом окне «ГХ программа» ("GC Program") нажать кнопку **Загрузить хроматограмму (Load Chromatogram)**, то откроется диалоговое окно «Открыть файл данных ГХМС» ("GCMS Data File Open") и можно посмотреть хроматограмму TIC в существующем файле данных. Кликните по хроматограмме при выбранной ячейке «Время» (Time) для того, чтобы ввести в этой ячейке необходимое время удерживания.

3.2.4 Параметры МС (Закладка «МС»)

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для МС. Выберите **Метод > Параметры прибора > Закладка «МС» (Method > Instrument Parameters > MS tab)**, чтобы просмотреть параметры МС.

MS

GCMS-QP2020

Ion Source Temp.: 200 °C

Interface Temp.: 70 °C

Solvent Cut Time: 0.10 min

Micro Scan Width: 1

Detector Voltage: ☒ Relative to the Tuning Result ☐ Absolute

0 kV

Threshold: 1000

☒ Use MS Program: GC Program Time: 0.00 min

Group#1 - Event#1

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch m/z
1	3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00				
2	0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00				

Рисунок 3.8 Параметры инструмента, закладка «МС» (MS)

Сбор данных и анализ можно проводить и при установках по умолчанию. Обратитесь к нижеследующей таблице, если Вас интересуют более детальные настройки.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Температура (Temperature)	Задаёт температуру ионного источника.	°C	GCMS-QP2020: 140 – 300 GCMS-QP2010SE: 140 – 260	Значение, установленное в окне «Конфигурация системы» (System Configuration)
Темп. блока соединения (Interface Temperature)	Если ГХ присоединен, то можно задавать температуру блока соединения ГХ и МС. Если ГХ не присоединен, то температура блока соединения отображается на сером фоне.	°C	0 - *	25
Задержка на время выхода растворителя (Solvent Cut Time)	Установите время включения филамента сразу после выхода растворителя. Обычно при вводе образца большое количество растворителя попадает в систему анализа. Из-за этого резко снижается вакуум внутри ионного источника, что оказывает неблагоприятное влияние на филамент и другие и другие части масс-спектрометра. Чтобы это предотвратить, необходимо выключить филамент на то время, пока растворитель находится в системе. Примечание: Если анализируемые пики выходят до растворителя, используйте МС программирование для установления времени выключения и включения филамента.	мин.	0 - 9999.9	2.00
Напряжение на детекторе (Detector Voltage)	Установите напряжение в детекторе. Абсолютное значение (Absolute) используется, когда напряжение задается напрямую. Относительно результатов настройки (Relative to the Tuning Result): используется, когда абсолютное значение напряжения устанавливается в используемом файле регулировки. Можно использовать положительные (+) и отрицательные (-) символы. Внимание: Если установлено максимальное напряжение, то большое количество ионов будет детектироваться и детектор может выйти из строя. Однако, если прибор не новый и чувствительность падает, то напряжение на детекторе можно постепенно повышать.	кВ	абс: 0.50 - 2.50 отн.: -2.00 - 2.00	отн. 0
Порог (Threshold)	Установите допустимый уровень шума. Сигналы от ионов ниже этого значения будут расценены как шум и будут удалены из данных. Этот параметр устанавливается, если в качестве режима получения данных выбран режим сканирования (Scan).	count	0 - 9999	1000
Использование МС программы (Use MS Program)	Если принято положительное решение по поводу использования МС программы, то кнопка Установить (Set) становится активной.			
Интервал микросканирования (Micro Scan Width)	Устанавливает интервал сканирования, если проводятся измерения с микросканированием. Диапазон установки от 0.00 до 1.00. Если установлено "0," то микросканирование не проводится. Об измерении с микросканированием: при анализе в режиме SIM данные собираются при закреплённом определённом значении m/z. Микросканирование – это метод сбора данных с диапазоном МС сканирования меньше минуты. При использовании этого метода можно добиться хорошей воспроизводимости данных.	а.е.м.	0.00 - 1.00	0

* Чтобы уточнить верхние пределы, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

3 Получение данных

3.2 Параметры создания метода

Параметры, приведенные ниже, отличаются в зависимости от того, какой режим получения данных выбран: Scan или SIM.

Параметры режима Scan

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z
1	3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00
2	0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00

Рисунок 3.9 Параметры режима Scan

Параметр	Описание	Ед-цы
Время старта (Start Time)	Задаёт время начала сбора данных.	мин.
Время остановки (End Time)	Задаёт время окончания сбора данных.	мин.
Режим сбора данных (Acquisition mode)	Задаёт режим.	
Время события (Event Time)	Задаёт интервал для одного цикла сканирования.	сек.
Начало m/z (Start m/z)	Задаёт начальное значение m/z диапазона массовых чисел.	а.е.м.
Конец m/z (End m/z)	Задаёт конечное значение m/z диапазона массовых чисел.	а.е.м.
Скорость сканирования (Scan Speed)	Задаёт скорость, с которой будет проводиться сканирование в заданном диапазоне значений m/z. Эта скорость будет автоматически выбрана и отображена из возможных настроек в соответствии с измерением диапазона m/z и временем события. Меньшее значение (медленное сканирование) сокращает шумы.	

Параметры режима SIM

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z
1	3.00	10.00	SIM	0.20				298.30	131.00	141.00	156.50
2	0.00	0.00	SIM	0.20				0.00	0.00	0.00	0.00

Рисунок 3.10 Параметры режима SIM

Параметр	Описание	Ед-цы
Время старта (Start Time)	Задаёт время начала сбора данных.	мин.
Время остановки (End Time)	Задаёт время окончания сбора данных.	мин.
Режим сбора данных (Acquisition mode)	Задаёт режим SIM.	
Время события (Event Time)	Задаёт интервал для одного цикла сканирования.	сек.
Кан1-m/z - Кан64-m/z (Ch1-m/z - Ch64-m/z)	Задаёт значения m/z для каждого канала	а.е.м.

Параметры режима FASST (Fast Automated Scan/SIM Type)

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z
1	3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00				
	3.00	10.00	SIM	0.20				298.30	131.00	141.00	156.50
2	0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00				

Рисунок 3.11 Если выбраны режимы Scan и SIM одновременно

Если в двух соседних строках одинаково выставлены время старта и время остановки, то данные из двух строк записываются друг за другом. В этом случае первая строка называется Событие 1 (Event 1), а вторая – Событие 2 (Event 2).

Номера групп отображаются в левой колонке таблицы. Если для группы установлено два события (two events), то номер группы отображается только в строке «Событие 1» (Event 1). Номер события и номер группы для каждой строки отображается слева над таблицей как «Номер группы - Номер события» ("Group Number-Event Number"). Максимальное число событий в группе - 2. Установите режим сбора данных (Acquisition mode) Scan для События 1 и SIM для События 2.

Для получения более подробной информации смотрите эксплуатационное руководство к измерению в режиме FASST.



Примечание

Можно установить до 128 групп.
Однако, если открыть файл метода, содержащий более 65 групп, с помощью программы GCMSsolution более ранней версии, чем 2.40, то файл может запуститься с ошибками. Данный файл не будет работать должным образом, а также не будет возможности просматривать хроматограммы.

Чтобы поменять изменяющиеся во времени в процессе получения данных параметры МС, используйте временную программу. Выберите пункт «Использовать МС программу» (Use MS Program) и затем нажмите на кнопку **Установить (Set)**, чтобы открыть диалоговое окно «МС программа» ("MS Program").

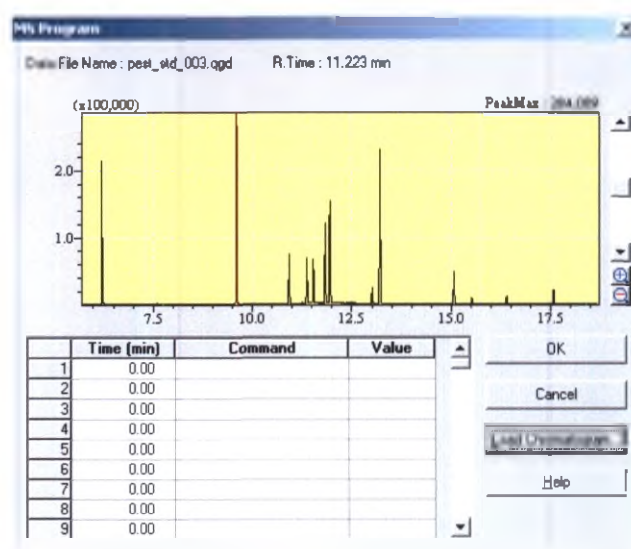


Рисунок 3.12 Диалоговое окно «МС программа» ("MS Program")

Введите параметры в таблицу МС программы, как описано ниже.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
Время (мин) (Time (min))	Введите время удерживания, при котором необходимо будет выполнять команду.	мин.	
Команда (Command)	Выберите команду для выполнения во время получения данных. Нажмите на соответствующую ячейку, и в ней появится выпадающий список. Выберите команду из списка.		
	Напряжение на детекторе (DetectorVolts=)	Меняет напряжение на детекторе в указанное время.	кВ 0.50 - 2.50
	Включение филамента (FilamentON)	Включает филамент в указанное время.	Нет значения.
	Выключение филамента (FilamentOFF)	Выключает филамент в указанное время.	Нет значения.
	Открыть PFTBA (PFTBAOpen)	В указанное время открывает соленоидный клапан стандарта (PFTBA).	Нет значения.
	Закрыть PFTBA (PFTBAClose)	В указанное время закрывает соленоидный клапан стандарта (PFTBA).	Нет значения.
	Открыть Газ-реагент 1	Открывает соленоидный клапан газа-реагента 1.	Нет значения.
	Закрыть Газ-реагент 1	Закрывает соленоидный клапан газа-реагента 1.	Нет значения.
	Открыть Газ-реагент 2	Открывает соленоидный клапан газа-реагента 2.	Нет значения.
	Закрыть Газ-реагент 2	Закрывает соленоидный клапан газа-реагента 2.	Нет значения.
Величина (Value)	Устанавливает значения для параметров команд в случае, если это необходимо.		



Примечание

Если в диалоговом окне «МС программа» ("MS Program") нажать кнопку **Загрузить хроматограмму (Load Chromatogram)**, то откроется диалоговое окно «Открыть файл данных ГХМС» ("GCMS Data File Open") и можно будет посмотреть ТИС в существующем файле данных. Кликните по хроматограмме при выбранной ячейке «Время» (Time) для того, чтобы ввести в этой ячейке необходимое время удерживания.

3.3

3 Получение данных

Настройки единичного анализа

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для единичного анализа, включая имя образца, ID образца, имя файла данных и параметры автодозатора, если он используется.

3.3.1 Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login")



Выберите иконку **Имя образца (Sample Login)**, которая находится на вспомогательной панели окна получения данных. Откроется диалоговое окно «Имя образца» ("SampleLogin").

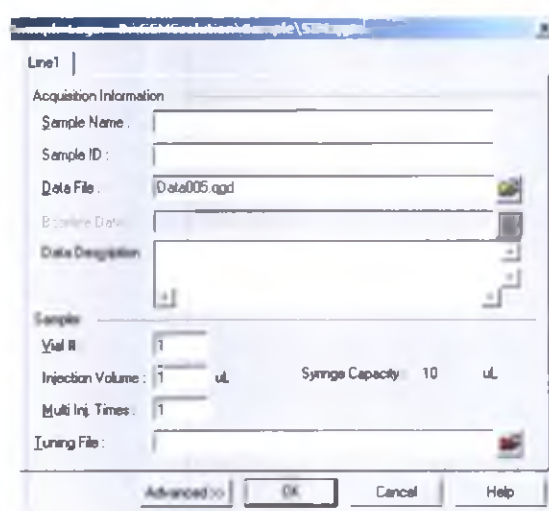


Рисунок 3.13 Диалоговое окно «Имя образца» ("SampleLogin")

Имя образца (Sample Name)	Укажите имя образца. Имя используется для идентификации файлов данных и выводится в отчетах.
Номер образца (Sample ID)	Укажите ID номер или серийный номер образца. Полезно вводить этот пункт, так как его можно использовать как параметр для поиска файла данных. Его можно изменять в процессе получения данных. Можно вводить до 31 знака.
Файл данных (Data File)	Укажите имя файла для сохранения полученных данных. Расширение файла добавляется автоматически. Если задается только имя файла, то путь файла становится таким же, как и путь файла метода, открытого для получения данных.
Базовая линия (Base Line Data)	Укажите имя файла данных дифференциальной хроматограммы (хроматограммы базовой линии). Эта строка доступна только тогда, когда используется ГХ детектор.
Описание данных (Data Description)	Введите комментарии, которые будут находиться в файле данных.

Если нажать на кнопку **Папка (Folder)**, которая находится справа от строки ввода, то откроется диалоговое окно «Выбор файла данных» ("Select Data File"). Выберите директорию для сохранения файла данных и введите имя файла.

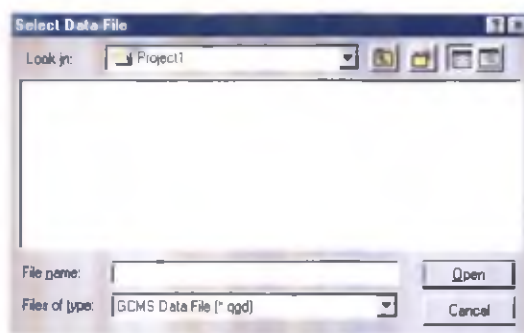


Рисунок 3.14 Диалоговое окно «Выбор файла данных» ("Select Data File")



Примечание

Если Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login") используется для анализа образца несколько раз подряд или если введенное имя файла уже существует, подтвердите, перезаписывать ли файл, когда начнется анализ. Добавьте номер к имени файла и используйте функцию автонумерации в таблице серии, чтобы избежать перезаписывания. До начала получения данных проверьте, существует ли уже такое имя файла.

Параметры дозатора (Смотри Рисунок 3.13 Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login"))

Номер виалы (Vial #)	Укажите позицию, которую занимает виала в автодозаторе. Когда задано значение «0» или «-1», данные будут получены без ввода пробы в инжектор из автодозатора.
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Укажите количество вводимой пробы. Это количество будет вводиться столько раз, сколько указано в разделе «Число инъекций образца».
Число инъекций образца	Укажите, сколько раз необходимо вводить образец.
Файл настройки (Tuning File)	Если строка «Файл настройки» (Tuning File) оставляется пустой, то применяется либо файл регулировки, использовавшийся при последнем анализе, либо файл, сохраненный при последней регулировке. Если задается только имя файла, то путь файла: GCMSsolution\System\Tune#. (# системный номер; GCMSsolution – это папка, указанная в процессе установки.)
Емкость шприца (Syringe Capacity)	Подтвердите емкость шприца, указанную в Конфигурации системы (System Configuration). Имейте в виду, что этот параметр нельзя изменять в диалоговом окне «Имя образца» ("Sample Login").
Отчет (Report)	Выберите печать отчета сразу после завершения сбора данных. Введите полное имя файла отчета, который будет использоваться для печати, или нажмите кнопку Папка (File Folder) , чтобы найти нужный файл. Появится диалоговое окно «Выбор файла отчета» ("Select Report Format File"). Выберите файл и нажмите кнопку Открыть (Open) . В строке ввода «Отчет» отобразится полный путь файла. Если задается только имя файла, то путь файла становится таким же, как и путь файла метода, открытого для получения данных.

Если нажать на кнопку **Папка (Folder)**, которая находится справа от строки ввода, то откроется диалоговое окно «Выбрать файл формата отчета» ("Select Report Format File"). Откройте директорию, в которой сохранен файл, и выберите имя файла.

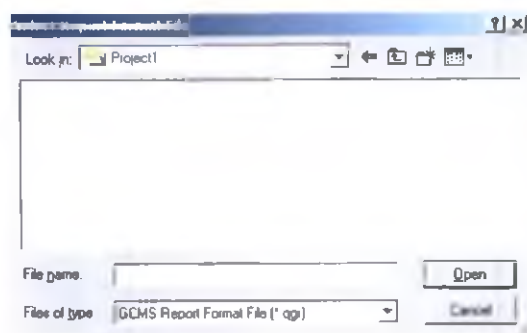


Рисунок 3.15 Диалоговое окно «Выбрать файл отчета» ("Select Report Format File")

Чтобы ознакомиться с описанием дополнительных параметров окна «Имя образца» (Sample Login Advanced parameters), обратитесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

3

Получение данных

3.4

Получение данных

В этом разделе описывается подготовка прибора и получение данных. В процессе записи данные отображаются в реальном времени, а после завершения они сохраняются в файле данных.

3.4.1 Ожидание

В процессе ожидания метод загружается в прибор и идет подготовка прибора к анализу.

Выберите иконку **Ожидание (Standby)**, которая находится на вспомогательной панели окна «Получение данных».



Примечание

Если выбрана иконка **Загрузка (Download)**, а метод не был сохранен, то появится диалоговое окно с напоминанием пользователю, что нужно сохранить метод. Чтобы сохранить метод, нажмите **Да (Yes)**. Если метод был сохранен ранее, то предыдущий файл метода перезапишется с новой информацией. Если метод не был сохранен ранее, то появится диалоговое окно «Сохранить файл метода как» ("Save Method File As"). Выберите директорию, введите имя файла и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**. Затем метод загрузится в прибор.

Чтобы загрузить метод в прибор, не сохраняя его, выберите кнопку **Нет (No)**. Метод загрузится в прибор.

Чтобы отменить загрузку метода в прибор, выберите кнопку **Отменить (Cancel)**.

3.4.2 Старт

Выберите иконку **Старт (Start)**, которая находится на вспомогательной панели окна «Получение данных». Сбор данных и анализ будут проводиться в соответствии с тем, как указано в выбранном методе.



Спектр и хроматограмма отображаются в реальном времени.



Примечание

При нажатии на кнопку **Старт (Start)** на ГХ блоке также начинается запись данных не зависимо от того, используется ли автодозатор или нет.



Примечание

Во время работы программы «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis") не присоединяйте и не отсоединяйте какие-либо устройства, имеющие USB разъем (такие как USB память или принтеры), а также не включайте или не выключайте питание. В противном случае это может привести к разрыву связи с прибором.

3.4.3 Анализ данных

В процессе проведения анализа все полученные данные записываются в файл. Если запустить приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis) нажатием на иконку **Просмотр (Snap Shot)** на вспомогательной панели окна «Получение данных», то записанные данные отобразятся на экране.



Примечание

Для получения более подробной информации о приложении «ГХМС обработка данных» ("GCMS Postrun Analysis") обращайтесь к [Главе 4 «Качественный анализ» на стр. 103](#) и к [Главе 5 «Количественный анализ» на стр. 127](#).

3.4.4 Остановка

Получение данных и анализ могут быть остановлены в течение записи. Нажмите на иконку **Остановка (Stop)** на вспомогательной панели окна «Получение данных».



Внимание

Если получение данных и анализ остановлены при помощи команды «Остановка», то МС программа останавливается сразу же, а температурная программа ГХ не остановится, пока не завершится анализ образца. Это предотвращает возможность оседания остатков образца в колонке. Чтобы остановить ГХ незамедлительно, нажмите кнопку **Остановка (Stop)** на ГХ блоке.

3

Получение данных

3.5 Мониторинг прибора

В этом разделе описываются процедуры мониторинга текущего состояния прибора. Нажмите кнопку **Детали (Detail)** в разделе «Мониторинг прибора» (Instrument Monitor), чтобы задать значения и обнулить величины, отражающие количество раз/время использования расходных деталей.

3.5.1 Мониторинг прибора



Рисунок 3.16 Мониторинг прибора

Пункты	Описание
ГХ, МС, HS (GC, MS, HS)	Окрашивается в разные цвета в зависимости от текущего состояния ГХ, МС, Headspace. Для получения более подробной информации обратитесь к «ГХМС справке» ("GCMS Help").
Блоки (Units)	Выберите Линию 1 или Линию 2 (Line 1 or Line 2), чтобы просмотреть информацию, относящуюся к соответствующему блоку. Эти кнопки появляются, только если подсоединены две линии.
Вакуум (Vacuum)	Показывает вакуум с помощью графика. Треугольный указатель передвигается в соответствии с реальным значением. Когда ионный измеритель установлен на «Нет» ("None") в окне «Конфигурация системы» ("System Configuration"), глубокий вакуум не отображается. Глубокий вакуум отображается только для модели GCMS-QP2020.
ГХ и МС расходные детали (GC Consumables, MS Consumables)	Изменяется фон иконок для того, чтобы показать, что требуется текущий ремонт или замена. Для более подробной информации смотрите Помощь в программе GCMSsolution.
Другие параметры (Other Parameters)	Чтобы установить другие параметры, нажмите кнопку Детали.. (Detail...) , и откроется окно «Детали мониторинга прибора» ("Instrument Monitoring Details"). Для получения информации по каждому параметру обратитесь к «ГХМС справке» ("GCMS Help").

4.1

Обзор

4 Качественный анализ

В этом разделе описывается, как использовать приложение «ГХМС обработка данных» ("GCMS Postrun Analysis") для проведения качественного анализа ранее полученных данных и распечатывать отчет.

4.1.1 Окно «Качественный анализ данных»

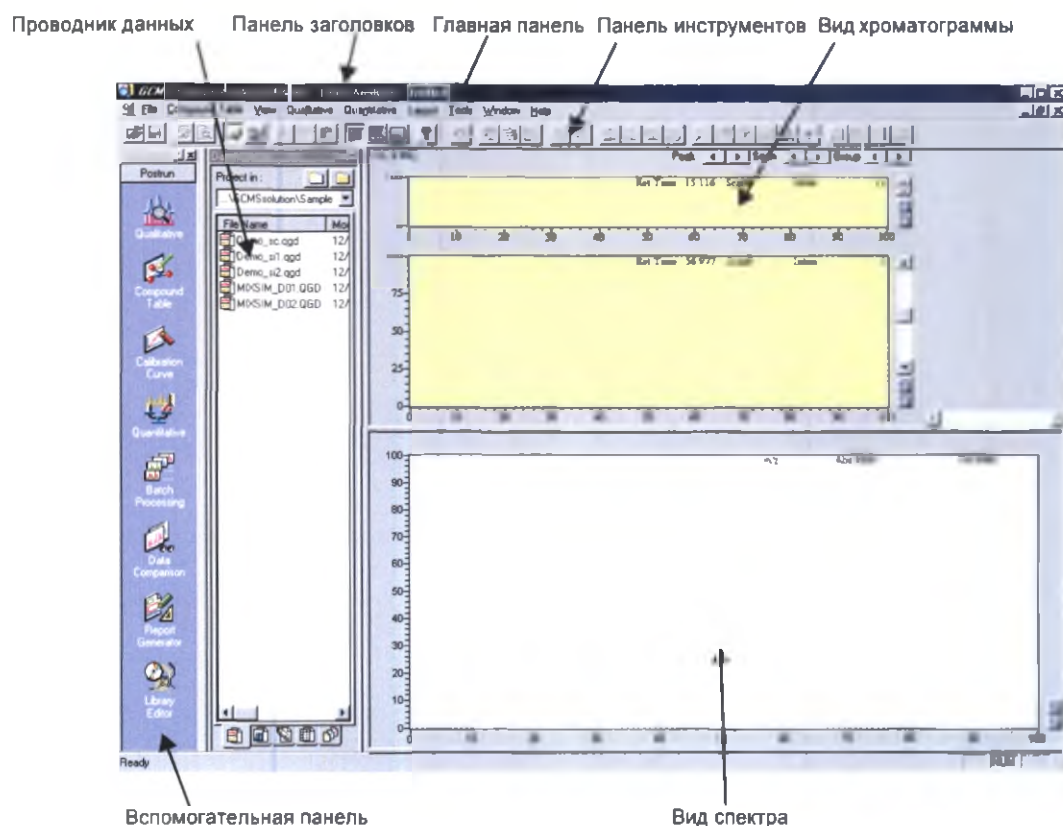


Рисунок 4.1 Окно «Качественный анализ данных» ("Qualitative Data Analysis")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку
Проводник данных	Отображает все файлы по типу, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из текущего файла данных. Все полученные данные отображаются вверху окна TIC. TIC, MIC and MC отображаются внизу окна MS.
Вид спектра	Отображает масс-спектр для текущего времени удерживания.

4.1.2 Алгоритмы для проведения качественного анализа

Алгоритмы для проведения качественного анализа приведен ниже.

Создание метода	Параметры прибора для ГХ и МС блоков, а так же качественные и количественные параметры, параметры просмотра данных и QA/QC параметры задаются в файле метода. Создайте новый файл метода, используя окно «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"), или измените параметры в уже существующем файле метода. Для получения более подробной информации о создании файла метода смотрите Раздел 3.2 «Параметры создания метода».
Ввод образца и получение данных	Получение данных отображается в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"). Введите информацию о единичном образце в окне «Получение данных» ("Data Acquisition") или введите информацию о нескольких образцах в окне «Выполнение серии» ("Batch Processing"). Начните единичный или серийный анализ. Для получения более подробной информации о получении данных, обращайтесь к Разделу 3.3 «Настройки единичного анализа», стр. 97 и Разделу 3.4 «Получение данных», стр. 100.
Анализ данных	Откройте «ГХМС обработку данных» (GCMS Postrun Analysis), и нажмите на иконку Качественный анализ (Qualitative Analysis) на вспомогательной панели. Эта глава описывает проведение качественного анализа и создание отчета.

1. Просмотр полученных данных

Откройте «ГХМС обработку данных» ("GCMS Postrun Analysis"), и нажмите на иконку **Качественный анализ (Qualitative Analysis)** на вспомогательной панели.

Окно «Анализ данных» ("Data Analysis") отобразится в режиме качественного анализа. Нажмите на закладку «Данные» ("Data") в Проводнике данных и дважды кликните на нужный файл данных

Полученные данные отображаются в поле «Вид хроматограммы».

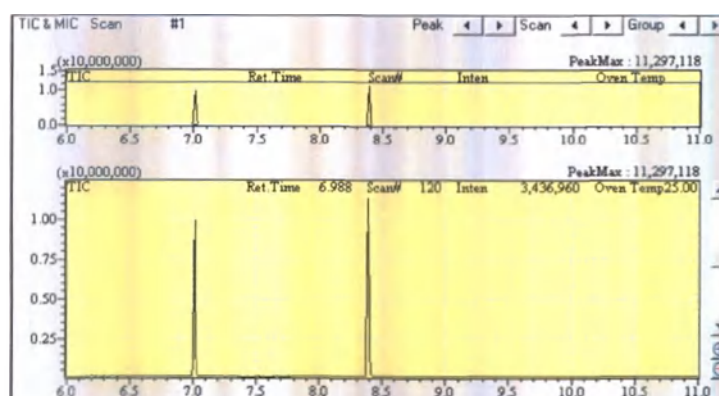


Рисунок 4.2 Вид хроматограммы

2. Интегрирование пиков

Пики нужно проинтегрировать перед тем, как начать поиск по библиотеке. Пики можно интегрировать вручную или автоматически. Обратитесь к [Разделу 4.3 «Интегрирование пиков»](#), стр. 110.

3. Поиск по библиотеке

«Поиск по библиотеке» производит сопоставление спектров с проинтегрированными пиками со спектрами, принадлежащими известным соединениям, в файле библиотеки. По каждому спектру подходящие варианты с разной степенью подобия отображаются в списке. Выберите один из вариантов, чтобы определить компонент в образце путем сравнения спектра известного соединения и спектра образца. Обратитесь к [Разделу 4.4 «Поиск по библиотеке»](#), стр. 122.

4. Печать отчета качественного анализа

При использовании «Поиска по библиотеке» целевой компонент сопоставляется с вариантами соединений из библиотеки. Можно распечатать три типа отчетов о найденных по библиотеке подходящих вариантах. Обратитесь к [Разделу 4.5 «Печать результатов»](#), стр. 125.

4.2

4 Качественный анализ

Вывод на экран спектра

Этот раздел описывает, как выводить на экран масс-спектр для любого времени удерживания на хроматограмме.

4.2.1 Отображение спектра

1. Чтобы отобразился спектр, который соответствует определенному времени удерживания, щелкните дважды на определенную позицию на хроматограмме. Спектр появится в поле «Вид спектра».
2. Чтобы отобразился спектр, который соответствует компоненту, занесенному в таблицу компонентов ("Compound Table"), выберите нужную строку в таблице. Если проводился количественный анализ и компонент был определен, то спектр создается для времени удерживания пика, установленного в закладке «Обработка спектра» ("Spectrum Process") в диалоговом окне «Параметры качественного параметра» ("Qualitative Parameters"). Спектр появится в поле «Вид спектра».
3. Чтобы отобразился спектр, который занесен в таблицу обработки спектра ("Spectrum Process Table"), выберите нужную строку в таблице. Спектр появится в поле «Вид спектра».
4. Чтобы отобразился спектр из качественных данных интегрирования пика, выберите нужную строку в качественной таблице пиков ("Qualitative Peak Table"). Спектр создается для времени удерживания пика, установленного в закладке «Обработка спектра» ("Spectrum Process") в диалоговом окне «Параметры качественного анализа» ("Qualitative Parameters"). Спектр появится в поле «Вид спектра».



Примечание

Если время удерживания попадает в интервал измерений FASST, отображается спектр, полученный в режиме Scan.

4.2.2 Усреднение спектра и работа с фоном

1. Чтобы получить чистый спектр, усредните диапазон масс-спектров. Сначала включите функцию «Усреднение» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид > Математическая обработка > Усреднение (View > Spectrum Calculation > Average)** или щелкните правой кнопкой мыши по хроматограмме и выберите **Математическая обработка > Усреднение (Spectrum Calculation > Average)**. Когда находитесь в режиме усреднения в поле «Вид хроматограммы», перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон, по которому вы хотите провести усреднение. Усредненный спектр отобразится в поле «Вид спектра». Как правило, наиболее эффективным является усреднение вокруг вершины пика.
2. Чтобы вычесть из спектра фон, сначала отобразите оригинальный или усредненный спектр. Затем включите функцию «Вычитание» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид > Математическая обработка > Вычитание (View > Spectrum Calculation > Subtract)** или щелкните правой кнопкой мыши по хроматограмме и выберите **Математическая обработка > Вычитание (Spectrum Calculation > Subtract)**. Когда находитесь в режиме вычитания в поле «Вид хроматограммы», определите время удерживания, относящееся к фону, и дважды щелкните в этом месте мышкой. Спектр, который отобразится в поле «Вид хроматограммы», представляет собой разницу между оригинальным или усредненным спектром и спектром фона.

Также можно вычитать усредненный спектр фона. Сначала отобразите оригинальный или усредненный спектр. Затем включите функцию «Вычитание усредненного спектра» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид > Математическая обработка > Вычитание усредненного спектра (View > Spectrum Calculation > Subtract Averaged Spectrum)** или щелкните правой кнопкой мыши по хроматограмме и выберите **Математическая обработка > Вычитание усредненного спектра (Spectrum Calculation > Subtract Averaged Spectrum)**. Когда находитесь в режиме вычитания усредненного фона в поле «Вид хроматограммы», определите время удерживания, относящееся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Спектры усредняются в этом временном диапазоне, а затем вычитаются как фон из спектра, отображенного в поле «Вид спектра». Обычно за фон принимают диапазон вблизи начала или конца пика.
3. Чтобы вычесть фон повторно, выберите **Вид > Математическая обработка > Вычитание (View > Spectrum Calculation > Subtract)**. Когда находитесь в режиме вычитания в поле «Вид хроматограммы», определите время удерживания, относящееся к фону, и дважды щелкните в этом месте мышкой, удерживая клавишу [Shift]. После этого результат вычитания отобразится без удаления предыдущего результата. Или выберите в меню **Математическая обработка > Вычитание усредненного спектра (Spectrum Calculation > Subtract Averaged Spectrum)**, определите время удерживания, относящееся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Усредненный спектр вычтется в диапазоне, обозначенном перетаскиванием мышки, без удаления предыдущего результата.



Примечание

Если усреднение спектра производится в интервале измерения FASST, то используется спектр, полученный в режиме Scan.
Если спектр, который вычитается, получен в режиме FASST, то для вычитания используется спектр, полученный в режиме Scan.

Примечание

На панели инструментов имеются кнопки **Усреднение спектра (Average Spectrum)**, **Вычитание спектра (Subtract Spectrum)** и **Усреднение и вычитание спектра (Average & Subtract spectrum)** для более простого доступа к функциям математической обработки спектра. Используйте эти три кнопки, как указано ниже.



Усреднение спектра

Нажмите на кнопку, перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон, по которому Вы хотите провести усреднение. Усредненный спектр отобразится в поле «Вид спектра».



Вычитание спектра

Нажмите на кнопку, определите время удерживания, относящееся к фону, и дважды щелкните в этом месте мышкой. Спектр, который отобразится в поле «Вид хроматограммы», представляет собой разницу между оригинальным или усредненным спектром и спектром фона.



Усреднение и вычитание спектра

Нажмите на кнопку, определите диапазон времени удерживания, относящееся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Спектры усреднятся в этом временном диапазоне, а затем вычитаются как фон из спектра, отображенного в поле «Вид спектра».

4.2.3 Отображение результатов математической обработки спектров

Диапазон времени удерживания, используемый для обсчета результирующего спектра, отображается сверху поля «Вид спектра». Смотрите таблицу, приведенную ниже, с простыми примерами того, как отображаются временные диапазоны.

[10.000]	Спектр в точке времени удерживания 10.000 мин.
[10.000 -> 10.100]	Результирующий спектр, усредненный по времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин.
[10.000] - [10.500]	Результирующий спектр, полученный вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.500 мин из спектра в точке времени удерживания 10.000 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500]	Результирующий спектр, полученный вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.500 мин из усредненного спектра по диапазону времен удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500 -> 11.000]	Результирующий спектр, полученный вычитанием усредненного спектра по диапазону времен удерживания от 10.500 мин до 11.000 мин как фона из усредненного спектра по времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500] - [10.040]	Записывает результирующий спектр, полученный вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.500 мин из усредненного спектра по времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин последующим вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.040 мин.



Примечание

Чтобы сохранить результирующий спектр для дальнейшего сравнения, зарегистрируйте его в таблице обработки спектров ("Spectrum Process Table"). Для этого выберите **Качественный > Зарегистрировать в таблице обработки спектров (Qualitative > Register to Spectrum Process Table)** или кликните по спектру правой кнопкой мыши и выберите **Зарегистрировать в таблице обработки спектров (Register to Spectrum Process Table)** из «всплывающего» меню. Выберите **Качественный > Показать таблицу качественного анализа (Qualitative > Show Qualitative Table)**, чтобы просмотреть таблицу обработки спектров ("Spectrum Process Table"). Чтобы отобразился спектр, сохраненный в таблице, выберите нужную строку.

4.3

4 Качественный анализ

Интегрирование пиков

В этом разделе описывается, как интегрировать пики на полученной хроматограмме. Пики можно интегрировать вручную или автоматически.

4.3.1 Ручное интегрирование пиков

1. Нажмите на кнопку **Ручное интегрирование пиков для TIC/MIC** (**Manual Peak Integrate for TIC/MIC**) на панели инструментов или выберите **Качественный > Ручное интегрирование пиков** (**Qualitative > Manual Peak Integrate**). 
2. Когда курсор передвигается по хроматограмме, он отображается как вертикальная линия. Перетащите курсор от начала до конца пика, который хотите проинтегрировать.

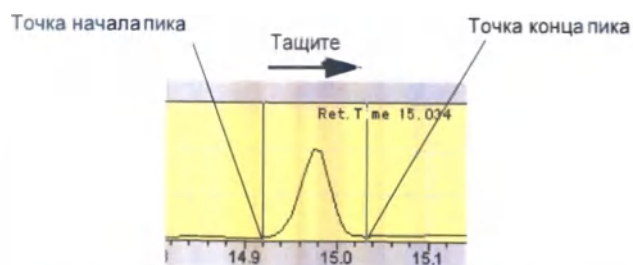


Рисунок 4.3 Выбор пика для ручного интегрирования

Появится диалоговое окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line").

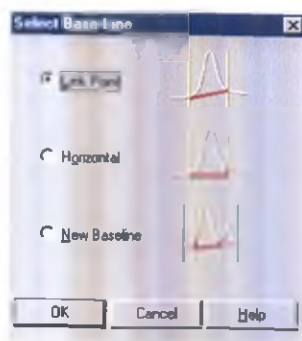
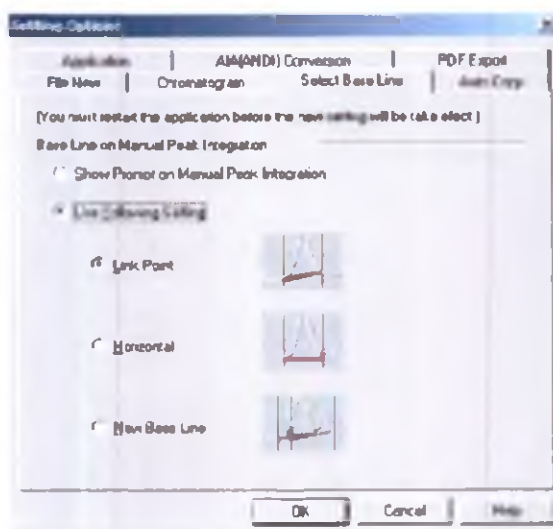


Рисунок 4.4 Диалоговое окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line")



Примечание

Выберите **Инструменты > Опции (Tool > Option)**, появится окно «Опции установок» ("Settings Options"). Если в закладке «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line") выбран пункт «Показывать подсказки при ручном интегрировании» ("Show Prompt on Manual Peak Integration"), то каждый раз при ручной обработке пиков будет появляться окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line"). Если выбрано «Использовать следующие установки» ("Use Following Setting"), то базовая линия будет проводиться так, как выбрано из трех нижеследующих опций, а окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line") появляться не будет.



3. Выберите один из вариантов того, как следует проводить базовую линию: «Соединять точки» ("Link Point"), «Горизонтально» ("Horizontal") или «Новая базовая линия» ("New Baseline"). Нажмите **ОК**.
 - Опция «Соединять точки» ("Link Point") использует выбранные на хроматограмме точки начала и конца пика в качестве точек начала и конца для базовой линии. Точки начала и конца базовой линии должны находиться на хроматограмме.
 - Опция «Горизонтально» ("Horizontal") проводит базовую линию горизонтально по нижней точке интенсивности между выбранными на хроматограмме точками начала и конца пика. Точки начала и конца базовой линии должны находиться на хроматограмме.
 - После того как выбрана опция «Новая базовая линия» ("New Baseline") и нажата кнопка **ОК**, используйте функцию перетаскивания, чтобы определить базовую линию отдельно от пиков. В первый раз перетащите курсор, чтобы определить точки начала и конца пика. После этого закройте диалоговое окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line") и перетащите курсор для определения точки начала и конца базовой линии.

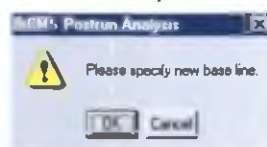


Рисунок 4.5 Установить новую базовую линию



Примечание

После установки базовой линии на хроматограмме пики проинтегрируются и отобразится спектр. Если отображается спектр для другого времени удерживания, то нажимайте кнопки пиков (◀ ▶) в верхней части поля хроматограммы до тех пор, пока не отобразится нужный пик.

4.3.2 Автоматическое интегрирование пиков

1. Выберите **Качественный > Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters)**. Появится диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters").



Рисунок 4.6 Закладка «Качественные параметры интегрирования пиков» (Qualitative Parameters Peak Integration)

2. Введите параметры для интегрирования пиков в закладке «Качественные параметры интегрирования пиков» (Qualitative Parameters Peak Integration).

Параметры интегрирования пиков

Интегрирование пиков проводится в соответствии с заданными параметрами интегрирования пиков. Кнопка **Программа (Program)** появляется только тогда, когда проводится интегрирование пиков для качественного анализа. Временная программа интегрирования пиков для количественного анализа устанавливается в ячейке «Программа» (Program) в таблице компонентов (Compound Table).

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
Интегрирование (Integration)	Выберите один из следующих вариантов интегрирования пиков: Авто (по площади) (Auto (Area)), Авто (по высоте) (Auto (Height)) или Детально (Detail). Авто (по площади): Наклон автоматически устанавливается, пока не разметится столько пиков, сколько указано в ячейке «Количество пиков» (# of Peaks). Если после установки наклона заданное количество пиков не достигнуто, то для того, чтобы достигнуть заданное количество, дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями. Подтвердите окончательный наклон в таблице пиков качественного анализа (Qualitative Peak Table). Авто (по высоте) (Auto (Height)): Наклон автоматически устанавливается, пока не разметится столько пиков, сколько указано в ячейке «Количество пиков» (# of Peaks). Если после установки наклона заданное количество пиков не достигнуто, то для того, чтобы достигнуть заданное количество, дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями. Подтвердите окончательный наклон в таблице пиков качественного анализа (Qualitative Peak Table). Детально: Интегрирование пиков основывается на следующих параметрах: Наклон (Slope), ширина (Width), дрейф (Drift) и T.DBL.		
Кол-во пиков (# of Peaks)	Если в качестве метода интегрирования выбраны Авто (по площади) (Auto (Area)) или Авто (по высоте) (Auto (Height)), то этот параметр устанавливает количество пиков, которые надо разметить в процессе установки наклона. В зависимости от хроматограммы, этот параметр может не встречаться напрямую. Если заданное количество пиков не достигнуто, то дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями или наибольшей высотой, пока не будет достигнуто заданное значение количества пиков. Если в качестве метода интегрирования выбран вариант «Детально» (Detail), то этот параметр становится неактивным.		
Наклон (Slope)	Этот параметр определяет чувствительность к детектированию пиков. Наклон, используемый для определения начальной и конечной точек пика, рассчитывается как тангенс угла наклона касательной к пику. Точка, в которой наклон достигает заданного значения, является началом пика. Точка, в которой отрицательный наклон достигает заданного значения, является концом пика. Начальная и конечная точки рассчитываются как одна четверть от значения параметра ширины пика. Если значение параметра наклона велико, то чувствительность будет низкой. Если значение параметра наклона мало, то чувствительность будет высокой, но также будут размечаться и широкие пики. Предосторожности к определению параметра «Наклон» (Slope) Параметр «Наклон» (Slope) меняется во временном интервале, установленном в параметре T.DBL. Чтобы избежать детектирования фона в качестве пика, наклон должен быть больше, чем максимально допустимый дрейф базовой линии.	мин ⁻¹	0 - 4E+11
Дрейф (Drift)	Этот параметр используется, чтобы определить базовую линию. Обычно устанавливается нулевое значение, и базовая линия автоматически корректируется. Если автоматическая корректировка базовой линии не верна, введите другое значение - такое, чтобы получить правильную базовую линию. Значение дрейфа должно быть больше, чем значение наклона, с которого начинают распознаваться пики. Параметр «Дрейф» (Drift) приводит к различным результатам, в зависимости от того, обеспечивает ли методика полное или неполное разделение компонентов.	мин ⁻¹	-1E+7 - 1E+7

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
T.DBL	Этот параметр является интервалом времени, в котором автоматически изменяются наклон и ширина. Чтобы избежать автоматического изменения наклона и ширины, введите значение, которое больше, чем общее время анализа. Когда ширина пиков увеличивается со временем, как при ГХ анализе в изотермических условиях, значения параметров наклона и ширины должны меняться во времени. Если значение T.DBL установлено на 0, то наклон и ширина изменяются автоматически по мере увеличения ширины пиков. Если автоматически установленный (заданный) интервал не верен, то введите значение параметра T.DBL, как это указано в формуле. Ширина удваивается, а значение наклона делится пополам для каждого интервала T.DBL. $T.DBL \text{ (мин)} = (\text{Ширина} / \text{Ширина пика на полувысоте}) \times (\text{Время удерживания пика}) \times 2$ Предосторожности определения параметра T.DBL Параметры «Наклон» (Slope) и ширина (Width) меняются во временном интервале, установленном в параметре T.DBL.	мин	0 - 10000
Ширина (Width)	Этот параметр является шириной на полувысоте самого узкого из всех определяемых пиков. Параметр ширина является стандартом для различия между шумом и пиками. Так как ширина шума меньше ширины пиков, то если установить значение параметра «Ширина» (Width) равным ширине на полувысоте самого узкого пика, более узкие пики будут приниматься за шум и исключаться. Если это значение установлено не верно, то будут возникать ошибки в интегрировании пиков. Параметр «Ширина» (Width) не должен быть больше, чем ширина на полувысоте самого узкого пика на хроматограмме. Предосторожности определения параметра «Ширина» (Width) Параметр «Ширина» (Width) меняется во временном интервале, установленном в параметре T.DBL. Автоматические изменения из-за параметра T.DBL могут происходить до 15 раз за одну хроматограмму, включая изменения, установленные во временной программе. Для МС качественного анализа параметр ширина может меняться до двух раз.	сек	0.04 - 200
Мин. Площадь/высота (Min. Area/ Height)	Пики с площадью/высотой меньшей, чем указанная, не будут распознаваться как пики, и не будут обрабатываться и заноситься в отчет.		
База (Base)	Устанавливает, площадь или высота будет использоваться в качестве минимальной Площади/высоты. Примечание: Этот параметр в закладке «Количественный» (Quantitative) определяет, площадь или высота будет использоваться в количественных расчетах.		
Сглаживание (Smoothing)	Выберите метод сглаживания из следующих вариантов: «Нет» ("None"), «Стандартный» ("Standard") и «Савицкий-Голай» ("Savitzky- Golay"). «Нет» ("None"): сглаживание не проводится. «Стандартный» ("Standard"): сглаживание проводится по скользящему среднему, как в программном обеспечении CLASS-5000 «Савицкий-Голай» ("Savitzky- Golay"): сглаживание проводится по методу Савицкого-Голая. «Билатеральный»: Сглаживание выполняется по билатеральному методу.		

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
Количество раз сглаживания (# of Smoothing Times)	Если для сглаживания выбран стандартный метод, то этот параметр определяет, сколько раз необходимо проводить сглаживание. Если первое скользящее усреднение дало незначительный эффект, установите параметр «Количество раз сглаживания» ("# of Smoothing Times"). Многократное сглаживание даст улучшенный результат. Сглаживание не проводится, когда устанавливается нулевое значение параметра «Количество раз сглаживания» ("# of Smoothing Times"). Этот параметр не активен, если в качестве метода сглаживания выбраны «Нет» ("None") или «Савицкий-Голай» ("Savitzky- Golay").		0 - 99
Ширина сглаживания (Smoothing Width)	Если для сглаживания выбран стандартный метод, этот параметр устанавливает среднюю ширину для скользящего усреднения в секундах. Если для сглаживания используется метод Савицкого-Голая, то этот параметр устанавливает количество точек сглаживания. Используется только нечетное количество точек. Независимо от того, какое число задано, сглаживание проводится по нечетному количеству точек. Этот параметр не активен, если в качестве метода сглаживания выбран вариант «Нет» ("None"). Если используется метод билатерального сглаживания, этот параметр усредняет величину интенсивности для точек внутри заданного временного диапазона.	сек	0 - 200
		точек	3 – 25
		сек	1-7
Интенсивность сглаживания (Smoothing Intensity)	Этот параметр определяет величину интенсивности масс. Этот параметр применяется только для билатерального метода сглаживания.		1-65535
Обработка хроматограммы каждой группы	Если этот параметр не выбран, то хроматограммы с одинаковыми массами во всех группах связываются между собой и интегрирование пиков выполняется с использованием заданных параметров.		



Примечание

За более подробной информацией обращайтесь к Приложению А «Обработка пиков и операции с масс-спектром» на стр. 251, Разделу А.1 «Параметры интегрирования и обработки пиков», стр. 251 и Разделу А.5 «Неисправности», стр. 282.

Временная программа для интегрирования пиков

После нажатия на кнопку **Программа (Program)** появится диалоговое окно «Временная программа интегрирования пиков» ("Time Program for Peak Integration").

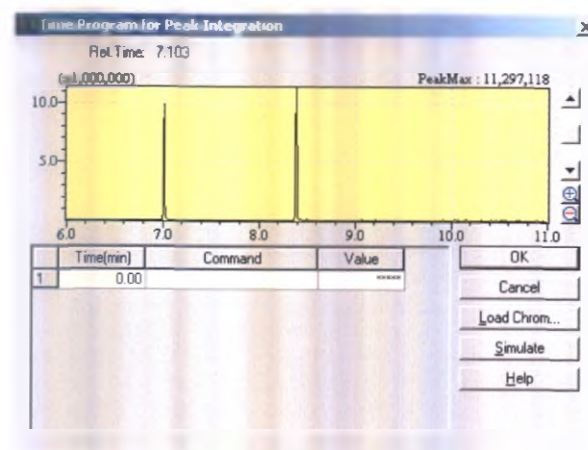


Рисунок 4.7 Диалоговое окно «Временная программа интегрирования пиков» ("Time Program for Peak Integration")

Если по параметрам, установленным по умолчанию, не удастся достигнуть оптимального интегрирования пиков, то используйте это диалоговое окно для создания временной программы изменения интегрирования пиков во времени.

Когда запускается интегрирование пиков, качественный анализ проводится с использованием параметров, заданных в закладке **Интегрирование пиков (Peak Integration tab)**. Временная программа изменяет параметры в установленное время. Интегрирование пиков продолжается с измененными параметрами.

Используйте ранее полученную хроматограмму, чтобы облегчить создание временной программы. Нажмите кнопку **Загрузить хроматограмму (Load Chrom)** и выберите подходящий файл данных.

Щелкните в колонке «Время» (Time), затем щелкните на хроматограмме в точке с нужным временем. Время удерживания автоматически занесется в таблицу. Выберите команду из «выпадающего списка», затем введите числовое значение для команды, которое следует за знаком "=".



Примечание

Для интервала измерений FASST отображается спектр, полученный в режиме регистрации полного ионного тока (Scan TIC).

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
Вкл/Выкл интегрирование (INTEGRATION ON/OFF)	Пики, находящиеся в интервале между ИНТЕГРИРОВАНИЕ ВКЛ (INTEGRATION ON) и ИНТЕГРИРОВАНИЕ ВЫКЛ (INTEGRATION OFF), не считаются нужными и не интегрируются.		Вкл/Выкл
Обработка "хвостовых" пиков Вкл/Выкл/Авто (TAILING ON/OFF/AUTO)	Эта программа автоматически проводит обработку "хвостовых" пиков. Разметка проводится между указанными временами для «Вкл обработку "хвостовых" пиков» (TAILING ON) и «Выкл обработку "хвостовых" пиков» (TAILING OFF). Команда «Авто обработка "хвостовых" пиков» (TAILING AUTO) проводит автоматическую обработку "хвостовых" пиков, начиная с указанного времени.		Вкл/Выкл/Авто

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
Вкл/Выкл горизонтальную базовую линию (HORIZ BASELIN ON/ OFF)	Базовая линия в интервале между «Вкл горизонтальную базовую линию» ("HORIZ BASELIN ON") и «Выкл горизонтальную базовую линию» ("HORIZ BASELIN OFF") становится горизонтальной.		Вкл/Выкл
Детект/вершина/конец пика (PEAK DETECT/TOP/ END)	Два или более пиков принудительно объединяются в один.		Детект/вершина/конец
Обработка начальной области пиков Вкл/Выкл (LEADING PK ON/OFF)	Проводится обработка начальной области пиков в определенном заданном интервале.		Вкл/Выкл
Ширина (WIDTH=)	Изменяет ширину интегрируемых пиков. Предостережения: Значение ширины меняется во времени, когда используется параметр T.DBL. Для дальнейшей информации обратитесь к параметру T.DBL в таблице параметров интегрирования пиков (Peak Integration Parameters table). Обычно команду «Ширина» ("WIDTH=") следует использовать во временной программе, только в случае если команда T.DBL не активна (значение T.DBL больше, чем общее время анализа). Допустимое значение T.DBL, комбинируемого с командой «Ширина» ("WIDTH="), обрабатывается программой следующим образом: - когда значение T.DBL установлено пользователем: первоначально, значение «Ширины» ("WIDTH=") равно значению «Ширины» ("WIDTH=") при начале анализа. Текущее значение ширины рассчитывается с учетом T.DBL. Затем значение ширины удваивается каждый раз при достижении времени T.DBL. - когда значение T.DBL установлено на нуль (автоматическое T.DBL): значение ширины меняется в момент времени, установленный в программе. Затем значение ширины удваивается в соответствии с шириной пика. Значение ширины меняется согласно анализу (включая анализ T.DBL): вплоть до 15 раз. Для MC качественного анализа - до 2 раз.	сек.	0.04 - 200
Наклон (SLOPE=)	Изменяет наклон для интегрируемых пиков. Предостережения: Значение наклона меняется во времени, когда используется параметр T.DBL. Для дальнейшей информации обратитесь к параметру T.DBL в таблице параметров интегрирования пиков (Peak Integration Parameters table). Обычно команду «Наклон» ("SLOPE=") следует использовать во временной программе, только в случае если команда T.DBL не активна (значение T.DBL больше, чем общее время анализа). Использование допустимого значения T.DBL, комбинируемого с командой «Наклон» ("SLOPE="), обрабатывается программой следующим образом: - когда значение T.DBL установлено пользователем: первоначально, значение «Наклона» ("SLOPE=") равно значению «Наклона» ("SLOPE=") при начале анализа. Текущее значение наклона рассчитывается с помощью T.DBL. Затем значение наклона делится пополам каждый раз при достижении времени T.DBL. - когда значение T.DBL равно 0 (автоматическое T.DBL): значение наклона меняется в момент времени, установленный в программе. Затем значение наклона делится пополам в соответствии с шириной пика.	мин ⁻¹	0.0 - 4E+11
Дрейф (DRIFT=)	Изменяет параметр «Дрейф».	мин ⁻¹	-1E+7 - 1E+7

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
T.DBL=	Устанавливает параметр интегрирования пиков T.DBL. Предостережения: T.DBL меняет значение ширины и наклона пика во времени. Обычно эта команда не комбинируется с командами «Ширина» ("WIDTH") или «Наклон» ("SLOPE"), которые меняют наклон и ширину в соответствии с временной программой. Обработка с параметром T.DBL, установленным пользователем: первоначально, параметр T.DBL равен значению T.DBL в начале анализа; текущие значения ширины и наклона рассчитываются с помощью этого значения. Затем значения ширины и наклона меняются (ширина удваивается, наклон делится пополам) в заданное время. Автообработка (T.DBL равно 0): значения параметров обработки пиков (ширина и наклон) меняются от начального значения; T.DBL обработка управляется автоматически.	мин.	0.0 - 10000.0



Примечание

За более подробной информацией обращайтесь к Приложению А «Обработка пиков и операции с масс-спектрами» на стр. 251, Разделу А.1 «Параметры интегрирования и обработки пиков», стр. 251 и Разделу А.5 «Неисправности», стр. 282.

- После занесения параметров в таблицу интегрирования пиков нажмите ОК. Отметки пиков и базовая линия добавятся в хроматограмму, отображенную в поле «Вид хроматограммы», и пики проинтегрируются.

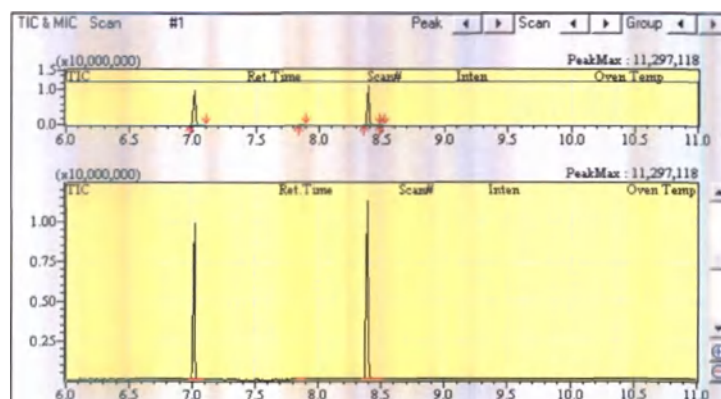


Рисунок 4.8 Вид хроматограммы

4.3.3 Ручные приемы

В ручные приемы входят следующие операции: перемещение точки обнаружения и деление пика. Эти операции можно делать в поле «Вид хроматограммы» ("Chromatogram view").



Примечание

Операции можно выполнить тем же путем в поле «Количественный вид» ("Quantitative view") в окне «Анализ данных» ("Data Analysis"), в поле «Вид одиночной/мульти хроматограммы» ("Single/Multi Chromatogram Display view") в окне «Калибровка» ("Calibration") или в поле «Вид хроматограммы (одиночная)» ("Chromatogram view (Single)") в окне «Обзор количественных результатов» ("Quantitative Browser").

1. Перемещение точки обнаружения

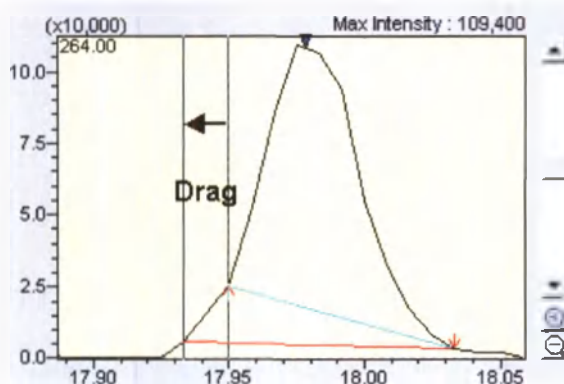
Позволяет перемещать курсор, чтобы определять точки начала и конца пика.



Примечание

Можно перемещать края основных и "хвостовых" пиков. Точки обнаружения пика не могут быть перенесены в область смежных пиков.

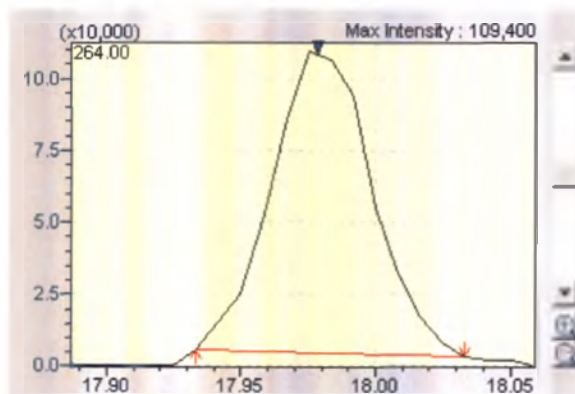
- (1) Если стрелка мышки двигается около точек обнаружения, то курсор превращается в треугольник.
- (2) Перетащите курсор от предыдущего места точки обнаружения к новому. Курсор во время передвижения превращается в вертикальную линию.



Примечание

Пока курсор движется базовая линия (красная линия) меняется в соответствии с позицией курсора.

- (3) Когда точка детектирования перенесена на новое место, происходит обработка данных, обновляются отметка, базовая линия, площадь, высота и концентрация.



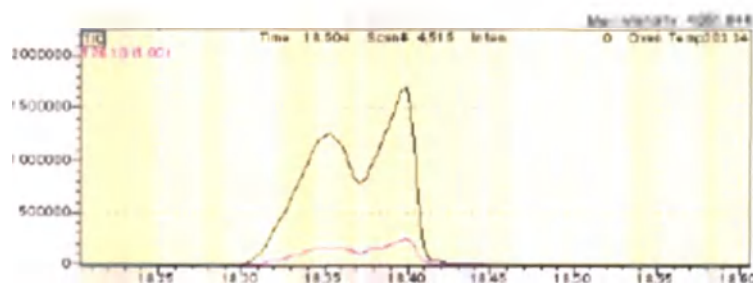
Примечание

При ручной обработке пика он отмечается знаком "MI".

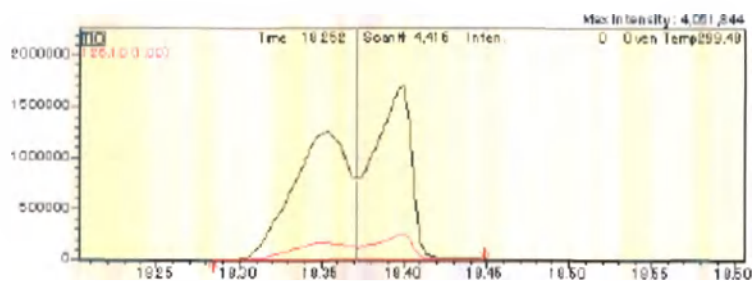
2. Деление пика

Если выбрана эта команда, то область хроматограммы переходит в режим деления пика и пик может быть разделен в точке с указанным временем удерживания. Чтобы отменить этот режим, выберите эту команду еще раз.

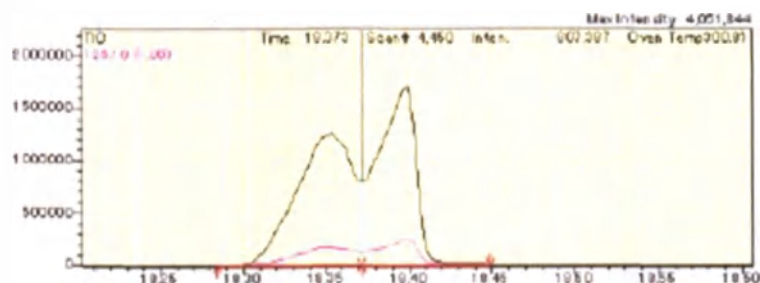
- (1) Нажмите на знак хроматограммы, пик которой будет делиться.



- (2) Если команда деления пика (Split Peak) выбрана в меню, которое появляется при правом щелчке по хроматограмме, курсор превращается в пересекающиеся линии.
- (3) Кликните по точке деления пика. В этой точке появится вертикальная линия раздела.



Обрабатываются оба пика. Отметки начала и конца пика (Mark), базовая линия (Baseline), Площадь (Area), высота (Height) и концентрация (Conc.) обновляются для обоих пиков.



Примечание

При ручной обработке пика он отмечается знаком "MI".

4.3.4 Интегрирование пиков при обработке серии анализов.

Для получения более подробной информации об интегрировании пиков при обработке серии анализов обращайтесь к [Главе 7 «Непрерывный анализ»](#) на стр. 163.

4.4

4 Качественный анализ

Поиск по подобию

В этом разделе описывается, как спектр, отображаемый в поле «Вид спектра», можно сравнивать с подобным спектром в файле библиотеки. Также в этом разделе описывается сравнение между спектром исследуемого вещества и спектрами из библиотеки, а также идентификация компонентов.

4.4.1 Поиск по библиотеке для отображаемого спектра

1. С помощью кнопок ( ) в верхней части поля «Вид хроматограммы» выберите пик, по которому будет произведен поиск по подобию в библиотеке спектров. Спектр выбранного пика или начальный спектр отобразится в поле «Вид спектра».

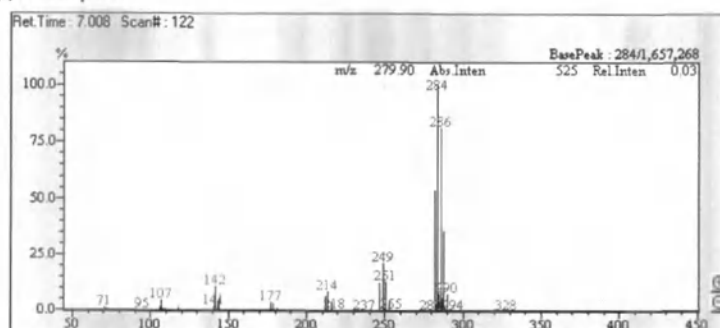


Рисунок 4.9 Вид спектра

2. Чтобы открыть диалоговое окно «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results"), нажмите на кнопку панели инструментов «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results").

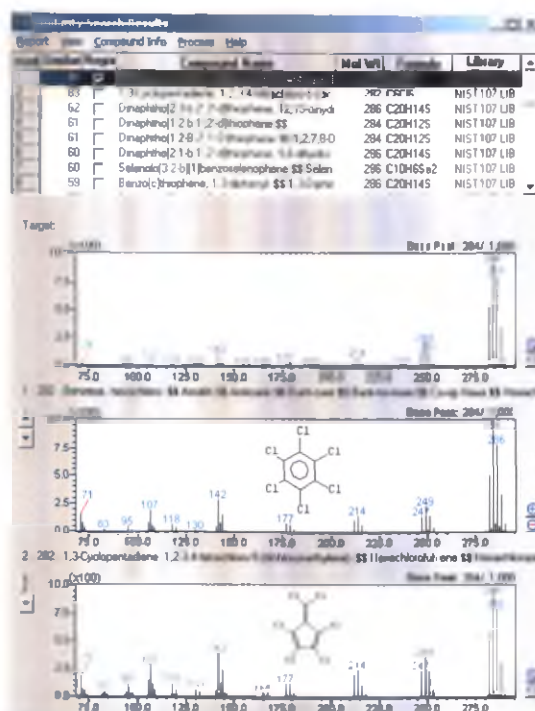


Рисунок 4.10 Окно «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results")

Компоненты перечислены последовательно в окне «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results"), начиная с компонента, имеющего наибольший коэффициент подобия. Список можно прокручивать с помощью кнопок () слева от среднего спектра. Средний спектр меняется в зависимости от выбранного компонента в списке.

Верхний спектр – начальный спектр, а второй спектр – библиотечный спектр возможного компонента. Информация в нижней части окна меняется в зависимости от того, какая опция выбрана в меню «Вид» ("View menu"). Если выбрана опция «Сравнивать» ("Compare"), то в нижней части окна содержится спектр второго возможного вещества из той же библиотеки. Если выбрана «Информация» ("Information"), то отображается информация о возможном компоненте. Если выбрана опция «Вычитать» ("Subtract"), то в нижней части окна отображается результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из начального спектра.



Примечание

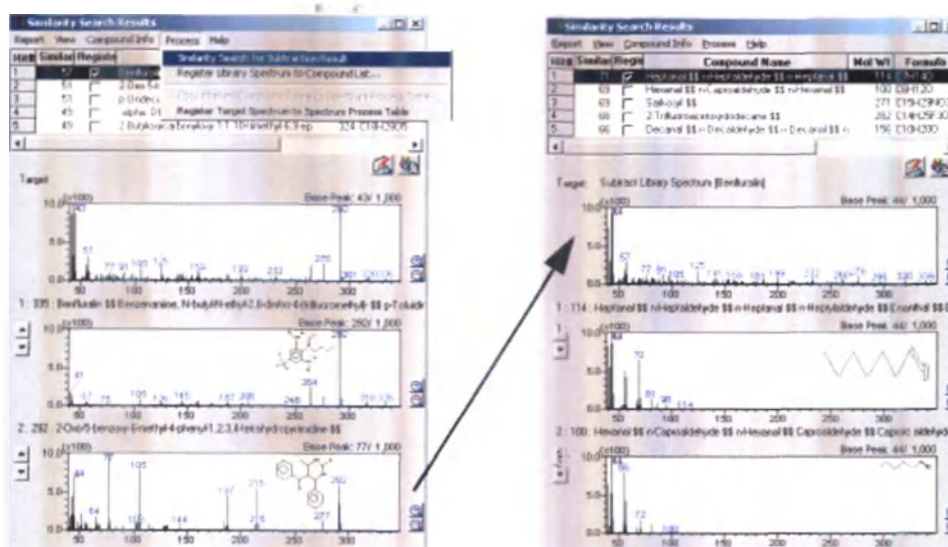
Файлы библиотеки, используемые для поиска, выбираются в закладке «Поиск по подобию» ("Similarity Search tab") в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Чтобы открыть диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"), нажмите на кнопку панели инструментов **Качественные параметры (Qualitative Parameters)** или выберите **Качественный > Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters)**.

Под одним именем файла библиотеки можно выбрать 5 файлов библиотек. Минимальный индекс подобия можно ввести для каждого файла в ячейке Min.SI. Максимальное число подобий и другие параметры также устанавливаются в этой закладке. За более подробной информацией о параметрах поиска по библиотеке обращайтесь к «ГХМС справке» ("GCMS Help").

4.4.2 Повторный поиск по подобию при вычитании спектра

Если вы точно знаете, что неизвестный спектр состоит из спектров нескольких веществ, то вычитанием спектра из приведенного списка и повторным проведением поиска по подобию Вы можете получить более точные результаты.

1. Выберите **Процесс > Поиск по подобию для результата вычитания** (Process > Similarity Search for Subtraction Result).
2. Откроется новое окно «Поиск по подобию» ("Similarity Search") и появятся спектр вычитания и результаты поиска.



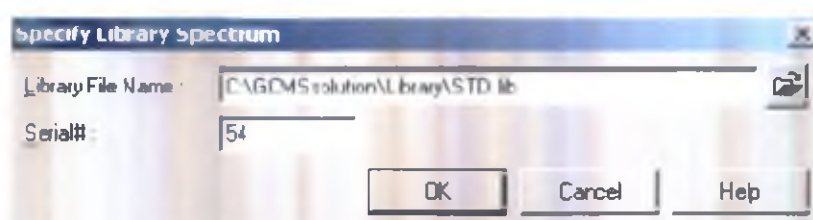
3. Вы также можете снова провести поиск по подобию для результата вычитания (последовательно до 2 раз)

4.4.3 Занесение спектра в библиотеку

Вы можете добавить спектр библиотеки в конец списка в диалоговом окне «Поиск по подобию» ("Similarity Search").

Сделав это, можно отображать результаты поиска по подобию для спектра и индекс подобия, затем также можно выполнять поиск по подобию для результата вычитания.

1. Выберите **Процесс > Зарегистрировать библиотечный спектр в списке компонентов** (Process > Register Library Spectrum to Compound List).
2. Появится окно «Занесение спектра библиотеки» ("Specify Library Spectrum"). Введите имя файла библиотеки и порядковый номер спектра, который нужно занести в список.



4.5

4 Качественный анализ

Печать результатов

В этом разделе описывается, как распечатывать стандартные отчеты качественных результатов.

4.5.1 Хроматограмма и спектр

Чтобы распечатать отчет с хроматограммой и спектром, которые отображаются во время качественного анализа, выберите **Файл > Печать изображения > Печать (File > Print Image > Print)** или нажмите на кнопку **Печать (Print)** на панели инструментов. Чтобы просмотреть отчет перед печатью, выберите **Файл > Печать изображения > Предварительный просмотр (File > Print Image > Preview)**, или нажмите на кнопку **Предварительный печать (Print Preview)** на панели инструментов. Для печати хроматограммы и спектра используется стандартный формат отчета. Для того, чтобы редактировать стандартный формат, выберите **Файл > Печать изображения > Редактировать формат (File > Print Image > Edit Format)**.

Печать изображения отчета

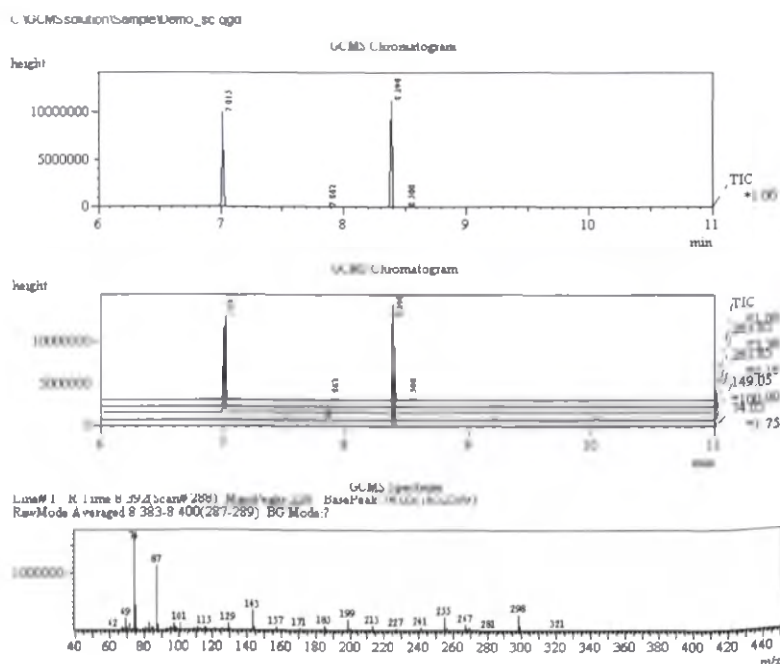


Рисунок 4.11 Распечатанный отчет

4.5.2 Результаты поиска по подобию

Используйте меню «Отчет» ("Report") в окне «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results"), чтобы распечатать три стандартных отчета, описанных ниже.

Команда меню	Описание
Результаты поиска (Search Results)	Распечатывает полученный спектр и отображаемый в данный момент спектр возможного вещества.
Сравнение (Comparison)	Распечатывает полученный спектр, отображаемый в данный момент спектр возможного вещества и результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из полученного спектра.
Информация о веществе (Cmpd Info)	Распечатывает информацию о веществе, таблицу масс, структурную формулу и другие данные из библиотеки о возможном веществе.
Заданный (Specified)	Распечатывается только спектр с возможными совпадениями из библиотеки (из тех библиотек, которые отмечены как зарегистрированные).

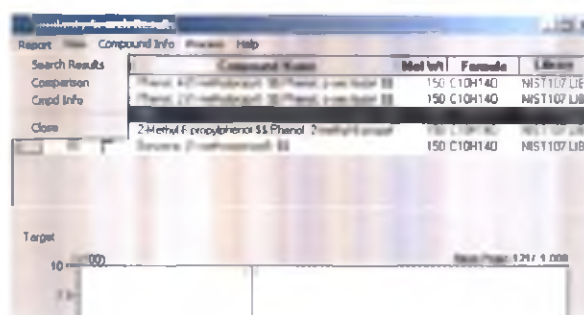


Рисунок 4.12 Раздел отчета «Результаты поиска по подобию»

4.5.3 Индивидуальный отчет

Чтобы распечатать индивидуальный отчет из открытого файла данных, выберите **Файл > Отчет (File > Report)**. Появится окно «Отчет» ("Report"). Вы можете создать новый формат отчета и выбрать открытый в данный момент времени файл данных в качестве файла данных для каждого пункта, или открыть существующий файл отчета и выбрать открытый в данный момент времени файл данных в качестве файла данных для каждого пункта. Распечатайте отчет. Для получения информации о редактировании формата индивидуального отчета обратитесь к [Главе 6 «Создание отчетов»](#) на стр. 153.

5.1 Обзор

В этом разделе описывается обработка полученных данных в приложении ГХМС обработка данных (GCMS Postrun Analysis). В нем также объясняется, как идентифицировать компоненты, создавать градуировочные графики, рассчитывать концентрации и распечатывать отчет с результатами.

5.1.1 Окно «Количественный анализ данных»

1. Окно «Обработка данных» ("Data Analysis")

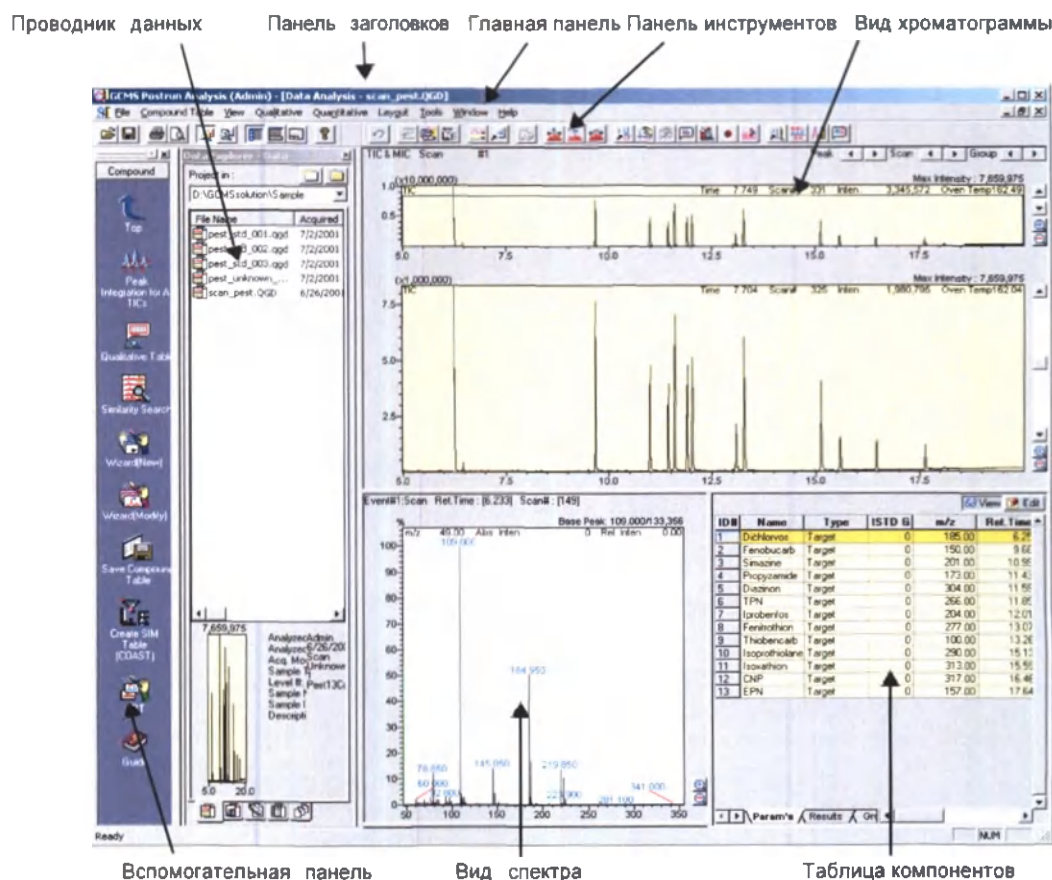


Рисунок 5.1 Окно «Обработка данных» ("Data Analysis")

Компоненты этого окна описаны в следующей таблице.

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из открытого файла данных.
Вид спектра	Отображает масс-спектр для текущего времени удерживания или для компонента, выбранного в таблице компонентов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: - Таблица компонентов: содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. - Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. - Таблица групп (Grouping table): содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. - Результирующая таблица групп (Grouping Result table): отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

2. Окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve")

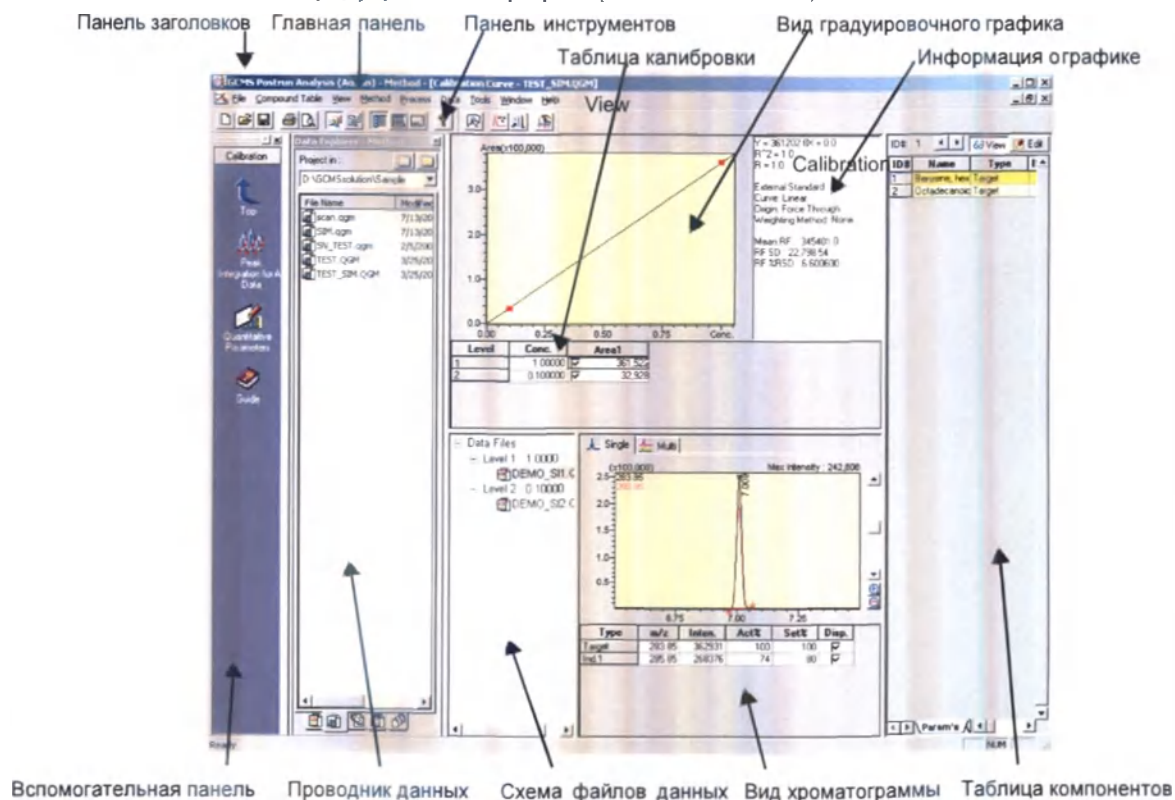


Рисунок 5.2 Окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть файл метода для создания градуировочного графика двойным щелчком по иконке файла и можно перетащить файл данных в схему файлов данных для анализа.
Вид градуировочного графика	Отображает градуировочный график для компонента, выбранного в таблице компонентов или результатов.
Информация о графике	Показывает тип отображенного градуировочного графика и результаты статистической обработки.
Вид таблицы калибровки	Отображает концентрации и фактор отклика или площади/высоту по каждому уровню для текущего градуировочного графика.
Схема файлов данных	Отображает файлы данных, с помощью которых создан градуировочный график, на каждом уровне. Отображенный компонент и таблица количественных результатов относятся к одному выбранному файлу данных.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму компонента, выбранного в таблице компонентов или результатов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: • Таблица компонентов: содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. • Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. • Таблица групп (Grouping table): содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. • Результирующая таблица групп (Grouping Result table): отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

3. Окно «Количественный анализ данных» ("Quantitative Data Analysis")

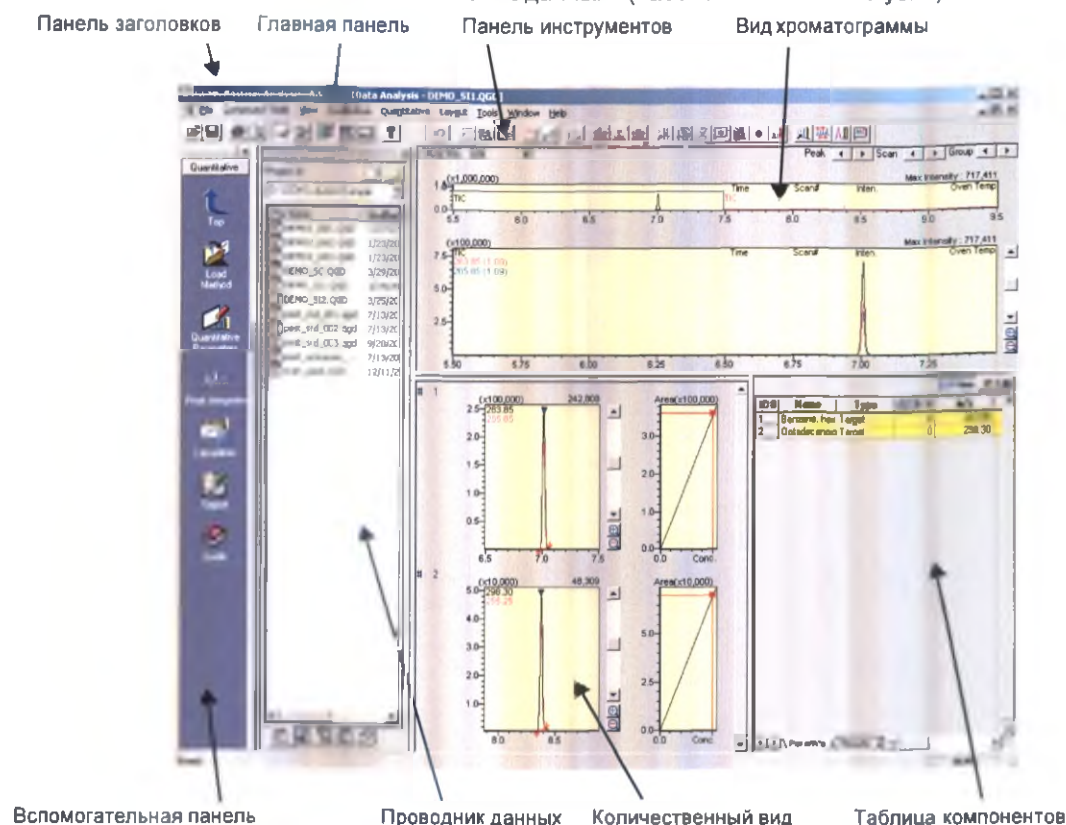


Рисунок 5.3 Окно «Количественный анализ данных» ("Quantitative Data Analysis")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из открытого файла данных.
Количественный вид	Отображает градуировочный график и хроматограмму для компонента, выбранного в таблице компонентов или качественных результатов. Одновременно могут отображаться данные для пяти компонентов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: - Таблица компонентов: содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. - Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. - Таблица групп (Grouping table): содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. - Результирующая таблица групп (Grouping Result table): отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

5.1.2 Алгоритм количественного анализа

Алгоритм количественного анализа приведен ниже.



Схема количественного анализа

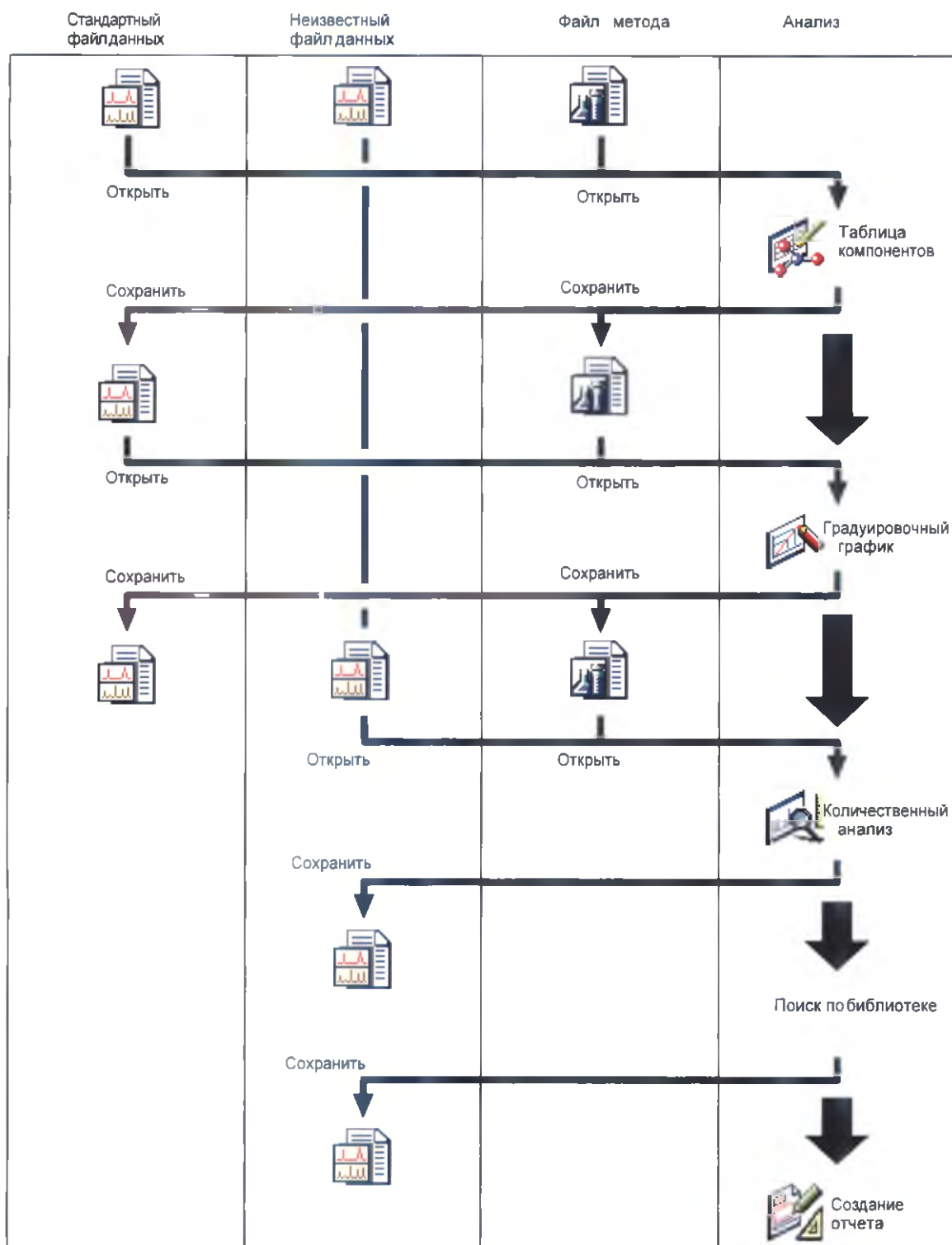


Рисунок 5.4 Схема количественного анализа

5.2

5 Количественный анализ

Таблица компонентов

В этом разделе описано, как создавать таблицы компонентов, которые необходимы для интегрирования пиков, количественных расчетов и для создания градуировочных графиков. Информацию в таблицу компонентов можно вводить напрямую или с помощью мастера настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard) для облегчения процесса.

1. Откройте для просмотра полученные данные.

Запустите приложение «ГХМС анализ данных» ("GCMS Postrun Analysis") и нажмите на иконку **Создать таблицу компонентов (Create Compound Table)** на дополнительной панели. Откроется окно «Анализ данных» ("Data Analysis") в виде таблицы компонентов.



2. В проводнике данных нажмите на закладку «Данные» ("Data") и дважды щелкните по иконке файла данных с хроматограммой стандартного образца. Данные отобразятся в поле «Вид хроматограммы».



3. На дополнительной панели нажмите на иконку «Мастер настройки» (Создать)» (Wizard (New)). Таблица компонентов перейдет в режим правки, и появится мастер настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard).

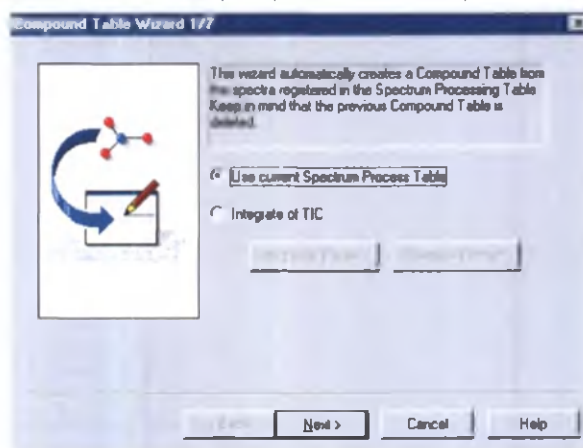
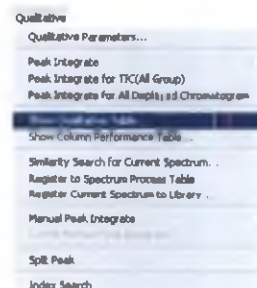


Рисунок 5.5 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 1/7

4. Заполните шаг 1/7 мастера настройки таблицы компонентов. Выберите либо **Использовать текущую таблицу обработки спектра (Use Current Spectrum Process Table)**, либо **Интегрировать по ТИС-полному ионному току (Integrate of TIC)**.

Чтобы проверить содержание таблицы обработки спектра, перед тем как выбрать **Использовать текущую таблицу обработки спектра (Use Current Spectrum Process Table)**, нажмите **Отменить (Cancel)** и временно закройте мастер настройки (Wizard). Выберите **Качественный > Показать таблицу качественного анализа (Qualitative > Show Qualitative Table)** или нажмите на вспомогательной панели на иконку **Таблица качественного анализа (Qualitative Table)** для того, чтобы открыть окно «Таблица качественного анализа» ("Qualitative Table"). Проверьте таблицу обработки спектра, нажав на закладку «Обработка спектра» (Spectrum Process). Чтобы заново открыть мастер настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard), нажмите на вспомогательной панели на иконку «Мастер настройки (Создать)» (Wizard (New)).



Примечание

За более подробной информацией об окне «Таблица качественного анализа» ("Qualitative Table") обратитесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

Если выбрано «Интегрировать по TIC-полному ионному току» ("Integrate of TIC"), то становятся активными кнопки **Параметры интегрирования (Integration Param)** и **Формат спектра (Spectrum Format)**. Нажмите на кнопку **Параметры интегрирования (Integration Param)** для того, чтобы проверить содержимое закладки «Интегрирование пиков» (Peak Integration) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Нажмите на кнопку **Формат спектра (Spectrum Format)** для того, чтобы проверить содержимое закладки «Обработка спектра» (Spectrum Process) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters").

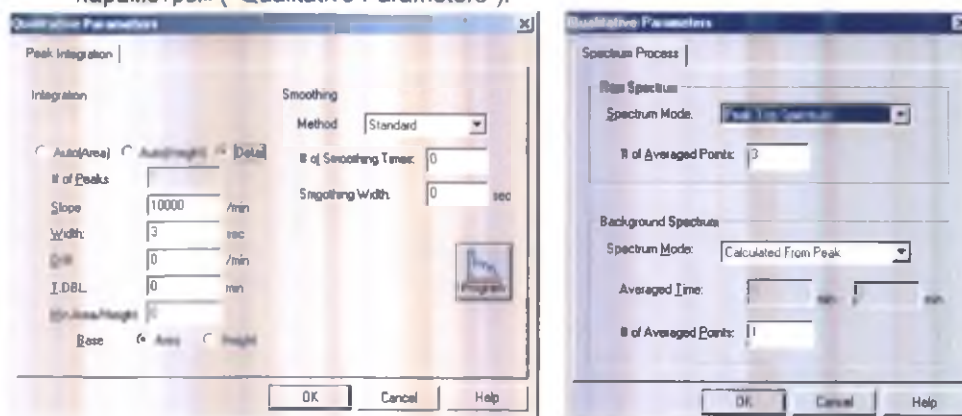


Рисунок 5.6 Параметры интегрирования пиков и формата спектра



Примечание

За более подробной информацией об установлении параметров в закладках «Интегрирование пиков» ("Peak Integration") и «Обработка спектра» ("Spectrum Process") обращайтесь к ГХМС справке (GCMS Help).

Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 2/7 мастера настройки таблицы компонентов.

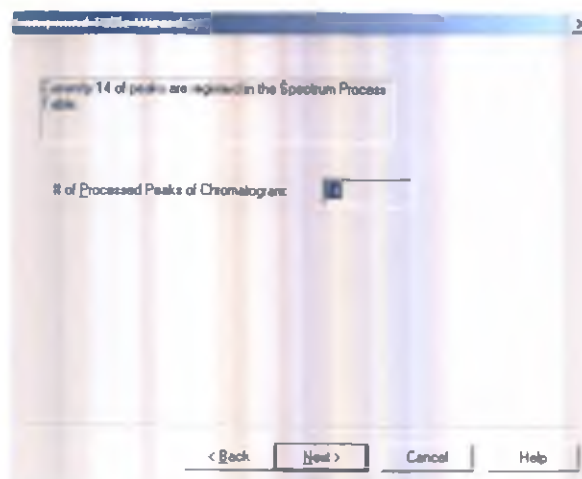


Рисунок 5.7 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 2/7

5. Заполните шаг 2/7 мастера настройки таблицы компонентов. Число пиков, зарегистрированных в текущей таблице обработки спектров, отображается в этой текстовой строке. Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 3/7 мастера настройки таблицы компонентов.

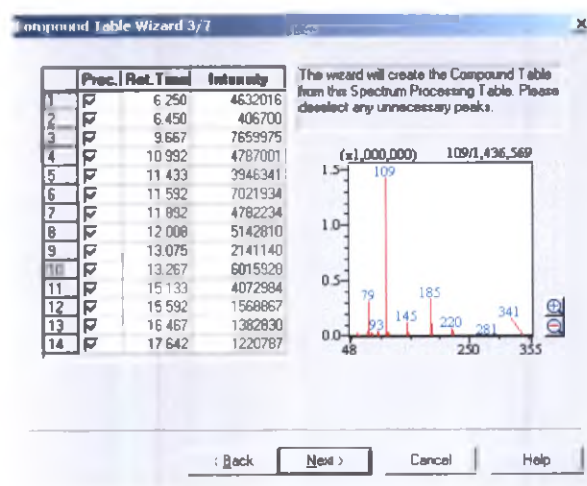


Рисунок 5.8 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 3/7

6. Заполните шаг 3/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Таблица компонентов создается из пиков, которые отмечены галочкой в колонке «Proc.» в таблице обработки спектров. Если отмечены пики, которые не следует включать в таблицу компонентов, то нажмите на ячейку с галочкой, чтобы убрать тот или иной пик из таблицы. При выделении строки отображается масс-спектр для выбранного компонента. Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 4/7 мастера настройки таблицы компонентов.

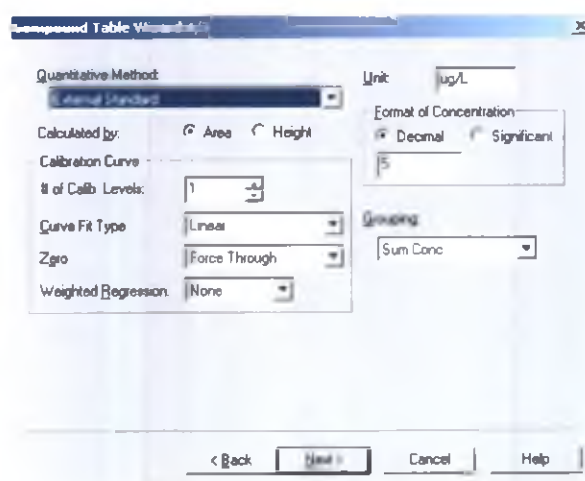


Рисунок 5.9 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 4/7

7. Заполните шаг 4/7 мастера настройки таблицы компонентов. Выберите количественный метод, градуировочный график и параметры концентрации



Примечание

За более подробной информацией об установлении параметров шага 4/7 мастера настройки таблицы компонентов обращайтесь к ГХМС справке (GCMS Help).

Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 5/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Рисунок 5.10 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 5/7

8. Заполните шаг 5/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Введите концентрации для каждого уровня градуировочного графика, количество ионов сравнения, которые используются для идентификации пиков и десятичное представление масс. В случае, если в шаге 4/7 мастера настройки таблицы компонентов в качестве количественного метода выбран «внутренний стандарт», введите также количество внутреннего стандарта.

Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 6/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Type	m/z	Rel Int
1 Target Ion	109	100
2 Ref Ion	105	23
3 Ref Ion	79	22
4 Not used	145	8
5 Not used	187	7
6 Not used	220	5
7 Not used	222	3
8 Not used	76	3
9 Not used	93	3

Рисунок 5.11 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 6/7

9. Заполните шаг 6/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Добавьте информацию для каждого ID компонента. Чтобы менять компоненты, введите напрямую ID номер компонента или используйте стрелки прокрутки с правой стороны текстовой ячейке. В поле «Вид спектра» отобразится спектр, соответствующий выбранному ID номеру.

В ячейке «Тип» выберите тип компонента: Сравнения (Reference) или Целевой (Target).

Задайте имя компонента. Если на шаге 1/7 мастера настройки таблицы компонентов выбрано «Использовать текущую таблицу обработки спектра» ("Use the Current Spectrum Processing Table") и имена компонентов внесены в таблицу, то будут отображаться именно эти имена. Из двух пунктов для выбора первый зависит от того, как назван компонент в таблице обработки спектров. Если по таблице обработки проводился поиск по библиотеке, то в первом пункте отображено имя первого, наиболее вероятного компонента из библиотеки. Если поиск по библиотеке не проводился, то в первом пункте отображено "RT:" и далее время удерживания. Если выбран второй пункт «Установить имя» ("Set Name"), то имя можно ввести в текстовой ячейке.

В таблице, которая находится в правой стороне экрана, последовательно перечислены целевые ионы и ионы сравнения, начиная с иона имеющего наибольшую относительную интенсивность.

Чтобы поменять ячейку в колонке «Тип» (Type), щелкните по ячейке. Ячейка становится комбинированной; выберите целевой ион (Target Ion), ион сравнения (Reference Ion) или не использовать (Not Used). Для того, чтобы поменять целевой или ион сравнения, сначала измените целевой ион (Target Ion) или ион сравнения (Reference Ion) на не использовать (Not Used), а затем укажите целевой ион (Target Ion) или ион сравнения (Reference Ion).

Чтобы изменить m/z , щелкните на соответствующую ячейку. Нажмите на кнопку, которая появится в ячейке, и появится спектр. Определите позицию на спектре, которая соответствует нужному значению m/z и кликните дважды на эту позицию. m/z будет выбрано и отношение иона сравнения будет пересчитано.

Нажмите **Далее (Next)** для того, чтобы перейти к шагу 7/7 мастера настройки таблицы компонентов.

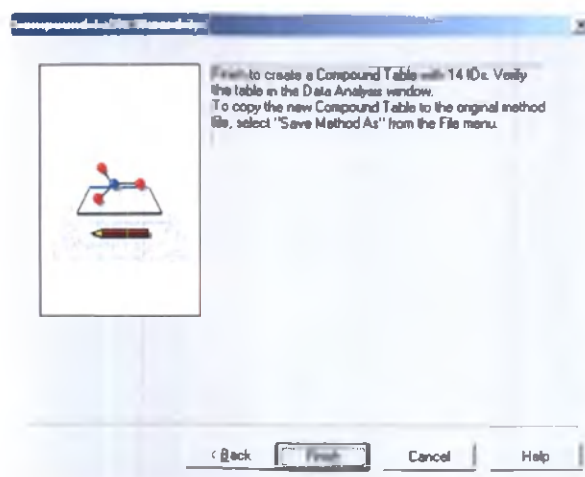


Рисунок 5.12 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 7/7

10. Заполните шаг 7/7 мастера настройки таблицы компонентов.

После того, как Вы убедились, что создана таблица компонентов с требуемыми номерами, заданными на шаге 3/7 мастера настройки таблицы компонентов, нажмите кнопку **Готово (Finish)**. Таблица компонентов отобразится в закладке «Параметры» (Param's) в окне «Вид таблицы компонентов» (Compound Table View).

11. Установить количественные параметры.

После создания таблицы компонентов измените количественные параметры, если необходимо. Выберите **Количественный > Количественные параметры (Quantitative > Quantitative Parameters)** или нажмите кнопку **Количественные параметры (Quantitative Parameters)** на панели инструментов. Появится диалоговое окно «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters").

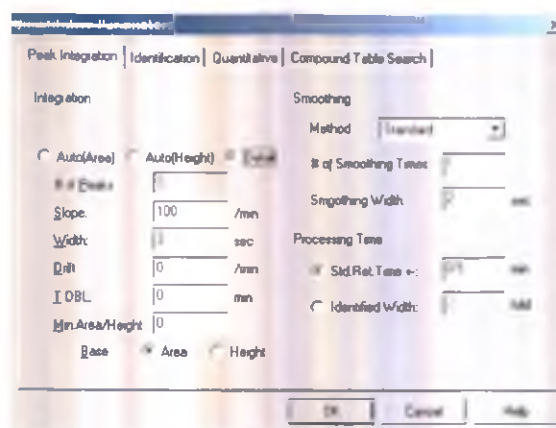


Рисунок 5.13 Диалоговое окно «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters")

После того, как Вы убедились, что заданные параметры верны, сохраните метод и файл данных.



Примечание

Временная программа качественных параметров доступна в закладке «Интегрирование пиков» ("Peak Integration"). Для количественных параметров временная программа интегрирования пиков доступна в колонке «Программа» ("Program") в таблице компонентов.

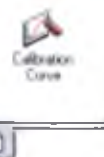
5.3

5 Количественный анализ

Создание градуировочных графиков

Этот раздел описывает, как создавать градуировочный график с помощью данных из таблицы компонентов.

1. Нажмите на иконку **Градуировочный график (Calibration Curve)**, и отобразится окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve").
2. Нажмите на закладку «Метод» ("Method") в проводнике данных и щелкните дважды по файлу метода, в котором надо создать градуировочный график. Таблица компонентов сохранится в выбранном файле метода.



ID#	Name	Type	ISTD
RT 7.007	Target		
	Target		

Рисунок 5.14 Таблица компонентов

3. Нажмите на закладку «Данные» ("Data") в проводнике данных, выберите файл данных, на основе которого будет создаваться градуировочный график, и перетащите его из проводника данных в «дерево» файлов данных.

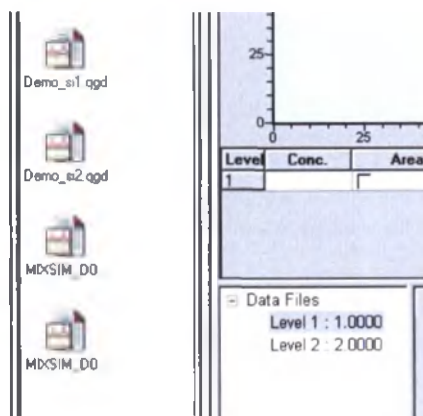


Рисунок 5.15 Перетаскивание иконки файла данных в «дерево» файлов данных



Примечание

Если Вы создаете градуировочный график с двумя или более градуировочными уровнями, перетащите файлы данных на каждый уровень на соответствующую позицию в "дерево" файлов данных.

4. Нажмите на иконку **Интегрировать пики для всех данных (Peak Integration for All Data)** на вспомогательной панели.

Градуировочный график будет создан в поле «Вид градуировочного графика».

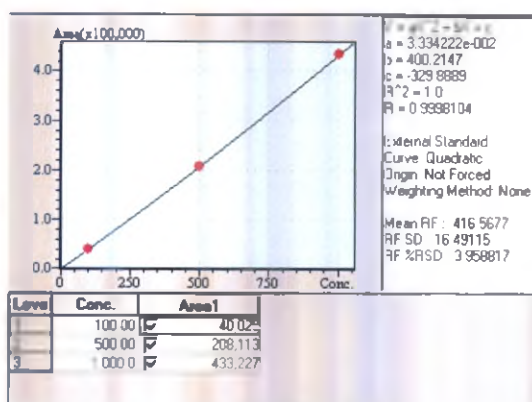


Рисунок 5.16 Вид градуировочного графика

Сохраните файл метода.

5.4

5 Количественный анализ

Проведение количественного анализа и подтверждение результатов

В этом разделе описывается, как проводить количественные вычисления и как просматривать результаты. Также обсуждаются качественные таблицы и градуировочные графики.

1. Нажмите на иконку **Количественный (Quantitative icon)** на вспомогательной панели, появится окно «Данные количественного анализа» ("Quantitative Data Analysis").
2. Откройте файл данных, для которого будет проводиться количественный анализ.
Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных и щелкните дважды по файлу данных, чтобы открыть этот файл.
Данные появятся в соответствующих окнах.

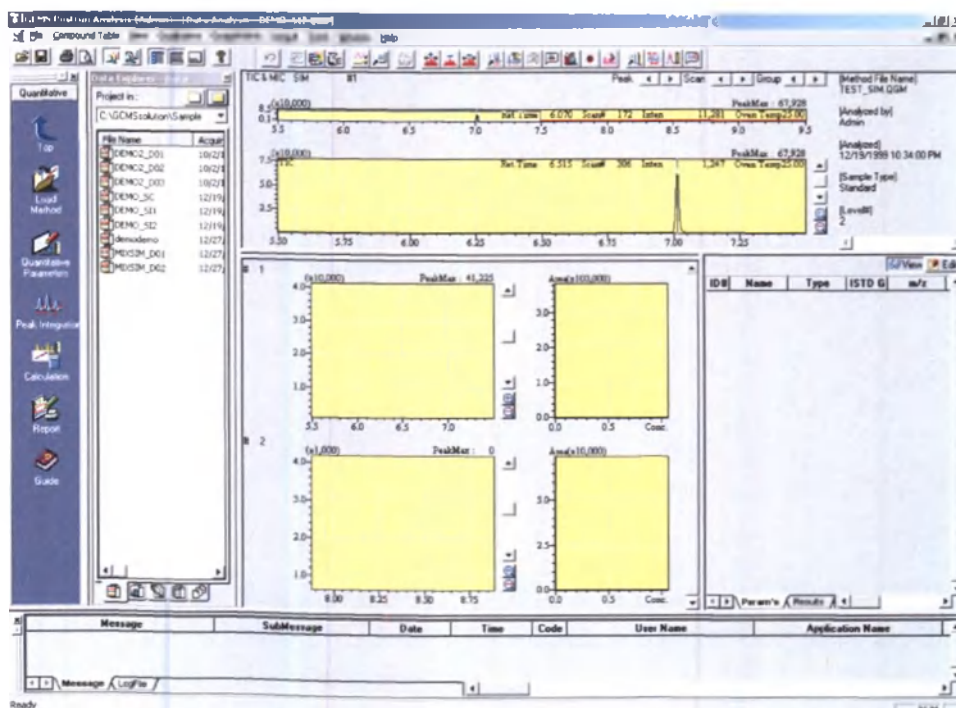


Рисунок 5.17 Окно «Данные количественного анализа» ("Quantitative Data Analysis")

5 Количественный анализ

5.4 Проведение количественного анализа и подтверждение результатов

- На вспомогательной панели нажмите на иконку **Загрузить метод** (Load Method), появится диалоговое окно «Загрузить метод» ("Load Method")

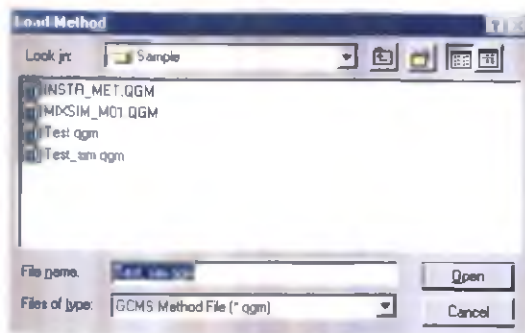


Рисунок 5.18 Диалоговое окно «Загрузить метод» ("Load Method")

- Выберите файл метода, в котором сохранен градуировочный график, и нажмите кнопку **Открыть (Open)**. Появятся градуировочный график и таблица компонентов.

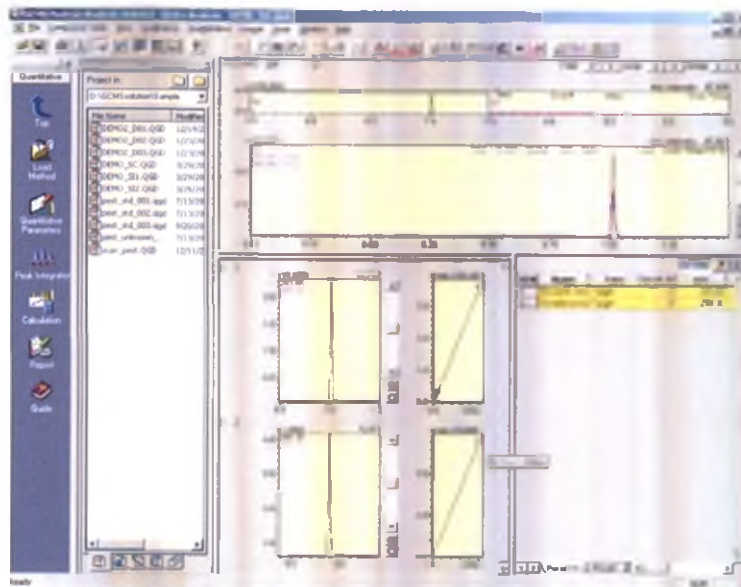


Рисунок 5.19 Появятся градуировочный график и таблица компонентов

- Нажмите на закладку **Результаты (Results)** в таблице компонентов для отображения результатов проведения количественного анализа.

Results

Информация, включенная в таблицу результатов, описывается в следующей таблице.
Таблица результатов

ID#	Name	Conc	Ret. Time	Type	m/z	Area	Height
1	Benzene, hex	0.09146	7.014	Target	283.85	33036	22100
2	Octadecanoic	0.08178	8.388	Target	298.30	5724	3452

Рисунок 5.20 Таблица результатов

Колонка	Описание
ID#	Отображает номера ID компонентов.
Имя (Name)	Отображает имена компонентов.
Конц (Conc)	Отображает рассчитанную концентрацию.
Вр. Удерж. (Ret. Time)	Отображает времена удерживания идентифицированных компонентов.
Тип (Type)	Отображает тип, который задан в таблице компонентов. Если пик не идентифицирован, он отображается как «Неизвестный» ("Unknown").
m/z	Отображает значение m/z, заданное в таблице компонентов.
Площадь (Area)	Отображает площадь идентифицированных пиков.
Высота (Height)	Отображает высоту идентифицированных пиков.
Единицы (Unit)	Отображает единицы, выбранные в таблице компонентов.
Извлечение (Recovery)	Отображает рассчитанный процент извлечения. Процент извлечения рассчитывается при проведении количественного анализа образца с меткой. Формула для определения выхода: (процент выхода) = (рассчитанная концентрация образца с меткой – рассчитанная концентрация образца без метки)/(количество метки) x 100 При создании таблицы серии, образцы без метки и с меткой нужно вводить последовательно, причем образец без метки должен быть введен перед образцом с меткой. Введите информацию об образце без метки, указав в столбце «Тип образца» (Sample Type) «Без метки» (Unspiked). Затем введите информацию об образце без метки, указав в столбце «Тип образца» (Sample Type) «С меткой» (Spiked).
Режим (Mode)	Отображает режим интегрирования пиков, если было проведено интегрирование пиков. • Авто (Auto): означает, что интегрирование и распознавание пиков проводилось автоматически. • Интегрирование вручную (Manual Integrate): означает, что интегрирование и распознавание пиков проводилось вручную.
Поиск (Search)	Эта колонка появляется, если был проведен поиск по библиотеке. Чтобы отобразился результат поиска, кликните дважды на ячейку или выберите «Показать результаты поиска по таблице компонентов» (Show Search Results for Compound Table), <u>щелкнув правой клавишей мыши по меню.</u>
SI	Отображаются результаты вычисления по подобию, если выбрано сопоставление с образцом параметров идентификации и стандартный спектр зарегистрирован в таблице. В интервале измерений FASST вычисления по подобию проводятся по Scan спектру.
S/N	Отображает соотношение сигнал/шум.
Шум от	Отображает время, от которого начинается расчет отношения сигнал/шум.
Шум до	Отображает время, при котором заканчивается расчет отношения сигнал/шум.
Метод расчета шума	Отображает используемый метод расчета отношения сигнал/шум.



Примечание

Неидентифицированные компоненты отображаются в серых строках.

Идентифицированные компоненты отображаются в зеленых строках.

5

Количественный анализ

5.5 Поиск по подобию

В этом разделе описывается, как перечисляются и отображаются спектры из библиотеки, которые очень схожи со спектрами веществ в таблице компонентов. Библиотечные спектры или спектры соединений-кандидатов отображаются последовательно, начиная с наиболее похожего на спектр вещества из таблицы компонентов или спектр известного соединения. Также описывается сравнение спектра соединения-кандидата с полученным спектром.

5.5.1 Поиск по подобию для таблицы компонентов

1. Откройте окно «Анализ данных» ("Data Analysis") либо в режиме «Количественный» (Quantitative), либо в режиме Таблицы компонентов (Compound Table).
Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных  и дважды щелкните по иконке нужного файла данных. Появится таблица компонентов, а также хроматограмма и градуировочный график, если доступен.
2. В меню «Количественный» (Quantitative) выбирают команду «Библиотечный поиск для таблицы компонентов» (Similarity Search for Compound Table). Появится закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) в диалоговом окне «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters").

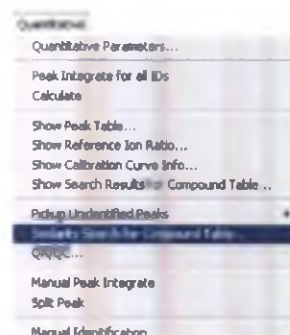
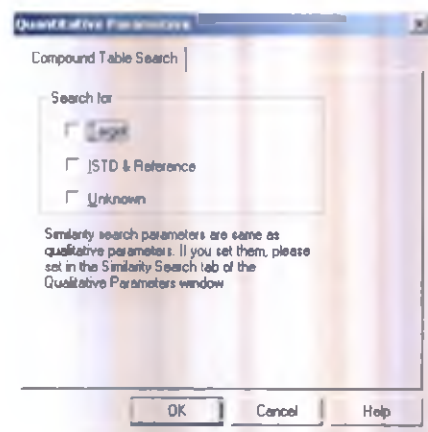


Рисунок 5.21 Закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) в диалоговом окне «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters")

3. Выберите, какой тип компонентов (Target, ISTD & Reference, или неизвестный) включать в поиск по библиотеке.
После того, как сделаете выбор, нажмите **ОК**, после чего начнется поиск.



Примечание

Если целевой компонент для поиска по библиотеке записывался в режиме FASST, то для поиска используется Scan спектр.

4. Чтобы просмотреть результаты поиска, щелкните дважды по строке с нужным компонентом или выберите **Показать результаты поиска для таблицы компонентов (Show Search Results for Compound Table)** в меню, которое появляется при нажатии правой кнопки мыши. Появится окно «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results").

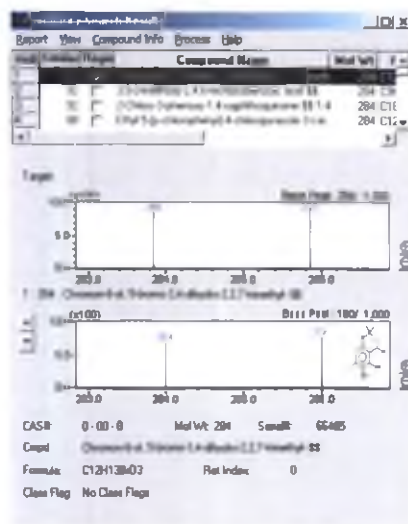
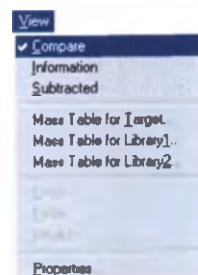


Рисунок 5.22 Окно «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results")

Компоненты перечислены последовательно в окне «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results"), начиная с компонента, имеющего наибольший коэффициент подобия. Список можно прокручивать с помощью левого ползунка. Средний спектр меняется в зависимости от выбранного компонента в списке.

Верхний спектр – начальный спектр, а второй спектр – библиотечный спектр возможного компонента. Информация в нижней части окна меняется в зависимости от того, какая опция выбрана в меню «Вид» (View menu). Если выбрано «Сравнивать» (Compare), то в нижней части окна содержится спектр второго возможного вещества из той же библиотеки. Если выбрана опция «Информация» (Information), то отображается информация о возможном компоненте. Если выбрана опция «Вычитать» (Subtract), то в нижней части окна отображается результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из начального спектра.



CASE:	71369-17-0	Mol Wt:	284	Serial#:	66627
Compd:	2-Chloro-3-phenoxy-1,4-naphthoquinone 55 1,4-Naphthalenedione				
Formula:	C16H9ClO3	Ret.Index:	0		
Class Flag:	No Class Flags.				

Рисунок 5.23 Информация, выбранная в меню «Вид»

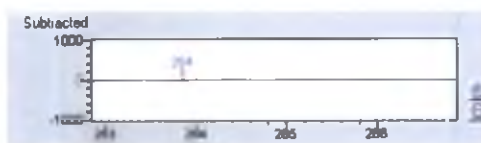


Рисунок 5.24 Вычитание, выбранное в меню «Вид»



Примечание

Файлы библиотеки, используемые для поиска, выбираются в закладке «Поиск по подобию» ("Similarity Search tab") в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Чтобы открыть диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"), нажмите на кнопку панели инструментов **Качественные параметры (Qualitative Parameters)** или выберите **Качественный > Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters)**.

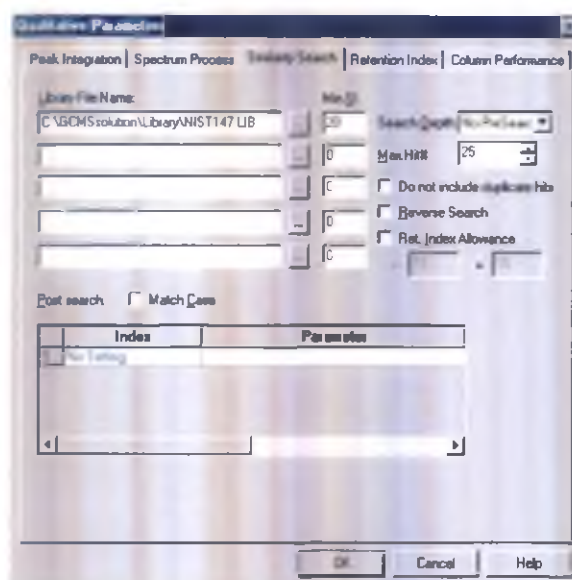


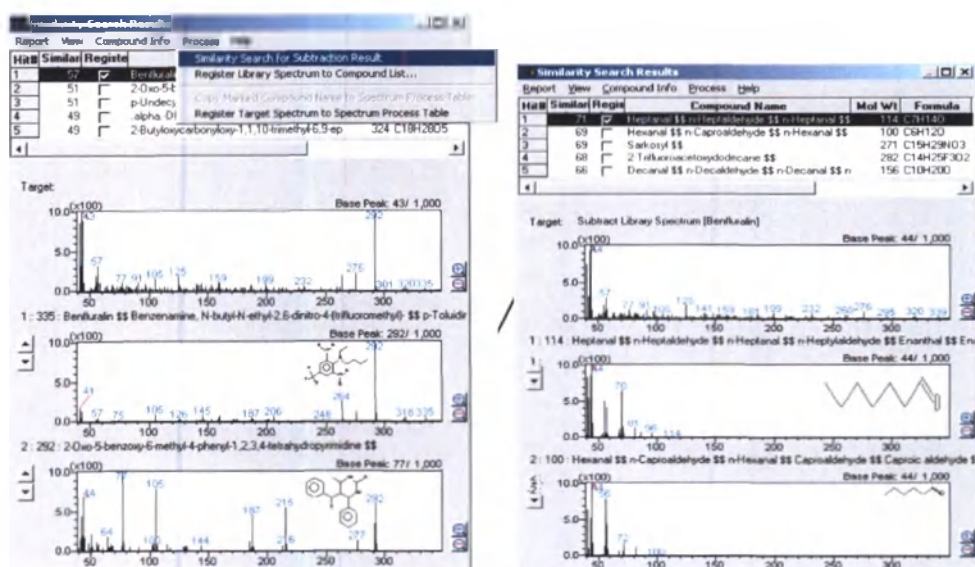
Рисунок 5.25 Выбор файла библиотеки

Под одним именем файла библиотеки можно выбрать 5 файлов библиотек. Минимальный индекс подобия можно ввести для каждого файла в ячейке Min.SI. Максимальное число подобий и другие параметры также устанавливаются в этой закладке. За более подробной информацией о параметрах поиска по библиотеке обращайтесь к Приложению А «Обработка пиков и операции с масс-спектрами» на стр. 251 и «ГХМС справке» ("GCMS Help").

5.5.2 Повторный поиск по подобию при вычитании спектра

Если вы точно знаете, что неизвестный спектр состоит из спектров нескольких веществ, то вычитанием спектра из приведенного списка и повторным проведением поиска по подобию, Вы можете получить более точные результаты.

1. Выберите **Процесс > Поиск по подобию для результата вычитания** (Process > Similarity Search for Subtraction Result).
2. Откроется новое окно «Поиск по подобию» ("Similarity Search") и появятся спектр вычитания и результаты поиска.



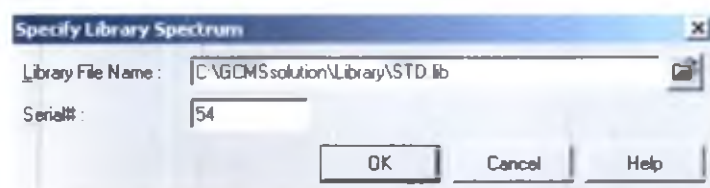
3. Вы так же можете снова провести поиск по подобию для результата вычитания (последовательно до 2 раз)
(последовательно до 2 раз)

5.5.3 Занесение спектра в библиотеку

Вы можете добавить спектр библиотеки в конец списка в окне «Поиск по подобию» ("Similarity Search").

Сделав это, можно отображать результаты поиска по подобию для спектра и индекс подобия, затем также можно выполнять поиск по подобию для результата вычитания.

1. Выберите **Процесс > Зарегистрировать библиотечный спектр в списке компонентов** (Process > Register Library Spectrum to Compound List).
2. Появится окно «Занесение спектра библиотеки» ("Specify Library Spectrum"). Введите имя файла библиотеки и порядковый номер спектра, который нужно занести в список.



5.6

5 Количественный анализ

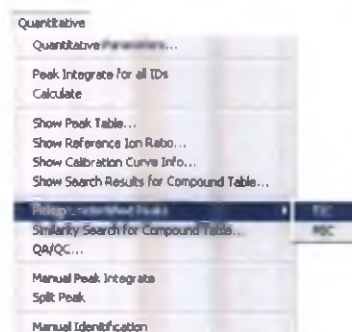
Анализ неизвестных пиков

Этот раздел описывает метод, используемый для анализа спектров компонентов, перечисленных в таблице, которые не являются целевыми. Главным образом, этот метод применяется для анализа примесей и других неизвестных веществ.

1. Откройте окно «Анализ данных» ("Data Analysis") в режиме «Количественный» ("Quantitative") или в режиме Таблицы компонентов (Compound Table).

Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных, щелкните дважды по файлу данных, чтобы открыть этот файл. Появится таблица компонентов, а также хроматограмма и градуировочный график, если доступно.

2. Выберите TIC или MIC в пункте «Выбор неидентифицированных пиков» ("Pickup Unidentified Peaks") в меню «Количественный» ("Quantitative"). Идентифицированные пики проинтегрируются и будут занесены в таблицу результатов.



3. Выберите «Поиск по подобию для таблицы компонентов» ("Similarity Search for Compound Table") в меню «Количественный» ("Quantitative"). Появится закладка «Поиск по таблице компонентов» ("Compound Table Search") в окне «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters").

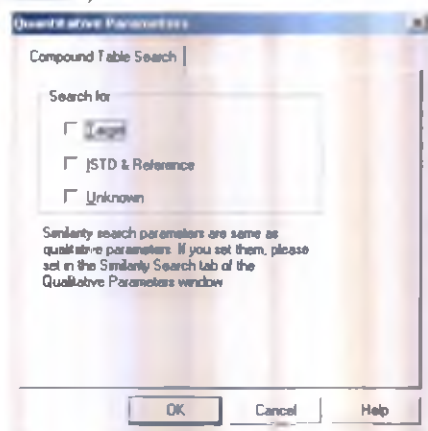


Рисунок 5.26 Закладка «Поиск по таблице компонентов» ("Compound Table Search") окна «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters")

4. Выберите тип «Неизвестный» ("Unknown") для компонента, для которого нужно провести поиск, и нажмите ОК. Запустится поиск по подобию.
5. Чтобы просмотреть результаты поиска, щелкните дважды по строке с нужным компонентом или выберите **Показать результаты поиска для таблицы компонентов** (Show Search Results for Compound Table) в меню, которое появляется при нажатии правой кнопки мыши. Появится окно «Результаты поиска по подобию» ("Similarity Search Results").

5.7

Группировка

5 Количественный анализ

В этом разделе описывается метод, который используется для отнесения компонентов с одинаковыми характеристиками к одной группе и для расчета концентрации по каждой группе.

1. Нажмите на иконку «Градуировочный график» ("Calibration Curve") на вспомогательной панели, и отобразится Градуировочный график.
2. Загрузите файл метода. Нажмите на закладку «Метод» ("Method") в проводнике данных и дважды щелкните по иконке метода, который нужно загрузить.



Появится таблица компонентов, записанная в загруженном методе.

ID#	Name	Type	ISTD G	m/z
1	...	Target	0	283.80
2	Eicosane	Target	0	282.20
3	met	Target	0	298.30
4	...	Target	0	202.10

Рисунок 5.27 Таблица компонентов

3. Щелкните дважды по закладке «Данные» ("Data") в проводнике данных и перетащите файл данных для градуировочного графика из проводника данных в «дерево» файлов данных.
4. Нажмите на кнопку **Правка (Edit)** в таблице компонентов для того, чтобы перейти в режим правки. Создайте группу в таблице компонентов.
5. Нажмите на закладку «Параметры группы» ("Group Param's").



Задайте имя группы, тип группы, концентрацию и т.д. Для градуировочного графика тип группировки следует выбирать из приведенных ниже:

По умолчанию (Default): метод группировки выбирается в «Количественных параметрах» ("Quantitative parameters")

Калибровка по группам (Group calibration): объединяет площади и высоты пиков для компонентов из одной группы и проводит количественные расчеты для группы, используя соответствующий градуировочный график.

Суммирование концентрации (Concentration Sum): Создает градуировочные графики для каждого компонента, проводит количественные расчеты по каждому компоненту и суммирует концентрации компонентов.

- 
- Peak
Integration
for All IDs

Рисунок 5.28 Таблица компонентов

5.8

5 Количественный анализ

Печать результатов

В этом разделе описывается, как распечатать стандартные отчеты количественного анализа.

5.8.1 Градуировочный график

Откройте окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve") и откроется соответствующий файл метода. Проверьте, чтобы правильные файлы данных были прикреплены к Data File Tree. Чтобы распечатать отчет, содержащий градуировочный график, выберите **Файл > Печать изображения > Печать (File > Print Image > Print)** или нажмите на кнопку панели управления **Печать (Print)**. Выберите **Файл > Печать изображения > Предварительный просмотр (File > Print Image > Preview)**, или нажмите на кнопку панели управления **Предварительный просмотр (Print Preview)** для того, чтобы просмотреть отчет перед печатью. Для печати отчета, содержащего градуировочный график, используется стандартный формат. Для того, чтобы редактировать стандартный формат отчета, выберите **Файл > Печать изображения > Править формат (File > Print Image > Edit Format)**.



Печать отчета

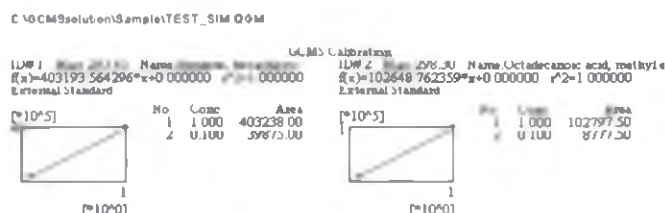


Рисунок 5.29 Предварительный просмотр отчета

5.8.2 Индивидуальный отчет

Чтобы распечатать индивидуальный отчет из открытого файла данных, выберите **Файл > Отчет (File > Report)**. Появится окно «Отчет» ("Report"). Вы можете создать новый формат отчета и выбрать открытый в данный момент времени файл данных в качестве файла данных для каждого пункта, или открыть существующий файл отчета и выбрать открытый в данный момент времени файл данных в качестве файла данных для каждого пункта. Распечатайте отчет. Для получения информации о редактировании формата индивидуального отчета обратитесь к Главе 6 «Создание отчетов» на стр. 153.

Процесс создания отчета с помощью шаблона формата отчета описывается ниже.

1. В окне «Анализ данных» ("Data Analysis") откройте файл данных, для которого Вы хотите создать отчет. Выберите **Файл > Отчет (File > Report)**, для того чтобы появилось окно «Отчет» ("Report").
2. Выберите **Файл > Создать файл формата (File > New Format File)** для того, чтобы открыть диалоговое окно «Создать файл» ("File New"). Убедитесь, что выбрано **Использовать шаблон (Use Template)**. Диалоговое окно «Создать файл» ("File New") не откроется, если не выбрано «Подсказка для создания файла» ("Prompt on File New") в закладке «Создать файл» (File New) в окне «Параметры установки» ("Setting Options"), которое появляется, если выбрать «Опции» (Option) в меню инструментов.

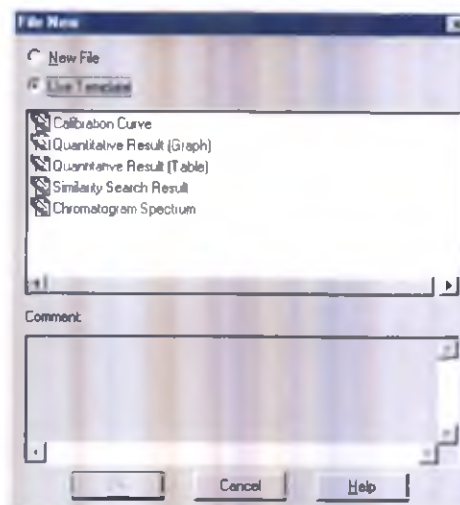


Рисунок 5.30 Диалоговое окно «Создать файл» ("FileNew")

1. Выберите шаблон формата отчета из списка и нажмите **OK**. Отформатированный отчет, включая данные из открытого файла данных, появится в окне «Отчет данных» ("Data Report").
2. Чтобы распечатать отчет, используйте команду **Файл > Печать (File > Print)** или нажмите на кнопку **Печать (Print)** на панели инструментов. Ниже изображен отчет, созданный с помощью шаблона «Количественные результаты (Графики)» (Quantitative Result(Graph)).

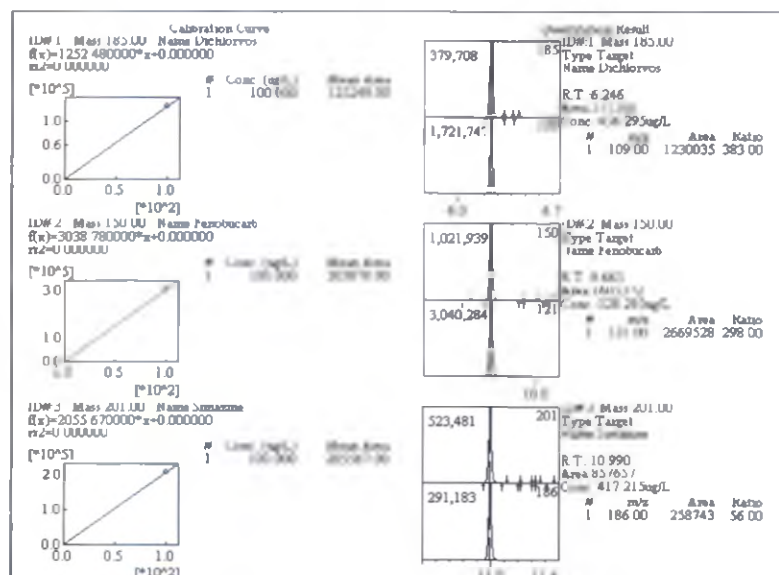


Рисунок 5.31 Отчет, созданный с помощью шаблона «Количественные результаты (Графики)» (Quantitative Result(Graph))



6 Создание индивидуальных отчетов

6.1

Создание формата отчета

Этот раздел описывает процедуру создания формата индивидуального отчета. Этот формат может быть позже использован для печати данных.

6.1.1 Окно «Отчет» ("Report")

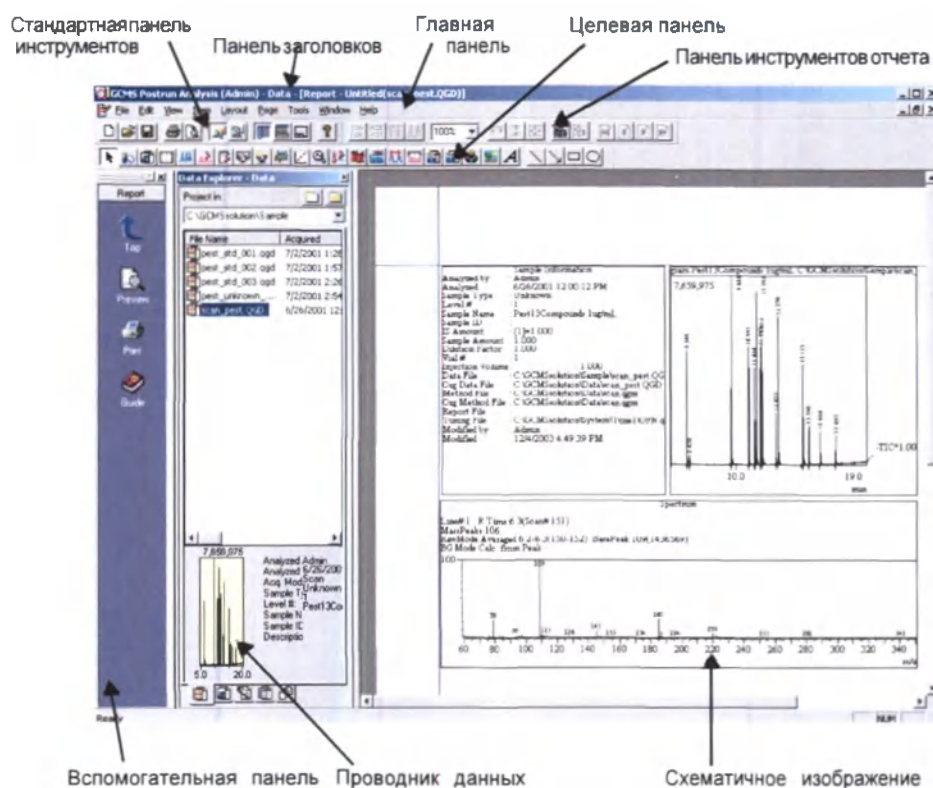


Рисунок 6.1 Окно «Отчет» ("Report")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Схематичное изображение	Отображает месторасположение частей отчета на странице. Можно установить, какие пункты включать в отчет, их расположение и другие свойства.

6.1.2 Панель инструментов отчета

1. Панель задач

Кнопка	Название	Функция
	Стрелка	Передвигает и меняет размер пунктов на странице.
	Информация об образце	Добавляет информацию об образце, такую как имя пользователя, имя образца, тип образца и номер виалы и прочую информацию, которая указана в «Свойствах информации об образце» ("Sample Information Properties").
	Содержание метода	Добавляет параметры прибора и параметры получения данных, которые указаны в «Свойствах метода» ("Method Properties").
	Таблица пиков	Добавляет таблицу пиков, как указано в «Свойствах отчета для пиков» ("Peak Report Properties").
	Хроматограмма	Добавляет хроматограмму, как указано в «Свойствах хроматограммы» ("Chromatogram Properties").
	Спектр	Добавляет спектр и дополнительную информацию, указанную в «Свойствах спектра» ("Spectrum Properties").
	Таблица масс	Добавляет таблицу масс, указанную в «Свойствах таблицы масс» ("Mass Table Properties").
	Количественные графики	Добавляет хроматограммы и таблицу ионов сравнения, а также другую информацию, указанную в «Свойствах количественного анализа» ("Quantitation Properties").
	Таблица кол-ного анализа	Добавляет таблицу с результатами количественного анализа, как указано в «Свойствах таблицы результатов количественного анализа» ("Quantitation Results Table Properties").
	Результаты группы	Добавляет результаты группы файла данных, прикрепленного к отчету.
	Градуировочный график	Добавляет градуировочный график и таблицу, а также другую информацию, указанную в «Свойствах градуировки» ("Calibration Properties").
	Настройка	Добавляет условия и результаты настройки, а также другую информацию, относящуюся к свойствам колонки.
	Status Log	Добавляет журнал состояния МС, как указано в свойствах журнала состояния.
	Поиск по библиотеке	Добавляет информацию о неизвестном и предполагаемом веществах как указано в «Свойствах библиотеки» ("Librarys").
	Сравнение спектра	Добавляет результаты сравнения, как указано в «Свойствах сравнения спектра» ("Spectrum Comparison Properties").
	Инфо о колонке	Добавляет таблицу, указанную в «Свойствах отчета по колонке» ("Column Performance Report Properties").
	Проверка спектра	Добавляет результаты проверки спектра файла данных, прикрепленного к отчету.
	Суммарный отчет (Конц.)	Отображает списки концентраций для множества данных.
	Суммарный отчет (Компонент)	Отображает списки количественных результатов по каждому компоненту для множества данных (конц., площадь, высота и т.д.).

Кнопка	Название	Функция
	Конфигурация	Добавляет информацию о конфигурации системы, как указано в «Свойствах конфигурации» ("Configuration Control Properties").
	Рисунок	Добавляет любой графический файл, например, логотип компании, как указано в «Свойствах рисунка» ("Picture Properties").
	Текст	Добавляет текст, указанный в «Свойствах текста» ("Text Properties").
	Линия	Рисует линию, которая в дальнейшем может быть изменена с помощью «Свойств формы» ("Shape Properties").
	Стрелка	Рисует стрелки.
	Прямоугольник	Рисует прямоугольник, который в дальнейшем может быть изменен с помощью «Свойств формы» ("Shape Properties").
	Эллипс	Рисует эллипс, который в дальнейшем может быть изменен с помощью «Свойств формы» ("Shape Properties").

2. Инструменты форматирования

Кнопка	Название	Функция
	Выравнивание по левому краю	Выравнивает выбранные объекты.
	Выравнивание по правому краю	Выравнивает выбранные объекты.
	Выравнивание по верхнему краю	Выравнивает выбранные объекты по их верхнему краю по самой верхней точке.
	Выравнивание по нижнему краю	Выравнивает выбранные объекты по их нижнему краю по самой нижней точке.
	Увеличение	Увеличивает или уменьшает схематичное изображение в соответствии с выбранным процентом. Введите процент напрямую или выберите из выпадающего списка.
	Выравнивание по ширине	Выравнивает выбранные объекты по ширине.
	Выравнивание по высоте	Выравнивает выбранные объекты по высоте.
	Выравнивание по размеру	Выравнивает выбранные объекты по размеру.
	Вставить	Добавляет в отчет страницу. Новая страница вставляется после отображенной.
	Удалить	Удаляет отображенную страницу.
	В начало	Если в отчете несколько страниц, то переходит к первой странице.

Кнопка	Название	Функция
	Предыдущая	Если в отчете несколько страниц, переходит к предыдущей странице.
	Следующая	Если в отчете несколько страниц, переходит к следующей странице.
	В конец	Если в отчете несколько страниц, переходит к последней странице.

3. Стандартные инструменты

Кнопка	Название	Функция
	Печать	Распечатывает отчет.
	Предварительный просмотр	Открывает экран предварительного просмотра, чтобы можно было просмотреть отчет перед печатью.
	Открыть	Открывает имеющиеся файлы отчета.
	Сохранить	Сохраняет файл отчета. Происходит перезапись файла отчета. Чтобы сохранить файл с новым именем, используйте Файл > Сохранить файл отчета как (File > Save Format File As.)



Примечание

Чтобы сделать панель инструментов частично «плавающей», щелкните дважды по панели инструментов (в область около кнопок) или нажмите на панель инструментов и перетащите ее в нужное место.

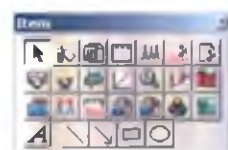


Рисунок 6.2 «Плавающая» панель

Эта функция позволяет рационально использовать место на экране. Используйте эту функцию, если нужно сократить ширину панели инструментов. Чтобы вернуть «плавающую» панель обратно на панель инструментов, щелкните дважды на заголовке панели или перетащите ее на панель инструментов.

6.1.3 Создание файла отчета

1. Нажмите на иконку **Формат отчета (Report Format)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Отчет» ("Report") и появится новый безымянный файл.
2. После того, как откроется новый файл, выберите в меню «Файл» пункт **Параметры страницы (Page Setup)**. Появится диалоговое окно «Параметры страницы» ("Page Setup").

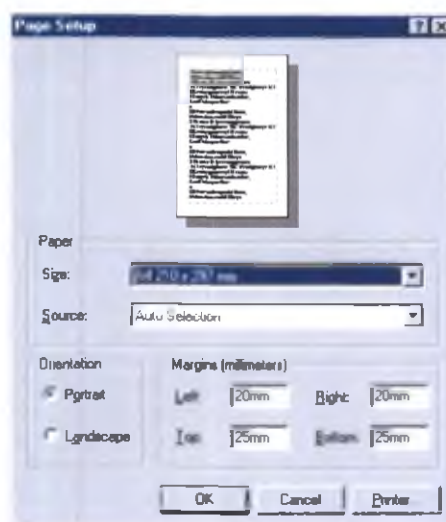


Рисунок 6.3 Диалоговое окно «Параметры страницы» ("Page Setup")

3. Введите следующие параметры.

Группа	Параметр	Описание
Бумага (Paper)	Размер (Size)	Выберите размер бумаги, которая используется для печати
	Источник (Source)	Выберите поддон для бумаги или вариант того, как бумага будет подаваться в принтер
Ориентация (Orientation)	Книжная или альбомная (Portrait or Landscape)	Определите, как использовать бумагу: горизонтально (альбомная) или вертикально (книжная).
Отступы (мм) (Margins (millimeters))	Слева, справа, сверху и снизу (Left, Right, Top and Bottom)	Введите, какие отступы (в мм) необходимо оставлять слева и справа внизу и вверх страницы.
	Принтер (Printer)	Выберите, какой принтер использовать по умолчанию

4. Нажмите на кнопку на панели инструментов или выберите пункт в меню. Перетащите курсор в нужное место поля схематического изображения, чтобы поместить пункт на странице отчета.

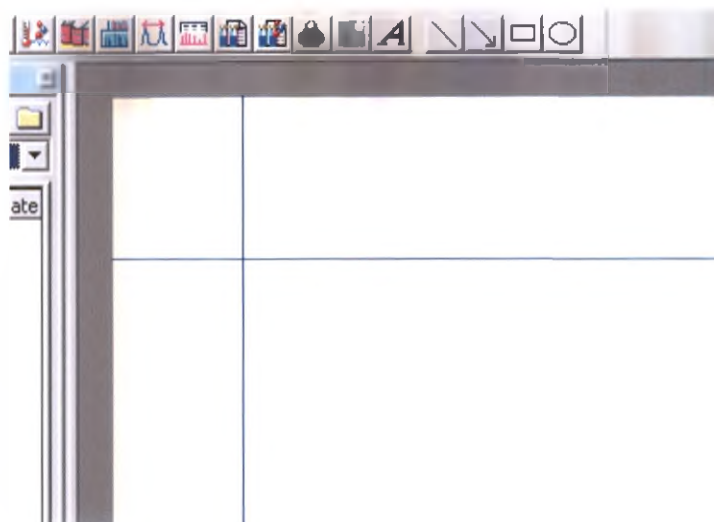


Рисунок 6.4 Поле схематического изображения

Появится соответствующее диалоговое окно «Свойства».



Рисунок 6.5 Диалоговое окно «Свойства»

5. Установите параметры в различных закладках свойств. Хотя большинство параметров меняются в зависимости от пункта, для каждого пункта есть закладка **Общее (General)** для того, чтобы устанавливать позицию (position), размер (size), заголовок (title), шрифт (font) и цвет (color) и закладка **Файл (File)** для того, чтобы определять файл данных, используемый для отчета. После того, как введены все параметры, нажмите **ОК**. Закроется диалоговое окно «Свойства», и применятся введенные параметры.
Если это необходимо, то добавьте в отчет дополнительные пункты и введите их параметры.

6. Если отчет будет состоять из нескольких страниц, то нажмите кнопку «Вставить» ("Insert") для того, чтобы добавить страницу, следующую после отображенной страницы.
7. Выберите Вид > Верхний/нижний колонтитулы (View > Header/Footer). Появится диалоговое окно «Верхний/нижний колонтитулы» ("Header/Footer").

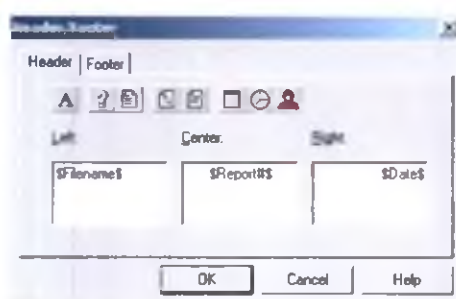


Рисунок 6.6 Диалоговое окно «Верхний/нижний колонтитулы» ("Header/Footer")

8. Содержание таблицы, приведенной ниже, может быть выровнено по левому краю, по центру или по правому краю страницы. Информация, введенная в закладке **Верхний колонтитул (Header)**, будет напечатана сверху страницы, а информация, введенная в закладке **Нижний колонтитул (Footer)**, будет напечатана внизу страницы.

Поместите курсор в левое, центральное или правое текстовое окно и нажмите кнопку, чтобы ввести текст.

Кнопка	Имя	Функция	Переменная величина
	Шрифт	Нажмите на кнопку Шрифт для открытия окна «Шрифт» ("Font"). Выберите шрифт, размер, стиль и цвет текста верхнего и нижнего колонтитула, и нажмите ОК .	
	Версия	Нажмите на кнопку Версия , чтобы добавить версию GCMSsolution Ver. 2 в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Версия\$
	Имя файла	Нажмите на кнопку Имя файла , чтобы добавить имя файла данных в текст верхнего или нижнего колонтитула. Если используются разные данные для каждого пункта, включите файл данных с пунктом .	\$Имя файла\$
	Отчет#	Нажмите на кнопку Отчет# , чтобы добавить номер отчета в текст верхнего или нижнего колонтитула. Отчеты нумеруются в том порядке, в каком печатаются. Введите номер для первого отчета в диалоговом окне «Опции отчета» ("Report Option").	\$Отчет#\$
	Страница#	Нажмите на кнопку Страница# , чтобы добавить номер страницы в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Страница#\$
	Дата	Нажмите на кнопку Дата , чтобы добавить дату, которая установлена в Windows, в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Дата\$
	Время	Нажмите на кнопку Время , чтобы добавить время, которое установлено в Windows, в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Время\$
	Имя пользователя	Отображает имя пользователя.	\$Пользователь\$

9. После того, как установлены свойства для всех пунктов и введен текст верхнего и нижнего колонтитулов, нажмите кнопку Предварительный просмотр (Preview), чтобы просмотреть отчет.



Кнопка	Команда
Печать (Print)	Распечатать отчет. Обратитесь к Разделу 6.2.3 «Печать отчета», стр. 161.
След страница (Next Page)	Предварительный просмотр следующей страницы.
Пред страница (Prev Page)	Предварительный просмотр предыдущей страницы.
Два страницы (Two Page)	Предварительный просмотр двух страниц одновременно.
Одна страница (One Page)	Предварительный просмотр одной страницы.
Увеличение (Zoom In)	Увеличить просматриваемый отчет.
Уменьшение (Zoom Out)	Уменьшить просматриваемый отчет.
Закреть (Close)	Выход из режима предварительного просмотра.

10. Сохраните созданный формат в качестве файла формата отчета.

Нажмите на кнопку **Сохранить (Save)** на панели инструментов.



Если файл отчета сохраняется в первый раз, то появится диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As").

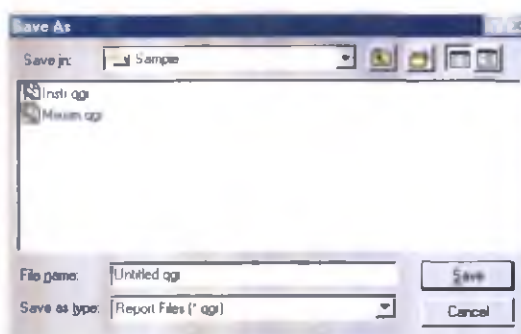


Рисунок 6.7 Диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As")

Выберите директорию, куда будет сохранен файл, и введите имя файла. Нажмите кнопку **Сохранить (Save)** и формат отчета сохранится как файл формата отчета (*.qgr).

Используйте кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы сохранить изменения в файле формата отчета, перезаписав существующий файл. Обратитесь к Разделу 6.2.1 «Как открывать файл формата отчета», стр. 161.



Примечание

Используйте **Файл > Сохранить файл формата отчета как (File > Save Format File As)**, чтобы сохранить файл под другим именем, а не перезаписывать существующий файл. Появится диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As"). Выберите директорию, куда будет сохранен файл, введите имя файла и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**.

6.2

6 Создание отчета

Использование файлов формата отчета

В этом разделе описывается, как открывать существующий файл формата отчета, импортировать данные и распечатывать отчеты.

6.2.1 Как открывать файл формата отчета

1. Нажмите на иконку **Формат отчета (Report Format)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Отчет» ("Report").
2. Откройте нужный формат отчета с помощью **Файл > Открыть формат файла (File > Open Format File)**, кнопки **Открыть (Open)** на панели инструментов, или через Проводник данных. Файл отчета отобразится в поле схематичного изображения.



6.2.2 Импортирование данных в файл формата отчета

1. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных. Появятся все файлы данных, которые находятся в выбранной папке.
2. Нажмите на нужный файл данных в проводнике данных и перетащите в поле схематичного изображения. Файл данных загрузится в отчет, и отобразятся данные.



Данные также могут быть импортированы, если выбрать **Файл > Загрузить файл данных (File > Load Data File)**.

6.2.3 Печать отчета

1. Для того чтобы появилось диалоговое окно «Печать» ("Print"), нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели.

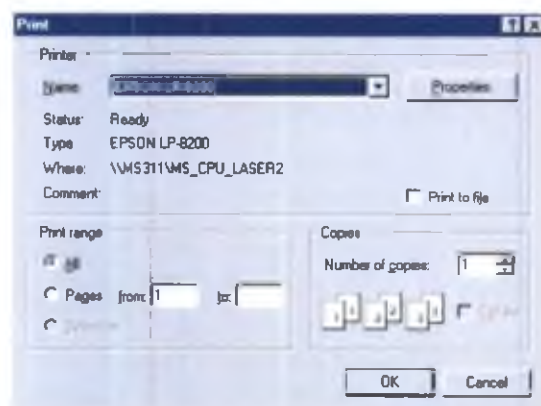


Рисунок 6.8 Диалоговое окно «Печать» ("Print")



Примечание

Нажав на кнопку **Свойства (Properties)**, которая находится рядом с именем принтера, можно менять параметры принтера. Для получения информации о свойствах принтера обратитесь к инструкции пользователя для принтера.

2. Выберите, какие страницы печатать из «Все» ("All"), «Страницы» ("Pages") или «Выделенные» ("Selected"). «Все» ("All") распечатывает все страницы отчета. «Страницы» ("Pages") позволяет выбрать диапазон страниц для печати. «Выделенные» ("Selected") распечатывает часть отчета, которая была выделена до выполнения команды печать.
3. Введите количество копий в строке «Количество копий» (Number of copies).
4. Нажмите **ОК**, чтобы распечатать отчет.

7 Непрерывный анализ

7.1 Обзор

В этом разделе описывается два типа автоматизированной обработки данных. Один используется в приложении «ГХМС анализ в реальном времени», для того чтобы записывать и анализировать данные нескольких образцов. Другой используется в приложении «ГХМС обработка данных», для того чтобы анализировать данные из нескольких файлов данных. Для обоих типов автоматической обработки сначала необходимо создать файл метода.

7.1.1 Автоматическое получение данных и анализ данных

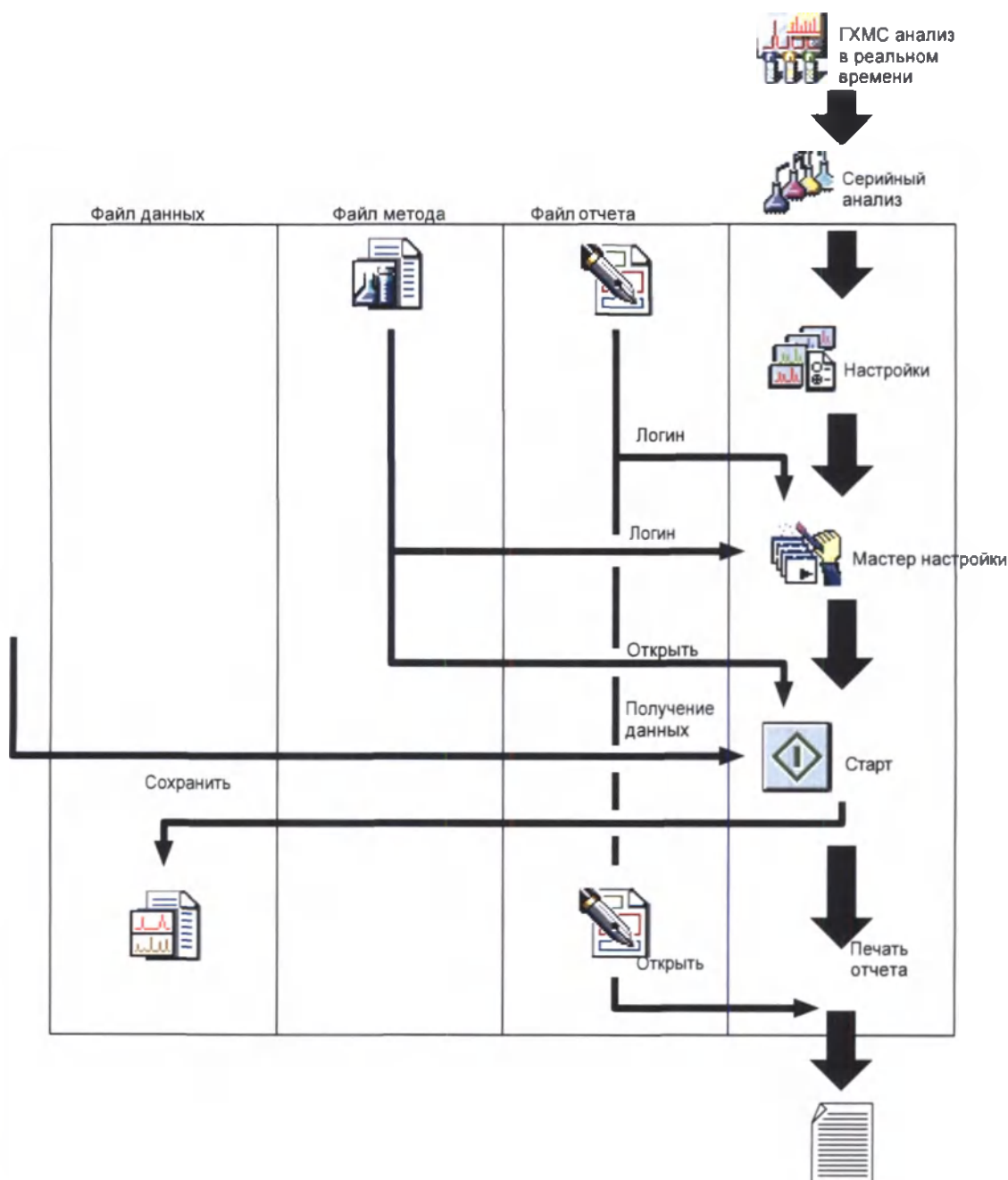


Рисунок 7.1 Автоматическое получение данных и анализ

7.1.2 Автоматическая обработка данных

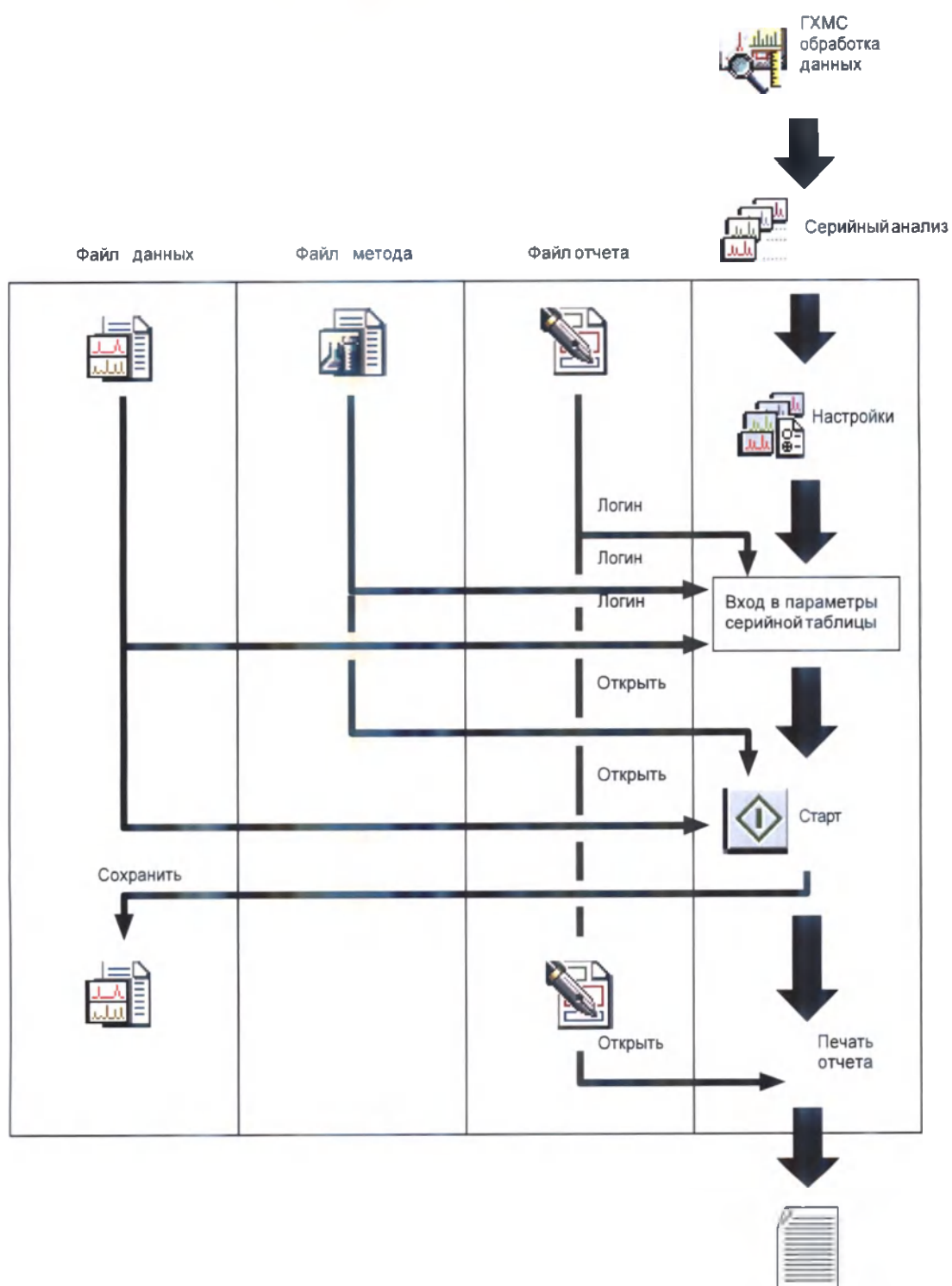


Рисунок 7.2 Автоматическая обработка данных

7.2

7 Непрерывный анализ

Автоматическое получение данных и анализ данных

В этом разделе описывается получение данных и анализ в приложении «ГХМС анализ в реальном времени» с использованием автодозатора. Для получения информации о параметрах качественного и количественного анализов, обратитесь к Главе 4 «Качественный анализ» на стр. 103 и Главе 5 «Количественный анализ» на стр. 127.

7.2.1 Создание таблицы серии

1. Запустите приложение «ГХМС анализ в реальном времени» и нажмите на иконку **Серийный анализ (Batch Processing)** на вспомогательной панели. Появится окно «Таблица серии» ("Batch Table").

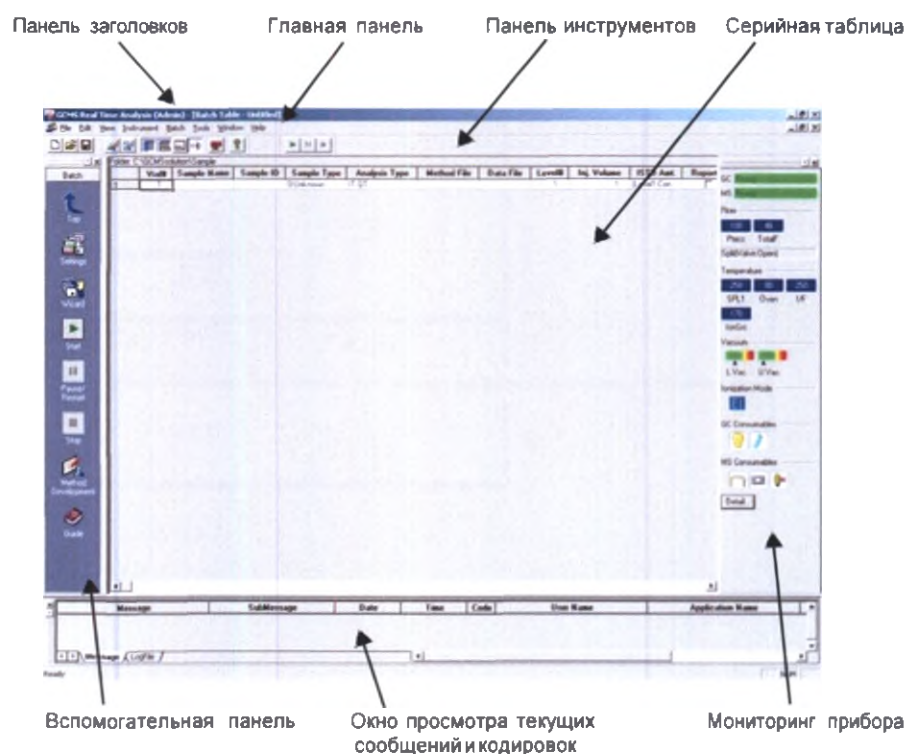


Рисунок 7.3 Окно «Таблица серии» ("Batch Table")

2. Нажмите на иконку **Настройки (Settings)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Настройки» ("Settings").



Рисунок 7.4 Диалоговое окно «Настройки» ("Settings")

Откройте закладку «Начальная строка»(StartRow)

Определите строку, с которой начинать серийный анализ.

Параметр	Описание
Начинать со следующей строки (Start on next row)	Серийный анализ будет начинаться со строки, следующей за строкой, на которой был остановлен анализ. Если для этой строки не был создан файл данных, то серийный анализ начнется с этой строки. Перед тем, как начнется анализ, появится сообщение, чтобы определить начинать ли со следующей строки или с первой.
Начинать с (Start from #)	Серийный анализ начнется с выбранной строки. Перед тем как начнется анализ, появится сообщение, чтобы определить, начинать ли с выбранной строки или с первой.

Откройте закладку «Тип» (Type)

Выберите линию для серийного сбора данных и для обработки данных.

Параметр	Описание
Линия 1	Выберите, какую линию использовать для серийной таблицы.
Линия 2	Линию 2 и Линии 1 & 2 можно выбрать, только если в конфигурации системы доступны несколько аналитических линий.
Линия 1 & Линия 2	Если выбраны Линии 1 & 2, в серийную таблицу добавляются (или удаляются) одновременно две строки. В этом случае анализ проходит одновременно в линиях 1 и 2 для каждого выбранного образца.

Откройте закладку «Папка» (Folder)

Эта закладка определяет директорию для поиска по умолчанию по типу файла. Например, если задано только имя файла данных, а не весь путь, то программа выберет полный путь, используя папку, указанную в закладке.

Параметр	Описание
Использовать текущую папку (Use Current Folder)	Программа использует папку, которая выбрана в проводнике данных. Это обычно папка, в которой сохранен файл серии.
Использовать выбранную папку (Use Specified Folder)	Открывает доступ в стандартную директорию для файлов данных, метода и отчета. Для того, чтобы выбрать директорию, нажмите кнопку Папка (Folder) справа от текстовых строк Файл данных , Файл метода и Файл отчета .
Использовать такую же папку (Use Same Folder)	Чтобы использовать одну папку для файлов данных, метода и отчета, выберите «Использовать такую же папку» (Use Same Folder). Папка, указанная в текстовой строке «Файл данных» (Data File) будет использоваться по умолчанию для всех файлов.

Откройте закладку «Имя файла данных» (Data Filename)

Параметр	Описание
Присваивать имя файлу автоматически с (Generates filename automatically with)	Если отмечен этот пункт, то файл называется автоматически с использованием информации, выбранной в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items). Выберите пункт(ы), которые будут использоваться в имени, в левой ячейке, и нажмите кнопку Добавить (Add) , чтобы перенести пункт из ячейки «Выбранные пункты» (Selected Items). Чтобы удалить пункт из имени, выберите его в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items) и нажмите кнопку Удалить (Del) . Определите порядок, в котором пункты будут появляться в названии, выбрав пункт в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items) и нажав кнопки Вверх (Up) и Вниз (Down) . Пункты, которые можно включить в имя: Имя файла серии (Batch Filename), Номер линии серийной таблицы (Batch Table Line #), Имя файла метода (Method Filename), Имя пользователя (Username), Имя образца (Sample Name), ID образца (Sample ID) и текущая дата (Current Date).
Формат автонумерации (Auto-increment format)	Выберите один из четырех форматов автонумерации. Например: 1, 2, ...; 01, 02, ...; 001, 002, ...; и 0001, 0002, ...

Откройте закладку «ASCII преобразование» (ASCII Convert)

Когда отмечено «Открыть ASCII файл(ы)» (Output ASCII File(s)), результаты серийного анализа экспортируются в ASCII файл.

Параметр	Описание
Открыть всю серию (Output per batch)	Обозначает экспорт выделенной информации в текстовый файл либо после завершения анализа всей серии (Output per batch), либо после завершения анализа определенной строки таблицы (Output per analysis) .
Открыть файл (Output File)	Позволяет вводить полный путь имени в строку ввода «Открыть файл» (Output File) или выбирать имя файла с помощью обзора нужной директории и ввода имени, нажав на кнопку Папка (Folder) справа от строки ввода.
Переписать (Over write)	Обозначает, что существующий файл либо перезаписывается, либо происходит автоматическое удлинение имени файла, если файл с таким именем уже существует.

Параметр	Описание
Открыть пункты (Output Items)	Выберите пункты, которые надо включить в текстовый файл, из следующих: свойства файла данных (Data File Properties), результаты состава (Compound Quantitative Result), результаты поиска компонентов (Compound Search Result), таблица качественных пиков (Qualitative Peak Table), таблица свойств колонки (Column Performance Table), таблица обработки спектра (Spectrum Process Table), результат поиска спектра (Spectrum Search Result), хроматограмма (TIC) (Chromatogram (TIC)), хроматограмма (MIC) (Chromatogram (MIC)) или спектр (Spectrum). Отметьте пункты для экспорта в текстовый файл.
Разделитель (Delimiter)	Используется для определения того, как разделять информацию в текстовом файле. Доступные варианты: закладка (Tab), запятая (Comma) или другое (Other). Если выбрано другое, то введите <u>разделитель в строку ввода справа</u> .

Откройте закладку Конвертирование файла

Выберите эту закладку, когда конвертируете данные файла в AIA формат.

Параметр	Описание
Выходной MS AIA файл (Output MS AIA file)	Задайте так или иначе выходной AIA формат MS файлов, когда выполняете непрерывную серию анализов.
Перезаписывание с автоматическим увеличением номера (Over write Auto-increment)	Указывает на то, что необходимо перезаписать файл или присвоить ему другой порядковый номер, если файл с таким же названием уже существует.

Откройте закладку QA/QC

Выберите «Выполнить QA/QC» (Execute Q A/QC), чтобы провести Валидацию (QA/QC).

Параметр	Описание
Открыть файл (стиль текста) (Output File (Text Style))	Позволяет вводить полный путь имени в строку ввода «Открыть файл» (Output File) или выбрать имя файла с помощью обзора нужной директории и ввода имени, нажав на кнопку Папка (Folder) справа от строки ввода.
Соединить файл (Merge File), Перезаписать (Over write), Авто нумерация (Auto-increment)	Обозначает, что файл будет добавлен (Merge File), либо перезапишется (Overwrite File), либо будет создан новый файл, автоматическим добавлением числа к имени файла, если файл <u>с таким именем уже существует</u> .
Открыть как HTML файл (Output Style File (<File name>.htm))	Если выбран этот пункт, то результаты QA/QC экспортируются в HTML файл. HTML файлу будет присвоено такое же имя, как указано в строке ввода «Открыть файл» (Output File), с <u>расширением ".htm"</u> .
Открыть как CSV файл (Output CSV Style File (<File name>.csv))	Выбирает, открывать ли файл типа CSV. CSV файлу будет присвоено такое же имя, как указано в строке ввода «Открыть файл» (Output File), но с расширением ".csv".

Откройте закладку «Дополнительные пункты» (Option Tab)

Таблица серии может включать максимум семь дополнительных столбцов, как установлено в пункте «Вид таблицы» (Table Style). Если эти столбцы включены, то используйте закладку «Дополнительные пункты» (Option Items), чтобы озаглавить столбец. Можно ввести максимум 31 характеристику. Заголовок может относиться к свойствам файла данных или к информации об образце в отчете.

3. Нажмите на иконку **Мастер настройки (Wizard)** на вспомогательной панели, появится «Мастер настройки серии» (Batch Table Wizard).

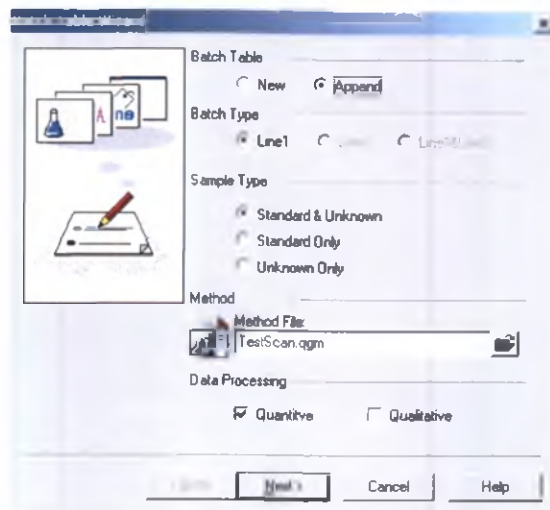


Рисунок 7.5 Мастер настройки серии – Начальный экран

Мастер настройки серии – Начальный экран

Параметр	Описание
Таблица серии (Batch Table)	Чтобы создать новую таблицу, выберите Создать (New) . Если выбрать Добавить (Append) , то в таблице появятся новые строки.
Тип серии (Batch Type)	Выберите, какая аналитическая линия будет использоваться в таблице серии. В зависимости от конфигурации системы некоторые виды могут быть не доступны. Выберите из Линии 1 & 2, или только Линия 1 или Линия 2.
Тип пробы (Sample Type)	Выберите тип проб, которые будут включены в серию. - Выберите «Стандартные и неизвестные» (Standard & Unknown), если стандартные и неизвестные образцы будут вместе включены в одну серию. После нажатия на кнопку Далее (Next) введите информацию о стандартных образцах, затем - о неизвестных. Строки со стандартными образцами будут расположены перед неизвестными в таблице серии. Если для анализа данных выбран количественный метод, то на основе результатов анализа стандартных образцов будет создан градуировочный график. Он сохранится в файле метода. Обновленный метод будет использоваться в последующем анализе, и результаты анализа неизвестной пробы будут рассчитываться по новому градуировочному графику. - Выберите «Только неизвестные» (Unknown Only) для создания серийной таблицы, состоящей только из неизвестных проб. После нажатия на кнопку Далее (Next) появится экран с параметрами неизвестных проб. В таблице серии будут содержаться только строки с неизвестными образцами.
Метод (Method)	Позволяет ввести полный путь файла в текстовой ячейке файла результата или выбрать имя файла с помощью просмотра нужной директории и ввода имени, нажав кнопку Папка (Folder) справа от текстовой строки. Если файл метода уже открыт в окне «Получение данных» ("Data Acquisition"), имя этого файла метода отображается по умолчанию. Файл метода, выбранный здесь, будет занесен в таблицу, но можно указать и другой файл метода в таблице.

7 Непрерывный анализ

7.2 Автоматическое получение данных и анализ данных

Параметр	Описание
Обработка данных (Data Processing)	Укажите, какой анализ необходимо проводить: качественный и/или количественный. Если отмечено «Количественный» (Quantitative), то анализ будет включать интегрирование пиков для количественного анализа и количественные расчеты. Если отмечено «Качественный» (Qualitative), то анализ будет включать интегрирование пиков для качественного анализа, создание таблицы обработки спектра и поиск по библиотеке.

После того, как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Если в качестве типа пробы выбрано «Стандартные и неизвестные» (Standard & Unknown) или «Только стандартные» (Standard Only), то появится экран Мастера настройки таблицы серии для стандартного образца (шаг 1). Если выбрано «Только неизвестные» (Unknown Only), то появится окно Мастера настройки таблицы серии для неизвестных проб (шаг 1).

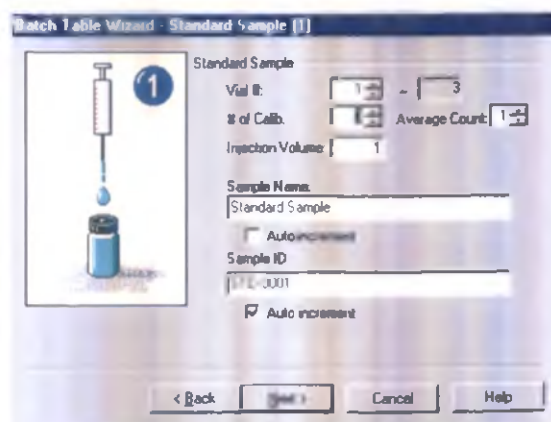


Рисунок 7.6 Окно Мастера настройки таблицы серии - анализ стандартного образца (шаг 1).

Мастер настройки таблицы серии – стандартный образец (шаг 1)

Это окно появляется, только если в начальном шаге мастера настройки таблицы серии в качестве типа образца выбраны варианты «Стандартные и неизвестные» или «Только стандартные».

Параметр	Описание
Номер виалы (Vial #)	Если используется автодозатор, введите номер позиции виалы с первым стандартным раствором в штативе. В правой текстовой строке указывается конечное положение виалы, вычисленное из указанного количества точек в градуировочном графике. Убедитесь, что виала со стандартным раствором правильно установлена в поддоне автодозатора. Этот параметр необходим, только если используется автодозатор.
Количество градуировочных уровней (# of Calib)	Количество точек в градуировочном графике задается в файле метода и отображается по умолчанию. Этот параметр можно изменить в мастере настройки. Изменение количества точек в градуировочном графике меняет конечное положение виалы, указанное в строке «Номер виалы» (Vial #).
Индекс усреднения (Average Count)	Указывает количество вколов из виалы со стандартным раствором. Общее число анализов стандартного образца рассчитывается умножением количества точек в градуировочном графике на Индекс усреднения (Average Count).
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Используется для установления объема вводимой пробы. После закрытия мастера настройки можно изменять объем вводимой пробы для каждой строки таблицы серии.
Имя образца (Sample Name)	Устанавливает имя образца для стандартов. Этот параметр используется в комбинации с «ID образца» (Sample ID), чтобы отличать особые файлы образцов и стандартных образцов от других файлов. <u>Этот параметр не является обязательным.</u>
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к имени образца добавляется номер, что создает уникальные имена образцов для последовательных строк.
ID образца (Sample ID)	Устанавливает ID образца. Этот параметр используется для того, чтобы различать образцы и это полезно, если для анализа одного образца используются разные методы или если один метод используется для анализа разных образцов. Этот параметр не обязательный.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к ID образца автоматически добавляется номер, что создает уникальные ID образцов для последовательных строк.

После того, как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки таблицы серии - переход к анализу стандартного образца (шаг 2).

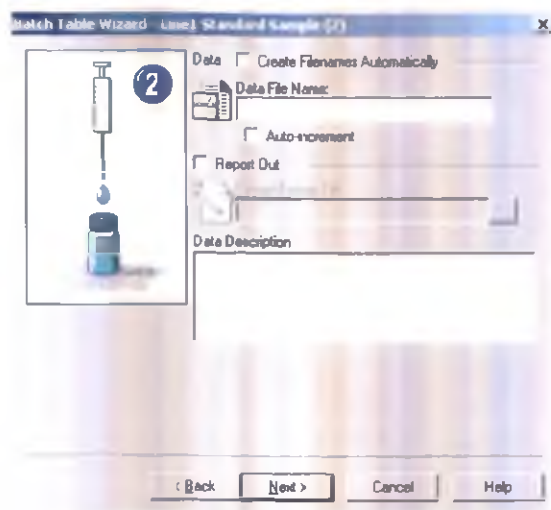


Рисунок 7.7 Мастер настройки таблицы серии - стандартный образец (шаг 2).

Мастер настройки таблицы серии – стандартный образец (шаг 2)

Это окно появляется, только если в начальном шаге мастера настройки серийной таблицы в качестве типа образца выбраны «Стандартные и неизвестные» или «Только стандартные».

Параметр	Описание
Создавать имена файлов автоматически (Create Filenames Automatically)	Определяет автоматическое создание имен файлов. Этот параметр можно изменить только в том случае, если создается новая таблица серии. Если данные добавляются к существующей таблице серии, то отображаются текущие настройки. Если выбран этот параметр, то задавать имя файла данных невозможно.
Имя файла данных (Data File Name)	Определяет имя файла данных. Выберите автонумерацию (Auto-increment), чтобы имя файла данных автоматически удлинялось. Каждое имя файла данных должно быть уникальным.
Выводить отчет (Report Out)	Определяет вывод отчета. Если выбран этот пункт, то укажите файл отчета.
Файл отчета (Report Format File)	В случае печати отчета, этот пункт определяет файл отчета. Иконка файла может быть использована для поиска файла отчета.
Описание данных (Data Description)	Позволяет вводить описание в файл данных, если требуется.

После того, как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки таблицы серии - переход к анализу неизвестного образца (шаг 1).

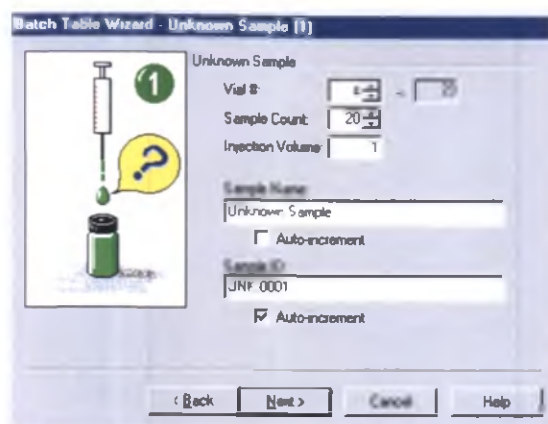


Рисунок 7.8 Мастер настройки таблицы серии - неизвестный образец (шаг 1).

Мастер настройки таблицы серии - неизвестный образец (шаг 1)

Это первый шаг мастера настройки для неизвестных образцов в таблице серии.

Параметр	Описание
Номер виалы (Vial #)	Если используется автодозатор, введите номер позиции виалы с первым образцом в штативе. В правой текстовой строке указывается конечное положение виалы, вычисленное из указанного Sample Count. Убедитесь, что виала с образцом правильно установлена в поддоне автодозатора. Этот параметр необходим, только если используется автодозатор.
Счетчик образцов (Sample Count)	Используется для введения количества неизвестных образцов, для которых будут записываться данные. Если неизвестные образцы отсутствуют, введите 0, и вместо кнопки Далее (Next) появится кнопка Готово (Finish) и остальные параметры не надо будет вводить.
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Используется для установления объема вводимой пробы. После закрытия мастера настройки, возможно изменять объем вводимой пробы для каждой строки таблицы серии.
Имя образца (Sample Name)	Устанавливает имя образца. Этот параметр используется в комбинации с «ID образца» (Sample ID), чтобы отличать файлы анализируемых и стандартных образцов. Этот параметр не является обязательным.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к имени образца добавляется номер, что создает уникальные имена образцов для последовательных строк.
ID образца (Sample ID)	Устанавливает ID образца. Этот параметр используется для того, чтобы различать образцы и этот параметр необходим, если для анализа одного образца используются разные методы, или если один метод используется для анализа разных образцов. Этот параметр не является обязательным.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к ID образца автоматически добавляется номер, что создает уникальные ID образцов для последовательных строк.

После того, как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки таблицы серии - переход к анализу неизвестного образца (шаг 2).

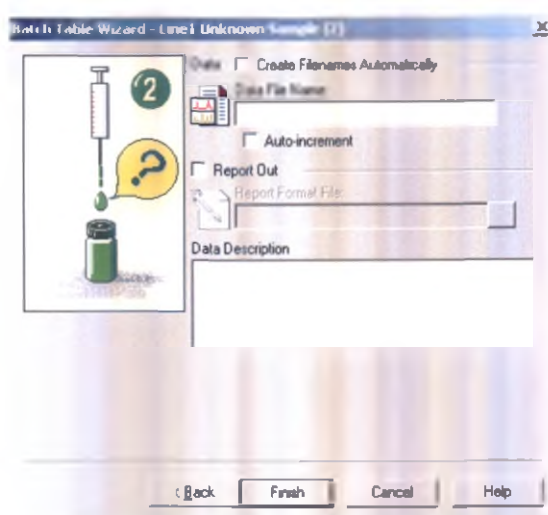


Рисунок 7.9 Мастер настройки таблицы серии - неизвестный образец (шаг 2).

Мастер настройки таблицы серии - неизвестный образец (шаг 2)

Это окно появляется, если на этапе 1 в мастере настройки таблицы серии при анализе неизвестного образца в качестве типа образца выбран «Только неизвестные».

Параметр	Описание
Создавать имена файлов автоматически (Create Filenames Automatically)	Определяет автоматическое создание имен файлов. Этот параметр можно изменить только в том случае, если создается новая таблица серии. Если данные добавляются к существующей таблице, то отображаются текущие значения. Если выбран этот параметр, то задавать имя файла данных невозможно.
Имя файла данных (Data File Name)	Определяет имя файла данных. Выберите автонумерацию (Auto-increment), чтобы имя файла данных автоматически удлинялось. Каждое имя файла данных должно быть уникальным.
Выводить отчет (Report Out)	Определяет вывод отчета. Если выбран этот пункт, то укажите файл отчета.
Файл отчета (Report Format File)	В случае печати отчета, этот пункт определяет файл отчета. Иконка файла может быть использована для поиска файла отчета.
Описание данных (Data Description)	Позволяет вводить описание в файл данных, если требуется.

После введения параметров, нажмите кнопку **Готово (Finish)**. Закроется мастер настройки таблицы серии и таблица серии будет создана.

Если параметры отдельных строк отличаются от параметров введенных в мастере настройки, сделайте изменения прямо в таблице серии.

GCMS Solution Sample									
	Index	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level	Inj. Volume
1	1	Standard Sample	STD-0001	1 Standard (I)	IT QT	Test.qgm	unk-0001	1	1
2	2	Standard Sample	STD-0002	1 Standard	IT QT	Test.qgm	unk-0002	2	1
3	3	Standard Sample	STD-0003	1 Standard	IT QT	Test.qgm	unk-0003	3	1
4	4	Unknown Sample	UNK-0001	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo001	1	1
5	5	Unknown Sample	UNK-0002	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo002	1	1
6	6	Unknown Sample	UNK-0003	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo003	1	1
7	7	Unknown Sample	UNK-0004	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo004	1	1
8	8	Unknown Sample	UNK-0005	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo005	1	1
9	9	Unknown Sample	UNK-0006	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo006	1	1
10	10	Unknown Sample	UNK-0007	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo007	1	1
11	11	Unknown Sample	UNK-0008	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo008	1	1
12	12	Unknown Sample	UNK-0009	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo009	1	1
13	13	Unknown Sample	UNK-0010	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo010	1	1
14	14	Unknown Sample	UNK-0011	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo011	1	1
15	15	Unknown Sample	UNK-0012	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo012	1	1
16	16	Unknown Sample	UNK-0013	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo013	1	1
17	17	Unknown Sample	UNK-0014	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo014	1	1
18	18	Unknown Sample	UNK-0015	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo015	1	1
19	19	Unknown Sample	UNK-0016	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo016	1	1
20	20	Unknown Sample	UNK-0017	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo017	1	1
21	21	Unknown Sample	UNK-0018	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo018	1	1
22	22	Unknown Sample	UNK-0019	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo019	1	1
23	23	Unknown Sample	UNK-0020	0 Unknown	IT QT	Test.qgm	Demo020	1	1

Рисунок 7.10 Таблица серии

4. В окне «Таблица серии» ("Batch Table") можно создавать таблицы серий и редактировать уже существующие без использования мастера таблиц серий.

Если таблица серий создается вне мастера настройки, то новая таблица содержит только одну строку. Когда редактируется последняя строка в таблице, автоматически добавляется новая пустая строка. Таблица серии может содержать до 100 0 строк.

«Всплывающие» меню

Правым щелчком мыши по интересующей ячейке можно открыть «всплывающее» меню. Выберите нужную команду в меню. Доступны такие команды, как: копирование, вставка, правка вида таблицы.

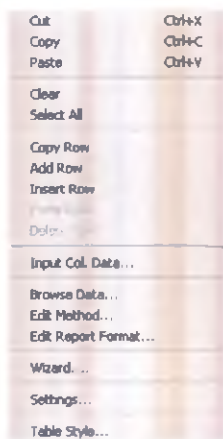


Рис. 7.11 «Всплывающее меню»

Последовательный ввод

Если такая информация, как номер виалы, имя образца, ID образца и имя файла данных, является последовательной для ряда строк, то такая информация в эти строки может вводиться при помощи автозаполнения. Выделите нужную колонку и выберите **Правка>Вставить данные колонки (Edit > Input Col. Data)**. Например, чтобы автоматически заполнить колонку «ID образца» (Sample ID), появляется следующее диалоговое окно.

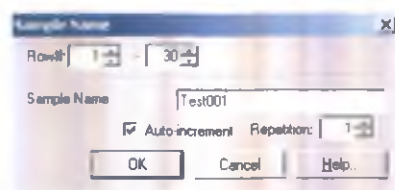


Рисунок 7.12 Автоматическое заполнение колонки «ID образца»

В изображенном диалоговом окне «Имя образца» ("Sample Name") при нажатии кнопки **OK** будут введены ID образцов от test 001 до test 030 в строках 1 - 30.

Замена столбцов в таблице серии

Для того, чтобы скрыть или показать столбцы таблицы или поменять порядок их расположения, откройте диалоговое окно «Вид таблицы» ("Table Style"). Для этого выберите **Правка > Вид таблицы (Edit > Table Style)** или пункт **Вид таблицы (Table Style)** во «всплывающем меню».

Для получения более подробной информации о таблицах серии, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

7.2.2 Проведение непрерывного анализа

В этом разделе описывается, как запустить и как остановить анализ серии. Также описываются и другие команды, включенные во вспомогательную панель в режиме анализа серии.

1. Старт

- Если строка в таблице серии не выбрана

Для того, чтобы начать серийный анализ, нажмите на иконку **Старт (Start)** на вспомогательной панели, затем на кнопку **Старт (Start)** на панели инструментов или выберите **Серия > Старт (Batch > Start)**. Серийный анализ начнется с первой строки или со строки, указанной в закладке «Строка старта» (Start Row) в окне «Настройки» (Settings).



- Если строка в таблице серии выбрана

Нажмите на иконку **Старт (Start)**, чтобы открыть диалоговое окно «Выбор диапазона серийного анализа» ('Select Batch Execution Range').



Проверьте значение в окне «Выбор строк» и нажмите на кнопку **Старт**. Анализ серии, начиная с выбранной строки, частично выполнен.



Примечание

Частичное выполнение недоступно, когда присоединен TurboMatrixHS.

2. Пауза

Для того, чтобы приостановить анализ серии, нажмите на иконку **Пауза/начать снова (Pause/Restart)** на вспомогательной панели, на кнопку **Пауза/начать снова (Pause/ Restart)** на панели инструментов или выберите **Серия > Пауза/начать снова (Batch > Pause/Restart)**. Непрерывное получение данных и анализ временно приостановятся. Во время паузы можно править строки, которые не были вовлечены в процесс. Нельзя править строку, по которой идет анализ.



Чтобы возобновить анализ, опять нажмите на иконку **Пауза/начать снова (Pause/Restart)** на вспомогательной панели, на кнопку **Пауза/начать снова (Pause/ Restart)** на панели инструментов или выберите **Серия > Пауза/начать снова (Batch > Pause/Restart)**. Серийный анализ продолжится с той строки, на которой он был приостановлен.

3.

Стоп

Для того, чтобы остановить серийный анализ, нажмите на иконку **Стоп (Stop)** на вспомогательной панели, на кнопку **Стоп (Stop)** на панели инструментов или выберите **Серия > Стоп (Batch > Stop)**. Анализ остановится, даже если он был в режиме паузы.



4.

Правка метода

Нажмите на иконку **Создание метода (Method Development)** для того, чтобы редактировать файл метода, используемый в таблице серии. Откроется окно «Получение данных» ("Data Acquisition") и отобразится файл метода, включая параметры прибора, выбранный в серийной таблице. Нельзя редактировать метод в процессе проведения анализа.



7.3

7 Непрерывный анализ

Автоматическая обработка данных

В этом разделе описывается автоматический анализ данных в приложении «ГХМС обработка данных» ("GCMS Postrun Analysis"). Для получения информации о параметрах качественного и количественного анализа обратитесь к Главе 4 «Качественный анализ» на стр. 103 и Главе 5 «Количественный анализ» на стр. 127.

7.3.1 Создание таблицы серии

1. Откройте приложение «ГХМС обработка данных» ("GCMS Postrun Analysis") и нажмите на иконку **Серийный анализ (Batch Processing)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Таблица серии» ("Batch Table").

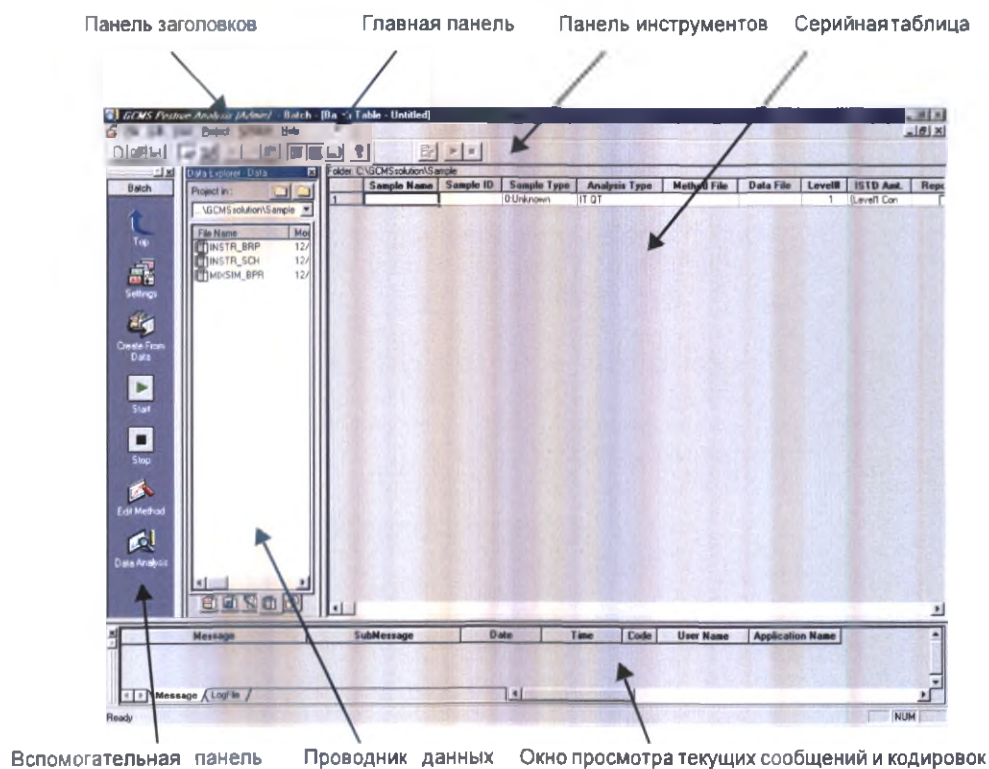


Рисунок 7.13 Окно «Таблица серии» ("Batch Table")

2. Нажмите на иконку **Настройки (Settings)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Настройки» ("Settings").



Рисунок 7.14 Диалоговое окно «Настройки» ("Settings")

Для получения более подробной информации о диалоговом окне «Настройки» ("Settings") обращайтесь ко второй теме [Раздела 7.2.1 «Создание серийной таблицы»](#).

3. Таблица серии может быть создана автоматически на основе файла данных. Нажмите на иконку **Выбрать файлы данных (Select Data Files)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Выбрать файлы данных» ("Select Data File").

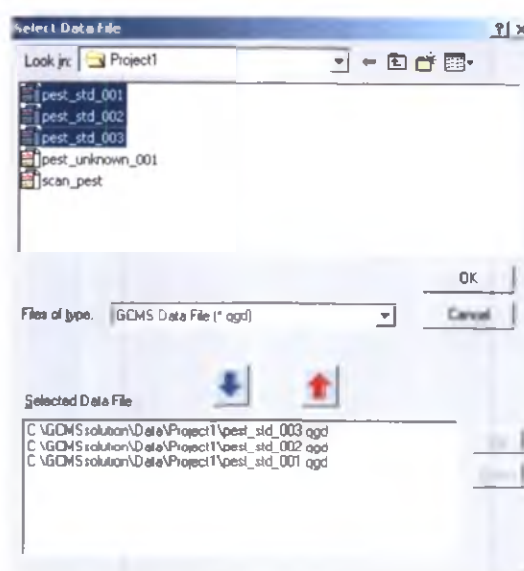


Рисунок 7.15 Диалоговое окно «Выбрать файлы данных» ("Select Data File")

Выберите файлы для использования для анализа данных. Выберите несколько файлов выделением или нажимайте кнопкой мышки на файлы, удерживая нажатой кнопку shift. Выберите файлы и нажмите стрелку **Вниз (Down)**, чтобы файлы отображались в нижнем текстовом окне.

Изменять последовательность файлов можно, выбрав файл, который необходимо переместить, в нижнем текстовом окне, и использовать кнопки **Вверх (Up)** или **Вниз (Down)**. Будет создана таблица серии, в которой строки располагаются в том же порядке, что и выбранные файлы. После нажатия кнопки **ОК**, будет создана таблица серии с использованием информации из выбранных файлов данных.

В приложении «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis) можно открывать и изменять файлы серий, созданные в приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis), однако, параметры получения данных не отображаются и можно проводить только обработку данных.

7.3.2 Проведение непрерывной обработки данных

1. Старт

Для того, чтобы начать анализ серии, нажмите на иконку **Старт (Start)** на вспомогательной панели, на кнопку **Старт (Start)** на панели инструментов или выберите **Серия > Старт (Batch > Start)**. Анализ серии начнется с первой строки или со строки, указанной в закладке «Строка старта» (Start Row) в окне «Настройки» (Settings).



2. Стоп

Для того, чтобы остановить анализ серии, нажмите на иконку **Стоп (Stop)** на вспомогательной панели, на кнопку **Стоп (Stop)** на панели инструментов или выберите **Серия > Стоп (Batch > Stop)**. Анализ остановится.



3. Частичное выполнение анализа серии

Выберите номера строк, для которых будет выполнен анализ. Для того, чтобы начать анализ серии, нажмите на иконку **Старт (Start)**, чтобы открыть диалоговое окно «Start Postrun».



Рис. 7.16 Диалоговое окно «Start Postrun»

Проверьте значение в окне «Выбрать строки» и нажмите на кнопку **Старт**. Анализ серии, включающей выбранные строки, будет частично выполнен.

7.4

7 Непрерывный анализ

Ошибки во время анализа серии

Этот раздел описывает основные ошибки, которые могут возникнуть во время анализа серии, а также последствия ошибки: может ли анализ быть продолжен, либо должен быть отменен.

Номер ошибки	Сообщение об ошибке	Действие при ошибке
0x0D47	Заданная виала отсутствует.	Серийный анализ продолжается.
0x0D55	Заданная виала отсутствует.	Такое же, как приведенное выше
0x0D95	Использование превысило 25000 часов. Убедитесь, что выполнено техническое обслуживание турбомолекулярного насоса.	Такое же, как приведенное выше
0x0D9F	Филамент в ионном манометре перегорел.	Такое же, как приведенное выше
0x0DA2	Уровень вакуума снизился. Филамент отключен.	Такое же, как приведенное выше
0x0DA3	Филамент снова отключен.	Такое же, как приведенное выше
0x0DAD	Филамент 1 перегорел.	Такое же, как приведенное выше
0x0DAE	Филамент 2 перегорел.	Такое же, как приведенное выше
0x0DB6		Такое же, как приведенное выше
0x0DA7	Уровень вакуума снизился.	Такое же, как приведенное выше
0x0D98	Филамент 1 перегорел. Филамент отключен.	Серийный анализ отменен, если возникающая ошибка пересекает две строки.
0x0D99	Филамент 2 перегорел. Филамент отключен.	Такое же, как приведенное выше
0x0DA0	Сигнал превышает возможности детектора.	Такое же, как приведенное выше (*1)
0x0D9C	Неподходящий ограничивающий/общий ток.	Такое же, как приведенное выше
0x0D9D	Ошибка питания R.F.	Такое же, как приведенное выше
0x0D9E	Ошибка высоковольтного питания детектора.	Такое же, как приведенное выше
0x0DB1	Текущее значение тока не подходит.	Такое же, как приведенное выше
0x0DB0	Неподходящее ограничение тока	Такое же, как приведенное выше
0x0DB2	Ошибка питания конверсионного диода.	Такое же, как приведенное выше
—	(Ошибка, связанная с AOC-20i/s)(*2)	Серийный анализ отменен.
0x0D80	(Ошибка, связанная с подсоединением к прибору)(*3)	Такое же, как приведенное выше
0		
0x0D92	Вакуумная система не готова.	Такое же, как приведенное выше
0x0F00	Нет связи с прибором.	Такое же, как приведенное выше
0x0F01	Процесс приостановлен из-за того, что прибор занят.	Такое же, как приведенное выше
0x0F02	Получена ошибка статуса.	Такое же, как приведенное выше
0x0F03	Непредвиденная ошибка статуса.	Такое же, как приведенное выше
0x0F04	Инициализация прибора не выполнена.	Такое же, как приведенное выше
0x0F06	Периферийное оборудование не присоединено.	Такое же, как приведенное выше

(*1) Когда стоит отметка [Не останавливать серийный анализ, даже если появилось сообщение о том, что сигнал превышает возможности детектора] в диалоговом окне «Настройка опций» ("Setting Options"), эта ошибка не учитывается.

(*2) Подробнее смотрите раздел Возможные неисправности в инструкции пользователя GC-2010 Plus (PDF файл).

(*3) Подробнее смотрите Сообщения об ошибках в меню «Помощь программного обеспечения».



7 Непрерывный анализ
7.4 Ошибки во время серийного анализа



Примечание

Есть и другие ошибки, которые приводят к прерыванию или продолжению серийного анализа. Для получения подробной информации смотрите раздел «Помощь» в GCMSolution.

8.1

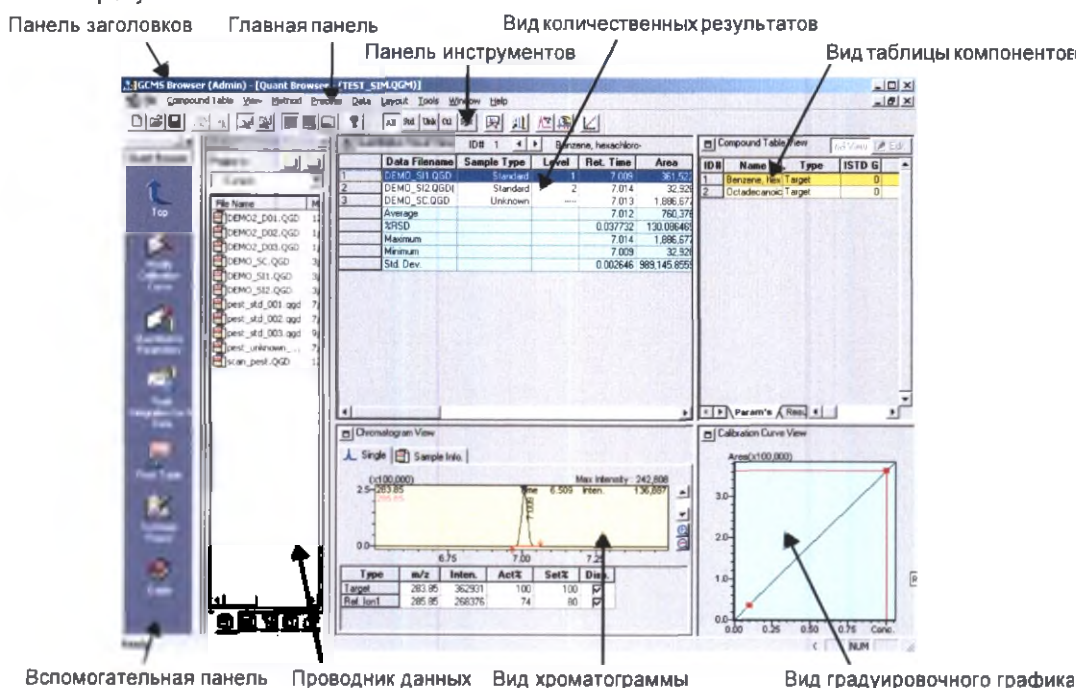
8 Обзор количественных результатов

Обзор

В обзоре количественных результатов перечисляются количественные результаты множества данных (концентрация, площадь, высота и т.д.) по каждому компоненту, указанному в таблице компонентов в файле метода. Список количественных результатов отображается после статистической обработки (Среднее, %СКО, Max, Min, Стандартное отклонение). Вы можете распечатать эти результаты как суммарный отчет.

8.1.1 Окно обзора количественных результатов

Откройте GCMS Browser и кликните на иконку количественного браузера Вспомогательной панели. Откроется окно Обзора количественных результатов.



Панель заголовков	Отображает имя приложения, имя пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Список иконок команд, соответствующих общей последовательности операций.
Проводник данных	Можно легко открыть файл данных или файл метода, щелкнув два раза по иконке файла.
Вид количественных результатов	В этом поле загружается множество файлов данных и отображаются количественные результаты (конц. площадь, высота, ...), а также статистические данные (среднее, %СКО, Max, Min и стандартное отклонение) в формате таблицы.
Вид таблицы компонентов	В этом поле отображаются таблица компонентов и таблица групп загруженного в данный момент файла данных, а также результаты определения и результаты групп для выбранного в поле «Количественные результаты» файла данных.
Вид хроматограммы	В выбранном поле «Количественные результаты» файла данных, отображается ID хроматограмма, выбранная в таблице компонентов.
Вид градуировочного графика	В загруженном в данный момент файле данных отображается градуировочный график для компонента, который выбран в таблице компонентов.

8 Обзор количественных результатов

8.2 Основные операции в окне «Обзор количественных результатов»

Отображение списка количественных результатов для множества данных.	Отображает интегрирование пиков и количественные результаты, а также статистические данные в табличном формате. (Ссылка: 8.2.1 "Отображение списка количественных результатов для множества данных").
Одновременное выполнение интегрирования пиков/количественного анализа для множества данных.	Одновременно выполняет интегрирование пиков/количественный анализ для всех компонентов из нескольких файлов данных. А также, изменяет параметры интегрирования пиков или идентификации или преобразовывает градуировочный график. (Ссылка: 8.2.2 "Одновременное выполнение интегрирования пиков/количественного анализа множества данных")
Вывод списка количественных результатов в виде суммарного отчета.	Сводит количественные результаты и статистические данные в суммарный отчет. (Ссылка: 8.2.3 "Вывод списка количественных результатов в виде суммарного отчета").

8.2.1 Отображение списка количественных результатов для множества данных

Обзор количественных результатов отображает количественные результаты множества данных, которые рассчитаны на основе одной таблицы компонентов. Таблица компонентов загружается из указанного Вами файла метода или из файла метода, используемого для количественных расчетов для файла данных, который Вы загружаете в Обзор количественных результатов.

1. Загрузить файл метода

- (1) Нажмите на закладку «Метод» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов метода.
- (2) Чтобы загрузить файл метода, дважды нажмите на иконку файла метода. Все файлы данных, составляющие градуировочный график (тип образца отмечен как «Стандартный»), включенный в файл данных, загружаются автоматически.



2. Загрузить файл данных

- (1) Нажмите на закладку «Данные» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов данных.
- (2) Щелкните два раза по нужному файлу данных.



3. Загрузить файл серии

- (1) Нажмите на закладку «Серия» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов серии.
- (2) Перетащите нужный файл серии в «Обзор количественных результатов». В поле «Обзор количественных результатов» происходит поиск строки в таблице серии, в которой тип образца отмечен как «Стандартный», и загружается файл метода из первой подходящей строки и все файлы данных, для которых используется этот файл метода. Если в таблице серии не найдено ни одной такой строки, то в поле «Обзор количественных результатов» происходит поиск «Неизвестной» строки, и загружается файл метода из первой подходящей строки и все файлы данных, для которых используется этот файл метода.



4. Переключение между типами данных
- В поле «Количественные результаты» Вы можете отсортировать и отобразить загруженные данные по типам образца, например, [Стандартный] [Standard], [Неизвестный] [Unknown], [Контрольный] [Control] и [С меткой] [Spiked]. Вы также можете отобразить [Все] [All] данные независимо от типа образцов. Переключаться можно с помощью команды [Тип данных] [Data Type] в меню [Вид] [View] или нажимая кнопки на панели инструментов.

All Std Unk Ctrl Spk



Примечание

[Стандартный] ([Standard]) в этом случае означает данные, которые включены в градуировочный график файла метода. Даже если тип образца стандартный, файл данных помечается как [Неизвестный] ([Unknown]), если он не включен в градуировочный график открытого файла метода.

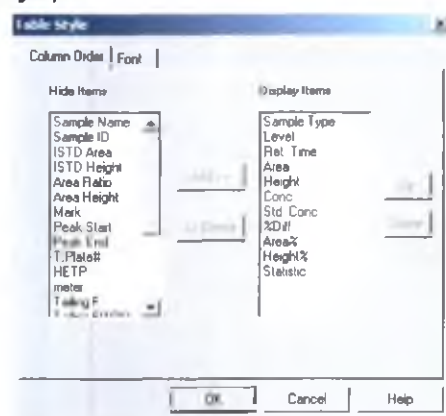
5. Переключение между компонентами в списке количественных результатов
- В поле «Количественные результаты» количественные результаты отображаются для каждого компонента, включенного в таблицу компонентов. Для того, чтобы переключаться между компонентами, выберите нужный компонент с помощью кнопок прокрутки ID в верхней части поля «Обзор количественных результатов» либо выберите строку с нужным компонентом в таблице компонентов.



Примечание

- В поле «Количественные результаты» для стандартного образца можно отобразить разницу между вычисленной концентрацией и установленной для одного уровня таблицы компонентов.
- Градуировочный график для целевого компонента отображается в поле «Градуировочный график».

6. Сортировать все строки в поле «Количественные результаты»
- Чтобы сортировать все строки в поле «Количественные результаты» по имени файла, выберите Вид > Количественные результаты > Сортировать по имени файла (View > Quantitative Result > Sort by Filename).
7. Показывать/скрывать пункты в поле «Количественные результаты» или изменить порядок.
- Чтобы установить параметры в окне «Вид таблицы» ("Table Style"), выберите Вид > Количественные результаты > Вид таблицы (View > Quantitative Result > Table Style).



8. Подтверждение статистических данных
Статистические данные (среднее, %СКО, max, min и стандартное отклонение) вычисляются и отображаются, исходя из данных, отображенных в этом поле. Можно выполнять расчеты для любых ячеек кроме: имя файла данных, имя образца, ID образца, тип образца, установленная концентрация, кол-во уровней, отметка и статистические данные.

8.2.2 Одновременное интегрирование пиков/ количественный анализ для множества данных

1. Если нажать на иконку **Интегрировать пики для всех данных (Peak Integration for All Data)** на вспомогательной панели, будет произведено интегрирование пиков и количественный анализ для всех компонентов из всех файлов данных.
2. Чтобы проанализировать только файл данных, выбранный в поле «Количественные результаты», выберите **Процесс > Интегрирование пиков > Интегрировать пики для всех ID (Process > Peak Integration > Peak Integrate for all IDs)**.
3. Чтобы проанализировать в выбранном файле данных только отображенные ID в поле «Количественные результаты», выберите **Процесс > Интегрирование пиков > Интегрировать пики для ID (Process > Peak Integration > Peak Integrate by ID)**.



8.2.3 Вывод списка количественных результатов в виде суммарного отчета

1. Нажмите на иконку **Суммарный отчет (Summary Report)** на вспомогательной панели, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже будет загружен.)
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пункту «Суммарный (компонент)» (Summary (compound)) и редактируйте окно «Свойства суммарного отчета (компонент)» (Summary (Compound) Properties). Если выбрать **Файл > Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохраняются под именем «МС отчет, отчет количественного обзора.qgr» ("MS Report Quantitative Browser Report.qgr") и будут использоваться для следующего суммарного отчета.
3. Если формат менять не нужно, то нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.

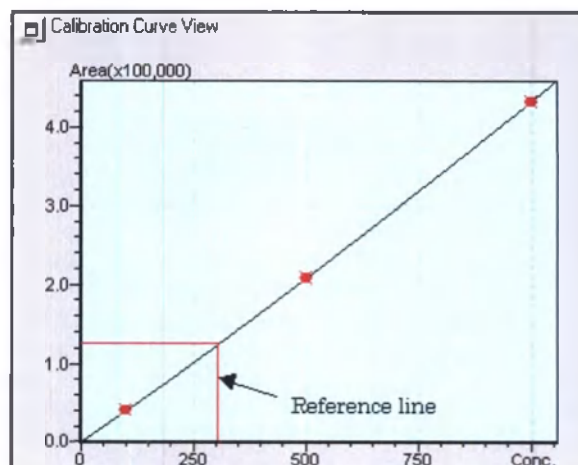


8.3

8 Обзор количественных результатов

Работа с градуировочным графиком

В поле «Градуировочный график» отображается градуировочный график выбранного компонента из таблицы компонентов в закладках «Параметры» (Param's) или «Результаты» (Results). Если в поле «Таблица компонентов» выбраны закладки «Параметры группы» (Group Param's) или «Результаты группы» (Group Results), то отображаются только градуировочные графики групповой калибровки.



Примечание

В поле «Градуировочный график» отображаются точки градуировки и точки до усреднения. Также на градуировочном графике отображается регрессионная линия, чтобы определять площадь пиков, найденных в файле данных, выбранном в поле «Количественные результаты», и рассчитывать концентрацию. По этой линии можно легко определить, в какую часть градуировочного графика попадают количественные результаты.

1. Изменение градуировочного графика

Нажмите на иконку **Изменить градуировочный график (Modify Calibration Curve)** на вспомогательной панели, чтобы открыть окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve").

Автоматически загрузится файл метода, который загружен в окне «Обзор количественных результатов» ("Quantitation Browser").



Ссылка

Для того, чтобы добавить/удалить файлы данных стандартных образцов в/из градуировочного графика, обращайтесь к [Разделу 5.3 «Создание градуировочных графиков»](#).



Примечание

После возвращения в окно «Обзор количественных результатов» ("Quantitation Browser") из окна «Градуировочный график» ("Calibration Curve"), программа просмотра автоматически проводит заново количественный анализ для компонентов всех файлов данных, относящихся к измененному градуировочному графику.

8.4 Обзор количественных результатов

8.4 Ручное интегрирование и идентификация пиков

Поле «Хроматограмма» состоит из закладок  Single |  Sample Info. | Обе закладки отображают информацию о файле данных, выбранном в таблице количественных результатов.

В закладке «Единичный» (Single) отображается хроматограмма компонента, выбранного в таблице компонентов, и можно проверить, найден ли пик и правильно ли он идентифицирован. Хроматограммы (Max: 5) ионов сравнения накладываются на хроматограмму искомого компонента. Также под хроматограммой отображается таблица информации об ионах сравнения.

Для этих хроматограмм можно вручную разметить пики (ручное интегрирование пиков) или изменять название пиков (ручная идентификация).

1. Ручное интегрирование пиков

- (1) Выберите **Процесс > Интегрирование пиков > Ручное интегрирование пиков** (Process > Peak Integration > Manual Peak Integrate). Курсор на хроматограмме превратится в вертикальную линию, выберите диапазон времен удерживания для пика перетаскиванием курсора мышки. Появится диалоговое окно «Базовая линия» (Base Line), в котором нужно выбрать, как проводить базовую линию.



Примечание

Если проводится ручное интегрирование пиков, то идентификация пиков будет проводиться автоматически.

2. Ручная идентификация

- (1) Выберите **Процесс > Ручная идентификация** (Process > Manual Identification). Курсор на хроматограмме превратится в вертикальную линию, для идентификации нажмите на область времен удерживания пика. Пик определится. Если пик определится неправильно, то это можно исправить перетаскиванием идентификационного знака к нужному пику.

8 Обзор количественных результатов

8.5

Сохранение схемы окна «Обзор количественных результатов»

Можно сохранить загруженные имя файла метода, имя файла данных, информацию о выбранном файле данных/компоненте в поле «Количественные результаты»/«Таблица компонентов» как файл просмотра (расширение: *.qgg). Путем повторной загрузки этого файла просмотра можно легко восстановить статус этих файлов.

1. Выберите **Схема > Сохранить файл просмотра как (Layout > Save Browsing File As)**.

Ссылка

Для получения информации о том, как работать с диалоговым окном «Сохранить файл как» ("Save File As"), обратитесь к [Разделу 2.9.2 «Как открывать и сохранять файлы»](#).



Примечание

Информация о положении поля, размере, цвете и т.д. сохраняется для каждого пользователя, который может войти в систему.



8 Обзор количественных результатов

8.5 Сохранение схемы окна «Обзор количественных результатов»

Эта страница намеренно оставлена пустой.

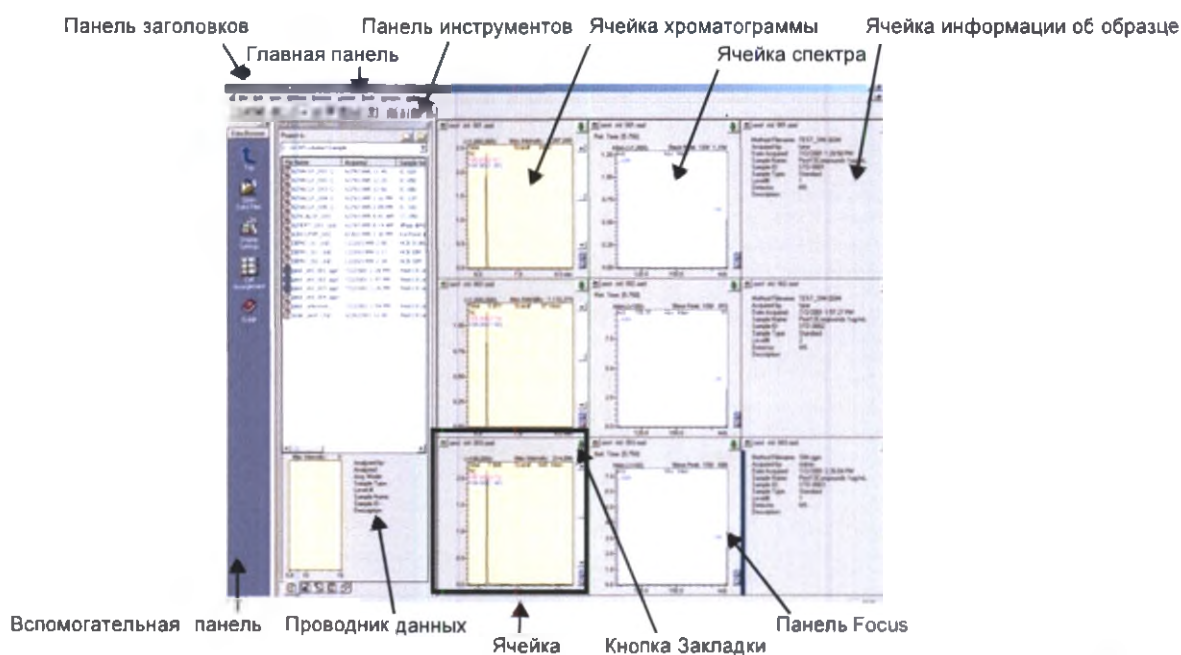
9.1

Обзор

В окне «Обзор данных» одновременно могут отображаться хроматограммы и спектры множества файлов данных. Окно «Обзор данных» состоит из ячеек, содержащих информацию. Каждая ячейка может отображать хроматограмму и спектр, которые загружены из единого файла данных, и с увеличением количества ячеек одновременно может отображаться информация максимум о 64 ячейках (по 8 ячеек по горизонтали и вертикали). Работая с ячейкой (увеличивая, изменяя время удерживания и т.д.), можно одновременно выполнять операции с хроматограммой и спектром в каждой ячейке. Удалив закладки, можно работать с ячейками индивидуально.

9.1.1 Окно «Обзор данных»

Откройте GCMS Browser и нажмите на иконку Вспомогательной панели обзора данных. Откроется окно «Обзор данных».

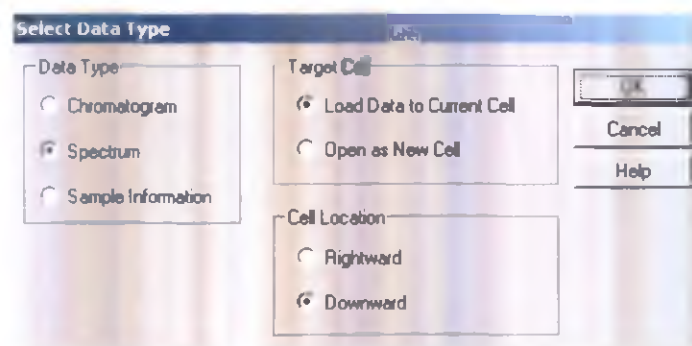


Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активное окно и файл.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Список иконок команд, соответствующих общей последовательности операций.
Проводник данных	Можно легко открыть файл данных или файл метода, щелкнув два раза по иконке файла.
Ячейка хроматограммы	Отображает хроматограмму и информацию о ней с указанными группой и массой (TIC, MIC, MC).
Ячейка спектра	Отображает спектр и информацию о нем для указанного времени удерживания.
Ячейка информации об образце	Отображает информацию об образце (имя файла метода, записано с помощью, дата записи данных и т.д.) для файла
Ячейка	В ячейку можно загружать один файл данных. В окне «Обзор данных» одновременно может отображаться информация максимум о 64 ячейках (по 8 ячеек по горизонтали и вертикали)

Кнопка Закладки	Если кнопка закладки для ячейки нажата (обозначена зеленым), то ячейка получает информацию от других ячеек.
Панель Focus	Она отображается для закрепленных ячеек. Команды меню действительны для ячеек с панелью focus.

9.1.2 Как открыть файл данных

1. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных.
2. Дважды щелкните по нужному файлу данных.
Откроется окно «Выбрать тип данных» ("Select Data Type").



3. Выберите тип данных (data type) и целевые ячейки.

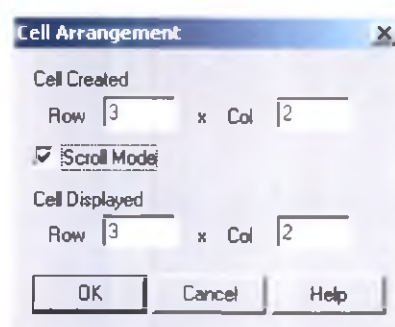
Параметр	Описание
Тип данных (Data Type)	Хроматограмма (Chromatogram): Отображает хроматограмму и информацию о хроматограмме. Спектр (Spectrum): Отображает спектр и информацию о спектре.
Целевые ячейки (Target Cell)	Загрузить данные в текущую ячейку (Load Data to Current Cell): Загружает данные в выбранную в данный момент ячейку. Открыть как новую ячейку (Open as New Cell): Добавляет новую ячейку.
Положение ячейки (Cell Location)	Справа (Rightward): Добавляет ячейку в столбец. Если выбрано «Открыть как новую ячейку» (Open as New Cell), система просмотра добавляет такое же количество столбцов, сколько файлов данных существует, и затем загружает файлы данных в первую строку. Снизу (Downward): Добавляет ячейку в строку. Если выбрано «Открыть как новую ячейку» (Open as New Cell), система просмотра добавляет такое же количество строк, сколько файлов данных существует, и затем загружает файлы данных в первый столбец.

4. Файл данных загружается в указанную ячейку.

9.1.3 Изменение схемы ячеек

Укажите количество ячеек, отображаемых в окне.

1. Нажмите на иконку **Расположение ячеек (Cell Arrangement)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Расположение ячеек» ("Cell Arrangement").



2. Необходимо осуществить следующие настройки.

Параметр	Описание
Созданные ячейки (Cell Created)	Делит окно «Обзор данных» на указанное в сетке число ячеек. Строка (Row): Укажите количество строк. Столбец (Col.): Укажите количество столбцов.
Режим прокрутки (Scroll Mode)	Если отмечено, то появляются горизонтальная и вертикальная панели прокрутки.
Отображаемые ячейки (Cell Displayed)	Укажите количество строк и столбцов, которое будет одновременно отображаться в окне «Обзор данных». Доступно, только если выбран режим прокрутки.

9 Обзор данных

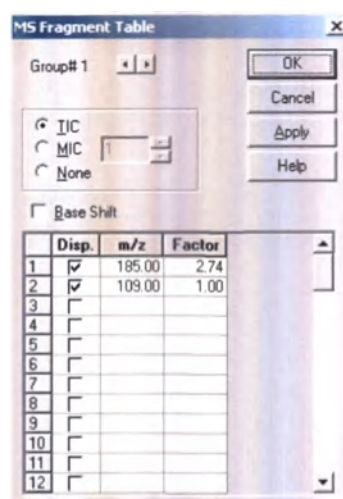
9.2 Работа с ячейкой хроматограммы

Это окно отображает хроматограмму с указанными группой и массой (TIC, MIC, MC). Отображенные хроматограммы определены в таблице фрагментов. Хроматограммы либо наложены друг на друга, либо отображаются друг под другом. Если анализ проводился в режиме нескольких групп (установлен режим SIM), то отображается хроматограмма только для одной группы. Чтобы изменить группу, нужно выбрать «След группа» (Next Group) или «Пред. Группа» (Previous Group) в меню «Вид» (View).

9.2.1 Установки отображенных хроматограмм

Хроматограммы, отображенные в ячейке хроматограммы, определены в окне «Таблица фрагментов» (Fragment Table).

1. Выберите **Вид > Таблица фрагментов** (View > Fragment Table), чтобы открылось окно «МС таблица фрагментов» ("MS Fragment Table").



2. В окне «МС таблица фрагментов» ("MS Fragment Table") выберите TIC, MIC или Нет (None). Также укажите m/z и факторы усиления. Если отображена хроматограмма MIC, то нужно заблаговременно создать таблицу MIC. Чтобы редактировать таблицу MIC, нажмите **Метод > Загрузить формат данных** (Method > Data Load Format).

9.2.2 Работа с другими ячейками

Если нажать на кнопку **Закладка**, кнопка активируется (станет зеленой), и при работе с ячейкой можно выполнять те же операции, что и с другими закрепленными ячейками.



1. Если Вы увеличиваете поле хроматограммы, то хроматограммы в других ячейках точно также увеличиваются.
2. Если дважды щелкнуть по хроматограмме, то в ячейке спектра появится спектр, соответствующий этому времени удерживания.

3. Если выполняется расчет спектра для хроматограммы, то также проводится расчет спектра для того же временного интервала и в других ячейках хроматограмм, и рассчитанный спектр появляется в каждой ячейке спектра, которые были загружены из того же файла данных.

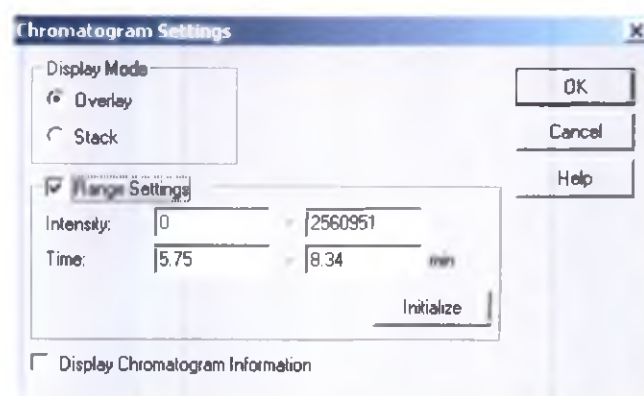


Примечание

Если время удерживания находится в интервале измерений FASST, то отображается Scan спектр.

9.2.3 Изменение масштаба

1. Чтобы установить масштаб хроматограммы, выделите участок хроматограммы или нажмите на иконку **Настройки изображения (Display Settings)** на вспомогательной панели.
2. Когда откроется окно «Настройки хроматограммы» ("Chromatogram Settings"), проведите следующие настройки.



Параметр	Описание
Режим отображения (Display Mode)	Выберите Наложить или Разместить последовательно.
Настройки диапазона (Range Settings)	Если отмечен пункт «Настройки диапазона» (Range Settings), можно устанавливать масштаб по оси интенсивности и по оси времени. Если этот пункт не отмечен, то хроматограмма отображается от начального до конечного времени анализа для текущей группы. Нажмите на кнопку Инициализировать (Initialize) , чтобы вернуть в исходное состояние оси X и Y.
Показывать информацию о хроматограмме (Display Chromatogram Information)	Выберите, показывать ли информацию о хроматограмме.

9.2.4 Печать изображения ячейки

1. Чтобы распечатать отчет, выберите **Файл > Печать изображения выбранной ячейки (File > Print Image for Selected Cell)**, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже загружен.)
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пунктам и редактируйте окно свойств. Если выбрать **Файл > Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохранятся как файл отчета под именем «Обзор данных MC, отчет для хроматограммы.qgr» ("Data Browser MS Chromatogram Report.qgr"), и будут использоваться для следующей печати изображения ячейки хроматограммы.
3. Если формат менять не нужно, то просто нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.



Print

9.3

9 Обзор данных

Работа с ячейкой спектра

В этом окне отображается спектр для выбранного времени удерживания.

9.3.1 Показать спектр для выбранного времени удерживания

1. Дважды щелкните по ячейке хроматограммы в месте нужного времени удерживания. В этом случае нужно закрепить закладку на ячейках хроматограммы и спектра.

9.3.2 Вычитание спектра

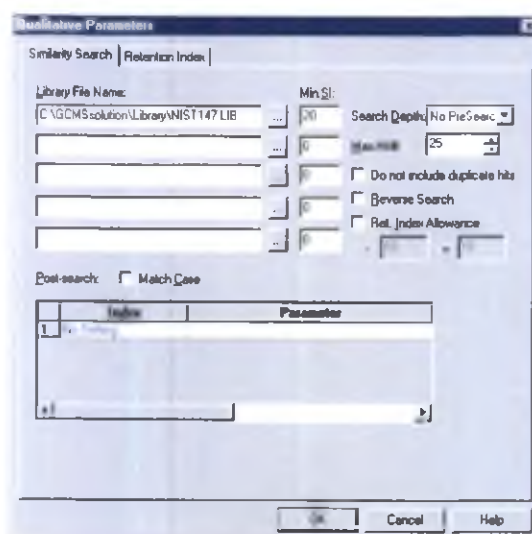
1. Закрепите закладку в ячейке спектра и нажмите на иконку **Вычесть Спектр (Subtract Spectrum)** на панели инструментов. 
2. Закрепите закладку в ячейке хроматограммы, дважды щелкните по ячейке хроматограммы, чтобы указать нужное время удерживания. Произойдет вычитание спектра, и результат появится в ячейке спектра.

Ссылка

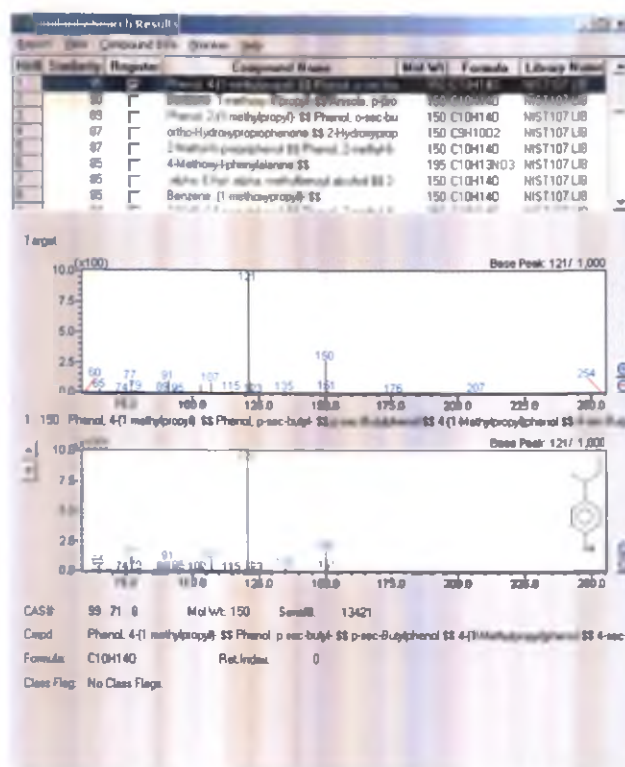
Для более подробной информации об усреднении спектра или о вычитании усредненного спектра обратитесь к Разделу 4.2.2 «Усреднение спектра и работа с фоном».

9.3.3 Выполнение поиска по библиотеке для спектра

1. Выберите **Процесс > Поиск по библиотеке для текущего спектра (Process > Similarity Search for Current Spectrum)**. Если имя файла библиотеке не указано для поиска, укажите в закладке «Поиск по библиотеке» (Similarity Search) в окне «Качественные параметры» (Qualitative Parameters) и выберите **Процесс > Поиск по библиотеке для текущего спектра (Process > Similarity Search for Current Spectrum)**.



2. Откроется окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results").



9.3.4 Работа с другими ячейками

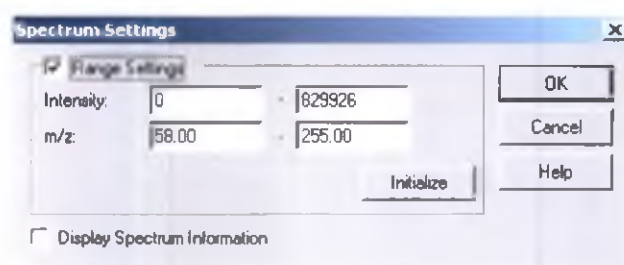
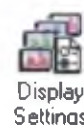
Если нажать на кнопку закладка, кнопка активируется (станет зеленой), и при работе с ячейкой можно выполнять те же операции, что и с другими закрепленными ячейками.



1. Если Вы увеличиваете спектр, то спектры в других ячейках увеличиваются таким же образом.
2. Если дважды щелкнуть по спектру, то появится хроматограмма для m/z в ячейке хроматограммы.

9.3.5 Изменение масштаба

1. Чтобы установить масштаб спектра, выделите участок спектра или нажмите на иконку **Настройки изображения (Display Settings)** на вспомогательной панели.
2. Когда откроется окно «Настройки спектра» ("Spectrum Settings"), проведите следующие настройки.



Параметр	Описание
Настройки диапазона (Range Settings)	Если отмечен пункт «Настройки диапазона» (Range Settings), можно устанавливать масштаб по оси интенсивности и по оси m/z. Если этот пункт не отмечен, то спектр отображается от начального до конечного значения m/z анализа для текущей группы. Нажмите на кнопку Инициализировать (Initialize) , чтобы вернуть в исходное состояние оси X и Y.
Показать информацию о спектре (Display Spectrum Information)	Выберите, показывать ли информацию о спектре

9.3.6 Печать изображения ячейки

1. Чтобы распечатать отчет, выберите **Файл > Печать изображения выбранной ячейки (File > Print Image for Selected Cell)**, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже загружен).
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пунктам и редактируйте окно свойств. Если выбрать **Файл > Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохранятся как файл отчета под именем «Обзор данных MC, отчет для спектра.qgr» ("Data Browser MS Spectrum Report.qgr"), и будут использоваться для следующей печати изображения ячейки спектра.
3. Если формат менять не нужно, то просто нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.



Print

» 9 Обзор данных

9.4

Сохранение схемы окна «Обзор данных»

В окне «Обзор данных» можно сохранять информацию по каждой ячейке, например, имя файла данных, тип данных, положение ячейки, и т.д., как файл схемы (*.lyt). Открывая файл схемы, можно легко перезагрузить серии файлов данных, относящихся к каждой ячейке.

1. Выберите **Схема > Сохранить файл схемы как (Layout > Save Layout File As)**.

Ссылка

Для получения информации о том, как работать с диалоговым окном «Сохранить файл как» ("Save File As"), обратитесь к Разделу 2.9.2 «Как открывать и сохранять файлы».

Меры предосторожности

Прочитайте и соблюдайте следующие меры предосторожности при обслуживании МС для нормальной работы прибора и для избежания поломок.

Перед проведением обслуживания ГХ сначала отключите вакуумную систему МС и выключите все модули. Затем проведите обслуживание ГХ, как описано в руководстве пользователя для ГХ.

**ОСТОРОЖНО**

1. Соблюдайте все соответствующие меры предосторожности, когда проводите техническое обслуживание.
2. Надевайте чистые перчатки при работе с ионным источником и масс-спектрометром.
3. При разборке частей используйте чистые инструменты. Загрязнения с грязных инструментов или перчаток могут быть причиной «шумов». Все инструменты для работы внутри масс-спектрометра протирайте тканью, не оставляющей ворса, и с применением ацетона.
4. Снятые с прибора части складываете на чистую ткань, для того чтобы их не загрязнить.
5. Обратите внимание, как смонтированы части, чтобы потом их правильно собрать.
6. Операции, которые требуют открывания блока питания или перемещения МС, следует проводить представителям фирмы Shimadzu. Пользователю следует проводить только замену колонок и незначительное обслуживание ионного источника.

10.2

10 Обслуживание

Замена филамента

Филамент может перегореть после длительного использования или из-за понижения уровня вакуума. В этом разделе описывается замена филамента. Соблюдайте следующие меры предосторожности при выполнении этой операции.



ОСТОРОЖНО

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.



ОСТОРОЖНО

Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания, позвольте прибору остыть как минимум в течение 10 минут после выключения.

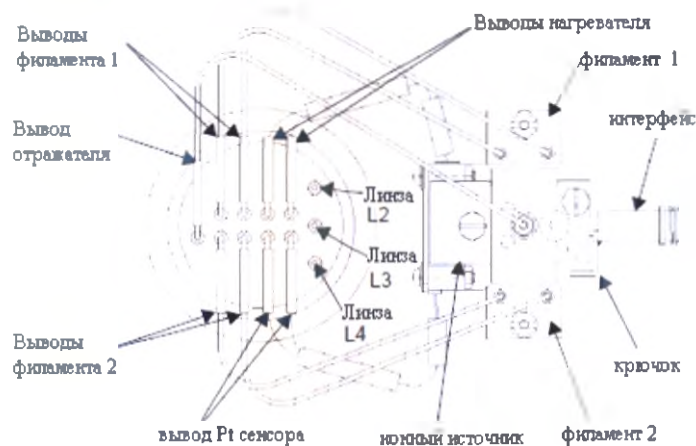


Рис. 10.1 Схема ионного источника (GCMS-QP2020)

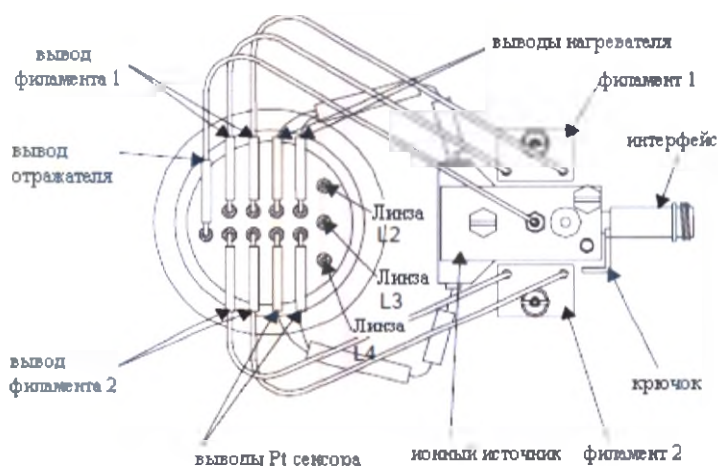


Рис. 10.2 Схема ионного источника (GCMS-QP2010 SE)

10.2.1 Процедура замены филамента

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Выключение прибора», стр. 24.
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Отсоедините филамент, потянув направляющий конектор за направляющие стержни(1).
6. Ослабьте предохранительную гайку (2) и удалите филамент (3).

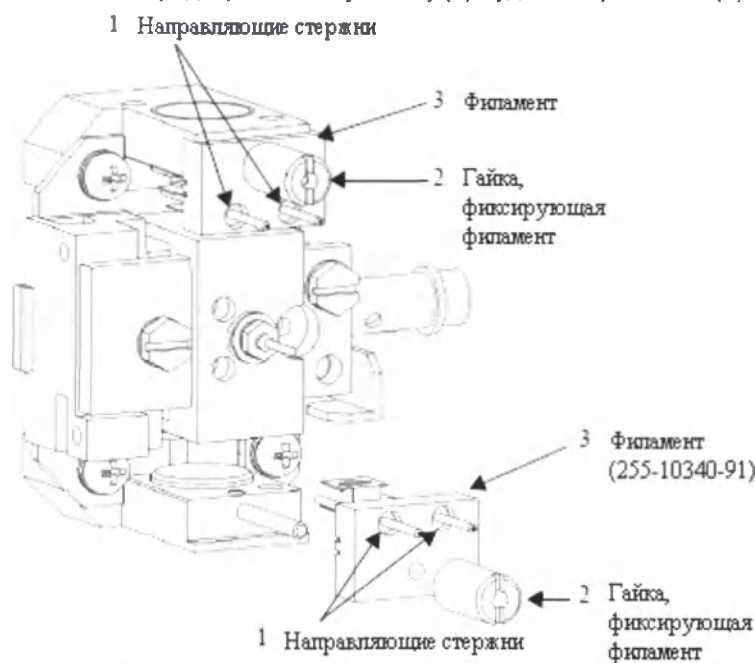


Рис. 10.3 Ионный источник (GCMS-QP2010)

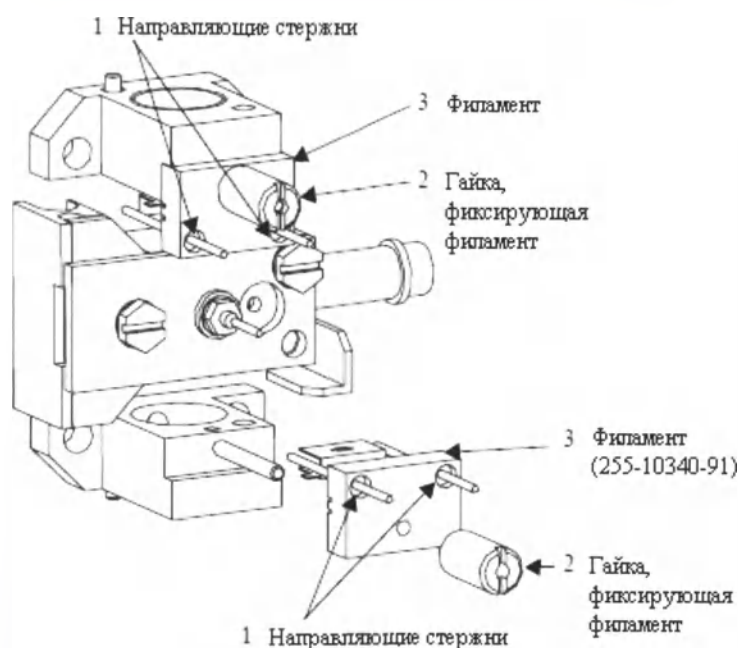


Рис. 10.4 Ионный источник (GCMS-QP2010 SE)

7. Вставьте новые филаменты и затените гайку.
8. Соедините заново направляющие филамента, вставив направляющий конектор в направляющие стержни.



Примечание

Меры предосторожности во время замены филамента:

1. Вставляйте филамент полностью.
 2. Не допускайте контакта направляющих филамента с любыми другими частями во время установки филамента.
9. После замены филамента включите прибор и установите время использования филамента на "0" согласно процедуре, описанной в Разделе 10.9 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов», стр. 241.

Чистка ионного источника и отражающего электрода

Функция ионного источника заключается в бомбардировке образца электронами, вызывая этим ионизацию и последующее образование ионов. Детали ионного источника со временем загрязняются. Если ионный источник и отражающий электрод загрязняются, то ионы образуются не эффективно, снижается чувствительность. Периодически снимайте и чистите ионный источник.

**ОСТОРОЖНО**

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.

**ОСТОРОЖНО**

Соблюдайте осторожность при обращении с органическим растворителем, когда используете его для чистки ионного источника. Обеспечьте хорошую вентиляцию в зонах, где использовался органический растворитель.

**ОСТОРОЖНО**

Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания позвольте прибору остыть как минимум в течение 10 минут после выключения.

**ОСТОРОЖНО**

Ионный источник и отражающий электрод остаются горячими после просушки/прокаливания, поэтому существует риск ожога. Перед тем, как приступить к техническому обслуживанию, убедитесь, что детали остыли.

10.3.1 Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода

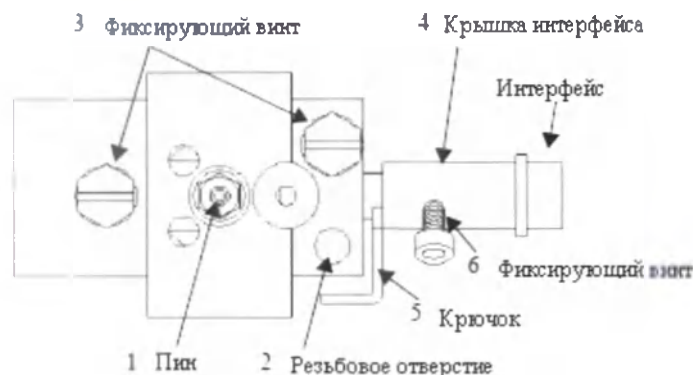


Рис. 10.5 Схема ионного источника после удаления филаментов (GCMS-QP2020)

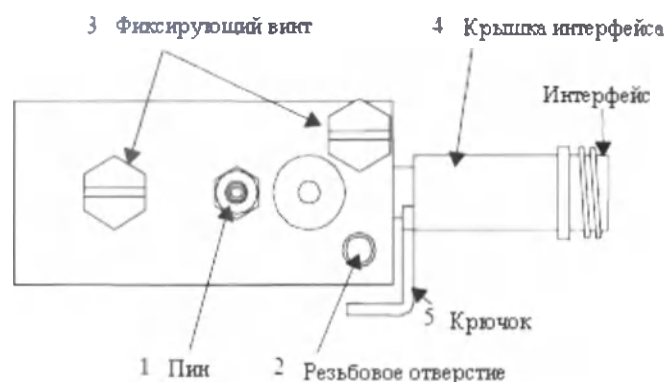


Рис. 10.6 Схема ионного источника после удаления филаментов (GCMS-QP2010 SE)

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 24.2 «Выключение прибора», стр. 24.
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Аккуратно, при помощи пинцета, потяните направляющий коннектор от пина направляющего электрода, как показано на рисунке выше.
6. Ввинтите инструмент для сборки/разборки ионного источника в резьбовое отверстие.
7. Ослабьте фиксирующие гайки (3), которые держат ионный источник, на полоборота.
8. Ослабьте фиксирующие гайки (6) для модели GCMS-QP2020.
(Этот винт отсутствует на модели GCMS-QP2010SE)

9. Сдвиньте крышку интерфейса (4) вправо и поверните крючок (5) вниз.



Рисунок 10.7 Положение крючка (GCMS-QP2020)

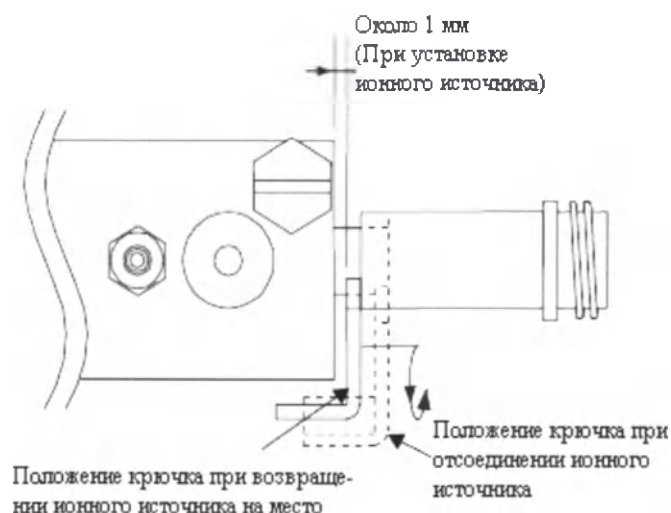


Рисунок 10.8 Положение крючка (GCMS-QP2010SE)

10. Ослабьте удерживающие гайки (3) и отсоедините ионный источник.
11. Отсоедините инструмент для сборки и разделите ионный источник и отражатель.
12. Ослабьте гайки гаечным ключом и отсоедините отражающий электрод.
13. Почистите его, как описано в Разделе 10.3.3 «Чистка ионного источника и отражающего электрода», стр. 211.

10.3.2 Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода



Рисунок 10.9 Ионный источник и инструмент для сборки/разборки (GCMS-QP2020)

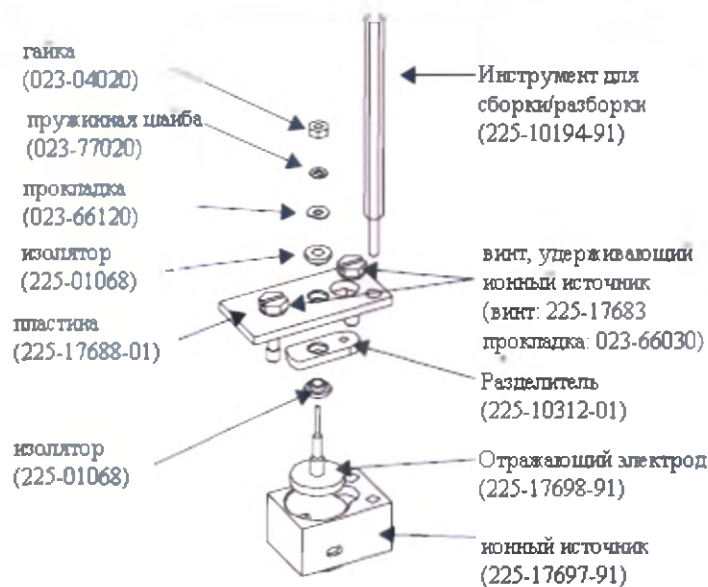
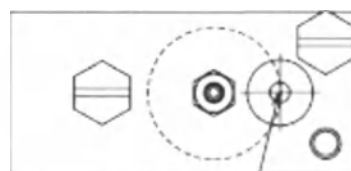


Рисунок 10.10 Ионный источник и инструмент для сборки/разборки (GCMS-QP2010SE)



1. Поместите отражающий электрод в ионный источник и подгоните его так, чтобы отражатель находился в центре ионного источника.



Маленький круг
центрирован внутри
большого круга.

Рисунок 10.11 Положение отражающего электрода

2. Установите составные части ионного источника, как показано на схеме (Рисунок 10.9 «Ионный источник и инструмент для сборки/разборки»). Используйте две удерживающие гайки для временного закрепления деталей.
3. Соедините инструмент для установки с ионным источником.
4. Поверните вверх крючок на крышке интерфейса и присоедините его к ионному источнику.

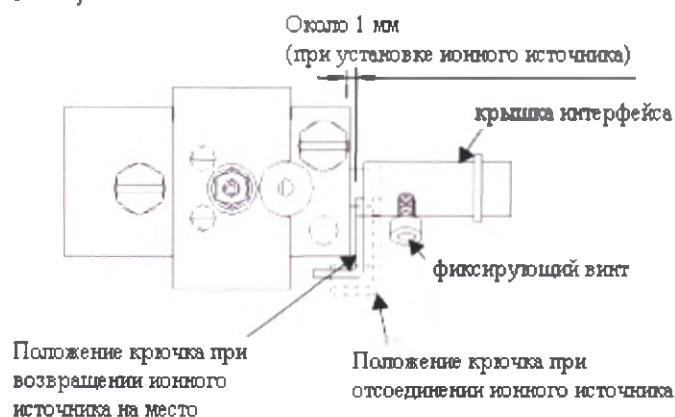


Рис. 10.12 Положение крючка (GCMS-QP2020)

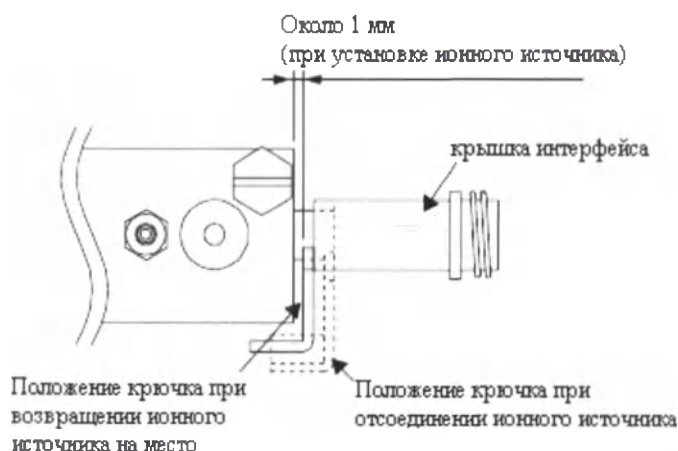


Рис. 10.13 Положение крючка (GCMS-QP2010 SE)

5. Присоедините инструмент для сборки вертикально так, чтобы крышка интерфейса полностью вставилась в ионный источник.
6. Отсоедините инструмент для сборки и затените удерживающие гайки, используемые для закрепления частей на месте. Левую гайку следует затянуть первой.
7. Ослабьте удерживающий винты (6) для модели GCMS-QP2020.
(Этот винты отсутствуют на модели GCMS-QP2010SE)
8. Присоедините направляющий коннектор отражателя.

**Примечание**

1. Проверьте, чтобы крышка на конце интерфейса надежно «села» в отверстие в ионном источнике.
2. Убедитесь, что направляющий коннектор отражающего электрода присоединен.
3. Проверьте, чтобы ионный источник был ровно установлен.

**Примечание**

Меры предосторожности при сборке ионного источника и линзы 1.

1. Не применяйте силу при затягивании гаек, т.к. этим можно погнуть линзу или сломать изоляторы.
2. Используйте электрический тестер, для того чтобы убедиться, что отражающий электрод и ионный источник изолированы.
3. Не чистите изоляторы. Можно приобрести новые изоляторы, если старые загрязнятся.

9. После того, как сборка закончена, включите прибор и установите время использования ионного источника на "0" согласно процедуре, описанной в Разделе 10.9 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов», стр.241.

10.3.3 Чистка ионного источника и отражающего электрода

1. Почистите детали наждачной бумагой. Обратитесь к Разделу 10.3.4 «Необходимые материалы», стр.211.



Примечание

Меры предосторожности при чистке ионного источника и отражающего электрода:
1. Будьте аккуратны при чистке, чтобы не погнуть отражающий электрод.

2. Удалите пыль с поверхности при помощи пневматической пушки.
3. Проведите очистку ультразвуком в ацетоне или в петролейном эфире.
4. Сушите примерно 30 мин при 90 - 120 °С. Если анализируются следовые количества веществ или легкосорбирующиеся компоненты, прокалите при 400 °С в течение часа в доступной для приобретения печи.
5. Храните сухой ионный источник и отражатель в чистой коробке.



Примечание

Не чистите изолятор. Замените грязный изолятор на новый.
(ИЗОЛЯТОР: P/N225-01068)



Рисунок 10.14 Чистка ионного источника и отражающего электрода

10.3.4 Необходимые материалы

1. Наждачная бумага
 - P/N 085-35124-02 (грубая обработка, 20 sheets)
 - P/N 085-35124-03 (тонкая обработка, 20 sheets)

Если детали сильно загрязнены, то примените сначала наждачную бумагу тонкой обработки, а потом наждачную бумагу грубой обработки. Если детали слегка загрязнены, то примените только наждачную бумагу тонкой обработки.

10.4

10 Обслуживание

Обслуживание вакуумного насоса

В этом разделе описывается, как менять масло в роторном насосе и как заменять смазку в турбомолекулярном насосе. Масло в роторном насосе остается горячим после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем, как начинать техническое обслуживание.

10.4.1 Замена масла в роторном насосе

В роторном насосе (модель E2M1.5) требуется менять масло через каждые 3000 часов. Масло нужно менять, чтобы избежать ухудшения уровня вакуума, утечек масла и появления шума, превышающего норму.

Для насоса нужно использовать масло с должными характеристиками. Используйте только чистое масло следующей спецификации: масло для роторного насоса «Ultragrade» 15 1L (P/N 017-30163-11).

Процедура замены масла



ОСТОРОЖНО

Опасность тяжелых ожогов. Масло в роторном насосе остается горячим сразу после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем как начинать техническое обслуживание.



Рисунок 10.15 Роторный насос

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Выключение прибора», стр. 24.
2. Подождите как минимум 10 мин.
3. Выключите мотор вакуумного насоса.
4. Взяв подходящий контейнер и надев резиновые перчатки, снимите пробку со сливного отверстия и слейте масло. Будьте осторожны: при снятии крышки масло может разбрызгиваться.
5. После того, как масло слито, временно верните на место пробку сливного отверстия и включите мотор.
6. Нажмите на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)** на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

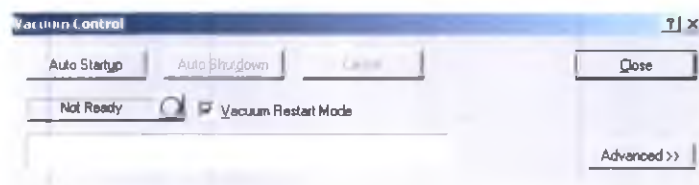


Рисунок 10.16 Диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control")

7. Нажмите на кнопку **Подробнее (Advanced)** в нижней части окна, чтобы войти в систему ручного оперирования. Нажмите на кнопку **Старт (Start)** роторного насоса смежную с пунктом «Замена масла роторного насоса» (Rotary Pump oil replacement) в группе «Вакуумная система» (Vacuum System).

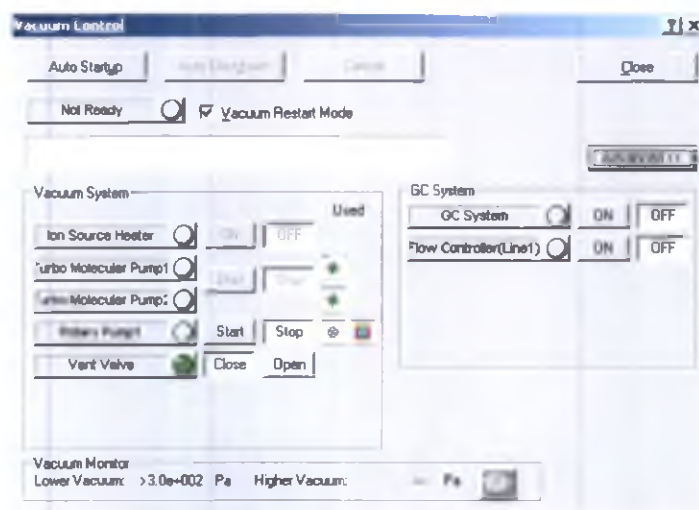


Рисунок 10.17 Диалоговое окно «Дополнительные вакуумные настройки» ("Advanced VacuumControl")

8. Оставьте роторный насос включенным на 5 - 10 сек. Насос будет работать, собирая масло оставшееся внутри.
9. Нажмите кнопку **Стоп (Stop)** роторного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

10. Выключите мотор роторного насоса.
11. Снимите пробку со сливного отверстия и слейте оставшееся масло.
12. Закройте пробку сливного отверстия, и снимите заглушку с маслосливного патрубка. Залейте свежее масло. Заливайте масло до тех пор, пока уровень не достигнет отметки MAX на измерителе уровня масла (примерно 0.28 л).
13. Поставьте на место заглушку маслосливного патрубка.
14. Установите время использования масла в роторном насосе на "0" согласно процедуре описанной в Разделе 10.9 «Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов», стр.241.

**Примечание**

Помимо процедуры замены масла через каждые 1500 часов следует проводить детальный осмотр насоса. Смотрите руководство пользователя E2M1.5.

10.4.2 Обслуживание турбомолекулярного насоса

Если насос работает непрерывно вместе с GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE, то не требуется никакого специального технического обслуживания. Однако подвижные части имеют ограниченный период эксплуатации и их следует заменять через каждые 3 года, чтобы избежать поломок.

Если оборудование не будет использоваться длительное время, то насос следует включать на 8 часов хотя бы один раз в полгода. Если насос не включать более 6 месяцев, то он может сломаться.

Чистка вентилятора

Вентилятор и кожух вентилятора нужно периодически чистить.



Примечание

Не используйте прибор, если на вентиляторе или на кожухе вентилятора скопилась пыль. Так как в этом случае охлаждение будет осуществляться плохо.

10.5.1 Чистка вентилятора

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Выключение прибора», стр. 24. Убедитесь, что все силовые выключатели отключены.
2. Удалите пыль пылесосом с вентилятора МС.
3. Удалите пыль пылесосом с вентилятора и кожуха вентилятора на задней стенке газового хроматографа (ГХ).
4. Удалите пыль пылесосом с вентилятора персонального компьютера (ПК) и с любых других блоков, например, с вентилятора автодозатора.



ОСТОРОЖНО

Чтобы избежать травм и несчастных случаев при чистке вентилятора и кожуха для вентилятора, убедитесь в том, что прибор выключен и отключены все силовые выключатели.

10.6

10 Обслуживание

Проверка на герметичность

В этом разделе описывается, как проверять прибор на герметичность. Если точно установлено, что есть течь воздуха, найдите место течи как описано в Разделе 10.6.2 «Проверка вакуума МС на течь», стр. 219, и примите соответствующие меры.

Работа на приборе, в котором есть течь воздуха, приведет к снижению чувствительности, увеличению шумов, перегоранию филаментов и к другим проблемам. Всегда проверяйте прибор на герметичность после проведения технического обслуживания.

Утечки в ГХ будут проявляться не так, как утечки в МС. Обычно, если есть утечка в ГХ, то из системы утекает газ-носитель, а если есть утечка в МС, то в систему попадает воздух. Чтобы проверить ГХ на утечки, обратитесь к Разделу 10.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа-носителя», стр. 216. Чтобы проверить ГХ на утечки, обратитесь к Разделу 10.6.2 «Проверка вакуума МС на течь», стр. 219 и Раздел 10.6.3 «Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков», стр. 220.

10.6.1 Проверка ГХ на утечку газа-носителя

Чтобы проверить ГХ на утечку газа-носителя, поставьте заглушку в инжектор (vespel ферула с проволокой) туда, где подсоединяется колонка и закройте клапан делителя потока и продувочное отверстие глухой гайкой. Это закупорит газ-носитель в линиях потока инжектора, газа-носителя, деления потока и линиях поддувочного газа. Наличие утечки определяется по изменению во времени давления закупоренного газа-носителя. За изменениями в давлении газа-носителя можно наблюдать с помощью контроля потока на панели дисплея GC-2010.

1. Выключите прибор, как описано в Разделе 24.2 «Выключение прибора», стр. 24. Выключите МС, но оставьте GC-2010 Plus включенным.
2. Откройте дверцу термостата ГХ и отсоедините колонку со стороны инжектора.
3. Установите заглушку в инжектор на место колонки.
4. Установите глухие гайки G-типа на клапан делителя и продувочное отверстие.

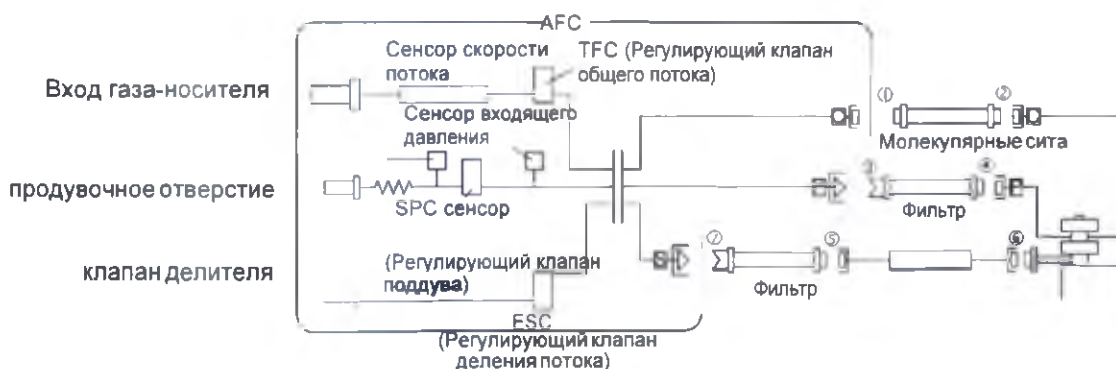


Рисунок 10.18 Схема потоков

5. Убедитесь, что входящее давление газа-носителя достигло 350 кПа.
6. На экране GC-2010Plus "Flow key", установите режим ввода «Прямой ввод» ("Direct") и режим контроля «Давление» ("Pressure").
7. Установите давление в инжекторе на уровне 350 кПа, нажмите ON/OFF (PF меню) и включите AFC.

8. Подождите 5 минут и убедитесь, что давление инжектора находится в интервале между 300 и 400 кПа. Если давление больше 400 кПа, слегка ослабьте гайку колонки и немного спустите давление. Если давление ниже 300 кПа, немного повысьте давление в инжекторе.
9. Убедитесь, что общий поток ниже 2 мл/мин. Если общий поток превышает 2 мл/мин, то это означает, что есть утечка.
10. Нажмите ON/OFF (PF меню) на экране "Flow key" и отключите AFC.
11. Дайте стабилизироваться давлению после отключения AFC.
12. Убедитесь, что давление не возрастает более, чем на 30 кПа за час. Возрастание давления более чем на 30 кПа за час означает утечку.
13. Пока газ-носитель заперт под давлением, возможные утечки можно обнаружить, подсоединив электронный детектор утечки газа (имеется в продаже) к каждому соединению трубок потока газа, например, к гайке G-типа и гайке инжектора.
14. Если утечка обнаружена, то затяните эти соединительные части или удалите их для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
15. Если после выполнения пункта 14, обнаружена утечка по уменьшению давления газа-носителя, то замените септу, и убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на стеклянной вставке инжектора. Повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.

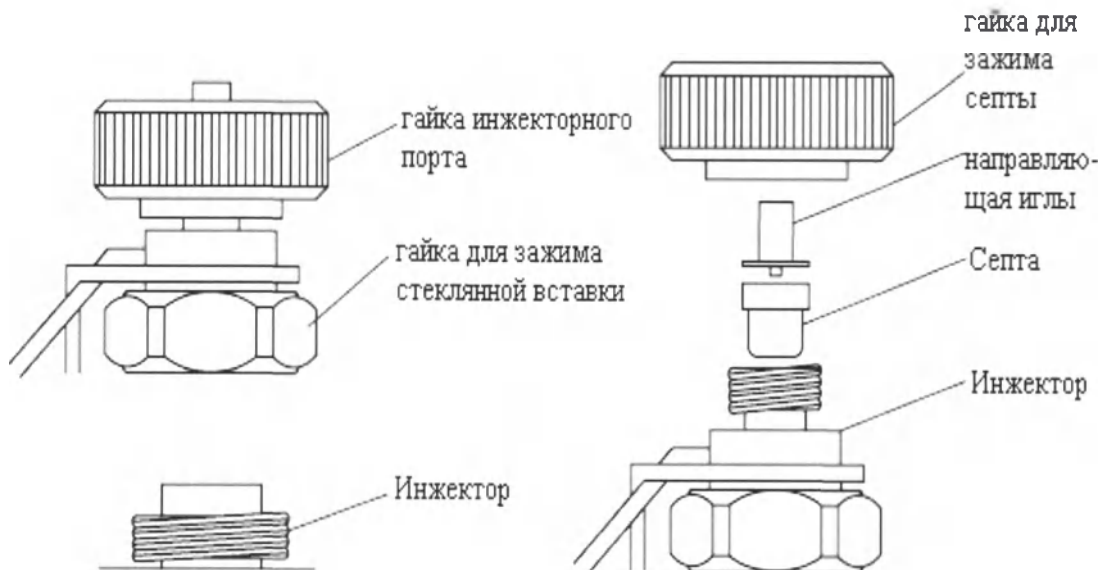


Рис. 10.19 Составляющие части инжектора

16. Если утечка обнаружена после выполнения пункта 15, подтяните все гайки инжектора, и повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.
17. Если утечка обнаружена снова, она всего скорее находится в линиях потока газа носителя, в клапане делителя потока или в продувочном отверстии. Подтяните соединения (1) - (7), изображенные на схеме потоков приведенной в Разделе 10.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа носителя», стр. 216, или удалите эти части для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
18. Повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.



Примечание

Меры предосторожности при закупоривании газа-носителя под давлением:

1. Убедитесь в том, что нет утечек после демонтажирования и повторного присоединения гаек G-типа или M-типа.
2. Замените три алюминиевых прокладки после снятия гайки G-типа.
3. Не трогайте никакие другие части ГХ кроме гаек инжектора и соединений (1)-(7), изображенных на схеме потоков, приведенной в Разделе 10.6.1 «Проверка ГХ на утечку газа-носителя», стр. 216. Для проведения технического обслуживания других частей, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.



Примечание

Не используйте мыльную воду при работе с инжекторным портом ГХ и трубками AFC.

Процедура запираания под давлением газа носителя

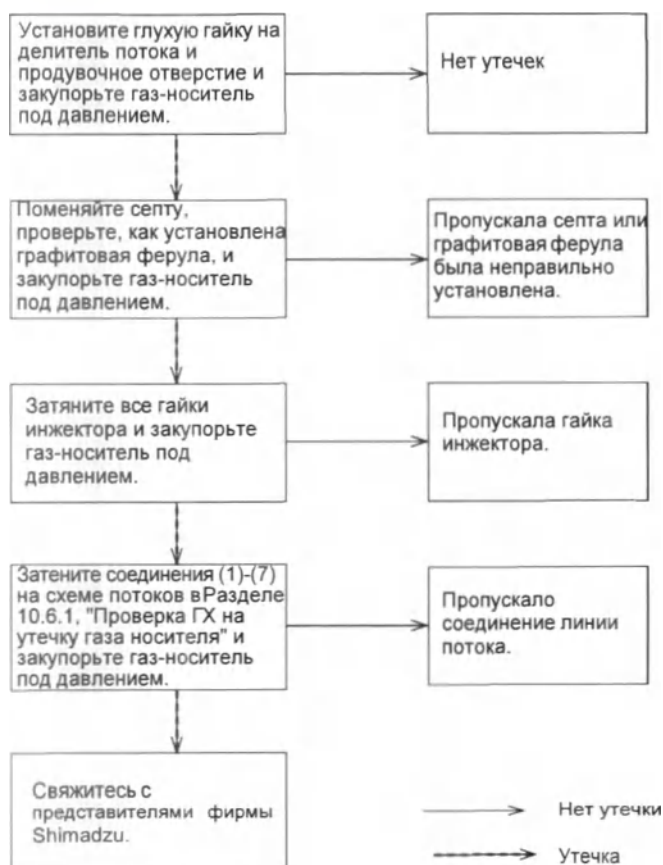


Рисунок 10.20 Процедура запираания под давлением газа носителя



10.6.2 Проверка утечек в вакуумной системе MC

В этом разделе описывается процедура проверки утечек в вакуумной системе. Утечки могут быть достаточно серьезными, чтобы вывести из строя вакуумный насос, или довольно маленькими, что позволит турбомолекулярному насосу нормально работать.

Убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на дверце MC. Уплотнительное кольцо герметично соединяет две поверхности, предотвращая утечки и поддерживая нужный вакуум в MC.

Если дверца MC открывается для проведения технического обслуживания, то ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности во избежание утечек.



Примечание

Ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности для предотвращения утечек в вакуумной системе:

- Не забывайте устанавливать уплотнительное кольцо.
- Правильно устанавливайте уплотнительное кольцо.
- Удаляйте любые посторонние вещества с уплотнительного кольца.
- Удаляйте посторонние вещества, включая частицы уплотнительного кольца, с запирающих поверхностей.
- Не царапайте запирающие поверхности.
- Не забывайте устанавливать Vespel ферулу, когда подсоединяете колонку к интерфейсу.
- Присоединяя колонку к интерфейсу, хорошо затягивайте гайку.
- Регулярно меняйте септу в инжекторе (примерно от 80 до 100 заколов).

Если вакуумный и турбомолекулярный насосы работают неправильно:

1. Звук откачки воздуха вакуумным насосом не уменьшается после нескольких минут.
2. Турбомолекулярный насос работает, но питание системы вакуума отключается после примерно 5 минут.

Если произошла ситуация, описанная в пункте 2, это означает, что в вакуумной системе есть утечка. Подождите, пока MC развакуумируется, затем проверьте дверцу и соединение между колонкой и интерфейсом в соответствии с мерами предосторожности для предотвращения появления утечек в вакуумной системе, описанными выше. Если причина утечки не связана ни с дверцей, ни с соединением между колонкой и интерфейсом, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.

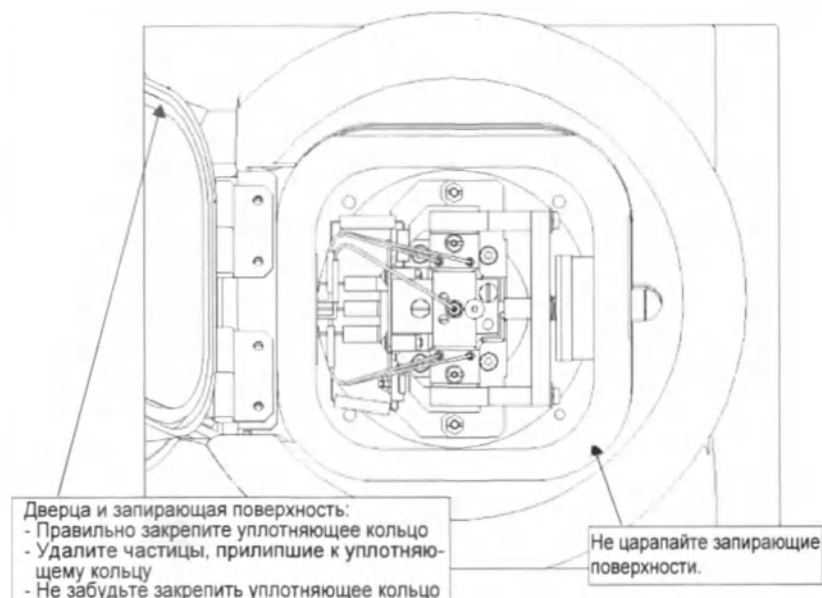


Рисунок 10.21 Дверца и запирающие поверхности

10.6.3 Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков

Малая утечка вакуума не прекратит работу прибора, но может повлиять на нее. В этом разделе описывается процедура проверки таких утечек. Описанные в этом разделе операции могут применяться в том случае, если прибор и турбомолекулярный насос работают нормально и индикатор турбомолекулярного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control") зеленого цвета.

Этот метод отслеживает пики воды (m/z 18) и азота (m/z 28) в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Сравнивается высота этих двух пиков для установления малой утечки вакуума.



1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку **Регулировка (Tuning)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Регулировка» ("Tuning").

2. Нажмите на иконку **Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").



3. Установите значение m/z для отслеживаемых ионов на 18 (вода) и 28 (азот) или выберите отслеживаемые группы: Вода, Воздух.

4. Установите напряжение на детекторе примерно 0.60 - 1.50 кВ для того, чтобы были видны пики с m/z 18 и m/z 28.

5. Включите филамент.

6. Сравните высоту пиков для m/z 18 и m/z 28. Если высота пика m/z 28 в два раза больше высоты пика m/z 18, то это означает, что есть утечка.

7. Если установлена утечка вакуума, то выключите прибор, как описано в Разделе 2.4.2 «Выключение прибора», стр. 24. Отключите выключатель электропитания прибора.
8. Следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления утечки вакуума, описанным в Разделе 10.6.2 «Проверка вакуума МС на течь», стр. 219.



Примечание

Если подсоединено дополнительное устройство для ввода пробы, то стандартная проверка вакуума на утечку может не сработать, даже если нет утечки в ГХ/МС. Недостаточная продувка может оказаться причиной того, что пик 28 m/z окажется выше пика 18. Если такое произойдет, увеличьте общий поток ГХ примерно до 200 мл/мин для продувки.

10.6.4 Проверка вакуума на утечку с помощью петролейного эфира



Примечание

Меры предосторожности при проведении проверки вакуума на утечку с помощью петролейного эфира:

1. Используйте только петролейный эфир.
2. Не проливайте петролейный эфир на электронику.
3. Не допускайте попадания петролейного эфира на любые другие участки, кроме поверхности контакта интерфейса и колонки.

Эта процедура основывается на всасывании, которое происходит в случае течи вакуума МС. Если есть течь, то петролейный эфир, нанесенный на поверхность контакта колонки и интерфейса, появится в то же самое время в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"), как пик m/z 43. Проверка вакуума проводится по наблюдению за изменением пика m/z 43.



1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку **Регулировка (Tuning)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Регулировка» ("Tuning").
2. Нажмите на иконку **Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").
3. В окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor") установите значение m/z для отслеживаемого иона на 43 (фрагмент иона петролейного эфира). Установите коэффициент увеличения на 50 - 100.
4. Установите напряжение на детекторе примерно на 0.60 - 1.00 кВ.
5. Включите филамент.
6. Наберите в шприц петролейный эфир.
7. Нанесите петролейный эфир на поверхность соприкосновения дверцы и между колонкой и интерфейсом.
8. Наблюдайте за пиком m/z 43 в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Если будут наблюдаться большие изменения (возрастание) пика m/z 43, то это означает, что есть утечка.





9. Повторите процедуры, описанные в пунктах 7 и 8. Если изменений пика m/z 43 не будет, то это значит, что утечек нет.
10. Если обнаружена утечка в вакууме, то следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления утечек вакуума, описанным в Разделе 10.6.2 «Проверка вакуума МС на течь» стр. 219.

Установка программного обеспечения

В этом разделе описывается, как заново установить GCMSsolution, в случае если какое-нибудь приложение работает не корректно.

10.7.1 Перед установкой

Проведите проверку по следующим пунктам перед тем, как устанавливать программное обеспечение.

- Установочные диски

Программа установки находится на DVD-ROM.

Эта программа сжимает программные диски, хранящиеся на CD-ROM и во время установки копирует их на жесткий диск ПК.

- Программное обеспечение устанавливается на Windows. Убедитесь, что на компьютере установлена подходящая ОС.
- Если Вы собираетесь переустановить программное обеспечение GCMSsolution, сначала полностью удалите программное обеспечение GCMSsolution. Обратитесь к Разделу 10.7.3 «Удаление GCMSsolution», стр. 232.

10.7.2 Установка GCMSsolution

1. Включите ПК и войдите в Windows. Поместите диск установки GCMSsolution в DVD-ROM.



Примечание

Если после запуска Windows появится окно «Мастер установки нового оборудования», нажмите кнопку **Отменить** и закройте окно. Это означает, что драйвер для MC не установлен на ПК. Установите драйвер после установки GCMSsolution. Обратитесь к Разделу 10.8.2 «Установка драйвера для MC», стр. 236.

Появится диалоговое окно автозапуска ("Autorun").

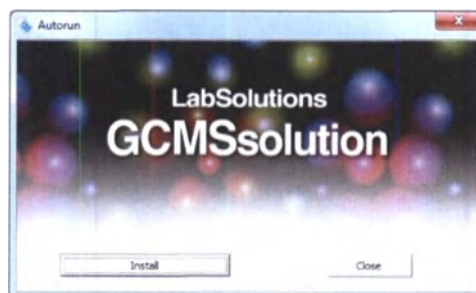


Рисунок 10.22 Диалоговое окно автозапуска ("Autorun")

В случае использования Windows Vista возможно появление диалогового окна «Программа требует вашего разрешения для продолжения» ("A program needs your permission to continue"). В этом случае нажмите кнопку **Продолжить (Continue)** для продолжения.

В случае использования Windows 7 возможно появление диалогового окна «Вы действительно разрешаете внести изменения следующей программе на этом компьютере?» ("Do you want the following program to allow changes to this computer?"). В этом случае кликните кнопку **Да (Yes)** для продолжения.



Примечание

- В случае использования Windows 7, если окно «Автозапуск» ("Autorun") не появляется автоматически, выберите пункт «Выполнить» в меню «Пуск». Введите "E:\autorun.exe" и нажмите кнопку Ввод [Enter] (В этом примере "E:" указывает на DVD-ROM)

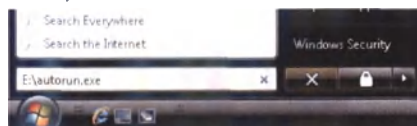


Рисунок 10.23 Меню Пуск

- В случае использования Windows XP выберите пункт «Выполнить» в меню «Пуск». В случае использования Windows Vista выберите Start menu > All Programs > Accessories > Run. Введите E:\ Autorun.exe в качестве имени программы для выполнения и нажмите кнопку OK.

- Кликните кнопку **Установка (Install)** в диалоговом окне автозапуска ("Autorun"). Отобразится окно «Мастер установки GCMSsolution» ("Welcome to the InstallShield Wizard for GCMSsolution").

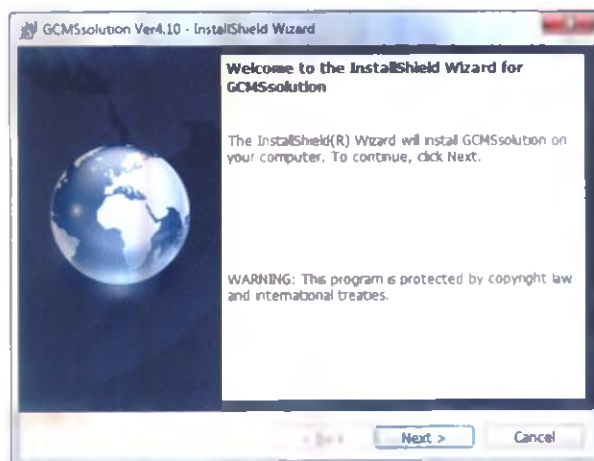


Рисунок 10.24 Диалоговое окно «Мастер установки GCMSsolution»
("Welcome to the InstallShield Wizard for GCMSsolution")

Появление этого окна произойдет примерно в течение одной минуты.

3. Кликните **Далее (Next)** в окне «Мастер установки GCMSsolution» ("Welcome to the InstallShield Wizard for GCMSsolution").
Отобразится «Установка GCMSsolution» ("Install GCsolution").

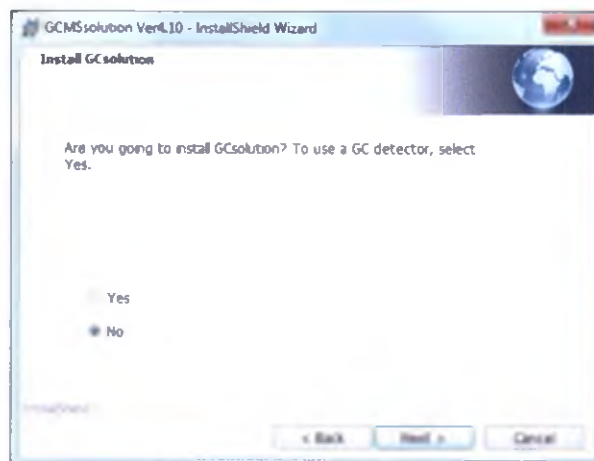


Рисунок 10.25 Диалоговое окно «Установка GCMSsolution» ("Install GCsolution")

4. Для использования GC детектора выберите **Да (Yes)** в окне «Установка GCMSsolution» ("Install GCsolution") и нажмите кнопку **Далее (Next)**.
Отобразится диалоговое окно «Выбор режима аутентификации пользователя» ("User Authentication Mode Select").

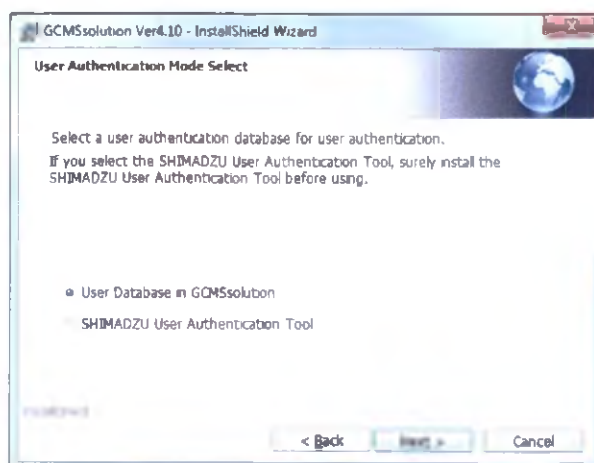


Рисунок 10.26 Диалоговое окно «Выбор режима аутентификации пользователя» ("User Authentication Mode Select")

5. Определите режим аутентификации пользователя.
Если не используется CLASS- Agent, выберите **База данных пользователей в GCMSsolution (User Database in GCMSsolution)**. При использовании CLASS-Agent прочитайте примечание ниже и выберите нужный режим.



Примечание

- Если вы используете опциональное программное обеспечение CLASS-Agent, вы можете управлять информацией с помощью инструмента аутентификации пользователя Shimadzu. Данный инструмент позволяет использовать информацию при работе другого программного обеспечения (например, CLASS-Agent или GCsolution).
- При использовании инструмента аутентификации пользователя Shimadzu для управления информацией пользователя убедитесь, что установлена версия этой программы 1.09 или более поздняя. Если программное обеспечение используется на 64-битной версии Windows 7, убедитесь, что установлена версия 1.10 или более поздняя версия этой программы.
- Если инструмент аутентификации пользователя Shimadzu установлен для использования уже после запуска ПО GCMSsolution, информация пользователя будет переключена на информацию, управляемую инструментом аутентификации пользователя Shimadzu. В связи с этим, пользователи, использующие ПО GCMSsolution и не авторизованные в системе аутентификации пользователей Shimadzu, должны пройти регистрацию. Зарегистрируйте пользователей в соответствии с разделом «2.4 Регистрация (изменение/удаление) пользователей» в инструкции на ПО GCMSsolution. В случае совпадения имени или ID пользователя в программных пакетах GCMSsolution и инструменте аутентификации пользователя Shimadzu, пароль и другая информация пользователя в инструменте аутентификации пользователя Shimadzu сохраняется.
- Для более подробной информации по установке инструмента аутентификации пользователя Shimadzu и настроек системы обратитесь к инструкции на это программное обеспечение.

6. Нажмите на кнопку **Далее (Next)** в окне «Выбор режима аутентификации пользователя» ("User Authentication Mode Select"). Появится окно «Информация о пользователе» ("Customer Information").

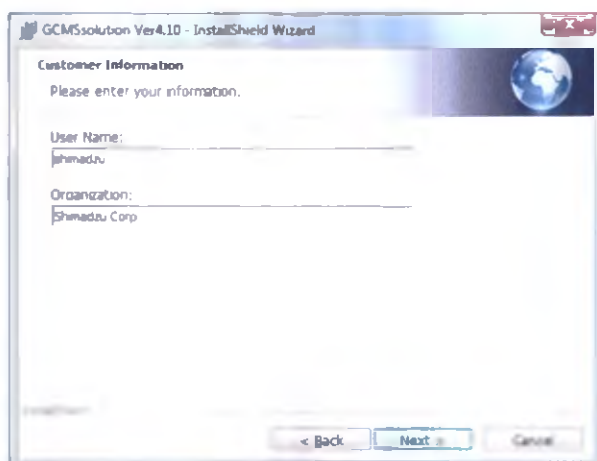


Рисунок 10.27 Диалоговое окно «Информация о пользователе» ("Customer Information")

7. В окне «Информация о пользователе» ("Customer Information") введите имя пользователя (User Name) и название отдела компании, в которой работает пользователь (Organization), и нажмите на кнопку **Далее (Next)**. Появится окно «Выбор места установки» ("Destination Folder"). Приложение GCMSsolution будет установлено в папку, указанную в окне «Выбор места установки» ("Destination Folder").

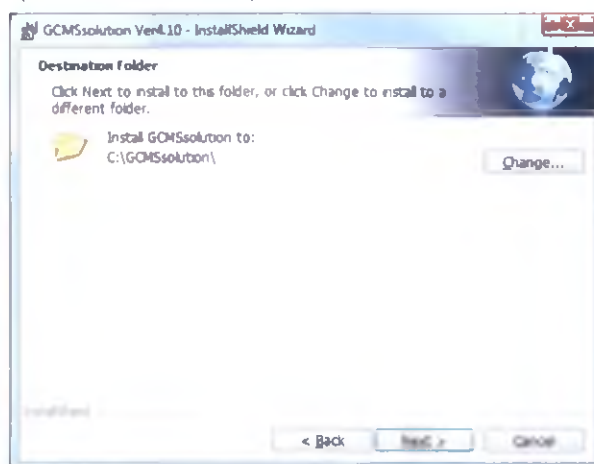


Рисунок 10.28 Диалоговое окно «Выбор места установки» ("Destination Folder")

8. Чтобы изменить папку, нажмите на кнопку **Изменить (Change)** в окне «Выбор места установки» ("Destination Folder"). Откроется окно «Выбор папки» ("Change Current Destination Folder").

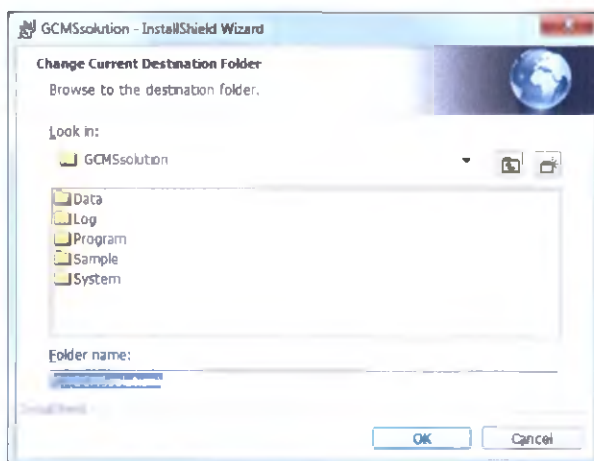


Рисунок 10.29 Диалоговое окно «Выбор папки» ("Change Current Destination Folder")

Выберите папку для установки ПО GCMSsolution.



Примечание

Обычно необходимо остановить выбор на предлагаемом варианте папки.



Примечание

Это примечание необходимо использовать в любом из следующих случаях:

- При использовании ОС Windows XP Professional (или Windows Vista, или Windows 7) в сочетании с многопользовательским доступом все пользователи могут использовать GCMSsolution.

При условиях, перечисленных выше, данные измерений и файлы метода, созданные пользователем Windows, могут быть не доступны другим пользователям Windows. Это связано с тем, что (1) функции безопасности по умолчанию для вновь созданных файлов являются более жесткими в Windows XP, и (2) функции пользовательского контроля (UAC), представленные в Windows Vista или Windows 7, влияют на соответствующие операции. Для устранения проблемы доступа к информации ПО GCMSsolution автоматически изменяет настройки безопасности при создании папки и подпапок в процессе установки, в результате чего все пользователи Windows могут совместно использовать файлы данных, файлы методов и т.д.

Таким образом, если вы создаете новые папки с данными в любом месте, отличном от тех папок и подпапок данных, созданных при установке ПО, файлы могут оказаться недоступными для других пользователей. Для решения этой проблемы необходимо изменить функции безопасности для созданной вами папки, используя системные настройки Windows.

Нажмите на кнопку **ОК**. На экране вновь появится диалоговое окно «Выбор места установки» ("Destination Folder").

9. Нажмите на кнопку **Далее Next**. Откроется Диалоговое окно «Готовность к установке программы» ("Ready to Install the Program").

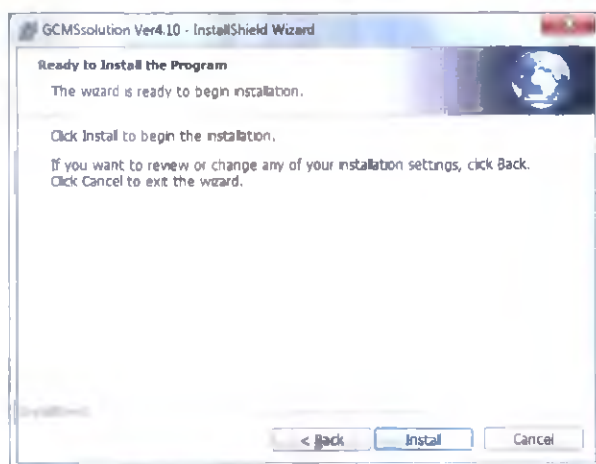


Рисунок 10.30 Диалоговое окно «Готовность к установке программы» ("Ready to Install the Program")

- 10.** Кликните кнопку **Установить (Install)** в диалоговом окне «Готовность к установке программы» ("Ready to Install the Program").
Откроется диалоговое окно «Установка GCMSsolution» ("Installing GCMSsolution") и ПО GCMSsolution будет установлено.

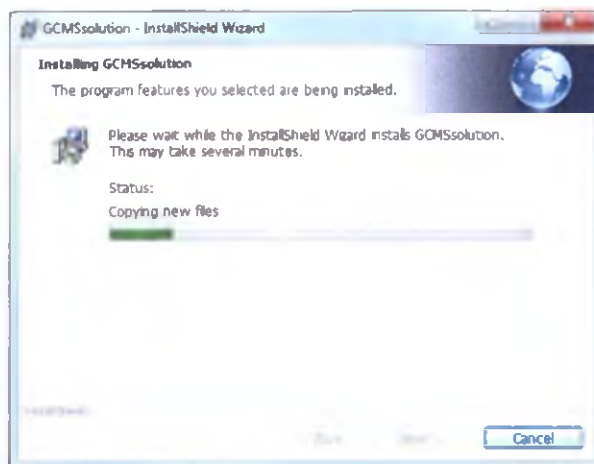


Рисунок 10.31 Диалоговое окно «Установка GCMSsolution» ("Installing GCMSsolution")



Примечание

Чтобы отменить установку, кликните **Отмена (Cancel)**.
Откроется диалоговое окно для подтверждения прерывания установки.

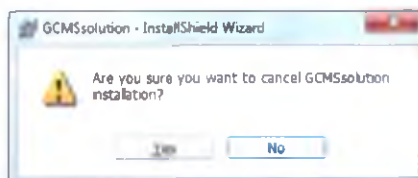


Рисунок 10.32 Диалоговое окно для подтверждения прерывания установки

Чтобы продолжить установку, кликните кнопку **Нет (No)**. Чтобы остановить установку, кликните кнопку **Да (Yes)**.

- 11.** В случае выбора **Да (Yes)** на шаге 4 в диалоговом окне «Установка GCsolution» ("Install GCsolution") продолжите установку GCsolution. После запуска установки открывается диалоговое окно GCsolution.

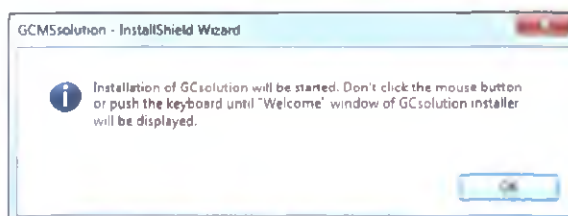


Рисунок 10.33 Диалоговое окно

Нажмите на кнопку **ОК**. Начнется установка GCsolution. С этого момента выберите информацию о пользователе, папку установки и используйте фактор разбавления.



Примечание

Управление GCsolution происходит при использовании базы данных аутентификации пользователей, отличной от GCMSsolution. Пользователи должны быть зарегистрированы в системе менеджмента пользователей программы GCsolution.

12. Установите драйвер.

- (1) В случае использования ОС Windows XP возможно появление нижеследующего сообщения. В этом случае нажмите на кнопку **Все равно продолжить (Continue Anyway)** и перейдите к шагу 13.



Рисунок 10.34 Диалоговое окно «Установка программного обеспечения» ("Software Installation")

- (2) Открывается диалоговое окно «Вы хотели бы установить ПО для этого устройства?» ("Would you like to install this device software?"). Нажмите на кнопку **Установить (Install)**.



Рисунок 10.35 Диалоговое окно «Вы хотели бы установить ПО для этого устройства?» ("Would you like to install this device software?")

USB драйвер для MC будет установлен.

- (3) Если отображается нижеследующее сообщение, нажмите на кнопку **Установить (Install)**.

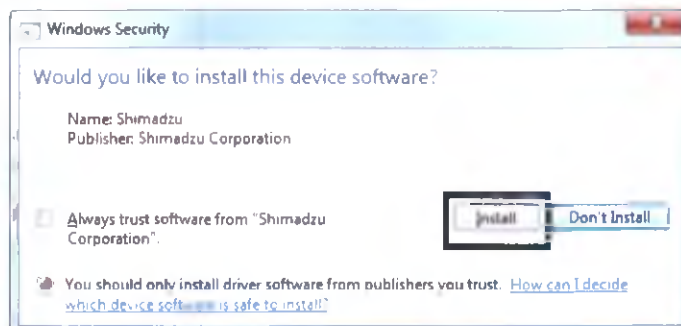


Рисунок 10.36 Диалоговое окно «Вы хотели бы установить ПО для этого устройства?» ("Would you like to install this device software?")

- 13.** При открытии окна установки ПО GCMSsolution нажмите на кнопку **Завершить (Finish)**.

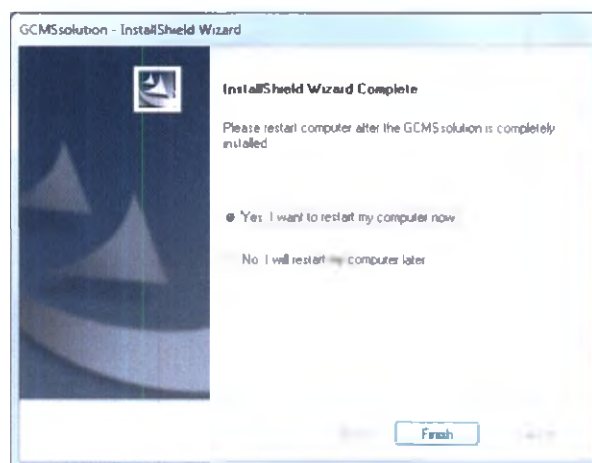


Рисунок 10.37 Диалоговое окно «Мастер завершения установки» ("InstallShield Wizard Complete")



Примечание

В случае выбора варианта «Нет, я перезагружу мой компьютер позже» («No, I will restart my computer later»), убедитесь в том, что компьютер будет выключен и снова включен.

Удаление ПО GCMSsolution

В случае использования ОС Windows 7

1. В меню **Пуск (Start)** выберите **Панель управления (Control Panel)**.
2. Кликните **Удаление программы (Uninstall a Program)**.

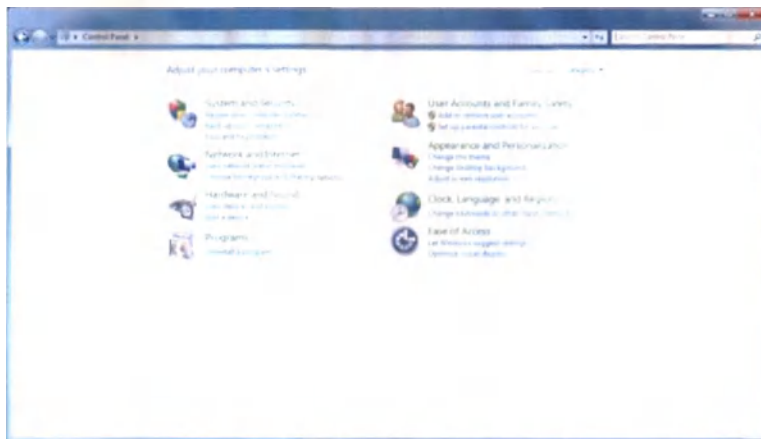


Рисунок 10.38 Панель управления Windows (Windows Control Panel)

3. В списке программ выберите **GCMSSolution** и нажмите на кнопку **Удалить (Uninstall)**.



Рисунок 10.39 Окно «Установка или удаление программ»
("Uninstall or change a program")

4. В окне «Вы уверены, что хотите удалить GCMSsolution?» ("Are you sure you want to uninstall GCMSsolution?") нажмите на кнопку **Да (Yes)**.

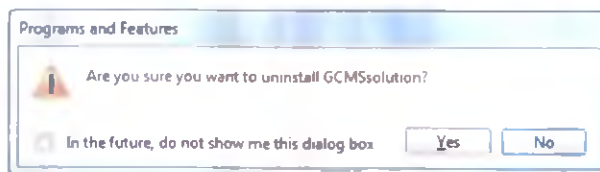
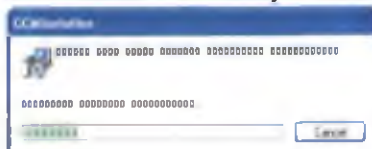


Рисунок 10.40 Диалоговое окно «Программы и свойства» ("Programs and Features")



Примечание

В случае использования ОС Windows XP возможно отображение нижеследующего сообщения. В этом случае подождите, пока произойдет удаление GCMSsolution. Не нажимайте на кнопку **Отмена (Cancel)**.



Примечание

- Для переустановки GCMSsolution после удаления в первую очередь перезагрузите компьютер и затем переустановите GCMSsolution.
- Если GCsolution также было установлено на ряду с GCMSsolution, убедитесь, что ПО GCsolution тоже было удалено.

В случае использования Windows XP и Windows Vista

1. В меню Пуск (Start) выберите Панель управления (Control Panel).

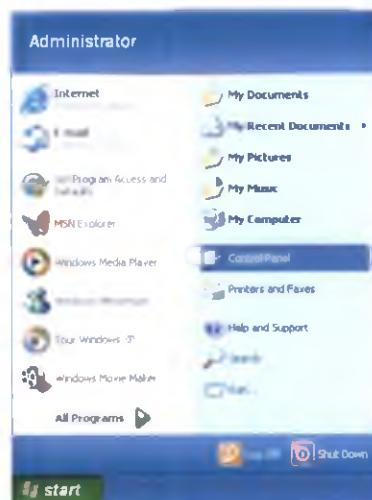


Рисунок 10.41 Меню Пуск

Откроется «Панель управления» ("Control Panel").

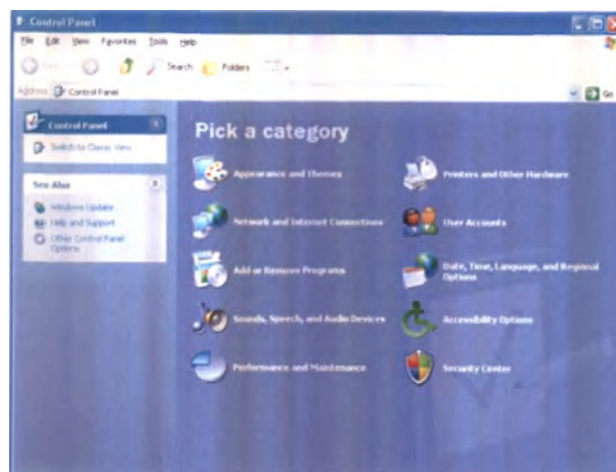


Рисунок 10.42 Панель управления

2. В случае использования Windows XP нажмите на иконку **Добавить или удалить программы (Add or Remove Programs)**.
В случае использования Windows Vista переключите **Панель управления (Control Panel)** в режим классического просмотра и два раза нажмите на **Программы и свойства (Programs and Features)**.
Откроется диалоговое окно «Добавить или удалить программы» ("Add or Remove Programs").
3. В списке программ выберите «GCMSSolution». Кликните кнопку **Удалить (Remove)**.

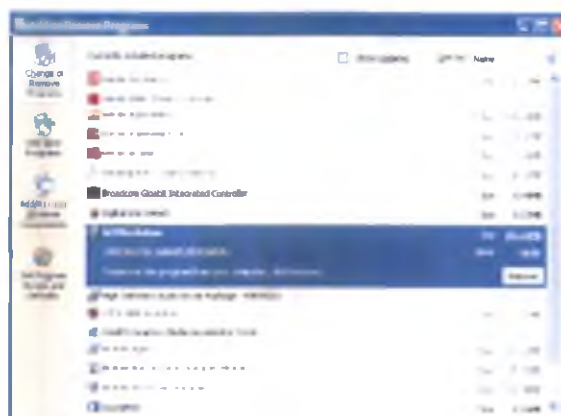


Рисунок 10.43 Диалоговое окно «Добавить или удалить программы» ("Add or Remove Programs")

4. В окне подтверждения нажмите на кнопку **Да (Yes)**, чтобы завершить удаление программы GCMSSolution.



Рисунок 10.44 Диалоговое окно «Добавить или удалить программы» ("Add or Remove Programs")



Примечание

В процессе удаления возможно появление диалогового окна «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?"). Нажмите на кнопку **Да, для всех (Yes To All)**, так как все эти файлы используются только для GCMSsolution.

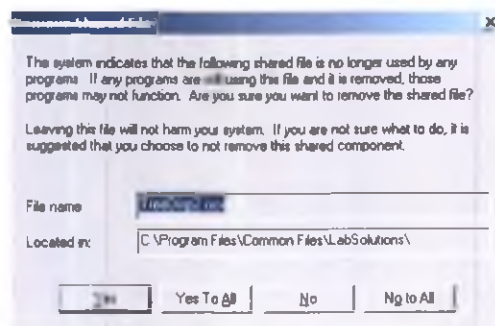


Рисунок 10.45 Диалоговое окно «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?")

После нажатия кнопки **Да, для всех (Yes to All)** все общие файлы, не используемые системой, будут удалены. Кликните кнопку **Да (Yes)** для того, чтобы удалить файл, отображаемый в данный момент времени.

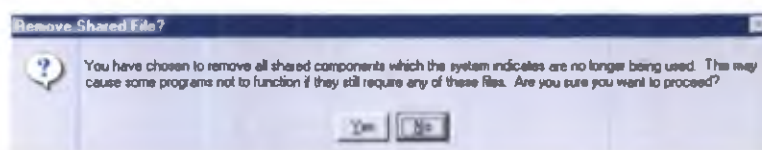


Рисунок 10.45 Диалоговое окно «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?")



Примечание

- Для переустановки GCMSsolution после удаления в первую очередь перезагрузите компьютер и затем переустановите GCMSsolution.
- Если GCsolution также было установлено на ряду с GCMSsolution, убедитесь, что ПО GCsolution тоже было удалено.

10.8

➤ 10 Обслуживание

Подключение ПК к прибору

В этом разделе приведено описание того, как подключить MC блок к компьютеру и установить MC драйвер.

10.8.1 Подключите ПК к прибору

MC подключается к ПК с помощью кабеля USB.

Вставьте один конец кабеля в USB разъем ПК, а другой - в USB разъем на задней стенке MC блока.

Какие-либо другие установки не требуются.



Примечание

Всегда используйте USB кабель, рекомендуемый Shimadzu.

Как следует подсоедините USB кабель, чтобы предотвратить возможность его отсоединения.

10.8.2 Установка драйвера для MC



Примечание

Программа GCMSSolution должна быть установлена до установки драйвера для MC.

В Windows Vista драйвер устанавливается автоматически, когда MC подсоединяется к ПК с помощью USB кабеля. В Windows XP установите драйвер согласно следующей процедуре:

1. Подключите MC к ПК с помощью USB кабеля. Включите компьютер. Windows автоматически обнаружит новое оборудование и откроется диалоговое окно «Найдено новое оборудование» («Found New Hardware Wizard»).
2. Выберите «Нет, не в этот раз» ("No, not this time") и нажмите на кнопку **Далее (Next)**. Откроется следующее окно.



Рисунок 10.47 «Найдено новое оборудование» ("Found New Hardware Wizard")

3. Выберите «Установить программу автоматически (Рекомендуется)» ("Install from the list or specific location (Advanced)") и нажмите на кнопку **Далее (Next)**. Установка драйвера начнется автоматически.



Рисунок 10.48 «Найдено новое оборудование» ("FoundNewHardwareWizard")

4. Выберите "Поиск лучшего драйвера", введите "C:\GCMSsolution\Program" в адресной строке и нажмите на кнопку **Далее (Next)**.



Рисунок 10.49 "Пожалуйста, задайте параметры поиска и установки" ("Please choose your search and installation options")

Установка драйвера начнется автоматически.



Рисунок 10.50 «Пожалуйста, подождите, пока установится драйвер» ("Please wait while the wizard installs the software")

5. Если появится нижеследующее сообщение, то нажмите на кнопку «Все равно продолжить» [Continue Anyway].

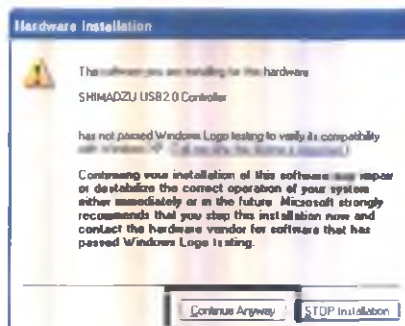


Рисунок 10.51 Установка оборудования ("Hardware Installation")

6. Когда отобразится нижеприведенное окно, нажмите на кнопку **Готово (Finish)**.



Рисунок 10.52 «Завершение установки нового оборудования»
("Completing the Found New Hardware Wizard")

Используйте следующую процедуру, чтобы убедиться, что MC драйвер установлен должным образом.

7. В меню **Пуск (Start)** выберите **Панель управления (Control Panel)**.

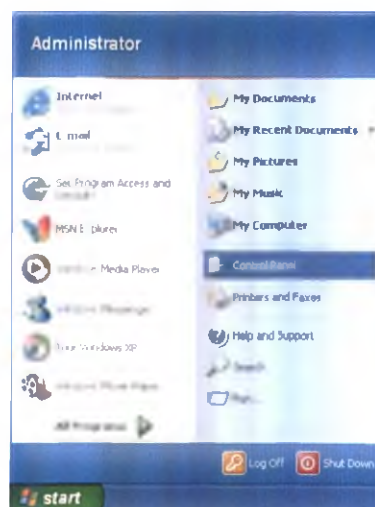


Рисунок 10.53 Меню Пуск

8. Откроется окно «Панель управления» ("Control Panel"). Нажмите на иконку **Производительность и Обслуживание** (Performance and Maintenance).

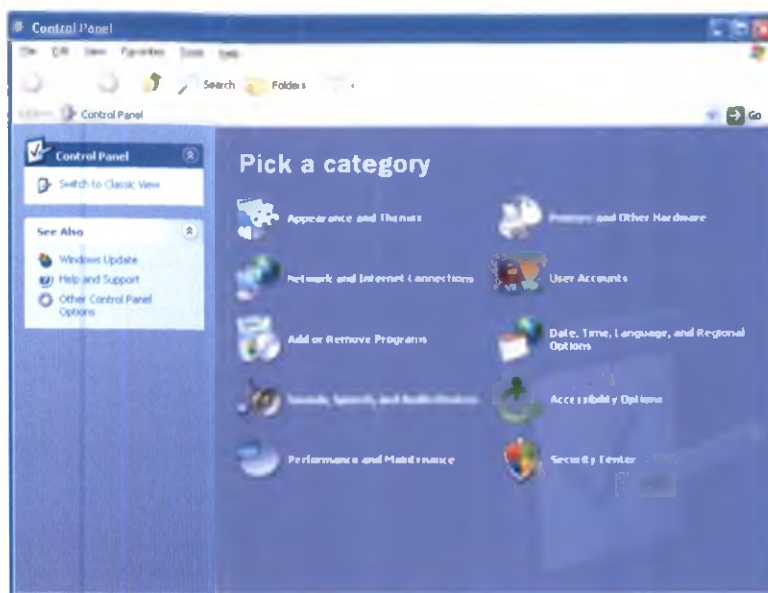


Рисунок 10.54 Панель управления

9. Нажмите на **Система (System)**, чтобы открыть диалоговое окно «Свойства системы» ("System Properties").

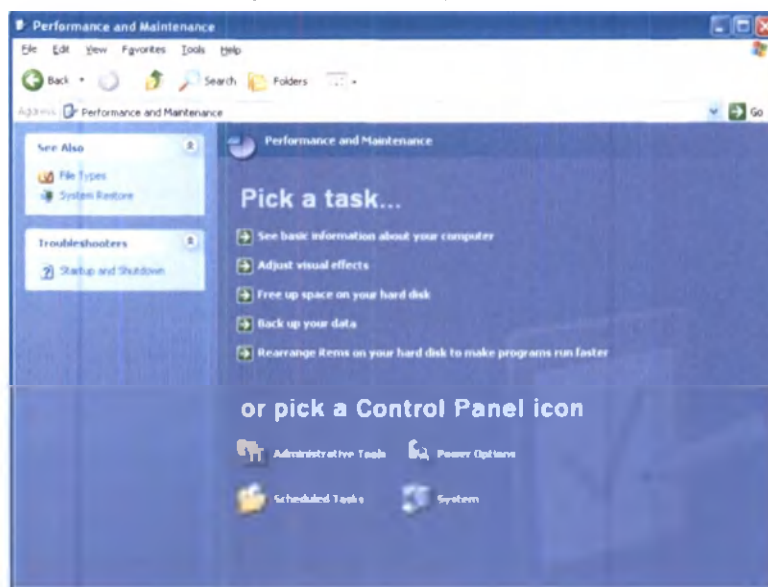


Рисунок 10.55 «Производительность и обслуживание» ("Performance and Maintenance")

10. Нажмите на закладку **Оборудование (Hardware)**, затем на кнопку **Диспетчер устройств (Device Manager)**.

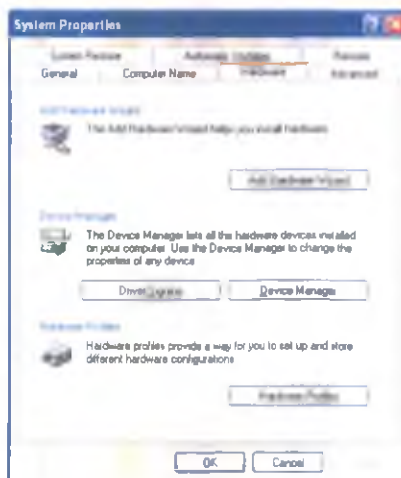


Рисунок 10.56 Диалоговое окно «Свойства системы» ("System Properties")

11. Откроется диалоговое окно «Диспетчер устройств» ("Device Manager"). Проверьте, что под "Universal Serial Bus controllers" отображена надпись «Shimadzu USB2.0 Controller».

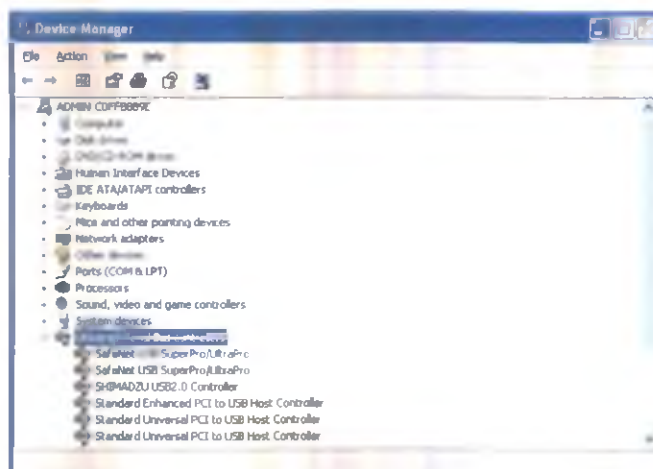


Рисунок 10.57 Диалоговое окно «Диспетчер устройств» ("Device Manager")

Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов

Периодичность использования и время использования расходных материалов регистрируется в окне «Состояние прибора» (GCMSsolution Instrument Monitor).

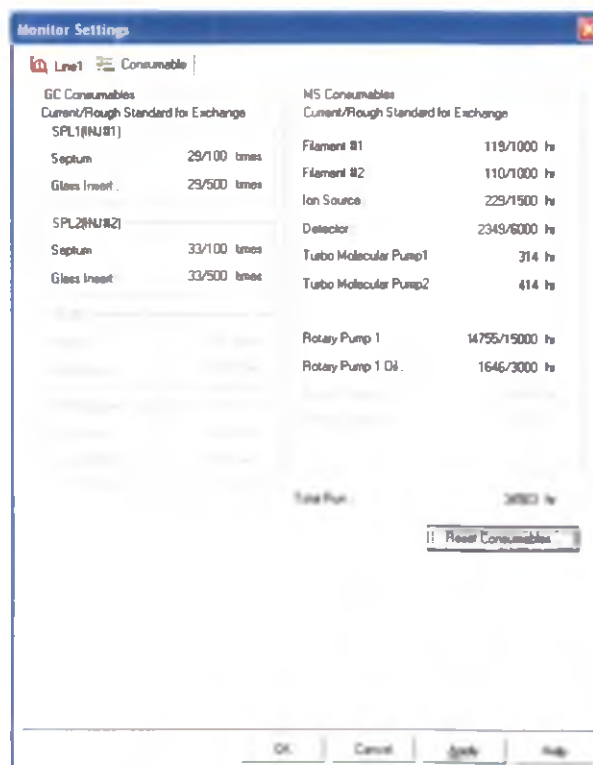
В этом разделе описывается процедура сброса показаний периодичности и времени использования расходных материалов.

После смены расходных материалов или чистки ионного источника обязательно сбросьте показания периодичности и времени использования расходных материалов, для этого совершите процедуру описанную ниже.

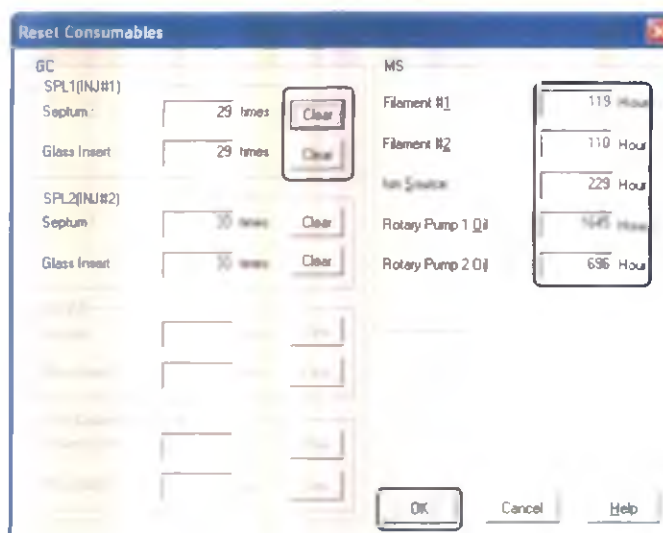
1. В окне «Состояние прибора» ("Instrument Monitor") нажмите на кнопку **Детали (Detail)**.



2. Откройте закладку «Расходные материалы» (Consumable) в окне «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"). Затем, нажмите на кнопку «Смена расходных материалов» (Reset Consumables).



3. Нажмите на кнопку «Очистить» ("Clear") или введите "0" в ячейки времени использования расходных материалов, которые Вы только что заменяли или чистили. Нажмите **OK**. Система перейдет к предыдущему окну.



4. Чтобы закрыть окно «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"), нажмите **OK**.

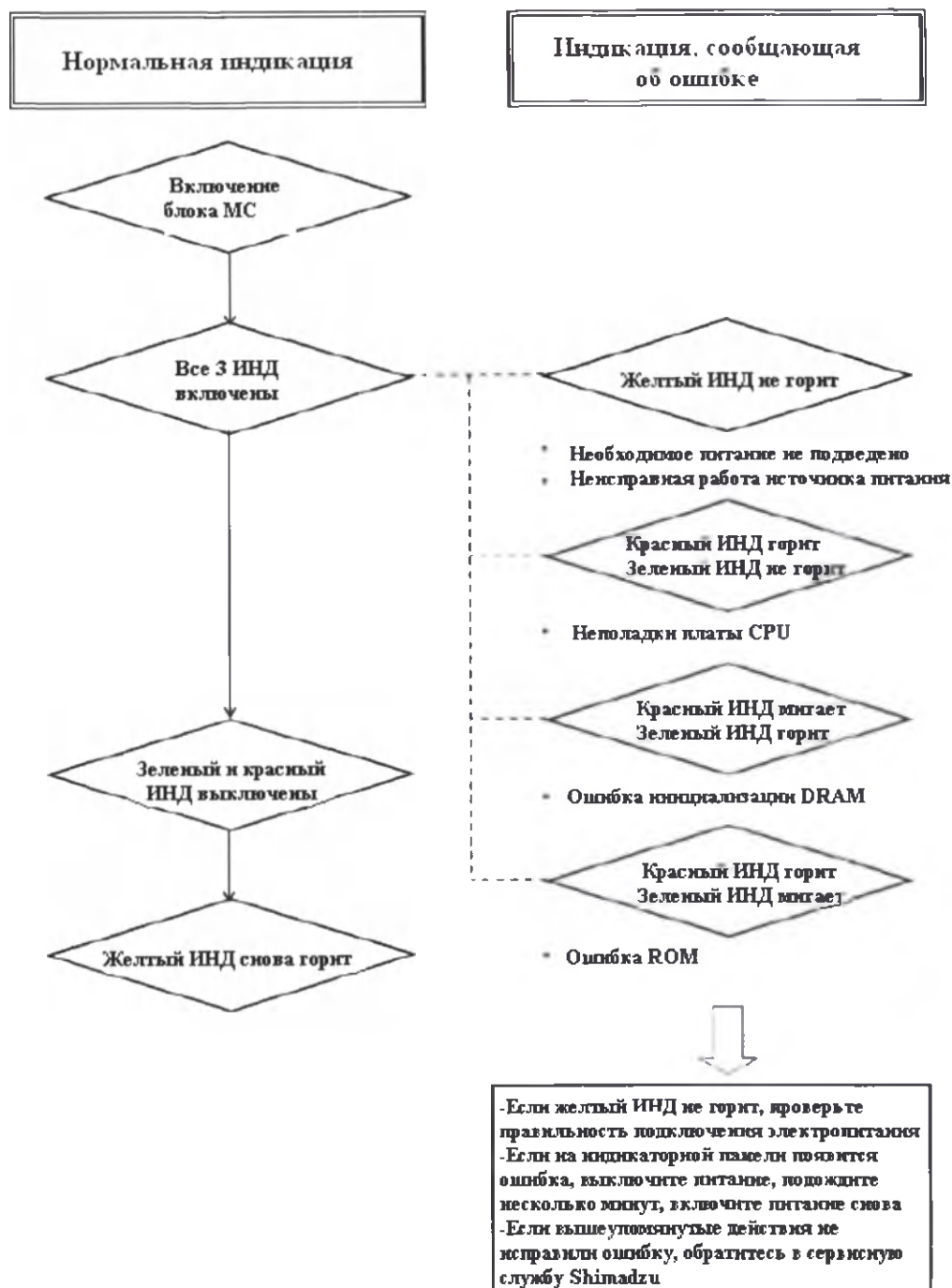
11.1

11 Диагностика неисправностей

Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению

В этом разделе описываются эксплуатационные проблемы, которые могут возникнуть во время анализа, причины этих проблем и рекомендуемые решения. Если признаки проблемы сохраняются после корректных попыток ее устранения или если возникают другие проблемы, свяжитесь с сервисным отделом Shimadzu.

11.1.1 Индикация статуса ошибки масс-спектрометра



11.1.2 Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution

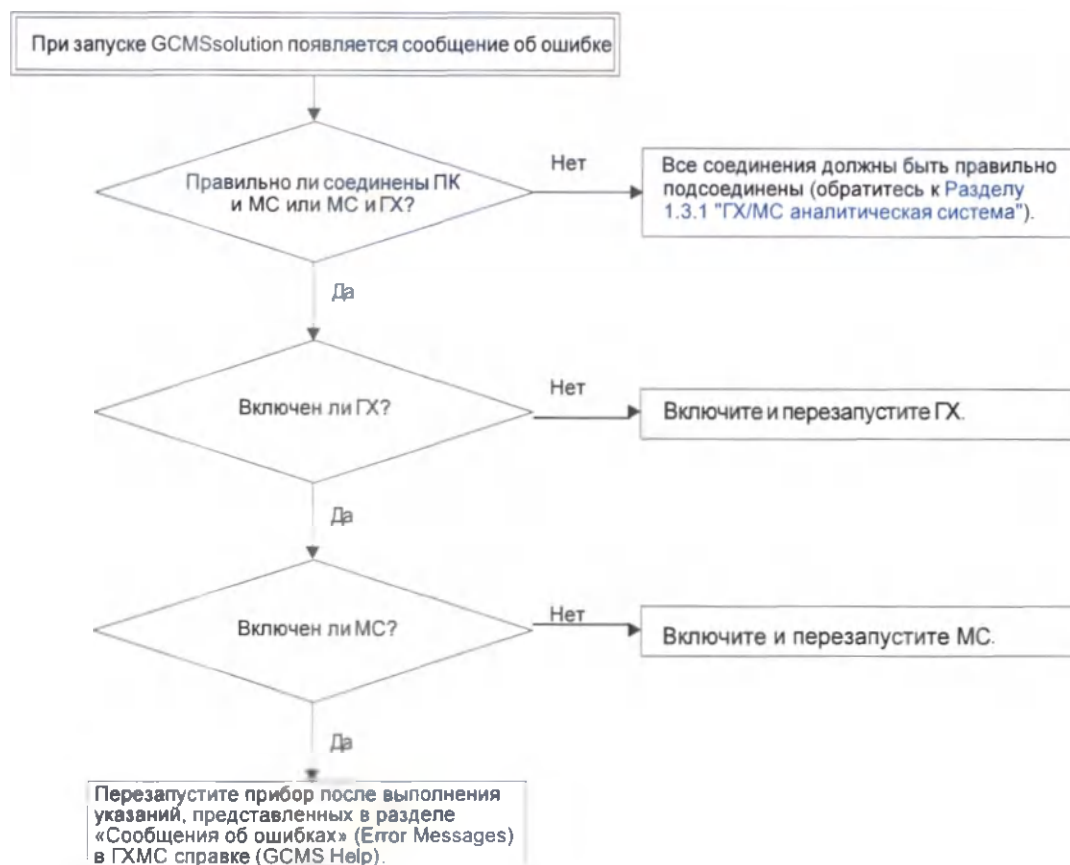


Рисунок 11.58 Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution

11.1.3 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы

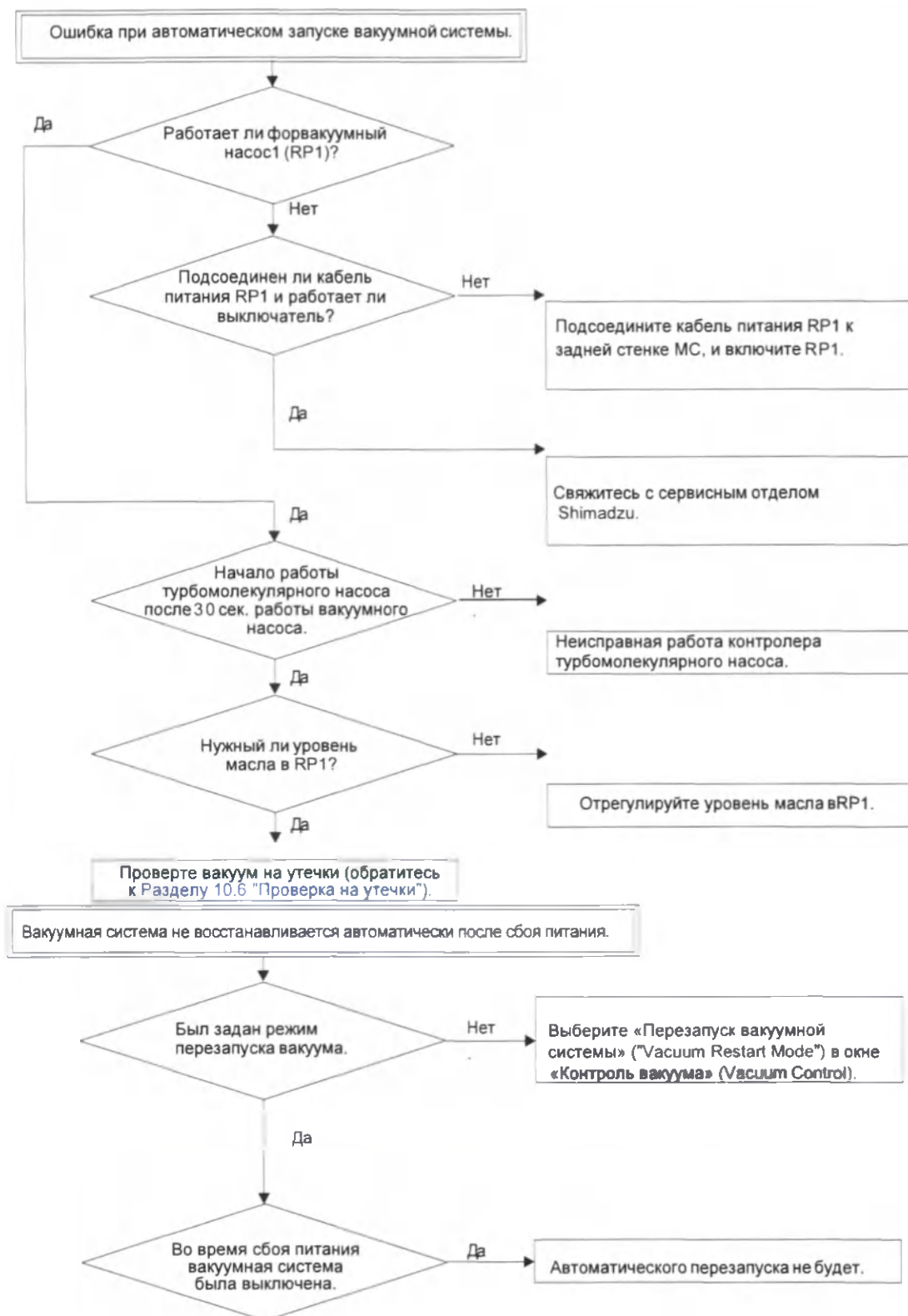


Рисунок 11.59 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы

11.1.4 Ошибки при включении филамента

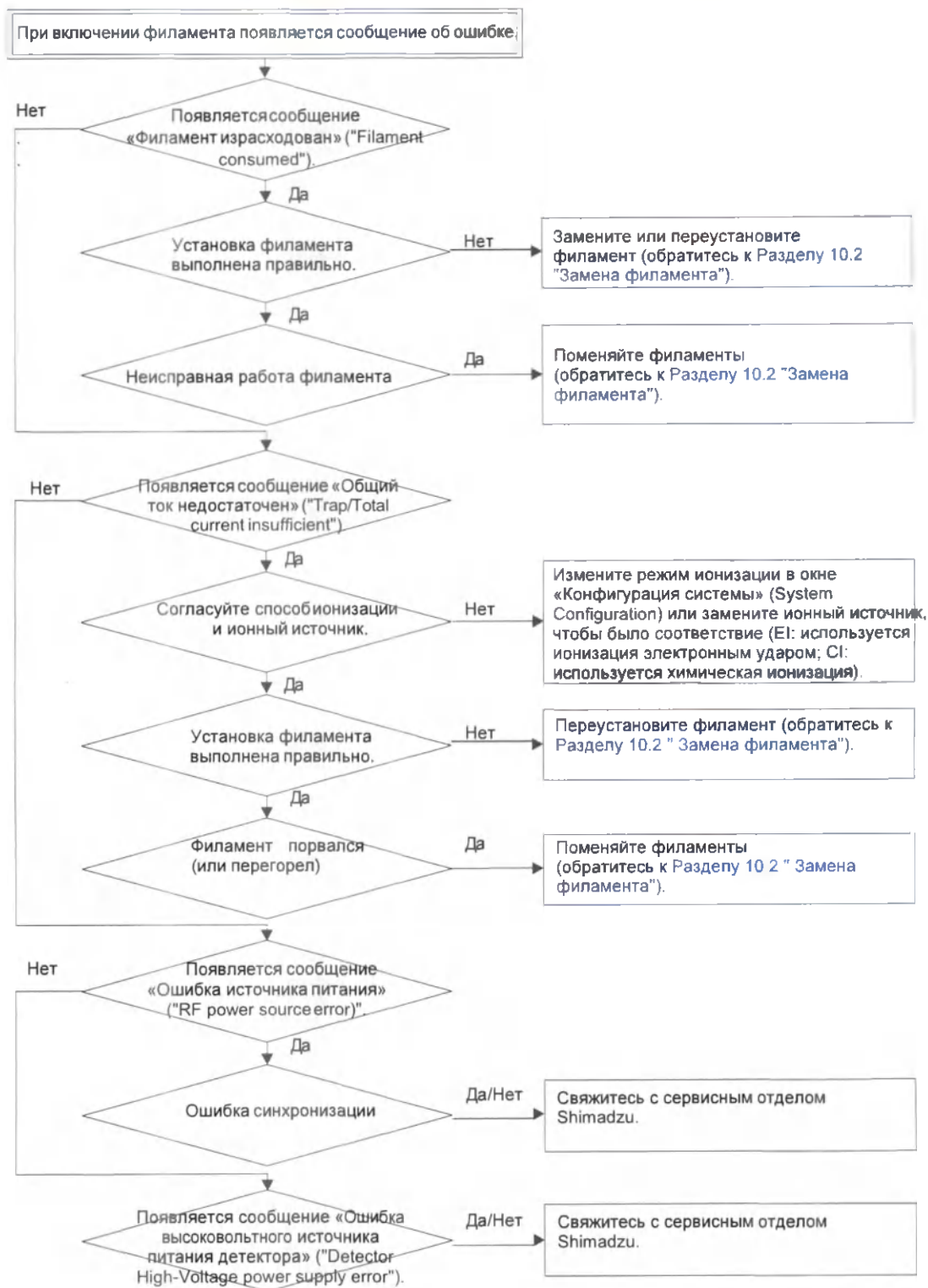


Рисунок 11.60 Ошибки при включении филамента MC

11.1.5 Ошибки автонастройки и анализа

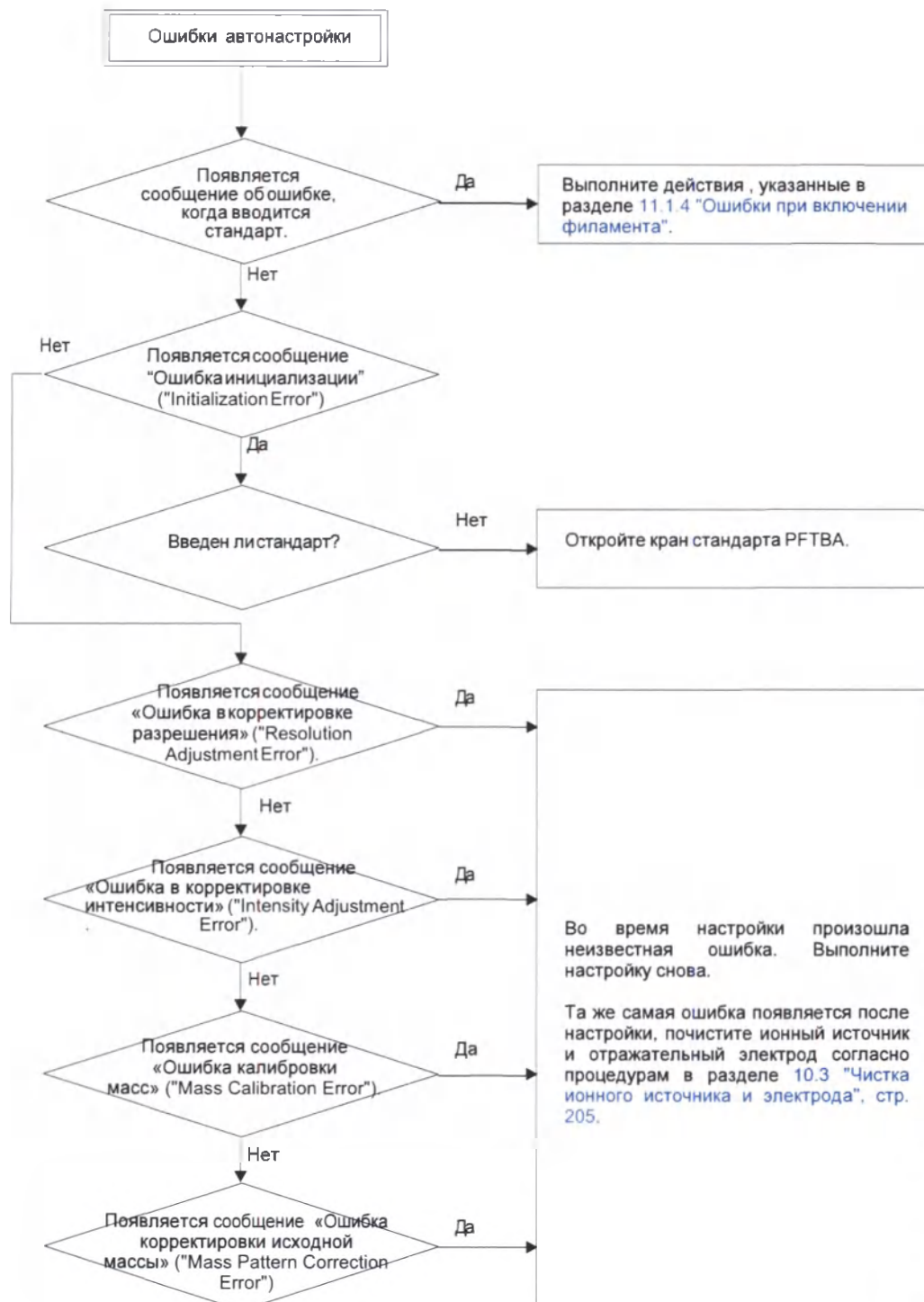


Рисунок 11.61 Ошибки автонастройки

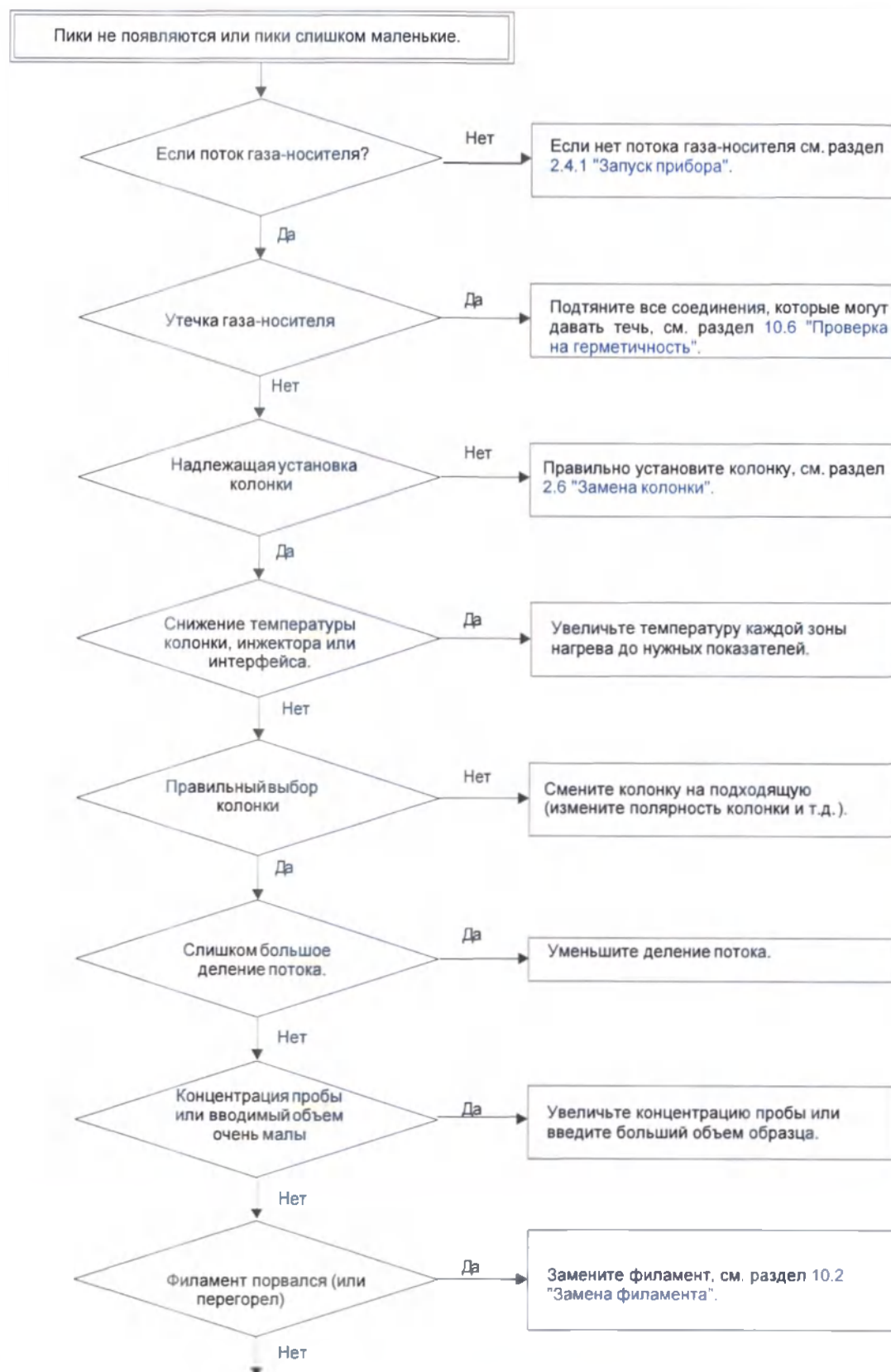




Рисунок 11.62 Нет пиков или пики слишком маленькие

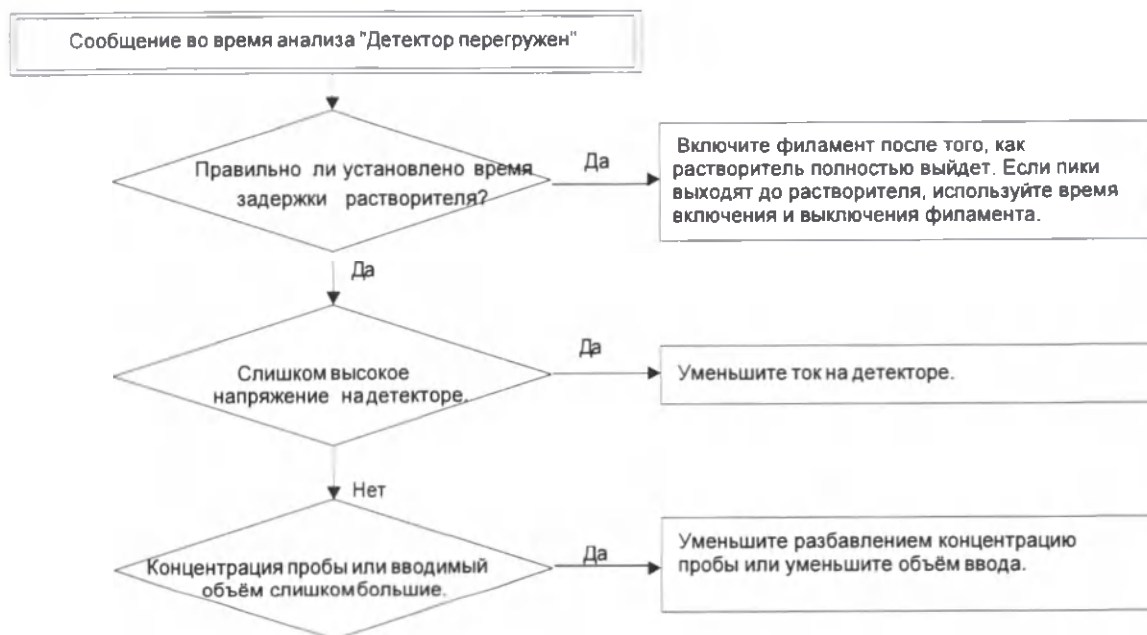


Рисунок 11.63 Ошибки во время анализа

11.2

11 Диагностика неисправностей

Защитные функции вакуумной системы

В этом разделе описываются функции защиты, если в вакуумной системе обнаружена неисправность.

11.2.1 Обзор

Три параметра отслеживают набор вакуума в GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE.

Защита системы происходит, когда в работе обнаружена ошибка.

- Состояние турбомолекулярного насоса.
- Остаточное давление турбомолекулярного насоса. (Остаточное давление показывает низкий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))
- Вакуум в корпусе анализатора. (Значение вакуума показывает высокий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))

Высокий вакуум не показывается, когда ионный измеритель установлен на «Ничего» ("None") в окне «Конфигурация системы» (System Configuration).

Высокий вакуум отображается только для модели GCMS-QP2020.

11.2.2 Функционирование защиты

1. Филамент, напряжение на детекторе и питание выключаются, когда происходит следующее:

- (1) Низкий вакуум (больше, чем 100.0 Па (25.0 Па для модели GCMS-QP2010 SE)).
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".
- (3) Высокий вакуум (больше, чем 1.0×10^{-2} Па).

Филамент, напряжение на детекторе и питание опять включаются, если достигнуты следующие условия.

- (1) Низкий вакуум (меньше, чем 80.0 Па (20.0 Па для модели GCMS-QP2010 SE)).
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Готов".
- (3) Высокий вакуум (меньше, чем 0.8×10^{-2} Па).

2. Вакуумная система автоматически отключается, если одно или более из следующих состояний продолжается более 5 минут.

- (1) Низкий вакуум (больше, чем 100.0 Па).
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".

СИД вакуумной системы мигает красным, когда отключается вакуумная система.

Приложение А Обработка пиков и операции с масс-спектром

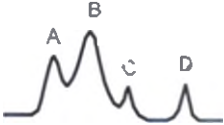
A.1 Параметры интегрирования и обработки пиков

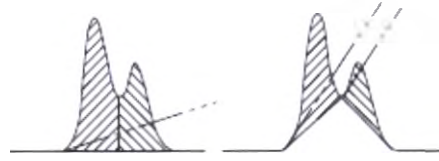
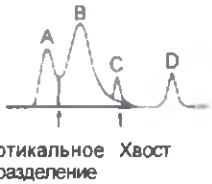
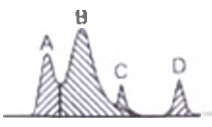
Этот раздел описывает алгоритмы детектирования пиков и виды обработки пиков, которые могут быть применены. Описанные параметры могут использоваться в комбинации, чтобы должным образом обнаруживать и идентифицировать пики.

A.1.1 Параметры интегрирования

В таблице ниже описаны параметры обработки пиков в порядке, в котором происходит обработка. При необходимости дается диапазон установок. Величины значений, используемых по умолчанию, даются в круглых скобках.

Обычно, величины значений, используемых по умолчанию, используются для правильного обнаружения пиков. Для группы хроматограмм определите оптимальные значения, обратитесь к Разделу A.5.1 "Обработка пиков".

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Детектирование пика 	Ширина	Мин. ширина пика 0.04 - 200 сек (2.0 сек)	Устанавливает ширину на полувысоте самого узкого пика, встречающегося во время анализа. 
	Наклон	Чувствительность обнаружения пика 0 - 4E+11 /мин. (100.0 /мин.)	Чувствительность обнаружения пика Наклон = $\tan \theta$ 
	Способ обработки пика	Авто (Площадь)	Автоматически устанавливается наклон так, чтобы число полученных пиков было точно определенным. Если после установления наклона указанное число пиков не достигается, то включаются пики с наибольшей площадью до тех пор, пока не будет достигнуто указанное число пиков
		Авто (Высота)	Автоматически устанавливается наклон, так чтобы число полученных пиков было точно определенным. Если после установления наклона указанное число пиков не достигается, то включаются пики с наибольшей высотой до тех пор, пока не будет достигнуто указанное число пиков.
		Подробно	Задайте параметр. Если обработка пиков проводится в автоматическом режиме, то конечное значение наклона может меняться в таблице обработки пиков.
	Количество пиков	Максимальное количество размечаемых пиков	Если обработка пиков проводится в автоматическом режиме, то можно установить количество размечаемых пиков. Для некоторых хроматограмм заданное количество пиков может быть невозможным для достижения.

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Обработка базовой линии  Базовая линия	Дрейф	Величина колебания базовой линии $-1E+7$ - $1E+7$ /мин (0 = автоматическая обработка)	Различие между пиком и дрейфом базовой линии.  Исправление базовой линии выполняется автоматически, когда дрейф равен 0. Подробнее смотрите Раздел А.1.4 "Дрейф".
Обработка плохо разделившихся пиков  Вертикальное разделение Хвост разделение Измерение площадей пиков 	Нет	Автоматический	Если пики плохо разделились, то их обычно делят в точке минимума вертикальной линией, перпендикулярной к базовой линии. В зависимости от ширины минимума между пиками их можно разделить базовой линией. Подробнее смотрите Раздел А.1.5 "Обработка плохо разделившихся пиков".

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром
А.1 Параметры интегрирования и обработки пиков

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Другое	T.DBL	Время изменения ширины и наклона 0 - 10000 мин	В заданное T.DBL время, параметр ширины пика удваивается, а параметр чувствительности определения делится пополам. Процесс проводится автоматически, если этот параметр равен 0. Подробнее смотрите Раздел А.1.6 "T.DBL"
	Мин. Площадь/высота	Мин. Площадь/высота 0 - 10 ⁹	Пики с площадями (или высотами), которые меньше этого значения, исключаются из поиска по библиотеке и из количественной обработки.
	Метод сглаживания	Нет Стандартный Савицкий-Голай Билатеральный	Для хроматограмм с большими шумами разметка пиков при нормальных условиях обработки может быть выполнена некорректно. В таких ситуациях применение скользящего среднего может провести дополнительное сглаживание. Сглаживание не проводится. Проводит усреднение по скользящему среднему Сглаживание проводится по методу Савицкого-Голая. Сглаживание проводится по билатеральному методу.
	Ширина сглаживания	Диапазон времени проведения сглаживания по скользящему среднему 0 - 200 сек 3 - 25 точек 0,1 - 7 сек	Этот параметр определяет диапазон времени, в течение которого проводится усреднение. Используйте только нечетные числа, при задании количества точек сглаживания в методе Савицкого-Голая. Для билатерального метода значения интенсивностей точек внутри временного диапазона задана в этой опции как усредненное значение.
	Интенсивность сглаживания	Основано на различиях в данных интенсивности 1 - 65535	Этот параметр используется только для билатерального метода сглаживания. Если интенсивность сглаживания повышается, то точки, сильно отличающиеся по интенсивности, будут сглаживаться .
	Кол-во раз сглаживания	Повторения сглаживания 0 - 99	Для данной хроматограммы эффект сглаживания может быть увеличен повторением процедуры скользящего среднего. Этот параметр устанавливает количество повторений.

А.1.2 Ширина

Ширина - это наиболее важный параметр для получения оптимальных результатов при обработке пиков.

Чтобы установить ширину, определите самый узкий пик, который будет идентифицирован на хроматограмме. Используйте значение для ширины меньше, чем значение ширины этого пика на полувысоте. Разметка проводится для пиков, у которых ширина приблизительно равна 1/4 установленной ширины.

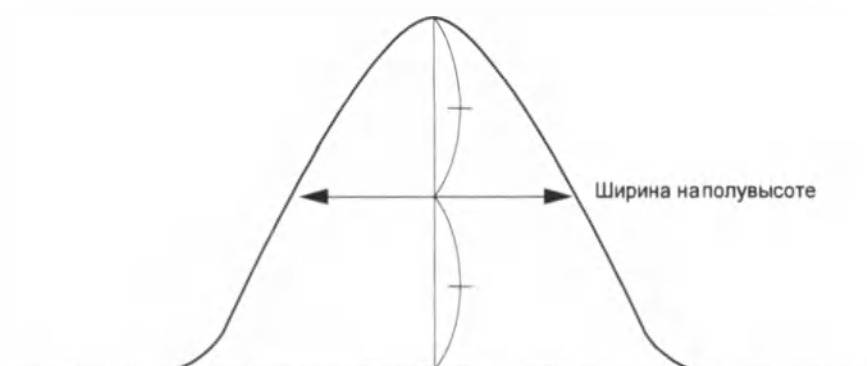


Рисунок А.1 Определение значения полуширины

Если неправильно установлена ширина, то возникнут ошибки в обнаружении и определении площади пиков. Параметр Ширина существенно изменяет способ обработки пиков. Используйте значение, которое соответствует самому узкому пику, который нужно проанализировать, чтобы установить этот параметр.



Примечание

Удаление нежелательных пиков с помощью параметра Ширина
Пики шума обычно более узкие, чем целевые пики. Использование ширины наименьшего целевого пика при задании значения параметра Ширина исключит пики шума из процесса обработки пиков.



Примечание

Ион сравнения и ширина

Ион сравнения является важным фактором, необходимым для идентификации соединений. Пики, для которых разница между временем удерживания пика иона сравнения и временем удерживания целевого иона меньше значения Ширины, причисляются к пикам иона сравнения. Если установлено чрезвычайно низкое значение для параметра Ширина, то соотношение ионов сравнения не может быть вычислено, даже если пик детектирован.

А.1.3 Наклон

Определение пика при использовании параметра Наклон проводится, как показано на диаграмме, приведенной ниже. Наклон пика – это линейный наклон начала пика.

Началом пика считается точка, в которой наклон пика становится больше заданного значения. Концом пика считается точка, в которой наклон становится меньше, чем отрицательное значение заданной величины.

Начальная и конечная точки рассчитываются делением на четыре значения параметра ширины.

Наклон влияет на чувствительность определения пика.

С возрастанием величины значения наклона уменьшается чувствительность обнаружения пиков. Наоборот, с уменьшением величины значения наклона возрастает чувствительность обнаружения пиков, что позволяет определять даже широкие пики.

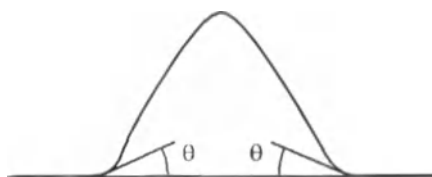


Рисунок А.2 Обнаружение пика и наклон



Примечание

Критерии значения наклона

Оптимальное значение наклона для обработки пиков зависит от факторов, таких как параметры шума и ширина пика. Для капиллярной ГХ установлено следующее значение.

Наклон = высота наибольшего пика/2000

Например, если высота наибольшего пика равна 146896 единиц, то значение наклона устанавливается примерно равное 70 (/мин).

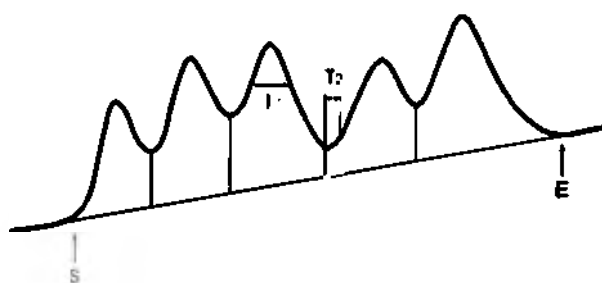
Высоту наибольшего пика можно легко получить в окне «Анализ данных» («Data analysis») или в окне «Сравнение данных» («Data Comparison»).

Если размечается слишком много нежелательных пиков, удваивайте значение наклона до тех пор, пока не получите желаемый результат. Наоборот, если не размечаются целевые пики, уменьшайте вдвое значение наклона до тех пор, пока они не размечаются.

А.1.4 Дрейф

1. Автоматическое проведение базовой линии (Дрейф = 0)
Базовая линия будет проводиться автоматически, когда значение дрейфа равно 0. Два пика считаются плохо разделившимися, если ширина минимума между этими пиками (T_2) меньше, чем оценочная ширина на полувысоте первого (из этих двух) пика (T_1). В этом случае пики размечаются, как описано в следующем разделе. Если T_2 больше, чем T_1 , то базовая линия проводится так, чтобы разделить эти два пика

$$T_1 > T_2$$



$$T_1 < T_2$$

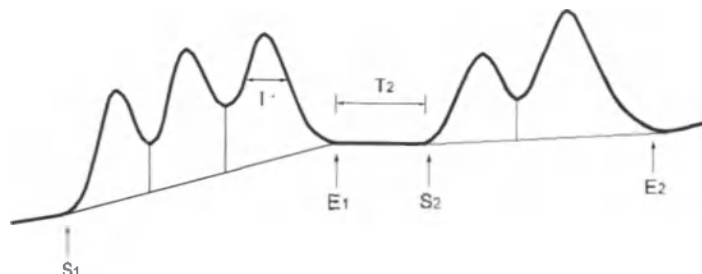


Рисунок А.3 Автоматическое проведение базовой линии для узкого и широкого минимумов

2. Проведение базовой линии для заданного значения дрейфа (Дрейф $\neq 0$)
Задание во временной программе величины дрейфа отличной от нуля приведет к корректировке базовой линии в установленном интервале времени даже в местах, где недостаточная ширина минимума (T_2).

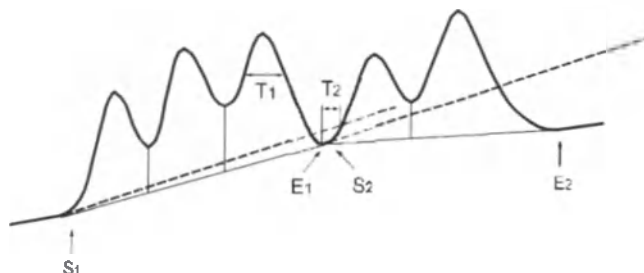


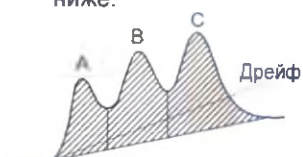
Рисунок А.4 Проведение базовой линии в случае, если установлено значение дрейфа отличное от нуля

Корректировка базовой линии проводится по-другому, чем когда дрейф равен нулю. Из начальной точки (S) проводится пунктирная линия с наклоном, полученным из значения дрейфа, как изображено на диаграмме. Корректировка базовой линии проводится, если точка конца пика лежит ниже этой линии.

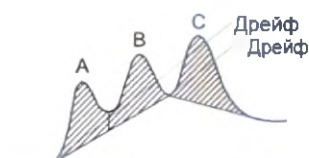


Примечание

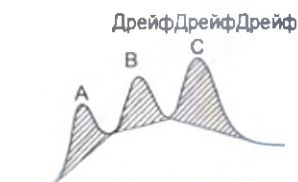
1. Изменения значения параметра Дрейф приведут к тому, что для одинаковых хроматограмм базовая линия будет проводиться по-разному, как показано ниже.



При низком значении дрейфа три пика А, В и С размечаются как плохо разделившиеся пики.



А и В размечаются как плохо разделившиеся пики, а С размечается как отдельный пик.



При высоком значении дрейфа все три пика размечаются как отдельные пики.

2. Задайте значение дрейфа немного выше, чем дрейф базовой линии на участке, где появляются пики.
Если значение дрейфа слишком низкое, то конечные точки пиков окажутся ниже уровня дрейфа, и пики разметятся как плохо разделившиеся.

А.1.5 Обработка плохо разделившихся пиков

Два или более пика, недостаточно разделившихся при детектировании с использованием параметров ширина, наклон и дрейф, считаются плохо разделившимися.

Разметка проводится автоматически в случае, если плохо разделившиеся пики делятся просто вертикальной линией, так и в случае если они рассматриваются как пик с меньшим хвостовым пиком.

Вертикальное разделение

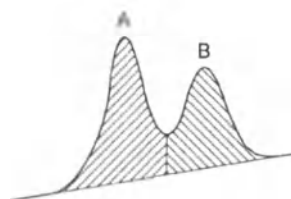
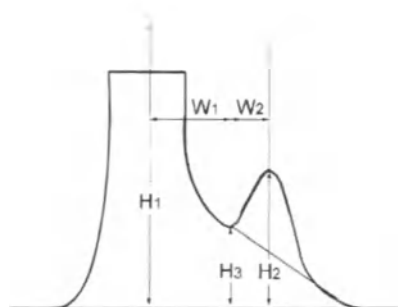


Рисунок А.5 Вертикальное разделение

Плохо разделившиеся пики обычно размечаются вертикальным разделением.

Разметка хвостовых пиков

Разметка хвостового пика основывается на отношении высот двух пиков, глубине минимума и параметрах разделения.



Отношение высот двух пиков $H1/H2$
Глубина минимума $H2/H3$

Параметры разделения $W1/W$

Рисунок А.6 Разметка хвостовых пиков

Разметка плохо разделившихся пиков

Автоматическая разметка плохо разделившихся пиков проводится, как показано ниже.

Пик А размечается как основной пик, а пики В и С размечаются как хвостовые пики на хвосте пика А.

Плохо разделившиеся хвостовые пики, такие как пик С, делятся вертикальной линией.

Пики Е, F и G также являются плохо разделившимися пиками и разделяются вертикальными линиями.

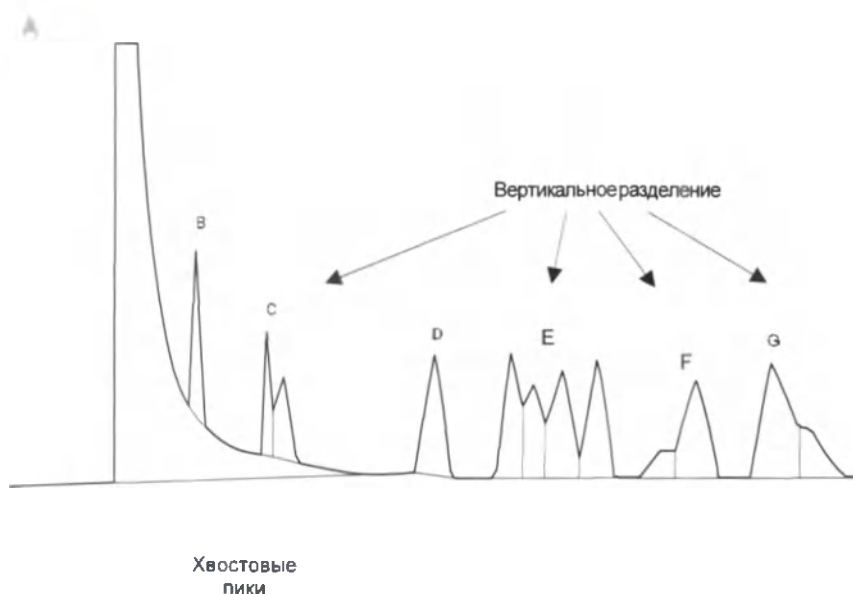


Рисунок А.7 Разметка плохо разделившихся хвостовых пиков и вертикальное разделение пиков

A.1.6 T.DBL

1. Значения ширины и наклона меняются автоматически (T.DBL = 0)

Если параметр T.DBL равен нулю, то параметры Ширина и Наклон изменяются автоматически в соответствии с шириной пиков. При ГХ анализе в изотермических условиях начальные пики узкие, а потом ширина пиков увеличивается со временем. У первых пиков на хроматограмме крутой наклон, и таким образом, чувствительность определения (Наклон) должна быть относительно низкой; дальнейшие пики более широкие и требуется увеличение чувствительности определения пиков. Значение параметра ширины также должно увеличиваться со временем для того, чтобы определять широкие пики.



Рисунок А.8 Значения ширины и наклона меняются автоматически при T.DBL = 0

Не следует устанавливать параметр T.DBL на нуль (автоматически) для хроматограмм, в которых ширина пиков не увеличивается со временем, например, если ГХ анализ проводится с программированием температуры. Эту настройку также не следует использовать, если широкие пики появляются намного позже острых пиков, как показано на следующей диаграмме, или если после широких пиков следуют острые. В этих случаях установите значение T.DBL отличное от нуля.



Рисунок А.9 Установите значение T.DBL отличное от нуля

2. Если параметр T.DBL установлен на значение отличное от нуля, то параметры наклона (чувствительность определения пика) и ширины (минимальная ширина пики на полувысоте) изменяются с множителем 2, как показано ниже, во временном интервале, установленном с помощью T.DBL.

Автоматические изменения ширины и наклоны при использовании T.DBL

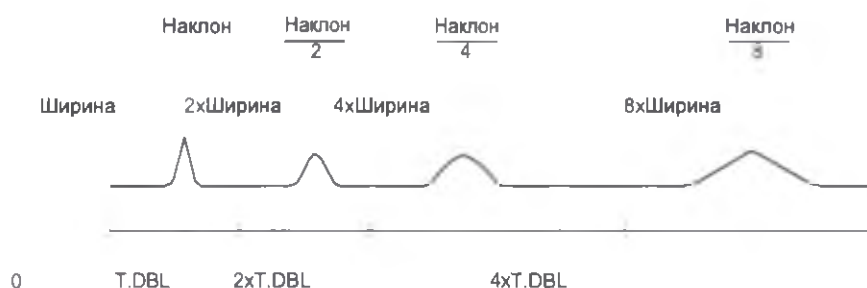


Рисунок А.10 Изменения ширины и наклоны при использовании T.DBL

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

А.1 Параметры интегрирования и обработки пиков



Примечание

Для качественного анализа возможно применить до 15 изменений ширины за одну хроматограмму. Для количественного анализа разрешено применение до 2 изменений, включая изменения ширины или T.DBL во временной программе. Каждой хроматограмме присваивается ID номер.

Обычно значение T.DBL устанавливается равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика. Если на хроматограмме трудно найти пик с удвоенной шириной, то значение может быть рассчитано, как показано ниже.

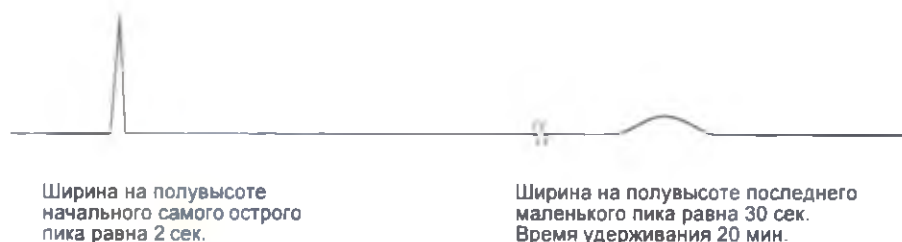


Рисунок А.11 Определение значения T.DBL, если не известна точка удвоения ширины пика

- (1) Примите ширину на полувисоте начального самого острого пика за параметр Ширина. В приведенном примере эта ширина равна 2 сек.
- (2) Измерьте время удерживания и ширину на полувисоте последнего маленького пика. В приведенном примере время удерживания составляет 20 мин, а ширина на полувисоте - 30 сек.
- (3) Время, требующееся для удвоения ширины = $(2 \text{ сек} / 30 \text{ сек} \times 20 \text{ мин} \times 2) = 2.7 \text{ мин}$.
Общая формула:

$$T.DBL = \frac{\text{Ширина на полувисоте 1го пика}}{\text{Ширина на полувисоте последнего пика}} \times \text{время удерживания последнего пика} \times 2$$

3. Чтобы значения ширины и наклона не менялись автоматически, отключите параметр T.DBL.

Для большинства ГХ анализов с программированием температуры ширина пиков не возрастает в течение анализа и поэтому не требуется автоматическое изменение значений ширины и наклона. Чтобы отключить параметр T.DBL, установите его значение большее, чем общее время анализа.

А.1.7 Время разметки пиков

Разметка пиков проводится только в течение интервала времени, ограниченного точками времени начала разметки пиков и времени конца разметки пиков.

Если разметка пика заканчивается в точке возрастания наклона, то площадь такого пика не определится.

Если разметка пика заканчивается в точке убывания наклона, то площадь такого пика не определится до этой точки.

Если разметка пика заканчивается в точке возрастания наклона для плохо разделившихся пиков, то первый пик считается единственным. В данном примере рассчитанная площадь заштрихована.

Влияние положения конечной точки на разметку пика.

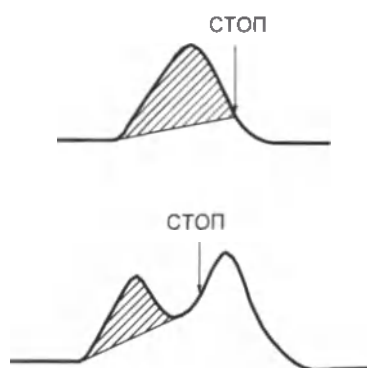


Рисунок А.12 Конечная точка разметки пика

А.1.8 Временная программа разметки пиков

Временные программы могут использоваться как часть метода для повторения одной и той же процедуры для нескольких хроматограмм. Временную программу разметки пиков можно использовать для рутинных анализов.

В дополнение к параметрам обработки пиков, описанным выше, временную программу можно использовать, чтобы разбить обработку пиков на временные интервалы, удаляя ненужные пики, и чтобы определить диапазоны разметки хвостовых пиков. Для пиков, которые при обработке разместились как обычные пики, во временной программе можно задать разметку как хвостовых пиков.

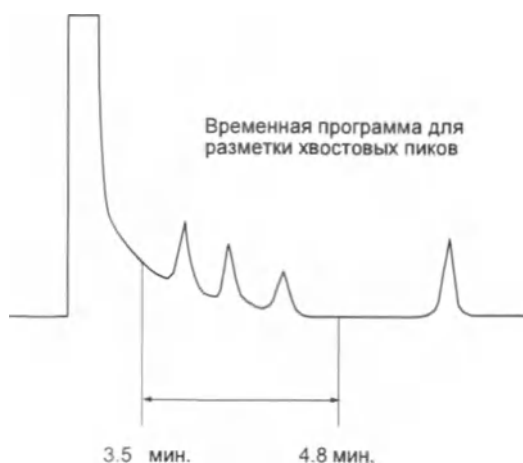


Рисунок А.13 Временная программа для разметки хвостовых пиков

А.1.9 Минимальная площадь/высота

Этот параметр не оказывает прямого влияния на обработку пиков. После обычной обработки пиков, проведенной на основании параметров обработки пиков, можно использовать минимальное значение площади/высоты, для того чтобы удалить пики из:

- (1) Проведенной базовой линии, подписей и отметок начала и конца пика (для обработки и отчета)
- (2) Отчета
- (3) Таблицы обработки спектров
- (4) Количественных вычислений (или калибровки)



А.1.10 Сглаживание

Для сложных хроматограмм или хроматограмм с "шумами" или в ситуации, когда пик размечен не верно при обычных условиях обработки пиков, применение скользящего среднего может сгладить хроматограмму.

Сглаживание ширины: усредняет ширину, для которой применялось скользящее среднее, размерность в секундах.

Количество раз сглаживания: если единичное сглаживание по скользящему среднему не дало большого эффекта, то сглаживание можно провести еще несколько раз.



Примечание

Применение скользящего среднего приводит к сглаживанию хроматограммы. Следовательно, хроматограмма изменяется. Использовать сглаживание следует, только если обработка не возможна при обычных условиях обработки пиков.

A.2

Приложение А Обработка пиков и операции с масс-спектром

Операции с масс-спектром

В этом разделе описываются две функции обработки масс-спектров, усреднение и вычитание фона. Эти функции позволяют извлекать информацию из снятых спектров при разных условиях

A.2.1 Коррекция фона масс-спектра (Вычитание)

Полученные данные масс-спектра содержат пики, связанные с фоном колонки и остаточным газом. Высокая степень разделения может быть получена с помощью капиллярной колонки, но некоторые пики совершенно не делятся. В этих образцах пики соседних компонентов накладываются, что делает процедуру качественного определения невозможной. Более точный количественный обсчет может быть сделан при вычитании фона из масс-спектра.

Вычитание фона выполняется следующим образом. Сначала округляются до целого числа массы для всех масс-пиков в спектрах вещества и фона. Далее вычитаются интенсивности одинаковых целочисленных масс, встречающихся в спектрах вещества и фона, и значения масс, включая десятичный разряд, возвращаются к значениям масс в первоначальном спектре вещества. Результирующие интенсивности с отрицательным значением отбрасываются на данном этапе.

A.2.2 Усреднение масс-спектра

Если МС анализ проводится в режиме сканирования, то сканирование спектра происходит линейно от меньших значений масс к большим. В зависимости от того, когда выходит пик в процессе сканирования, по-разному определяется относительное содержание на больших массах или на малых массах.

Например, если используется сканирование за 0.5 секунды и диапазон масс от 10 а.е.м. до 700 а.е.м., то время, за которое анализируются интенсивности масс от 10 до 700 а.е.м., равно 0.5 секунды. Спектры различаются в зависимости от определенной точки во времени, когда выходит вершина пика, в сравнении с началом сканирования. Отношения интенсивностей малых масс и интенсивностей больших масс будут разными для полученного спектра и реального спектра. Усреднение масс-спектра, включая вершины, может дать более правильный масс-спектр.

Процесс усреднения масс-спектра используется для компенсации искажения спектра, наблюдаемого в начале и в конце хроматографического пика, а также на его вершине. Могут быть усреднены либо сканирования целого пика, либо следует усреднять начало и конец пика с его вершиной. Это дает усредненный спектр, который представляет реальное относительное содержание ионных фрагментов, которые были в ионном источнике и перемещались к детектору.

Усреднение спектра выполняется следующим образом. Сначала округляются до целого числа массы для всего масс-спектра. Далее интенсивности целочисленных масс складываются и делятся на число сканирований, используемых для усреднения. После усреднения целочисленные массы дают точные значения масс для спектра, содержащего наибольшие интенсивности.

А.2.3 Проведение операций с масс-спектром и поиск по библиотеке во время автоматической обработки

Обработка пиков TIC проводится автоматически в соответствии с параметрами интегрирования пиков и обработки спектра, указанными в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Происходит редактирование спектра, для проинтегрированных пиков проводится усреднение спектра или вычитание фона, соответственно. Результаты сохраняются в таблице обработки спектра и могут быть проверены в окне «Анализ данных» ("Data Analysis"). Спектр может быть усреднен от начала до конца пика или по вершине пика. Выберите спектр фона для вычитания из выпадающего списка, который включает спектры начала или конца пика, или вычитите спектр, полученный усреднением любого нужного временного интервала.

Автоматический поиск по библиотеке проводится для отредактированных спектров, перечисленных в таблице обработки спектра. Если отмечены и качественная обработка пиков, и поиск по библиотеке, то сначала проводится обработка пиков, а затем редактирование спектра и поиск по библиотеке. Если указан только поиск по библиотеке, то поиск по библиотеке может проводиться автоматически для отредактированных спектров из таблицы обработки спектра в окне «Анализ данных» ("Data Analysis").

Если поиск по библиотеке указан в «таблице серии» («Batch Table») в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"), то поиск по библиотеке и анализ образца проводится последовательно. Из-за того, что результаты обработки пиков и количество размеченных пиков не известны заранее, процесс может быть медленным. Лучше проводить автоматический поиск по библиотеке для записанных данных с помощью «таблицы серии» («Batch Table») в окне «ГХМС анализ при обработке» ("GCMS Postrun Analysis").

Функции и параметры поиска по библиотеке

В этом разделе описывается метод вычисления коэффициента подобия между спектрами во время поиска по библиотеке; параметры предварительного поиска, которые ускоряют определение в большой библиотеке; и параметры последующего поиска.

Для определения целевых компонентов в двухмерной хроматограмме используются времена удерживания. Сначала анализируется стандарт; затем времена удерживания неизвестных пиков сравниваются со временами удерживания целевых пиков стандарта. Этот метод идентификации не всегда надежен, поскольку посторонние пики могут элюироваться в то же время, что и целевые пики, особенно в сложных образцах.

Трехмерные спектральные данные, полученные в ходе ГХ/МС анализа, позволяют определять целевые компоненты, используя поиск по подобию, который основывается на информации о спектре. Для поиска могут использоваться либо личная библиотека, созданная из стандартных спектров, либо общие библиотеки, созданные NIST и другими институтами.

A.3.1 Вычисления в процессе поиска по подобию

Коэффициент подобия (степень подобия) – это количественное выражение разницы между спектром неизвестного вещества и спектром, записанным в библиотеке.

Определяется разница интенсивностей для каждого спектрального пика с определенной массой (m/z). С уменьшением разницы в значениях интенсивностей коэффициент подобия увеличивается.

Коэффициент подобия (SI) вычисляется по следующей формуле.

$$SI = \left[1 - \frac{\sum |I_u(m/z) - I_t(m/z)|}{\sum \{I_u(m/z) + I_t(m/z)\}} \right] \times 100$$

$I_u(m/z)$: Относительная интенсивность спектра для значения m/z неизвестного масс-спектра.

$I_t(m/z)$: Относительная интенсивность спектра для значения m/z масс-спектра, записанного в библиотеке.

SI = 100, если масс-спектры абсолютно идентичны,

SI = 0, если масс-спектры совершенно разные.

A.3.2 Функция предварительного поиска

Часто количество компонентов зарегистрированных в общей библиотеке так велико, что лучше сузить поиск при помощи предварительного поиска. Предварительный поиск включает в себя простое сравнение спектра неизвестного вещества со спектрами, зарегистрированными в библиотеке. Библиотечные спектры исключаются из поиска, если они совсем не схожи со спектром неизвестного вещества. Таким образом, эта функция работает как фильтр.

Обычно в спектре одни массы встречаются чаще других. Функция предварительного поиска, основанная на изучении множества масс-спектров, определяет, какие масс-пики получаются при распаде большинства типов молекул. Все масс-спектры пронумерованы, исходя из частоты масс-пиков. Эта информация и интенсивности масс-пика используются для получения масс большинства характерных пиков для неизвестного масс-спектра. Предварительный поиск определяет, присутствуют ли ионы с этой массой в спектре, зарегистрированном в библиотеке.

В масс-спектре существуют пики с массами, которые редко появляются. Если интенсивность пиков с такими массами выше средней, то такие масс-пики принимаются за характеристические пики неизвестного вещества. Эта информация используется для создания списка компонентов, обрабатываемых по алгоритму поиска подобных.

А.3.3 Параметры поиска по библиотеке

Существуют три параметра, которые используются во время поиска: минимальное ~~подобие, структура пиков и номер в списке.~~

Как объяснялось выше, индекс подобия количественно выражает разницу между спектром, зарегистрированным в библиотеке, и спектром неизвестного компонента. Так как компоненты с малым уровнем подобия не интересны, то компоненты из библиотеки с индексом подобия ниже определенного значения исключаются из результатов поиска.

«Глубина поиска» устанавливает диапазон предварительного поиска. Глубина поиска равная 1 ограничивает поиск исследованием самого характерного и следующего за ним пиками спектра. Глубина поиска равная 2 проводит исследование самого характерного пика спектра, второго и третьего характерных пиков спектра. С увеличением глубины поиска возрастает количество данных, обрабатываемых во время исследования, наряду с вычислением подобия спектров, зарегистрированных в библиотеке. Уменьшается эффективность предварительного поиска в качестве фильтра, что приводит к широкому поиску, который требует больше времени.

Обычно достаточно глубины поиска равной 1. Однако если рассчитанный индекс подобия очень низкий или если поиск по библиотеке проводится для масс-спектра с большим содержанием примесей, то большая глубина поиска может подойти лучше.

Номера в списке, полученные для спектров с наибольшим рассчитанным подобием, отображают компоненты по порядку в окне «Результаты поиска по библиотеке» "Similarity Search Results".

Последующий поиск может проводиться, если молекулярный вес или число углеродных атомов неизвестного компонента достаточно хорошо известно. Например, если известен молекулярный вес компонента, то список составляется только из компонентов с таким молекулярным весом.

Параметры, используемые для последующего поиска: молекулярный вес, имя компонента, структурная формула, классификация, индекс удерживания и основной пик. Последующий поиск можно проводить, используя комбинацию из этих шести параметров.

Индекс удерживания

Абсолютное значение времени удерживания пика меняется в соответствии с аналитическими условиями. Поэтому порядок элюирования конкретного компонента может быть более универсально выражен при использовании отношения времени удерживания конкретного компонента к времени удерживания стандартного пика. Это отношение называется индексом удерживания (I_x) и вычисляется по следующей формуле.

Изотермический анализ:

$$I_x = \frac{\log \{(t_x - t_m) / (t_n - t_m)\}}{\log \{(t_{n+1} - t_m) / (t_n - t_m)\}} \times 100 + (n \times 100)$$

Анализ с программированием температуры:

$$I_x = \frac{(t_x - t_m)}{(t_{n+1} - t_n)} + (n \times 100)$$

где:

- t_x : время удерживания анализируемого компонента
- t_n : время удерживания пика n -парафина с числом атомов углерода равным n , который элюируется до анализируемого компонента
- t_{n+1} : время удерживания пика n -парафина с числом атомов углерода равным $n+1$, который элюируется после анализируемого компонента
- t_m : время удерживания метана

А.3.4 Функции последующего поиска и поиска в обратном направлении

Благодаря поиску в обратном направлении можно выявлять сходство, основанное исключительно на пиках масс-спектров из библиотеки спектров. Такой подход эффективен в случае присутствия примесей в образце или при высоком уровне шума базовой линии.

Последующий поиск может быть запущен в случае, если молекулярная масса или число атомов углерода искомого соединения хорошо известны. Например, если молекулярная масса компонента известна, то список совпадений будет сформирован из соединений, имеющих ту же молекулярную массу.

Параметры, используемые для последующего поиска: молекулярная масса, название соединения, молекулярная формула, флаг класса, индекс удерживания, основной пик, колонка. Последующий поиск может быть выполнен на основе сочетания этих семи параметров.

A.4

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

Идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка

Существуют три функции количественной обработки пиков: идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка. В этом разделе описываются эти три функции и ID номера, которые присваиваются каждому компоненту.

A.4.1 ID номера

Параметра идентификации, калибровки и количественных расчетов должны быть указаны для каждого компонента, чтобы проводить количественную обработку разделенных компонентов. ID номера – это номера, присвоенные каждому компоненту, чтобы перечисленные выше параметры можно было задавать индивидуально.

Хотя ID номера не отражают последовательность выхода пиков, они упрощают работу с информацией о компонентах.

A.4.2 Идентификация пиков

Когда пики обрабатываются, основываясь на таблицу компонентов, идентификация используется, чтобы определять какой пик является целевым. Это определение основывается на времени удерживания пика и отношении(ях) интенсивностей целевого иона и иона(ов) сравнения. Пик идентифицируется как целевой компонент, если встречаются эти два параметра.

1. Идентификация, основанная на времени удерживания

(1) Метод абсолютного времени удерживания

Целевой пик идентифицируется, основываясь на стандартном времени удерживания и на его интервале или диапазоне, предварительно заданном в таблице компонентов. Используется фактическое время удерживания компонента и идентификация проводится в соответствии с формулой приведенной ниже.

$$\left(\begin{array}{c} \text{Стандартное} \\ \text{время} \\ \text{удерживания} \\ \text{целевого пика} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{Фактическое} \\ \text{время} \\ \text{удерживания} \\ \text{целевого пика} \end{array} \right) \in \left(\begin{array}{c} \text{Интервал или диапазон времени} \\ \text{удерживания целевого пика} \end{array} \right)$$



Примечание

Если в диапазон идентификации попадает большое количество пиков, то целевой компонент идентифицируется по пику, ближайшему к стандартному времени удерживания.

(2) Метод относительного времени удерживания

При использовании метода относительного времени удерживания идентификация проводится после корректировки дрейфа времени удерживания для каждого пика. Сначала методом абсолютного времени удерживания идентифицируется указанный пик сравнения, а затем целевые пики идентифицируются по формуле, приведенной ниже.

Фактическое время удерживания целевого пика корректируется вычислением отношения, основанного на сдвиге времени удерживания пика сравнения. Скорректированное время удерживания используется для идентификации. Если используется режим TIC, то для идентификации компонентов не может быть использована масса. Этот метод наиболее эффективен, когда несколько пиков плохо разделены. Пик сравнения должен хорошо делиться с другими пиками.

$$\left(\text{Стандартное время удерживания целевого пика} \right) - \left(\text{Скорректированное время удерживания целевого пика} \right) < \left(\text{Интервал или диапазон времени удерживания целевого пика} \right)$$

Метод относительного времени удерживания

$$\text{Скорректированное время удерживания целевого пика} = \frac{t}{t_r} \times T$$

Где:

t: Фактическое время удерживания целевого пика

t_r: Фактическое время удерживания пика сравнения

T: Ожидаемое время удерживания пика сравнения

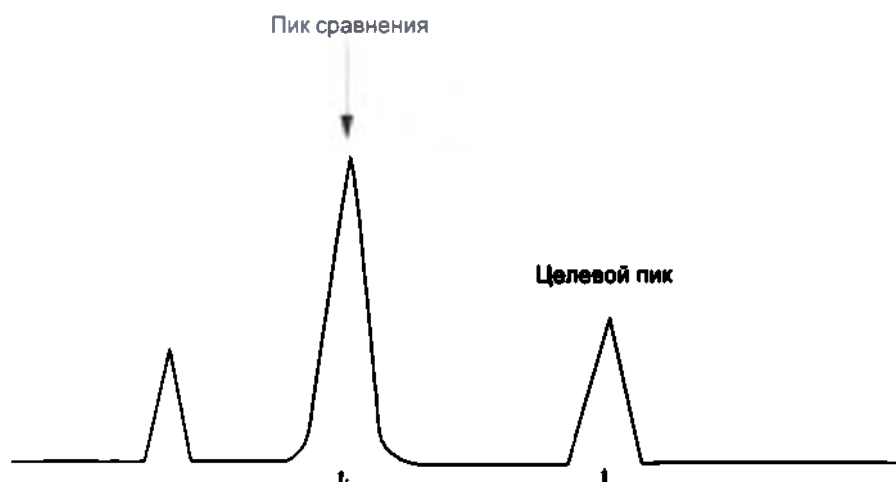


Рисунок А.14 Метод относительного времени удерживания



Примечание

Если большое количество пиков попадает в диапазон идентификации, то как целевой компонент идентифицируется пик, ближайший к стандартному времени удерживания. Пики эталонных соединений идентифицируются по большему значению площади (или высоты) пика.

- (3) Метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения
Для капиллярной ГХ при анализе с программированием температуры часто сдвиг времени удерживания не пропорционален времени удерживания. Большие сдвиги времени удерживания могут быть исправлены выбором нескольких пиков сравнения. Пики разбиваются на несколько зон и для каждой зоны задаются пики сравнения. Пики в каждой зоне идентифицируются, основываясь на пиках сравнения для каждой зоны. Пики, которые выходят до первого пика сравнения, идентифицируются просто по методу относительного времени удерживания с одним первым пиком сравнения. Последующие пики идентифицируются по скорректированному времени удерживания, которое определяется по сдвигу времени удерживания предшествующего и последующего пиков сравнения. Ниже приведена формула.

$$\text{Скорректированное время удерживания целевого пика} = \frac{t - t_1}{t_2 - t_1} \times (T_2 - T_1) + T_1$$

где:

- t: Фактическое время удерживания целевого пика
- t₁: Фактическое время удерживания пика сравнения 1
- t₂: Фактическое время удерживания пика сравнения 2
- T₁: Ожидаемое время удерживания пика сравнения 1
- T₂: Ожидаемое время удерживания пика сравнения 2



Рисунок А.15 Метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения

2. Интервал и диапазон времени удерживания

Установка допустимого отклонения для времени удерживания возможна либо методом интервала, при котором допустимое отклонение единообразно устанавливается пропорционально времени удерживания всех пиков, либо методом диапазона, при котором дополнительное отклонение устанавливается индивидуально для каждого пика.

(1) Интервал времени удерживания

Интервал времени удерживания устанавливает некоторый размах времени удерживания для пиков. Этот интервал возрастает вместе со временем удерживания, как показано на диаграмме, приведенной ниже. Для ГХ анализа в изотермических условиях, например, часто необходимо увеличение интервала времени удерживания со временем. Недостаток этого метода заключается в том, что время размаха для одного компонента может перекрываться с интервалами других компонентов.

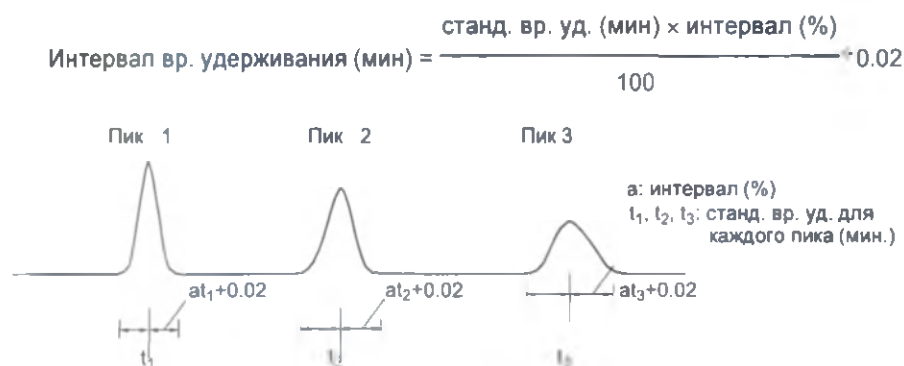


Рисунок А.16 Интервал времени удерживания

(2) Диапазон времени удерживания

Диапазон времени удерживания устанавливает определенный размах времени удерживания для каждого пика. Достоинство этого метода заключается в том, что для каждого пика можно установить оптимальный диапазон времени удерживания. Этот метод может оказаться трудоемким, если понадобится задавать диапазон для каждого пика.

Диапазон времени удерживания полезен, когда ширина пиков не изменяется во времени, как в ГХ анализе с программируемой температурой.

Допустимое время размаха (мин) = диапазон (мин)

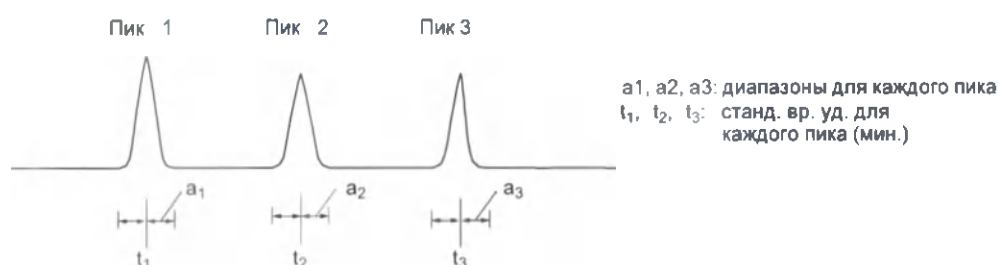


Рисунок А.17 Диапазон времени удерживания

3. Идентификация по отношению интенсивностей ионов

В масс-спектрометрическом анализе относительная интенсивность каждого ионного фрагмента фактически постоянна и имеет особенное значение для каждого целевого компонента, если постоянны условия анализа.

Во время анализа одновременно анализируется множество ионов и определяются их отношения интенсивностей (соотношения площадей или высот пиков), позволяя идентифицировать компоненты. Пики можно точно идентифицировать, используя соотношения интенсивностей наряду со временем удерживания. Это позволит избежать ошибочной идентификации примесей с похожим временем удерживания.

Для количественного анализа в дополнение к целевому иону можно указывать до пяти ионов сравнения. После идентификации по времени удерживания, компоненты проверяются заново на правильность идентификации, путем определения, попадают ли отношения площадей или высот пиков в заданный диапазон.

Интенсивность иона сравнения задается в процентном отношении к интенсивности целевого иона.

Абсолютная и относительная области допустимых значений

Подтверждение спектром иона сравнения может быть абсолютным или относительным. Абсолютный допуск определяет коэффициент по отношению к интенсивности целевого иона независимо от интенсивности пика иона сравнения. Относительный допуск определяет коэффициент по отношению к интенсивности иона сравнения.

Обычно достаточно абсолютного допуска, но в случае, когда интенсивность иона сравнения очень мала и этот ион является ключевым в идентификации пика, то точность идентификации можно улучшить при использовании относительного допуска.

Абсолютная область допустимых значений (%): $R_i \pm R_{wa}$

Относительная область допустимых значений (%): $R_i \pm (R_i \cdot R_{wr})/100$

R_i : отношение интенсивности иона сравнения к интенсивности целевого иона (%)

R_{wa} : абсолютный диапазон допустимых значений (%)

R_{wr} : относительный диапазон допустимых значений (%)

4. Идентификация с использованием сопоставления со стандартом

Сначала стандартный спектр регистрируется в таблице компонентов, затем для спектров определяемых пиков проводится вычисление подобия, и компонент идентифицируется как целевой, если значение коэффициента подобия превышает установленное минимальное значение.

5. Группировка

Группировкой таких компонентов как изомеры и гомологи, которые имеют одинаковые свойства, можно определять концентрацию, относящуюся к группе и называемую "групповой".

В этом программном обеспечении возможны два метода группировки, которые задаются в окне «Количественные параметры» (Quantitation Parameters).

(1) Калибровка по группам

При калибровке по группам суммируются площади или высоты пиков, которые были сгруппированы. Градуировочный график создается для каждой группы, и количественные вычисления проводятся для группы в целом. Групповая площадь/высота вычисляется по следующей формуле:

Групповая площадь/высота = общая сумма всех компонентов группы

(2) Суммирование концентраций

При использовании метода суммирования концентраций градуировочные графики строятся для каждого компонента, и после проведения количественных вычислений для каждого компонента суммируются концентрации компонентов группы, и полученная сумма является групповой концентрацией.

А.4.3 Методы количественных вычислений

Существует шесть различных методов количественных вычислений.

Внутренняя нормализация

Суммируются площади или высоты определяемых пиков, и рассчитывается процентное отношение площади или высоты каждого пика к общему значению.

$$\text{Концентрация (\%)} = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100$$

Скорректированная нормализация площадей

В этом методе используется метод градуировки по внешнему стандарту для обсчета каждого пика. Полученные количественные значения суммируются, и определяется процентное отношение количественных значений для каждого пика к суммарному значению.

$$\text{Концентрация (\%)} = \frac{(A_i - F2_i)/(F1_i)}{\sum \left\{ \frac{(A_i - F2_i)}{F1_i} \right\}} \times 100$$

Внутренний стандарт

В каждый стандарт и образец добавляется вещество внутреннего стандарта. Затем создается градуировочный график, показывающий относительную чувствительность и отношение масс стандартного целевого пика к пику внутреннего стандарта. Количественное значение для целевого компонента вычисляется из градуировочного графика по отношению площади или высоты неизвестного пика к площади или высоте внутреннего стандарта. Этот метод применяется в различных аналитических условиях.

$$\text{Концентрация} = \frac{A_i/A_{IS} - F2_i}{F1_i} \times \frac{W_{IS}}{W_{spl}} \times DF$$

Внешний стандарт (Метод абсолютной градуировки)

С помощью этого метода можно определять концентрацию целевого компонента, создав градуировочный график из отношения абсолютной массы или концентрации целевого компонента стандарта к высоте или площади его пика. Неизвестный образец анализируется при таких же условиях, и затем концентрация компонента в неизвестном образце определяется по градуировочному графику. Аналитические условия при анализе неизвестного образца должны быть абсолютно такими же, как при анализе стандарта. Так как точность метода зависит от количества вводимого образца, то вводимый объем должен быть постоянным.

$$\text{Концентрация} = \frac{A_i - F2_i}{F1_i} \times \frac{DF}{W_{spl}}$$

Корректировка нормализации площадей с помощью коэффициента пересчета

В этом методе при расчете концентрации пиков сумма площадей или высот используется в качестве коэффициента пересчета (фактор разбавления), это позволяет принимать сумму не за 100%.

$$\text{Концентрация} = \frac{(A_i - F2_i)/(F1_i)}{\sum \left\{ \frac{(A_i - F2_i)}{F1_i} \right\}} \times SF$$

Метод стандартной добавки

Матричные эффекты могут возникать из-за присутствия в растворе других соединений, что может явиться причиной ошибок при вычислении концентраций целевого компонента. В соответствии с методом добавок, некоторые количества целевого компонента вводятся в пробу для количественного определения и последующего построения калибровочной кривой, используя площади (или высоты) полученных пиков. В дальнейшем полученная калибровочная кривая используется для количественного определения концентрации целевого компонента в образце.

Для установки специфических настроек обратитесь к GCMS Help.

$$\text{Концентрация} = \frac{F2_i}{F1_i} \times \frac{DF}{W_{spl}}$$

Где:

A_i: Площадь (высота) пика

F1_i: Поправочный коэффициент наклона*

F2_i: Константа (отрезок, отсекаемый на координатной оси)*

W_{spl}: Количество образца

W_{IS}: Количество внутреннего стандарта

DF: Фактор разбавления

SF: Поправочный коэффициент (используется значение фактора разбавления)

* Уравнение калибровочной кривой определяется следующим образом:

$$Y = F1X + F2$$

X: Количество компонента (пропорционально внутреннему стандарту)

Y: Площадь или высота пика (пропорционально внутреннему стандарту)

А.4.4 Калибровка

Проанализировав стандарты с известной концентрацией, можно построить градуировочный график и использовать его для количественных расчетов.

По горизонтальной оси градуировочного графика откладывается количество вещества (отношение к количеству внутреннего стандарта, если он используется в методе). По вертикальной оси откладывается площадь или высота (отношение к площади или высоте пика внутреннего стандарта, если он используется в методе). Проводится прямая или просто соединяются точки.

Градуировочный график можно провести через начало координат, если требуется (за исключением прямой среднего RF, которая должна проходить через начало координат). Градуировочные графики делятся на четыре типа.

Линейный

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и градуировочный график обсчитывается по методу наименьших квадратов.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Если существует два или более градуировочных уровней, и прямая не проходит через начало координат, то линейный градуировочный график проводится через эти две точки.

В остальных случаях линейный график строится с использованием метода наименьших квадратов. Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

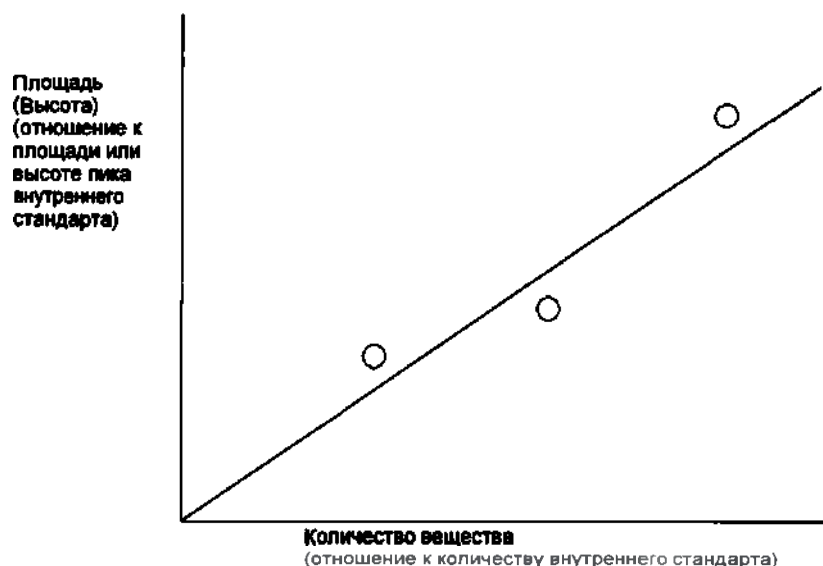


Рисунок А.18 Линейный градуировочный график



Примечание

После построения линейного графика коэффициенты уравнения калибровочной кривой могут быть изменены в подокне [Set Calibration Curve].

Квадратичный/Кубический

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и строится кривая второго (квадратичный) или третьего (кубический) порядка по методу наименьших квадратов.

Для построения квадратичной кривой требуется как минимум три точки. Если будет две или менее точек, то график будет представлять собой прямую.

Для построения кубической кривой требуется как минимум четыре точки. Кривая будет рассчитываться по квадратичному уравнению, если есть только три точки, а если будет две или менее точек, то график будет представлять собой прямую.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

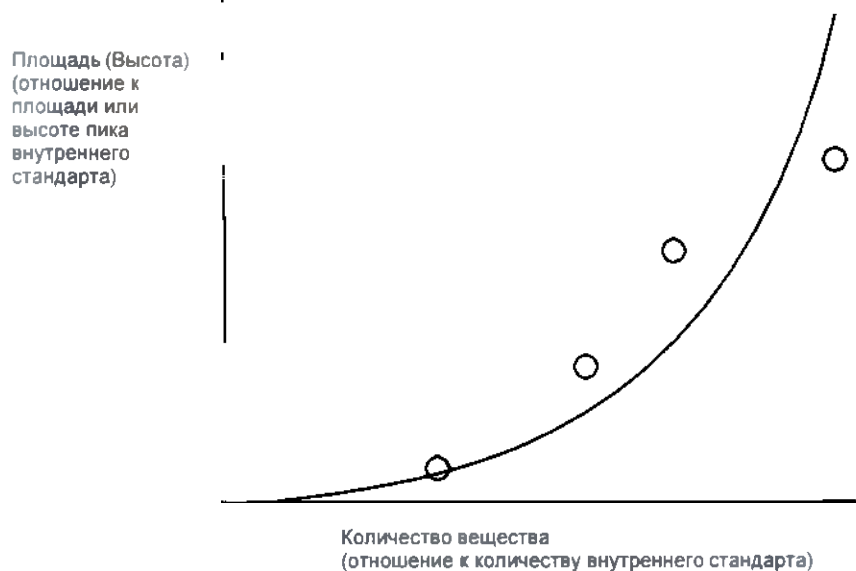


Рисунок А.19 Квадратичный/кубический градуировочный график

Поточечный

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и градуировочный график создается простым соединением точек. Если используется такой градуировочный график, то в количественной таблице не отображается градуировочный коэффициент, и, в принципе, не может быть задан.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Если существует два или более градуировочных уровней, то кривая проводится от точки к точке; первая линия должна проходить через начало координат.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

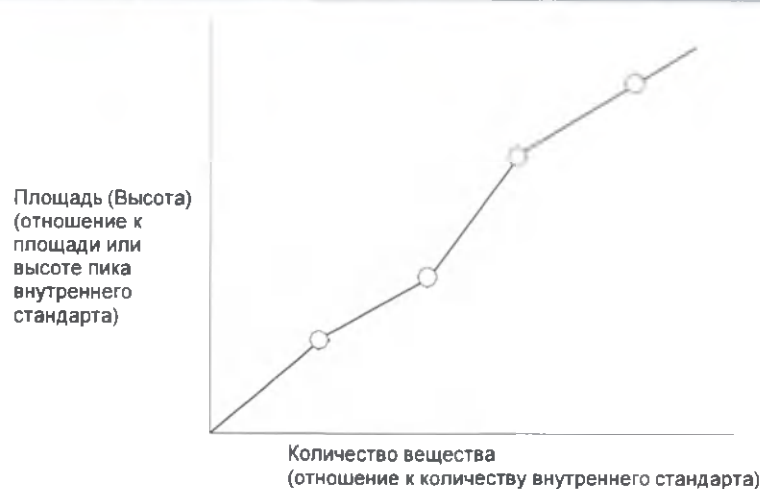


Рисунок А.20 Градуировочный график с простым соединением точек



Примечание

Только для градуировочного графика с простым соединением точек не отображается константа градуировочного графика в окне градуировочного графика.

Средний RF

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями. Сначала линейные графики строятся через одну точку и начало координат. Затем выводится среднее из коэффициентов наклонов этих прямых. Результирующая градуировочная прямая должна проходить через начало координат.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

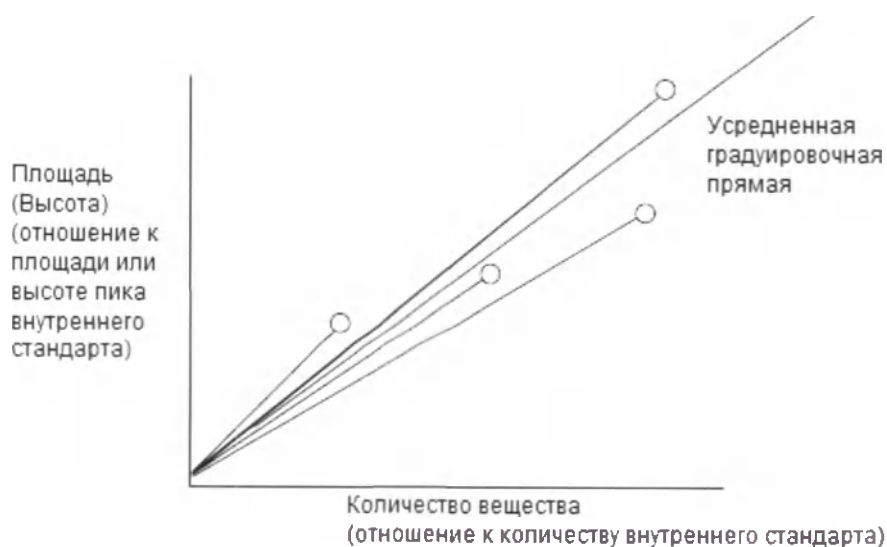


Рисунок А.21 Градуировочный график среднего RF

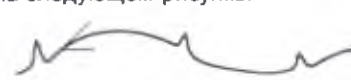
ПриложениеА Обработка пиков и операции с масс-спектром

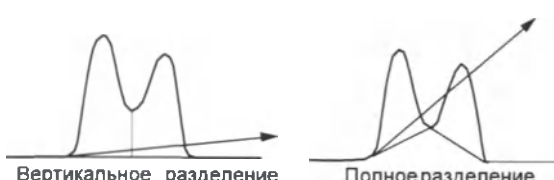
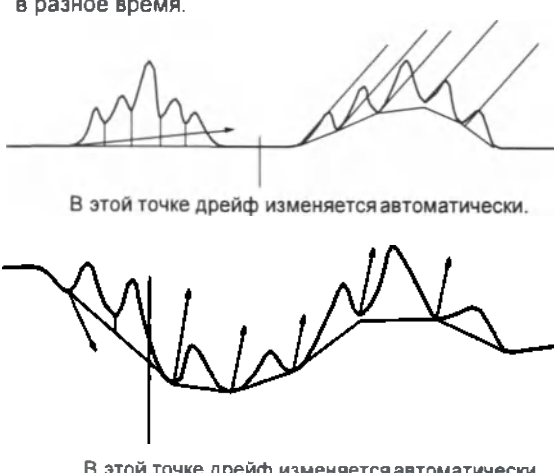
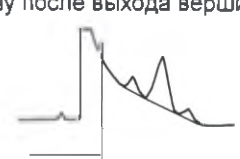
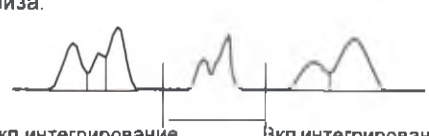
A.5 Диагностика неисправностей

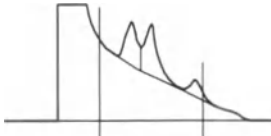
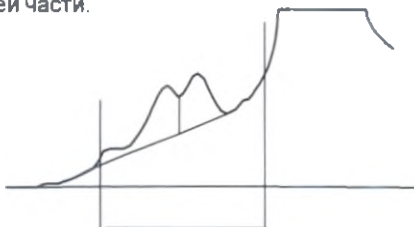
В этом разделе описываются решения проблем связанных обработкой и идентификацией пиков.

A.5.1 Обработка пиков

Если обработка пиков проводится некорректно с использованием параметров обработки пиков, измените настройки параметров согласно этой таблице. Чтобы изменить параметры обработки пиков для некоторых компонентов, может потребоваться временная программа пиков (например, если отношение S/N различно для каждого компонента).

#	Проблема	Параметры	Решение
1	Не размечаются самые узкие пики.	Ширина, Наклон	Установите значение параметра Ширина равным ширине на полувысоте самого узкого пика. Уменьшите значение параметра Наклон в два раза, для того чтобы увеличить чувствительность определения пиков.
2	Два или более пиков размечаются как один.	Ширина, Наклон	Установите значение параметра Ширина равным ширине на полувысоте самого узкого пика. Уменьшите значение параметра Наклон в два раза для того, чтобы увеличить чувствительность определения пиков.
3	Пики, которые выходят, после того, как базовая линия начинает смещаться, не размечаются	T.DBL	Установите значение параметра T.DBL равным времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика. Для ГХ анализов с программируемой температурой установите большое значение T.DBL (примерно равное окончанию получения данных) для того, чтобы отключить параметр T.DBL.
4	Не размечаются широкие поздно выходящие пики, или интегрирование заканчивается в процессе элюирования пика.	Наклон, T.DBL	Уменьшите значение параметра Наклон в два раза для того, чтобы увеличить чувствительность определения пиков. Установите значение T.DBL равным времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика, не на 0 (автоматически).
5	Не размечаются малые пики, которые выходят после больших пиков.	T.DBL	Установите значение параметра T.DBL равным времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика, не на 0 (автоматически). Используйте маленькие пики как ориентир для выбора значения T.DBL.
6	Большие флуктуации базовой линии размечаются как пики.	Наклон	Уменьшайте чувствительность определения постепенным увеличением значения наклона в 2, 4, ... раза пока флуктуации не перестанут размечаться. Определите значения наклона из хроматограммы, как показано на следующем рисунке. 
7	Базовая линия обсчитывается не последовательно или базовая линия нестабильна.	Дрейф	1) Если один и тот же пик на одинаковых хроматограммах обрабатывается ненадежно, отключите автоматическую обработку дрейфа. См. проблему #8. 2) Если не достигнута надежная обработка для пика появляющегося в нескольких образцах, или если базовую линию нужно обсчитывать равномерно, то см. проблему #8.

#	Проблема	Параметры	Решение
8	Базовую линию нужно обсчитывать по-разному.	Дрейф	1) Установите значение дрейфа, как показано ниже.  Вертикальное разделение Полное разделение 2) Используйте временную программу, если нужно проводить вертикальное или полное разделение в разное время.  В этой точке дрейф изменяется автоматически. В этой точке дрейф изменяется автоматически.
9	Некоторые пики не нужно размечать.	Приостановка интегрирования с помощью параметра «Вкл/Выкл интегрирование»	1) Чтобы удалить ненужные пики, которые выходят в начале хроматограммы (т.е. пики растворителя), используйте временную программу, чтобы приостановить интегрирование с 0.1 мин до времени сразу после выхода вершины пика.  Выкл интегрирование Вкл интегрирование 2) Временную программу также можно использовать для приостановки интегрирования в процессе анализа.  Выкл интегрирование Вкл интегрирование

#	Проблема	Параметры	Решение
10	На «хвосте» пика нужно провести разметку хвостовых пиков (разметка хвостовых пиков не была проведена автоматически или была проведена неправильно).	Разметка хвостовых пиков Вкл/Выкл /Авто	Используйте временную программу. Разметку установите так, чтобы минимумы и вершины пиков на «хвосте» правильно размечались.  Вкл. разметку хвостовых пиков Выкл. разметку хвостовых пиков Примечание: При проведении разметки хвостовых пиков основной пик также должен быть размечен. Не отключайте обработку основного пика с помощью команды ОТКЛЮЧИТЬ.
11	Пики не следует автоматически размечать как хвосты.	Разметка хвостовых пиков	Используется та же временная программа, что и в пункте выше, и эта программа содержит следующие варианты: на Вкл. разметку хвостовых пиков, Выкл. разметку хвостовых пиков и на автоматическую разметку хвостовых пиков.
12	Нужно провести разметку малых хвостовых пиков в начале пика.	Разметка хвостовых пиков (в начале пика)	Используйте временную программу. Установите параметры Вкл. разметку передних хвостовых пиков и Выкл. разметку передних хвостовых пиков, так чтобы включить минимумы и вершины пиков на передней части.  Вкл. разметку передних хвостовых пиков Выкл. разметку хвостовых пиков

А.5.2 Идентификация пиков

Если целевой пик не идентифицирован или если пик идентифицирован не правильно, то измените следующие количественные параметры или измените эти настройки в таблице компонентов.

#	Проблема	Параметры	Решение
1	Пик не идентифицирован или идентифицирован не правильно.	Время удерживания	Убедитесь, что таблица компонентов содержит правильные параметры пиков.
		Интервал	Правильно ли задано интервал времени удерживания? Обычно задается примерно 3 – 5%
		Диапазон	Правильно ли задан диапазон времени удерживания? Обычно задается значение примерно равное половине ширины пика.
2	Идентифицированы не те пики	Мин. Площадь / высота	Увеличьте минимальное значение площади/высоты, чтобы исключить маленькие пики.
		Блокировка вкл/выкл	Приостановите разметку пиков (блокировка вкл/выкл) во временной программе, чтобы исключить нежелательные пики.
		Интервал	Сузьте интервал.
		Диапазон	Сузьте диапазон.
3	Время удерживания смещается и мешает корректной идентификации.	Интервал	Расширьте интервал.
		Диапазон	Расширьте диапазон.
4	Сдвиги времени удерживания являются причиной идентификации одного или более пиков или ошибочной идентификации пиков.	Метод относительного времени удерживания	Если время удерживания смещается, то используйте метод относительного времени удерживания для идентификации. В качестве пика сравнения выберите большой пик, который хорошо отделен от всех остальных. Для сложных хроматограмм используется метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения. Для более верной идентификации можно задавать до восьми пиков сравнения.

Приложение А Обработка пиков и операции с масс-спектрами

A.6

Выполнение измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью

В этом разделе описывается, как устанавливать оптимальное значение массы для выполнения измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью.

A.6.1 m/z

m/z , измеренное масс-спектрометром, выражается в атомных единицах массы $1/12$ массы нейтрального атома ^{12}C . Точные значения m/z для различных элементов представлены в таблице 1.

Таблица 1 m/z для основных элементов органических соединений

Элемент	m/z
^1H	1.0078
^{12}C	12
^{14}N	14.0031
^{16}O	15.9949
^{19}F	18.9984
^{28}Si	27.9769
^{31}P	30.9738
^{32}S	31.9721
^{35}Cl	34.9689
^{79}Br	78.9183
^{127}I	126.9045

A.6.2 Настройка процедуры измерений в режиме SIM

Чтобы проводить анализы с хорошей воспроизводимостью, рассчитайте для целевого компонента значение m/z с точностью до десятых долей и введите значение в канал для измерений в режиме SIM ([Ch1- m/z] - [Ch64- m/z]) в окне «Параметры прибора» («Instrument Parameter») в закладке MC (MS).

Например, для случая рассмотренного ниже, вы получите лучшие чувствительность и воспроизводимость, если будете анализировать при значении m/z 281.8, а не m/z 282.

Пример: Гексахлорбензол C_6Cl_6

$$\begin{aligned}\text{C}_6\text{Cl}_6 &= 12 \times 6 + 34.9689 \times 6 \\ &= 281.8134 \\ &= 281.8\end{aligned}$$

Канал измерений в режиме SIM

GCMS-QP2010 MS |

GCMS-QP2010 with DI

Ion Source Temp: 3000 °C

Interface Temp: 300 °C

Solvent Out Time: 5.00 min

Micro Scan Width: 0.00

Detector Voltage: Relative to the Tuning Result Absol

Threshold: 0.00 kV

Use MS Program

GC Program Time: 11.67 min

Group#1 - Event#1

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z
1	0.00	11.00	SIM	0.20				201.80	0.00	0.00
2	0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00			



Примечание

Для вычисления концентраций целевых компонентов при использовании данных, полученных измерением в режиме SIM, значения, введенные в каналы для измерений в режиме SIM, должны быть указаны в столбцах "m/z" в таблице компонентов.

Quantitative Parameters

Peak Integration | Identification | Quantitative | Compound Table | Compound Table Search

ID#	Name	Type	STD G	m/z	Ret. Time	Ret. Index	Unit	Con
1	Benzene, hexachloro	Target	0	201.80	7.000		0 ug/mL	
2		Target	0	TIC	0.000		0 ug/mL	

Path: \Param's \ GroupParam's

OK Cancel Help

Эта страница намеренно оставлена пустой.

B.1

Приложение В Вывод данных в формате PDF

Настройка вывода данных в формате PDF

Программа GCMSsolution предоставляет возможность выводить отчет в PDF (Portable Document Format), если она используется с Adobe® Acrobat® (инструмент для создания, управления и редактирования PDF документов). GCMSsolution при использовании с CLASS-Agent также предоставляет возможность вывода таких отчетов на принтер и конвертирования печатаемых изображений в PDF файл, который затем отправляется в CLASS-Agent.

B.1.1 Подготовка к выводу данных в формате PDF

До того, как Вы начнете использовать возможность вывода в PDF, должны быть установлены следующие программные продукты.

- Adobe® Acrobat® (Версия 5 или более поздняя)

Чтобы установить это программное обеспечение, следуйте инструкциям, которые появятся на экране автоматически, после того как Вы вставите диск Acrobat® в CD-ROM и выполните стандартную установку.



Примечание

Этот пакет программного обеспечения не включает Adobe® Acrobat®, который необходимо покупать отдельно. Adobe® Acrobat Reader™, который включен в установочный диск GCMSsolution, может быть использован только для просмотра PDF документов. Он не включает возможность создания PDF файлов.



Примечание

Чтобы в этом программном обеспечении использовать возможность вывода данных в формате PDF требуется Acrobat® Distiller®. При использовании Acrobat PDF Writer™, функция вывода в PDF может работать некорректно.

- CLASS-Agent

Чтобы создавать архивы в PDF формате, используя CLASS-Agent, настройте его в соответствии с руководством пользователя для CLASS-Agent.



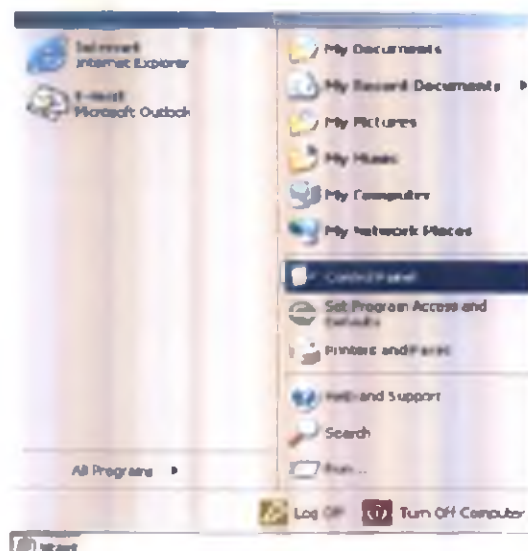
В.1.2 Установка PostScript драйвера принтера

На рисунках в этой главе показаны окна Windows XP. Действия в Windows Vista похожи.

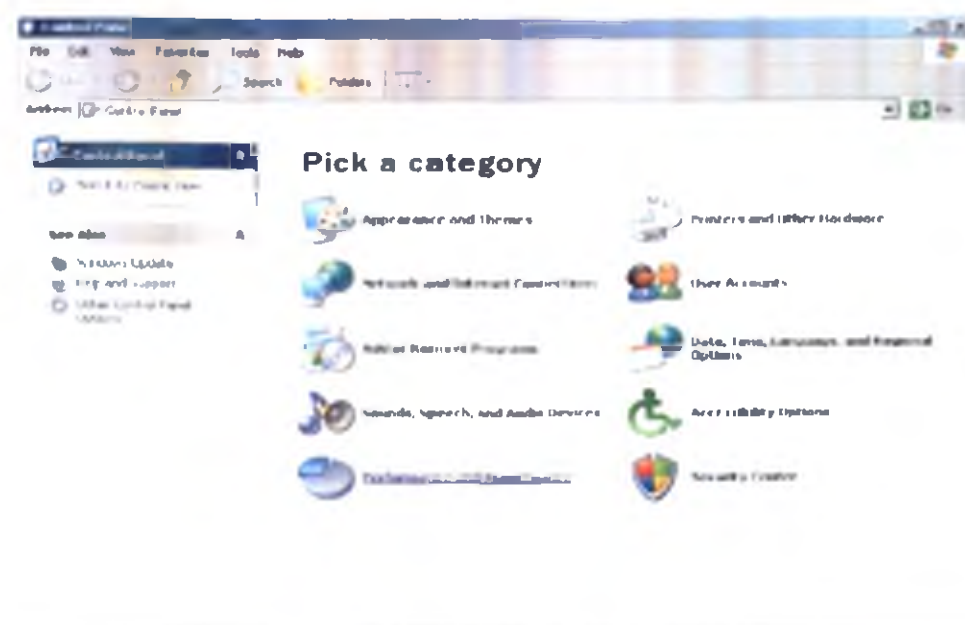
Подготовка к установке

Для Windows Vista подготовка к установке не требуется.

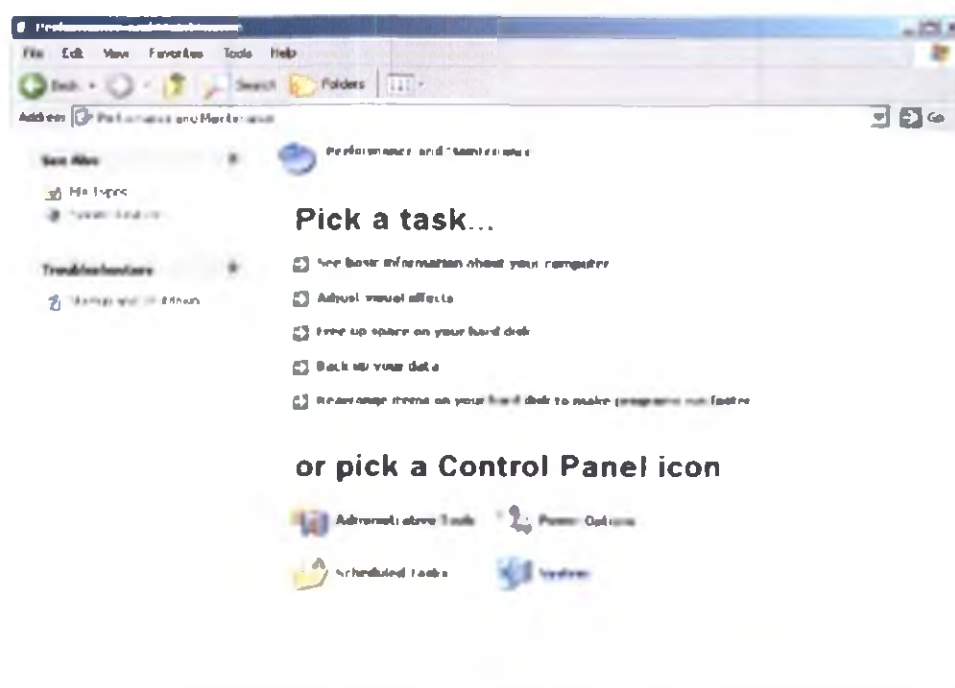
1. Выберите пункт «Панель управления» в меню Пуск.



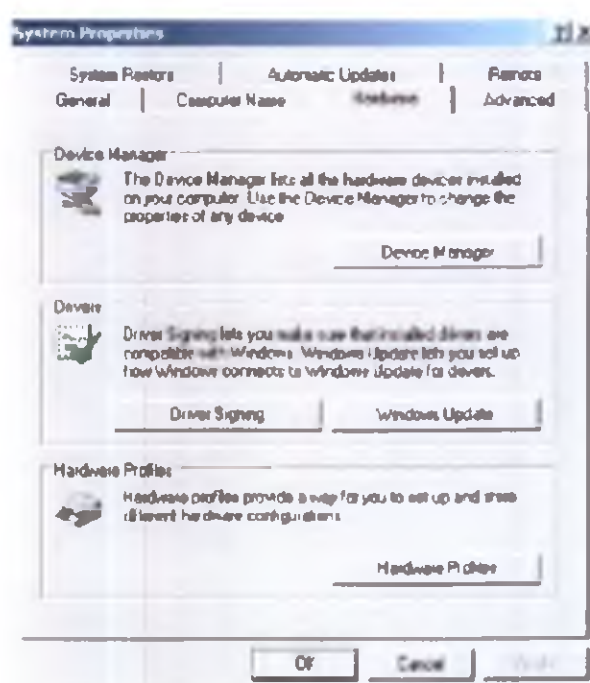
2. Выберите «Производительность и обслуживание».



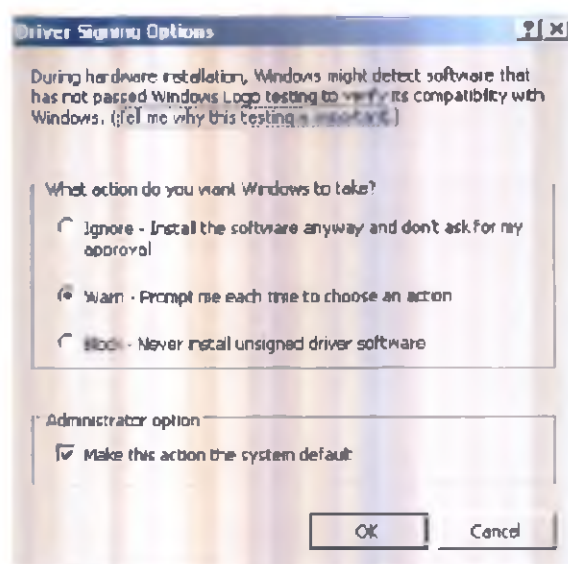
3. Выберите иконку Система для отображения окна «Свойства системы».



4. В окне «Свойства системы» выберите закладку «Оборудование» и нажмите на кнопку Подписывание драйверов.



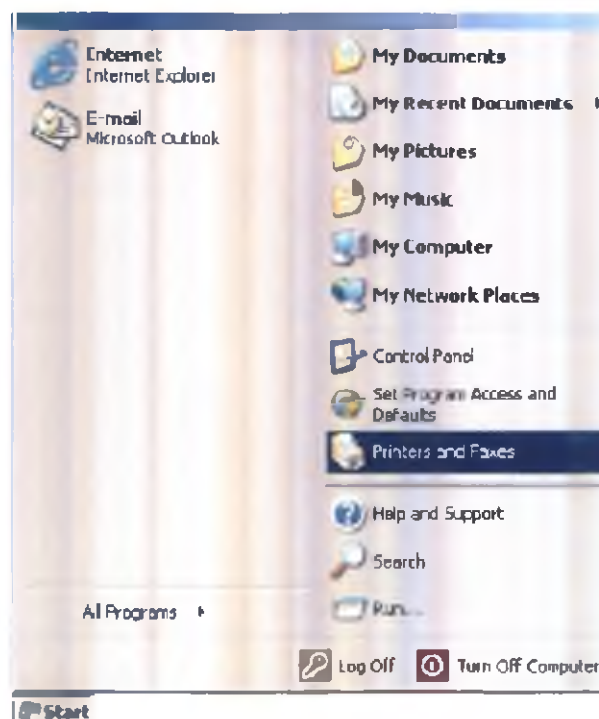
5. Проверьте, чтобы не было выбрано «Блокировать» в разделе «Проверка подписи файла» в окне «Параметры подписывания драйвера».



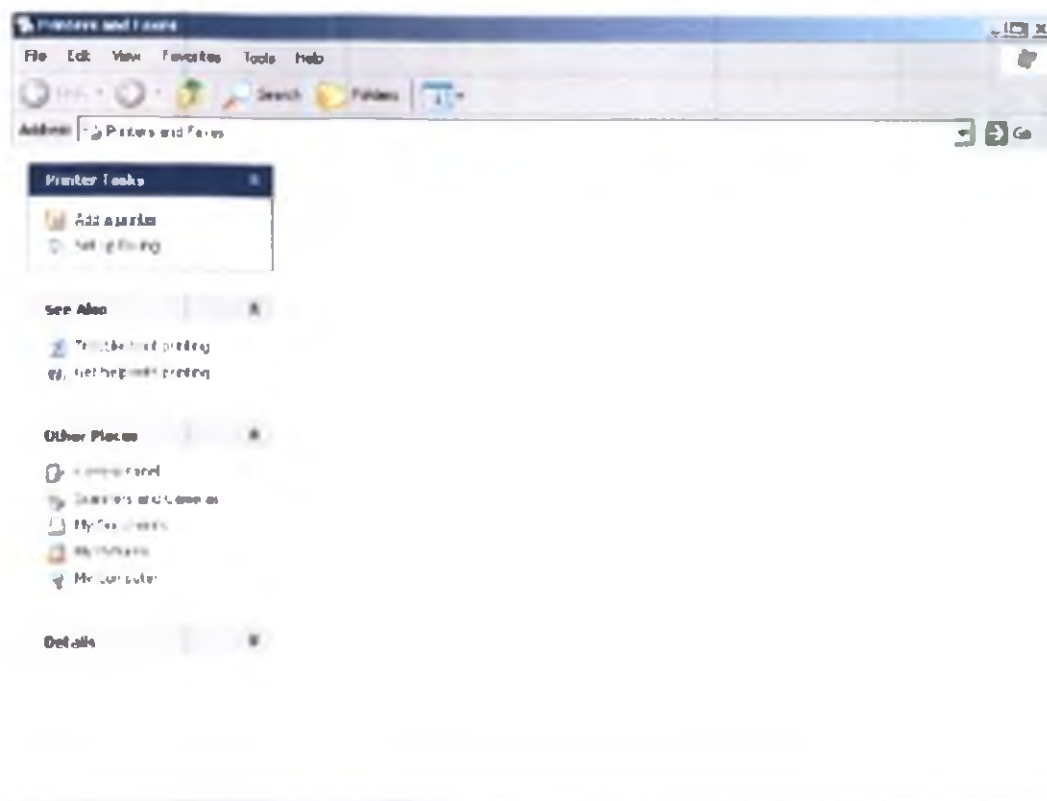
Установка драйвера PostScript printer (для Adobe® Acrobat® 9.0)

1. Выберите пункт **Принтеры и Факсы** в меню **Пуск**.

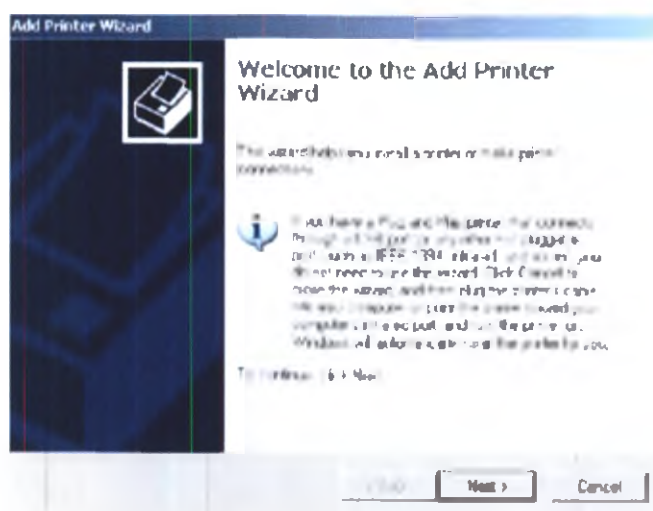
Для Windows Vista, выберите **Пуск – Панель управления**. Переключите **Панель управления** в **Классический вид** и выберите меню **Принтеры**.



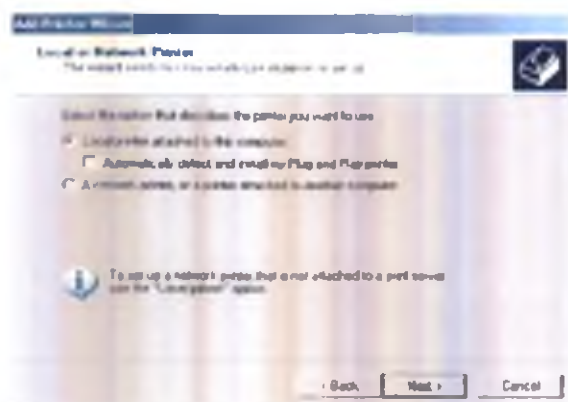
2. Нажмите «Добавить принтер» в окне «Задачи печати», чтобы запустить «Мастер установки принтера».



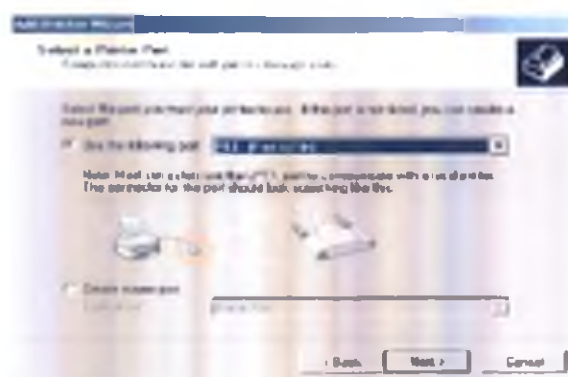
3. Нажмите кнопку **Далее** в окне "Мастер установки принтера".
Для Windows Vista это окно не отображается. Перейдите к п. 4.



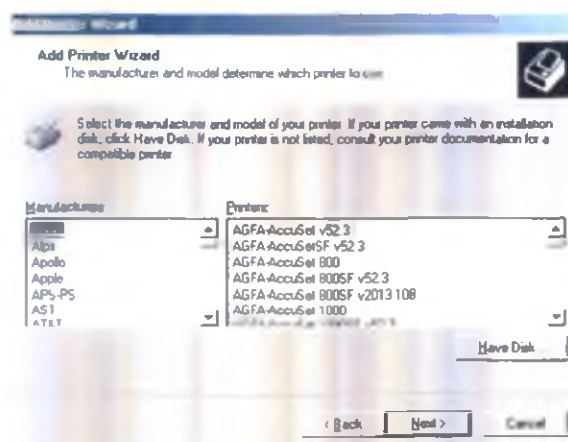
4. В окне «Локальный или сетевой принтер» выберите "Локальный принтер". Не выбирайте пункт «Автоматически определять и устанавливать мой Plug and Play принтер». Затем нажмите кнопку Далее.



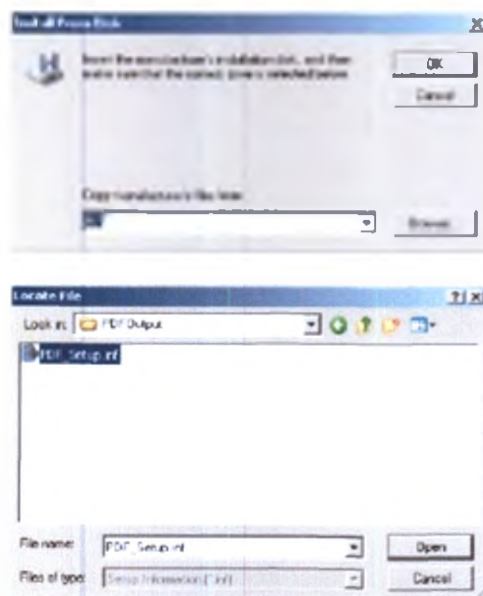
5. В окне «Выбор порта принтера» выберите пункт «Использовать следующий порт» и для порта выберите "FILE: (Печать в файл)". После произведенных настроек нажмите **Далее**, чтобы перейти к следующему окну «Мастер установки принтера».



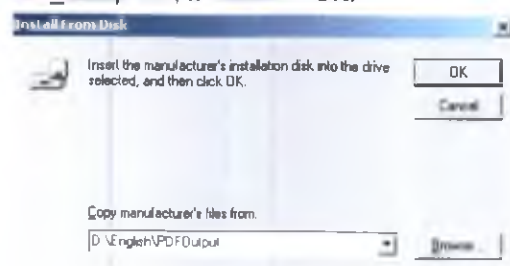
6. В окне «Мастер установки принтера» нажмите кнопку **Установить с диска**, чтобы открыть окно «Установка с диска».



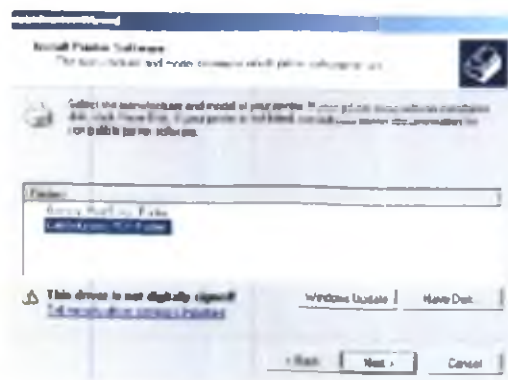
7. В окне «Установка с диска» нажмите кнопку **Обзор** на установочном диске GCMSsolution в папке «\ENGLISH\PDFOutput», выберите пункт «PDF_Setup.inf» и нажмите кнопку **Открыть**.



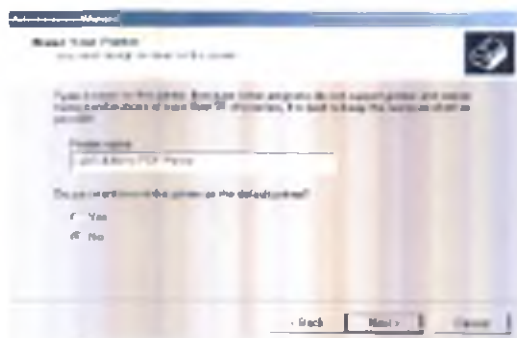
8. Убедитесь, что в окне «Установка с диска» выбран путь к файлу «PDF_Setup.inf», и нажмите **OK**.



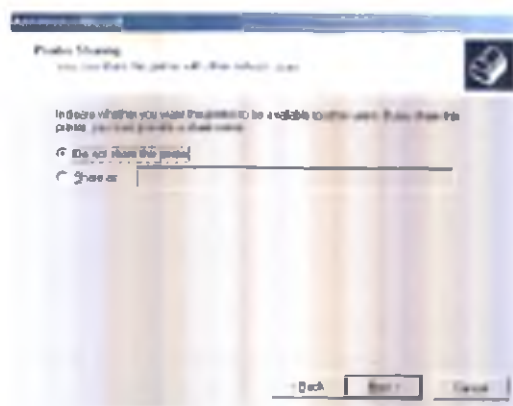
9. В окне «Мастер установки принтера» перечислены выбранные принтеры. Выберите "LabSolutions PDF Printer" из списка и нажмите кнопку **Далее**. Если в списке нет нужного принтера, все равно нажмите кнопку **Далее**.



10. Проверьте, что имя принтера выбранного в пункте 9 введено правильно в окне «Имя вашего принтера». В этом окне можно отредактировать имя принтера, если это необходимо. Выберите пункт «Нет» для «Использовать этот принтер по умолчанию». Нажмите кнопку **Далее**.
Для Windows Vista диалоговое окно «Вы хотите установить данное программное обеспечение?» может быть отображено после нажатия на кнопку **Далее**. В этом случае нажмите кнопку **Установить**.



11. В окне «Общий доступ к принтеру» выберите пункт «Не разрешать общий доступ к принтеру» и затем нажмите кнопку **Далее**.
Для Windows Vista отобразится окно [Добавить принтер]. Нажмите на кнопку **Завершить** и перейдите к шагу 15.



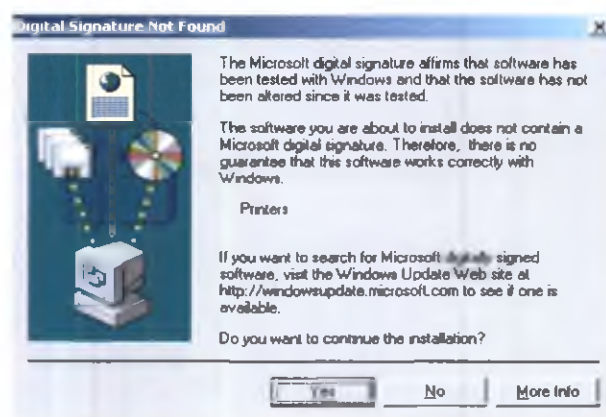
12. В окне «Печатать пробную страницу» выберите «Нет» и затем нажмите кнопку **Далее**.



13. Нажмите кнопку **Готово**, чтобы выйти из мастера настройки.



14. После того, как Вы нажали на кнопку **Готово**, может появиться следующее предупреждающее сообщение. В этом случае нажмите кнопку **Да**. Установка будет выполнена успешно.

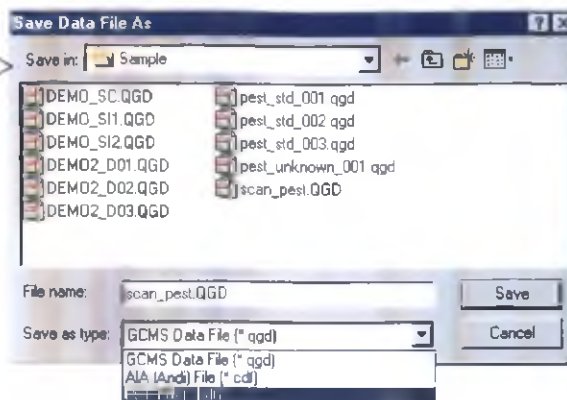


Нажмите кнопку **Все равно продолжить**.



15. После того как установка завершена, откройте приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun) для того, чтобы посмотреть, доступны ли Настройки вывода в PDF.

Загрузите файл данных в окне «Анализ данных» ("Data Analysis") и затем в меню **Файл (File)** выберите **Сохранить файл данных как... (Save Data File As...)**.



* Если файл данных, в котором не записан формат отчета, конвертируется в PDF и затем сохраняется, то создается пустой PDF файл

В.1.3 Закладка [PDF экспорт]

Эта закладка используется для настройки вывода данных в формате PDF.



1. Выберите **Инструменты > Опции (Tools > Option)**.
2. Задайте параметры для вывода данных в формате PDF в закладке «Вывод в PDF» (PDF Output).

Параметр	Описание
Перенаправление отчета в PDF файл (Redirect Report to PDF file)	Если выбран этот пункт, то формат выводимых отчетов изменяется на PDF. Примечание: В выводимый файл будет включена следующая информация о документе: Заголовок: Имя оригинального файла Тема: Название приложения программы, из которого файл выводится в PDF (Получение данных, Серийный анализ, Обработка серии, или Создание отчетов) Автор: Имя пользователя, который вошел в программу Ключевые слова: Состояние данных (процесс обработки данных без сохранения файла или присутствие/отсутствие временной программы для интегрирования пиков) Создатель: Название (GCMSsolution) и версия программы Другая информация, такая как информация об образце также включена, хотя и не показывается.
Режим нормальной скорости (Normal Speed Mode) (Acrobat Distiller®)	Если выбран этот пункт, то для вывода файла в PDF используется Acrobat® Distiller®. Примечание: если Администратором был назначен пароль, то в настройках безопасности PDF файла в пункте «Изменение документа» (Changing the Document) написано «Запрещено» (Not Allowed) и Acrobat в стандартных настройках безопасности использует этот пароль как главный пароль. Другие настройки безопасности применяются в соответствии с настройками в Acrobat® Distiller®.

Параметр	Описание
Режим высокой скорости (High Speed Mode) (Acrobat PDF Writer™)	Если выбран этот пункт, то для вывода файла в PDF используется Acrobat®PDFWriter™. Если используется Acrobat Ver.6, то режим высокой скорости не используется. Если выбран этот режим, то функция вывода в PDF может работать некорректно. Примечание: Когда используется Adobe Acrobat версии 6.0 или более поздней версии, данный режим не может быть использован. Если версия 6.0 или более поздняя используется, то pdf файлы могут работать некорректно. В отличие от режима нормальной скорости для PDF файла не применяются настройки безопасности.
Печать отчета во время PDF экспорта (Print report during PDF Export)	Когда выбран этот пункт, отчет выводится на принтер в момент вывода в PDF, если выбран формат отчета как PDF.
Экспорт PDF файла при сохранении файла данных из «Анализ данных» (Export PDF file when saving data file from <Data Analysis>)	Если выбран этот пункт, то PDF файл выводится, когда файл данных сохранен в окне «Анализ данных» (Data Analysis). Примечание: Эти настройки эффективны только тогда, когда сохраненный файл данных содержит формат отчета и программе CLASS-Agent настроен автоматический сбор файлов данных.

Приложение С Спецификации

C.1 Характеристики

C.1.1 GCMS-QP2020

Диапазон масс	m/z 1.5 – 1090	
Разрешение	R=2M (FWHM)	
EI чувствительность сканирования	S/N>1500 : 1 для 1пг молекулярного иона октафторнафталина с m/z 272	
	Колонка	Rtx-5ms 30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 µm
	Диапазон сканирования	m/z 200 – 300
	Интервал (Время события)	0.2 сек
Максимальная скорость сканирования	20000 и/сек (одиночное сканирование)	

C.1.2 GCMS-QP2010SE

Диапазон масс	m/z 1.5 – 1000	
Разрешение	R=2M (FWHM)	
EI чувствительность сканирования	S/N>200 : 1 для 1пг молекулярного иона октафторнафталина с m/z 272	
	Колонка	Rtx-5ms 30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 µm
	Диапазон сканирования	m/z 200 – 300
	Интервал (Время события)	0.5 сек
Максимальная скорость сканирования	10000 и/сек (одиночное сканирование)	

C.2

Приложение С Спецификации

Оборудование

C.2.1 GCMS-QP2020

Газовый хроматограф	Модель	GC-2010 Plus
	Температура термостата	Максимум 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 100, 115 V AC)	40 °C/мин до 200 °C 25 °C/мин до 250 °C 15 °C/мин до 380 °C 7 °C/мин до 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 230 V AC) (термостат высокой мощности)	70 °C/мин до 200 °C 50 °C/мин до 350 °C 35 °C/мин до 450 °C
	Температура испарителя	Максимум 450 °C
GC/MS соединитель	Модель	Капиллярная колонка
	Температура	Комнатная температура - 350 °C
Ионизатор	Тип ионизации	EI (электронный удар)
	Температура	Управление температурой: 140 - 300 °C
	Филамент	Два филамента (автопереключение)
	Диапазон установки напряжения электрона	10 - 200 V
	Диапазон установки текущего электрона	5 - 250 µA
Аналитическая часть	Цилиндрический квадруполь с предварительными стрержнями	
Детектор	Вторичный электронный умножитель с обращенным динодом	
Вакуумная система	Главный насос (TMP)	Дифференциальная вакуумная система Область источника ионов: 171 л/сек (He) Область квадруполя/Детектора: 157 л/сек (He)
	Дополнительный насос (RP)	30 л/мин (60 Гц) масляный роторный насос

C.2.2. GCMS-QP2010SE

Ниже приведены отличия данной модели от модели GCMS-QP2020.

Ионный источник	Температура	Управление температурой: 140 - 260 °C
Вакуумная система	Главный насос	58 л/сек (He) турбомолекулярный насос

Приложение С Спецификации С.3Рабочее место

С.3.1 ПК

ПК	CPU	Intel® Core i5-4590 (3,3 ГГц)
	Внутренняя память	4 Гб
	Жёсткий диск	500 Гб
	Операционная система	Windows 7 Professional SP1 32-битная версия или 64-битная версия
Монитор	21,5 дюйм. LCD. разрешение 1920 * 1080	
Принтер	Лазерный принтер, А4	

*Может быть произведён апгрейд ПК без предварительных отметок

С.3.2 Программное обеспечение

Анализ	Условия анализа	GC условия измерения, MS условия измерения и параметры обработки данных сохраняются одновременно в файле метода.
	MS режим измерения	Scan, SIM (64 канала × 128 групп)
	GC детектор	ПИД, ПФД, ТИД, ЭЗД, катарометр и другие
	Непрерывный анализ	Выполняется автоматически с использованием функции выполнения серии анализов
Управление прибором	Запуск/остановка системы создания вакуума	
	GCMS автоматическая система и ручная регулировка	
	GCMS проверка системы	
Обработка данных	Анализ данных	Отображение хроматограммы/масс-спектра
		Сравнение хроматограмм/масс-спектров
		Усреднение и компенсация фоновых сигналов масс-спектра
		Вычисление площадей пиков
		Вычисление эффективности колонки
	Библиотечный поиск	Режимы поиска: по совпадению, по указателю поиска
		Одновременно используется до 5 библиотек
		Отображение структурной формулы
		Редактирование собственной библиотеки

Обработка данных	Количественный анализ	Максимальное число идентифицируемых пиков: 1000
		Метод идентификации: метод абсолютного времени удерживания/относительного времени удерживания, метод временного интервала/окна времени, опорных ионов (до 5), образца массы в соответствии с зарегистрированным спектром
		Количественные расчеты: исправленная нормализация по площадям с поправочным коэффициентом, внутренний стандарт, абсолютная градуировка, стандартная добавка, процент площади
		Калибровочные кривые: линейная (метод наименьших квадратов, метод среднего коэффициента), поточечная, квадратичная, кубическая. Усреднение ($1/C$, $1/C^2$, $1/A$, $1/A^2$)
		Калибровочные точки: до 64 (усреднение до 10 измерений для каждой точки)
Система		Корректировка калибровочной кривой
		Групповая обработка
	Создание отчета	Хроматограммы, масс-спектры, обработка пиков, результаты поиска по совпадению, результаты количественного расчета, калибровочные кривые и т.д.
		Редактирования формата
	Выполнение серии анализов	Обработка данных, непрерывная автоматическая обработка отчета
	Конверсия данных	ANDI (AIA) конверсия, конверсия количественных результатов ASCII, конверсия JCAMP, создание PDF-файла изображения отчёта
	Обозреватель данных	Файл замены и удаление различных типов файлов
	QA/QC	Точность управления, качество управления, скорость извлечения, проверка спектра и др.
	Безопасность	Введение имени пользователя и пароля, определение уровней авторизации.
	Надежность	Сохранение изменений (а также описание причин изменения, если необходимо) каждый раз при сохранении файла метода.



Приложение С Спецификации

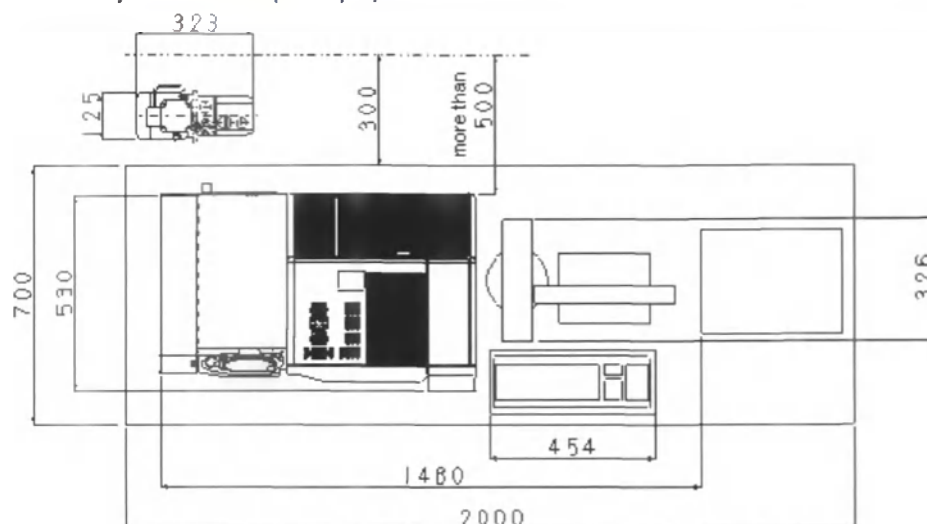
C.4

Требования к установке

Источник питания	Частота	50/60 Гц
	Для GC	Одна фаза AC 100, 115 V 1800 VA
		Одна фаза AC 230 V 2600 VA (для высокомоушного термостата)
	Для MS	Одна фаза AC 100 до 240 V 1000 VA
	Колебания напряжения	Диапазон рабочего напряжения $\pm 10\%$
		Определенный диапазон напряжения $\pm 5\%$
	Скачки напряжения	II категория установки (IEC)
	Класс защищенности	I класс (IEC)
	Ток короткого замыкания	1000 A
	* Необходимо использовать специальный источник питания для переменного тока.	
Требования к окружающей среде	* Относится к колебаниям напряжения, прибор предназначен для работы в диапазоне $\pm 10\%$, включая колебания, обусловленные высокими шумами, но для обеспечения лучшей производительности рекомендуется, чтобы колебания были в пределах $\pm 5\%$, включая шумы. Текущая частота колебаний должна быть в пределах ± 5 Гц.	
	* Также необходимы источники питания для PC, монитора и принтера	
	Заземление	100 Ω или более
	Температура	Постоянная в пределах от 18 до 28 °C
	Влажность	От 40 до 70 % RH (без конденсации)
	* Должен быть установлен выхлопной канал. Вакуумный насос должен быть подсоединен к выхлопному каналу так, чтобы вводимые в колонку растворители и образцы постоянно отводились из рабочего помещения, а также необходимо избежать образования масляного тумана. Если это невозможно, снизу должен быть установлен масляный фильтр. Введенные растворители и образцы удаляются непосредственно через этот фильтр (P/N S042-00124-31, Масляный фильтр EMF3)	
	* Следует также избегать пыли, вибрации, посторонних шумов и коррозионных газов.	
	Высота	2000 м
	Степень загрязнения	Степень загрязнения 2 (IEC)

С.4.1 Примеры установки

Пример установки (габаритные размеры будут изменяться в зависимости от используемого РС и принтера.)



При охлаждении термостата колонок, горячий воздух выходит с задней стороны прибора. Поэтому учитывайте следующие аспекты при проведении установки.

- Не располагайте никакие воспламеняющиеся материалы позади прибора.
- Оставьте свободное пространство 50 см или более между задней стенкой прибора и стеной помещения.
- Оставьте место позади прибора для технического обслуживания и проверки.

Когда используется опциональная вытяжная система (S221-47748-41), расстояние от стены может быть минимум 25 см.

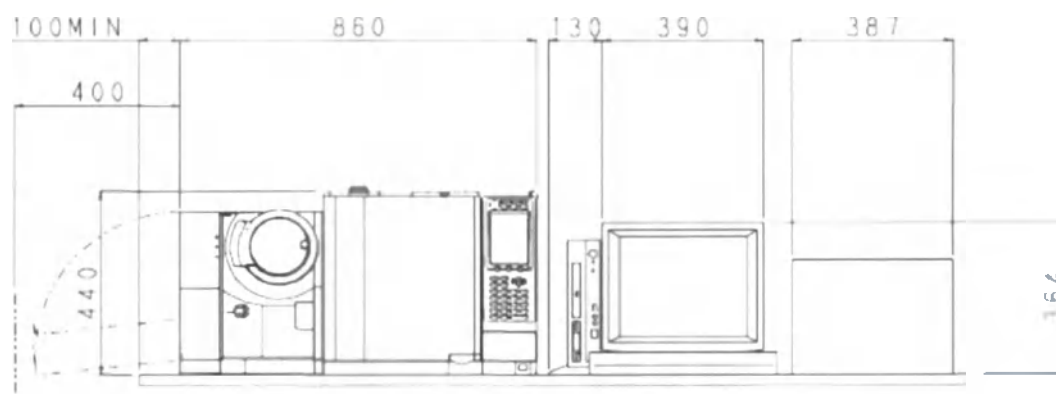


Рисунок С.1 Пример установки

Длина кабелей и соединительных трубок следующие.

MS роторный насос	Вакуумные соединения	приблиз. 1.5 м
	Выпускной трубопровод	приблиз. 4 м
	Силовой провод	приблиз. 1.5 м
PC-MS	Кабель	приблиз. 2 м

Приложение D Расходные материалы и средства технического обеспечения

D.1 Список расходных материалов

В данном разделе представлены списки расходных материалов и средств технического обеспечения для стандартной конфигурации GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE. Списки материалов, предоставляющихся отдельно (как опция) размещены в дополнительных руководствах пользователя. Большинство расходных материалов и средств технического обеспечения для блока газового хроматографа (GC-2010 Plus) включены в список. Для получения информации о дополнительных комплектующих см. Руководство пользователя GC-2010 Plus. При возникновении вопросов относительно данной информации, пожалуйста, обращайтесь в Ваше представительство Shimadzu.

Для некоторых расходных материалов не указан период замены, заменяйте их как только это станет необходимым.

D.1.1 GCMS-QP2020

Список расходных материалов

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
ГХ	S221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/PKT	
	S036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/PKT	Для стеклянного соединения
	S221-41444-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SPL-2010	Для ввода с делением потока
	S221-48335-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SLESS/WBI	Для ввода без деления потока
	S221-48600	СИЛИКОНОВОЕ ВОЛОКНО, 2G	
	S221-48876-03	Деактивир. стеклянная вставка, SLESS	5/PKT
	S225-20803-01	Деактивир. стеклянная вставка, SPLIT	5/PKT
	S221-49065-91	AU УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/PKT	1PC 221-48990
	S221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	Для удаления примесей из газа-носителя Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Делитель)	Делитель потока Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Промывка)	Обдув септы Рекомендуемый период замены – 1 год
Прямое соединение	S201-35183	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	Для соединения линий
	S670-15003-03	ФЕРУЛА, GVF/004, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.25 мм
	S670-15003-04	ФЕРУЛА, GVF/005, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.32 мм
	S670-15003-07	ФЕРУЛА, GVF/008, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.53 мм
Ионный источник	S670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	
	S225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	
	S225-17659-91	ОТРАЖАТЕЛЬНЫЙ УЗЕЛ	Для GCMS-QP2020
	S225-17697-91	КОРПУС (Термостойкий)	Для GCMS-QP2020
	S225-17698-91	ОТРАЖАТЕЛЬ (Термостойкий)	Для GCMS-QP2020
	S225-01068	ИЗОЛЯТОР	

Калибровочный газ	S225-09493-03	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ПФТБА (5 g)	
	S225-09493-01	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ТРИС (0.5 g)	
	S225-09493-05	Трис (перфторнонил)-S-триазин (1 g)	Для калибровки m/z 1066
ВАКУУМ	S017-30163-11	РОТОРНЫЙ МАСЛЯНЫЙ НАСОС 15 L	
ЗАЖИМ, ИНСТРУМЕНТЫ	S085-35124-03	АБРАЗИВНАЯ ТКАНЬ, ULTRA FINE, 20/PKT	
	S225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	
	S225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ I/F)	
	S225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ INJ)	

Список средств технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ГХ	S221-71662-41	РСВ УЗЕЛ, GC2010	
	S078-12146-01	LCD, LM32019P	
	S221-46470-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 1, GC2010	
	S221-46471-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 2, GC2010	
	S221-43695-91	РТ СЕНСОРНЫЙ УЗЕЛ, 17A+	
	S221-43696-91	ТЕРМОСОЕДИНИТЕЛЬ, V2	
Интерфейс	S225-10547	ИЗОЛЯТОР, I/F	
	S018-23651	КЛЕЙКАЯ ЛЕНТА	
	S036-11251	О-кольцо, 4D P50	
	S225-10549-41	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 100 V – 115 V (нагреватель и Pt-сенсор)
	S225-10549-42	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 220 V – 240 V (нагреватель и Pt-сенсор)
Ионный источник	S200-44394	КЕРАМИЧЕСКИЙ ИЗОЛЯТОР, A24-251-1	
	S225-17652-91	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	
	S225-10436-91	РТ УЗЕЛ, IS	
	S018-17301	ФОЛЬГА, AL 250 × 10MT	
	S225-17651-91	IS УЗЕЛ	Линзы, магниты и нагревательный блок
	S225-17670-91	УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО, I/F A ASSY	
	S022-27031	ЗАДВИЖКА, SST Шестигранник M2 × 3	Для интерфейса
	S225-17725	ПРУЖИНА	
	S225-10434-91	КАБЕЛЬ, F1(S)	
	S225-10434-92	КАБЕЛЬ, F2(S)	
	S225-10434-93	КАБЕЛЬ, F1(L)	
	S225-10434-94	КАБЕЛЬ, F2(L)	
	S225-10434-95	КАБЕЛЬ, L1	

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ДЕТЕКТОР	S225-09340-11	ЕМ, AF620	Детектор; Только вторичный электронный умножитель
	S225-10466-91	SIG КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-92	LENS КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-93	HV КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-94	CDD КАБЕЛЬ, DET	
	S036-11271	О-кольцо, 4D P105	
	S225-10464-91	УЗЕЛ ПЕРЕДАТЧИКА, CDD	
	S225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	S036-11218	О-кольцо, 4D P18	
МС ФИЛЬТР	S225-01132	PIN/QP-5000	
	S225-10407-91	КАБЕЛЬ, МС ФИЛЬТР	
	S225-10408-91	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ1, PRE-ROD	
	S225-10408-92	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ2, PRE-ROD	
	S036-11266	О-кольцо, 4D P90	
	S225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	S036-11218	О-кольцо, 4D P18	Для передатчика
	S225-01373	КОРОТКАЯ ПРУЖИНА	
	S225-10390-01	КОНЕЧНАЯ ПЛАСТИНА (PRE)	
	S225-11659	Предварительный стержень	
	S225-10401	ИЗОЛЯТОР	Для предварительного стержня
	S225-10402	ВИНТ (PRE)	Для предварительного стержня
	S225-10403	ХОМУТ	Для предварительного стержня
СИСТЕМА ГАЗОВОЙ КАЛИБРОВКИ	S225-10179-91	КРАН, SI	
	S225-01559-91	КАПИЛЛЯР	
	S035-62971-05	МУФТА, T-100SET	
	S225-04257-91	СТЕКЛЯННАЯ АМПУЛА, 5 PCS	
	S036-11203	О-кольцо, 4D P5	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА	S225-09490-01	ИОННЫЙ ИНДИКАТОР	Рекомендуемый период замены – 3 года
	S200-20310-91	PВ-1 ТРУБКА НИТИ НАКАЛИВАНИЯ	Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-09588-02	TMP, EXT200/200H ГХМС	Только основной блок турбомолекулярного насоса Рекомендуемый период ремонта – 3 года
	S225-09588-12	TMP, EXT200/200H ГХМС	Только основной блок турбомолекулярного насоса + Контроллер Рекомендуемый период ремонта – 3 года
	S225-09588-13	EXDC160	TMP Контроллер (Делитель потока) Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-09517-01	RP E2M1.5 (100-120)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-09517-02	RP E2M1.5 (220-240)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-11446-91	КАБЕЛЬ, MS-RP	Кабель для RP
	S221-09895-09	ЭМБЛЕМА, AC 220 240 V	Для кабеля
	S221-09895-10	ЭМБЛЕМА, AC 100 115 V	Для кабеля
	S210-13532-71	ЭМБЛЕМА, RP1	Для кабеля
	S204-30020-01	ГИБКИЙ НАКОНЕЧНИК, 16KF-18	Для роторного насоса
	S035-06004-51	Центрирующее кольцо, KF10/16SNRCR	Для роторного насоса Рекомендуемый период замены – 3 года
	S035-02415-01	ХОМУТ, 10/16KF	Для роторного насоса Рекомендуемый период замены – 3 года
	S016-31697-03	Гибкий шланг, PVC CHEMIFLEX 19X26	
	S037-61024	ГИБКИЙ ДЕРЖАТЕЛЬ, НВ-1-28	
	S017-30290-11	Смазочное масло BARRIERTAIS/V	
	S225-17811	Прямой соединитель, KF25-#15	
	S035-06004-24	Центрирующее кольцо, KF25SVCR	Рекомендуемый период замены – 3 года
	S035-02415-02	ХОМУТ, 20/25KF	
	S035-02415-02	КОЛЬЦО С ТОЛСТОЙ РЕЗЬБОЙ ISO 100	Центрирующее кольцо с толстой резьбой (со стороны ионного источника) Рекомендуемый период замены – 3 года

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА	S225-09588-08	КОЛЬЦО С ТОНКОЙ РЕЗЬБОЙ ISO 100	Центрирующее кольцо с тонкой резьбой (со стороны ионного источника) Рекомендуемый период
	S036-11271	О-кольцо, 4D P105	О-кольцо передней двери. Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-10125	ПЕРЕДАТЧИК 12P	
	S036-11243	О-кольцо, 4D P40	О-кольцо передней двери
	S225-03540-93	ПРОТОЧНЫЙ КРАН	
	S035-06004-21	Центрирующее кольцо, KF10SVCR	Для проточного крана Рекомендуемый период замены – 3 года
	S036-11203	О-кольцо, 4D P5	
Блок питания	S225-21295-41	УЗЕЛ БЛОКА ПИТАНИЯ	
	S074-80422-01	Устройство питания, LEA50F-5	
	S074-80422-51	Устройство питания, LEA50F-24	
	S074-80424-01	Устройство питания, LEA150F-24	
	S074-80435-38	Устройство питания, ZWS240PAF24/J	
	S225-21280-41	PCB УЗЕЛ LED-A-RO	
	S225-21200-41	PCB УЗЕЛ. Упр насоса-A-RO	
	S225-10333-91	FAN ASSY POWER	
HV PCB	S225-21100-41	HV PCB УЗЕЛ	Для моделей EI и CI
	S225-21100-42	HV PCB УЗЕЛ, NCI	Для модели NCI
RF PS	S225-21040-41	RF PS УЗЕЛ, QP2010U	
	S225-21060-41	PCB УЗЕЛ, RF DIFF-A-RO	
	S225-10296-91	FAN ASSY	
MAIN CTRL	S225-21080-41	PCB УЗЕЛ, MAIN CTRL-A-RO	
CPU PCB	S225-21000-41	PCB УЗЕЛ, CPU-A-RO	
IS CTRL	S225-21150-42	IS CTRL-A ASSY	
DC POWER	S225-21130-41	DC POWER-A-RO	
IG CTRL	S225-21180-41	PCB УЗЕЛ, IG CTRL-A-RO	
PRE AMP	S225-21030-41	PCB УЗЕЛ, PRE AMP-A-RO	
КАБЕЛЬ	S071-60825-51	CORD, PHP-206S+PHS-3	Для 220 V – 240 V
	S071-60816-12	CORD, UC-975-N01	Для 100 V – 115 V
	S088-50825-30	USB Кабель (5 м)	
	S088-50825-31	USB Кабель (5 м)	
	S088-50906-11	RS232C Кабель	

D.1.2 GCMS-QP2010SE

Список расходных материалов

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
ГХ	S221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/ПКТ	
	S036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/ПКТ	Для стеклянного соединения
	S221-41444-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SPL-2010	Для ввода с делением потока
	S221-48335-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SLESS/WBI	Для ввода без деления потока
	S221-48600	СИЛИКОНОВОЕ ВОЛОКНО, 2G	
	S221-48876-03	Деактивир. стеклянная вставка, SLESS	5/ПКТ
	S225-20803-01	Деактивир. стеклянная вставка, SPLIT	5/ПКТ
	S221-49065-91	AU УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/ПКТ	1PC 221-48990
	S221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	Для удаления примесей из газа-носителя Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Делитель)	Делитель потока Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Промывка)	Обдув септы Рекомендуемый период замены – 1 год
	S201-35183	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	Для соединения линий
Прямое соединение	S670-15003-03	ФЕРУЛА, GVF/004, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0.25 мм
	S670-15003-04	ФЕРУЛА, GVF/005, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0.32 мм
	S670-15003-07	ФЕРУЛА, GVF/008, 10/ПКТ	Для колонок диаметром менее 0.53 мм
	S670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	
Ионный источник	S225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	
	S225-10442-91	ОТРАЖАТЕЛЬНЫЙ УЗЕЛ	Для GCMS-QP2010SE
	S225-10446-91	КОРПУС (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010SE
	S225-10447-91	ОТРАЖАТЕЛЬ (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010SE
	S225-01068	ИЗОЛЯТОР	
Калибровочный газ	S225-09493-03	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ПФТБА (5 g)	
	S225-09493-01	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ТРИС (0.5 g)	
ВАКУУМ	S017-30163-11	РОТОРНЫЙ МАСЛЯНЫЙ НАСОС 15 1 L	
ЗАЖИМ, ИНСТРУМЕНТЫ	S085-35124-03	АБРАЗИВНАЯ ТКАНЬ, ULTRA FINE, 20/ПКТ	
	S225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	
	S225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для I/F)	
	S225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для INJ)	

Список средств технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ГХ	S221-71662-41	PCB УЗЕЛ, GC2010	
	S078-12146-01	LCD, LM32019P	
	S221-46470-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 1, GC2010	
	S221-46471-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 2, GC2010	
	S221-43695-91	РТ СЕНСОРНЫЙ УЗЕЛ, 17A+	
	S221-43696-91	ТЕРМОСОЕДИНИТЕЛЬ, V2	
Интерфейс	S225-10547	ИЗОЛЯТОР, I/F	
	S018-23651	КЛЕЙКАЯ ЛЕНТА	
	S036-11251	О-кольцо, 4D P50	
	S225-10549-41	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 100 V – 115 V (нагреватель и Pt-сенсор)
	S225-10549-42	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 220 V – 240 V (нагреватель и Pt-сенсор)
Ионный источник	S200-44394	КЕРАМИЧЕСКИЙ ИЗОЛЯТОР, A24-251-1	
	S225-10439-91	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	
	S225-10436-91	РТ УЗЕЛ, IS	
	S018-17301	ФОЛЬГА, AL 250 × 10MT	
	S225-10200-91	IS УЗЕЛ	Линзы, магниты и нагревательный блок
	S225-10554-91	УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО, I/F A ASSY	
	S225-17725	ПРУЖИНА, SUS UR8-10	
	S225-10434-91	КАБЕЛЬ, F1(S)	
	S225-10434-92	КАБЕЛЬ, F2(S)	
	S225-10434-93	КАБЕЛЬ, F1(L)	
	S225-10434-94	КАБЕЛЬ, F2(L)	
	S225-10434-95	КАБЕЛЬ, L1	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ДЕТЕКТОР	S225-09340-11	ЕМ, AF620	Детектор; Только вторичный электронный умножитель
	S225-10466-91	SIG КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-92	LENS КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-93	HV КАБЕЛЬ, DET	
	S225-10466-94	CDD КАБЕЛЬ, DET	
	S036-11271	О-кольцо, 4D P105	
	S225-10464-91	УЗЕЛ ПЕРЕДАТЧИКА, CDD	
	S225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	S036-11218	О-кольцо, 4D P18	
МС ФИЛЬТР	S225-01132	PIN/QP-5000	
	S225-10407-91	КАБЕЛЬ, МС ФИЛЬТР	
	S225-10408-91	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ1, PRE-ROD	
	S225-10408-92	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ2, PRE-ROD	
	S036-11266	О-кольцо, 4D P90	
	S225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	S036-11218	О-кольцо, 4D P18	Для передатчика
	S225-01373	КОРОТКАЯ ПРУЖИНА	
	S225-10390-01	КОНЕЧНАЯ ПЛАСТИНА (PRE)	
	S225-11659	PRE ROD	
	S225-10401	ИЗОЛЯТОР	Для предварительного стержня
	S225-10402	ВИНТ(PRE)	Для предварительного стержня
	S225-10403	ХОМУТ	Для предварительного стержня
СИСТУМА ГАЗОВОЙ КАЛИБРОВКИ	S225-10179-91	КРАН, SI	
	S225-01559-91	КАПИЛЛЯР	
	S035-62971-05	МУФТА, T-100SET	
	S225-04257-91	СТЕКЛЯННАЯ АМПУЛА, 5 PCS	
	S036-11203	О-кольцо, 4D P5	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Замечание
ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА	S225-20310-91	PB-1 ТРУБКА НИТИ НАКАЛИВАНИЯ	Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-20320-01	HiPace80	TMP Контроллер (Делитель потока) Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-09517-01	RP E2M1.5 (100-120)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-09517-02	RP E2M1.5 (220-240)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-11446-91	КАБЕЛЬ, MS-RP	Кабель для RP
	S221-09895-09	ЭМБЛЕМА, AC 220 240 V	Для кабеля
	S221-09895-10	ЭМБЛЕМА, AC 100 115 V	Для кабеля
	S210-13532-71	ЭМБЛЕМА RP1	Для кабеля
	S204-30020-01	ГИБКИЙ НАКОНЕЧНИК, 16KF-18	Для роторного насоса
	S035-06004-51	Центрирующее кольцо, KF10/16SNRCR	Для роторного насоса Рекомендуемый период замены – 3 года
	S035-02415-01	ХОМУТ, 10/16KF	Для роторного насоса. Рекомендуемый период замены – 3 года
	S016-31697-03	HOSE, PVC CHEMIFLEX 19X26	
	S037-61024	ГИБКИЙ ДЕРЖАТЕЛЬ, НВ-1-28	
	S017-30290-11	Масло для смазки BARRIERTA IS/V	
	S225-11676	Прямой соединитель, KF16-#15	
	S035-06004-22	Центрирующее кольцо, KF16SVCR	Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-20320-04	DN63 заслонка с центрирующим кольцом	Центрирующее кольцо с резьбой для модели SE Рекомендуемый период замены – 3 года
	S036-11271	О-кольцо, 4D P105	О-кольцо передней двери. Рекомендуемый период замены – 3 года
	S225-10125	ПЕРЕДАТЧИК 12P	
	S036-11243	О-кольцо, 4D P40	О-кольцо передней двери
	S225-10116-41	ПРОТОЧНЫЙ КРАН	
	S036-11203	О-кольцо, 4D P5	



Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
Блок питания	S225-21290-42	УЗЕЛ БЛОКА ПИТАНИЯ (S)	
	S074-80422-01	Устройство питания, LEA50F-5	
	S074-80422-51	Устройство питания, LEA50F-24	
	S074-80424-01	Устройство питания, LEA150F-24	
	S225-21280-41	PCB УЗЕЛ LED-A-RO	
	S225-21200-41	PCB УЗЕЛ, Упр. насоса-A-RO	
	S225-10333-91	FAN ASSY POWER	
HV PCB	S225-21100-41	HV PCB ASSY	
RF PS	S225-21040-41	RF PS ASSY, QP2010U	
	S225-21060-41	PCB ASSY, RF DIFF-A-RO	
	S225-10296-91	FAN ASSY	
MAIN CTRL	S225-21080-41	PCB ASSY, MAIN CTRL-A-RO	
CPU PCB	S225-21000-41	PCB ASSY, CPU-A-RO	
IS CTRL	S225-21150-42	IS CTRL-A ASSY	
DC POWER	S225-21130-41	DC POWER-A-RO	
PRE AMP	S225-21030-41	PCB ASSY, PRE AMP-A-RO	
КАБЕЛЬ	S071-60825-51	CORD, PHP-206S+PHS-3	Для 220 V – 240 V
	S071-60816-12	CORD, UC-975-N01	Для 100 V – 115 V
	S088-50825-30	USB Кабель (5 м)	
	S088-50825-31	USB Кабель (5 м)	
	S088-50906-11	RS232C Кабель	

D.1.3 Набор инструментов (опция)

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) S225-20051-91	S086-03047-02	Гаечный ключ 10x12	2 шт
	S086-03047-01	Гаечный ключ 6x8	2 шт
	S221-46977	Отвертка, SPL-2010	1 шт
	S016-16111-01	Пинцет	1 шт
	S086-11002	Отвертка, TORQUE #2 100 мм	1 шт
	S086-12011	Торцевой ключ, 4.0	1 шт
	S086-10403	Отвертка, MINUS 100 мм	1 шт
	S225-20801-01	Гаечный ключ 3/16x1/4 AF	1 шт
	S225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	1 шт
	S225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ I/F)	1 шт
	S225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ INJ)	1 шт
	S221-50595-91	Нож для обрезания капил. трубки	1 шт
	S086-10530-01	Шестигранный ключ, 006-1,5 мм	1 шт
	S026-11007-02	Параллельный пин, SUS304 1x12	1 шт
	S221-35566-92	G-образная холостая гайка	1 шт
	S018-20211-11	Липкая лента, желтая	1 шт

D.1.4 Набор расходных материалов (опция)

Название блока	№ элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) S225-20052-91	S221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	1 шт. Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР	2 шт. Рекомендуемый период замены – 1 год
	S221-48990	AU УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/PKT	1 шт.
	S221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/PKT	1 шт.
	S221-48876-03	Деактивир. стекл. вставка, SLESS	5/PKT
	S225-20803-01	Деактивир. стекл. вставка, SPLIT	5/PKT
	S036-11203-84	O-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/PKT	2 шт.
	S670-15003-03	ФЕРУЛА, GVF/004, 10/PKT	1 шт.
	S670-15003-04	ФЕРУЛА, GVF/005, 10/PKT	1 шт.
	S670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	2 шт.
	S225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	2 шт.
	S221-34618	Шприц микролитровый	1 шт.
	S201-35183-84	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	1 шт.
	S225-01068	Изолятор	1 шт.
	S221-45177-91	Держатель плунжера (5 шт)	1 шт.
	S225-20804-91	Амбразивная ткань, кусочками	1 шт.



Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Эта страница намеренно оставлена пустой.

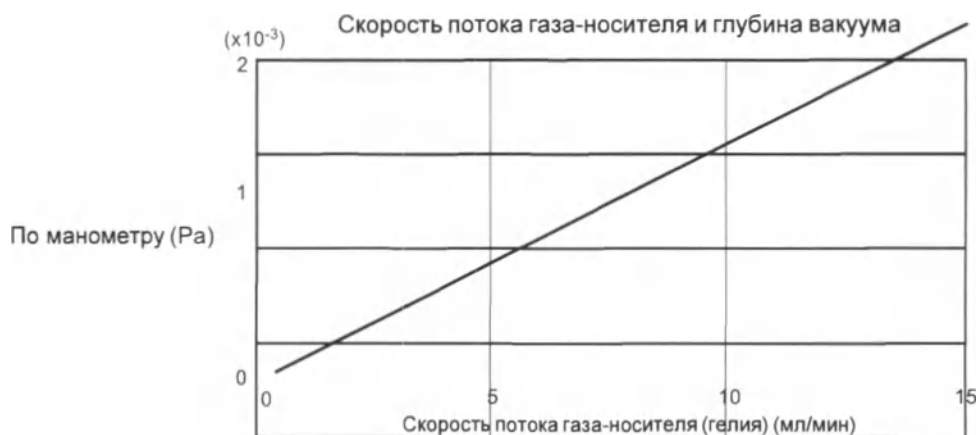
Е.1 Характеристики вакуума

Следующий график отражает зависимость глубины вакуума от скорости потока газа-носителя. В зависимости от диапазона ионизации глубина вакуума может изменяться приблизительно на $\pm 20\%$.

Существенное влияние может играть герметичность элементов вакуумной системы особенно при низких скоростях потока газа-носителя или в случае, если наблюдение было проведено сразу же после начала процесса вакуумирования.

Максимальное значение скорости газа-носителя в колонке при выполнении анализа соответствует 15 мл/мин (4 мл/мин для модели GCMS-QP2010SE). Если внутренний диаметр колонки составляет 0.53 мм, то необходимо использовать колонку длиной более 25 м.

Е.1.1 GCMS-QP2020

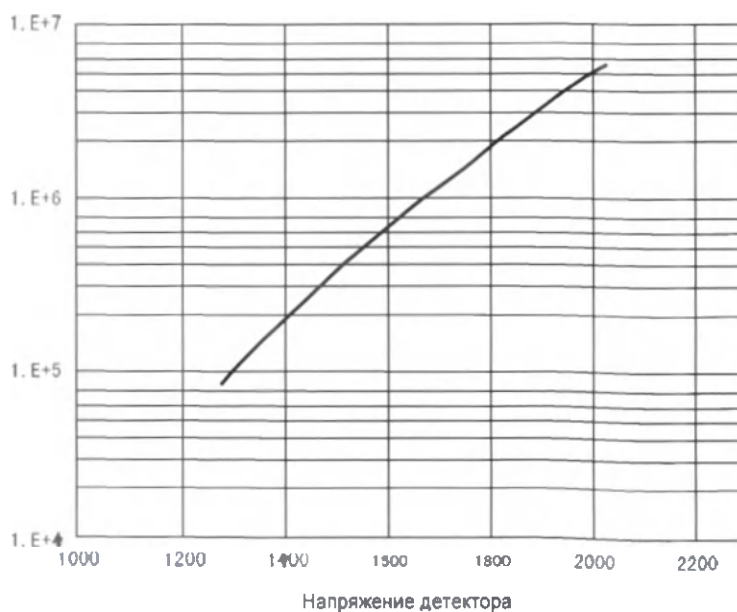


Е.1.2 GCMS-QP2010SE



E.2 Коэффициент усиления детектора

Изображенный ниже характеристический график отражает усредненные значения. В зависимости от детектора будут наблюдаться незначительные изменения.

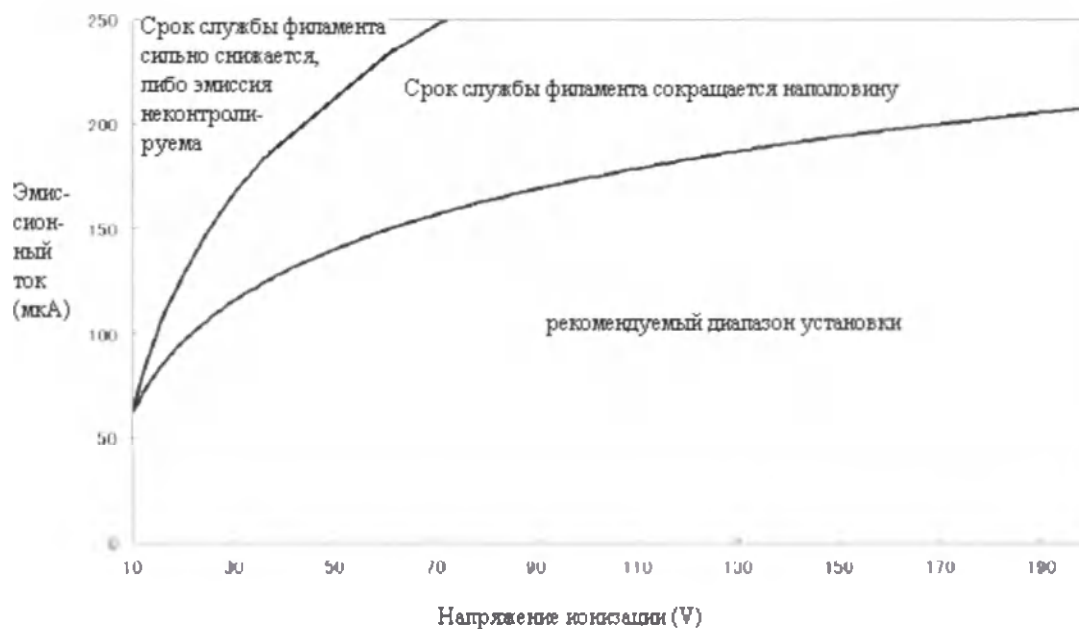


Е.3 Напряжение ионизации/ток излучения и срок службы филамента

Напряжение ионизации и ток излучения могут быть изменены в процессе работы; однако, изменение параметров может существенно сказаться на работе нити накаливания. На графике продемонстрировано, как влияет изменение параметров на срок службы нити накаливания.

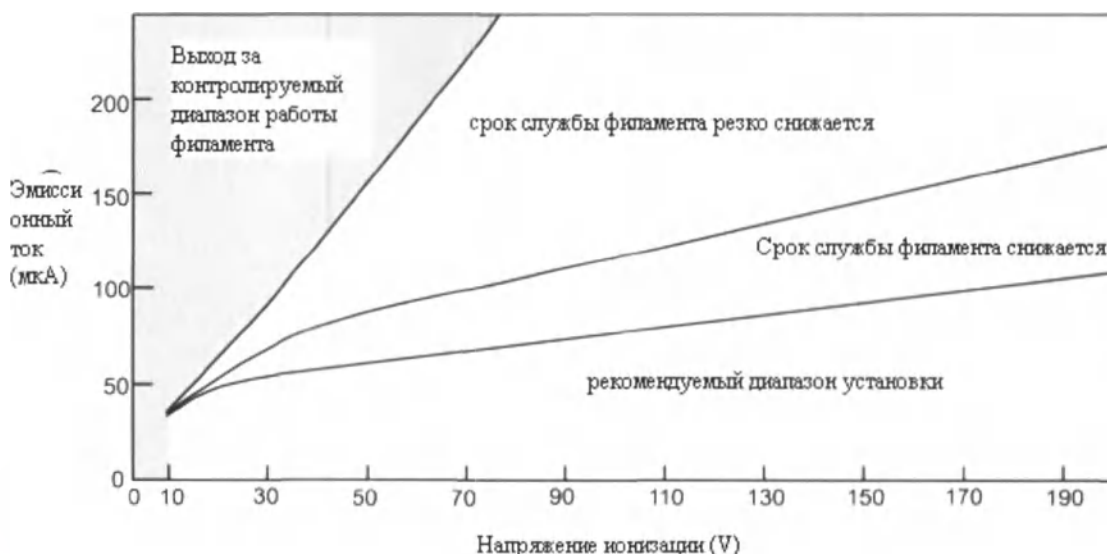
Е.3.1 GCMS-QP2020

Напряжение ионизации / Эмиссионный ток и срок службы филамента



Е.3.2 GCMS-QP2010SE

Напряжение ионизации / Эмиссионный ток и срок службы филамента





Приложение Е Технические примечания

Е.3 Напряжение ионизации/Ток излучения и срок службы нити накаливания

Эта страница намеренно оставлена пустой.

F.1

Сокращения

AART	Автоматическая коррекция времени удерживания
AMU	Атомная единица массы
AOC	Автодозатор (Контроллер автоматической работы)
CI	Химическая ионизация
COAST	Создание автоматической таблицы SIM
DI	Прямой ввод
EI	Ионизация электронным ударом
eV	Электрон-вольты
FASST	Быстрый автоматизированный режим SCAN/SIM
GC, ГХ	Газовый хроматограф
GC/MS, ГХМС	Газовый хроматограф / Масс-спектрометр
I/F	Интерфейс
IS, ISTD	Внутренний стандарт
MC	Масс-хроматограмма, т.е. графическое изображение результата MS-анализа
MC	Масс-хроматография
MS	Масс-спектрометр, т.е. прибор
m/z	Отношение массы к заряду
NCI	Отрицательная химическая ионизация
NIST	Национальный институт стандартов и технологии
PFTBA	Перфтортрибутиламин (ПФТБА)
RF	Переменное (радиочастотное) напряжение
RP	Форвакуумный насос
SIM	Мониторинг выбранных ионов
S/N	Отношение сигнал/шум
SP/SPL	С делением и без деления потока (Split / Splitless)
TIC	Хроматограмма по полному ионному току
TMP	Турбомолекулярный насос

А

AART (Автоматическая коррекция времени удерживания)

Стандартные времена удерживания в таблице соединений и параметры измерения времени для масс-спектрометра корректируются с использованием индексов удерживания в таблице соединений файла метода на основании индексов удерживания и стандартных времен удерживания для n-алканов.

AMU, а.е.м. (атомная единица массы)

Это единица, в которой измеряются атомные массы, определяемая как 1/12 массы атома углерода-12. Масса одного атома углерода-12 составляет точно 12 а.е.м. Атомная масса водорода составляет 1,007825.

АОС

Это один из автодозаторов, работающих с системой ГХ. АОС последовательно вводит пробы в инжектор ГХ. Ввод выполняется автоматически с высокой точностью.

Автотюнинг

Программа Autotune оптимизирует рабочие характеристики ионных линз. Вводится калибровочный газ ПФТБА, и автоматически настраиваются напряжение на линзах ионного источника, параметры RF и напряжение на анализаторе. Пользователь может отредактировать условия настройки разрешения, калибровки масс и настройки чувствительности (целевой массы или профиля масс). Результаты окончательной регулировки распечатываются и могут быть сохранены как файл регулировки.

В

Вычитание фона

Полученные данные содержат некоторое количество фонового шума. В процессе вычитания фона из указанного полученного спектра (обычно спектра рядом с вершиной пика) вычитается спектр фона (обычно спектр базовой линии хроматограммы), при этом получается единичный спектр. Эта рецептура выполняется перед проведением качественного анализа.

Основной пик

В масс-спектре относительную интенсивность каждого иона обычно вычисляют с использованием пика с наивысшей интенсивностью, называемого "стандартным" или "основным".

Обработка серий

- (1) Каждая строка в таблице серий содержит параметры инъекции и анализа для данной пробы. По выполнении последовательного получения данных и анализа проб автоматически выполняются обработка данных и печать отчета.
- (2) Повторную обработку ранее полученных данных можно также выполнить на приборе, находящемся в автономном режиме.

Билатеральный метод

Билатеральный фильтр - это тип скользящего усредняющего фильтра, который используется для нахождения скользящего среднего заданного числа точек данных и анализа тенденции изменения суммарных данных. Для вычисления скользящего среднего при расчете среднего значения выполняется только оценка на основе разностной базы по времени. Однако при использовании билатерального фильтра также используется и оценка на основе разностной базы по интенсивности.

Заглушка

Это принадлежность ГХ, используемая для перекрытия линии потока, например линии газа-носителя или линий деления потока и продувки.

С

Калибровочная кривая

Это кривая, отображающая зависимость между концентрацией вещества и действительной площадью или высотой, полученной для этого вещества в процессе анализа. В ПО GCMSsolution по горизонтальной оси представлена концентрация вещества, а по вертикальной - площадь или высота, полученные при анализе пробы. Построенная калибровочная кривая используется для количественного анализа неизвестных проб.

Капиллярная колонка

Капиллярная колонка изготовлена из капиллярной кварцевой трубки, ее внутренняя поверхность покрыта химически сшитой неподвижной жидкой фазой, а наружная - полиамидной смолой во избежание поломки. Колонка разделяет компоненты пробы, введенной в инъекционный порт ГХ. За исключением проб, вводимых в DI (опция), колонка используется для разделения всех проб. В стандартном исполнении GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE позволяет устанавливать колонки внутренним диаметром менее 0,32 мм. Максимальный расход газа-носителя в GCMS-QP2020 составляет 15 мл/мин (4 мл/мин для GCMS-QP2010SE), что позволяет непосредственно подключать к масс-спектрометру колонку 0,53 мм.

CI (Химическая ионизация)

Это метод ионизации, при котором газ-реагент реагирует с молекулой пробы, образуя ионы. По сравнению с EI ионов образуется меньше, но поскольку это "мягкий" метод ионизации (со сложным механизмом ионизации), он имеет преимущество в получении информации о молекулярном весе для веществ, которые нельзя анализировать методом EI.

При детектировании отрицательных ионов этот метод называется отрицательной химической ионизацией (NCI).

Канал

См. "Группа".

Хроматограмма

Это графический вывод (график), полученный при детектировании веществ по мере их элюирования из хроматографа.

COAST (Создание автоматической таблицы SIM)

Условия получения данных для измерения SIM или одновременного измерения SCAN/SIM можно создать на основе Таблицы соединений. Время окончания измерения группы можно точно задать на основании проверки хроматограммы.

Конденсат

Внутри прибора могут образовываться капли воды и конденсироваться на его внутренних поверхностях. Поскольку конденсат повреждает прибор, соблюдайте осторожность при установке прибора.

Compound Finder (Функция поиска соединения)

Это функция идентификации целевых соединений путем поиска данных измерения пробы для пиков, масс-спектры которых подобны таковым для целевого вещества. Необходимо, чтобы стандартный спектр целевого соединения был занесен в таблицу соединений.

Расходные материалы

Это детали, которые изнашиваются в процессе использования GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE, например септа инжектора ГХ или филамент ионного источника. Поддерживайте необходимый запас таких деталей.

Конверсионный динод

Конверсионный динод расположен на входе в детектор. Будучи высоковольтным электродом, он эффективно преобразует положительные ионы в электроны, а отрицательные ионы - в положительные ионы согласно их полярности. Он повышает чувствительность особенно в диапазоне высоких масс и позволяет детектировать отрицательные ионы. На GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE используется в качестве детектора.

D

Детектор

Эта часть системы преобразует характеристики измеренной пробы в электрический сигнал. Проба ионизируется и проходит через источник ионизации. Электродами квадруполя ионы разделяются по массам, а затем детектором преобразуются в электрические сигналы. На GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE применяется электронный умножитель, снабженный конверсионным динодом.

DI (Прямой ввод пробы)

При помощи устройства прямого ввода проба вводится непосредственно в масс-спектрометр. Устройство прямого ввода нагревается для испарения пробы, которая в ГХ-колонке не разделяется.

E

EI (Ионизация электронным ударом)

Это обычный метод для получения ионов из молекул пробы. Ипускаемые катодом электроны ускоряются до 70 эВ и направляются в ячейку ионизации, где сталкиваются с молекулами пробы. Поскольку это метод "жесткой" ионизации, то молекулы расщепляются с образованием фрагментов. Из общего масс-спектра можно получить информацию о структуре, а наличие базы данных масс-спектров позволяет провести поиск по библиотекам. Этот метод имеет высокие воспроизводимость и надежность и используется для качественного и количественного анализа.

Электрон-вольты (eV)

Это энергия, прикладываемая к электронам для ионизации молекулы или атома.

Ток эмиссии

Филамент нагревается путем пропускания через него относительно сильного тока. Ток, превышающий необходимый для нагрева, вызывает испускание электронов путем температурного излучения. Этот ток очень невелик по сравнению с током нагрева (около 75 мА) и подвергается электронному управлению так, чтобы его сила оставалась постоянной. Большинство электронов движутся в направлении ловушки или собирающего электрода ионного источника. Ток на собирающем электроде всегда меньше тока эмиссии.

Скорость откачки

Выражает откачивающую способность вакуумного насоса.

Событие

Режим получения данных задан для события (Event). Для каждого события задайте подробные установки получения данных. Для каждой группы можно задать до двух событий. При измерении FASST (Быстрого автоматизированного режима SCAN/SIM) задайте Scan для режима сбора данных (Acquisition mode) события 1 (Event 1) и SIM для события 2 (Event 2). Если заданы два события, то нужно задать одинаковые значения для времени начала и окончания в двух последовательных строках таблицы SIM (параметр MS) соответственно.

Время события

Это интервал получения данных для каждого события. При измерении FASST (Быстрого автоматизированного режима SCAN/SIM) сумма времени события (Event Time) режимов Scan и SIM составляет интервал получения данных для группы. Если в одном временном диапазоне (группы) заданы несколько событий, то по истечении времени события, заданного для каждого события работа переключается на установки получения данных для следующего события.

F

FASST (Быстрый автоматизированный режим SCAN/SIM)

Измерение FASST означает быстрое переключение между режимами получения данных Scan и SIM. Эта функция позволяет измерять с высокой чувствительностью в режиме SIM компоненты, имеющие недостаточную для сканирования чувствительность, и при этом измерять сканированием компоненты, пропущенные в режиме SIM.

Проходной контакт

Это контакт, куда электрические сигналы поступают без нарушения вакуума в MS.

Филамент

Филамент изготовлен из рения. Подключенный к ионному источнику, он производит луч из электронов, необходимый для ионизации проб. В наличии имеются два филамента, так что если с одним из них возникли проблемы, оператор может переключиться на другой.



Файл

Согласно компьютерной терминологии, файлом называется совокупность данных, составляющая один цельный блок. В ПО GCMSsolution данные, условия регулировки, методы, расписание последовательности, формат отчета и библиотеки составляют соответствующие файлы и сохраняются с приведенными ниже расширениями. Файл данных (*.QGD)

Файл регулировки (*.QGT)

Файл метода (*.QGM)

Файл расписания последовательности (*.QGB)

Файл формата отчета (*.QGR)

Файл библиотеки (*.LIB)

G

Параметры давления ГХ

Заданием параметров давления можно точно управлять давлением газ-носителя, протекающего через колонку ГХ на каждом этапе анализа.

Параметры температуры ГХ

Заданием параметров температуры можно точно управлять температурой термостата колонок на каждом этапе анализа. Можно указать также и температуры инжектора и интерфейса.

Группа (канал)

Состоит из массы ионов, измеряемых в какой-то интервал времени при анализе SIM. Обычно для каждого присутствующего соединения используется отдельная группа.

Единичный анализ можно сгруппировать в периоды времени. Временные диапазоны называют группами или каналами. Может быть до 128 групп, для каждой группы можно задать до 64 масс (ионов). Таким образом, можно отслеживать до 128 × 64, или 8 192 масс (ионов).

I

Поиск по индексу

Этот метод поиска извлекает информацию из указанного файла библиотеки на основе выбранного индекса (указателя) поиска, или списка критериев фильтрации поисковой информации.

Интерфейс

См. Трасферлайн.

Ионизация

См. EI (Ионизация электронным ударом).

См. CI (Химическая ионизация).

Источник ионизации

Этот компонент системы ионизирует вещество, элюированное из колонки. Он состоит из ячейки источника ионизации и выталкивающего электрода. Ячейкой источника ионизации называется источник ионизации и система линз.

Ячейка источника ионизации

Ячейка источника ионизации состоит из источника ионизации и системы линз. Используется для ионизации молекул пробы и направления полученных ионов на квадруполь.

L

Система линз

Линзы 2, 3 и 4 составляют систему линз, которая эффективно извлекает и ускоряет ионы, которые производит источник ионизации, направляя их на электроды квадруполь.

Уровень

В ПО GCMSsolution для калибровочной кривой можно выбрать до 64 калибровочных точек. Каждой из этих калибровочных точек соответствует уровень с 1 по 64. Каждый уровень можно определить путем вычисления среднего из максимум 10 повторяющихся инъекций.



Рис. F.1 Уровни калибровки

Библиотека (файл библиотеки)

Это совокупность масс-спектрометрических данных, используемая для поиска подобия. Файлы библиотеки включают общедоступные, например база данных NIST, и пользовательские, которые могут создаваться индивидуальными пользователями. При выполнении поиска подобия в указанных файлах библиотек ищутся похожие масс-спектры.

Поиск по библиотекам (поиск подобия)

Масс-спектр неизвестного соединения сравнивается со спектрами в файле библиотеки (базе данных), и самые похожие спектры выдаются в виде списка. Кроме того, масс-спектры можно выбрать из файлов библиотеки при помощи особых индексов поиска (поиск по индексу).

M

Главный электрод

См. Электроды квадруполь.



Запасные части для ремонта

Это детали, необходимые для безопасной и оптимальной работы GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE. Эти детали заменяют не часто, но обязательно по мере их износа.

Калибровка масс

m/z и контрольные числовые значения калибруются по всему диапазону масс путем выравнивания значений m/z с центрами соответствующих масс-пиков с использованием проб с известными ионными пиками (например, ПФТБА).

Настройка профиля масс

На GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE профиль масс можно настроить на любой профиль (отношение интенсивностей), используя приложение Tuning. Настройка профиля масс - это процесс настройки масс-спектра (необработанных данных), полученного на квадрупольном масс-спектрометре, с использованием в качестве стандарта профиля масс, полученного на магнитном масс-спектрометре. Однако профили, полученные на квадрупольном масс-спектрометре, будут отличаться от полученных на магнитном, хотя масс-спектры (необработанные данные) и будут идентичными. Профиль масс, полученный на магнитных масс-спектрометрах, используется в качестве стандарта потому, что за долгую историю их существования было накоплено большое количество данных.

Масс-спектр

Это гистограмма, отображающая интенсивности ионов в порядке возрастания их m/z .

Колонки сверхбольшого диаметра

Название, используемое для капиллярных колонок диаметром 0,5 - 0,53 мм.

Метод

Это совокупность параметров, управляющих модулями ГХ и МС, для получения и обработки данных. Методы сохраняются в виде файлов метода с расширением .qgm. Ниже перечислены преимущества использования методов.

- (1) При анализе проб, подобных тем, что были проанализированы ранее, анализ можно провести с использованием ранее разработанного метода, без переустановки различных параметров.
- (2) При использовании таблицы серийного анализа (Batch Table) можно выполнить автоматизированный анализ с использованием различного метода для каждой пробы в автодозаторе.
- (3) Поскольку параметры анализа и параметры обработки данных можно сохранить в одном файле, то управление данными упрощается.

Колонки среднего диаметра

Это общий термин для капиллярных колонок с внутренним диаметром 0,2 - 0,25 мм. Это стандартные колонки для GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE.

Молекулярная формула

Это химическая формула, отражающая число и тип атомов в молекуле, но не ее химическую структуру.

Молекулярный ион

Молекулярный ион образуется путем потери молекулой одного электрона без разрыва внутримолекулярных связей. Поскольку многие соединения содержат изотопные атомы, молекулярная масса чистого вещества и значение m/z пика молекулярного иона определяются как самый мощный изотопный пик, находящийся при самом высоком значении m/z в спектре. Для бензола, имеющего выраженные пики m/z 79 и m/z 80 молекулярным считается ион с массой 78.

m/z (отношение массы к заряду)

Это частное от деления массы иона на его электрический заряд.

N

NCI (Отрицательная химическая ионизация)

См. CI (Химическая ионизация)

NIST

Это аббревиатура названия Национального института стандартов и технологии (National Institute of Standards and Technology) (США). Библиотека NIST содержит спектры основных веществ.

O

Кольцевой уплотнитель

Это резиновое кольцо, которое устанавливается внутри соединений определенного типа, например соприкасающихся поверхностях дверцы и корпуса анализатора. Кольцевой уплотнитель герметизирует стык двух поверхностей и предотвращает потерю вакуума.

P

Профиль пика

Это необработанный пик масс-спектра, отображаемый в окне "Peak Monitor". В анализе сканов при обработке этого необработанного пика получают масс-спектр.

Отчет о пике

В ПО GCMSsolution результаты обработки пика и количественные результаты для анализируемых данных можно собрать вместе и отобразить и (или) распечатать. Эта сводная таблица называется отчетом о пике.

PFTBA (ПФТБА)

Это аббревиатура для перфтортрибутиламина. ПФТБА - это один из стандартов для регулировки, обычно используемый для анализа масс, когда масса ионов не превышает 700. Используется при настройке разрешения, настройки чувствительности (профиля масс или целевой массы) и при калибровке масс.

Молекулярная формула: $(C_4F_9)_3N$

Предварительный усилитель

Предварительный усилитель усиливает выходной ток вторичного электронного умножителя.

Предварительный электрод

См. Электроды квадруполя

Пользовательская библиотека

См. Библиотека (файл библиотеки).

Платиновый сенсор

Платина используется в качестве датчика температуры, поскольку ее сопротивление зависит от температуры. Например, платиновый сенсор для управления температурой интерфейса трансферлайна.

Q

Квадрупольный фильтр масс

При приложении радиочастотного напряжения и постоянного напряжения к стержням квадруполя образуется электромагнитное поле, образующее фильтр масс, который позволяет пройти только ионам указанной массы.

Квадрупольный масс-спектрометр

Состоит из ионного источника, четырех стержней квадруполя и детектора, как показано на рисунке ниже. Когда ионы проходят сквозь квадруполь, они разделяются по массам.



Рис. F.2 Схема квадрупольного масс-спектрометра

Стержни квадруполя

Четыре стержня квадруполя действуют попарно, генерируя электрическое поле гиперболической формы. К главным стержням приложены и радиочастотное напряжение, и постоянное напряжение.

В GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE также задействованы предварительные стержни, к которым приложено только радиочастотное напряжение. Это поддерживает главные стержни чистыми и улучшает транспорт ионов.

R

Выталкивающий стержень

Стержень, выталкивающий ионы из ячейки источника ионов.

Формат отчета

В ПО GCMSsolution можно распечатывать различные типы отчетов, включая метод, результаты обработки данных или результаты поиска по библиотекам. Форматом называется настраиваемое расположение этих пунктов на бланке. Этот формат еще называют форматом отчета.

Разрешение

Разрешением называется степень разделения двух соседних масс-пиков.

Настройкой разрешения называют настройку ширины масс-пиков.

Разрешение при выполнении анализа на квадрупольном масс-спектрометре выражается следующим образом.

$$R = \frac{W}{\Delta W} \times \frac{M}{\Delta M}$$

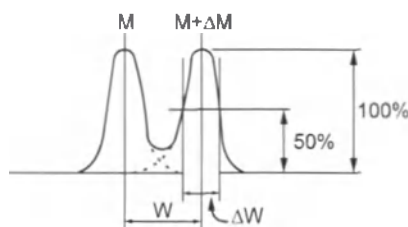
R: Разрешение

M: Масса измеряемого масс-пика

ΔM : Разность масс измеряемого и соседнего ионов

W: Интервал между измеряемым и соседним масс-пиками

ΔW : Ширина пика измеряемого иона



Для квадрупольного масс-спектрометра используется следующее выражение.

$$\frac{W}{\Delta W} \times \frac{1}{\Delta M} \times M$$

В случаях, когда выражение выше равно 2, последовательные кратные высоты пика можно выразить так:

$$\frac{W}{\Delta W} \times \frac{1}{\Delta M} = 2M$$

Источник радиочастотного напряжения

Это источник питания, который генерирует высокочастотное напряжение и постоянное напряжение, прилагаемые к квадруполям.

Форвакуумный насос

Его также называют пластинчато-роторным вакуумным насосом. Он производит вакуум, равный 10^{-3} мм рт.ст. и используется в качестве предварительного насоса перед турбомолекулярным. В GCMS-QP2020 / GCMS-QP2010SE стандартного исполнения включают один форвакуумный насос, но если в качестве опции установлены модули DI или CI, то требуется дополнительный форвакуумный насос.

См. также Скорость откачки.

S

Тип пробы

Пробы подразделяются по типам в соответствии с задачами анализа.

Обработка последовательности различна в зависимости от выбранного типа пробы.

Задайте их в таблице серийного анализа (Batch Table) и регистрации проб (Sample Log-in).

Unknown (Неизвестная): Проба неизвестного содержания и концентрации. Расчет концентрации выполняется с использованием предварительно полученной калибровочной кривой.

Standard (Стандарт): Инжекция стандартного раствора известной концентрации; используется для построения калибровочной кривой. Также выбирается способ, каким точки добавляются к калибровочной кривой.

Initialize calibration curve (Инициализировать калибровочную кривую): Вся информация о предыдущей калибровочной кривой в методе обнуляется. Обычно выбирается в качестве первого стандарта в таблице последовательностей.

Add calibration level (Добавить уровень калибровки):

Калибровочная точка добавляется на уровне, указанном в столбце номера уровня. Если на этом уровне уже есть точка, то значение усредняется с предыдущим результатами.

Replace calibration level (Заменить уровень калибровки):

Калибровочная точка добавляется на уровне, указанном в столбце номера уровня. Если на этом уровне уже есть точка, то предыдущие результаты удаляются, а новая точка добавляется.

Control (Контроль): Стандартный раствор или проба QA/QC, назначенная в качестве контрольной в разделе свойств файла данных. Обработка та же, что и для неизвестной пробы.

Unspiked (Без добавления): Неизвестная проба в паре "без добавления/с добавлением".

Spiked (С добавлением): Неизвестная проба с добавлением известного количества стандарта. Процент определения добавленного стандарта рассчитывается с использованием пробы без добавления, которая анализируется непосредственно перед пробой с добавлением.

Standard (ISTD Recovery) (Стандарт, определение внутреннего стандарта): Используется, когда функция QA/QC требует расчета определения процента внутреннего стандарта.

Метод Савицкого-Голея

Цифровой фильтр для сглаживания, использующий метод наименьших квадратов. По сравнению с методом скользящего среднего позволяет легче передавать высокочастотные компоненты сигнала, но имеет худшие шумовые характеристики.

Сканирование

Это процесс анализа масс-спектра путем постоянного изменения радиочастотного или переменного напряжения в одном направлении, в котором они приложены к квадруполям.

Интервал изменения называется временем события (Event Time), а скорость изменения называется скоростью сканирования.

Скорость сканирования

См. Сканирование.

Индекс поиска

Так называется еще один из критериев, используемых для выполнения поиска по индексу. В ПО GCMSsolution в качестве индекса поиска могут использоваться молекулярная масса, молекулярная формула, класс, индекс удерживания, основной пик и название соединения.

Настройка чувствительности

Состоит из настройки напряжения на системе линз источника ионизации, параметров RF и напряжения на детекторе для получения наилучшей интенсивности и формы пика для характерного пика массы PFTBA, выбранного в диалоговом окне "Edit Tuning Condition" (Редактировать условия регулировки) при выполнении авторегулировки

Обдув септы

Это линия потока, расположенная непосредственно под септой инжектора, которая использует газ-носитель для сдувания с инжектора загрязнений и уменьшения или удаления больших хвостов у пиков растворителя.

SIM (Мониторинг выбранных ионов)

При этом методе определяются только только ионы с выбранными массами. Как и в случае масс-хроматограмм, хроматограммы получаются для каждой массы. Ионы, которые следует определять, выбирают перед выполнением анализа. Поскольку число определяемых ионов ограничено, чувствительность обнаружения очень высока, что позволяет определять пикограммы вещества.

Поиск подобия

См. Поиск по библиотекам.

Метод смывания растворителем

При этом методе инъекции происходит последовательный ввод пробы, воздуха и растворителя, для чего они помещаются в шприц в обратном порядке, как показано на иллюстрации ниже. Инъекцию со смыванием растворителем возможно надежно проводить различными методами при помощи автодозатора AOC.

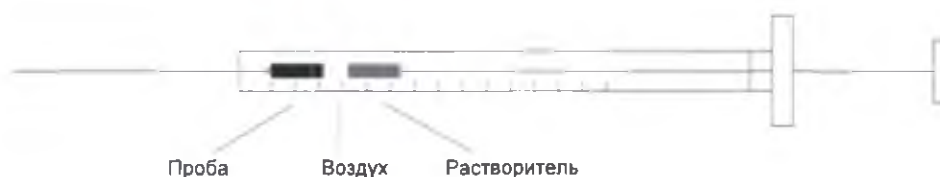


Рис F.3 Метод смывания растворителем

Ввод с делением потока (Split)

Это техника ввода пробы, используемая преимущественно в капиллярной хроматографии в случаях проб с высокой концентрацией. Проба вводится в инжектор, где разделяется на два потока. Один подается на колонку для анализа, другой идет на сброс.

Инжекция без деления потока (Splitless)

Это техника ввода пробы, используемая преимущественно в капиллярной хроматографии в случаях проб с низкой концентрацией. Проба вводится в нагретый сплит/сплитлесс инжектор, где происходит испарение растворителя, но не анализируемых веществ. Небольшое количество растворителя поступает в относительно холодную колонку и конденсируется. Анализируемые вещества собираются в сконденсированном растворителе в начале колонки. По прошествии определенного периода времени (времени пробоотбора) порт сброса деленного потока открывается, и избыток паров растворителя выпускается из инжектора. После этого начинается выполнение температурной программы термостата колонок.

Т

Зоны с управлением температурой (зоны нагрева)

Это части системы, температурой которых можно управлять.

TIC (Хроматограмма по полному ионному току)

TIC - это сумма интенсивностей сигналов ионов за определенный промежуток времени. TIC напоминает хроматограммы, полученные при газовой хроматографии с использованием ПИД (пламенно-ионизационного детектора).

Трансферлайн

Это часть системы, соединяющая капиллярную колонку с ионным источником масс-спектрометра.

Триазин

Это сокращенное название симметричного три(перфторгептил) триазина. Используется для калибровки масс или настройки чувствительности для ионов с массой 1000 или менее. Триазин имеется в продаже.

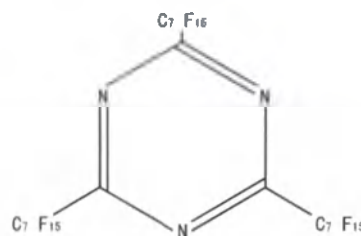


Рис. F.4 Структурная формула триазина

Тип (Type) (Тип, выбранный в таблице соединений)

При выполнении идентификации и количественного анализа стандартные соединения классифицируются следующим образом в зависимости от способа их применения.

Target (Целевое): Это соединение, которое и является целью количественного анализа.

Internal Standard (Внутренний стандарт): Это соединение с известной концентрацией, добавляемое ко всем стандартам и пробам с целью количественного определения прочих содержащихся в пробе компонентов. Для него используется и название IS.

Reference (Эталон): Это известное соединение, добавляемое ко всем стандартам и пробам с целью идентификации прочих содержащихся в пробе компонентов. Ожидаемое и подлинное времена удерживания пика эталона используются для коррекции сдвига по времени. Можно задать и несколько эталонов.

Internal Standard & Reference (Внутренний стандарт и эталон): Это соединение, являющееся внутренним стандартом и одновременно используемое в качестве эталона для коррекции времени удерживания.

Discovery (Обнаружение): Используйте, если применяете Поисковик соединений (Compound Finder).

Регулировка

Регулировка - это процесс оптимизации работы масс-спектрометра.

Выполняется для:

- (1) Проверки отсутствия сбоев состояния прибора и поиска причин имеющихся проблем
- (2) Определения оптимальных рабочих параметров.

Типы настроек включают калибровку масс, настройку разрешения (ширины пика) и настройку интенсивности. Настройку интенсивности можно проводить путем настройки чувствительности либо указанием целевой массы, либо настройкой относительной чувствительности (настройки профиля масс).

Турбомолекулярный насос

Этот вакуумный насос поддерживает высокий вакуум в источнике ионизации анализаторе внутри вакуумируемого корпуса. Молекулы газа ударяются о лопасти вращающегося ротора, которые отбрасывают их в определенном направлении. Если молекулы газа сталкиваются с другими подобными молекулами чаще, чем с ротором, насос останавливается. Таким образом, работу турбомолекулярного насоса должен поддерживать другой насос, обычно центробежный.
См. также Скорость откачки.

V

Феррула из вспенала

Это феррула, изготовленная из полиамидной смолы, которая укупоривает интерфейс капиллярной колонки.

W

Капиллярные колонки широкого диаметра

Так обозначают капиллярные колонки с внутренним диаметром 0,32 мм. Их можно использовать в GCMS-QP2020 стандартной конфигурации.

Эта страница намеренно оставлена пустой.

G.1

Приложение G Использование водорода и азота в качестве газа-носителя

Использование других газов помимо гелия

При работе прибора GCMS-QP2020 не только гелий, а также такие газы, как водород и азот могут быть использованы в качестве газа-носителя. Прочитайте этот раздел, если Вы планируете заменить гелий на водород или азот.

G.1.1 Присоединение линии газа к прибору

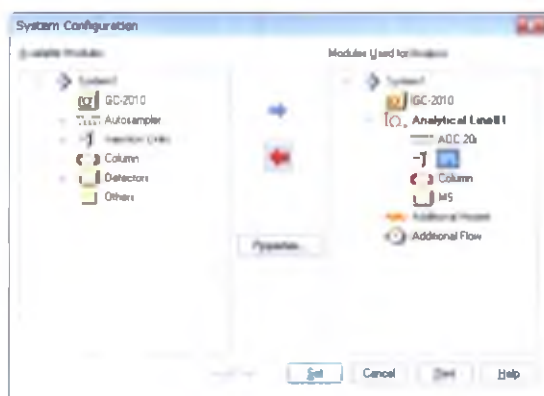
Отключите линию подачи гелия и присоедините линию подачи водорода или азота. Смотрите Раздел 2.4.1 "Запуск прибора", страница 14.

Убедитесь, что используемые газы (водород или азот) обладают необходимой степенью очистки (99.9999 % чистоты).

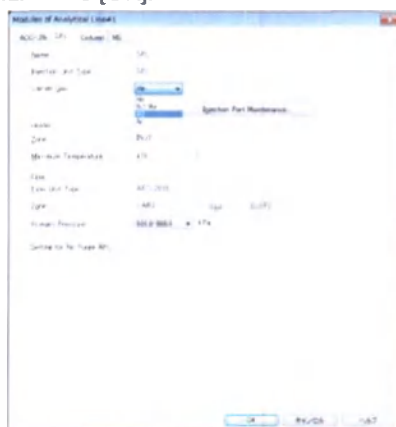
В дополнение, если Вы используете генератор газа, базовая линия должна быть усилена.

G.1.2 Настройки

1. Запустите [GCMS Real Time Analysis] и кликните на иконку [System Configuration].
Откроется диалоговое окно.
2. Выберите [SPL] в разделе [Modules Used for Analysis] и кликните [Properties].

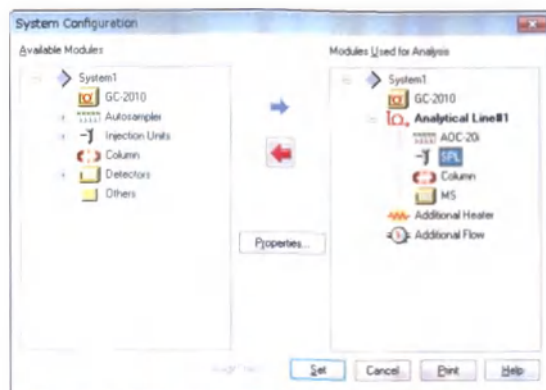


3. Выберите тот газ-носитель, который Вы собираетесь использовать [Carrier Gas], и нажмите [OK].



Это действие вернет Вас в диалоговое окно [System Configuration].

4. Нажмите [Set].



G.1.3 Процедуры анализов

Этот прибор может быть использован таким же образом при применении гелия в качестве газа-носителя.

Тем не менее, применение того или иного газа может создать некоторые ограничения. Для уверенности в этом вопросе прочитайте Приложение "Предостережения при использовании водорода и азота в качестве газа-носителя" на странице 341.

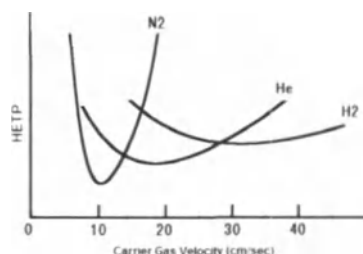
Максимальная скорость потока газа-носителя водорода составляет 10 мл/мин., газа-носителя азота – 3 мл/мин.

G.2

Приложение G Использование водорода и азота в качестве газа-носителя

Предостережения при использовании водорода и азота в качестве газа-носителя

- (1) Водород и азот дешевле, чем гелий, но не обеспечивают такой же чувствительности. В данном ряду газы указаны по убыванию чувствительности: гелий > водород > азот.
- (2) Большой объем газа, поступающий в MS детектор при использовании водорода и азота, является причиной того, что чувствительность будет ниже, чем при использовании гелия. Использование колонки меньшего диаметра рекомендуется для уменьшения потока газа, поступающего в детектор; тем самым снижается уровень шумов.
- (3) При использовании этих газов уровень вакуума, отображаемый во вкладке [Instrument Monitor] в программе [GCMS Real Time Analysis] будет отличаться от уровня вакуума, чем при использовании гелия. Проверяйте изменение уровня вакуума с помощью стрелочек на цветной шкале.
- (4) При переходе с гелия на водород или азот необходимо менять аналитические условия. Отношение между линейной скоростью газа по колонке и степенью разделения будет отличным, чем при использовании гелия. На графике внизу нарисованы так называемые кривые ВЭТТ (высота, эквивалентная теоретической тарелке), которые показывают отношение ВЭТТ как индекс характеристик разделения капиллярной колонки к линейной скорости. По этим кривым видно, что чем ниже значение ВЭТТ, тем лучше происходит разделение на колонке. Если посмотреть на линию водорода, то разделение растет с увеличением линейной скорости. А при использовании азота наилучшее разделение достигается при меньших скоростях.



- (5) Не забывайте о мерах безопасности, когда используете водород в качестве газа-носителя. За более детальной информацией обратитесь к инструкции «Меры предосторожности при использовании водорода в качестве газа-носителя».
- (6) Если Вы используете азот в качестве газа-носителя, то проверка на утечки не может быть выполнена, используя мониторинг пиков. Используйте индикатор утечки. Также помните, что пики большой интенсивности детектируются при значениях m/z 50 и ниже, поэтому в условиях анализа указывайте величины m/z 50 и выше.
- (7) При использовании азота в качестве газа-носителя проверка на утечки не может быть выполнена во время проверки системы и функции Easy sTop. Выполняйте эту процедуру в окне мониторинга пиков.
- (8) Когда меняете тип газа-носителя, не забывайте выполнять процедуру автонастройки.
- (9) При использовании водорода или азота применяйте при необходимости очистные фильтры.
- (10) При смене газа-носителя также меняйте фильтры и трубки подвода газа. Для смены газа внутри прибора необходимо некоторое время.
- (11) При использовании водорода не применяйте хлорсодержащие растворители, например дихлорметан.
- (12) Масс-спектр при использовании водорода может отличаться от масс-спектра, полученного при использовании гелия.



Приложение G Использование водорода и азота в качестве газа-носителя
G.2 Предостережения при использовании водорода и азота в качестве газа-носителя

Эта страница намеренно оставлена пустой.

ПРЕДМЕТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

A

Автоматическое/ий	
Анализ данных	163, 165
Дрейф	257
Интегрирование пика	112
Обработка операций с масс-спектром	267
Обработка, Поиск по библиотеке	267
Получение данных	163, 165
Последующий анализ	164, 178
Авторегулировка	
Диалоговое окно	53
Запуск при ошибке	38
Ошибки	247
Проверка после	48
Анализ	
Автоматический	163, 165
Автоматический, Последующий	4, 178
В реальном времени	85, 163
В реальном времени, ГХ/МС	22, 33
Выполнение	177, 180
Данные	101, 303
Качественный	104
Количественный	127
Многокомпонентный	2
Непрерывный	163
Последующий	127, 163, 164, 178
Анализ данных	
Автоматический	163, 165
Качественный	103
Количественный	130, 141
Окна	127

B

Вакуумная система	
Выполнено завершение работы	24
Завершение запуска	35
Завершение работы	28
Защитные функции	250
Ошибки при автозапуске	245
Ошибки при запуске	245
Ввод	
Без деления потока	336
Инжектор	ix, 12, 15, 217
Инжектор, Подключение колонки	18, 28
Неизвестного образца	131
Образца	83, 104
Прямой	326
Режим	87
С делением потока	335
Временная программа	
Интегрирования пиков	116
Обработки пиков	264
Вывод из эксплуатации	xxix

Выполнение

Качественного определения	141
Непрерывного анализа	177
Непрерывной обработки данных	180
Операций с масс-спектром	267
Поиска по библиотеке	267

Г

Газ

Впускной клапан	14
Носитель	viii, xix, 13, 14, 216
Предостережение, Высокое давление	xix, xx
Требования	13
Хроматограф	iii, 1, 3, 323

Газ-носитель

Впускной клапан	14
Запирание под давление	213
Проверка ГХ на утечку	216

Градуировочный график

Информация	129
Квадратный/Кубический	280
Линейный	279
Обзор	129, 140
Окно	128
Среднее RF	281
Создание	139
Соединение точек	280, 281

График

Градуировочный	151, 154, 279, 325, 329
Квадратичный/кубический градуировочный	280
Линейный градуировочный	279
Соединение точек	280, 281
Создание калибровки	139

ГХ

Диалоговое окно программы	91
Основы	12
Параметры	88
Параметры давления	328
Параметры прибора	88
Проверка	38
Проверка на утечку газа	216
Расширенная проверка системы	45
Температурные параметры	328
Этапы обслуживания	41
Этапы проверки	45

ГХ/МС

Анализ в реальном времени	22
Аналитическая система	3

Д

Диаграмма

Камеры ионного источника	202, 206
Квадрупольного масс-спектрометра	332
Потока	216

Диалоговое окно	
Авторегулировка	53
Временная программа для интегрирования пиков	116
Вход	22, 33
Выбор базовой линии	110
Выбор проекта	59
Выбор файла данных	98, 99, 179
ГХ программа	91
Добавить группу	71
Добавить пользователя	68
Загрузить метод	142
Изменение журнала регистрации событий	72
Имя образца	97
Информация о регулировке	52
Количественные параметра	138
Контроль вакуума	23, 35, 213
Конфигурация системы	36
МС программа	95
Настройка опций	78
Настройка страниц	157
Настройки	166, 179
Новый файл	78, 152
Открыть файл метода	60
Печать	161
Проверка системы	39, 40
Расширенный контроль вакуума	213
Результат проверки системы	49
Сброс времени	44
Свойства	158
Свойство пользователя	69
Сохранить как	160
Сохранить как шаблон	77
Сохранить файл данных как	61
Управление системой	67

Е

Если выбраны оба режима (Scan и SIM)	
Параметры	94

З

Замена	
Колонки	28
Филамента	202, 203

И

Интегрирование	
Автоматическое	112
Параметры	112, 251
Пиков	105, 110, 112, 116, 119, 134
Ручное	110
Использование	
Мониторинга пиков для проверки вакуума в системе	220
Петролейного эфира для проверки вакуума в системе	221
Справки	62
Файлов формата отчета	161

К

Калибровка	
Массы	330
Табличное представление	129
Уровня	329
Камера ионного источника	
Диаграмма	202, 206
Очистка	205, 211
Перемещение	206
Разборка	208
Сборка	208
Камера колонки	
Держатель	18
Замена	28
Капиллярная	325
Подключение к инжектору	18, 28
Подключение к блоку МС	20, 30
Сверхбольшого диаметра	330
С широким отверстием	337
Капиллярная колонка	
Подключение к инжектору	18, 28
Подключение к блоку МС	30
С широким отверстием	337
Качественный	
Анализ	104
Окно получения данных	103
Параметры	112
Количественный	
Анализ	127, 131, 132
Вид	130
Вычисления	131, 271, 276
Окно получения данных	127, 130, 141
Параметры	144, 148
Результаты	131
Шаблон результата	152

М

Масс-спектр	
Автоматическая операция	267
Коррекция фона	266
Операции	251, 266, 267
Усреднение	266
Масс-спектрометр	
Диаграмма	332
Метод	
Абсолютного времени удерживания	271
Качественный обсчет	276
Набор	274
Окно	274
Относительное время удерживания	272
Относительное время удерживания	273
Параметры разработки	85
Промывка растворителем	335
Разработка, Окно	80
Разработка	80, 83, 104, 131
Савицкого-Голая	334
Файл	57, 85, 163, 328

Метод времени удерживания	
Абсолютного	271
С несколькими пиками сравнения	273
Относительного	272
Мониторинг выбранного иона	
Параметры	94
МС	
Запуск	21
Ошибки при включении филамента	246
Параметры	92
Подключение колонки	20, 30
Проверка	38, 47
Этапы обслуживания	42

Н

Наклон	
И ширина изменяются с T.DBL	260
Обнаружение пика	256
Неизвестное соединение	
Анализ пика	148
Ввод образца	131
Мастер таблицы серии	173
Нормализация	
Площади	276
Скорректированной площади	276, 277

О

Обзор	
Качественного анализа	103
Количественного анализа	127
Получения данных	79, 83, 103
Последующего анализа	163
Проверки системы	38
Функций защиты	250
Обзор, Вид	
Градуировочного графика	129, 140
Макета	153, 158
Метода прибора	80
Спектра	80, 81, 103, 122
Таблицы калибровки	129
Таблицы соединений	129
Хроматограммы	103, 118, 128
Обработка данных	
Автоматическая	164, 178
Непрерывная	180
Обработка, ход	
Во временной программе	264
Времени	263
Дрейфа автоматическая	257
Интегрирования пика	251
Операций с масс-спектром	267
Пика	251, 282
Поиска по библиотеке	267
Последнего пика	263
Серии	119, 121, 178, 324
Соседних пиков	259, 260
Фона	107
Хвостовых пиков	259

Образец	
Ввод	104, 131
Регистрация	83
Тип	334
Обслуживание и сервис	xxix
Окно	
Анализа данных	127
Анализа качественных данных	103
Анализа количественных данных	130, 141
Градуировочного графика	128
Отчета	153
Получения	79, 81
Получения данных	81
Последующего анализа	127
Разработки метода	80
Результатов поиска по библиотеке	122, 145
Таблицы серии	165, 178
Окно анализа	
Качественного	103
Количественного	130, 141
Последующего	127
Окно результатов	
Поиска по библиотеке	122, 145
Таблица соединений	145
Операции	
Автоматические	267
Обычные	57
С масс-спектром	251, 266
Отражающий электрод	
Очистка	205, 211
Разборка	208
Сборка	208
Отчет	
Заказчика	126, 151, 153
Окно	153
Панель инструментов	154
Печать	161
Печать изображения	125, 151
Пика	331
Распечатанный	125
Регулировка печати	54
Очистка	
Вентиляторных лопастей	215
Ионного источника и отражающего электрода	205, 211
Ошибки	
Автозапуска вакуумирования системы	245
Авторегулировки	247
Авторегулировки анализа	247
Анализа	249
Включения филамента МС	246
Запуска вакуумирования системы	245
Запуска ПО	244
Запуска ПО GCMSsolution2	244
Ошибки при запуске	
Вакуумной системы	245
ПО	244

П

Параметры

ГХ	88
Давления в ГХ	328
Если выбраны оба режима (Scan и SIM)	94
Качественные	112
Количественные	144, 148
Мониторинга выбранного иона	94
МС	92
Пика	112
Поиска по библиотеке	268, 269
Прибора	12, 88, 92
Разработки метода	85
Самплера	98
Сканирования	94
Температуры в ГХ	328
Формата	134

Пик

Автоматическое интегрирование	112
Базовый	324
Временная программа интегрирования	116
Время обработки	263
Выбор режима ручного интегрирования	110
Детектирование и улавливание	256
Интегрирование	105, 110, 112, 119, 134
Идентификация	271, 285
Неизвестный	148
Обработка	251, 263, 282
Обработка во временной программе	264
Отчет	331
Параметры интегрирования	112
Профиль	331
Ручное интегрирование	110
Ссылки	272, 273
Элюций	258, 259, 260

Подключение

Колонки к блоку МС	20, 30
Колонки к инжектору	18, 28

Поиск

Автоматический	267
Выполнение	267
По библиотеке	154, 303, 329

Поиск по библиотеке

Автоматический	267
Выбор отчета	126
Выполнение	267
Вычисления	268
Отображаемый спектр	122
Параметры	269
Результаты	122, 126, 145
Таблица соединений	145
Функции	268

Получение

Автоматическое	163, 165
Данных	79, 83, 100, 103, 104, 131
Обзор	83
Окно	79, 80, 81
Процесс	84

Получение данных

Автоматическое	163, 165
Обзор	83
Процесс	84

ПО GCMSsolution2

Ошибки при запуске	244
Переустановка	232
Установка	223

Предостережения

Газ под высоким давлением	xix, xx
Операции	ix

Прибор

Вид метода	80
Выключение	24
Запуск	14
Мониторинг	80, 81, 102
Параметры	12, 52, 88, 92

Проверка

ГХ блока	38, 45
МС блока	38, 47
На утечку газа-носителя	216
После авторегулировки	48
Системы	38, 39
Утечек в вакуумной системе	219

Проверка системы

Таблица	50
Таблица дополнительных параметров ГХ	45
Таблица дополнительных параметров МС	42, 46, 48
Регулировка	38

Программное обеспечение (ПО)

Блок-схема операций	8, 9
Обзор	7
Ошибки при запуске	244
Установка	223
Функции	7

Процедура

Замены масла	212
Запираания под давлением газа-носителя	218

Процедуры

Качественного анализа	104
Количественного анализа	131

Р

Разработка

Метода	80, 85, 131
--------	-------------

Регулировка

Отчет	54
Проверки системы	38
Результаты	53
Условия	52
Файл	49, 57, 98, 328

Регулировка

Исходной массы	330
Чувствительности	335

Результаты

Печатные	125, 151
Подтверждающие	141
Подтвержденные	131
Поиска по библиотеке	126
Регулировки	53

Роторный насос

Замена масла	212
--------------	-----

С

Система	
Вакуум	24, 35, 245, 250, 302
Сканирование	
Параметры	94
Скорость	334
Создание	
Градуировочного графика	139
Нового проекта	59
Таблицы серии	165, 178
Таблицы соединений	131
Формата отчета	153
Спектр	
Выполнение операций	267
Масс-	266, 275, 330
Обзор	103, 122, 128
Операции	251, 266
Операции, Автоматическая обработка	267
Отображение	106
Отображенные результаты	108
Поиск по библиотеке	122
Усреднение	107
Хроматограммы	125
Спектрометр	
Диаграмма	332
Масс-	III, 1, 3, 323
Среднее RF	
Градуировочный график	281
Стандартное вещество	
Внешнее	277
Добавление	278
Мастер таблицы серии	170

Т

Таблица	
Проверки системы	50
Результатов	142
Серии	165, 169, 175, 178, 179
Соединений	128, 130, 133, 139, 145, 149
Таблица серии	
Мастер настройки - Исходный экран	169
Мастер настройки - Стандартный образец (1)	170
Мастер настройки - Стандартный образец (2)	172
Мастер настройки - Неизвестный образец (1)	173
Мастер настройки - Неизвестный образец (2)	174
Окно	165, 178
Сменные колонки	176
Создание	165, 178
Таблица соединений	130
Вид	129
Качественные параметры	144, 148
Мастер настройки	133
Создание	131
Результаты поиска по библиотеке	145

Требования	
К газу	13
К питанию	VI
К установке	305
T.DBL	
Значения наклона и ширины	260
Определение	262

У

Установка	
Дисков	223
Дискового запоминающего устройства	236
Образцов	306
Окна	223
ПО	223
ПО GCMSsolution2	223
Требования к	305
Утечки	
Газа-носителя	216
Проверка	216
Проверка вакуума	219
Проверка вакуума с помощью мониторинга пиков	220

Ф

Файл	
Библиотеки	57, 146, 328, 329
Метода	57, 85, 163, 328
Регулировки	49, 51, 57, 98, 328
Серии	57
Формата отчета	57, 156, 157, 160, 328
Файл формата	
Отчета	57, 157, 160
Файл формата отчета	
Использование	161
Открытие	161
Файлы	
Использования формата отчета	161
Открытие и сохранение	60
Работа с	57
Ферула	
Веспел	19, 29, 337
Филамент	
Замена	202, 203
Ошибки	246
Формат отчета	
Создание	153, 157
Функции	
Защиты	250
Защиты вакуумной системы	250
ПО	7
Поиска до	268
Поиска по библиотеке	268
Поиска после	270

X

Хроматограмма

Вид 103, 104, 118, 128, 129, 130

По полному ионному току 110, 323, 336

Ч

Части

Запасные 307, 326

Обслуживания 307, 330

Эта страница намеренно оставлена пустой.

Эта страница намеренно оставлена пустой.

Registered No : 972 2018

Certificate of acknowledgment of Notary

On this 29th day of November, 2018, before me, Kazunori Nakada a notary in and for the Tokyo Legal Affairs Bureau, personally appeared Gaku Furutani, with satisfactory evidence of his identification and of his being an agent of Satoshi Moriyasu, General Manager International Operations Department of Shimadzu Corporation, and in accordance with the Japanese Notary Act, stated that the principal, said Satoshi Moriyasu, had acknowledged affixing his signature to the attached document.

In witness whereof, I set my hand and seal

Kazunori NAKADA



Kazunori Nakada



認 証

株式会社島津製作所海外営業部部長である森安里志の代理人古谷岳は、本公証人に対し、上記森安里志が添付書面の署名を自らしたものであると承認している旨陳述した。

よって、これを認証する。

平成30年 11 月 29 日、本公証人役場において

東京法務局所属

公 証 人
Notary

中 田 和 範
Kazunori Nakada

証 明

上記署名は、東京法務局所属公証人の署名に相違ないものであり、かつ、その押印は、真実のものであることを証明する。

平成30年 11 月 29 日

東京法務局長

岩 山 伸 二

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: JAPAN
This public document
2. has been signed by Kazunori Nakada
3. acting in the capacity of Notary of the Tokyo Legal Affairs Bureau
4. bears the seal/stamp of Kazunori Nakada, Notary
Certified
5. at Tokyo
6. Nov.29.2018
7. by the Ministry of Foreign Affairs
8. 18-N~~9~~016833
9. Seal/stamp:
10. Signature



T. TANAKA

Toshie TANAKA

For the Minister for Foreign Affairs

Перевод с английского языка на русский язык

Перевод руководства пользователя «Газовый хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2020 с принадлежностями, основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2020/ GCMS-QP2020ci/ GCMS-QP2020nci»

Печать: Бюро по юридическим вопросам г. Токио
НОТАРИУС
1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO SHIYODA KU)
ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

Личная печать компании на японском языке

Штамп:

/подпись/

Сатоси Мориясу

Генеральный директор

Подразделения международных отношений

Отдел аналитического и измерительного оборудования.

НОТАРИАЛЬНОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

Сегодня, 29 ноября 2018 года, ко мне, нотариусу Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариусу бюро по юридическим вопросам г. Токио, лично явился Гаку Фурутани (Gaku Furutani) и представил убедительные доказательства его личности и статуса представителя Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), Генерального директора подразделения международных отношений и отдела аналитического и измерительного оборудования ШИМАДЗУ КОРПОРЕЙШН, и, в соответствии с Законом Японии о нотариате, заявил, что руководитель, вышеуказанный Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), собственноручно подписал и скрепил печатью прилагаемый документ.

В удостоверение чего, я скрепляю настоящий документ собственноручной подписью и официальной печатью.

Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)

/Штамп: Бюро по юридическим вопросам г. Токио

НОТАРИУС

1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO CHIYODA KU)

ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

АПОСТИЛЬ
(Гаагская конвенция от 5 октября 1961 г.)

1. Страна: **ЯПОНИЯ**

Настоящий официальный документ

2. подписан	Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)
3. выступающим(ей) в качестве	Нотариуса бюро по юридическим вопросам г. Токио
4. скреплен печатью / штампом	Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариуса

УДОСТОВЕРЕНО

5. в г. Токио

6. 29 ноября 2018 г.

7. Министерство иностранных дел

8. № 016833

9. Печать/штамп

10. Подпись

/Печать:

/Подпись/

Министерство Иностранных
Дел, Япония/

Тошие ТАНАКА
За министра иностранных дел

Российская Федерация.

Город Москва.

Шестого декабря две тысячи восемнадцатого года.

Я, Дзиковская Галина Владимировна, нотариус города Москвы, свидетельствую подлинность подписи переводчика Горбатковой Кристины Георгиевны.

Подпись сделана в моём присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № 77/165-н/77-2018- 33-1116

Взыскано по тарифу: 100 рублей

Уплачено за оказание услуг правового и технического характера: 200 руб.



Г.В.Дзиковская



Всего прошнуровано, пронумеровано
и скреплено печатью 235 лист (-а, -ов)

Нотариус



Газовый хроматомасс-спектрометр, вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями

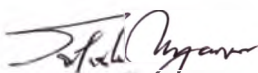
Основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2010SE или GCMS-QP2010 Ultra или GCMS-QP2010c Ultra или GCMS-QP2010nc Ultra

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ

Прочитайте и изучите это руководство перед тем, как приступить к работе на приборе.

Всегда держите руководство в доступном месте.

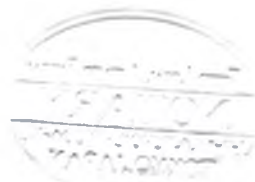
SHIMADZU CORPORATION


SATOSHI MORIYASU
GENERAL MANAGER
INTERNATIONAL OPERATIONS DEPARTMENT
ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION

 **SHIMADZU CORPORATION**
KYOTO JAPAN

ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION





Эта страница специально оставлена пустой.

Введение

Благодарим вас за приобретение данного продукта.

Это руководство описывает: установку, работу, предупреждения по использованию, а также принадлежности и опции для газового хроматомасс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями. Продукт работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-QP2010SE SYSTEM или GCMS-QP2010 Ultra SYSTEM или GCMS-QP2010c Ultra SYSTEM или GCMS-QP2010nc Ultra SYSTEM,
- модели для российского рынка: GCMS-QP2010SE или GCMS-QP2010 Ultra или GCMS-QP2010c Ultra или GCMS-QP2010nc Ultra

Как пользоваться этим руководством

Прочитайте и изучите это руководство перед тем, как приступить к работе на приборе. Всегда держите руководство в доступном месте.

PDF версию этого руководства и руководства по эксплуатации, и т. д. следует поместить в папку "GCMSsolution\Manual" на Вашем компьютере. Пожалуйста, используйте их при необходимости.

ВАЖНО

- Не начинайте работать на приборе, пока полностью не изучите это руководство.
- Если изменятся пользователь или место расположение, убедитесь, что руководство не утеряно.
- Если документация или предупредительные этикетки будут утеряны или повреждены, то незамедлительно получите замену у Ваших представителей Shimadzu.
- Чтобы обеспечить безопасную эксплуатацию прибора, внимательно прочитайте руководство перед тем, как приступить к работе.
Чтобы обеспечить безопасную эксплуатацию прибора, обратитесь к Вашим представителям Shimadzu для установки, настройки или повторной установки (при перемещении прибора).

COPYRIGHT

- Информация в данной публикации может быть изменена без дополнительного уведомления
 - Любые ошибки и опечатки, которые могут встретиться в этой публикации, не смотря на тщательную проверку продукции, будут исправлены так скоро как возможно, но не обязательно сразу после обнаружения.
 - Все права защищены, включая копирование этой публикации или ее частей в любой форме без письменного разрешения от Shimadzu Corporation.
 - Adobe®, Acrobat® и Distiller® зарегистрированные торговые марки Adobe Systems Incorporated.
 - Acrobat Reader™ и Acrobat PDFWriter™ торговые марки Adobe Systems Incorporated.
 - Microsoft® и Windows® зарегистрированные торговые марки Microsoft Corporation в США и/или других странах. Другие названия компаний или продуктов, упомянутых в этом руководстве, являются торговыми марками или зарегистрированными торговыми марками их производителей.
 - Microsoft Windows XP и Windows Vista являются зарегистрированными торговыми марками корпорации Microsoft.
- © 2006-2007 Shimadzu Corporation. Все права защищены.

Информация о гарантии

Благодарим Вас за приобретение прибора модели GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE.

Shimadzu обеспечивает последующую гарантию для этого прибора.

1. Срок

Один год с даты начала работы на приборе (ограниченный внутренним использованием) или 6 месяцев после ремонта или капитального ремонта роторного насоса или турбомолекулярного насоса.

2. Условия

Производитель обеспечит сменными частями, или бесплатно отремонтирует любой прибор, сломавшийся в течение гарантийного срока, если причина в дефекте производства.

3. Ограничение обязательств

(1) В любом случае Shimadzu не несет ответственность за какую-либо произошедшую потерю дохода, прибыли или данных, в том числе специальных, не прямых, конфиденциальных, или штрафных убытков, однако в любом случае независимо от обязательств, возникших вследствие или в связи с использованием или невозможностью использования прибора, даже если Shimadzu была извещена о возможности такого ущерба.

(2) В любом случае Shimadzu не производит возмещение в сумме превышающей ту сумму, которую Вы заплатили за прибор.

4. Пункты, которые не покрывает гарантия

Гарантия не покрывает неисправности, которые явились результатом:

- a) неправильной эксплуатации;
 - b) ремонта или наладочных работ произведенных любой фирмой, не являющейся уполномоченным представителем Shimadzu;
 - c) внешних факторов;
 - d) эксплуатации в непригодных условиях окружающей среды, таких как: высокая температура, высокая влажность, агрессивный газ, вибрация и т. д.;
 - e) пожара, землетрясения и прочих стихийных бедствий;
 - f) перемещения или транспортировки прибора после его первой инсталляции.
- Гарантия не покрывает замену расходных материалов или частей, которые могут быть расценены как расходные



Примечание

Дискеты, CD-ROM и другие носители информации считаются расходными материалами.

Доступность запасных частей

Запасные части для этого прибора будут доступны в течение семи (7) лет после прекращения выпуска этой модели. По истечении этого срока, запчасти могут быть не доступны.

Пожалуйста, учтите, что Shimadzu не производит некоторые детали прибора. Для таких деталей мы определим объем использования в течение вышеупомянутого периода, и после получения уведомления о прекращении выпуска продукта мы запасем деталь. Однако, из-за некорректных оценок или обстоятельств зависящих от производителей деталей, детали, не производимые фирмой Shimadzu, могут быть не доступны в течение 7 лет после прекращения выпуска продукта.

Меры предосторожности для безопасной эксплуатации

Газовый хроматограф масс спектрометр – это аналитический прибор, используемый для качественных и количественных анализов.

Пожалуйста, обратите внимание на следующие пункты для обеспечения безопасной эксплуатации прибора.

1. Используйте прибор только для указанных типов анализов.
2. Следуйте инструкциям этого руководства.
3. Просмотрите все предупреждения и предосторожности.
4. Не демонтировать и не переделывать прибор без специального утверждения официального представителя фирмы Shimadzu.
5. Для обслуживания или ремонта, свяжитесь со своими представителями фирмы Shimadzu.



Примечание

Предупреждения об опасности и дополнительная информация обозначены следующим образом:



Осторожно

Обозначает потенциально-опасную ситуацию, которая может привести к серьезной травме и госпитализации или к летальному исходу.



Внимание

Обозначает потенциально-опасную ситуацию, которая может привести к повреждению прибора или небольшой травме.



Примечание

Дается дополнительная информация или даются указания для упрощения работы с прибором.



Примечание В этом руководстве и на приборе следующие символы используются, как обозначено ниже



Обозначает опасность высокого напряжения



Обозначает опасность от участков с высокой температурой



Обратитесь к руководству пользователя для уточнения про эксплуатацию.



Осторожно

Внутренний ремонт прибора опасен. Для ремонта и обслуживания свяжитесь с представителями фирмы Shimadzu.



Осторожно

Не демонтировать и не переделывать прибор без согласования, это не безопасно



Осторожно

Прочтите это руководство пользователя, чтобы изучить, как безопасно обслуживать и пользоваться прибором и следуйте всем описанным инструкциям. Использование прибора не по назначению потенциально опасно.

Меры предосторожности при выборе места установки



Осторожно

Растворители, которые используются при анализах на газовом хроматографе масс-спектрометре легковоспламеняющиеся и токсичные. Установите прибор в помещении с хорошей вентиляцией. Иначе, пары растворителя могут вызвать отравление, или, воспламенившись, стать причиной пожара. Не работайте на приборе в помещении, где находятся горючие газы, так как из-за прибора может произойти их воспламенение.



Осторожно

Не помещайте горючие материалы около отверстия для вентиляции термостата на задней панели прибора, так как они могут воспламениться и стать причиной пожара.



Осторожно

Лабораторный стол или другая поверхность, на которую устанавливают хроматограф, должна быть плоская, устойчивая и достаточно прочная, чтобы выдержать вес прибора. Иначе, хроматограф может опрокинуться или упасть со стола.



Осторожно

Избегайте установки прибора в контакте с коррозионными газами или чрезмерной пылью. Это сократит срок службы прибора.



Предостережение

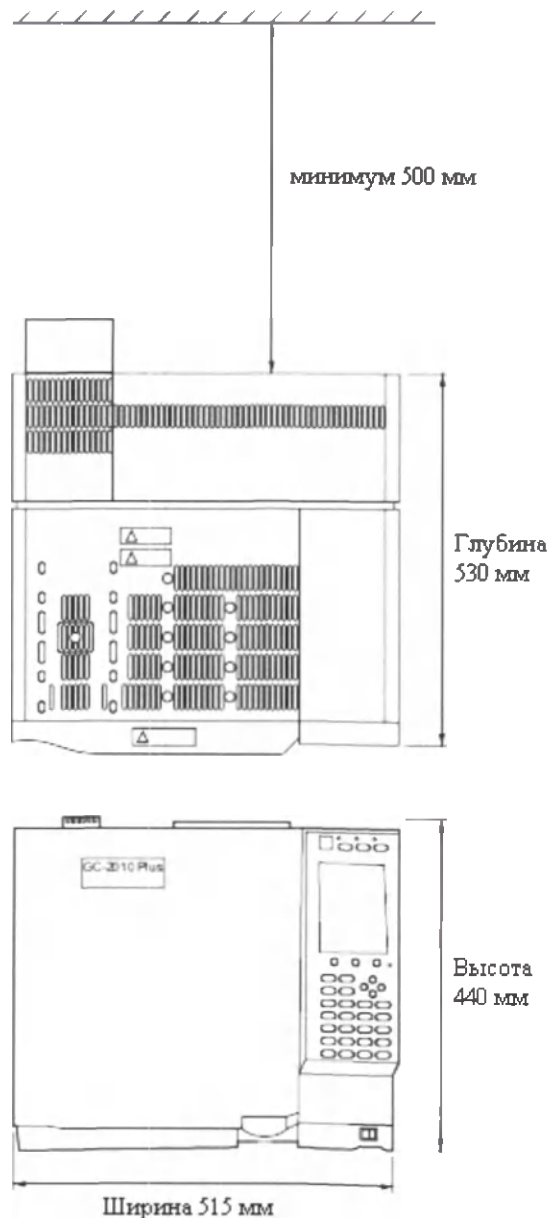
Выключатель питания расположен на задней стороне прибора слева. Если вы собираетесь установить прибор у стены слева, то оставьте свободное пространство между стеной и прибором примерно 30 см, чтобы выключатель питания был доступен.

Место расположения прибора



Предостережение

Горячий воздух выходит с задней стороны прибора. Не располагайте горючие материалы возле места выхода воздуха.



Место позади прибора

При охлаждении термостата с колонками горячий воздух выходит с задней стороны прибора. Примите во внимание следующие особенности при установке прибора:

- Не располагайте никакие горючие материалы позади прибора.
- Оставьте не менее 50 см между задней стенкой прибора и стеной.
- Оставьте дополнительное место от задней стороны прибора для проведения его технического обслуживания и проверки.
- Если используется опциональная вытяжка (221-47748-41), то расстояние от стены должно быть минимум 25 см.

Меры предосторожности при установке



Осторожно

Специалисты Shimadzu должны провести установку и конфигурацию прибора. Для предотвращения потенциальных повреждений свяжитесь с представителями фирмы Shimadzu, если нужно будет переместить прибор после установки.



Предостережение

Вес прибора примерно 45 кг.
Необходимо 2 человека, чтобы поднять и перенести прибор.
Будьте осторожны, не прижмите пальцы, когда будете ставить прибор.

Питание

Потребляемая мощность

Для 100 В- 115 В

Переменный однофазный ток, частота 50 - 60 Гц

ГХ:	1800 В·А
МС:	1000 В·А
ПК (вместе с монитором):	Смотри руководство к ПК.
Принтер:	Смотри руководство к принтеру.

Для 220 В- 240 В

Переменный ток Однофазный, частота 50 - 60 Гц

ГХ:	2600 В·А
МС:	1000 В·А
ПК (вместе с монитором)	Смотри руководство к ПК.
Принтер:	Смотри руководство к принтеру.
Напряжение	II категория установки (IEC)



Осторожно

Используйте источник электропитания со специально предназначенным для прибора предохранителем. Избегайте деления источника питания с другими приборами. Используйте только приложенный к прибору шнур питания, так как другой шнур может стать причиной пожара или удара электрическим током.

• Пожалуйста, учтите, что дополнительные опции превысят требуемую допустимую нагрузку по току.



Осторожно

Заземлите прибор. Заземление необходимо, чтобы предотвратить поражение электрическим током в случае неисправности или короткого замыкания. Сопротивление заземления должно быть не больше 100 Ом.



Осторожно

Не кладите тяжелые объекты на кабель питания, и избегайте расположения горячих предметов около кабеля. Не перегибайте сильно и не дергайте за кабель питания. Результатом повреждения кабеля, может стать пожар или поражение электрическим током. Если кабель повредится, свяжитесь с представителями фирмы Shimadzu.

Условия окружающей среды

Температура: 18 - 28 °C и следует поддерживать постоянной (спецификационный гарантийный интервал);

15 - 35 °C (эксплуатационный гарантийный интервал)

Влажность: 40 - 70 % (избегать конденсации влаги)



Примечание

Выберите место установки с наименьшим влиянием вредных факторов, таких как пыль, вибрация, внешний шум, коррозионные газы, и магнитные поля. Для поддержания стабильной работы учтите следующие:

1. Минимизируйте колебания температуры во время работы.
2. Избегайте воздействия горячего или холодного воздуха.
3. Избегайте попадания прямых солнечных лучей.



Примечание

Хотя этот прибор может работать в эксплуатационном гарантийном интервале, интенсивное использование при температурах ниже спецификационного гарантийного интервала может привести к проблемам, таким как сокращение срока службы прибора.

Газы

Газ носитель: Гелий

Давление в линии: 300 - 980 кПа

Чистота: 99.995 % или выше и кислород $O_2 < 3$ ppm об

- Диапазон настройки давления и скорости потока на ГХ меняются в соответствие с давлением в линии. Обычно, необходимо давление с линии равное 700 - 800 кПа.
- Для некоторых дополнительных устройств может потребоваться другой газ, а не рекомендованный выше. Для получения более подробной информации проконсультируйтесь с руководством пользователя приложенного к дополнительному устройству.
- Для некоторых приложений, таких как агрохимические анализы, может потребоваться гелий с более высокой очисткой (99.999 - 99.9999 %).



Примечание

В газовых линиях должен находиться гелий чистоты не хуже указанной выше. Если используется гелий с худшей чистотой, то это может повредить прибору. За более подробной информацией обращайтесь к Разделу 2.3 "Требования к газу", стр. 13.

Электромагнитные поля и колебания напряжения

Этот прибор не может быть использован, если есть влияние сильных электромагнитных полей. Колебания напряжения должны быть минимальны или вообще отсутствовать. Электромагнитные поля и колебание напряжения могут вызвать неисправность в работе прибора. Не используйте мобильный телефон рядом с прибором.

Меры предосторожности при работе с газами под высоким давлением



Осторожно

В качестве источника газа носителя используйте газовый баллон высокого давления. Когда работаете с газовыми баллонами, обращайтесь внимание на следующие пункты.

1. Держите газовые баллоны в хорошо вентилируемом помещении за пределами места установки прибора. Избегайте попадания прямых солнечных лучей. Используйте газовые линии для подводки газа от баллонов к прибору. Для легко воспламеняемых газов эта мера предосторожности – обязательное требование.
2. Не ставьте газовый баллон высокого давления в такое место, где температура может превышать 40 °C.
3. Выберите место для установки прибора с хорошей вентиляцией, и ежедневно проверяйте газовые линии на наличие утечек с помощью специального раствора для установления утечек. Не курите и не используйте открытый огонь на расстояние ближе 5 м от прибора, когда работаете с горючими газами, такими как ацетилен и водород, или с потенциально горючими газами, такими как кислород или закись азота. Установите и поддерживайте в рабочем состоянии огнетушители.
4. Зафиксируйте газовый баллон высокого давления с помощью подставки для баллонов или цепочки и т.д., так чтобы он не упал.
5. Убедитесь, что все соединяющие вентили имеют маркировку "нельзя использовать с маслом". Также не используйте вентили с трубками, которые ранее были в контакте с газами, и внутренняя поверхность которых масляниста.
6. После окончания работы с газом, сразу же закрывайте основной вентиль баллона.
7. Проверяйте исправность манометров хотя бы один раз в три месяца.
8. Предупреждающие знаки (клеякие алюминиевые таблички) доступны для обозначения мест использования водорода. Свяжитесь с Вашими представителями фирмы Shimadzu для получения более детальной информации. Знаки прилагаются бесплатно к местам, где они обязательны.

Официальное разрешение требуется на использование баллонов емкостью 300 м³ или более

Безопасное использование водорода в качестве газа-носителя



Осторожно

Водород – газ, использующийся в газовой хроматографии в качестве газа-носителя. Также этот газ является взрывоопасным. Прочитайте полностью меры предосторожности «При работе с водородом в качестве газа-носителя» перед использованием приборов GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE и пользуйтесь прибором правильно. Убедитесь, что соблюдаются меры предосторожности описанные здесь. Эти меры гарантируют безопасное использование. Меры предосторожности, связанные с водородом также изложены в инструкции пользователя на газовый хроматограф. Пожалуйста, прочитайте эти пункты.

Свойства водорода

Водород – опасный газ, который легко взрывается, если обращаться с ним неправильно. Когда водород используется в качестве газа-носителя, убедитесь, что Вы знаете характеристики и свойства этого газа.

- Газ без цвета и запаха.
- Широкий диапазон горения, воспламеняется в диапазоне от 4 до 75 объемных % в смеси с воздухом.
- Крайне низкая энергия воспламенения.
- Водород легче воздуха, поэтому может скапливаться возле потолка.
- Быстро смешивается с воздухом благодаря его высокой скорости диффузии.
- Автоматически воспламеняется, когда быстро распространяется.
- Водородное пламя бесцветное и легко переносится ветром.
- В присутствии прямого солнечного света при смешивании с галогенами, например, с хлором – взрывается.

Техника безопасности



Осторожно

При работе с растворителями всегда надевайте защитные очки. Попадание растворителя в глаза может вызвать слепоту. В случае попадания растворителя в глаза, немедленно промойте их большим количеством воды и обратитесь к врачу.



Осторожно

Во избежание пожара или повреждения приборов, не оставляйте растворители около компьютеров, принтеров или других приборов.



Осторожно

Не используйте легковоспламеняющиеся спреи (спреи для волос, инсектицидные спреи и т.д.) около этого прибора, так как они могут воспламениться и стать причиной пожара.



Осторожно

Защитные очки следует надевать во время введения образца, чтобы предотвратить опасность механического повреждения от шприца или попадания брызг растворителя в глаза. В инжекторе обычное давление составляет несколько сотен кПа, для того чтобы газ носитель попадал в колонку. В результате, когда жидкий образец вводится с помощью шприца, давлением может выбить шток, или поток может изменить направление и вытолкнуть образец. Более того, при введении больших объемов образца, септа повреждается быстрее и может произойти выброс образца из инжектора.

Меры предосторожности при осмотре, техническом обслуживании, настройке и уходе за прибором



Осторожно

Чтобы избежать неисправностей и повреждений прибора не демонтируйте и/или не изменяйте прибор, и не производите самостоятельных ремонтов.



Осторожно

Если кабель питания запылился, выньте вилку из розетки и вытрите пыль сухой тряпкой. Скопившаяся пыль может стать причиной пожара.



Примечание

Для чистки поверхности прибора использовать мягкую тряпку и воду или нейтральный детергент. Сухую чистку производить чистящими салфетками.



Примечание

Рекомендуется периодическое техническое обслуживание роторного насоса и турбо молекулярного насоса. Периодически обращайтесь к соответствующему руководству.

Предупреждающие знаки



Внимание

Не блокируйте выходные отверстия

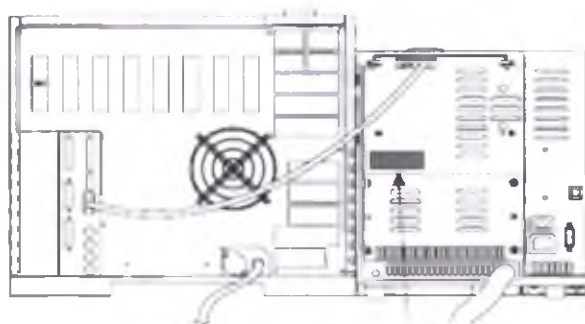
Не помещайте наверх прибора ничего, что могло бы блокировать выходные отверстия и вызвать перегрев.



Осторожно

ВЫСОКОЕ НАПЯЖЕНИЕ

Не открывать крышку. Опасно! Высокое напряжение может стать причиной удара током.



предупреждающий
знак

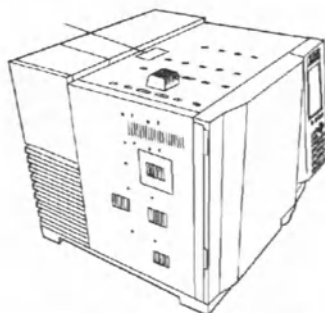


Осторожно

НЕ ПРИКОСАТЬСЯ

Высокая температура инжектора, детектора и верхней крышки.

Предупреждающий
знак

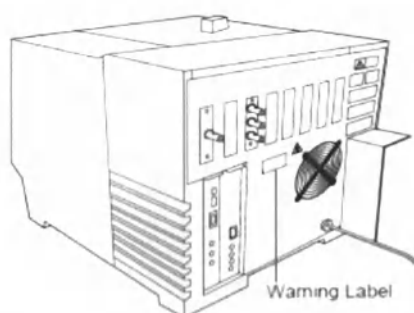




Осторожно

НЕ ТРОГАТЬ

Задняя панель может быть горячей и вызвать ожог.



Warning Label



Осторожно

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ВОДОРОДОМ

Закройте водород и перекройте неиспользуемые линии для предотвращения накопления водорода в термостате и возможного взрыва.



Предупреждающий
знак



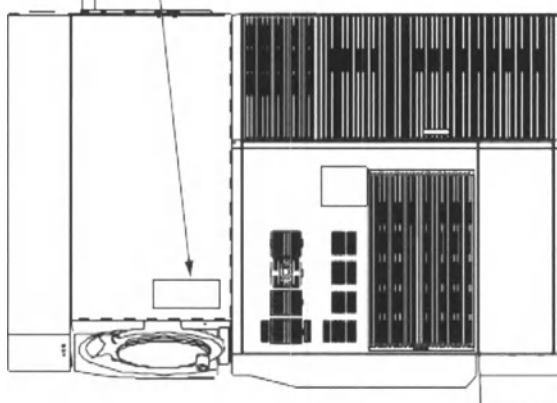


Осторожно

Предупреждения при работе с водородом

Если водород будет скапливаться внутри вакуумной камеры, то это потенциально может привести к возгоранию. Когда используете в качестве газа-носителя водород, держите ручку на передней панели полностью ослабленной, за исключением того момента, когда стартует вакуумный насос.

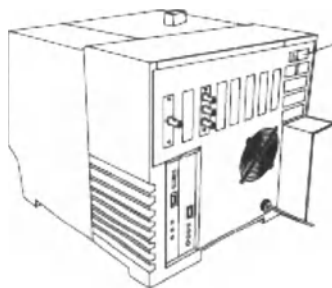
Предупреждающий знак



Осторожно

ОТВОД ГОРЯЧЕГО ВОЗДУХА

Держите подальше материалы, чувствительные к температуре.



предупреждающий знак



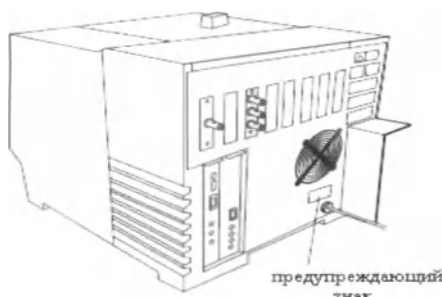
Оставьте расстояние не менее 50 см от задней стенки прибора до стены.



Осторожно

ВЫСОКОЕ НАПЯЖЕНИЕ

Отсоедините кабель питания перед удалением крышки. Ремонт должен осуществлять только квалифицированный персонал.



Внимание

Предупреждения при работе с водородом

В плохо вентилируемом помещении водород может накапливаться и взорваться.

1. Правильно соединяйте газовые линии. Не подсоединяйте водородную линию к входу для воздуха, так как будет утечка водорода. Для предотвращения неправильного подсоединения газовых линий на приборе GC-2010 Plus при подключении разъема воздушной линии используется правосторонняя резьба, а для разъема водородной линии – левосторонняя.
2. Когда прибор не используется, вентиль водородного баллона должен быть закрыт. Так же удостоверьтесь в отсутствие утечки газа через вентиль.
3. Линию подачи водорода от баллона до прибора следует проверять на утечку при каждом использовании.
4. В случае утечки водорода, чтобы избежать накопления концентрации приводящей к взрыву, помещение, в котором находится прибор, должно хорошо проветриваться. Запрещено использование открытого пламени в этой комнате.
5. После завершения анализов сразу же закройте вентиль на баллоне с водородом. Затем, выключите прибор и выполните обычную процедуру выключения.

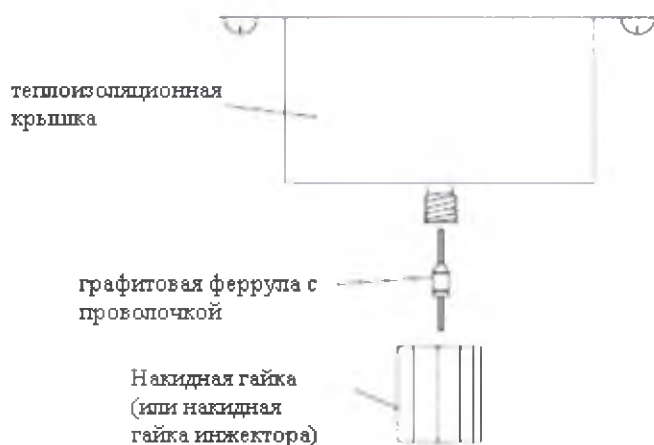


Предостережение

ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ВОДОРОДА

Водород может накапливаться внутри термостата колонок и привести к взрыву.

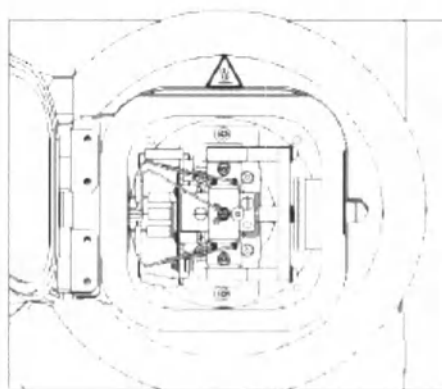
Закройте все водородные вентили, если не используете прибор и проверьте насколько плотно присоединена колонка.



Предостережение

ВЫСОКАЯ ТЕМПЕРАТУРА

Избегайте контакта с ионным источником пока он горячий.



Действия в случае аварии

К следующим мерам следует прибегать в крайних случаях, таких как сбой в работе газового хроматографа масс спектрометра.

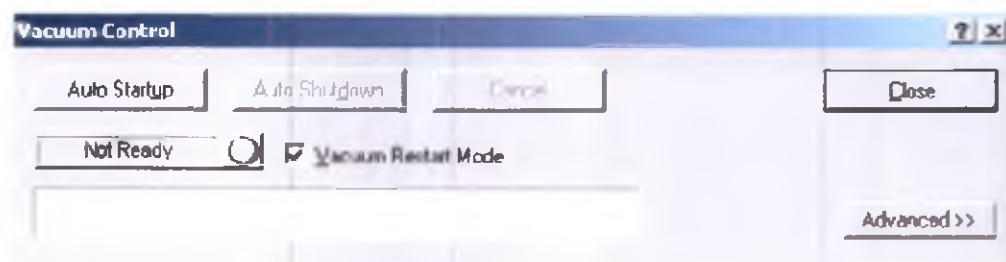
Перед тем как снова начинать работать на приборе, если необходимо примите адекватные меры предосторожности и свяжитесь с Вашими представителями фирмы Shimadzu.

В случае неполадок...

1. Выключите газовый хроматограф и масс спектрометр.
2. Выключите все дополнительные устройства.
3. Закройте вентиль на баллоне с газом носителем и перекройте все газовые линии.
4. Отключите электроснабжение.
 - Если силовой кабель вставлен в сетевой фильтр, то выключите сетевой фильтр.
 - Если силовой кабель вставлен в розетку, выдерните кабель.

Действия в случае отключения электроэнергии

При отключении электроэнергии на 10 минут и меньше нет особой процедуры, если в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum control") отмечен пункт «Режим перезапуска вакуумной системы» ("Vacuum Restart Mode"). Когда появится питание прибор автоматически перезапустится.



Если электроэнергия отключена на более долгий период, то необходимо выполнить следующую процедуру.

Процедура выключения при отключении электроэнергии на длительный срок

1. Выключите питание газового хроматографа и хроматомасс спектрометра.
2. Выключите питание всех дополнительных приставок.
3. Закройте вентили на всех линиях газов-носителей и на воздушной линии.
4. Ослабьте гайку, которая фиксирует колонку в месте соединения с массспектрометром (интерфейс) для развакуумирования вакуумной системы.
5. Отключите подачу питания.
 - Если кабель питания присоединен к прибору, вытащите его.
 - Если кабель питания вставлен в розетку, выньте кабель.

Действия при отключении электроэнергии при использовании водорода в качестве газа-носителя

1. Немедленно прекройте подачу водорода.
2. Отключите питание ГХ и МС.
3. Откройте окна и двери в комнате где установлен прибор и хорошо проветрите ее.
4. Убедитесь, что нет источников открытого огня в комнате, которые могли бы поджечь водород.
5. Подождите, пока температура всех компонентов GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE упадет до температуры окружающего воздуха (примерно 1 час).
6. Откройте переднюю дверь ГХ и ослабьте гайку, которая фиксирует колонку в месте соединения с массспектрометром (интерфейс) для приведения компонентов вакуумной системы до атмосферного давления.
7. Убедитесь, что ручка на дверце спереди МС полностью ослаблена.
8. Подождите, пока весь водород будет удален (примерно 30 мин).
9. После соблюдения всех пунктов «Меры предосторожности при установке» и «Техника безопасности», используйте стандартную процедуру старта ГХ и МС.

Действия по защите окружающей среды (WEEE)

**Для всех пользователей оборудования Shimadzu в
Европейском Союзе**



WEEE Mark

Наличие на оборудовании отметки с этим символом обозначает, что оно было продано после 13го августа 2005, что означает, что его нельзя выбрасывать с обычным домашним мусором. Имейте в виду, что наше оборудование только для промышленного/профессионального использования.

Свяжитесь с представителями сервисной службы фирмы Shimadzu, когда оборудование окончательно выйдет из строя. Они подскажут, как вернуть оборудование.

С вашей помощью мы достигнем сокращения загрязнения электронными отходами и электрическим оборудованием и сохраним природные ресурсы по средствам повторной переработки.

Всегда обращайтесь к представителям сервисной службы фирмы Shimadzu, если Вам потребуется более подробная информация.

Колебания напряжения

Для всех пользователей оборудования Shimadzu в Европейском Союзе:

Это оборудование может быть подсоединено только к питанию с сопротивлением 0,1 Ом и меньше. Если необходимо, определите сопротивление в вашей электросети; воспользуйтесь услугами авторизованный для этой цели персонала.



Примечание

Если измеренное значение сопротивления превышает 0,1 Ом, то персонал по установке оборудования, может наложить запрет на использование прибора.



Примечание

Если измеренное значение сопротивления соответствует заявленному и было измерено пользователем, пользователь может использовать эту информацию для подключения прибора без дополнительных рекомендаций авторизованной для этой цели персонала.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	i
Введение	i
Перед началом работы внимательно прочтите эту инструкцию	i
Как пользоваться этим руководством	i
Информация о гарантии	ii
Доступность запасных частей	ii
Меры предосторожности для безопасной эксплуатации	iii
Меры предосторожности при выборе места установки	v
Место расположения прибора	vi
Место позади прибора	vi
Меры предосторожности при установке	vii
Питания	vii
Условия окружающей среды	viii
Газы	ix
Электромагнитные поля и колебания напряжения	ix
Меры предосторожности при работе с газами при высоком давлении	x
Безопасное использование водорода в качестве газа-носителя	xi
Техника безопасности	xii
Меры предосторожности при осмотре, техническом обслуживании, настройке и уходе за прибором	xiii
Предупреждающие знаки	xiv
Действия в случае аварии	xix
Действия в случае отключения электроэнергии	xx
Действия по защите окружающей среды (WEEE)	xxi
Для всех пользователей оборудования Shimadzu в Европейском Союзе	xxi
Колебания напряжения	xxi
Для всех пользователей оборудования Shimadzu в Европейском Союзе	xxi
ОГЛАВЛЕНИЕ	xxii
I Обзор	1
1.1 Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями	1
1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями	1
1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями	1
1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями по предусмотренному назначению	1
1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию	1
1.2 GCMS-QP2010	2
1.3 Характеристики	3
1.4 Составные части	4

1.4.1 ГХ/МС аналитическая система.....	4
1.4.2 Ионный источник	6
1.4.3 Роторный насос.....	6
1.5 Стандартная комплектация.....	7
1.6 Обзор программного обеспечения.....	8
1.7 Блок-схема работы с программным обеспечением.....	9
2 Основные операции.....	11
2.1 Введение.....	11
2.2 Основы ГХ.....	12
2.2.1 Параметры прибора.....	12
2.2.2 Описание инжектора	12
2.3 Требования к газам.....	13
2.4 Запуск и выключение прибора.....	14
2.4.1 Запуск прибора.....	14
2.4.2 Выключение прибора.....	24
2.5 Ежедневное включение и выключение.....	25
2.5.1 Ежедневное выключение.....	25
2.5.2 Ежедневное включение.....	27
2.6 Замена колонки.....	28
2.6.1 Выключение вакуумной системы.....	28
2.6.2 Замена колонки.....	28
2.7 Конфигурация системы.....	36
2.7.1 Конфигурация системы.....	36
2.8 Проверка и настройка системы.....	38
2.8.1 Проверка системы.....	38
2.8.2 Настройка.....	51
2.8.3 Настройка на большие массы.....	55
2.9 Общие операции.....	57
2.9.1 Рабочие файлы.....	57
2.9.2 Открытие и сохранение файлов.....	60
2.9.3 Использование справки.....	62
2.9.4 Принцип системы администрирования.....	64
2.9.5 Системное администрирование.....	67
2.9.6 Шаблоны.....	77
3 Получение данных.....	79
3.1 Обзор.....	79
3.1.1 Окно «Создание метода получения данных».....	79
3.1.2 Окно «Получение данных».....	81
3.1.3 Вспомогательная панель.....	82
3.1.4 Последовательность получения данных.....	83
3.2 Параметры создания метода.....	85
3.2.1 Параметры метода.....	85
3.2.2 Закладка «Автодозатор».....	86
3.2.3 Параметры ГХ (Закладка «ГХ»).....	88
3.2.4 Параметры МС (Закладка «МС»).....	92
3.3 Настройки единичного анализа.....	97
3.3.1 Диалоговое окно «Имя образца».....	97

3.4	Получение данных.....	100
3.4.1	Ожидание.....	100
3.4.2	Старт.....	100
3.4.3	Анализ данных.....	101
3.4.4	Стоп.....	101
3.5	Мониторинг прибора.....	102
3.5.1	Мониторинг прибора.....	102
4	Качественный анализ.....	103
4.1	Обзор.....	103
4.1.1	Окно «Качественный анализ данных».....	103
4.1.2	Алгоритм качественного анализа.....	104
4.2	Вывод на экран спектра.....	106
4.2.1	Отображение спектра.....	106
4.2.2	Усреднение спектра и работа с фоном.....	107
4.2.3	Отображение результатов математической обработки спектров.....	108
4.3	Интегрирование пиков.....	110
4.3.1	Ручное интегрирование пиков.....	110
4.3.2	Автоматическое интегрирование пиков.....	112
4.3.3	Ручные приемы.....	119
4.3.4	Интегрирование пиков при выполнении серии.....	121
4.4	Поиск по библиотеке.....	122
4.4.1	Поиск по библиотеке для отображенного спектра.....	122
4.4.2	Повторный поиск по библиотеке при вычитании спектра.....	124
4.4.3	Занесение спектра в библиотеку.....	124
4.5	Печать результатов.....	125
4.5.1	Хроматограмма и спектр.....	125
4.5.2	Результаты поиска по библиотеке.....	126
4.5.3	Отчет.....	126
5	Количественный анализ.....	127
5.1	Обзор.....	127
5.1.1	Окно «Обработка данных».....	127
5.1.2	Алгоритм количественного анализа.....	131
5.2	Таблица компонентов.....	133
5.3	Создание градуировочных графиков.....	139
5.4	Проведение количественного анализа и подтверждение результатов.....	141
5.5	Поиск по библиотеке.....	144
5.5.1	Библиотечный поиск для таблицы компонентов.....	144
5.5.2	Выполнение поиска по результатам вычитания.....	147
5.5.3	Занесение спектра в библиотеку.....	147
5.6	Анализ неизвестных пиков.....	148
5.7	Группировка.....	149
5.8	Печать результатов.....	151
5.8.1	Градуировочный график.....	151
5.8.2	Отчет.....	151
6	Создание отчетов.....	153
6.1	Создание формата отчета.....	153
6.1.1	Окно «Отчет».....	153
6.1.2	Панель инструментов отчета.....	154
6.1.3	Создание файла отчета.....	157

6.2	Пользование файлами отчета.....	161
6.2.1	Как открывать файл отчета.....	161
6.2.2	импортирование данных в файл отчета.....	161
6.2.3	Печать отчета.....	161
7	Непрерывный анализ.....	163
7.1	Обзор.....	163
7.1.1	Автоматическое получение данных и анализ данных.....	163
7.1.2	Автоматическая обработка данных.....	164
7.2	Автоматическое получение данных и анализ данных.....	165
7.2.1	Создание серийной таблицы.....	165
7.2.2	Проведение непрерывного анализа.....	177
7.3	2 Автоматическая обработка данных.....	178
7.3.1	Создание серийной таблицы.....	178
7.3.2	Проведение непрерывной обработки данных.....	180
7.4	Ошибки во время серийного анализа.....	181
8	Количественный обзор.....	183
8.1	Обзор.....	183
8.1.1	Окно количественного обзора.....	183
8.2	Операции в окне «Количественный обзор».....	184
8.2.1	Отображение списка количественных результатов для множества данных.....	184
8.2.2	Одновременное выполнение интегрирования пиков/ количественного анализа для множества данных.....	186
8.2.3	Выведение списка количественных результатов в виде суммарного отчета.....	186
8.3	Работа с градуировочным графиком.....	187
8.4	Ручное интегрирование и идентификация пиков.....	188
8.5	Сохранение схемы окна «Количественный обзор».....	189
9	Обзор данных.....	191
9.1	Обзор.....	191
9.1.1	Окно «Обзор данных».....	191
9.1.2	Как открыть файл данных.....	192
9.1.3	Изменение схемы ячеек.....	193
9.2	Работа с ячейкой хроматограммы.....	194
9.2.1	Установки отображенных хроматограмм.....	194
9.2.2	Работа с другими ячейками.....	194
9.2.3	Изменение масштаба.....	195
9.2.4	Печать изображения ячейки.....	196
9.3	Работа с ячейкой спектра.....	197
9.3.1	Показать спектр для выбранного времени удерживания.....	197
9.3.2	Вычитание спектра.....	197
9.3.3	Выполнение поиска по библиотеке для спектра.....	197
9.3.4	Работа с другими ячейками.....	198
9.3.5	Изменение масштаба.....	199
9.3.6	Печать изображения ячейки.....	199
9.4	Сохранение схемы окна «Обзор данных».....	200
10	Обслуживание.....	201
10.1	Меры предосторожности.....	201
10.2	Замена филамента.....	202
10.2.1	Процедура замены филамента.....	203

10.3	Чистка ионного источника и отражающего электрода	205
10.3.1	Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода...	206
10.3.2	Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода...	208
10.3.3	Чистка ионного источника и отсоединение отражающего электрода...	211
10.3.4	Необходимые материалы.....	211
10.4	Обслуживание вакуумного насоса	212
10.4.1	Замена масла в роторном насосе.....	212
10.4.2	Обслуживание турбомолекулярного насоса.....	214
10.5	Чистка вентилятора.....	215
10.5.1	Чистка вентилятора.....	215
10.6	Проверка на утечки.....	216
10.6.1	Проверка ГХ на утечку газа носителя.....	216
10.6.2	Проверка вакуума МС на течь.....	219
10.6.3	Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков.....	220
10.6.4	Проверка вакуума на течь с помощью петролейного эфира.....	221
10.7	Установка программного обеспечения.....	223
10.7.1	Перед установкой.....	223
10.7.2	Установка GCMSsolution.....	224
10.7.3	Удаление GCMSsolution	231
10.7.4	Установка DAO	234
10.8	Подсоединения к прибору.....	237
10.8.1	Подсоединение прибора.....	237
10.8.2	Установка драйвера для МС.....	237
10.9	Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов	242

11	Диагностика неисправностей.....	245
11.1	Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению	245
11.1.1	Индикация статуса ошибки массспектрометра.....	245
11.1.2	Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution.....	246
11.1.3	Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы.....	247
11.1.4	Ошибки при включении филамента.....	248
11.1.5	Ошибки автонастройки и анализа.....	249
11.2	Защитные функции вакуумной системы.....	252
11.2.1	Обзор.....	252
11.2.2	Функционирование защиты.....	252

Приложение А	Обработка пиков и действия с масс-спектром	253
A.1	Параметры интегрирования и обработки пиков.....	253
A.1.1	Параметры интегрирования.....	253
A.1.2	Ширина.....	257
A.1.3	Наклон.....	257
A.1.4	Дрейф.....	259
A.1.5	Обработка плохо разделившихся пиков.....	261
A.1.6	T.DBL	263
A.1.7	Время разметки пиков.....	265
A.1.8	Временная программа разметки пиков.....	266
A.1.9	Минимальная площадь/высота	267
A.1.10	Сглаживание.....	267
A.2	Действия с масс-спектром.....	268
A.2.1	Коррекция фона масс-спектра (Вычитание)	268
A.2.2	Усреднение масс-спектра.....	268
A.2.3	Проведение действий с масс-спектром и поиск по библиотеке во время автоматической обработки	269

A.3	Функции и параметры поиска по библиотеке	270
A.3.1	Вычисления для поиска по библиотеке	270
A.3.2	Функция предварительного поиска	271
A.3.3	Параметры поиска по библиотеке	271
A.3.4	Функции последующего поиска	272
A.4	Идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка	273
A.4.1	ID Номера	273
A.4.2	Идентификация пиков	273
A.4.3	Методы количественных вычислений	279
A.4.4	Калибровка	281
A.5	Диагностика неисправностей	285
A.5.1	Обработка пиков	285
A.5.2	Идентификация пиков	289
A.6	Выполнение измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью	290
A.6.1	m/z	290
A.6.2	Настройка процедуры измерений в режиме SIM	290
Приложение В Вывод в PDF		293
B.1	Настройка вывода в PDF	293
B.1.1	Подготовка к выводу в PDF	293
B.1.2	Установка PostScript драйвера принтера	294
B.1.3	Закладка [PDF экспорт]	303
Appendix C Спецификации		305
C.1	Технические параметры	305
C.1.1	GCMS-QP2010 Ultra	305
C.1.2	GCMS-QP2010SE	305
C.2	Оборудование	306
C.2.1	GCMS-QP2010 Ultra	306
C.2.2	GCMS-QP2010SE	306
C.3	Рабочее место	307
C.3.1	ПК	307
C.3.2	Программное обеспечение	307
C.4	Требования к установке	309
C.4.1	Примеры установки	310
Appendix D Расходные материалы и средства технического обеспечения		311
D.1	Список расходных материалов	311
D.1.1	GCMS-QP2010 Ultra	311
D.1.2	GCMS-QP2010SE	316
D.1.3	Набор инструментов (опция)	320
D.1.4	Набор расходных материалов (опция)	321
Appendix E Технические примечания		323
E.1	Характеристики вакуума	323
E.1.1	GCMS-QP2010 Ultra	323
E.1.2	GCMS-QP2010SE	323
E.2	Коэффициент усиления детектора	324
E.3	Напряжение ионизации/ток излучения и срок службы филамента	325
E.3.1	GCMS-QP2010 Ultra	325
E.3.2	GCMS-QP2010SE	325
Appendix F Словарь ГХМС терминов		327
F.1	Сокращения	327
F.2	Словарь	328
УКАЗАТЕЛЬ		I

1.1

Сведения о медицинском применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями.

В данной главе приведены сведения, касающиеся медицинского применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями (основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2010SE или GCMSQP2010 Ultra или GCMS-QP2010c Ultra или GCMS-QP2010nc Ultra).

1.1.1 Сведения о специфическом медицинском назначении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями.

Специфическое медицинское назначение хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями :

Диагностика in-vitro: Ранняя диагностика онкологических заболеваний. Уточняющая диагностика наследственных нарушений обмена веществ.

Судебно-медицинская экспертиза: Скрининг и количественное определение токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в биологических образцах.

1.1.2 Сведения об области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями.

Области применения газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями в соответствии с его видом – медицинское изделие для in vitro диагностики: онкология, акушерство и гинекология, педиатрия, наркология.

1.1.3 Показания к применению, противопоказания, возможные побочные воздействия при применении газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями по предусмотренному назначению.

Показания к применению газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями: предварительное диагностирование онкологических заболеваний, нарушения обмена веществ. Предположительное содержание токсичных соединений, наркотических, лекарственных препаратов и их метаболитов в организме человека.

Противопоказания газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями: нет.

Возможные побочные воздействия газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями: не выявлены.

1.1.4 Сведения о видах исследуемых проб биологического материала, рекомендуемом способе получения и подготовки к исследованию.

Виды исследуемых проб биологического материала: Кровь, сыворотка крови, плазма, моча, слюна, спинно-мозговая жидкость, пот.

Рекомендуемый способ получения и подготовки проб к исследованию: растворение отобранной жидкой пробы в смеси метанол:вода:хлороформ (2,5:1:1), центрифугирование, отбор супернатанта и его высушивание, триметилирование полученного сухого остатка. Готовая проба вводится в порт инъекции газового хроматомасс-спектрометра вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями.

1.2

➔ 1 Обзор

GCMS-QP2010

Этот раздел представляет обзор газового хроматомасс-спектрометра, вариант исполнения GCMS-QP2010 с принадлежностями (далее - прибор). Прибор работает со следующими основными блоками (одна из моделей):

- модели для японского рынка: GCMS-QP2010SE SYSTEM или GCMS-QP2010 Ultra SYSTEM или GCMS-QP2010c Ultra SYSTEM или GCMS-QP2010nc Ultra SYSTEM,

- модели для российского рынка: GCMS-QP2010SE или GCMS-QP2010 Ultra или GCMS-QP2010c Ultra или GCMS-QP2010nc Ultra (далее: прибор GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE)

Прибор GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE - это настольная модель газового хроматографа/масс спектрометра предназначенная для ГХ/МС анализов высокой точности. Прибор позволяет получить масс спектр и провести идентификацию неизвестных компонентов и качественный анализ или провести количественный анализ следовых количеств веществ в режиме регистрации выбранных ионов (SIM).



Рисунок 1.1 GCMS-QP2010 Стандартная модель

включает следующее:

- GC-2010 Plus высокоэффективный газовый хроматограф
- Вакуумный дифференциальный насос с турбомолекулярным насосом и роторным форвакуумным насосом
- Вакуумный манометр для контроля давления в камере
- Объединенный ГХ/МС интерфейс
- Ионный источник ионизации электронным ударом (EI) с независимым датчиком температуры
- Двойной филамент энергии электрона/переменного тока
- Квадрупольный масс фильтр с предварительными стержнями
- Электронный умножитель детектор с преобразуемым динодом
- Источник питания и схема управления

Программное обеспечение GCMSsolution Ver. 2 предназначено для управления GCMS-QP2010 и для выведения записи данных и анализа данных.

Программное обеспечение включает в себя следующие функции:

- Управление GCMS-QP2010 и внешними устройствами, например автодозатором, и автоматическая настройка прибора с помощью автонастройки
- Поддержка функций QA/QC точности данных и управление качеством.
- Создание методов анализа
- Получение данных в режимах Scan и SIM
- Качественная обработка, которая включает отображение и обработку масс спектров с использованием библиотеки
- Количественная обработка, которая включает создание таблиц компонентов, калибровочных кривых и вычисления концентрации
- Настраиваемые отчеты
- Последовательную запись данных/серийные анализы

1.3 Характеристики

В этом разделе приводятся функции и технические характеристики прибора GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE.

Высокая чувствительность

Квадрупольная ионная фокусировка ГХ/МС системы обеспечивает самую высокую чувствительность в своем классе, значительно расширяя границы применения ГХ/МС.

Широкий диапазон массовых чисел

В случае GCMS-QP2010 Ultra прибор достигает широкого диапазона анализа массовых чисел вплоть до m/z 1090.

В случае GCMS-QP2010SE прибор достигает диапазона анализа массовых чисел до m/z 1000.

Диапазон анализируемых компонентов может значительно повышаться.

Компактность

GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE требует минимум пространства, даже с дополнительно установленным автодозатором.

Интуитивно-понятное управление

Так как программное обеспечение GCMSsolution интуитивно-понятное, неопытные пользователи ГХ/МС смогут записывать и анализировать данные, а так же создавать отчеты в знакомой операционной среде Windows. QA/QC функции отслеживают состояние прибора и управляют точностью данных.

Многокомпонентные анализы

Высокая чувствительность GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE дает возможность SIM измерений для большего числа компонентов. Ионы могут одновременно регистрироваться максимум по 64 каналам. Высокая чувствительность анализа может быть достигнута для большого количества компонентов благодаря тому, что настройки временного разделения могут быть заданы для вплоть до 128 групп, в каждой из которых вплоть до 64 каналов.

Энергосбережение

Энергосбережение достигает 26,2% (GCMS-QP2010 Ultra), 27,3% (GCMS-QP2010SE) по сравнению с предыдущими моделями GCMS-QP2010 Plus и GCMS-QP2010S соответственно (При условии, что количество рабочих дней: 20 дней в месяц, Время анализа на приборе: 6 часов в день, Режим ожидания: 18 часов в день. В режиме ожидания температура термостата газового хроматографа – 100 °C)



1.4

Составные части

Прибор состоит из газового хроматографа (ГХ), масс спектрометра (МС), роторного насоса, персонального компьютера с монитором и принтером, и других частей. Пользуйтесь отдельной инструкцией GC-2010 Plus для газового хроматографа GC-2010 Plus.

1.4.1 ГХ/МС Аналитическая система

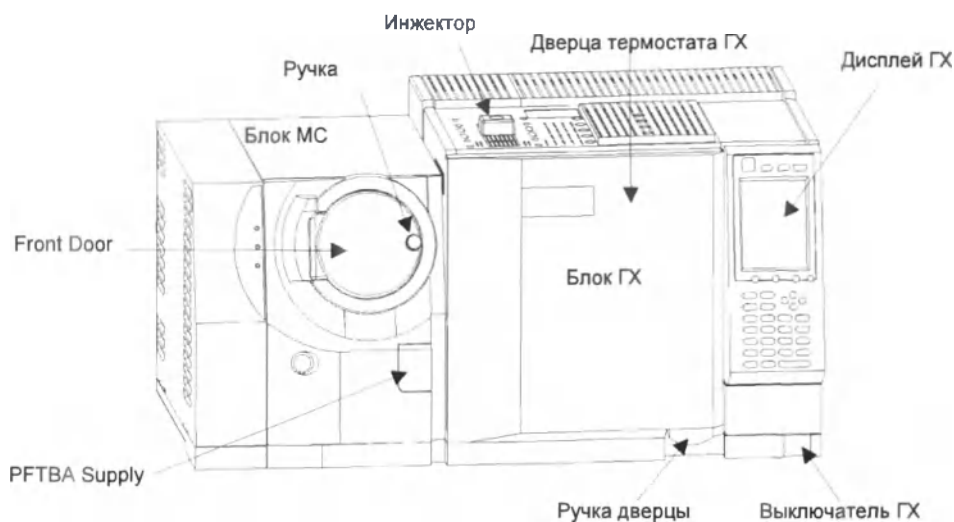


Рисунок 1.2 Вид спереди



Рисунок 1.3 Вид сзади

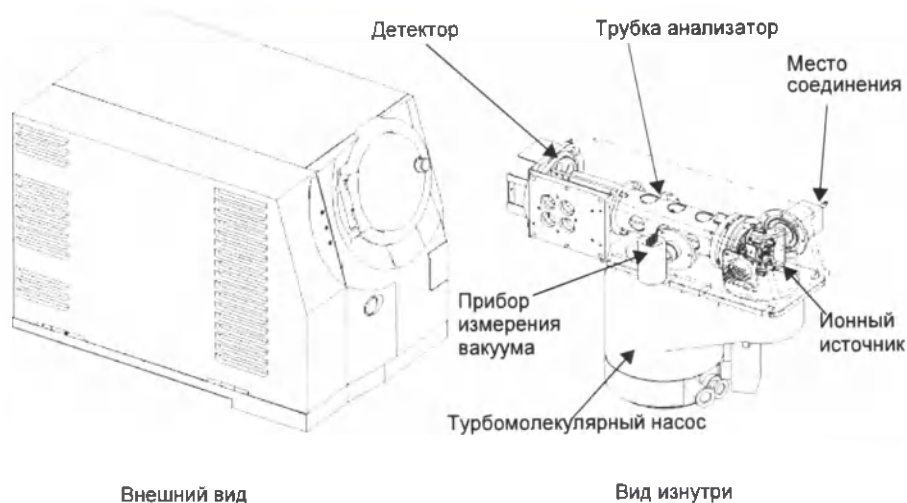


Рисунок 1.4 GCMS-QP2010 Ultra

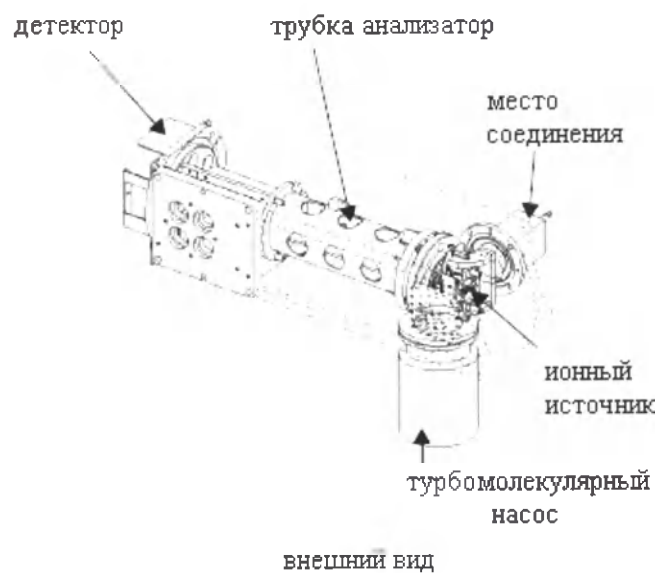


Рис. 1.5 GCMS-QP2010SE

1.4.2 Ионный источник

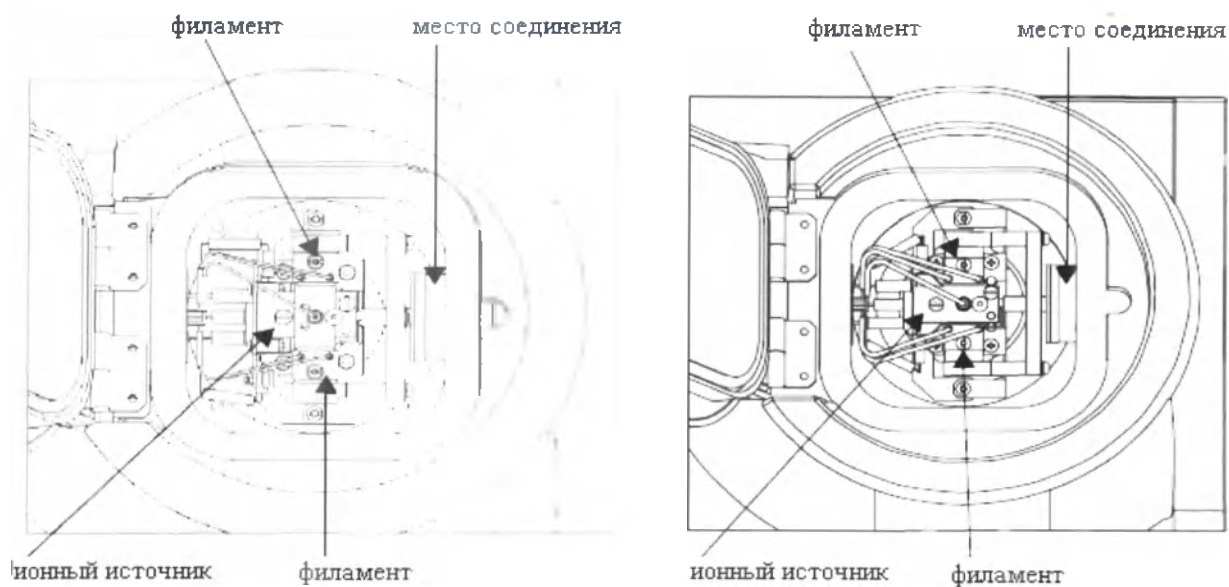


Рисунок 1.6 Ионный источник

1.4.3 Роторный насос

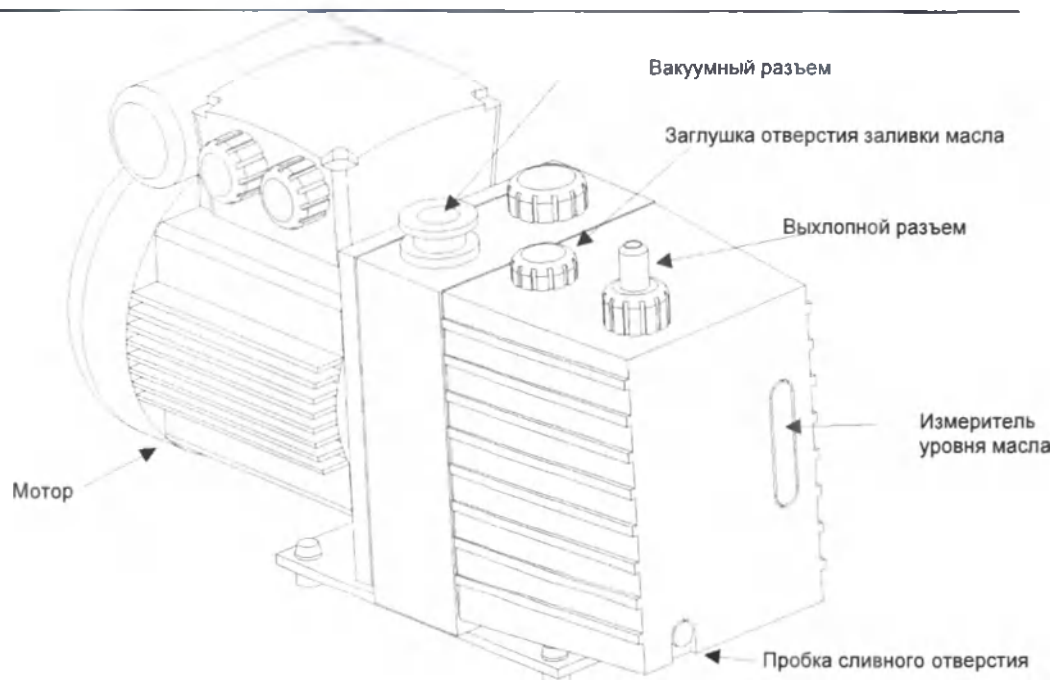


Рис. 1.7 Роторный насос

1.5

Стандартные комплектующие

Стандартные комплектующие газового хроматографа GC-2010 Plus включены в стандартный комплект прибора GC/MS. Комплектующие прибора GCMS приведены ниже.

Название части	Каталожный номер	Кол-во
Кабель, USB	088-50825-30	1
Кабель, RS232C	088-50906-11	1
Крышка интерфейса	225-11674	1
Виниловая трубка	016-31331	1
Хомут	037-61019	2
Крышка инжектора	221-43597-01	1
Трубка, на вход воздуха, очистка*	221-72658-91	1

Смотрите также Приложение D.1.4. «Список расходных материалов (Опция)» на стр. 321.

* Эта часть не включена в стандартный набор модели GCMS-QP2010SE.

1.6

Обзор программного обеспечения

В этом разделе дается описание программы GCMSsolution.

GCMSsolution – это программа для операционной среды Windows, которая используется для управления GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE, автодозатором и другими периферийными устройствами. Она обеспечивает запись данных, качественный анализ, количественный анализ и создание отчета.

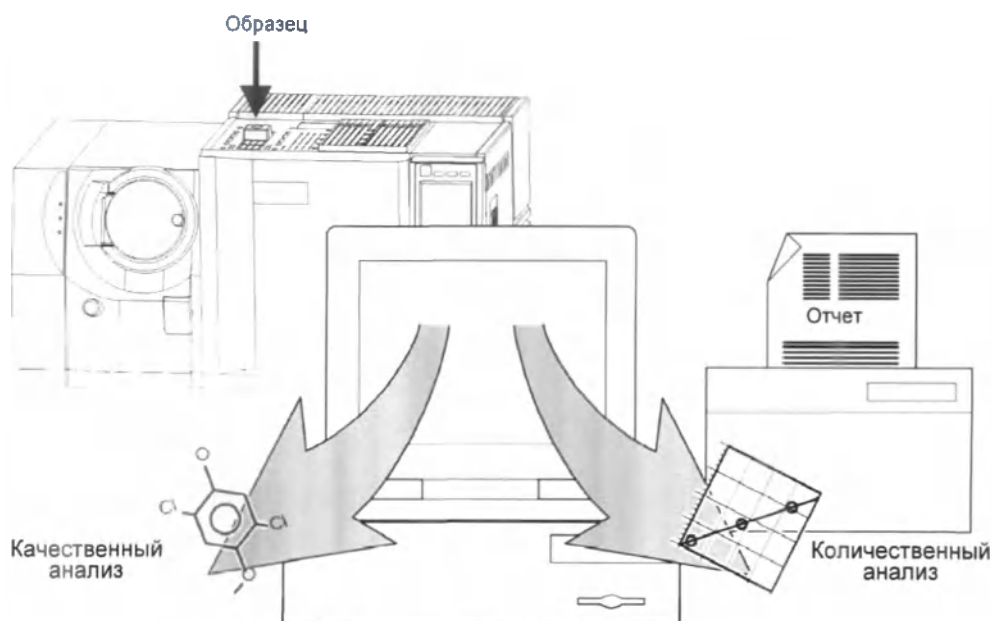


Рисунок 1.8 Функции программного обеспечения

Программа использует команды общие для операционных систем Windows XP и Windows Vista. Перед использованием внимательно прочтите руководство пользователя соответствующей операционной системы. Это руководство следует читать только после получения базового понимания различных операций в Windows, таких как открытие и сохранение файлов.

1.7 Блок-схема работы с программным обеспечением

На этой блок-схеме представлен основной порядок операций с GCMSsolution. Перечислены главы, в которых соответствующие процедуры описываются.

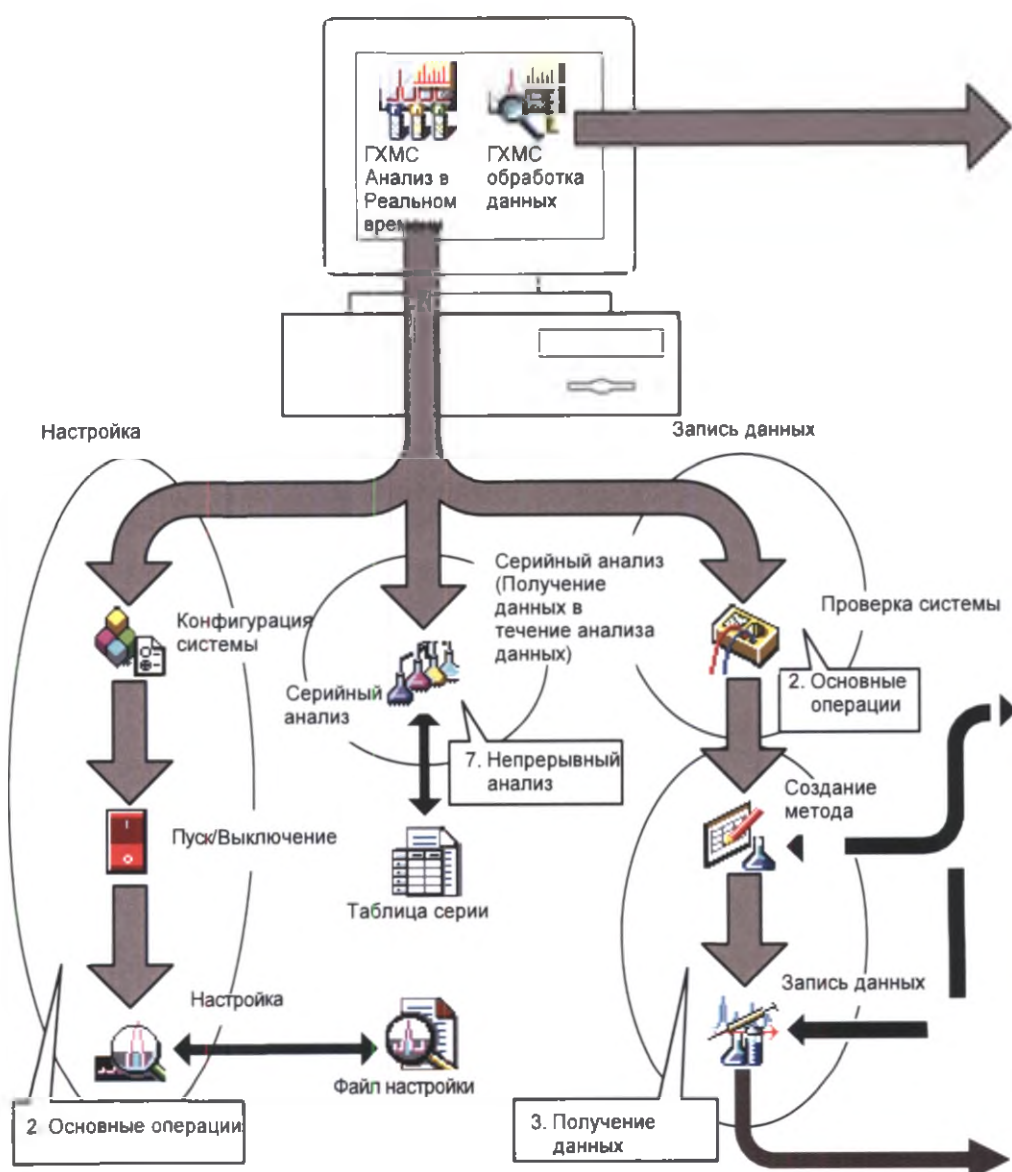


Рисунок 1.9 Блок схема работы с программным обеспечением (Часть 1)

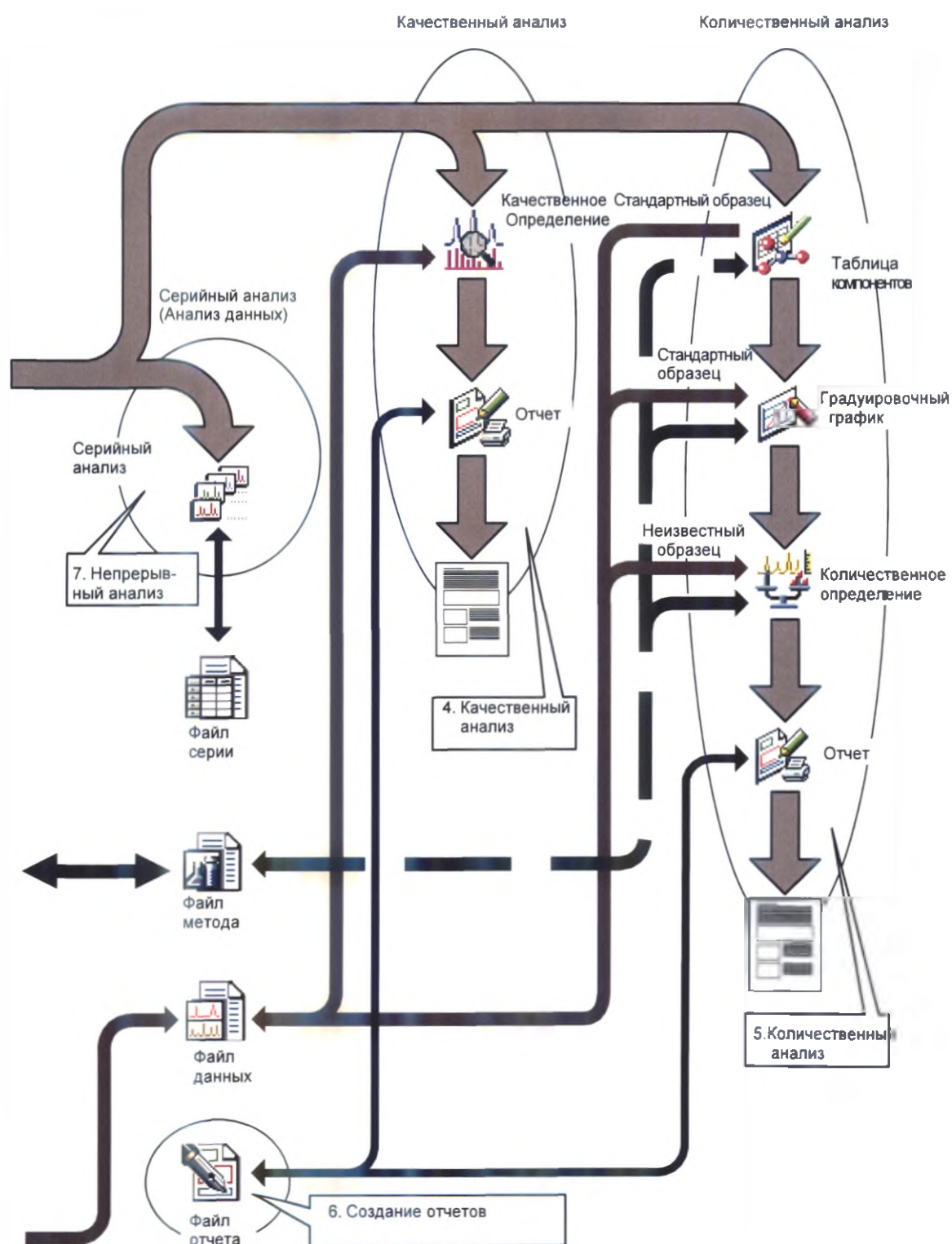


Рисунок 1.10 Блок-схема работы с программным обеспечением (Часть 2)

2.1 Введение

В этом разделе описываются следующие основные операции, которые могут быть выполнены в программе GCMSsolution:

- Основы ГХ
- Требования к газу
- Пуск и выключение прибора
- Ежедневный пуск и включение
- Смена колонки
- Конфигурирование системы
- Проверка и настройка системы
- Общие операции

Понимание этих тем очень важно для эксплуатации прибора GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE и программного обеспечения GCMSsolution.

2 Основные операции

2.2 Основы ГХ

Специальную информацию о газовом хроматографе GC-2010 Plus можно посмотреть в прилагающемся к нему руководстве пользователя. Обратите внимание на то, что стандартные процедуры по работе с GC-2010 Plus могут отличаться от тех, что описаны ниже.

2.2.1 Параметры прибора

Параметры прибора GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE, включая температуру и давление ГХ, можно установить с ПК. Параметры сохраняются в файле, который называется "файл метода". Файлы метода хранятся на жестком диске и сохраненные параметры можно загружать в программу. Для дополнительной информации о файлах метода обратитесь к Разделу 2.9.1 "Рабочие файлы", page 57.

Параметры газового хроматографа можно устанавливать напрямую с клавиатуры прибора или из файла метода с ПК.

2.2.2 Описание инжектора

В ГХ/МС системе недопустимо попадание воздуха в газ носитель.
Обеспечение чистоты газа носителя:

1. Предотвратит порчу капиллярной колонки.
2. Продлит жизнь МС филаменту и ионному источнику.
3. Минимизирует «шумы» при анализе.

Чтобы предотвратить попадание воздуха в газ носитель, в приборе GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE стандартный инжектор изолирован золотым уплотнителем (Au), как показано ниже на диаграмме.

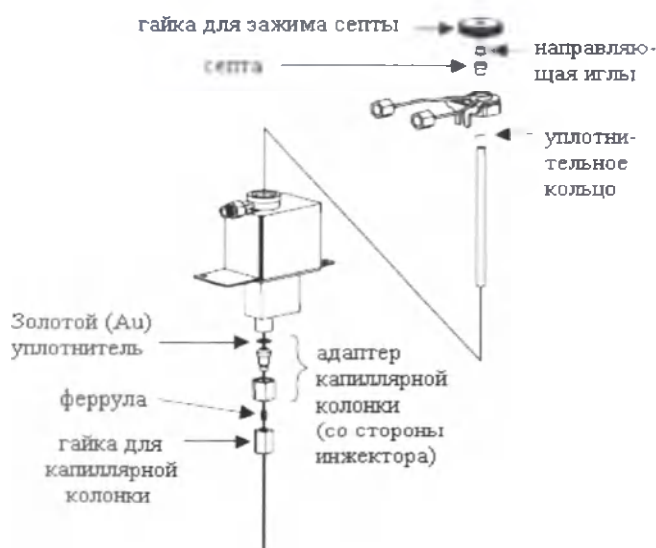


Рисунок 2.1 Инжектор

2.3 Требования к газам

В этом разделе описывается газ носитель, используемый в системе. Нужно придерживаться технических условий приведенных ниже, чтобы обеспечить безопасность и поддерживать работоспособность прибора.

Газ носитель: Гелий

Давление в линиях: 300 - 980 кПа

Чистота: 99.995 % или более и содержание кислорода $O_2 < 3 \text{ ppmV}$

- Диапазон настройки давления и скорости потока на ГХ меняются в соответствие с давлением в линиях. Обычно необходимое давление в линиях составляет 700 - 800 кПа.
- Для некоторых дополнительных вспомогательных приборов может потребоваться другой газ, а не рекомендованный выше. Для получения более подробной информации обратитесь к руководству пользователя, прилагаемому к вспомогательному прибору.
- Для некоторых приложений, таких как агрохимические анализы, может потребоваться гелий с более высокой очисткой (99.999 - 99.9999 %).



Примечание

Любое попадание воздуха в газовые линии приведет к ухудшению чистоты газа и может повлиять на работоспособность прибор. Гелий, подводимый к ГХ соответствовать или превышать чистоту, указанную в технических требованиях. Использование газа с меньшей чистотой может привести к ухудшению работы прибора.

2 Основные операции

2.4 Запуск и выключение прибора

В этом разделе объясняется, как запустить и выключить установленный прибор.

2.4.1 Запуск прибора

1. Откройте газ носитель.

- (1) После того как удостоверитесь, что газ носитель гелий, чистота которого не хуже 99.995 %, убедитесь, что линии газа носителя подсоединены, как показано ниже на диаграмме.
- (2) Откройте вентиль баллона с газом носителем.
- (3) Удостоверьтесь, что давление в линии, и/или давление на входе в ГХ составляет 300 - 980 кПа (примерно 3 - 9.8 кг-с/см²).



Примечание

После замены газового баллона убедитесь в отсутствии утечек газа в местах соединения.

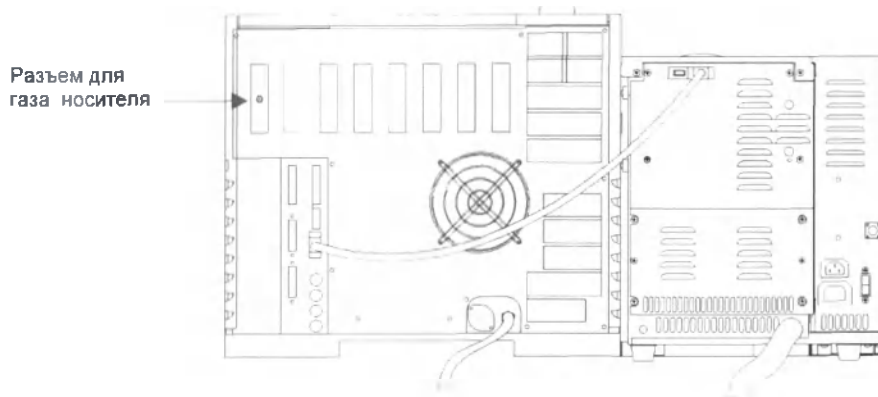


Рисунок 2.2 Разъем для газа носителя

2. Изучите стеклянную вставку для инжектора, используя следующую процедуру, чтобы выяснить, подходит ли она.
- (1) Придерживайте гайку для зажима септы и удалите гайку для зажима стеклянной вставки из инжектора. Поднимайте гайку для зажима септы строго вверх и уберите ее.

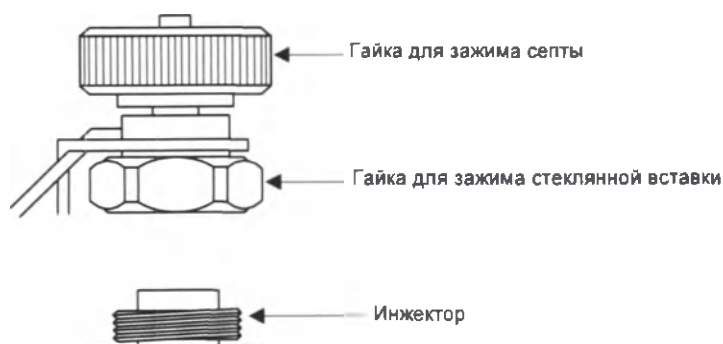


Рисунок 2.3 Набор гаек инжектора



Внимание

Очень важно придерживать гайку для зажима септы при удалении гайки для зажима стеклянной вставки. Если вы не будете придерживать гайку для зажима септы, то она упадет на инжектор. Гайка для зажима септы ударит по стеклянной вставке и разобьет ее.

- (2) Удалите стеклянную вставку при помощи пинцета и удостоверьтесь, что она пригодна для использования. Смотрите рисунок. Проверьте вставку силиконовой ваты, чтобы убедиться, что она чистая, и расположена правильно.

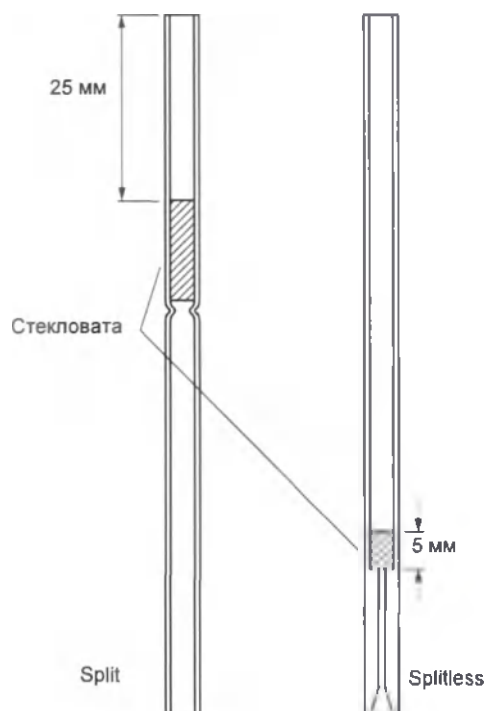


Рисунок 2.4 Заполнение стеклянной вставки

- (3) Если вата загрязнена, удалите ее и почистите или замените. Поместите определенное количество чистой кремниевой ваты на указанное место. Для инжектора с делением потока это примерно 10 мг, а для инжектора без деления потока это примерно 2 мг.



- (4) Установите стеклянную вставку и графитовую ферулу как показано ниже. Если необходимо обратитесь к рисунку набора гаек инжектора.
- а) Аккуратно натяните уплотнительное кольцо на стеклянную вставку, так чтобы оно находилось в 4 мм от вершины, как показано ниже на диаграмме. Введите стеклянную вставку в инжектор до упора. При правильном расположении уплотнительное кольцо будет находиться примерно на расстоянии 3 мм от верха.
 - б) Расположите набор гаек для инжектора на верху стеклянной вставки.
 - с) Крепко затените гайку прилагающимся шестнадцатигранным гаечным ключом.

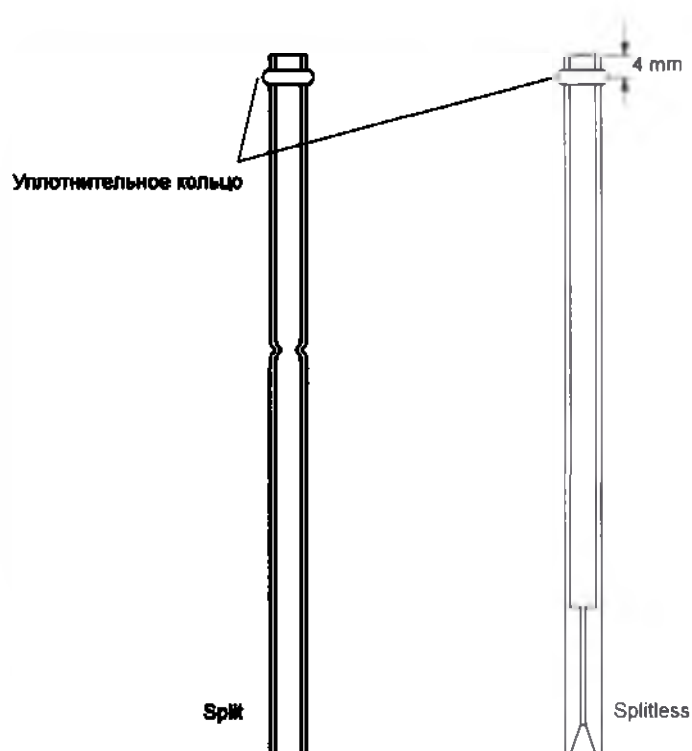


Рисунок 2.5 Положение уплотнительного кольца

3. Установка держателя колонок и капиллярной колонки.

Прикрепление держателя колонок

Прикрепите, держатель колонок к соединительным отверстиям, как описано:

- (1) Загните петли наверху держателя, так чтобы концы держателя можно было вставить в соединительные отверстия. Стандартное положение колонки с обратной стороны держателя. Если соединены две колонки, то одна помещается спереди, а другая сзади.

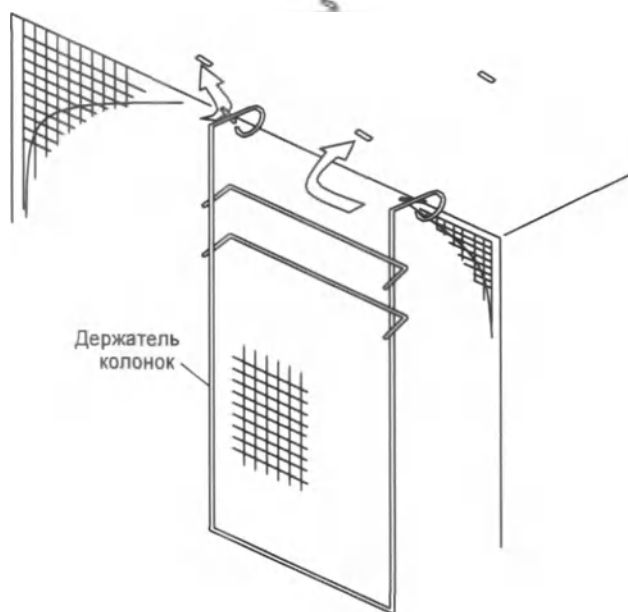


Рисунок 2.6 Присоединение колонки к держателю

Соединение колонки с инжектором

- (1) Проденьте капиллярную колонку через Vespel ферулу и гайку. Смотри [Рисунок 2.7 "Использование адаптера для подсоединения колонки"](#).
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в адаптер для подсоединения колонки (P/N 225-01453-95) из комплекта инструментов (опция), так чтобы конец колонки высовывался на 1 см от конца адаптера как показано на [Рисунке 2.7 "Использование адаптера для подсоединения колонки"](#). Закрепите его, затянув гайку. Обрежьте выступающий конец колонки.
- (3) Зафиксируйте колонку липкой лентой под затянутой гайкой, как показано на [Рисунке 2.8 "Фиксация колонки липкой лентой"](#).
- (4) Выньте колонку из адаптера, не сдвигая ленты, и протрите колонку ацетоном. Вставьте колонку в инжектор и закрепите ее, закрутив гайку вручную. Если ферула новая, то затените ее гаечным ключом еще на один полный оборот. Если ферула использовалась раньше, то затените ее гаечным ключом еще на 20-40 градусов.
- (5) Снимите липкую ленту с колонки.

Название	Номер детали
Vespel ферула	670-15003-03 (для колонки 0.25 мм) (опция)
	670-15003-04 (для колонки 0.32 мм) (опция)
	670-15003-07 (для колонки 0.53 мм) (опция)
Адаптер для подсоединения колонки	225-01453-95 (опция)
Гайка	670-11009 (опция)
Нож для обрезания колонки	221-50595-91 (дополнительно)

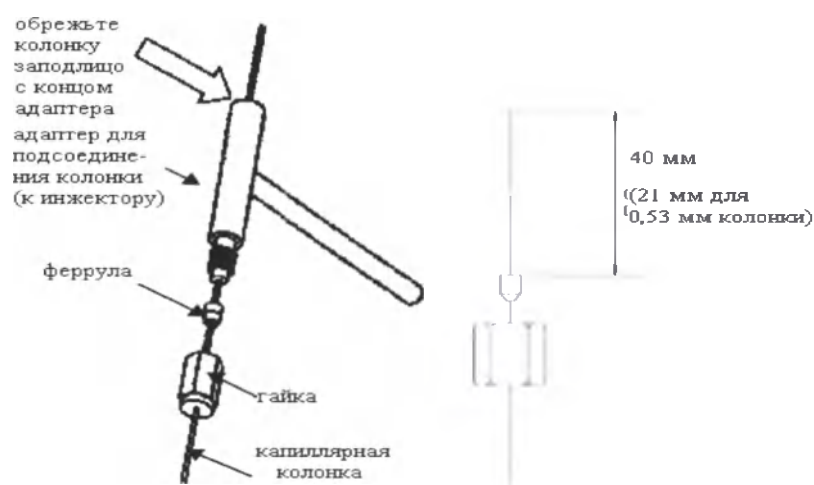


Рисунок 2.7 Использование адаптера для подсоединения колонки



Примечание

Графитовая ферула обжимается адаптером и закрепляется на колонке, тогда как Vespel ферула не обжимается, и будет скользить по колонке. Чтобы быть уверенным в правильном расположении колонки, зафиксируйте колонку липкой лентой под Vespel ферулой и гайкой. Убедитесь, что после установки лента снята.



Рис. 2.8 Фиксация колонки липкой лентой

Присоединение капиллярной колонки к МС

- (1) Проденьте капиллярную колонку через Vespel ферулу и гайку. См. Рисунок 2.9 "Использование адаптера для подсоединения колонки".
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в адаптер для подсоединения колонки (P/N 225-01453-94) из комплекта инструментов (опция), так чтобы конец колонки выступал на 1 см от конца адаптера как показано на Рисунке 2.10 "Присоединение капиллярной колонки к МС". Закрепите его, затянув гайку. Обрежьте выступающий конец колонки.
- (3) Зафиксируйте колонку липкой лентой под затянутой гайкой, как показано на Рисунке 2.8 "Фиксация колонки липкой лентой".
- (4) Выньте колонку из адаптера, не сдвигая ленты, и протрите колонку ацетоном. Вставьте колонку в соединение с МС и закрепите ее, закрутив гайку вручную. Если ферула новая, то затените ее гаечным ключом еще на один полный оборот. Если ферула использовалась раньше, то затените ее гаечным ключом еще на 20-40 градусов.
- (5) Снимите липкую ленту с колонки.

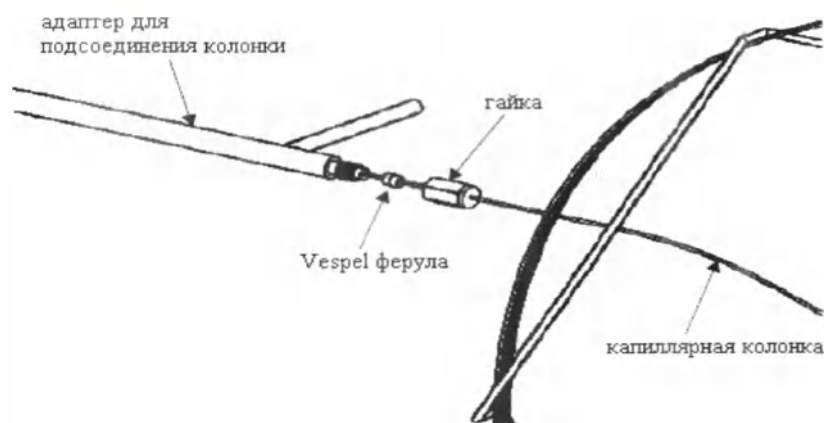


Рис. 2.8 Использование адаптера для подсоединения колонки

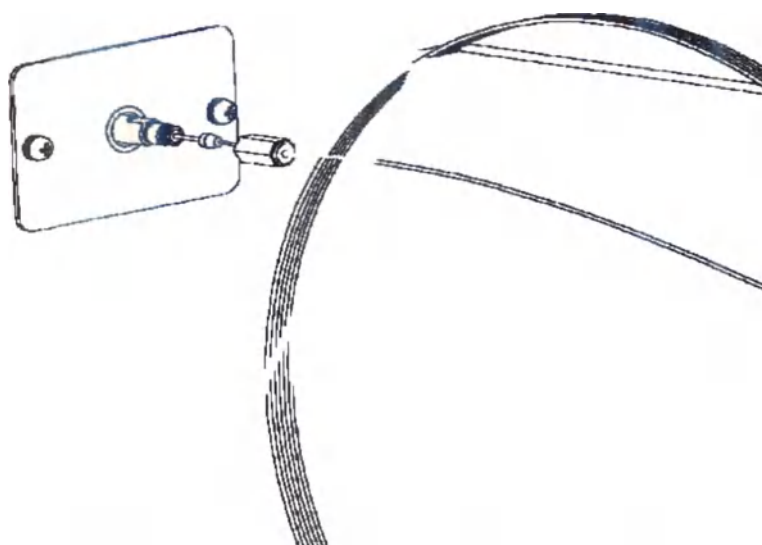


Рис. 2.9 Присоединение капиллярной колонки к МС



Примечание

Чтобы предотвратить «шумы», используйте только Vespel ферулы для присоединения колонки к МС. Графитовая ферула обжимается адаптером и закрепляется на колонке, тогда как Vespel ферула не обжимается, и будет скользить по колонке. Чтобы быть уверенным в правильном расположении колонки, зафиксируйте колонку липкой лентой под Vespel ферулой и гайкой. Убедитесь, что после установки лента снята.

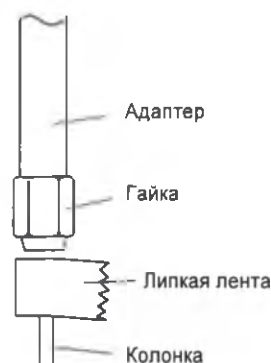


Рисунок 2.11 Фиксация колонки липкой лентой

4. Включение прибора.

- (1) Убедитесь, что предохранитель на приборе включен, и включите ГХ.
- (2) Включите компьютер, монитор и принтер и запустите Windows.
- (3) Включите МС. В левом верхнем углу МС загорится СИД питания.

СИД питания

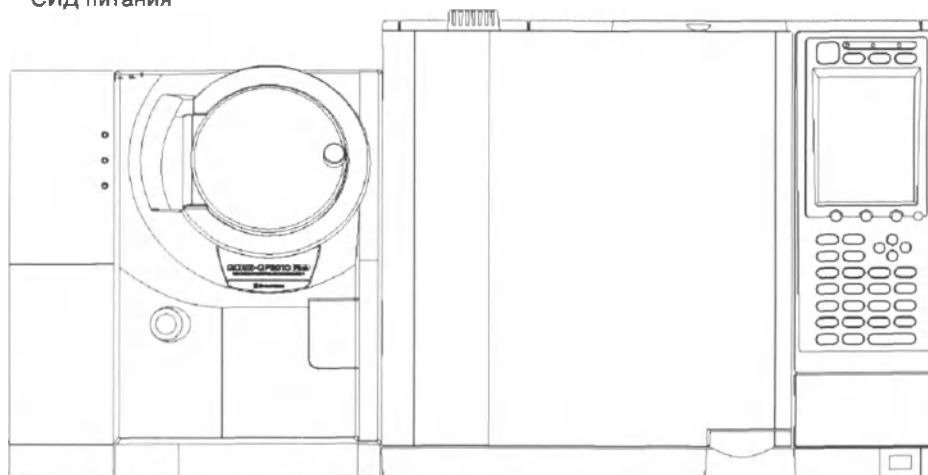


Рисунок 2.12 Запуск МС

5. Запуск GCMSsolution.

- (1) Кликните два раза на иконку ГХМС анализ в реальном времени (GCMS Real Time Analysis).

Появится диалоговое окно «Логин» ("Login").

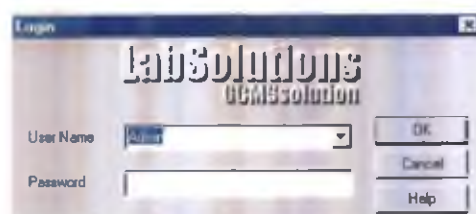


Рисунок 2.13 Диалоговое окно «Логин» ("Login")

- (2) Введите имя пользователя и пароль. Разовом обращении к программному обеспечению, используйте заводское имя пользователя "Admin", а строку с паролем оставьте пустой.

После ввода требуемой информации, нажмите клавишу **OK**.

Запустится программа GCMSsolution, и появится окно «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis").

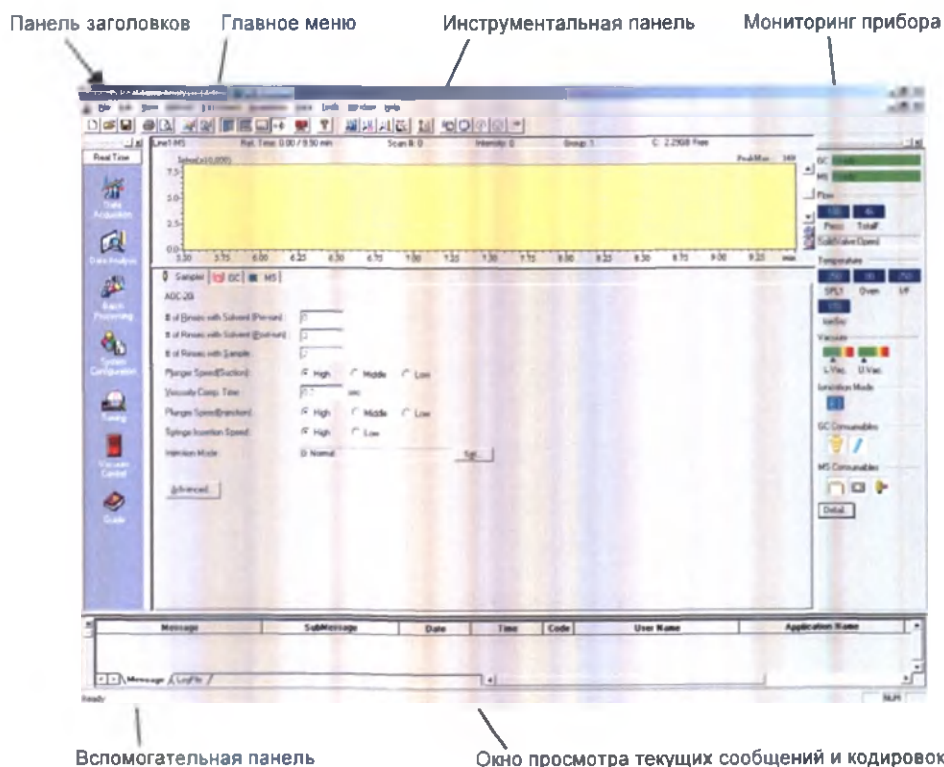


Рисунок 2.14 Окно «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis")

6. Запуск системы вакуума



Внимание

Если прибор долго находился в выключенном состоянии и если температура в помещении низкая, то масло в роторном насосе может стать очень вязким. Если роторный насос работает при очень высокой вязкости масла, то мотор подвергается перегрузке. Предохранитель (на задней стенке прибора, см. [Раздел 1.3.1 "ГХ/МС аналитическая система", стр. 3](#)) может сработать, выключив прибор.

Если прибор в выключенном состоянии находился в холодном помещении, повысьте окружающую температуру и включайте прибор только после того, как температура роторного насоса поднимется хотя бы до минимальной температуры указанной в технических требованиях (18 °C).



Внимание

Перед пуском вакуумной системы, проверьте, чтобы ручка на передней панели дверцы МС была туго затянута.



Внимание

Не затягивайте ручку на передней панели дверцы МС после запуска вакуумной системы. В противном случае, после выключения прибора скорее всего будет невозможно расслабить ручку.

- (1) Кликните на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)**, которая находится на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

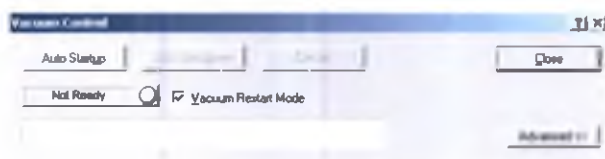


Рисунок 2.15 Диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control")

- (2) Кликните на кнопку **Автоматический запуск (Auto Startup)**. Зажжется индикатор старта, появляется индикатор выполнения, и начинается последовательный запуск вакуумной системы. Последовательно запускаются различные компоненты, что отражается на индикаторе выполнения, и когда вакуумная система готова к работе, загорается «Выполнено» ("Completed").

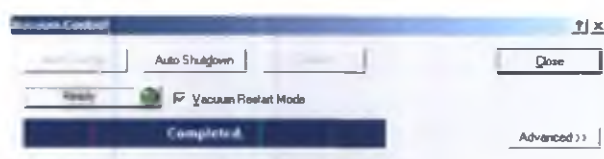


Рисунок 2.16 Вакуумирование заверено

- (3) Закройте диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

2.4.2 Выключение прибора

1. Выключите вакуумную систему.

- (1) Кликните на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)**, которая находится на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").



- (2) Кликните на кнопку **Авто выключение (Auto Shutdown)**.

Зажжется индикатор выключения, появляется индикатор выполнения, и начинается последовательное выключение вакуумной системы.

Последовательно выключаются различные компоненты, что отражается на индикаторе выполнения, и когда вакуумная система отключится, загорится «Выполнено» ("Completed").

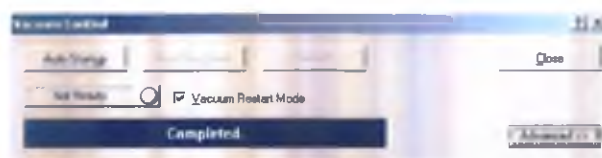


Рисунок 2.17 Развакуумирование завершено

- (3) Закройте диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

2. Выход из программы GCMSsolution.

- (1) Выберите пункт «Выход» (Exit) в меню «Файл» (File). Появится сообщение о подтверждении выхода из программы.

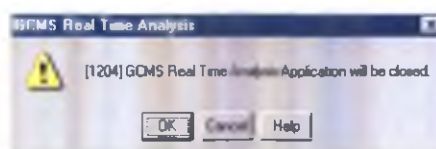


Рисунок 2.18 Подтверждение выхода из программы GCMSsolution

- (2) Нажмите **ОК**, чтобы выйти из программы GCMSsolution.

3. Отключение питания и газа носителя.

- (1) Выключите компьютер, монитор и принтер.
- (2) Выключите ГХ.
- (3) Выключите МС.
- (4) Закройте вентиль на баллоне газа носитель.

2.5

➡ 2 Основные операции

Ежедневное включение и выключение

Если прибор используется каждый день, вакуумную систему следует оставлять включенной, а не выключать после каждого использования и не запускать заново, так как в этом случае рабочие условия анализа достигаются быстрее. В этом разделе описывается, как задавать параметры для перевода прибора в режим ожидания и как вывести систему вновь в рабочее состояние.

2.5.1 Ежедневное выключение

Установка параметров выключения

1. Выберите в меню инструментов пункт «Экологические установки» ("Ecology Setting"), чтобы открыть диалоговое окно.

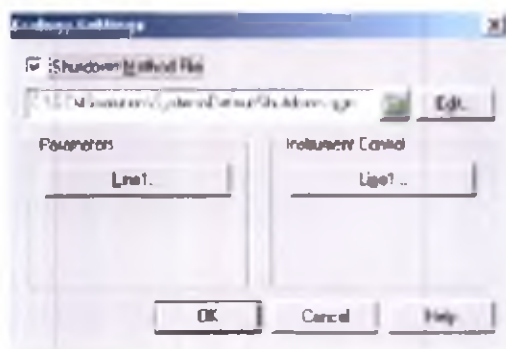


Рисунок 2.19 Диалоговое окно «Ежедневное выключение» ("Shutdown")

2. В открывшемся диалоговом окне введите имя файла метода, чтобы загрузить параметры прибора для перевода прибора в режим ожидания. Для изменения настроек метода, нажмите на кнопку «Редактировать» ("Edit") и задайте новые установки в открывшемся диалоговом окне «Редактор ГХМС анализа» ("GCMS Analysis Editor").
3. Нажмите на кнопку **Линия 1**, откроется диалоговое окно с параметрами.

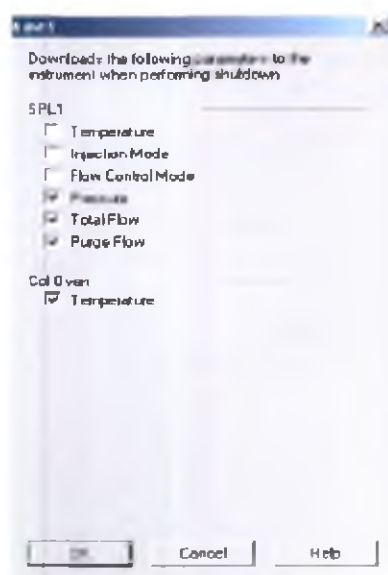


Рис. 2.20 Диалоговое окно «Линия 1»

4. Выберите необходимые параметры, чтобы загрузить их и нажмите кнопку ОК. Только те параметры, которые были отмечены будут загружены в прибор.
5. Задайте желаемые установки для Линии 2, если используете в соответствующем диалоговом окне и окне «Дополнительный нагрев / Поток».
6. Нажмите на кнопку **Линия 1** в Параметрах Прибора и откроется диалоговое окно «Линия 1».

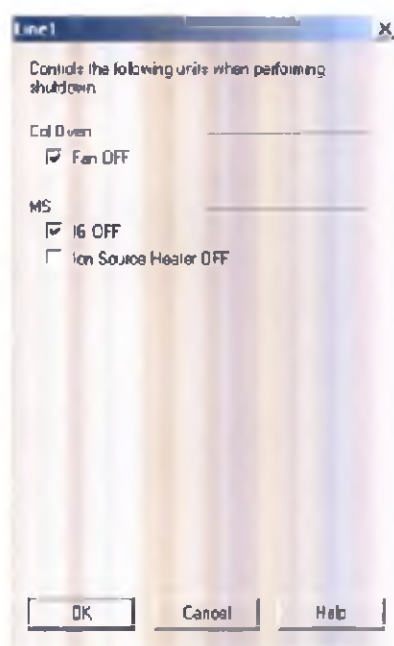
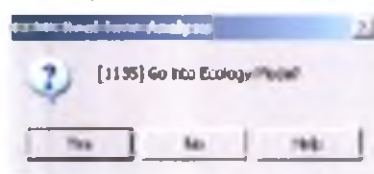


Рис. 2.21 Диалоговое окно «Линия 1»

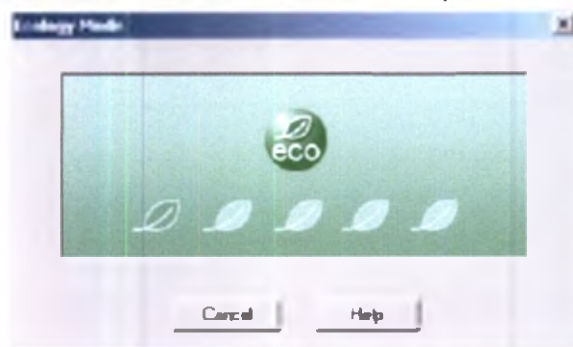
7. Выберите необходимые параметры, чтобы выключить прибор и нажмите кнопку ОК. Только те параметры, которые были отмечены будут загружены в прибор для выключения.
8. Точно так же задайте установки в диалоговом окне «Линия 2».
9. Нажмите на ОК в диалоговом окне «Экологические установки».

Переход к выключению

1. Нажмите на иконку экологического режима  в Параметрах прибора в программе «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real time analysis"). В любом случае появится сообщение, сообщающее перейти в экологичный режим или нет.



2. Нажмите Да. Все «Экологические установки» загрузятся в прибор и прибор перейдет в экологичный режим. До тех пор пока экологичный режим выполняется, окно «Экологичный режим» открыто. Все операции в программе «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real time analysis") могут выполняться только если Экологичный режим отменен.



2.5.2 Ежедневное включение

Следуйте процедуре описанной ниже, когда вакуумная система уже запущена, и когда была проведена процедура ежедневного выключения.

1. Нажмите на кнопку Отмена в диалоговом окне «Экологичный режим».

Прибор автоматически вернется к тем условиям, которые были до перехода в этот режим.



Примечание

Когда ПК находится в режиме энергосбережения, сначала отмените режим энергосбережения ПК, а затем отмените Экологичный режим прибора.



Примечание

Во время работы программы [ГХМС анализ в реальном времени] ([GCMS Real Time Analysis]) не присоединяйте и не отсоединяйте какие-либо устройства имеющие USB разъем (такие как USB память или принтеры), а также не включайте или не выключайте питание. В противном случае это может привести к разрыву связи с прибором.

2 Основные операции

2.6 Замена колонки

В этом разделе объясняется, как заменить колонку, в случае если колонка испортилась, или на более подходящую колонку. Если колонку заменить не правильно, то может произойти утечка вакуума.

2.6.1 Выключение вакуумной системы

1. Кликните на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)**, которая находится на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").
2. Зажжется индикатор выключения, появляется индикатор выполнения, и начинается последовательное выключение вакуумной системы. Последовательно выключаются различные компоненты, что отражается на индикаторе выполнения, и когда вакуумная система отключится, загорится «Выполнено» ("Completed").



Рисунок 2.22 Развакуумирование завершено

3. Закройте диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").



Внимание

Если передняя дверца вакуумного кожуха будет открыта после выключения вакуумной системы, ослабьте ручку на передней двери, повернув один раз влево.

2.6.2 Замена колонки

1. Удалите ранее установленную колонку.
Ослабьте гайки на инжекторе и соединение с МС, и удалите капиллярную колонку. Если Vespel феррула и гайка на конце, присоединяемом к МС, остались на колонке, то ее можно хранить с ферулой и гайкой.
Vespel ферулы и гайки, требующиеся для установки капиллярной колонки, являются расходными материалами и должны храниться в достаточном количестве. Обратитесь к Разделу D.1 "Список расходных материалов". стр. 311.
2. Установка новой колонки.
Соединение колонки с инжектором
 - (1) Проденьте капиллярную колонку через Vespel ферулу и гайку. Смотри Рисунок 2.23 "Использование адаптера для подсоединения колонки".
 - (2) Вставьте конец капиллярной колонки в адаптер для подсоединения колонки (P/N 225-01453-95) из набора инструментов (опция), так чтобы конец колонки высывался на 1 см от конца адаптера как показано на Рисунке 2.23 "Использование адаптера для подсоединения колонки". Закрепите его, затянув гайку. Обрежьте торчащий конец колонки.

- (3) Зафиксируйте колонку липкой лентой под затянутой гайкой, как показано на Рисунке 2.24 "Фиксация колонки липкой лентой".
- (4) Выньте колонку из адаптера, не сдвигая ленты, и протрите колонку ацетоном. Вставьте колонку в инжектор и закрепите ее, закрутив гайку вручную. Если ферула новая, то затените ее гаечным ключом еще на один полный оборот. Если ферула использовалась раньше, то затените ее гаечным ключом еще на 20-40 градусов.
- (5) Снимите липкую ленту с колонки.

Название	Номер детали
Vespel ферула	670-15003-03 (для колонок диаметром 0.25 мм) (опция)
	670-15003-04 (для колонок диаметром 0.32 мм) (опция)
	670-15003-07 (для колонок диаметром 0.53 мм) (опция)
Адаптер для подсоединения колонки	225-01453-95 (опция)
Гайка	670-11009 (опция)
Нож для обрезания колонок	221-50595-91 (опция)

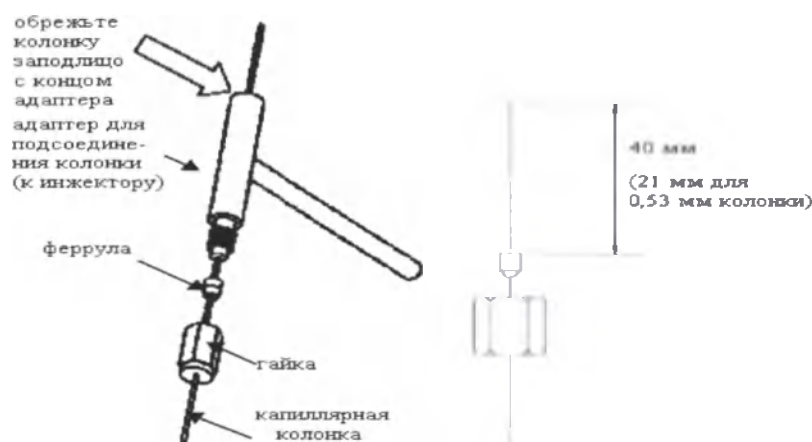


Рисунок 2.23 Использование адаптера для подсоединения колонки



Примечание

Графитовая ферула обжимается адаптером и закрепляется на колонке, тогда как Vespel ферула не обжимается, и будет скользить по колонке. Чтобы быть уверенным в правильном расположении колонки, зафиксируйте колонку липкой лентой под Vespel ферулой и гайкой.



Рис. 2.24 Фиксация колонки липкой лентой

Присоединение капиллярной колонки к МС

- (1) Проденьте капиллярную колонку через Vespel ферулу и гайку. Смотри Рисунок 2.25 "Использование адаптера для подсоединения колонки".
- (2) Вставьте конец капиллярной колонки в адаптер для подсоединения колонки (P/N 225-11657-08), так чтобы конец колонки высовывался на 1 см от конца адаптера как показано на Рисунке 2.26 "Присоединение капиллярной колонки к МС". Закрепите его, затянув гайку. Обрежьте выступающий конец колонки.
- (3) Зафиксируйте колонку липкой лентой под затянутой гайкой, как показано на Рисунке 2.27 "Фиксация колонки липкой лентой".
- (4) Выньте колонку из адаптера, не сдвигая ленты, и протрите колонку ацетоном. Вставьте колонку в соединение с МС и закрепите ее, закрутив гайку вручную. Если ферула новая, то затените ее гаечным ключом еще на один полный оборот. Если ферула использовалась раньше, то затените ее гаечным ключом еще на 20-40 градусов.
- (5) Снимите липкую ленту с колонки.

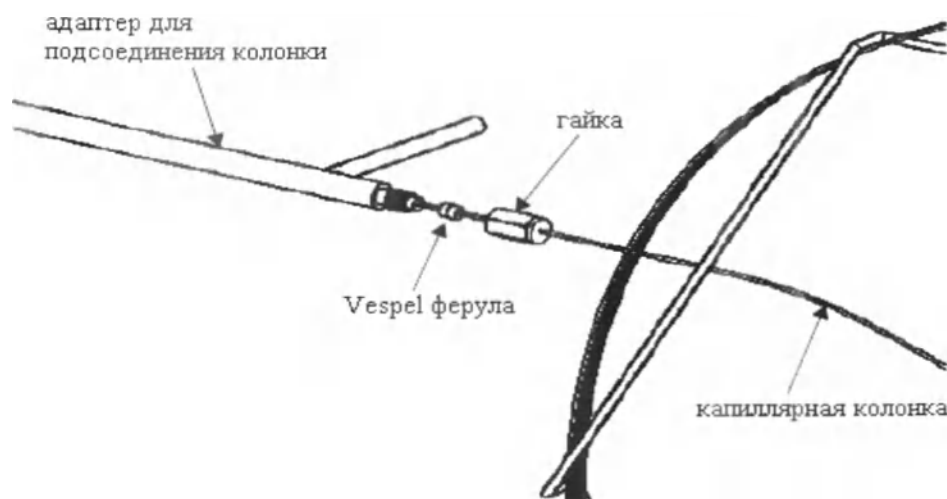


Рис. 2.25 Использование адаптера для подсоединения колонки

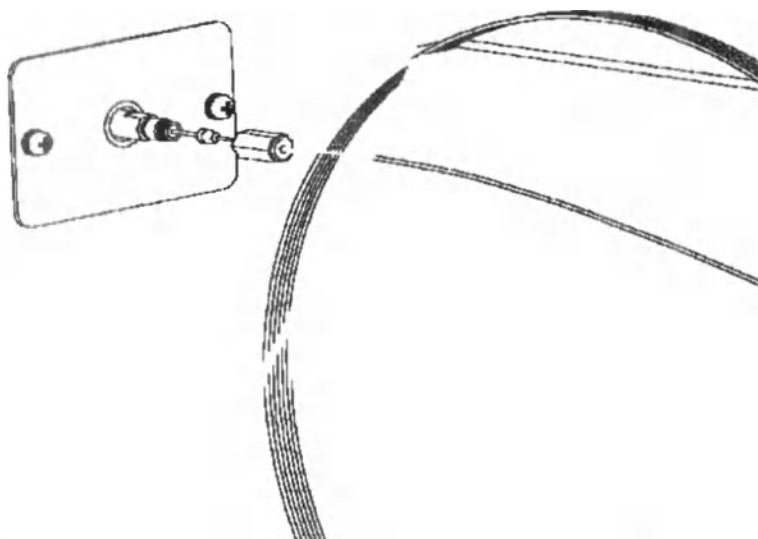


Рис. 2.26 Присоединение капиллярной колонки к МС



Примечание

Чтобы предотвратить «шумы», используйте только VespeI ферулы для присоединения колонки к МС. Графитовая ферула обжимается адаптером и закрепляется на колонке, тогда как VespeI ферула не обжимается, и будет скользить по колонке. Чтобы быть уверенным в правильном расположении колонки, зафиксируйте колонку липкой лентой под VespeI ферулой и гайкой. Убедитесь, что после установки лента снята.



Рисунок 2.27 Фиксация колонки липкой лентой



Примечание

Нагель включен в набор инструментов (опция) в качестве главной гайки, используемой при установке капиллярных колонок.

Нагель предусматривается, для того чтобы удалять ферулу, застрявшую внутри крепежной гайки (SSNE16/012), если гайка используется повторно. Для того, что избежать изнашивания на поверхности гайки, повторно используйте ее не более двух-трех раз.

Слегка постукивать молотком

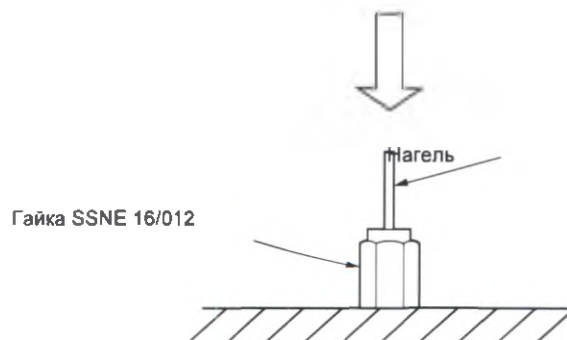


Рисунок 2.28 Использование нагеля для удаления ферулы

3. Включение прибора.

- (1) Убедитесь, что предохранитель на приборе включен, и включите ГХ.
- (2) Включите компьютер, монитор и принтер и запустите Windows.
- (3) Включите МС. В левом верхнем углу МС загорится СИД питания.

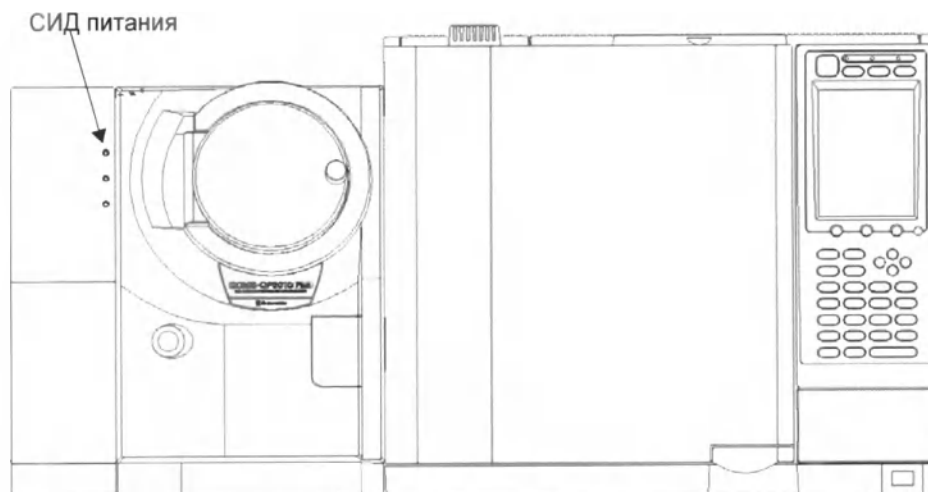


Рисунок 2.29 Включение прибора

4. Запуск GCMSsolution.

(1) Кликните два раза на иконку ГХМС анализ в реальном времени (GCMS Real Time Analysis).

Появится диалоговое окно "Пароль" ("Login").

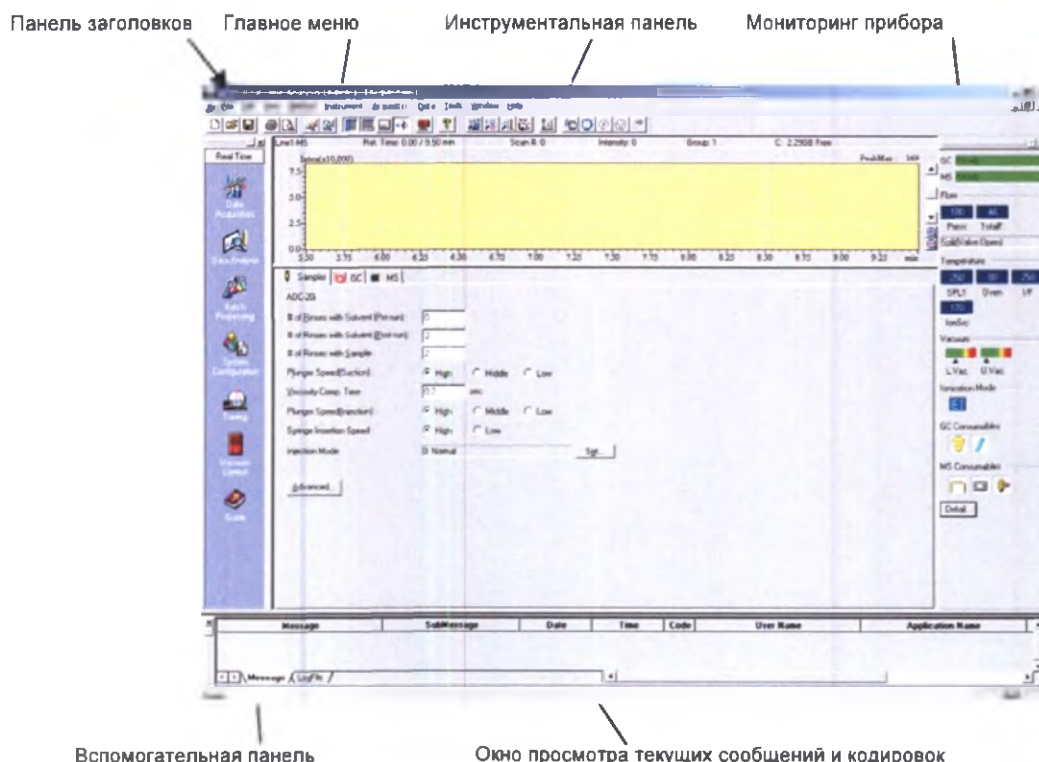


Рисунок 2.30 Диалоговое окно "Пароль" ("Login")

(2) Введите имя пользователя и пароль. Разовом обращении к программному обеспечению, используйте заводское имя пользователя "Admin", а строку с паролем оставьте пустой.

После ввода требуемой информации, нажмите клавишу ОК.

Запустится программа GCMSsolution, и появится окно «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis").



Вспомогательная панель

Окно просмотра текущих сообщений и кодировок

Рисунок 2.31 Программа «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis")

5. Запуск системы вакуума



Внимание

Если прибор долго находился в выключенном состоянии и если температура в помещении низкая, то масло в роторном насосе может стать очень вязким. Если роторный насос работает при очень высокой вязкости масла, то мотор подвергается перегрузке. Предохранитель (на задней стенке прибора, смотри Раздел 1.3.1 "ГХ/МС аналитическая система", стр. 3) может сработать, выключив прибор.

Если прибор в выключенном состоянии находился в холодном помещении, повысьте окружающую температуру и включайте прибор только после того, как температура роторного насоса поднимется хотя бы до минимальной температуры указанной в технических требованиях (18 °C).



Внимание

Перед пуском вакуумной системы, проверьте, чтобы ручка на передней панели дверцы МС была туго затянута.



Внимание

Не затягивайте ручку на передней панели дверцы МС после запуска вакуумной системы. В противном случае, после выключения прибора скорей всего будет невозможно расслабить ручку.



Внимание

Когда меняете одну колонку на колонку с большим внутренним диаметром, большой объем газа-носителя может попасть в МС и не давать стартовать вакуумной системе. Перед стартом вакуумной системы, установите подходящее давление газа-носителя и убедитесь, что общий поток в колонке меньше 15 мл/мин (меньше 4 мл/мин для модели GCMS-QP2010SE).

- (1) Кликните на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)**, которая находится на вспомогательной панели. Появится диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

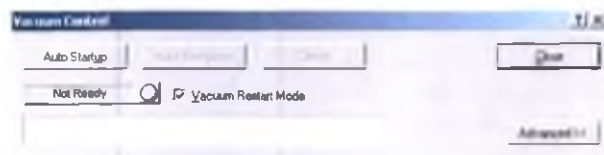


Рисунок 2.32 Диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control")

- (2) Кликните на кнопку **Автоматический запуск (Auto Startup)**.
Зажжется индикатор старта, появляется индикатор выполнения, и начинается последовательный запуск вакуумной системы. Последовательно запускаются различные компоненты, что отражается на индикаторе выполнения, и когда вакуумная система готова к работе, загорается «Выполнено» ("Completed").

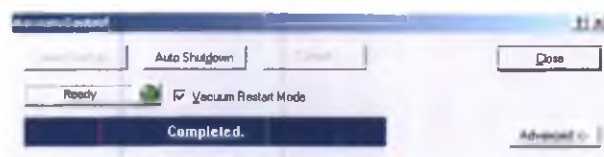


Рисунок 2.33 Вакуумирование завершено

- (3) Закройте диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

2 Основные операции

2.7 Конфигурация системы

В этом разделе описывается конфигурация системы. Объясняется, как вводить характеристики автодозатор, инжектора, колонки, детектора, дополнительного контролера температуры, дополнительного потока, и других устанавливаемых компонентов.

2.7.1 Конфигурация системы

1. Щелкните на иконку **Конфигурация системы (System Configuration)** на вспомогательной панели. Откроется диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration").

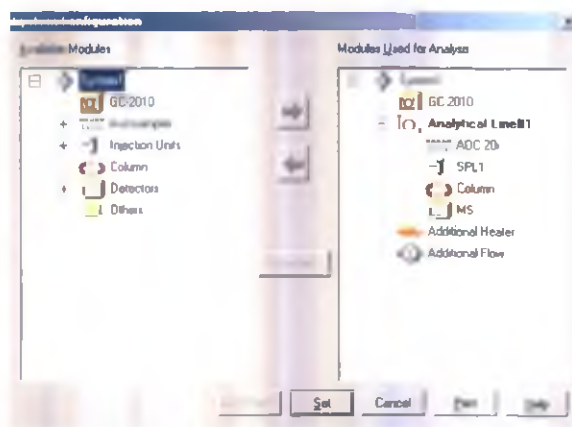


Рисунок 2.34 Диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration").

Компоненты, которые могут быть включены в конфигурацию, перечислены в левом окне «Доступные модули» (Available Modules). Разветвленная система включает в себя различные ГХ, автодозатор, инжектор, детектор, и дополнительные опции. Чтобы посмотреть опции, доступные для отдельного компонента, нажмите на "плюс" (+) слева от соответствующей иконки.

2. Чтобы включить компонент в конфигурацию, выберите иконку в окне «Доступные модули» (Available Modules) и нажмите на стрелку справа. Также можно дважды кликнуть на иконку, или перетащить иконку из левого окна в правое.

Текущая конфигурация системы отображается справа в окне «Установленные модули» (Modules Used for Analysis).

Доступные ГХМС модули

Модули	Опции
ГХ	GC-2010 Plus
Автодозаторы	AOC-20i
	AOC-20i+s
	AOC-20d(M)
	AOC-20d(S)
Инжекторы	SPL
	OCI
	WBI
	PTV
Колонка	Column
Детекторы	FID
	FPD
	FTD
	ECD
	TCD
	MS
	Другие
Другие блоки	Другие блоки
Дополнительный нагрев *	
Дополнительный поток*	

* Модули, соединенные с главными модулями отображаются автоматически.

3. Кликните дважды на любой компонент из перечисленных в окне «Установленные модули» (Modules Used for Analysis), чтобы открыть диалоговое окно «Свойства» ("Properties"), и введите необходимые параметры. Для большинства параметров можно использовать установки по умолчанию. Для установки свойств колонки выберите тип используемой колонки, и автоматически введутся ее характеристики. Убедитесь, что ионный источник MS выбран правильно. Измените любые другие параметры согласно применению и конфигурации. Для получения более подробной информации о каждом компоненте ГХ/МС системы используйте online GCMS Help.

Чтобы распечатать конфигурацию или свойства, нажмите на кнопку **Печать (Print)** в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").

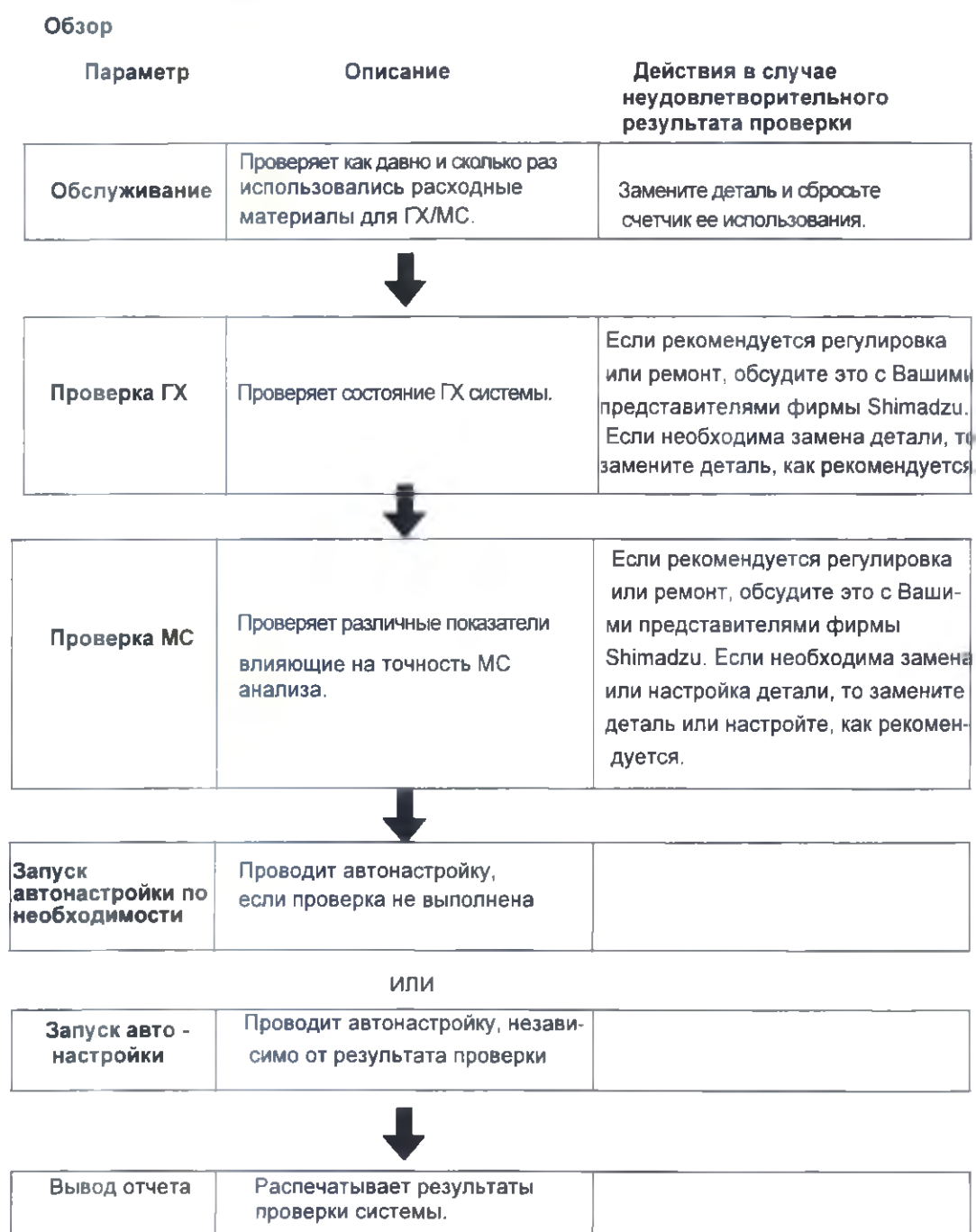
4. После того как все включенные в конфигурацию компоненты перечислены в окне «Установленные модули» (Modules Used for Analysis) и заведены их свойства, нажмите на кнопку **Установить (Set)** и закройте диалоговое окно «Конфигурация системы» ("System Configuration").

2 Основные операции

2.8 Проверка и настройка системы

В этом разделе описывается, как проводить проверку системы и настраивать ГХ/МС систему. Проверка системы – это диагностический контроль, который следует проводить перед анализом, чтобы убедиться, что прибор работает правильно. Система настраивается выбором соответствующего пункта в окне «Настройка» ("Tuning").

2.8.1 Проверка системы





1. Кликните на иконку «Проверка системы» ("System check") на вспомогательной панели, чтобы появилось диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

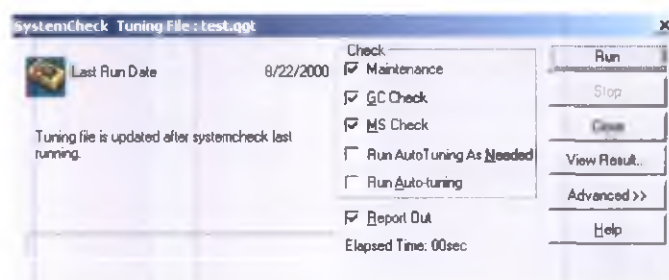


Рисунок 2.35 Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")



Примечание

Стандарты, введенные в «Проверке системы», являются критериями для тестирования и не отражают спецификаций производителя. Когда проводится автонастройка, перезаписывается текущий файл настройки. В зависимости от пунктов, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие пункты.

Пункт	Описание
Дата последней проверки (Last Run Date)	Показывает дату проведения последней проверки.
Результирующие сообщение (Result messages)	Выводит Пройдено (Pass), Ошибка (Fail) или другие сообщения.
Продолжительность (Elapsed Time)	Отображает время, затраченное на проверку системы.

Проверка системы

Проверка системы проводится в соответствии с пунктами, отмеченными в окне «Проверка системы» ("System Check").

Пункт	Описание
Обслуживание (Maintenance)	Проверяет как давно и сколько раз использовались расходные материалы для ГХ/МС.
Проверка ГХ (GC Check)	Проверяет состояние ГХ системы.
Проверка МС (MS Check)	Проверяет различные показатели, влияющие на точность МС анализа.
Запуск автонастройки по необходимости (Run Autotuning As Needed)	Если появляются сообщения «Колебания интенсивности сигнала» ("Signal intensity fluctuation"), «Масс несоосность» ("Mass axis misalignment"), или «Ошибка полуширины пика» ("Spectrum peak half-width fail"), запускается автонастройка.
Запуск автонастройки (Run Autotuning)	Проводит автонастройку независимо от результата проверки.
Вывод отчета (Report Out)	Распечатывает результаты проверки системы.

Чтобы отображались детальные настройки по каждому пункту, нажмите кнопку «Дополнительно» (Advanced>>)



Примечание

Некоторые виды проверки могут быть выполнены только с EI ионным источником. Кроме того, есть виды проверки, которые могут быть выполнены только после завершения работы МС. Виды проверки, которые не могут быть выполнены, неактивны. За более подробной информацией можно обратиться к ГХМС справке (GCMS Help).

Как правило, автонастройку следует с параметрами по умолчанию:

- «Настройка резкости» ("Resolution adjustment") - выбрано
- «Полуширина пика» ("Spectrum peak half-width") = "0.6"
- «Настройка чувствительности» ("Sensitivity adjustment") - выбрано
- «Калибровка по массе» ("Mass Calibration") - выбрано

Параметры автонастройки можно изменить, нажав на иконку **Настройка (Tuning)** на вспомогательной панели. В закладке дополнительных параметров МС выберите файл настройки, который будет использоваться.

Система настраивается в соответствии с параметрами заданными в файле настройки. Обратите внимание на то, что в зависимости от пунктов, по которым проводится настройка, некоторые ранее полученные калибровочные графики нельзя будет использовать после настройки.

Кнопки

В диалоговом окне «Проверка системы» ("System Check") отображаются следующие кнопки.

Кнопка	Описание
Старт (Run)	Запускает проверку системы.
Стоп (Stop)	Останавливает проверку системы. Доступна только во время выполнения проверки.
Заккрыть (Close)	Закрывает диалоговое окно «Проверка системы» («System Check»).
Просмотр результата (View result)	Отображает результаты проверки системы. Результаты могут быть распечатаны из диалогового окна «Результаты проверки системы» ("System Check Result").
Помощь (Help)	Открывает справку.
Дополнительно (Advanced)	Выводит дополнительные параметры. Только пользователи авторизованные в «Изменение параметров настройки системы» ("Changing System Check settings") имеют доступ к этим параметрам.

Проверка системы начинается при нажатии кнопки **Старт (Run)**. Отображается время, затраченное на проверку системы, и полоса состояния показывает ход проверки системы.

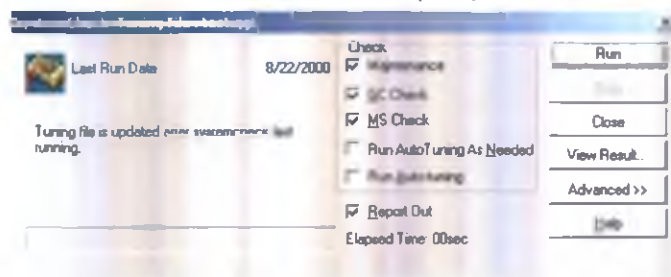


Рисунок 2.36 Диалоговое окно «Проверка системы» ("System Check")

Если проверка системы завершена без выявления проблем, над полосой состояния выводится «Пройдено» ("Pass"). Если обнаружены проблемы, выводится «Ошибка» ("Fail").

2. Нажмите на кнопку **Дополнительно (Advanced>>)** для вывода дополнительных закладок ГХ и МС. Выберите закладку «ГХ» (GC), чтобы выбрать параметры обслуживания и расходные материалы, которые будут проверяться в ходе проверки системы.

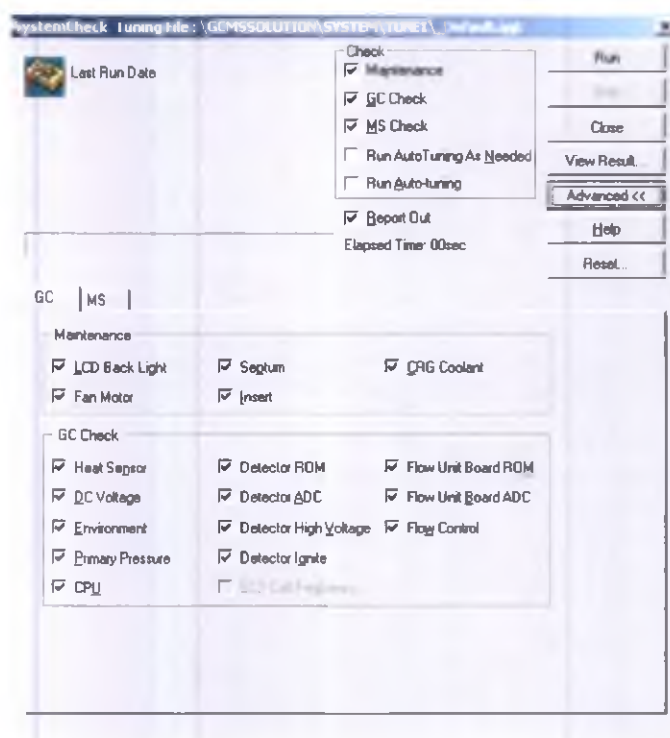


Рисунок 2.37 Таблица дополнительных параметров проверки системы ГХ

Параметры эксплуатации ГХ

Параметр	Описание
LCD подсветка (LCD Back Light)	Проверяет, как долго работает подсветка.
Вентиляция мотора (Fan Motor)	Проверяет, как долго работает вентилятор мотора.
Хладагент CRG (CRG Refrigerant)	Проверяет счетчик истощения охлаждающего вещества CRG.
Септа (Septum)	Проверяет сколько заколов сделано в, установленную в данный момент, септу. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Вставка (Insert)	Проверяет, сколько раз использовалась, установленная в данный момент, стеклянная вставка. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

3. Выберете закладку MS (MS), чтобы выбрать какие параметры обслуживания и расходные материалы, которые будут проверяться в ходе проверки системы.

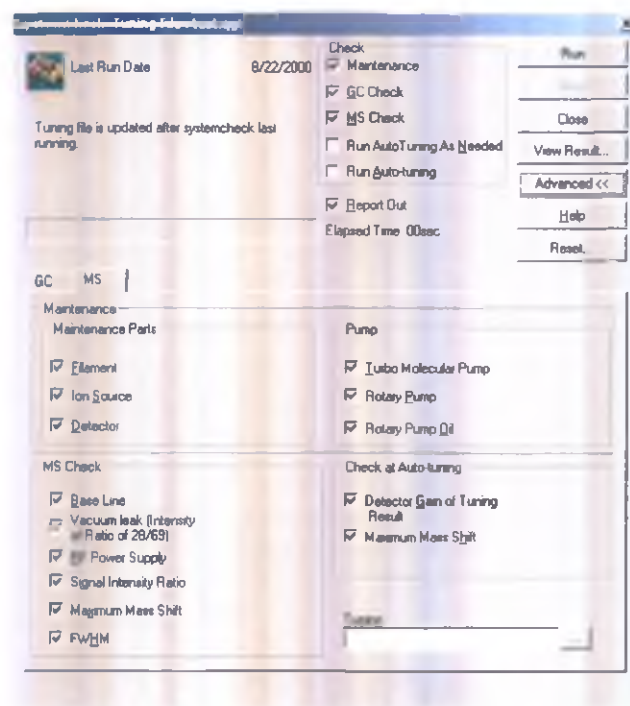
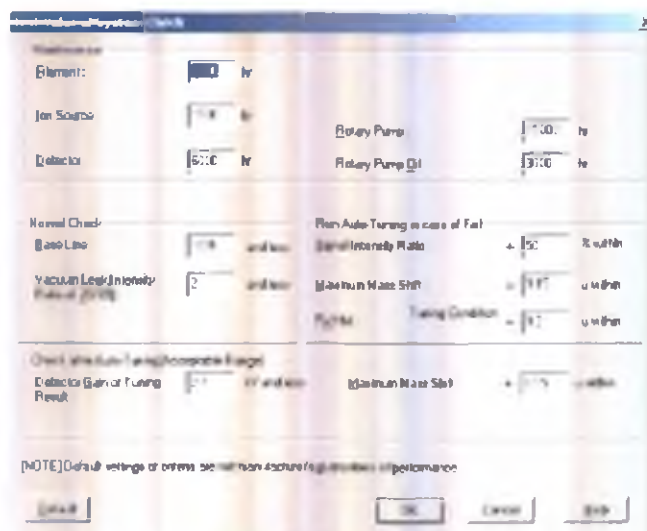


Рисунок 2.38 Таблица дополнительных параметров проверки системы MS



Примечание

Стандартные значения для проверки системы заданы в окне [Тестовые значения для проверки системы] ([Test Value of System Check]) в диалоговом окне «Конфигурация системы» ("System Configuration").



Параметры обслуживания МС

Параметр	Описание
Филамент (Filament)	Проверяет, как долго работает филамент. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Ионный источник (Ion Source)	Проверяет, как долго работает ионный источник. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Детектор (Detector)	Проверяет, как долго включен и используется детектор. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Турбомолекулярный насос (Turbo Molecular Pump)	Проверяет, как давно был запущен турбомолекулярный насос и сколько используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Роторный насос (Rotary Pump)	Проверяет, как давно был запущен роторный насос и сколько используется. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Масло в роторном насосе (Rotary Pump Oil)	Проверяет, сколько времени используется масло в роторном насосе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Сброс (Reset)	Открывает диалоговое окно для установки времени и количества раз использования для расходных материалов.
	 Примечание Переустанавливать время использования турбомолекулярного насоса имеет право только представитель фирмы Shimadzu.

4. При нажатии клавиши **Сброс (Reset)** появляется диалоговое окно «Сброс времени использования расходных материалов» ("Reset Consumables"). Сбрасывайте время и счетчик использования каждый раз при замене детали.

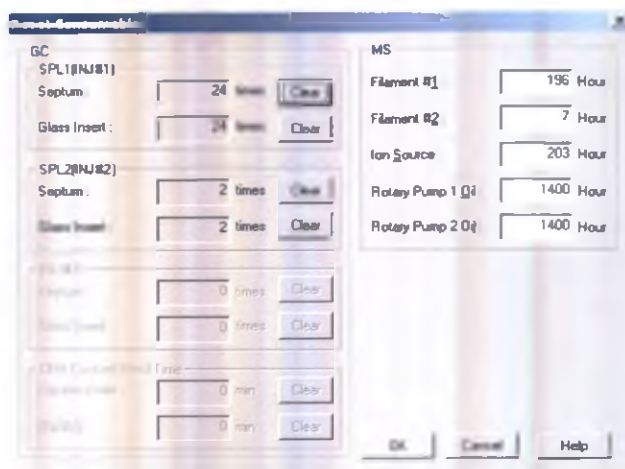


Рисунок 2.39 Диалоговое окно «Сброс времени использования расходных материалов» ("Reset Consumables")

Примечание

Только пользователи авторизованные в «Изменение параметров настройки системы» ("Changing System Check Settings") могут сбрасывать время и счетчик использований.

- "0" вводится, если нажать кнопку **Очистить (Clear)**.
- Если расходная деталь была ранее заменена, но не была переустановлена на нулевое значение, то может быть введено соответствующее значение
- Величина переустановится после щелчка на **OK**.
- Отображаются такие значения, какие были в диалоговом окне «Сброс расходных материалов» при последнем его открытии ("Reset Consumables"). Значения автоматически не обновляются.

Сброс параметров (обнуляемые параметры)

	Деталь	Описание
ГХ	Септа (Septum)	Чтобы сбросить число использований на 0, нажмите кнопку Очистить (Clear) . Пользователь не может ввести число.
	Стекланная вставка (Glass Insert)	
	Хладагент CRG (термостат) CRG Refrigerant (Column Oven)	
	Хладагент CRG (инжектор#2) CRG Refrigerant (INJ#2)	
МС	Филамент#1 (Filament #1)	Когда эти части заменены, введите «0» или определенное время, если деталь уже была в использовании.
	Филамент#2 (Filament #2)	
	Ионный источник (Ion Source)	
	Роторный насос 1 (Rotary pump 1 Oil)	Отображается, только если установлен второй насос. Когда эта часть заменена, введите «0» или определенное время, если деталь уже была в использовании.
	Роторный насос 2 (Rotary pump 2 Oil)	

5. Выберите закладку ГХ (GC) и отметьте нужные пункты ГХ проверки (GC Check).

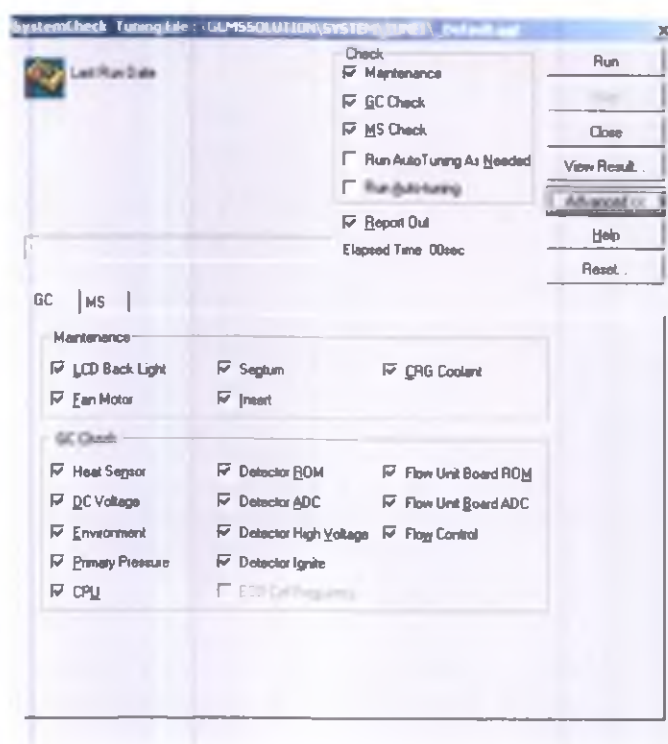


Рисунок 2.40 Таблица дополнительных параметров проверки системы ГХ

Параметры ГХ проверки

параметр	Описание
Тепловой датчик (Heat Sensor)	Проверяет, как долго тепловой датчик работает при 300 °C или более высокой температуре. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
Постоянное напряжение (DC Voltage)	Измеряет постоянное напряжение и проверяет, не выходит ли ошибка за допустимый диапазон. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
Окружающая среда (Environment)	Измеряет температуру в помещении и давление воздуха и проверяет, находятся ли они в пределах гарантийных условий работы. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
Начальное давление (Primary Pressure)	Измеряет начальное давление газа носителя и проверяет, не выше ли его значение значений для окружающей среды. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
CPU	Проверяет регистр CPU и датчик истинного времени. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
Detector ROM	Проверяет detector ROM для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .
Detector ADC	Проверяет detector ADC для каждого детектора. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help) .

Параметр	Описание
Высокое напряжение в детекторе (Detector High Voltage)	Проверяет высокое напряжение в детекторах соответственно. Проводится, только если установлены ПИД, FTD, или ПФД. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Поджиг детектора (Detector Ignition)	Проверяет импульс зажигания и процесс поджига для каждого детектора. Проводится, только если установлены ПИД, FTD, или ПФД. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Частота ячейки ЭЗД (ECD Cell Frequency)	Измеряет импульс разности потенциалов для каждого ЭЗД и сравнивает шум ячеек с порогом чувствительности. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ROM управления единицей потока (Flow Unit Board ROM)	Проверяет ROM для каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
ADC управления единицей потока (Flow Unit Board ADC)	Проверяет ADC для каждой схемы управления потоком (SLOT). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Контроль потока (Flow Control)	Проверяет, правильно ли контролируется поток на входе в каждый разъем. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

6. Выберите закладку MC (MS) и отметьте нужные пункты MC проверки (MS Check).

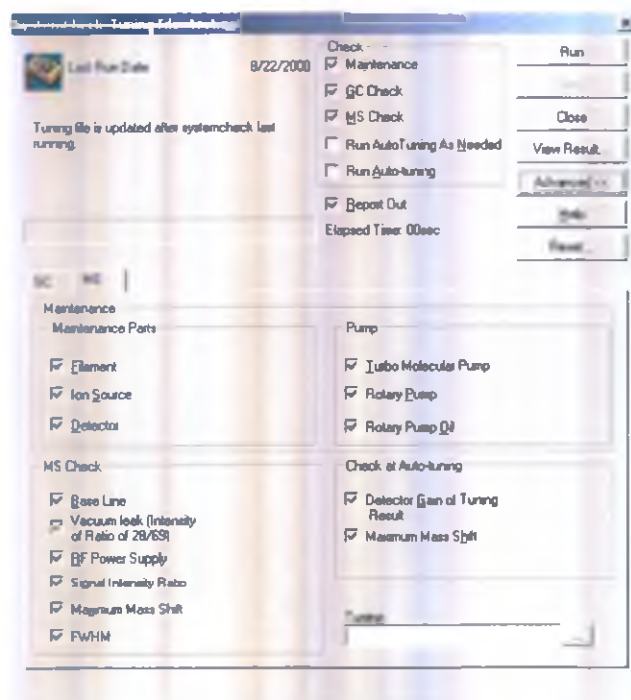


Рисунок 2.41 Таблица дополнительных параметров проверки системы MC

Параметры МС проверки

Параметр	Описание
Базовая линия (Base Line)	Определяет значение колебания базовой линии (RMS). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Отношение интенсивностей 28/69 (Intensity Ratio of 28/69)	Оценивает отношение, полученное измерением $m/z=28$ (азот) и $m/z=69$ (PFTBA). По соотношению устанавливается, есть ли утечка. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Источник питания RF (RF Power Supply)	Подтверждает, что высокочастотный источник работает нормально. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Сигнал отношения интенсивностей (Signal Intensity Ratio)	Сравнивает интенсивность сигнала PFTBA с ранее полученными результатами автонастройки. Чтобы применить параметр корректировки чувствительности (Adjust Sensitivity parameter) введенный в Условия автонастройки (Autotuning Conditions), необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Tuning Condition"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси центров тяжести. Чтобы скорректировать этот параметр в течение автонастройки, необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Tuning Condition"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
FWHM	Определяет изменение ширины на полувысоте спектрального пика по сравнению с заданным значением ширины на полувысоте максимума масс-пика для $m/z = 69, 219$ и 512 . Чтобы скорректировать этот параметр в течение автонастройки, необходимо выбрать «Корректировку разрешения» ("Adjust Resolution") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Tuning Condition"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

7. В секции «Проверять при автонастройке» ("Check at Autotuning"), которая находится в таблице MC (MS), выберите пункты, по которым необходима проверка при автонастройке.

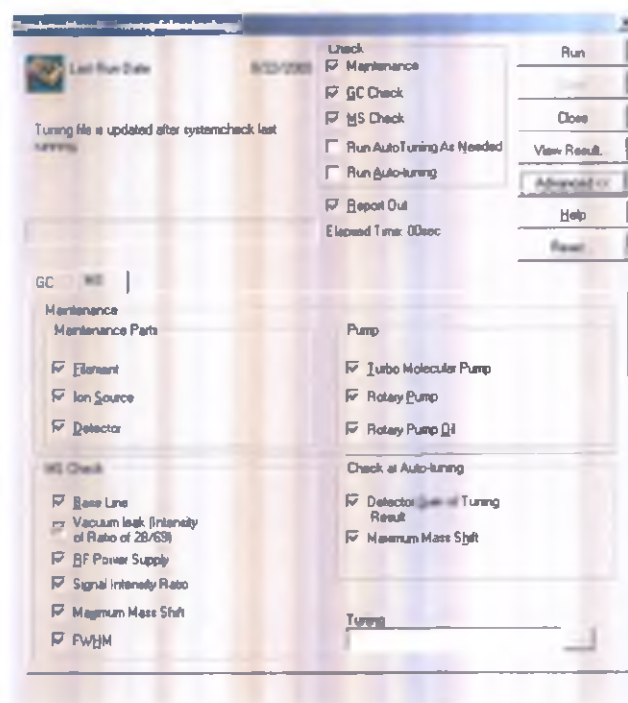


Рисунок 2.42 Таблица дополнительных параметров проверки системы MC

Если выбраны «Запуск автонастройки по необходимости» ("Run Autotuning as Needed") или «Запуск автонастройки» ("Run Autotuning"), то по этим пунктам проводится проверка, после завершения автонастройки.

Проверяется после автонастройки

Параметр	Описание
Результаты настройки детектора (Detector Gain of Tuning Result)	Определяет установившееся, в результате автонастройки, напряжение в детекторе. За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).
Максимальное смещение массы (Maximum Mass Shift)	Определяет, есть ли смещение оси по массе. Обратите внимание на то, что необходимо выбрать «Калибровка масс» ("Mass Calibration") в диалоговом окне «Условия автонастройки» ("Tuning Condition"). За более подробной информацией обращайтесь к ГХМС Справке (GCMS Help).

8. Выберите файл настройки, который будет использоваться для автонастройки в течение проверки системы.

Файл настройки

Параметр	Описание
Настройка (Tuning)	Файл, который отображается в строке «Настройка» (Tuning), используется для автонастройки прибора в процессе проверки системы. Для того чтобы выбрать или поменять файл, нужно либо напрямую ввести полный путь к файлу, либо открыть диалоговое окно «Выбор файла настройки» ("Select Tuning File"), нажав на кнопку Обзор, находящуюся справа. В окне «Выбор файла настройки» ("Select Tuning File") выберете нужный файл и нажмите ОК. Теперь имя файла отображается в строке «Настройка» (Tuning).

9. Нажмите кнопку **Старт (Run)**, чтобы запустить проверку системы.

10. Выберите **Просмотр результатов... (View Result...)**, чтобы появилось диалоговое окно «Результаты проверки системы» ("System Check Result"). В нем отображаются результаты последней проверки системы.

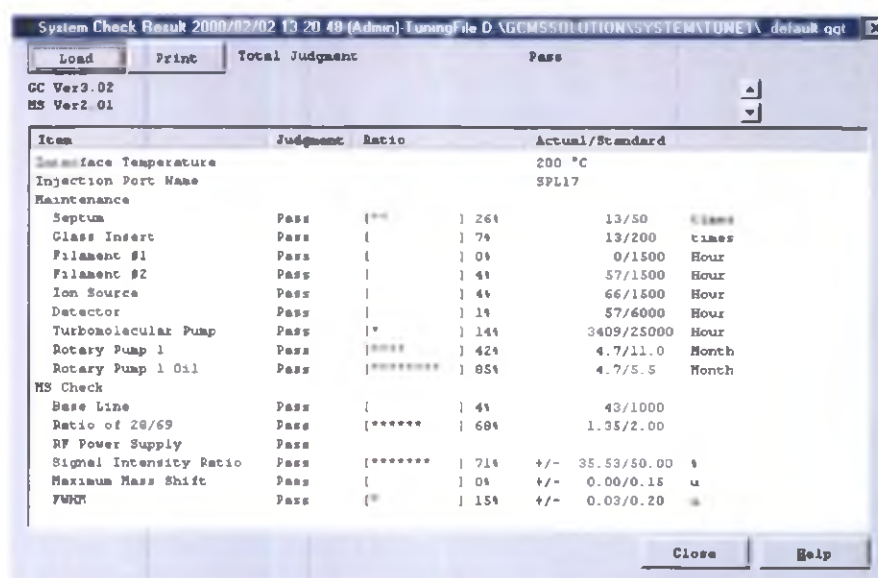


Рисунок 2.43 Диалоговое окно «Результаты проверки системы» ("System Check Result")



Примечание

После окончания проверки, результаты выводятся автоматически. Можно распечатать результаты текущей и предыдущей проверок системы. Чтобы просмотреть или распечатать результаты предыдущей проверки системы, не нужно снова запускать проверку системы.

Таблица проверки системы

Колонки	Описание
Параметр (Item)	Параметры, по которым была проведена проверка.
Оценка (Judge)	Пройдена (pass) или нет (fail) проверка, и предлагаемые действия.
Отношение (Ratio)	Отношение измеренного значения к стандартному значению. Позволяет быстро проверить состояние системы.
Фактическое/Стандарт (Actual/Standard)	Измеренное и стандартное значение для параметра.

Кнопки в диалоговом окне «Результаты проверки системы» ("System Check Result")

Кнопка	Описание
Загрузить (Load)	Открывает прошлые результаты, находящиеся в папке журнал. Файлы сохраняются и называются автоматически. Присваивается имя из 14ти символов. Первый символ-это системный номер. Второй нижнее подчеркивание (_). С третьего по шестой-год. Седьмой и восьмой-месяц. Девятый и десятый-день. Символы 11 и 12 -час, и 13 и 14 -минуты. Таким образом, если проверка проводилась для системы 1 1го января 2000 года в 13:00, имя файла будет 1_200001011300.qgc.
Печать (Print)	Распечатывает выведенные на экран результаты.

- 11.** Нажмите кнопку **Печать (Print)**, для того чтобы распечатать выведенные на экран результаты проверки системы.
Параметры обслуживания, ГХ, МС и проверка после настройки и их результаты распечатываются с последующей специальной информацией о ГХ и МС.

Текст, распечатываемый вместе с результатами проверки

Текст	Описание
Верхний колонтитул (Header)	Распечатывает имя пользователя, дату и время проверки системы, и время печати.
Нижний колонтитул (Footer)	Распечатывает номер страницы и количество страниц по центру.

2.8.2 Настройка

В окне «Настройка» ("Tuning") параметры контроля МС могут быть так скорректированы, чтобы получить требуемые пики масс-спектра.

Есть два метода настройки: автонастройка и ручная настройка. Автонастройка корректирует различные параметры управления прибором как указано в «Условиях автонастройки» (Autotuning Conditions).

При ручной настройке, различные параметры управления используются для ручной корректировки масс пиков. Когда окно «Настройка» ("Tuning") открыто, отображается файл настройки, который был сохранен последним или использовался для записи данных. Если не задано иное, то автоматически открывшийся в окне «Настройка» ("Tuning") файл используется в процессах проверок системы и записи данных.



Ниже описаны операции связанные с созданием или доступом к файлу настройки.

1. Кликните на иконку Настройка (Tuning), которая находится на вспомогательной панели в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"). Появится окно «Настройка» (Tuning).
Чтобы создать новый файл настройки, выберите **Создать файл настройки (New Tuning File)** в файл меню (File menu). Когда выбран ионный источник EI, открывается диалоговое окно «Выбор режима настройки» ("Select Tuning Mode"). Выберите один из режимов: Высокая концентрация (High Conc.), обычный (Normal) и высокая чувствительность (High Sens.) и перейдите к шагу 2.

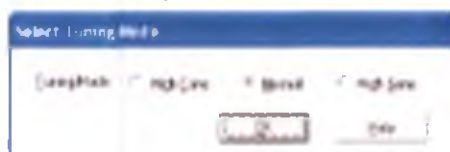


Рис. 2.44 Диалоговое окно «Выбор режима настройки» ("Select Tuning Mode")

Параметр	Описание
Режим настройки	Когда выбран режим Высокой концентрации, эмиссионный ток задается как 20 μA. Когда выбран обычный режим, эмиссионный ток задается как 60 μA. Когда выбран режим Высокой чувствительности, эмиссионный ток задается как 150 μA. Режим высокой чувствительности может быть задан только для модели GCMS-QP2010 Ultra.

Для проведения настройки с существующим файлом, выберите **Файл > Открыть файл настройки (File > Open Tuning File)**, чтобы появилось диалоговое окно «Открыть файл настройки» ("Open Tuning File"). Выберите нужный файл настройки и нажмите **Открыть (Open)**. Перейдите к шагу 3.



2. Кликните на иконку **Параметры автонастройки (Autotuning Condition)**, которая находится на вспомогательной панели, или выберите **Настройка > Параметры настройки (Tuning > Condition of Autotuning)**, чтобы открыть диалоговое окно «Информация о настройке» ("Tuning Information").

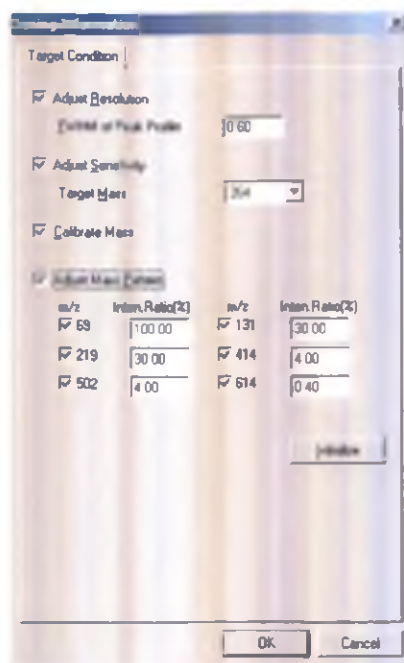


Рисунок 2.45 Диалоговое окно «Информация о настройке» ("Tuning Information")

Параметры настройки

Выберете, какие параметры применять во время автонастройки и введите эти параметры. Параметры включают коррективку разрешения, коррективку чувствительности, калибровку масс и настройку исходной массы. Выберите параметры, которые включить в настройку. Если изменены параметры настройки, то могут поменяться результаты проверки МС системы или автонастройки.

Параметры прибора	Описание
Корректировка разрешения (Adjust Resolution)	Корректирует разрешение так, чтобы ширина на полувысоте пика стандарта (PFTBA) была примерно равна значению, указанного для ширины на полувысоте пика спектра (FWHM).
Ширина на полувысоте профиля пика (FWHM of Peak Profile)	0.3 - 2.0 u (where "u" обозначает единицы атомной массы) Примечание: Хотя разрешение возрастает с уменьшением значения ширины на полувысоте, интенсивность сигнала падает.
Корректировка чувствительности (Adjust Sensitivity)	Настройте оптическую систему на максимум чувствительности для специфического иона с помощью корректировки целевого иона.
Калибровка масс (Calibrate Mass)	Спектр, полученный с помощью стандарта (PFTBA), используется для корректировки оси центров тяжести.
Настройка исходной массы (Adjust Mass Pattern)	Настраивает систему линз на максимальный пик m/z 502, и корректирует интенсивности, так чтобы сравнить исходные интенсивности спектра стандарта, полученного на МС в магнитном поле и спектра, полученного на основном приборе. Исходная калибровка устанавливает параметр корректировки интенсивности в соответствии с установленным отношением интенсивностей.

После того как выбраны нужные параметры и введены необходимые значения, нажмите кнопку **ОК** и закройте диалоговое окно «Информация о настройке» ("Tuning Information").

3. Нажмите на иконку **Начать автонастройку (Start Autotuning)**,



которая находится на вспомогательной панели, или на кнопку **Начать настройку (Start Tuning)** на панели инструментов, чтобы настроить прибор автоматически. Также автонастройку можно запустить с помощью команды **Настройка > Начать автонастройку (Tuning > Start Autotuning)**.

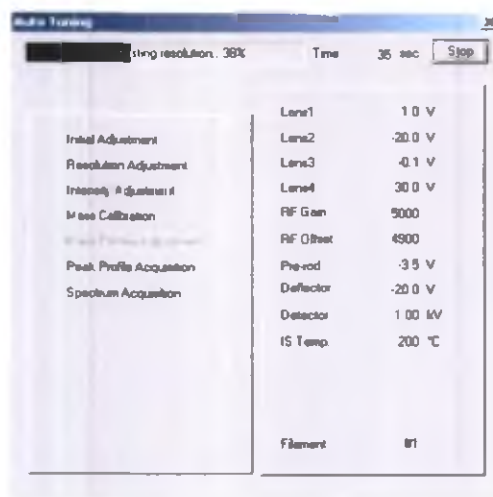


Рисунок 2.46 Диалоговое окно «Автонастройка» ("Autotuning")

После завершения автонастройки, сохраните файл. Выберите **Файл>Сохранить файл настройки как (File > Save Tuning File As)**, если файл сохраняется в первый раз или, чтобы сохранить файл под другим именем. Выберите **Файл>Сохранить файл настройки (File > Save Tuning File)**, чтобы перезаписать существующий файл настройки.

4. Нажмите на иконку **Просмотр результата настройки (Tuning Result View)** на вспомогательной панели.



Появятся профили пиков соответствующие каждому значению m/z.

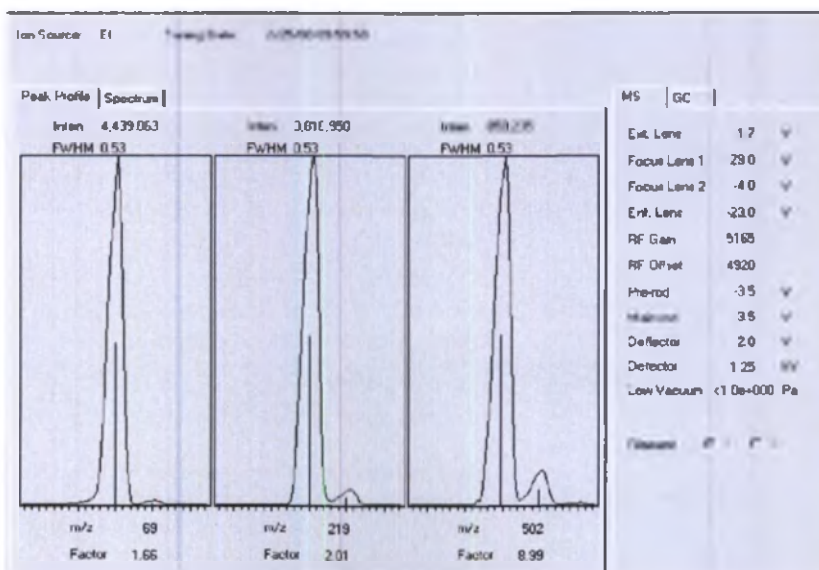


Рисунок 2.47 Результаты настройки – Профили пиков

5. Нажмите на  кнопку на вспомогательной панели, чтобы распечатать результаты настройки.

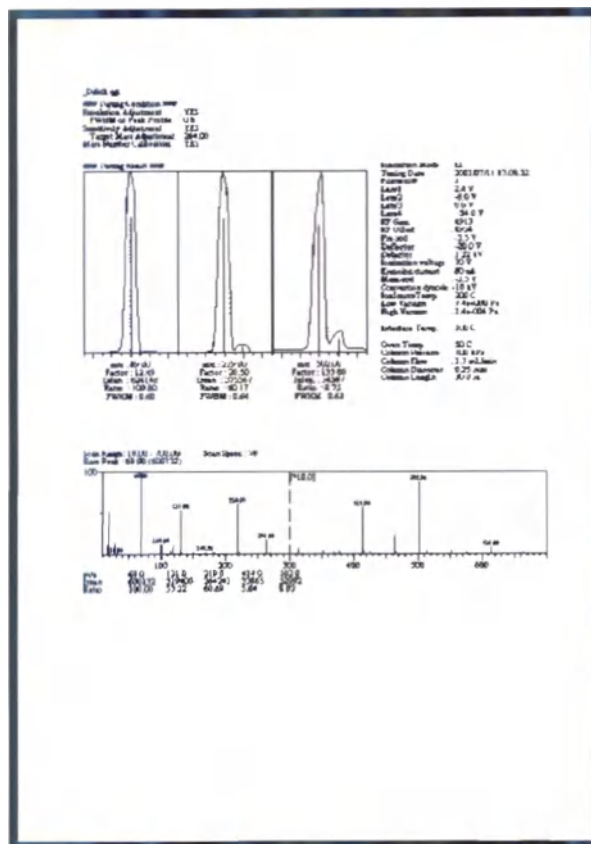


Рисунок 2.48 Распечатанный отчет о настройке



Примечание

Если нажать на иконку **Просмотр мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели, появится окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Оно выглядит также как и окно, проявляющееся в процессе проверки вакуума на течь и других операций.



Более подробную информацию о проверке вакуума на течь смотрите в Разделе 10.6 "Проверка на утечки", стр. 216.

2.8.3 Настройка на большие массы

Прибор содержит функцию автонастройки калибровки масс для значений молекулярного веса вплоть до m/z 614. Смещение масс происходит редко в нормальном рабочем диапазоне (примерно до m/z 700).

Однако, отклонения от калибровки для значений m/z возможны в диапазоне больших масс свыше m/z 700.

Для того чтобы убедиться в правильности калибровки в диапазоне значений m/z свыше 700, требуется ручная калибровка в соответствии со следующей процедурой.

Условия анализа (Колонка: DB-5 ms, диаметр 0.25 mm, длина 30 m, толщина слоя 0.25 μ m)

Образец1: Трис(первторгептил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

Образец2: Трис(первторнонил) -S-триазин 1 % раствор (ацетон)

ГХ : инжектор 250 °C, давление в колонке 100 кПа, общий поток по колонке 30 мл/мин, ввод без деления потока (Splitless) (задержка 1 мин)
Колонка 50 °C (1 мин) _ 5 °C /мин_100 °C (1 мин)_30 °C /мин_250 °C (10 мин)

МС : I/F 250 °C, ионный источник 200 °C

1. Выполнение автонастройки.

После завершения автонастройки, откройте окно «Мониторинг пиков» (Peak Monitor), и выключите филамент.

2. Введите 1 мкл Образца 1, и запустите ГХ анализ.

3. В окне «Калибровка масс» (mass calibration), открытом из окна «Мониторинг пиков» (Peak Monitor), подведите курсор к самой верхней ячейке для m/z 866.

4. Через 8 мин с момента введения образца, включите филамент.

5. Через 10 минут, на 3х минутном интервале откалибруйте пики. Чтобы это сделать, нажмите кнопку **Центрировать (Centering)**.

6. Далее, введите 1 мкл Образца 2, выключите филамент, и запустите ГХ анализ.

7. Также как и для Образца 1, в окне «Калибровка масс» (mass calibration), подведите курсор к самой верхней ячейке для m/z 1066, затем через 8 минут включите филамент. И откалибруйте пики по пункту 5.

8. Нажмите кнопку **Дополнение (Supplement)**, потом нажмите **OK**.

9. Сохраните файл настройки. В окне сообщения «Записать и сохранить профиль пика/данные спектра?» ("Do you acquire and save peak profile/spectrum data?"), нажмите **Нет (No)**.



Примечание

Следы вводимого триазина могут остаться на инжекторе, колонке, и т. д. и мешать последующим за калибровкой анализам. В таком случае, установите в колонке температуру 250 °С и прогрейте ее. Хотя образец с концентрацией около 1 ppm можно анализировать после 1 часа выдержки колонки при температуре, для проведения ультра-микроанализа рекомендуется поменять вставку или прогреть колонку в течение нескольких часов.

2.9

2 Основные операции

Общие операции

2.9.1 Рабочие файлы

1. Виды файлов

Вид	Описание	Расширение
Файл данных (Data file)	Хранит ряд полученных данных, таких как хроматограммы и спектры, включая: - Результаты интегрирования пиков и вычисления концентраций - Состояние температура термостата и ошибки, произошедшие в процессе получения данных - Содержание файла метода, используемого при анализе, включая параметры настройки - Содержание файла отчета, если создается отчет - Содержание файла серии, если проводится серийный анализ - Содержание файла настройки, используемого при анализе	.qgd
Файл метода (Method file)	Хранит параметры прибора, сбора данных, качественного и количественного определения, просмотра данных, и QA/QC. Хранится конфигурация системы, таким образом, ее можно проверить, когда файл открыт. Также хранятся градуировочные графики.	.qgm
Файл отчета (Report format file)	Хранит сведения, какую информацию включать в отчет и как ее располагать, наряду с этим хранится другая информация формата отчета, такая как верхние и нижние колонтитулы.	.qgr
Файл серии (Batch file)	Хранит таблицы серии, используемые при автоматическом сборе данных и анализе. Возможен доступ к одному и тому же файлу из ГХМС Анализ в реальном времени и ГХМС обработка данных.	.qgb
Файл настройки (Tuning file)	Хранит параметры настройки, используемые для настройки прибора, и результаты настройки при использовании этих параметров.	.qgt
Файл библиотеки (Library file)	Хранит информацию о спектрах и компонентах для поиска по подобию. Файлы библиотек включают в себя дополнительную коммерческую базу данных NIST и библиотеки пользователя, созданные на основе информации о спектрах и компонентах целевых веществ. Спектры и информацию в файлах библиотек ищут по подобию со спектром.	.lib*1
Файлы просмотра (Browsing file)	Сохраняет схематично информацию, такую как загруженный метод/имена файла данных, порядок файлов, и представление вычислений статистики.	*.qgq
Файл схемы (Layout file)	Сохраняет схему, данные, загруженные в каждую ячейку, и отображает соответствующую информацию.	*.lyt

*1 На самом деле, файл библиотеки состоит из множества файлов. Составные файлы отличаются от коммерческих библиотек и библиотек пользователя. При копировании файлов библиотек, убедитесь, что скопированы все файлы.
 Коммерческая библиотека: .lib, .c2s, .fom, .nam, .ncv, .spc, .str
 Библиотека пользователя: .lib, .com, .fig, .fom, .nam, .spc, .add

2. Работа с файлами

В окне «Проводник данных» ("Data Explorer") различные типы файлов рассортированы по типам для более простого управления. В «Проводнике данных» (Data Explorer) есть пять закладок: Данные (Data), Метод (Method), Отчет (Report Format), Таблицы серий (Batch) и Все файлы (All Files). Любой файл можно переместить, скопировать или удалить прямо в окне «Проводник данных» ("Data Explorer"). Нет необходимости для этого возвращаться в Windows.

(1) Как открыть окно «Проводник данных» ("Data Explorer")

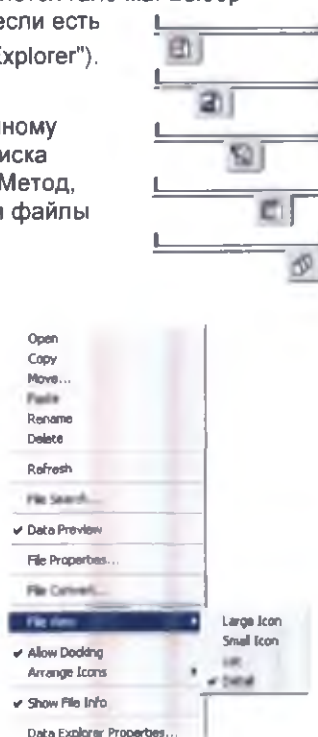
Чтобы открыть окно «Проводник данных» ("Data Explorer"), выберите **Файл>Проводник данных (File > Data Explorer)**. Когда окно «Проводник данных» открыто, чтобы обозначить, что оно видимо, в Файл меню слева от надписи «Проводник данных» (Data Explorer) появляется галочка. Выбор **Файл>Проводник данных (File > Data Explorer)**, если есть галочка, закроет окно «Проводник данных» ("Data Explorer").

(2) Отображение файлов по типам

Кликните на закладку, соответствующую определенному типу файлов. Закладки, находящиеся под окном списка «Проводник данных» (Data Explorer) – это Данные, Метод, Отчет, Таблицы серий и Все файлы. Отображаются файлы выбранного типа.

(3) Как поменять вид отображения файлов

Чтобы поменять вид отображения файлов нужно щелкнуть правой кнопкой мышки по окну списка и выбрать **Вид файла (File View)**. В подменю выбрать вид отображения файлов: **Большие иконки (Large Icon)**, **Маленькие иконки (Small Icon)**, **Список (List)** и **Таблица (Detail)**. Также поменять вид отображения файлов можно с помощью команды **Вид>Вид файла (View > File View)**, если активно окно «Проводник данных» ("Data Explorer").

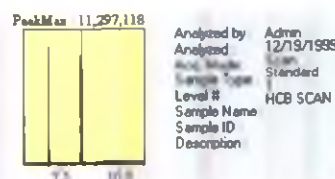


Примечание

Галочка в левой части окна подменю Вид файла (File View) обозначает текущий режим отображения файлов.

(4) Подтверждение данных

Предварительный просмотр данных отображается снизу окна списка, если кликнуть правой кнопкой мышки в окне списка и выбрать **Предварительный просмотр данных (Data Preview)**. Хроматограмма и информация об образце отображаются, когда выбрана закладка Данные. Комментарии к файлу отображаются, если выбраны другие закладки.



(5) Как поменять проект

Чтобы изменить директорию, в которой находится файл, или проект, нажмите на крайнюю правую, на комбинированной панели кнопку



Выбрать проект (Select Project). Появится диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection").

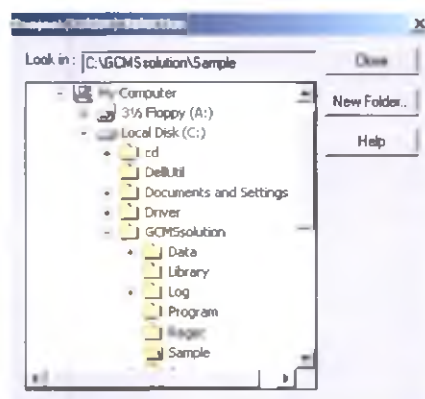


Рисунок 2.49 Диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection")

Когда отображается диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection"), открытая папка является выбранным на данный момент проектом. Уровни располагаются также как в проводнике Windows. Выберите нужную папку и нажмите кнопку **Заккрыть (Close)**. Диалоговое окно «Выбор проекта (папки)» ("Project (Folder) Selection") закроется, а файлы из вновь выбранного проекта отобразятся в окне списка.

(6) Как создать новый проект

Чтобы открыть диалоговое окно «Создать новый проект (папку)»



("Create New Project (Folder)") нажмите на кнопку **Создать новый проект (Create New Project)**, которая находится слева от кнопки **Выбрать проект (Select Project)**.

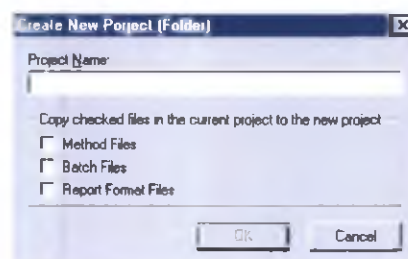


Рисунок 2.50 Диалоговое окно «Создать новый проект (папку)» ("Create New Project (Folder)")

Введите имя проекта. Чтобы из текущего проекта скопировать файлы метода, серии или отчета, поставьте соответствующую галочку.

После того как введено имя и выбраны файлы для копирования, нажмите **OK**. Диалоговое окно «Создать новый проект (папку)» ("Create New Project (Folder)") закроется, и скопированные файлы отобразятся в окне списка.

2.9.2 Открытие и сохранение файлов

В этом разделе описывается, как открывать и сохранять файлы, такие как файлы данных и файлы метода. Команды Открыть и Сохранить, похожи на такие же используемые в Windows. За более подробной информацией обращайтесь к руководству по Windows.

1. Как открыть файл

Хотя, ниже описывается, как открыть файл метода, это относится ко всем файлам.

- (1) Выберите **Файл>Открыть (File > Open)** или **Файл>Открыть файл метода (File > Open Method File)**, или нажмите кнопку **Открыть (Open)**, находящуюся на панели инструментов. Отобразится диалоговое окно «Открыть файл метода» ("Open Method File").

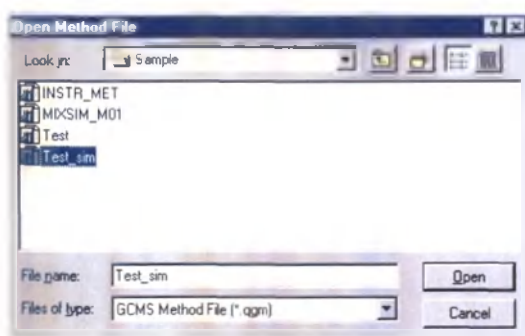
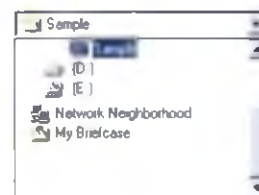


Рисунок 2.51 Диалоговое окно «Открыть файл метода» ("Open Method")

- (2) Нажмите кнопку «Искать в» "Look in" на комбинированной панели, и прокрутите список вверх или вниз, чтобы поменять директорию или диск. Нажмите кнопку **Вверх на один уровень (Up One Level)**, чтобы открыть директорию, содержащую открытую в текущий момент папку. Для открытия вложенной директории, выберите папку из окна списка и нажмите **Открыть (Open)**, или кликните два раза по папке. Изменяйте и расширяйте директории до тех пор, пока на комбинированной панели не появится папка, в которой сохранен нужный файл.
- (3) Выберите нужный файл из списка и подтвердите правильность имени файла, отображенного в строке ввода «Имя файла» (File Name). Нажмите кнопку **Открыть (Open)**, чтобы открыть выбранный файл.



2. Как сохранить новый файл

Хотя, ниже описывается, как сохранить созданный файл данных, это относится ко всем файлам.

- (1) Выберите **Файл>Сохранить файл данных как (File > Save Data File As)**, чтобы открыть диалоговое окно «Сохранить файл данных как» ("Save Data File As"). Сохранить файл данных как

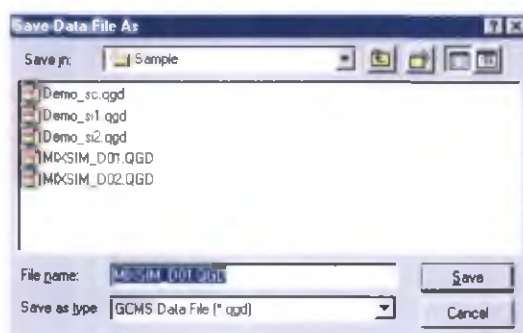
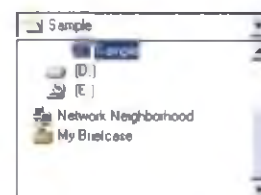


Рисунок 2.52 Диалоговое окно «Сохранить файл данных как» ("Save Data File As")

- (2) Нажмите кнопку «Сохранить в» ("Save in") на комбинированной панели, и прокрутите список влево или вправо, чтобы поменять директорию или диск. Нажмите кнопку **Вверх на один уровень (Up One Level)**, чтобы открыть директорию, содержащую открытую в текущий момент папку. Для открытия вложенной директории, выберите папку из окна списка и нажмите **Открыть (Open)**, или кликните два раза по папке. Изменяйте и расширяйте директории до тех пор, пока на комбинированной панели «Сохранить в» ("Save in") не появится папка, в которой сохранен нужный файл. Если необходимо, создайте новую папку, нажав кнопку **Создать новую папку (Create New Folder)**.
- (3) Введите имя в строку ввода «Имя файла» (File Name) и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы сохранить файл под таким именем.



2.9.3 Использование справки

1. Как открыть справку по определенной теме

Для доступа к информации об активном окне или диалоговом окне, нажмите клавишу F1 на клавиатуре. Если доступно, то откроется окно «ГХМС Справка» (GCMS Help) с информацией по теме, соответствующей активному окну или диалоговому окну.

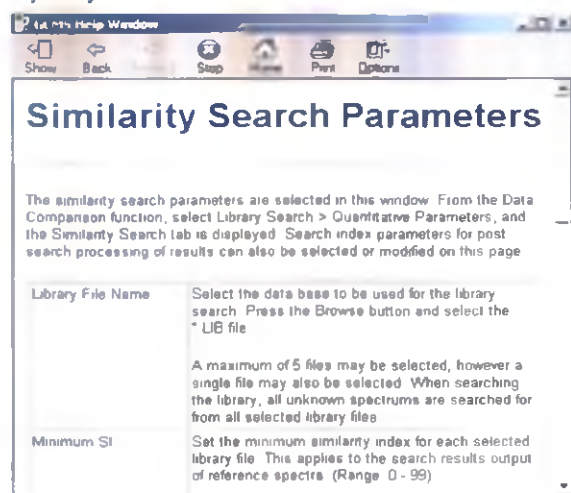


Рисунок 2.53 Окно «ГХМС справка» (GCMS Help Window)

Дополнительно, в некоторых окнах или диалоговых окнах есть кнопка Справка (help), при нажатии на которую появляется справка по соответствующей теме.

2. Как открыть справку по ключевому слову

Выберете **Справка>Оглавление (Help > Contents)**, чтобы открыть окно «ГХМС справка» (GCMS Help).

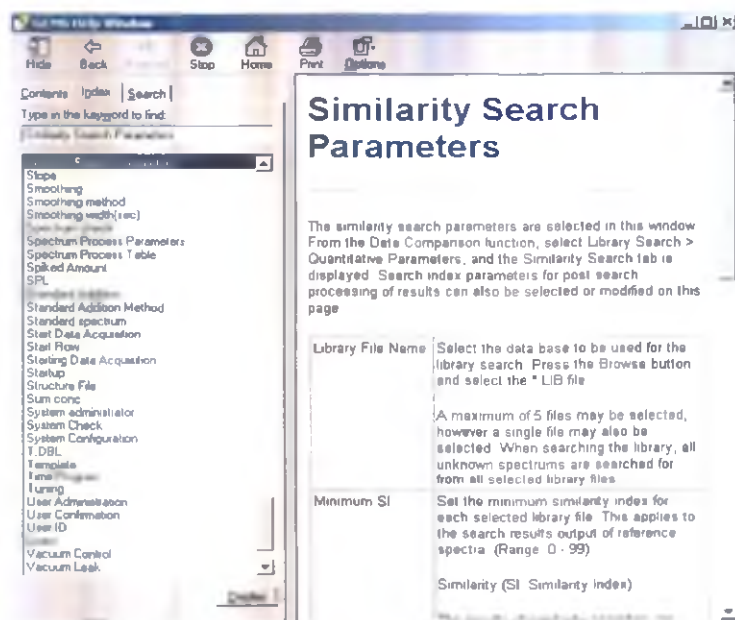


Рисунок 2.54 Окно «Оглавление ГХМС справки» (GCMS Help Contents)

Нажмите на закладку «Предметный указатель» (Index) в левой части окна «ГХМС Справка» (GCMS Help window). В окне списка появится предметный указатель ключевых слов. Прокрутите список, чтобы найти нужную тему. Выберите ключевое слово и нажмите **Показать (Display)**, чтобы открыть справку.



Примечание

Если одно и то же ключевое слово появляется более чем в одной теме, то появляется список «Найденные темы» (Topics Found). Список отображается в правой части окна «ГХМС Справка» (GCMS Help). Прокрутите список, чтобы найти нужную тему. Выберите тему из списка и нажмите **Показать (Display)**.

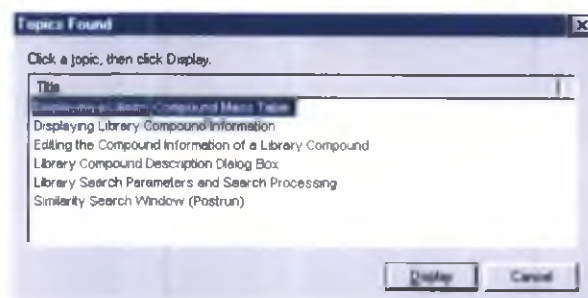


Рисунок 2.55 Список найденных тем



Примечание

В случае необходимости можно перемещать и изменять размеры окна «ГХМС Справка» (GCMS Help). Чтобы переместить, перетащите окно за панель названия. Чтобы изменить размер, либо перетащите рамку, либо сведите окно за нижний правый угол.

2.9.4 Принцип системы администрирования

В GCMS-QP2010 Plus, система безопасности крутится вокруг идеи управления пользователем. Программное обеспечение GCMSsolution позволяет администратору выбирать уровни полномочий для каждого пользователя. Уровень полномочий определяется количеством разрешенных доступов, которые есть у пользователя, к прибору, данным и методам. Это предотвращает внесение случайных изменений в метод пользователем, которому не следует этого делать, и защищает систему от выключения пользователем, у которого нет прав на принятие такого решения.

1. Пользователи и группы

Система администрирования включает пользователей, группы и уровни полномочий. Диаграмма иллюстрирует пользователей, группы и систему администрирования. Каждый пользователь принадлежит к одной или более группам. Каждая группа наделена определенным уровнем полномочий. Каждый уровень полномочий состоит из определенного набора присвоенных прав.

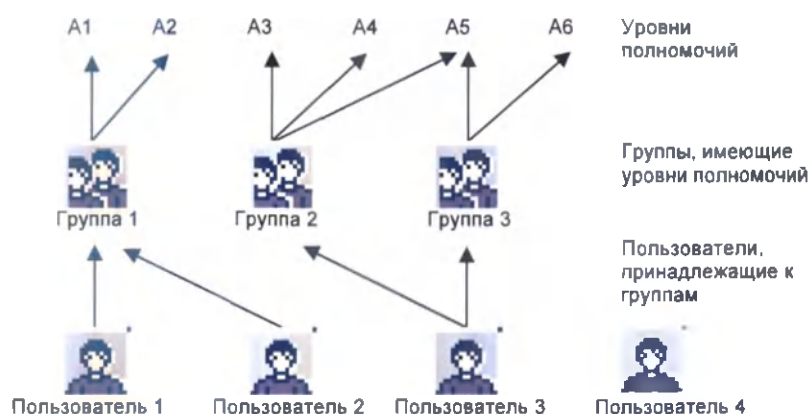


Рисунок 2.56 Пользователи, группы и уровни полномочий

- Пользователь 1 принадлежит только к Группе 1, и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 1 и 2 с помощью Группы 1.
- Пользователь 2 также как и пользователь 1 принадлежит только к Группе 1, и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 1 и 2.
- Пользователь 3 принадлежит к группам 2 и 3, и может действовать в соответствии с уровнями полномочий 3 - 6, которые закреплены за двумя группами.
- Пользователь 4 не принадлежит ни к одной группе, и таким образом, не имеет никаких прав.

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Управление пользователями	Права добавлять или удалять пользователей, устанавливать правила, и выполнять действия, описанные в Разделе 2.9.5 "Системное администрирование", стр. 67.			
Правка конфигурации системы	Права изменять конфигурацию системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.7 "Конфигурация системы", стр. 36.	x	x	

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Правка метода (параметров прибора)	Право править параметры прибора в файле метода, и выполнять действия, описанные в Главе 2 "Основные операции" стр. 11.		x	
Правка метода (настройки отображения записи)	Права править параметры просмотра данных в файле метода, или параметры доступные через Вид>Параметры просмотра данных (View > Data View Parameters).		x	
Правка метода (параметры обработки данных)	Права на правку параметров качественного и количественного анализов в файле метода, или параметров описанных в Главе 4 "Качественный анализ" на стр. 103 и Главе 5 "Количественный анализ" на стр. 127.		x	
Правка формата отчета	Права править файлы отчета и выполнять действия, описанные в Главе 6 "Создание отчетов" на стр. 153.		x	
Правка таблицы серии	Права править таблицы серий и выполнять действия, описанные в Главе 7 "Непрерывный анализ" на стр. 163.		x	x
Создание шаблона	Права создавать шаблоны файлов метода, серии и отчета, и выполнять действия, описанные в Разделе 2.9.6 "Шаблоны", стр. 77.		x	
Изменять параметры автонастройки	Права менять условия настройки и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8.2 "Настройка", стр. 51.	x		
Изменять настройки проверки системы	Права изменять параметры проверки системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8.1 "Проверка системы", стр. 38.	x		
Вкл/Выкл Вакуумной системы	Права на пуск и выключение приборов, и выполнять действия, описанные в Разделе 2.4 "Запуск и выключение прибора", стр. 14.	x		
Запуск проверки и автонастройки системы	Права проводить проверку системы и выполнять действия, описанные в Разделе 2.8 "Проверка и настройка системы", стр. 38.	x	x	x
Запуск мониторинга пиков	Права на проведение мониторинга пиков.	x		
Запуск серийного анализа	Права на проведение автоматической записи данных и анализа как описано в Разделе 7.2 "Автоматическая запись данных и анализ данных", стр. 165.		x	x
Запуск единичного анализа	Права на запись данных единичного образца и на выполнение действий, описанных в Разделе 3.3 "Настройки единичного анализа", стр. 97.		x	

Уровень полномочий	Описание	Группы по умолчанию		
		Н/В администратор	Разработчик метода	Оператор
Запуск обработки данных	Права на работу с данными в ГХМС Обработке данных и на выполнение действий, описанных в Главе 4 "Качественный анализ" стр. 103 и Главе 5		x	x

2. Администраторы

Администраторы – это пользователи, у которых есть права на работу со всеми функциями, имеющимися в программном обеспечении GCMSSolution. После того как программное обеспечение установлено, по умолчанию пользователю под именем "Admin" принадлежат привилегии администратора.

3. Использование инструмента аутентификации пользователя Shimadzu

Если Вы используете программное обеспечение CLASS-Agent (опция), вы можете управлять информацией доступной пользователю с помощью инструмента аутентификации пользователя Shimadzu. Данный инструмент позволяет Вам разделять доступ пользователей с другими программами, такими как CLASS-Agent и GCSolution. Использование инструмента аутентификации пользователя Shimadzu, выберите «Инструмент аутентификации пользователя Shimadzu» ("Shimadzu User Authentication Tool") в диалоговом окне «Выбор режима аутентификации пользователя» ("User Authentication Mode Select") при установке программы GCMSSolution. Подробнее по установке и окружении установок Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu смотрите в инструкции по эксплуатации, прилагающейся к Инструменту аутентификации пользователя Shimadzu.



Примечание

Для управления информацией, доступной пользователю с помощью Инструмента аутентификации пользователя, убедитесь, что версия данной программы 1.08 или более поздняя.



Примечание

Если Вы решили использовать Инструмент аутентификации пользователя Shimadzu, когда программа GCMSSolution уже установлена и работает, текущая информация пользователя будет заменена при регистрации Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu. Таким образом, если пользователи были зарегистрированы только в GCMSSolution, то их необходимо заново зарегистрировать в Инструменте аутентификации пользователя Shimadzu. В соответствии с разделом «2.9.5 Системное администрирование» ("System administration"), зарегистрируйте пользователя в диалоговом окне «Пользователи» ("Users"). Следует отметить, что если имя пользователя и его номер идентичны между базой пользователей программы GCMSSolution и Инструментом аутентификации пользователя Shimadzu, то прежний пароль остается действующим. За дополнительной информацией обратитесь к разделу «2.9.5 Системное администрирование» ("System administration").

2.9.5 Системное администрирование

Диалоговое окно «Системное администрирование» ("System Administration") дает возможность администратору выполнять ряд действий. Добавлять новых пользователей и присваивать им имена, давать пароли, и определять права доступа. Добавлять или редактировать группы. Устанавливать параметры регистрации пользователя. Как только произведены изменения или добавлены пользователи, в журнал событий вносятся корректировки.

1. Выберите **Файл>Управление пользователями (File > User Administration)**, чтобы открыть диалоговое окно «Системное администрирование» ("System Administration").

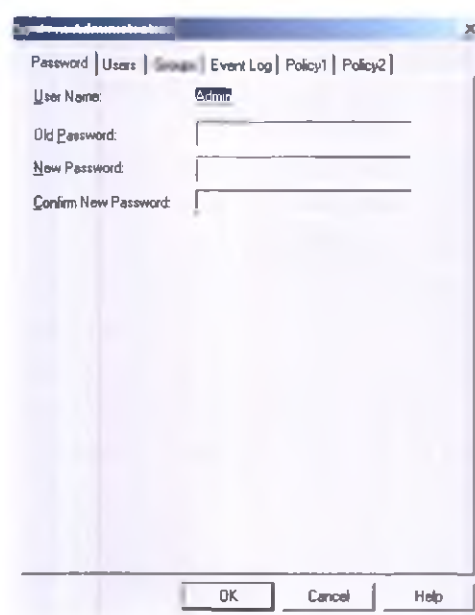


Рисунок 2.57 Диалоговое окно «Системное администрирование» ("System Administration")

2. Выбрав закладку «Пароль» (Password) можно изменять пароль для регистрации пользователя в системе. Если у пользователя нет пароля, то все поля неактивны.

Параметр	Описание
Имя пользователя (User Name)	Отображает текущее имя пользователя для входа в систему.
Старый пароль (Old Password)	Введите текущий пароль.
Новый пароль (New Password)	Введите новый пароль.
Подтверждение нового пароля (Confirm New Password)	Введите новый пароль точно также как в поле «Новый пароль» (New Password) для подтверждения правильности ввода пароля.



Примечание

Если у пользователя нет пароля, то его можно ввести в закладке «Пользователь» (User). Более подробную информацию смотрите в следующем параграфе, в котором описывается закладка «Пользователь» (User).

3. В закладке «Пользователь» (User) отображается список все зарегистрированных в системе пользователей.

Чтобы посмотреть к какой группе относится пользователь, выберите имя пользователя (user name) в окне «Присвоенные группы» (Assigned Groups).

Чтобы добавить пользователя, нажмите кнопку **Добавить (Add)**. Появится окно диалоговое «Добавить пользователя» ("Add User").

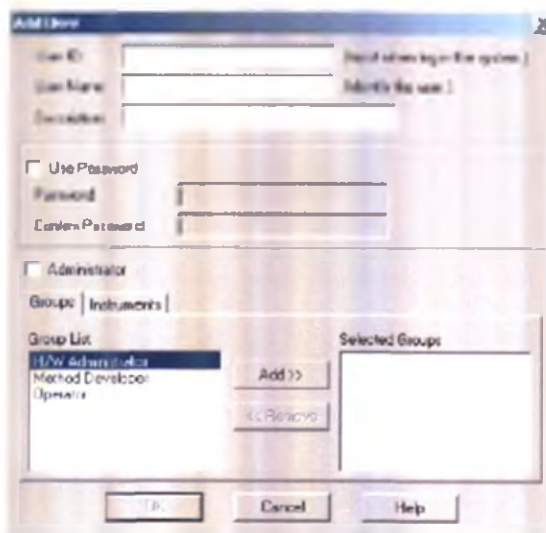


Рисунок 2.58 Диалоговое окно «Добавить пользователя» ("Add User")

Введите следующую информацию для каждого пользователя.

Свойство	Описание
ID пользователя (User ID)	Вид ID для нового пользователя. Это используется при входе в систему.
Имя пользователя (User Name)	Введите имя для нового пользователя.
Описание (Description)	Введите описание пользователя, в том числе полное имя.
Использовать пароль (Use Password)	Поставьте галочку, чтобы пользователю нужно было вводить пароль при входе в программу. Если галочка поставлена, то поля «Пароль» (Password) и «Подтверждение пароля» (Confirm Password) станут активными.
Пароль (Password)	Если отмечено «Использовать пароль» (Use Password), то введите пароль для входа пользователя в программу.
Подтверждение пароля (Confirm Password)	Введите пароль повторно, чтобы подтвердить правильность ввода пароля.
Администратор (Administrator)	Поставьте галочку, если хотите сделать пользователя администратором.
Список групп (Group List)	Выберете группу(ы), к которой будет принадлежать пользователь, и нажмите кнопку Добавить (Add) , или кликните два раза по группе. Группа переместится в окно « Выбранные группы » (Selected Groups).
Выбранные группы (Selected Groups)	Отображает группы, к которым принадлежит пользователь. Чтобы удалить пользователя из группы, выберите группу и нажмите Удалить (Remove) , или кликните два раза по группе.
Список приборов	Выберите прибор, который может быть использован зарегистрированными пользователями и нажмите кнопку Добавить (Add) . Прибор будет зарегистрирован в окне Выбор прибора. Приборы также могут быть добавлены двойным щелчком мыши по соответствующему пункту.
Выбор прибора	Отображаются зарегистрированные приборы.



Примечание

Если используется пароль, то установите минимальную длину пароля в закладке «Правила 1» (Policy 1).

Нажмите ОК после завершения настройки нового пользователя, и диалоговое окно «Добавить пользователя» ("Add User") закроется.

Чтобы удалить пользователя, выберите нужного пользователя в закладке «Пользователи» (Users) и нажмите кнопку **Удалить (Remove)**.

Чтобы просмотреть свойства пользователя, выберите нужного пользователя в закладке «Пользователи» (Users) и нажмите кнопку **Свойства (Properties)**. Появится диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property").

Рисунок 2.59 Диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property")

Для каждого пользователя отображаются следующие свойства.

Свойство	Описание
ID пользователя (User ID)	Отображает ID для нового пользователя. Изменить нельзя.
Имя пользователя (User Name)	Отображает имя выбранного пользователя.
Описание (Description)	Отображает описание выбранного пользователя.
Использовать пароль (Use Password)	Поставьте галочку, чтобы пользователю нужно было вводить пароль при входе в программу. Если галочка поставлена, то поля «Пароль» (Password) и «Подтверждение пароля» (Confirm Password) станут активными. Введенный пароль – это текущий пароль.
Пароль (Password)	Если отмечено «Использовать пароль» (Use Password), то введите пароль для входа пользователя в программу.
Подтверждение пароля (Confirm Password)	Введите пароль повторно, чтобы подтвердить правильность ввода пароля.
Администратор (Administrator)	Поставьте галочку, если хотите сделать пользователя администратором. Если галочка уже поставлена, то текущий пользователь имеет привилегии администратора.
Список групп (Group List)	Выберете группу(ы), к которой будет принадлежать пользователь, и нажмите кнопку Добавить (Add) , или кликните два раза по группе. Группа переместится в окно «Выбранные группы» (Selected Groups).
Выбранные группы (Selected Groups)	Отображает группы, к которым принадлежит пользователь. Чтобы удалить пользователя из группы, выберете группу и нажмите Удалить (Remove) , или кликните два раза по группе.
Список приборов	Добавить прибор может сам пользователь, для этого необходимо выбрать прибор и нажать на кнопку Добавить (Add) . Прибор будет добавлен в окно Выбор прибора. Прибор также может быть добавлен двойным щелчком мыши по соответствующему пункту. Все зарегистрированные приборы отображаются в окне Выбор прибора.
Выбор прибора	Отображаются зарегистрированные приборы. Удалить прибор может сам пользователь, для этого необходимо выбрать прибор и нажать на кнопку Удалить (Remove) .



Примечание

Если используется пароль, то установите минимальную длину пароля в закладке «Правила 1» (Policy 1).

Нажмите **ОК** после завершения правки свойств пользователя, и диалоговое окно «Свойства пользователя» ("User Property") закроется.

4. В закладке «Группы» (Groups) отображается список всех групп. Выберите группу, чтобы просмотреть права установленные для этой группы. Чтобы создать новую группу, нажмите кнопку **Добавить (Add)**. Появится диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group").

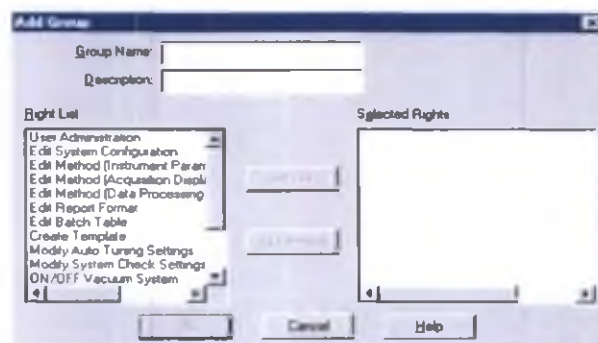


Рисунок 2.60 Диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group")

Введите следующую информацию для каждой новой группы.

Свойство	Описание
Имя группы (Group Name)	Введите название для новой группы.
Описание (Description)	Введите краткое описание новой группы.
Список прав (Right List)	Выберите права, которые будут доступны группе и нажмите кнопку Добавить (Add) , или кликните два раза по выбранному праву. Группа переместится в окнос «Выбранные права» (Selected Rights) .
Выбранные права (Selected Rights)	Отображает права доступные группе. Чтобы удалить право, выберите нужное право и нажмите Удалить (Remove) , или кликните два раза по выбранному праву.

Нажмите **OK** после завершения настройки группы, и диалоговое окно «Добавить группу» ("Add Group") закроется.

Чтобы удалить группу, выберите нужную группу в закладке «Группы» (Groups) и нажмите кнопку **Удалить (Remove)**.

Чтобы просмотреть свойства группы, выберите нужную группу в закладке «Группы» (Groups) и нажмите кнопку **Свойства (Properties)**. Появится диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties").

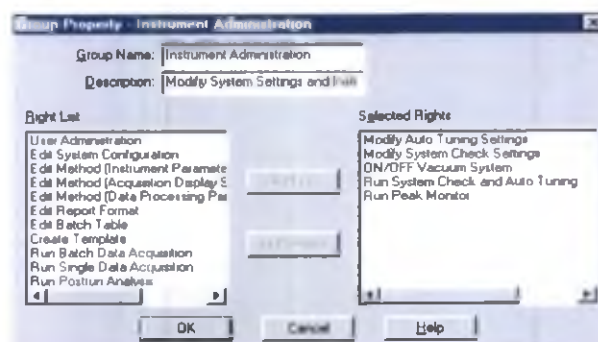


Рисунок 2.61 Диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties")

Для каждой группы отображаются следующие свойства.

Свойство	Описание
Имя группы (Group Name)	Отображает название выбранной группы.
Описание (Description)	Отображает краткое описание выбранной группы.
Список прав (Right List)	Выберете права, которые будут доступны группе и нажмите кнопку Добавить (Add) , или кликните два раза по выбранному праву. Группа переместится в окно
Выбранные права (Selected Rights)	Отображает права доступные группе. Чтобы удалить право, выберете нужное право и нажмите Удалить (Remove) , или кликните два раза по выбранному праву.

Нажмите **ОК** после завершения правки свойств группы, и диалоговое окно «Свойства группы» ("Group Properties") закроется.

5. Закладка «журнал событий» (Event Log) отображает историю всех изменений и действий, выполненных в «Управлении пользователем» (User Administration). Чтобы использовать журнал с другими приложениями или GCMSsolution функциями, сохраните его как текстовый файл, нажав кнопку **Сохранить как текст (Save As Text)**. Появится диалоговое окно «Конвертировать журнал событий» ("Convert Event Log").

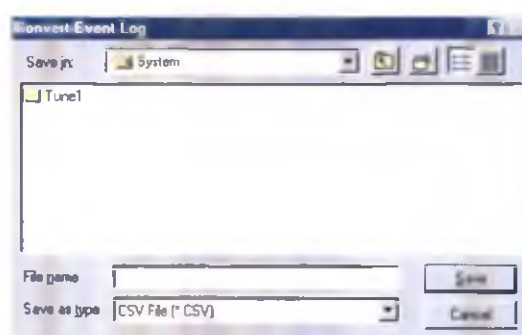


Рисунок 2. Диалоговое окно «Конвертирование журнала событий» ("Convert Event Log")

Выберете директорию, введите имя файла, и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы **сохранить файл**. За более подробной информацией обратитесь к Разделу 2.9.2 "Открытие и сохранение файлов", стр. 60.

Чтобы удалить Журнал событий, Нажмите кнопку **Очистить все события (Clear All Events)**. Появится запрос подтверждения. Нажмите **Yes**, чтобы очистить журнал.

6. Введите общие параметры управления пользователями, используя закладку «Правила 1» (Policy1).
Изменять установки на этой странице может только пользователь с правами, назначенными системным администратором.

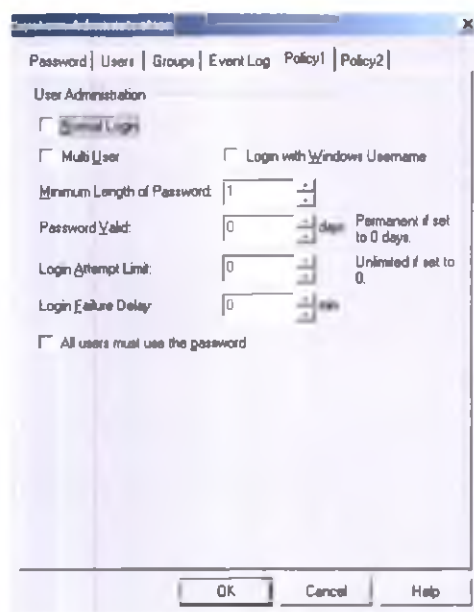


Рисунок 2.63 Администрирование системы, закладка «Правила 1» (Policy1)

Параметр	Описание		По умолчанию
Нормальный вход в программу (Normal Login)	Отмечено	Для входа в программу нужно вводить имя пользователя.	
	Неотмечено	В диалоговом окне "Login" содержится комбинированная ячейка combo box со списком всех введенных пользователей, в ней можно выбрать имя пользователя. По умолчанию отображается <u>пользователь, который входил в программу последним</u> .	Неотмечено
Множество пользователей (Multi User)	Неотмечено	Одновременно может зарегистрироваться только один пользователь. После регистрации при загрузке приложения GCMSSolution диалоговое окно "Login" не появляется.	Неотмечено
	Отмечено	В программе GCMSSolution одновременно могут зарегистрироваться несколько пользователей. При каждой загрузке приложения GCMSSolution появляется диалоговое окно "Login".	
Login with Windows Username		Available only in the single user mode. The log-in user name for Windows is searched at the start-up of GCMSSolution, and if the same user name is registered for GCMSSolution, the "Login" dialog box is skipped upon users' login.	Неотмечено
Пароль (Password)	Мин. длина (Minimum Length)	Выберете минимальное количество символов в пароле. Нормальный диапазон от 1 до 8 символов.	1
	Действие (Valid)	Выберете, сколько дней будет действовать пароль. По истечению установленного времени, пароль нужно будет поменять. Если выбрано 0, то пароль не имеет временного предела.	0

Параметр	Описание	По умолчанию
Пароль должен отвечать сложным требованиям	Выбранный пароль должен состоять только из букв или цифр и не быть слишком длинным. Используйте комбинацию букв и цифр при задании пароля.	Не отмечено
Установки блокировки (для ПК)	Если число ошибочного ввода логина превышает заданное число в параметрах блокировки, вход любого пользователя становится невозможным и ПК блокируется в течение заданного времени.	-
Предел попыток входа в систему (Login Attempt Limit)	Когда количество ошибок ввода пароля превысит предел, появится сообщение и вход в систему заблокируется на период указанный в «Периоде блокировке входа» (Login Lock Period). Если выбрано 0, то можно делать неограниченное количество попыток.	0
Продолжительность блокировки	Введите время длительности блокировки ПК, когда число попыток входа в систему больше установленного значения. Если задать «0», то блокировка ПК будет выключена.	0
Установки блокировки (для пользователей)	Если число ошибочного ввода логина пользователем превышает заданное число в параметрах блокировки, вход любого пользователя в систему становится невозможным и вход блокируется в течение заданного времени.	-
Предел попыток входа в систему (Login Attempt Limit)	Когда количество ошибок ввода пароля превысит предел, появится сообщение и вход в систему заблокируется на период указанный в «Периоде блокировке входа» (Login Lock Period). Если выбрано 0, то можно делать неограниченное количество попыток.	0
Продолжительность блокировки	Введите время длительности блокировки пользователя, когда число попыток входа в систему больше установленного значения. Если задать «0», то блокировка пользователя будет выключена.	0
# уровней для двойной проверки пароля	Запрещено создание пароля, который уже используется в рамках точно установленного времени и последний измененный пароль записывается в историю прибора. Если задать «0», то это отменит двойную проверку.	0
Все пользователи должны использовать пароль (All users must use the password)	Требуется от пользователей без пароля завести его, когда пользователь откроет в следующий раз окно «Свойства пользователя» (User Property).	Не отмечено



Примечание

Если при установке программы GCMSSolution была поставлена отметка в диалоговом окне «Выбор режима аутентификации пользователя», то правила блокировки определяются согласно установкам Инструмента аутентификации пользователя Shimadzu.



Примечание

Когда истечет время действия пароля, появится сообщение, предупреждающее пользователя о необходимости сменить пароль. Нажмите ОК, чтобы появилось диалоговое окно для смены пароля.

7. Закладка «правила 2» (Policy2) используется для дополнительных настроек управления пользователями.
Изменять установки на этой странице может только пользователь с правами, назначенными системным администратором.

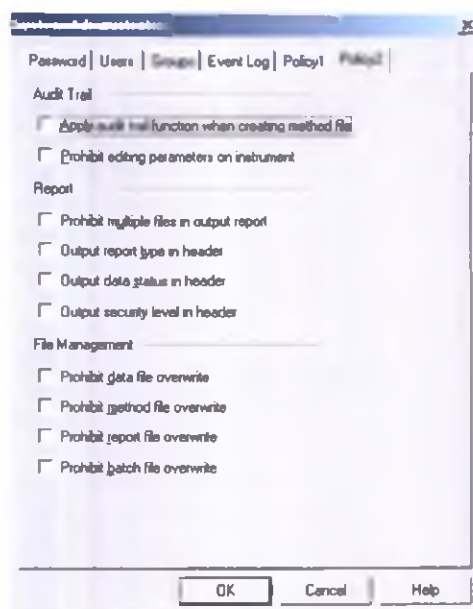


Рисунок 2.64 Администрирование системы, закладка «Правила 2» (Policy2)

	Пункт настройки	Описание	По умолчанию
Журнал регистрации событий (Audit Trail)	Применять функцию журнала регистрации событий при создании метода	Это принуждает использовать настройки журнала регистрации событий при создании нового метода. Это аналогично созданию нового метода с использованием шаблона.	Не отмечено
	Запретить правку параметров прибора	Препятствует изменению параметров прибора в файле метода. Параметры могут быть изменены непосредственно в приборе.	Не отмечено
Отчет (Report)	Запретить распечатку составных файлов	Препятствует загрузке и печати файлов для отдельных пунктов в пункте «Отчет» в закладке «Свойства файла» (Properties File).	Не отмечено
	Выводить тип отчета в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле тип приложения, из которого распечатывается отчет.	Не отмечено
	Выводить состояние данных в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле состояние данных.	Не отмечено
	Выводить уровень защиты в верхнем колонтитуле	Печатает в верхнем колонтитуле уровень защиты.	Не отмечено
Рабочие файлы (File Management)	Запретить перезаписывать другие файлы данных	В процессе единичных или серийных анализов при сохранении в исходный файл данных имя файла нужно изменить. В ГХМС обработке данных исходный файл не может быть перезаписан.	Не отмечено
	Запретить перезаписывать другие файлы метода	Исходный файл метода не может быть перезаписан ни в окне получения данных «ГХМС анализ в реальном времени», ни в окне калибровки «ГХМС обработка данных».	Не отмечено
	Запретить перезаписывать другие файлы отчета	Исходный файл отчета не может быть перезаписан в окне создания отчета ни в одном приложении.	Не отмечено
	Запретить перезаписывать другие файлы серии	Исходный файл серии не может быть перезаписан в окне создание таблиц серии ни в одном приложении.	Не отмечено



Примечание

Эти настройки хранятся в файле базы данных "SysAdmin.mdb" в системной папке (обычно, в C:\GCMSsolution, при стандартной установке). Кроме того, настройки цвета экрана и т.д. для индивидуальных пользователей хранятся в "SysAdmin.upf" в той же папке.

В качестве защиты от непредвиденных ошибок, рекомендуется дублировать эти файлы.

2.9.6 Шаблоны

Для файлов метода, серии или отчета с одинаковыми параметрами, можно создать шаблоны файлов, чтобы сэкономить время и предотвратить ошибки в настройке параметров.

1. Создание шаблонов

Хотя ниже описывается процедура создания шаблона файла метода, она также применима к созданию шаблонов файлов серии и отчета.

- (1) Введите параметры метода для включения их в шаблон. Выберите **Файл>Сохранить метод как шаблон (File > Save Method As Template)**. Появится диалоговое окно «Сохранить как шаблон» ("Save As Template").

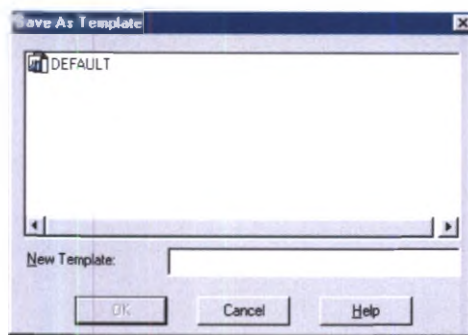


Рисунок 2.65 Диалоговое окно «Сохранить как шаблон» ("Save As Template")

- (2) Введите имя шаблона в строке ввода «Новый шаблон» (New Template), и нажмите **ОК**.

Если шаблона с таким именем нет, то он сохранится. Если шаблон с подобным именем уже существует, то появится предупреждающее сообщение для подтверждения записи поверх исходного файла. Нажмите **ОК**, чтобы перезаписать файл и сохранить шаблон.

2. Создание новых файлов с помощью шаблонов

- (1) Выберите **Файл>Создать файл метода (File > New Method File)**, чтобы открыть диалоговое окно «Создать файл» ("File New").

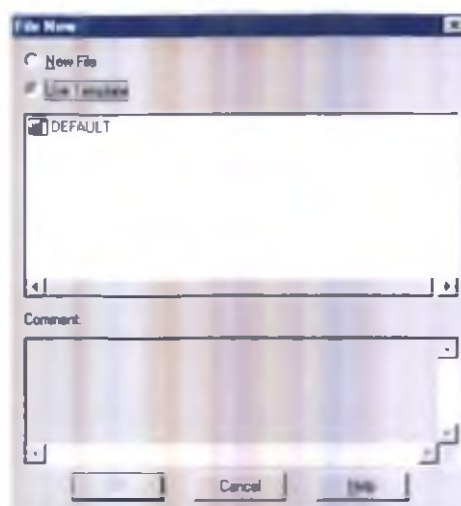


Рисунок 2.66 Диалоговое окно «Создать файл» ("File New")

Выше приведенное окно отображается только тогда, когда стоит отметка **Срок нового файла (Prompt on File New)** в диалоговом окне «Установка опций», которое открывается когда выбрано **Инструмент > Опция (Tool > Option)**. Диалоговое окно «Новый файл» ("File New") не отображается, когда выбран **Новый файл** или **Шаблон**.

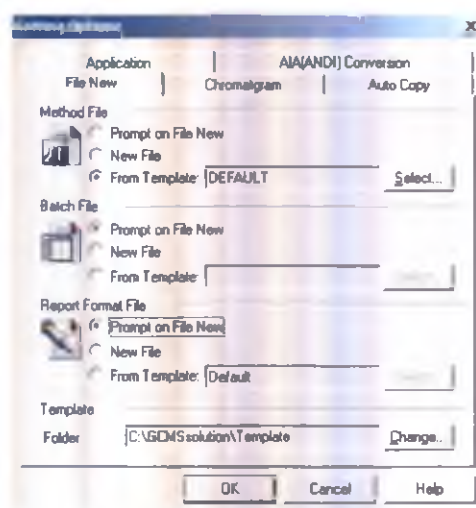


Рисунок 2.67 Диалоговое окно «Возможные установки» ("Setting Options")

- (2) Нажмите «Создать с помощью шаблона» (**Create from Template**), выберите нужный шаблон из списка и нажмите **OK**.

Содержимое шаблона отобразится в созданном файле, и откроется режим правки.



Примечание

Если в новый файл не нужно включать содержимое шаблона, то выберите «Создать файл (New File)».

3.1

Обзор

3 Получение данных

В этом разделе описываются окна и функции для получения данных.

3.1.1 Окно "Создание метода получения данных"

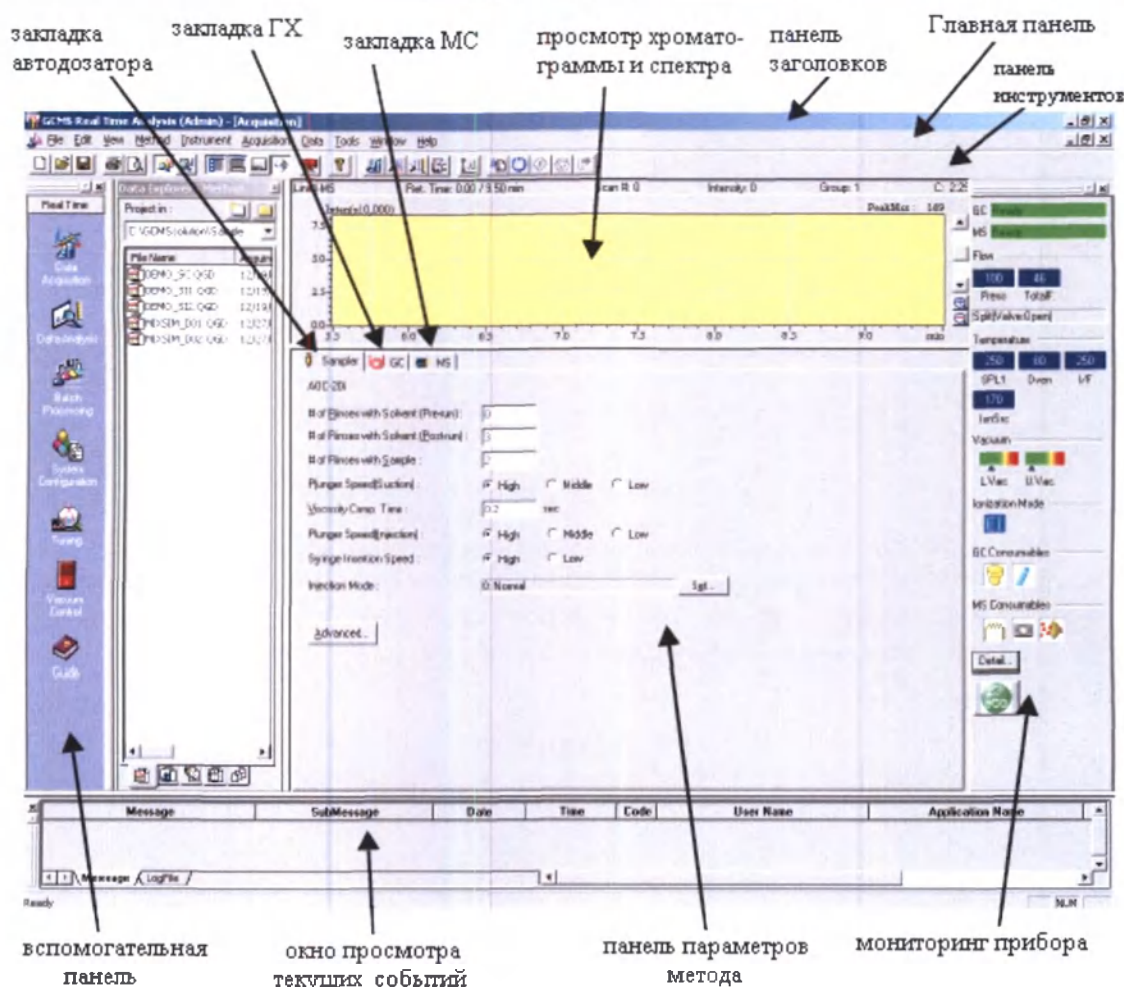


Рисунок 3.1 Окно «Создание метода» ("Acquisition")

Такой вид экрана появляется при выборе **Метод>Параметры прибора (Method > Instrument Parameters)**. Также он может появиться при нажатии на иконку **Создание метода (Method Development)** на вспомогательной панели, или при нажатии на кнопку **Параметры получения данных (Data Acquisition Param)** на панели инструментов. Эта структура хранится для каждого пользователя, когда закрыто окно «Анализ в реальном времени» ("Real Time Analysis").

Части этого окна описаны в следующей таблице.

Окно "Создание метода получения данных"

Панель заголовков	Отображает имена используемых в данный момент приложений, название процесса или имена файлов.
Главное меню	Отображает различные меню команд для открытого окна
Панель инструментов	Отображает кнопки различных инструментов для открытого окна.
Вспомогательная панель	Список иконок соответствующих последовательности основных операций. Обычно, нужная операция выбирается нажатием на эти иконки.
Вид хроматограммы/спектра	Отображает в реальном времени данные, которые передаются от детектора в процессе получения данных.
Панель параметров метода	Для каждого блока прибора задаются параметры, которые будут использоваться при сборе данных. Для изменения параметров, нажмите на закладку <u>соответствующего блока</u> .
Мониторинг прибора	Отображает различные параметры прибора на текущий момент времени. Используется, чтобы определять готов ли прибор для начала анализа.

3.1.2 Окно «Получение данных»

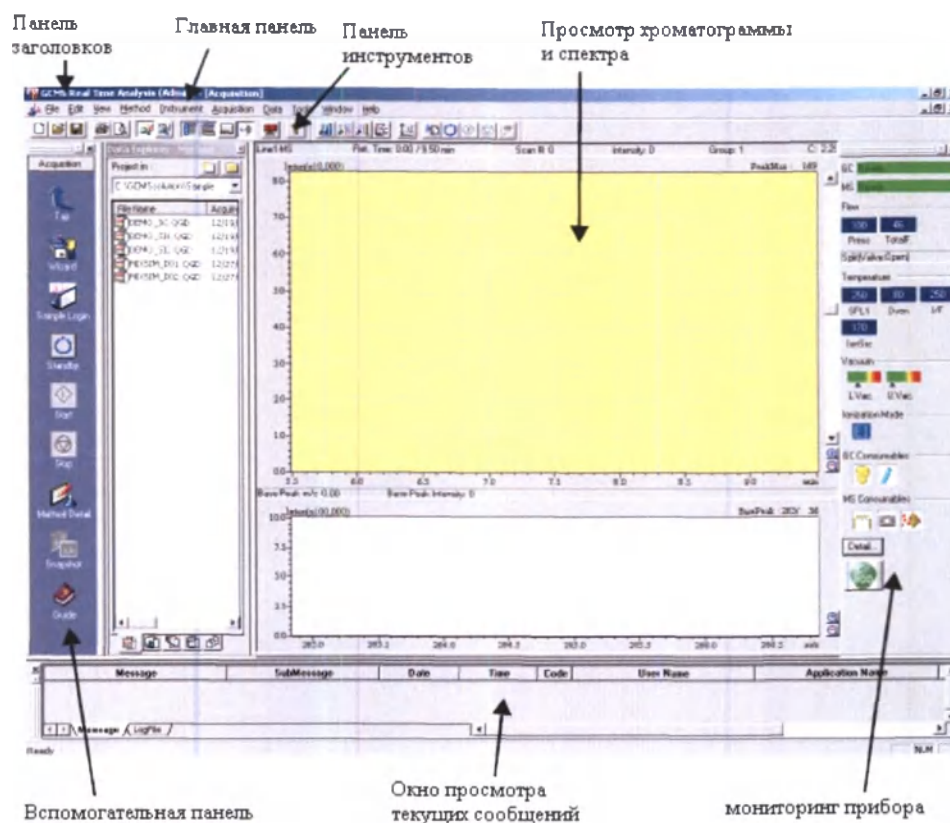


Рисунок 3.2 Окно «Получение данных» ("Acquisition")

Такой вид окна появляется при выборе на вспомогательной панели иконки «Получение данных» (Data Acquisition), или когда отменен выбор **Параметров прибора** (Instrument Parameters) из меню метода или с панели инструментов. Выход из режима создания метода происходит, когда рядом с пунктом меню «Параметры прибора» (Instrument Parameters) не стоит галочка и когда не нажата кнопка **Параметры получения данных** (Data Acquisition Param) на панели инструментов. Эта структура хранится для каждого пользователя, когда закрыто окно «Анализ в реальном времени» ("Real Time Analysis").

Панель заголовков	Отображает имена используемых в данный момент приложений, название процесса или имена файлов.
Главное меню	Отображает различные меню команд для открытого окна.
Панель инструментов	Отображает кнопки различных инструментов для открытого окна.
Вспомогательная панель	Список иконок соответствующих последовательности основных операций. Обычно, нужная операция выбирается нажатием на эти иконки.
Вид хроматограммы/спектра	Отображает в реальном времени данные, которые передаются от детектора в процессе получения данных.
Мониторинг прибора	Отображает различные параметры прибора на текущий момент времени. Используется, чтобы определять готов ли прибор для начала анализа.

3.1.3 Вспомогательная панель

В этом разделе описываются различные иконки, которые отображаются на вспомогательной панели во время получения данных.

	Вверх	Возвращает на дополнительную панель режима «Реальное время».
	Мастер настройки метода	Позволяет устанавливать параметры метода, используемые во время анализа, для ГХ, МС и автодозатора.
	Имя образца	Используется при единичном анализе для присвоения имени файлу данных, выбора номера вials и решения нужно ли печатать отчет.
	Загрузка	Загружает параметры установленные на панели параметров метода в прибор, и переводит прибор в режим готовности, чтобы можно было начать сбор данных.
	Старт	Начинает сбор данных. Появляется время проведения анализа и вид хроматограммы и спектра в реальном времени.
	Стоп	Останавливает МС операции. Программа возрастания температуры ГХ и временная программа продолжают. Операции ГХ останавливаются, если нажать кнопку STOP на хроматографе.
	Параметры прибора	Отображает параметры прибора. Можно выбрать Вкл/Выкл.
	Просмотр	Выводит окно «ГХМС обработка данных», где можно работать с МС данными, полученными от начала записи до момента нажатия кнопки Просмотр (Snap Shot) .
	Справка	Описывает процедуру получения данных.

3.1.4 Последовательность получения данных

Ниже описывается процесс получения данных.



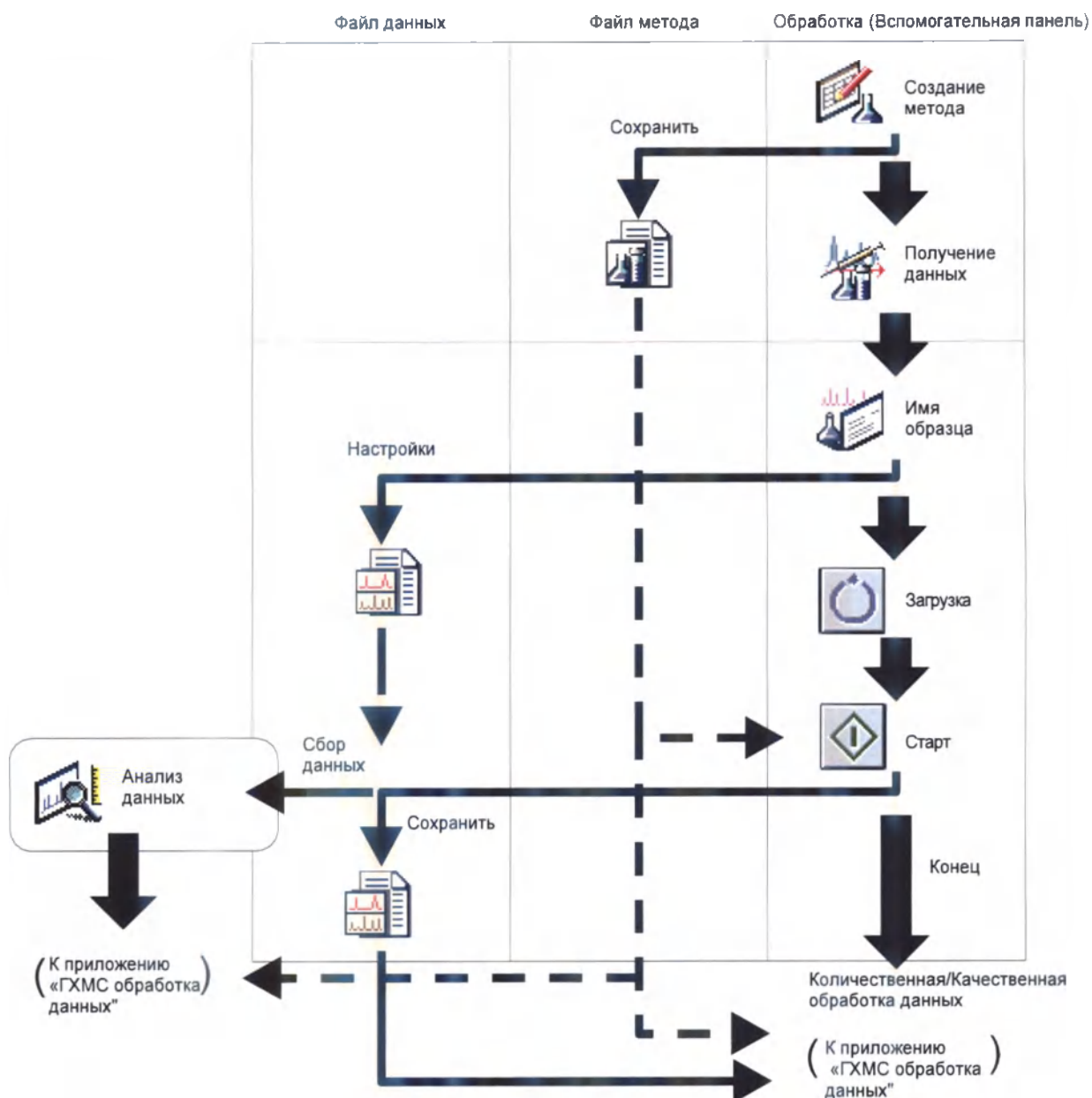


Рисунок 3.3 Процесс получения данных

3.2

3 Получение данных

Параметры создания метода

В этом разделе описывается, как создавать метод, используя параметры в окне «Получение данных» ("Acquisition"). Когда метод сохраняется как файл метода, результаты последовательных анализов могут быть получены с использованием одного и того же метода.

Перед тем как создавать метод, проведите конфигурацию системы, используя приложение «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis). Метод можно создавать в «Параметрах прибора» (**Instrument Parameters**) или используя «Мастер создания метода» (**Method Wizard**).

3.2.1 Параметры метода

Нажмите на иконку «Мастер создания метода» (Method wizard) на вспомогательной панели, чтобы открыть окно «Мастер создания метода» (Method wizard).

(1) Дозатор (Sampler)

Отображается, когда в конфигурации системы выбран АОС. Обратитесь к Разделу 3.2.2 "Закладка «Дозатор (автодозатор)»", стр. 86 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(2) ГХ параметры (1) (GC Parameters (1))

Отображается, когда в конфигурации системы выбран ГХ. Обратитесь к Разделу 3.2.3 "ГХ параметры (Закладка «ГХ»)", page 88 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(3) ГХ параметры (2) (GC Parameters (2))

Отображается, когда в конфигурации системы выбран ГХ. Обратитесь к Разделу 3.2.3 "ГХ параметры (Закладка «ГХ»)", page 88 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(4) МС параметры (1) (MS Parameters (1))

Отображается, когда в конфигурации системы выбран МС. Обратитесь к Разделу 3.2.4 "МС параметры (Закладка «ГХ»)", page 92 для получения информации о параметрах и настройках. Нажмите **Далее (Next)**, чтобы продолжить.

(5) МС параметры (2) (MS Parameters (2))

Отображается, когда в конфигурации системы выбран МС. Обратитесь к Разделу 3.2.4 "МС параметры (Закладка «ГХ»)", page 92 для получения информации о параметрах и настройках. Для завершения настроек, нажмите **ОК**. Закроется окно «Мастер создания метода» и создастся файл метода. Если требуются дополнительные настройки, то редактируйте в закладках «ГХ» и «МС» в окне «Параметры прибора» ("Instrument Parameter").

3.2.2 Закладка «Автодозатор»

Выберете Вид>Параметры инструмента>Закладка «Дозатор» (View > Instrument Parameters > Sampler tab). Появится закладка «Дозатор».

Sampler

AOC-201

of Rinses with Solvent (Pre-run): 0

of Rinses with Solvent (Post-run): 0

of Rinses with Sample: 0

Plunger Speed (Suction): ☒ High ☐ Middle ☐ Low

Viscosity Comp. Time: 0 sec

Plunger Speed (Injection): ☒ High ☐ Middle ☐ Low

Syringe Insertion Speed: ☒ High ☐ Low

Injection Mode: ID Name1 Sgt..

Advanced...

Рисунок 3.4 Параметры инструмента, закладка «Дозатор» (Sampler)

Сбор данных и анализ можно проводить и при установках по умолчанию. Обратитесь к таблице, если нужны более детальные настройки.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Кол-во промывок растворителем (перед анализом) (# of Rinses with Solvent (Pre-run))	Установите число раз промывок шприца растворителем перед вводом пробы. Когда выбран режим ввода с растворителем, этот параметр не доступен.		0 - 99	0
Кол-во промывок растворителем (после анализа) (# of Rinses with Solvent (Post-run))	Установите число раз промывок шприца растворителем после ввода пробы в хроматограф. Меняйте этот параметр, если закаливаете образцы различного типа, или если вводите один образец многократно.		0 - 99	1
Кол-во промывок образцом (# of Rinses with Sample)	Установите число раз промывок шприца образцом перед вводом пробы. Меняйте этот параметр, если закаливаете образцы различного типа, или если вводите один образец многократно.		0 - 99	2
Скорость штока (всасывание) (Plunger Speed (Suction))	Установите скорость штока при всасывании образца. Эта скорость применяется при всасывании для промывки образцом и для ввода образца. Для нажатия и для промывки растворителем, всегда используется высокая скорость всасывания.		Высокая, средняя, низкая	Высокая
Viscosity Comp. Time	Установите время выдержки между всасыванием и вводом. Жидкости с низкой вязкостью затягиваются в шприц сразу за штоком. Если используется жидкость с высокой вязкостью, следует устанавливать длительное время выдержки.	сек.	0 - 99.9	0.2

3 Получение данных

3.2 Параметры создание метода

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Скорость штока (ввод) (Plunger Speed (Injection))	Выберите скорость штока во время ввода образца. Это не скорость, с которой иглолка шприца входит в инжектор.		Высокая, средняя, низкая	Высокая
Скорость ввода иглолки шприца (Syringe Injection Speed)	Выберите скорость, с которой иглолка шприца входит в инжектор.		Высокая, низкая	Высокая
Режим ввода (Injection Mode)	Выберите обычный или один из режимов ввода с растворителем. Нажмите Установить (Set) , чтобы поменять режим ввода			0
Дополнительно (Advanced)	Позволяет делать более детальные настройки			
Режим ввода (Injection mode)	Устанавливает режим ввода. Чтобы открыть окно «Режим ввода» ("Injection Mode") и поменять настройки, нажмите на кнопку Настройки... (Setting...). Выберите из 5 предложенных вариантов. 0: Обычный ввод (Normal) (только образец) 1: Образец+воздух+растворитель (Sample + air + solvent) 2: Образец+растворитель (Sample + solvent) 3: Образец+воздух+стандарт+воздух+растворитель (Sample + air + Standard + air + solvent) 4: Образец+стандарт+р-ль (Sample + Standard + solvent) Если выбран режим ввода отличный от нормального (т.е. режим ввода с растворителем), выберете одну из следующих опций, чтобы установить кол-во промывок растворителем до ввода образца. Такое же, как кол-во промывок образцом до ввода (Same as number of sample rinses prior to injection) Такое же, как кол-во промывок р-лем после ввода (Same as number of solvent rinses after injection) После того как параметры выбраны, нажмите ОК, чтобы завершить настройку.		0 - 4 3: Можно выбрать, только если установлен AOC-20s. 4: Можно выбрать, только если установлен AOC-20s.	0

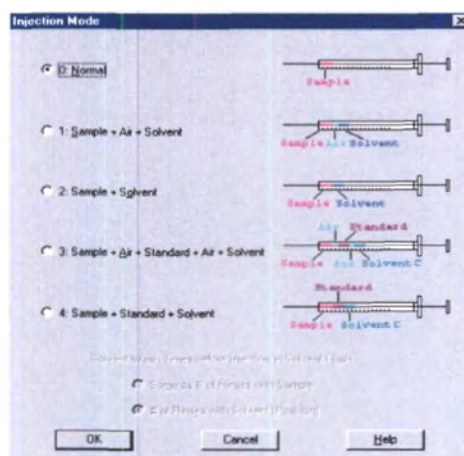


Рисунок 3.5 Диалоговое окно «Режим ввода» ("Injection Mode")



Примечание

Если нажать кнопку **Дополнительно (Advanced)**, то появятся более детальные параметры автодозатора. За более подробной информацией по определенным параметрам обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

3.2.3 Параметры ГХ (Закладка «ГХ»)

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для газового хроматографа. Выберите Вид>Параметры прибора>Закладка «ГХ» (View > Instrument Parameters > GC tab). Появится закладка «ГХ».



Рисунок 3.6 Параметры инструмента, закладка «ГХ» (GC)



Примечание

Параметр режима управления определяет, какие из параметров газа носителя будут отображаться. Параметры газа носителя включают в себя: давление на входе в колонку, поток по колонке, линейную скорость, деление потока, общий поток и поток газа носителя. Параметры управления давлением и потоком не могут быть установлены для прибора без электронной регулировки скорости потока.

**Примечание**

Если используется колонка большого диаметра (внутренний диаметр 0.53мм) для модели GCMS-QP2010 Ultra, то диапазон регулирования скорости потока при низких температурах термостата колонок сужается, и может служить причиной возникновения ошибок. Будьте внимательны при установке скорости потока, используйте следующие рекомендации.

Диапазоны регулирования (ввод максимального объема образца в колонку I.D. 0.53 мм, длина 30 м)

Температура термостата (°C)	Допустимый диапазон скорости потока (мл / мин)
50	10 - 15
100	7 - 15
150	6 - 15
200	4 - 15

В зависимости от скорости потока, ошибка может возникать, при понижении температуры, даже если при высокой температуре все протекает нормально.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Темп. термостата колонок (Column Oven Temp.)	Устанавливает температуру термостата колонок.	°C	-99 - *	50
Темп. инжектора (Injection Temp.)	Устанавливает температуру инжектора.	°C	-99 - *	25
Режим ввода пробы (Injection Mode)	Выбирает режим ввода пробы. Этот параметр не отображается для OCI/WBI.		С делением /без деления /прямой ввод (Split/ Splitless / Direct)	С делением (Split)
Время ввода образца (Sampling Time)	Если в качестве режима ввода выбран режим без деления потока, параметр «Время ввода образца» устанавливает интервал времени между вводом пробы и моментом, когда откроется делитель потока.	мин.	0 - 9999.99	1
Режим управления потоком (Flow Control Mode)	Выбирает режим управления потоком газа носителя. Поток (Flow) не может быть выбран, если установлены режимы ввода с делением или без деления потока (Split or Splitless).		Поток/линейная скорость/давление (Flow/Linear Velocity/ Pressure)	N/A в режиме с делением потока
Давление (Pressure)	Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct), а в качестве режима управления потоком выбран Поток (Flow).	кПа	0 - 970	100 кПа
		кгс/см ²	0 - 9.89	
		psi	0 - 140.7	
Общий поток (Total Flow)	Общий поток = Поток по колонке + Деление потока + Обдув септы. Поддерживается постоянное значение, не зависимо от температурной программы колонки. Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct), а в качестве режима управления потоком выбраны линейная скорость (Linear Velocity) или давление (Pressure).	мл/мин	0 - 1200	50

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Поток по колонке (Column Flow)	Отображает объемную скорость потока внутри колонки. Поток по колонке автоматически рассчитывается из значения давления на входе в колонку. Рекомендуется устанавливать значение потока по колонке не выше 15 мл/мин (не выше 4 мл/мин для модели GCMS-QP2010SE). Это из-за того, что при превышении этого значения получается недостаточная степень вакуума, и это может оказать плохое влияние на образование ионов.	мл/мин	GCMS-QP2010 Ultra: 0.00 – 20.00 GCMS-QP2010SE: 0.00 – 4.00	
Линейная скорость (Linear Velocity)	Отображает линейную скорость. Линейная скорость автоматически рассчитывается из значения давления на входе в колонку.	см/сек		
Обдув септы (Purge Flow)	Устанавливает обдув септы. Заблокировано в случае APC без обдува септы.	мл/мин	0.0 - 1200	
Деление потока (Split Ratio)	Устанавливает деление потока или отношение потока по колонке к сбрасываемому потоку. Если установлено деление потока, то система устанавливает скорость общего потока, основываясь на вычислении скорости потока газа носителя, так чтобы требуемое деление потока установилось при заданной температуре. Установите деление потока равное –1.0, чтобы зафиксировать скорость общего потока, не зависимо от температуры термостата. Этот параметр заблокирован, если в качестве режима ввода пробы выбран прямой ввод (Direct).		–1, 0 - 120000	–1
Подробнее об инжекторе (Detail of Injection Port)	Открывает окно «Дополнительные настройки инжектора» ("Detail Setting of Injection Port"). Если параметр выбран, то знаки становятся черными. Этот параметр заблокирован для WBI.			
Программа (Program)	Позволяет задавать временные шаги программы. Объект программирования (температура, давление, и/или скорость потока) можно выбрать в выпадающем списке.		Температура, Поток, Давление, обдув септы (Oven Temperature, Flow, Pressure, Purge Flow)	
Скорость (Rate)	Скорость подъема или уменьшения температуры, давления и скорости потока, выраженная в пошаговых единицах.			
Темп./Давление/Поток (Temp./Pressure/Flow)	Программируемые значения температуры, давления или скорости потока.			
Время выдержки (Hold Time)	Время в течение, которого поддерживаются заданные температура, давление или скорость потока.	мин	0 - 9999.99	
Колонка (Column)	Отображает параметры, относящиеся к колонке, задаваемые в окне «Конфигурация системы» (System Configuration). Чтобы поменять эти параметры, нажмите кнопку Установить (Set) в разделе «Колонка».			
Автоматическая установка нуля после готовности (Automatic Zero Correction after Ready)	Проводит автоматическую установку нуля после готовности прибора. Для детекторов отличных от MS.			

3 Получение данных

3.2 Параметры создание метода

CRG (Термостат) (CRG (Oven))	Использовать CRG для термостата колонок. Этот параметр отображается, если CRG (Термостат) отмечен в закладке «Опции» (Option) в GC2010 / окно «Конфигурация системы» (System Configuration).			
CRG (инжектор) (CRG (INJ))	Использовать CRG для охлаждения инжектора. Этот параметр отображается, если CRG (инжектор#2) отмечен в закладке «Опции» (Option) в GC2010 / окно «Конфигурация системы» (System Configuration).			

* Чтобы уточнить верхние пределы, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

Чтобы поменять изменяющиеся во времени в процессе получения данных параметры ГХ, создайте временную программу. Нажмите на кнопку **ГХ программа (GC Program)**, чтобы открыть диалоговое окно «ГХ программа» ("GC Program").

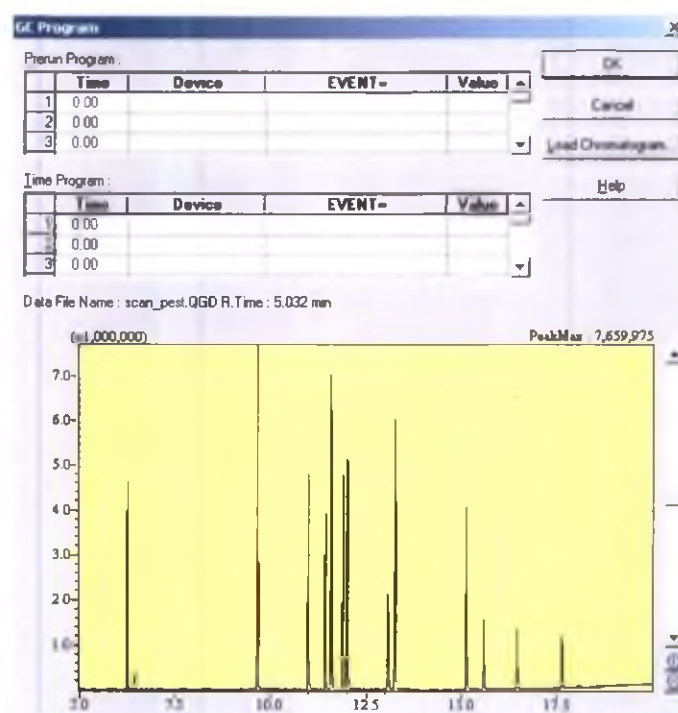


Рисунок 3.7 Диалоговое окно «ГХ программа» ("GC Program")

Предварительная программа (pre-run program) – это временная программа, которая контролирует работу различных элементов до анализа.

Программа во время анализа (run-time program) – это временная программа, которая контролирует работу различных элементов во время анализа.

Параметры	Описание	Ед-цы	Диапазон
Время (Time (min))	Введите время, когда выполнять команду.	мин	0 - 655

Устройство (Device)	Выберете устройство, которое будет использоваться из выпадающего списка. Устройства задаются в меню «Конфигурация прибора» (Instrument Configuration).		
Событие (Event)	Введите нужную команду. За более подробной информацией обращайтесь к «ГХ справке» (GCMS Help).		
Величина (value)	Введите значение, которое соответствует выбранному устройству и событию. За более подробной информацией обращайтесь к «ГХ справке» (GCMS Help).		



Примечание

Если в диалоговом окне «ГХ программа» ("GC Program") нажать кнопку **Загрузить хроматограмму (Load Chromatogram)**, то откроется диалоговое окно «Открыть файл данных ГХМС» ("GCMS Data File Open"), и можно посмотреть ТИС в существующем файле данных. Кликните на хроматограмме при выбранной одной из ячеек «Время» (Time), и в ячейку введется время удержания.

3.2.4 Параметры МС (Закладка «МС»)

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для МС. Выберите **Метод>Параметры прибора>Закладка «МС» (Method > Instrument Parameters > MS tab)**, чтобы просмотреть параметры МС.

MS |

GCMS-QP2010

Ion Source Temp.: 200 °C

Interface Temp.: 70 °C

Solvent Cut Time: 0.10 min

Micro Scan Width: 70

Detector Voltage: ☒ Relative to the Tuning Result ☐ Absolute

Threshold: 1000 kV

☒ Use MS Program GC Program Time: 0.00 min

Group#1	Event#1	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z
1		3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00				
2		0.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00				

Рисунок 3.8 Параметры инструмента, закладка «МС» (MS)

Сбор данных и анализ можно проводить и при установках по умолчанию. Обратитесь к таблице, если нужны более детальные настройки.

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон	По умолчанию
Температура (Temperature)	Введите температуру ионного источника.	°C	GCMS-QP2010 Ultra: 140 – 300 GCMS-QP2010SE: 140 – 260	Значение установленное в окне «Конфигурация системы» (System Configuration)
Темп. блока соединения (Interface Temperature)	Если ГХ подсоединен, то можно задавать температуру блока соединения ГХ и МС. Если ГХ не подсоединен, то температура блока соединения отображается на сером фоне.	°C	0 - *	25
Задержка на время выхода растворителя (Solvent Cut Time)	Установите время включения филамента, сразу после выхода растворителя. Обычно, при вводе образца большое количество растворителя попадает в систему анализа. Из-за этого резко снижается вакуум внутри ионного источника, что оказывает неблагоприятное влияние на филамент и другие части. Чтобы это предотвратить, выключают филамент на то время, пока растворитель находится в системе. Примечание: Если в образце анализируемые пики выходят до выхода растворителя, используйте МС программирование для установления времени выключения и включения филамента.	мин.	0 - 9999.9	2.00
Напряжение на детекторе (Detector Voltage)	Установите напряжение в детекторе. Абсолютно (Absolute): используется, когда напрямую задается напряжение. Относительно результатов настройки (Relative to the Tuning Result): используется, когда абсолютное значение напряжения устанавливается в используемом файле настройки. Можно использовать положительные (+) и отрицательные (-) символы. Внимание: Если установлено максимальное напряжение, то будет определяться большое количество ионов и детектор может выйти из строя. Однако если прибор не новый и чувствительность падает, то напряжение на детекторе можно постепенно повышать.	кВ	абс: 0.50 - 2.50 отн.: -2.00 - 2.00	отн. 0
Порог (Threshold)	Установите допустимый уровень шума. Сигналы от ионов ниже этого значения будут расцениваться как шум и удаляться из данных. Этот параметр устанавливается, если в качестве режима получения данных выбран сканирование (Scan).	count	0 - 9999	1000
Использовать МС программу (Use MS Program)	Решите, использовать ли МС программирование. Если выбрано, то активна кнопка Установить (Set) .			
Ширина микро сканирования (Micro Scan Width)	Установите ширину сканирования, если проводятся измерения с микро сканированием. Диапазон установки от 0.00 до 1.00. Если установлено "0," то микро сканирование не проводится. Об измерении с микро сканированием: При анализе в режиме SIM, данные собираются при закреплённом определенном значении m/z. Микро сканирование – это метод сбора данных с диапазоном МС сканирования меньше минуты. При использовании этого метода можно ожидать хорошей воспроизводимости данных.	a.e.m.	0.00 - 1.00	0

* Чтобы уточнить верхние пределы, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

Параметры, приведенные ниже, различаются, в зависимости от того какой режим получения данных выбран Scan или SIM.

Параметры режима Scan

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z
1	3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00
2	3.00	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00

Рисунок 3.9 Параметры режима Scan

Параметр	Описание	Ед-цы
Время старта (Start Time)	Установите время начала сбора данных.	мин.
Время остановки (End Time)	Установите время окончания сбора данных.	мин.
Режим сбора данных (Acquisition mode)	Выберете scan.	
Время события (Event Time)	Установите интервал для сигнала сканирования.	сек.
Начало m/z (Start m/z)	Установите начальное значение m/z диапазона массовых чисел.	u
Конец m/z (End m/z)	Установите конечное значение m/z диапазона массовых чисел.	u
Скорость сканирования (Scan Speed)	Устанавливает скорость, с которой будет проводиться сканирование в заданном диапазоне значений m/z. Она будет автоматически выбрана и отображена из возможных настроек в соответствии с измерением диапазона m/z и времени события. Маленькое значение (медленное сканирование) сокращает шумы.	

Параметры режима SIM

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z
1	3.00	10.00	SIM	0.30				298.30	191.00	141.00	156.50
2	0.00	0.00	SIM	0.30				0.00	0.00	0.00	0.00

Рисунок 3.10 Параметры режима SIM

Параметр	Описание	Ед-цы
Время старта (Start Time)	Установите время начала сбора данных.	мин.
Время остановки (End Time)	Установите время окончания сбора данных.	мин.
Режим сбора данных (Acquisition mode)	Выберете SIM.	
Время события (Event Time)	Установите интервал для сигнала сканирования.	сек.
Кан1-m/z - Кан64-m/z (Ch1-m/z - Ch64-m/z)	Установите значения m/z для каждого канала	u

Параметры FASST (Fast Automated Scan/SIM Type)

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z	Ch4 m/z
1	3.00	10.00	Scan	0.50	666	40.00	350.00				
	3.00	10.00	SIM	0.30				298.30	191.00	141.00	156.50
2	0.00	0.00	Scan	0.30	0	0.00	0.00				

Рисунок 3.11 Если выбраны режимы Scan и SIM одновременно

Если в двух соседних строках одинаково выставлены время старта и время остановки соответственно, то данные из двух строк записываются друг за другом. В этом случае, первая строка называется Событие 1 (Event 1), а вторая – Событие 2 (Event 2).

Номера групп отображаются в левой колонке таблицы. Если для группы установлено два события (two events), то номер группы отображается только в строке «Событие 1» (Event 1). Номер события и номер группы для каждой строки отображается слева над таблицей, как «Номер группы-Номер события» ("Group Number-Event Number"). Максимальное число событий в группе - 2. Установите режим сбора данных (Acquisition mode) Scan для События 1, и SIM для События 2.

Для получения более подробной информации смотрите эксплуатационное руководство к измерению в режиме FASST.



Примечание

Можно установить до 128 групп.

Однако, если открыть файл метода, содержащий более 65 групп через программу GCMSSolution с более ранней версией, чем 2.40, то файл может запуститься с ошибками. Данный файл не будет работать соответствующим образом. И не будет возможности показать хроматограммы для групп после 65.

Чтобы поменять изменяющиеся во времени в процессе получения данных параметры МС, используйте временную программу. Выберите пункт «Использовать МС программу» (Use MS Program), и затем нажмите на кнопку **Установить (Set)**, чтобы открыть диалоговое окно «МС программа» ("MS Program").



Рисунок 3.12 Диалоговое окно «МС программа» ("MS Program")

Введите параметры в таблицу МС программы, как описано ниже.

Параметр	Описание	Ед-	Диапазон	
Время (мин) (Time (min))	Введите время, когда выполнять команду.	мин.		
Команда (Command)	Выберете команду для выполнения во время получения данных Нажмите на соответствующую ячейку, и в ней появится выпадающий список. Выберите команду из списка.			
	Напряжение на детекторе (DetectorVolts=)	Меняет напряжение на детекторе в указанное время.	кВ	0.50 - 2.50
	Вкл филамента (FilamentON)	Включает филамент в указанное время.		Нет значения.
	Выкл филамента (FilamentOFF)	Выключает филамент в указанное время.		Нет значения.
	Открыть PFTBA (PFTBAOpen)	В указанное время открывает соленоидный клапан стандарта (PFTBA).		Нет значения.
	Закрыть PFTBA (PFTBAClose)	В указанное время закрывает соленоидный клапан стандарта (PFTBA).		Нет значения.
	Reagentgas1открыть	Открывает соленоидный клапан reagent gas1.		Нет значения.
	Reagentgas1закрыть	Закрывает соленоидный клапан reagent gas1.		Нет значения.
	Reagentgas2 открыть	Открывает соленоидный клапан reagent gas1.		Нет значения.
	Reagentgas2 закрыть	Закрывает соленоидный клапан reagent gas1.		Нет значения.
Величина (Value)	Устанавливает значения для параметров команд, где требуется.			



Примечание

Если в диалоговом окне «МС программа» ("MS Program") нажать кнопку Загрузить хроматограмму Load Chromatogram, то откроется диалоговое окно «Открыть файл данных ГХМС» ("GCMS Data File Open"), и можно посмотреть TIC в существующем файле данных. Кликните на хроматограмме при выбранной одной из ячеек «Время» (Time), и в ячейку введется время удержания.

3.3

3 Получение данных

Настройки единичного анализа

В этом разделе описывается, как устанавливать параметры для единичного анализа, включая имя образца, ID образца, имя файла данных и параметры автодозатора, если он используется.

3.3.1 Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login")

Выберете иконку **Имя образца (Sample Login)**, которая находится на вспомогательной панели окна получения данных. Откроется диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login").

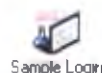


Рисунок 3.13 Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login")

Имя образца (Sample Name)	Укажите имя образца. Имя используется для идентификации файлов данных и выводится в отчетах.
Номер образца (Sample ID)	Укажите ID номер или серийный номер образца. Полезно вводить этот пункт, так как его можно использовать, как параметр для поиска файла данных. Его можно изменять во время процесса получения данных. Можно вводить до 31 знака.
Файл данных (Data File)	Укажите имя файла для сохранения полученных данных. Расширение файла добавляется автоматически. Если заводится только имя файла, то путь файла становится таким же, как и путь файла метода, открытого для получения данных.
Базовая линия (Base Line Data)	Укажите имя файла данных дифференциальной хроматограммы (хроматограммы базовой линии). Эта строка доступна только тогда, когда используется ГХ детектор.
Описание данных (Data Description)	Введите комментарии, которые будут находиться в файле данных.

Если нажать на кнопку Папка (Folder), которая находится справа от строки ввода, то откроется диалоговое окно «Выбрать файл данных» ("Select Data File"). Выберите директорию, куда сохранять файл данных, и введите имя файла.

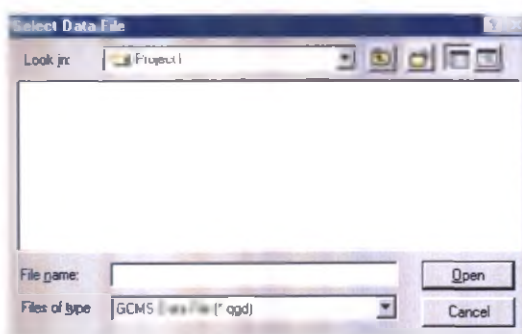


Рисунок 3.14 Диалоговое окно «Выбрать файл данных» ("Select Data File")



Примечание

Если Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login") используется для анализа образца несколько раз подряд, или если введенное имя файла уже существует, подтвердите, перезаписывать ли файл, когда начнется анализ. Добавьте номер к имени файла и используйте функцию автонумерации в таблице серии, чтобы избежать перезаписывания. Отметьте, если надо дублировать имена файлов, до начала получения данных.

Параметры дозатора (Смотри Рисунок 3.13 Диалоговое окно «Имя образца» ("Sample Login"))

Номер виалы (Vial #)	Укажите позицию, которую занимает виала в автодозаторе. Когда задано значение «0» или «-1», данные будут получены без ввода пробы в инжектор из автодозатора.
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Укажите количество вводимой пробы. Это количество будет вводиться столько раз, сколько указано в Mult Inj. Times.
Multi Inj. Times	Укажите сколько раз вводить образец.
Файл настройки (Tuning File)	Если строка «Файл настройки» (Tuning File) оставляется пустой, то используется либо файл настройки, использовавшийся при последнем анализе или сохраненный при последней настройке. Если заводится только имя файла, то путь файла: GCMSsolution\System\Tune# (# системный номер; GCMSsolution – это папка, указанная в процессе установки.)
Емкость шприца (Syringe Capacity)	Подтвердите емкость шприца, указанную в Конфигурации системы (System Configuration). Имейте в виду, что этот параметр нельзя править в диалоговом окне «Имя образца» ("Sample Login").
Отчет (Report)	Выберете отчет, который распечатается сразу по завершению сбора данных. Введите полное имя файла отчета, который будет использоваться для печати, или нажмите кнопку Папка (File Folder), чтобы найти нужный файл. Появится диалоговое окно «Выбрать файл отчета» ("Select Report Format File"). Выберите файл и нажмите кнопку Открыть (Open). В строке ввода «Отчет» отобразится полный путь файла. Если заводится только имя файла, то путь файла становится таким же, как и путь файла метода, открытого для получения данных.

Если нажать на кнопку **Папка (Folder)**, которая находится справа от строки ввода, то откроется диалоговое окно «Выбрать файл отчета» ("Select Report Format File"). Откройте директорию, в которой сохранен файл, и выберите имя файла.



Рисунок 3.15 Диалоговое окно «Выбрать файл отчета»
("Select Report Format File")

Чтобы ознакомиться с описанием дополнительных параметров окна «Имя образца» (Sample Login Advanced parameters), обратитесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

3.4 Получение данных

3.4.1 Ожидание

В этом разделе описывается подготовка прибора и получение данных. В процессе записи, данные отображаются в реальном времени, а после завершения, они сохраняются как файл данных.

В процессе ожидания, метод загружается в прибор и идет подготовка прибора к анализу.

Выберете иконку **Ожидание (Standby)**, которая находится на вспомогательной панели окна «Получение данных».



Примечание

Если выбрана иконка **Загрузка (Download)**, а метод не был сохранен, то появится диалоговое окно, с напоминанием пользователю, что нужно сохранить метод. Чтобы сохранить метод, нажмите **Да (Yes)**. Если метод был сохранен ранее, то старый файл метода перезапишется с новой информацией. Если метод не был сохранен ранее, то появится диалоговое окно «Сохранить файл метода как» ("Save Method File As"). Выберите директорию, введите имя файла, и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**. Затем метод загрузится в прибор.

Чтобы загрузить метод в прибор, не сохраняя его, выберите кнопку **Нет (No)**. Метод загрузится в прибор.

Чтобы отменить загрузку метода в прибор, выберите кнопку **Отменить (Cancel)**.

3.4.2 Старт

Выберете иконку **Старт (Start)**, которая находится на вспомогательной панели окна «Получение данных». Сбор данных и анализ будут проводиться, как указано в выбранном методе.



Спектр и хроматограмма отображаются в реальном времени.



Примечание

При нажатии на кнопку **Старт (Start)** на ГХ блоке, также начинается запись данных, не зависимо от того используется автодозатор или нет.



Примечание

Во время работы программы [ГХМС анализ в реальном времени] (GCMS Real Time Analysis) не присоединяйте и не отсоединяйте какие-либо устройства имеющие USB разъем (такие как USB память или принтеры), а также не включайте или не выключайте питание. В противном случае это может привести к разрыву связи с прибором.

3.4.3 Анализ данных

В процессе сбора данных, полученные данные записываются в файл данных. Если запустить приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis), нажатием на иконку **Просмотр (Snap Shot)** на вспомогательной панели окна «Получение данных», то появятся записанные данные.



Примечание

Для получения более подробной информации о приложении «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis), обращайтесь к [Главе 4 "Качественный анализ"](#) на стр. 103 и к [Главе 5 "количественный анализ"](#) на стр. 127.

3.4.4 Стоп

Получение данных и анализ могут быть остановлены в течение записи. Нажмите на иконку **Стоп (Stop)** на вспомогательной панели окна «Получение данных».



Внимание

Если получение данных и анализ остановлены при помощи команды «Стоп», то МС программа сразу же останавливается, а температурная программа ГХ не останавливается, пока не пройдет до конца. Это предотвращает возможность оседания остатков образца в колонке. Чтобы остановить ГХ незамедлительно, нажмите кнопку **Стоп (Stop)** на ГХ блоке.

3

3.5 Мониторинг прибора

В этом разделе описываются процедуры мониторинга текущего состояния прибора. Нажмите кнопку **Детали (Detail)** в разделе «Мониторинг прибора» (Instrument Monitor), чтобы задать значения и установить в нулевое положение величины количества раз использования расходных деталей.

3.5.1 Мониторинг прибора

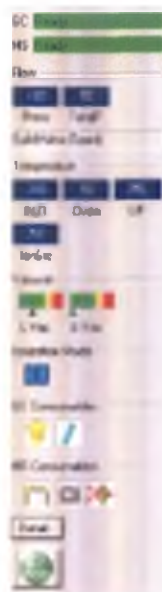


Рисунок 3.16 Мониторинг прибора

Пункты	Описание
ГХ, МС (GC, MS, HS)	Окрашивается в разные цвета, в зависимости от текущего состояния ГХ, МС, HS. Для получения более подробной информации обратитесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).
Блоки (Units)	Выберете Линию 1 или Линию 2 (Line 1 or Line 2), чтобы просмотреть информацию, относящуюся к соответственному блоку. Эти кнопки появляются, только если подсоединена ВТОРАЯ ЛИНИЯ .
Вакуум (Vacuum)	Показывает вакуум с помощью графика. Треугольный Triangle указатель передвигается в соответствие с реальным значением. Когда ионный измеритель установлен на «Ничего» ("None") в окне «Конфигурация системы» (System Configuration), высокий вакуум не показывает. Высокий вакуум отображается только для модели GCMS-QP2010 Ultra.
ГХ и МС расходные детали (GC Consumables, MS Consumables)	Чтобы показать, что требуется текущий ремонт или замена, меняется фон иконок. Для более подробной информации смотрите Помощь в программе GCMSSolution.
Другие параметры (Other Parameters)	Чтобы установить другие параметры, нажмите кнопку Детали.. (Detail...) , и откроется окно «Детали мониторинга прибора» ("Instrument Monitoring Details"). Для получения информации по каждому параметру, обратитесь к «ГХМС справке»(GCMS Help).

4 Качественный анализ

4.1

Обзор

В этом разделе описывается, как использовать приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS PostRun Analysis) для проведения качественного анализа предварительно полученных данных и распечатывать отчет.

4.1.1 Окно "Качественный анализ данных"

Проводник данных Панель заголовков Главная панель Панель инструментов Вид хроматограммы

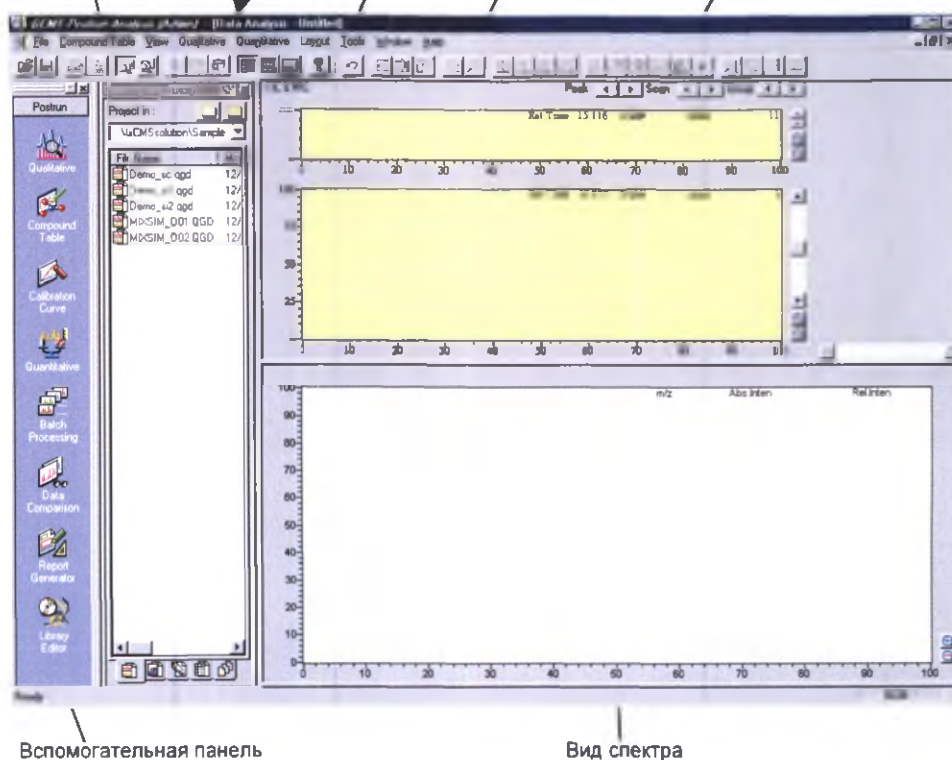


Рисунок 4.1 Окно «Качественный анализ данных» ("Qualitative Data Analysis")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из текущего файла данных. Все полученные данные отображаются вверху окна TIC. TIC, MIC and MC отображаются внизу окна MS.
Вид спектра	Отображает масс спектр на текущий момент времени.

4.1.2 Алгоритм качественного анализа

Алгоритм качественного анализа приведен ниже.

Создание метода	Параметры прибора для ГХ и МС, а так же качественные и количественные параметры, параметры просмотра данных и QA/QC параметры задаются в файле метода. Создайте новый файл метода, используя окно «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis), или измените параметры в уже существующем файле метода. Для получения более подробной информации о создании файла метода смотрите Раздел 3.2 "Параметры создания метода", стр. 85.
Ввод образца и получение данных	Получение данных отображается в окне «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis). Введите информацию о единичном образце в окне «Получение данных» ("Data Acquisition"), или введите информацию о нескольких образцах в окне «Выполнение серии» ("Batch Processing"). Начните единичный или серийный анализ. Для получения более подробной информации о получении данных, обращайтесь к Разделу 3.3 "Настройки единичного анализа", стр. 97 и Разделу 3.4 "Получение данных", стр. 100.
Анализ данных	Откройте «ГХМС обработку данных» (GCMS Postrun Analysis), и нажмите на иконку Качественный анализ (Qualitative Analysis) на вспомогательной панели. Эта глава описывает проведение качественного анализа и создание отчета.

1 Просмотр полученных данных

Откройте «ГХМС обработку данных» (GCMS Postrun Analysis), и нажмите на иконку **Качественный анализ (Qualitative Analysis)** на вспомогательной панели.

Окно «Анализ данных» ("Data Analysis") отобразится в режиме качественного анализа. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в Проводнике данных, и дважды кликните на нужный файл данных.

Полученные данные отображаются в поле «Вид хроматограммы».

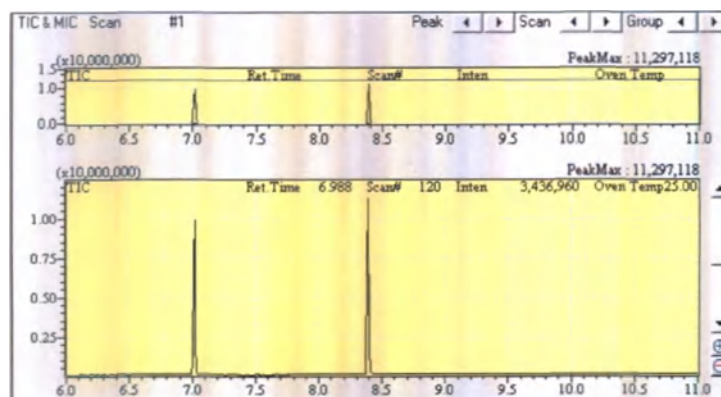


Рисунок 4.2 Вид хроматограммы

2. Интегрирование пиков

Пики нужно разметить, до того как выбирать спектры для поиска по библиотеки. Пики можно размечать вручную или автоматически. Обратитесь к [Разделу 4.3 "Интегрирование пиков"](#), стр. 110.

3. Поиск по библиотеке

«Поиск по библиотеке» пытается сопоставить спектры проинтегрированных пиков со спектрами, принадлежащими известным компонентам, в файле библиотеки. По каждому спектру подходящие варианты, с разной степенью подобия, отображаются в списке. Выберете один из вариантов, чтобы определить компонент в образце, путем сравнения известного компонента и спектров образца. Обратитесь к [Разделу 4.4 "Поиск по библиотеке"](#), стр. 122.

4. Печать отчета качественного анализа

При использование поиска по библиотеке, целевой компонент сравнивается с вариантами из библиотеки; можно распечатать три типа отчетов о найденных по библиотеке подходящих вариантах. Обратитесь к [Разделу 4.5 "Печать результатов"](#), стр. 125.

4.2

➤ 4 Качественный анализ

Вывод на экран спектра

Этот раздел описывает, как выводить на экран масс спектр для любого времени удерживания на хроматограмме.

4.2.1 Отображение спектра

1. Чтобы отобразился спектр, который соответствует определенному времени выхода, щелкните дважды на нужное место на хроматограмме. Спектр появится в поле «Вид спектра».
2. Чтобы отобразился спектр, который соответствует компоненту, занесенному в таблицу компонентов (Compound Table), выберите нужную строку в таблице. Если проводится количественный анализ и компонент определен, то спектр создается для времени удерживания пика, установленного в закладке «Обработка спектра» (Spectrum Process) в диалоговом окне «Параметры качественного параметра» ("Qualitative Parameters"). Спектр появится в поле «Вид спектра».
3. Чтобы отобразился спектр, который занесен в таблицу обработки спектра (Spectrum Process Table), выберите нужную строку в таблице. Спектр появится в поле «Вид спектра».
4. Чтобы отобразился спектр, из качественных данных интегрирования пика, выберите нужную строку в качественной таблице пиков (Qualitative Peak Table). Спектр создается для времени удерживания пика, установленного в закладке «Обработка спектра» (Spectrum Process) в диалоговом окне «Параметры качественного параметра» ("Qualitative Parameters"). Спектр появится в поле «Вид спектра».



Примечание

Если время удерживания попадает в интервал измерений FASST, отображается Scan спектр.

4.2.2 Усреднение спектра и работа с фоном

1. Чтобы получить чистый спектр, усредните диапазон массовых спектров. Сначала включите функцию «Усреднение» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид>Математическая обработка>Усреднение (View > Spectrum Calculation > Average)**, или щелкните правой кнопкой мыши на хроматограмме и выберите **Математическая обработка >Усреднение (Spectrum Calculation > Average)**. Когда находитесь в режиме усреднения на поле «Вид хроматограммы» перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон, по которому хотите провести усреднение. Усредненный спектр отобразится в поле «Вид спектра». Как правило, более эффективно усреднение вокруг вершины пика.
2. Чтобы вычесть из спектра фон, сначала отобразите оригинальный или усредненный спектр. Затем включите функцию «Вычитание» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид> Математическая обработка >Вычитание (View >Spectrum Calculation > Subtract)**, или щелкните правой кнопкой мыши на хроматограмме и выберите **Математическая обработка >Вычитание (Spectrum Calculation >Subtract)**. Когда находитесь в режиме усреднения на поле «Вид хроматограммы», определите время удерживания, относящиеся к фону, и щелкните кнопкой мыши на этом месте два раза. Спектр, который отобразится в поле «Вид хроматограммы», представляет собой разницу между оригинальным или усредненным спектром и спектром фона.

Также можно вычитать усредненный спектр фона. Сначала отобразите оригинальный или усредненный спектр. Затем включите функцию «Вычитание усредненного спектра» в поле «Вид хроматограммы». Для этого выберите **Вид> Математическая обработка >Вычитание усредненного спектра (View > Spectrum Calculation > Subtract Averaged Spectrum)**, или щелкните правой кнопкой мыши на хроматограмме и выберите **Математическая обработка >Вычитание усредненного спектра (Spectrum Calculation >Subtract Averaged Spectrum)**. Когда находитесь в режиме усреднения на поле «Вид хроматограммы» определите диапазон времен удерживания, относящийся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Спектры усредняются в этом временном диапазоне. Затем вычтете как фон из спектра, отображенного в поле «Вид спектра». Обычно, за фон принимают диапазон вблизи начала или конца пика.

3. Чтобы вычесть фон повторно, выберите **Вид> Математическая обработка >Вычитание (View>Spectrum Calculation>Subtract)**. Когда находитесь в режиме усреднения на поле «Вид хроматограммы» определите диапазон времен удерживания, относящийся к фону, и щелкните кнопкой мыши на этом месте два раза, удерживая клавишу [Shift]. После этого результат вычитания отобразится без удаления предыдущего результата. Или выберите в меню **Математическая обработка >Вычитание усредненного спектра (Spectrum Calculation >Subtract Averaged Spectrum)**, определите диапазон времен удерживания, относящийся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Усредненный спектр вычтется в диапазоне, обозначенном перетаскиванием мышки, без удаления предыдущего результата.



Примечание

Если усреднение спектра происходит в интервале измерения FASST, то используется Scan спектр.
Если спектр, который вычитается, получен в режиме FASST, то для вычитания используется Scan спектр.

Примечание

На панели инструментов имеются кнопки **Усреднение спектра (Average Spectrum)**, **Вычитание спектра (Subtract Spectrum)**, и **Усреднение и вычитание спектра (Average & Subtract spectrum)** для более простого доступа к функциям математической обработки спектра. Используйте эти три кнопки как указано ниже.



Усреднение спектра

Нажмите на кнопку, перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон, по которому хотите провести усреднение. Усредненный спектр отобразится в поле «Вид спектра».



Вычитание спектра

Нажмите на кнопку, определите время удерживания, относящиеся к фону, и щелкните кнопкой мыши на этом месте два раза. Спектр, который отобразится в поле «Вид хроматограммы», представляет собой разницу между оригинальным или усредненным спектром и спектром фона.



Усреднение и вычитание спектра

Нажмите на кнопку, определите диапазон времен удерживания, относящийся к фону, и перетащите курсор мышки от начального времени удерживания до конечного, чтобы обозначить диапазон. Спектры усреднятся в этом временном диапазоне. Затем вычтете как фон из спектра, отображенного в поле «Вид спектра».

4.2.3 Отображение результатов математической обработки спектров

Диапазон времени удерживания, используемый для обсчета результирующего спектра, отображается вверху поля «Вид спектра». Смотрите таблицу, приведенную ниже, с простыми примерами, как отображаются временные диапазоны.

[10.000]	Спектр в точке времени удерживания 10.000 мин.
[10.000 -> 10.100]	Результирующий спектр, усредненный по диапазону времен удерживания от 10.000 min до 10.100 мин.
[10.000] - [10.500]	Результирующий спектр, полученный вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.500 мин из спектра в точке времени удерживания 10.000 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500]	Результирующий спектр, полученный вычитанием спектра в точке времени удерживания 10.500 мин из усредненного спектра по диапазону времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500 -> 11.000]	Результирующий спектр, полученный вычитанием усредненного спектра по диапазону времени удерживания от 10.500 мин до 11.000 мин как фона из усредненного спектра по диапазону времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин.
[10.000 -> 10.100] - [10.500] - [10.040]	Записывает результирующий спектр, полученный, когда спектр в точке времени удерживания 10.500 мин вычитается из усредненного спектра по диапазону времени удерживания от 10.000 мин до 10.100 мин, а потом из этого вычитается спектр в точке времени удерживания 10.040 мин.



Примечание

Чтобы сохранить результирующий спектр для дальнейшего сравнения, зарегистрируйте его в таблицу обработки спектров (Spectrum Process Table). Для этого выберите **Качественный>Зарегистрировать в таблице обработки спектров (Qualitative > Register to Spectrum Process Table)**, или кликните на спектре правой кнопкой мышки и выберите **Зарегистрировать в таблице обработки спектров (Register to Spectrum Process Table)** в «всплывающем» меню. Выберите **Качественный>Показать таблицу качественного анализа (Qualitative > Show Qualitative Table)**, чтобы просмотреть таблицу обработки спектров (Spectrum Process Table). Чтобы отобразился спектр, сохраненный в таблице, выберите нужную строку.

4.3 Интегрирование пиков

В этом разделе описывается, как размечать пики на полученной хроматограмме. Пики можно интегрировать вручную или автоматически.

4.3.1 Ручное интегрирование пиков

1. Нажмите на кнопку Ручное интегрирование пиков для TIC/MIC (Manual Peak Integrate for TIC/MIC) на панели инструментов, или выберите Качественный > Ручное интегрирование пиков (Qualitative > Manual Peak Integrate).
2. Когда курсор передвигается по хроматограмме, он отображается как вертикальная линия. Перетащите курсор от начала до конца пика, который хотите разметить.

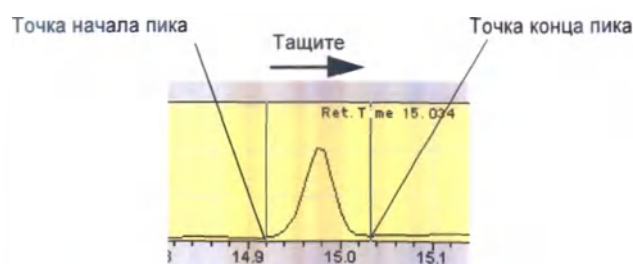


Рисунок 4.3 Выбор пика для ручного интегрирования

Появится диалоговое окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line").

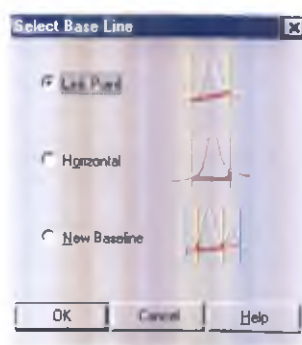
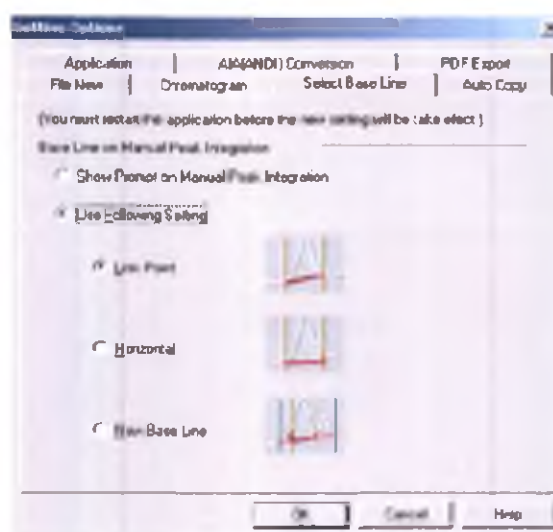


Рисунок 4.4 Диалоговое окно «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line")

Примечание

Выберете **Инструменты>Опции (Tool > Option)**, появится закладка «Выбрать базовую линию» ("Select Base Line"). Если выбрано «Показывать подсказки при ручном интегрировании» (Show Prompt on Manual Peak Integration), то при ручной обработке пиков будет появляться окно «Выбрать базовую линию» (Select Base Line). Если выбрано «Использовать следующие установки» (Use Following Setting), то базовая линия будет проводиться, как выбрано из трех следующих опций, а окно «Выбрать базовую линию» (Select Base Line)

появляться



не будет.

3. Выберете, как следует проводить базовую линию: Соединять точки (Link Point), Горизонтально (Horizontal) или Новая базовая линия (New Baseline). Нажмите **ОК**.

- Опция «Соединять точки» (Link Point) использует выбранные на хроматограме точки начала и конца пика в качестве точек начала и конца для базовой линии. Точки начала и конца базовой линии должны находиться на хроматограме.
- Опция «Горизонтально» (Horizontal) проводит базовую линию горизонтально по нижней точке интенсивности между выбранными на хроматограме точками начала и конца пика. Точки начала и конца базовой линии должны находиться на хроматограме.
- После того как выбрана опция «Новая базовая линия» (New Baseline) и нажата кнопка **ОК**, используйте функцию перетаскивания, чтобы определить базовую линию отдельно от пиков. В первый раз перетащите курсор, чтобы определить точки начала и конца пика. После этого закройте диалоговое окно «Выбрать базовую линию» (Select Base Line), и перетащите курсор для определения точки начала и конца базовой линии.

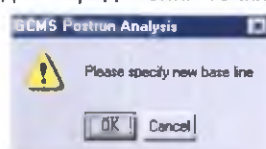


Рисунок 4.5 Установить новую базовую линию



Примечание

После установления базовой линии, на хроматограме размечаются пики и отображается спектр. Если отображается спектр для другого времени удерживания, то нажимайте кнопки Пиков () В верхней части поля хроматограммы, до тех пор, пока не отобразится спектр нужного пика.

4.3.2 Автоматическое интегрирование пиков

1. Выберите **Качественный > Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters)**. Появится диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters").

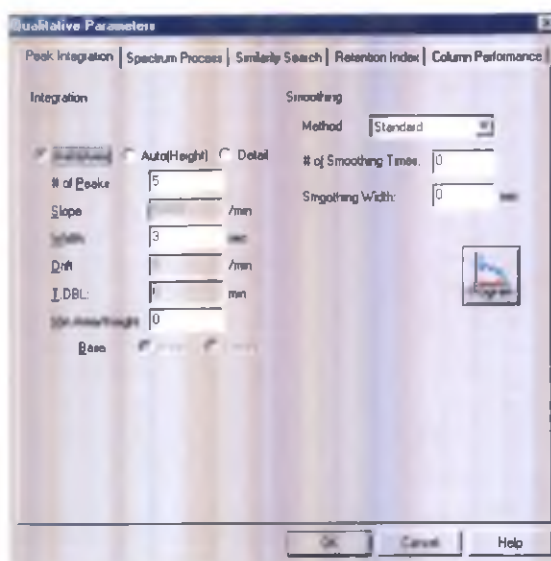


Рисунок 4.6 Закладка «Качественные параметры интегрирования пиков» (Qualitative Parameters Peak Integration)

2. Введите параметры для интегрирования пиков в закладке «Качественные параметры интегрирования пиков» (Qualitative Parameters Peak Integration).

Параметры интегрирования пиков

Интегрирование пиков проводится в соответствии с параметрами интегрирования пиков. Кнопка **Программа (Program)** появляется только тогда, когда проводится интегрирование пиков для качественного анализа. Временная программа интегрирования пиков для количественного анализа устанавливается в ячейке «Программа» (Program) в таблице компонентов (Compound Table).

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
Интегрирование (Integration)	Выберете для интегрирования пиков Авто (Площадь) (Auto (Area)), Авто (Высота) (Auto (Height)), или Детально (Detail). Авто (Площадь): Наклон автоматически устанавливается, пока не разметится столько пиков, сколько указано в ячейке «Кол-во пиков» (# of Peaks). Если после установки наклона не получится заданное количество пиков, то для того, чтобы достигнуть заданного количества дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями. Подтвердите окончательный наклон в таблице пиков качественного анализа (Qualitative Peak Table). Авто (Height): Наклон автоматически устанавливается, пока не разметится столько пиков, сколько указано в ячейке «Кол-во пиков» (# of Peaks). Если после установки наклона не получится заданное количество пиков, то для того, чтобы достигнуть заданного количества дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями. Подтвердите окончательный наклон в таблице пиков качественного анализа (Qualitative Peak Table). Детально: Интегрирование пиков основывается на следующих параметрах: Наклон (Slope), ширина (Width), дрейф (Drift) и T.DBL.		
Кол-во пиков (# of Peaks)	Если в качестве метода интегрирования выбраны Авто (Площадь) (Auto (Area)) или Авто (Высота) (Auto (Height)), то этот параметр устанавливает количество пиков, которые надо разметить. В зависимости от хроматограммы, этот параметр может не встречаться напрямую. Если не достигается заданное количество пиков, дополнительно размечаются пики с наибольшими площадями, пока не получится заданное количество. Если в качестве метода интегрирования выбран «Детально» (Detail), этот параметр не активен.		
Наклон (Slope)	Этот параметр устанавливает чувствительность к детектированию пиков. Наклон, используемый для определения начальной и конечной точек пика, рассчитывается по касательной к пику. Точка, в которой наклон достигает заданного значения, является началом пика. Точка, в которой отрицательный наклон достигает заданного значения, является концом пика. Начальная и конечная точки рассчитываются из четверти значения параметра ширины пика. Если значение параметра наклона велико, то чувствительность будет низкой. Если значение параметра наклона маленькое, то чувствительность будет высокой, но также будут размечаться и широкие пики. Предосторожности параметра «Наклон» (Slope) Параметр «Наклон» (Slope) меняется во временном интервале, установленном в параметре T.DBL. Чтобы избежать детектирования фона в качестве пика, наклон должен быть больше, чем максимально допустимый дрейф базовой линии.	мин ⁻¹	0 - 4E+11
Дрейф (Drift)	Этот параметр используется, чтобы определить базовую линию. Обычно, устанавливается значение равное 0, и базовая линия автоматически корректируется. Если автоматическая корректировка базовой линии не верна, введите другое значение, такое чтобы получить правильную базовую линию. Значение дрейфа должно быть больше, чем значение наклона, с которого начинают распознаваться пики. Параметр «Дрейф» (Drift) приводит к различным результатам, в зависимости от того обеспечивает ли метод полное или неполное разделение.	мин ⁻¹	-1E+7 - 1E+7

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
T.DBL	Этот параметр является интервалом времени, за пределами которого автоматически изменяются наклон и ширина. Чтобы избежать автоматического изменения наклона и ширины, введите значение большее, чем общее время анализа. Когда ширина пиков увеличивается со временем, как при ГХ анализе в изотермических условиях, значения параметров наклона и ширины должны меняться во времени. Если значение T.DBL установлено равное 0, то наклон и ширина изменяются автоматически по мере увеличения ширины пиков. Если автоматически устанавливаемый интервал не верен, то введите значение параметра T.DBL, как указано в формуле. Ширина удваивается, а значение наклона делится пополам для каждого интервала T.DBL. $T.DBL \text{ (мин)} = (\text{Ширина} / \text{Ширина пика на полувысоте}) \times (\text{Время удерживания пика}) \times 2$ Предосторожности параметра T.DBL Параметры «Наклон» (Slope) и ширина (Width) меняются во временном интервале, установленном в параметре T.DBL.	мин	0 - 10000
Ширина (Width)	Этот параметр является шириной на полу-высоте самого узкого пика из определяемых. Параметр ширина является стандартом для различия между шумом и пиками. Так как шум уже пиков, то если установить значение параметра «Ширина» (Width) равное ширине на полувысоте самого узкого пика, более узкие пики будут приниматься за шум и исключаться. Если это значение установлено не верно, то будут происходить ошибки в интегрировании пиков. Параметр «Ширина» (Width) не должен быть больше, чем ширина на полувысоте самого узкого пика на хроматограмме. Предосторожности параметра «Ширина» (Width) Параметр «Ширина» (Width) меняется во временном интервале, установленном в параметре T.DBL. Автоматические изменения из-за параметра T.DBL могут происходить до 15 раз за одну хроматограмму, включая изменения установленные во временной программе. Для МС качественного анализа, параметр ширина может меняться до двух раз.	сек	0.04 - 200
Мин. Площадь/высота (Min. Area/ Height)	Пики с площадью/высотой меньшей, чем указанная не будут распознаваться как пики, и не будут обрабатываться и заноситься в отчет.		
База (Base)	Устанавливает площадь или высота будет использоваться в качестве мин. Площади/высоты. Примечание: Этот параметр в закладке «Количественный» (Quantitative) определяет площадь или высота будет использоваться в количественных расчетах.		
Сглаживание (Smoothing)	Выберете метод сглаживания из Ничего (none), Стандартный (Standard) и Савицкий-Голай (Savitzky- Golay). Ничего (None): сглаживание не проводится. Стандартный (Standard): сглаживание проводится по скользящему среднему, как в программном обеспечении CLASS-5000. Савицкий-Голай (Savitzky-Golay): сглаживание проводится по методу Савицкого-Голая. Билатеральный: Сглаживание выполняется по билатеральному методу.		

Параметр	Описание	Ед-цы	Диапазон
Кол-во раз сглаживания (# of Smoothing Times)	Если для сглаживания выбран стандартный метод, то этот параметр определяет сколько раз проводить сглаживание. Если первое скользящее среднее дало незначительный эффект, установите параметр «Кол-во раз сглаживания» (# of Smoothing Times). Многократное сглаживание даст улучшенный результат. Сглаживание не проводится, когда устанавливается значение параметра «Кол-во раз сглаживания» (# of Smoothing Times) равное 0. Этот параметр не активен, если в качестве метода сглаживания выбраны None или Савицкий-Голай (Savitzky- Golay).		0 - 99
Ширина сглаживания (Smoothing Width)	Если для сглаживания выбран стандартный метод, этот параметр устанавливает среднюю ширину для скользящего усреднения в секундах. Если для сглаживания используется метод Савицкого-Голая, этот параметр устанавливает количество точек сглаживания. Используется только нечетное количество точек. Не зависимо от того, какое число заведено, сглаживание проводится по нечетному количеству точек. Этот параметр не активен, если в качестве метода сглаживания выбран Ничего (none). Если используется метод билатерального сглаживания, этот параметр усредняет величину интенсивности для точек внутри заданного временного диапазона.	сек	0 - 200
		точек	3 - 25
		сек	1-7
Интенсивность сглаживания (Smoothing Intensity)	Этот параметр определяет величину интенсивности масс. Этот параметр применим только для билатерального метода сглаживания.		1-65535
Хроматографический процесс каждой группы	Когда этот параметр не выбран, то хроматограммы с одинаковыми массами отмечаются для всех групп и интегрирование пиков выполняется используя параметры, заданные здесь.		



Примечание

За более подробной информацией обращайтесь к Приложению А "Обработка пиков и операции с масс спектром" на стр. 253, Разделу А.1 "Параметры интегрирования и обработки пиков", стр. 253 и Разделу А.5 "Неисправности", стр. 285.

Временная программа для интегрирования пиков

После нажатия на кнопку **Программа (Program)**, появится диалоговое окно «Временная программа интегрирования пиков» ("Time Program for Peak Integration").

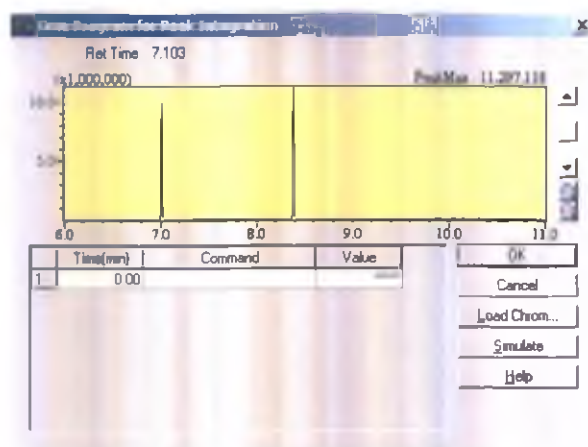


Рисунок 4.7 Диалоговое окно «Временная программа интегрирования пиков» ("Time Program for Peak Integration")

Если с параметрами, установленными по умолчанию, не удастся достигнуть оптимального интегрирования пиков, то используйте это диалоговое окно для создания программы изменения интегрирования пиков во времени.

Когда интегрирование пиков начинается, качественный анализ проводится с использованием параметров, заведенных в закладке **Интегрирование пиков (Peak Integration tab)**. Временная программа изменяет параметры в установленное время. Интегрирование пиков продолжается с измененными параметрами.

Используйте ранее полученную хроматограмму, чтобы облегчить создание временной программы. Нажмите кнопку **Загрузить хроматограмму (Load Chrom)** и выберите подходящий файл данных.

Щелкните в колонке «Время» (Time), затем щелкните на хроматограмме в точке с нужным временем. Время удерживания автоматически занесется в таблицу. Выберите команду из «выпадающего списка», затем введите числовое значение для команды, которое следует за знаком "=".



Примечание

Для интервала измерений FASST, отображается Scan TIC.

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
Вкл/Выкл интегрирование (INTEGRATION ON/OFF)	Пики, которые находящиеся между ИНТЕГРИРОВАНИЕ Вкл и Выкл считаются не нужными, и не интегрируются.		Вкл/Выкл
Разметка пиков наездников Вкл/Выкл/Авто (TAILING ON/OFF/AUTO)	Эта программа автоматически проводит разметку пиков наездников. Разметка проводится между указанными временами для «Вкл разметку пиков наездников» (TAILING ON) «Выкл разметку пиков наездников» (TAILING OFF). Авто разметка пиков наездников (TAILING AUTO) автоматически проводит разметку, начиная с указанного времени.		Вкл/Выкл/Авто

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
Вкл/Выкл горизонт. базовую линию (HORIZONTAL BASELINE ON/OFF)	Базовая линия в интервале между Вкл и Выкл горизонтальную базовую линию проводится горизонтально.		Вкл/Выкл
Детект/вершина/конец (PEAK DETECT/TOP/END)	Два или более пиков принудительно объединяются в один.		Детект/ вершина/ конец
Разметка пиков наездников (передних) Вкл/Выкл (LEADING PK ON/OFF)	Проводит разметку пиков наездников (передних) в интервале от «Вкл разметку пиков наездников (передних)» (LEADING PK ON) до «Выкл разметку пиков наездников (передних)» (LEADING PK OFF).		Вкл/Выкл
Ширина (WIDTH=)	Меняет ширину интегрируемых пиков. Предостережения Значение ширины меняется во времени, когда используется параметр T.DBL. Для дальнейшей информации обратитесь к параметру T.DBL таблице параметров интегрирования пиков (Peak Integration Parameters table). Обычно, команду «Ширина» (Width) следует использовать во временной программе только когда команда T.DBL не активна (значение T.DBL больше, чем полное время анализа). Использование допустимого значения T.DBL комбинируемого с командой «ширина» (WIDTH=) обрабатывается программой следующим образом: Когда значение T.DBL установлено пользователем: Первоначально, значение «Ширины» (WIDTH) равно значению «ширины» (Width) при начале анализа. Текущее значение ширины рассчитывается с помощью T.DBL. Затем значение ширины удваивается каждый раз при достижении времени T.DBL. Когда значение T.DBL установлено равное 0 (автоматическое T.DBL): Значение ширины меняется в момент времени установленный в программе. Затем значение ширины удваивается в соответствии с шириной пика. Значение ширины меняет согласно анализу (включая анализ T.DBL): вплоть до 15 раз. Для MC качественного анализа: до 2 раз.	сек.	0.04 - 200
Наклон (SLOPE=)	Меняет наклон для интегрируемых пиков. Предостережения Значение наклона меняется во времени, когда используется параметр T.DBL. Для дальнейшей информации обратитесь к параметру T.DBL таблице параметров интегрирования пиков (Peak Integration Parameters table). Обычно, команду «Наклон» (Slope) следует использовать во временной программе только когда команда T.DBL не активна (значение T.DBL больше, чем полное время анализа). Использование допустимого значения T.DBL комбинируемого с командой «наклон» (SLOPE=) обрабатывается программой следующим образом: Когда значение T.DBL установлено пользователем: Первоначально, значение «Наклон» (SLOPE) равно значению «наклона» (Slope) при начале анализа. Текущее значение наклона рассчитывается с помощью T.DBL. Затем значение наклона делится пополам каждый раз при достижении времени T.DBL. Когда значение T.DBL установлено равное 0 (автоматическое T.DBL): Значение наклона меняется в момент времени установленный в программе. Затем значение наклона делится пополам в соответствии с шириной пика.	мин ⁻¹	0.0 - 4E+11
Дрейф (DRIFT=)	Изменяет параметр «Дрейф».	мин ⁻¹	-1E+7 - 1E+7

Команда	Описание	Ед-цы	Диапазон
T.DBL=	Устанавливает параметр интегрирования пиков T.DBL. Предостережения T.DBL меняет значение ширины и наклона пика во времени. Обычно, эта команда не комбинируется с командами «Ширина» (WIDTH) или «Наклон» (SLOPE), которые меняют наклон и ширину в соответствии с временной программой. Обработка с параметром T.DBL, установленным пользователем: Первоначально, параметр T.DBL равен значению T.DBL в начале анализа; текущие значения ширины и наклона рассчитываются с помощью этого значения. Затем значения ширины и наклона меняются, рина удваивается, наклон делится пополам в заданное время. Авто обработка (T.DBL устанавливается 0): Значения параметров обработки пиков ширина и наклон меняются от начального значения; T.DBL обработка управляется автоматически.	мин.	0.0 - 10000.0



Примечание

За более подробной информацией обращайтесь к Приложению А "Обработка пиков и операции с масс спектром" на стр. 253, Разделу А.1 "Параметры интегрирования и обработки пиков", стр. 253 и Разделу А.5 "Неисправности", стр. 285.

- После занесения параметров в таблицу интегрирования пиков, нажмите ОК. Отметки пиков и базовая линия добавятся в хроматограму, отображенную в поле «Вид хроматограммы», и проинтегрируются пики.

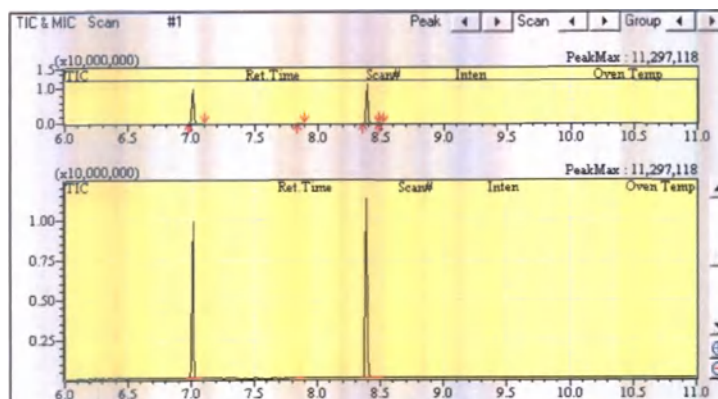


Рисунок 4.8 Вид хроматограммы

4.3.3 Ручные приемы

В ручные приемы входят перемещение точки обнаружения и деление пика. Это можно делать в поле «Вид хроматограммы» (Chromatogram view).



Примечание

Операции можно выполнить тем же путем в поле «Количественный вид» (Quantitative view) в окне «Анализ данных» (Data Analysis), в поле «Вид одиночной/мульти хроматограммы» (Single/Multi Chromatogram Display view) в окне «Калибровка» (Calibration) или в поле «вид хроматограммы (одиночная)» (Chromatogram view (Single)) в окне «Количественный обзор» (Quantitative Browser).

1. Перемещение точки обнаружения

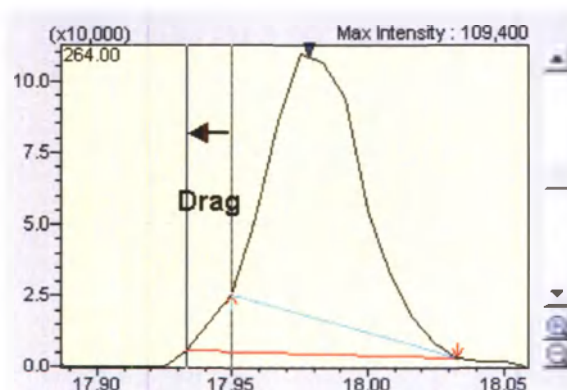
Позволяет перемещать курсор, чтобы определять точки начала и конца пика.



Примечание

Можно перемещать края основных и хвостовых пиков. Точки обнаружения пика не могут быть перенесены в область смежных пиков.

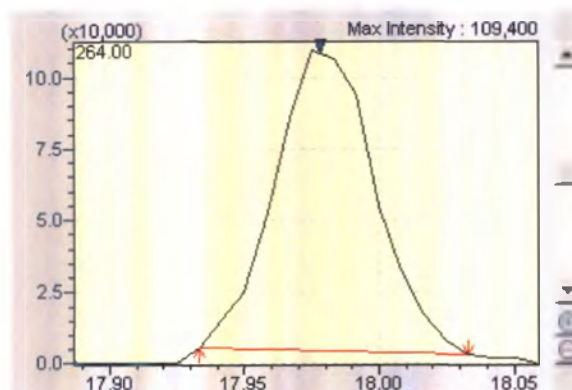
- (1) Если стрелка мышки двигается около точек обнаружения, то курсор превращается в треугольник.
- (2) Перетащите курсор от предыдущего места точки обнаружения к новому. В то время пока курсор движется, он превращается в вертикальную линию.



Примечание

Пока курсор движется, базовая линия (красная линия) меняется в соответствии с позицией курсора.

(3) Когда точка детектирования перенесена на новое место, происходит обработка данных, обновляются отметка, базовая линия, площадь, высота и концентрация.



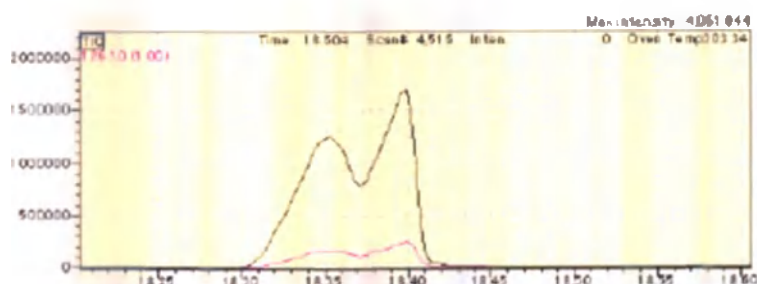
Примечание

Отметка пика выражается как "MI" ручной обработки пика.

2. Деление пика

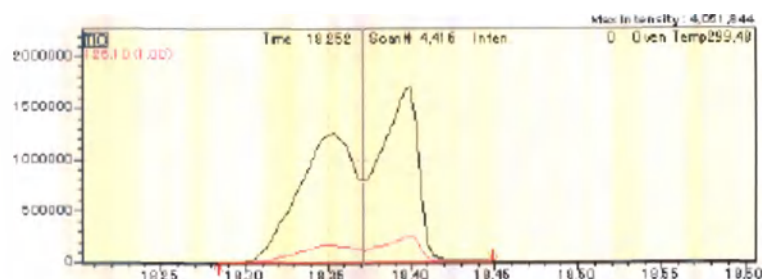
Если выбрана эта команда, то область хроматограммы переходит в режим деления пика, и пик может быть разделен в точке с указанным временем удерживания. Чтобы отменить этот режим, выберите эту команду еще раз.

(1) Нажмите на знак хроматограммы на котором пик делится.

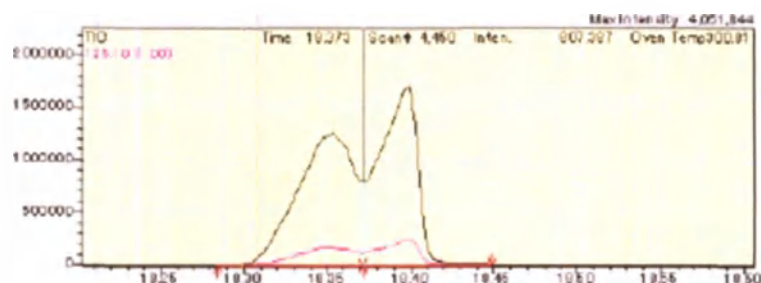


(2) Если команда деления пика (Split Peak) выбрана в меню, которое появляется при правом щелчке на хроматограмме, курсор превращается в пересекающиеся линии.

(3) Кликните в токе деления пика. В этой точке появится вертикальная линия раздела.



Обрабатываются оба пика. Отметки начала и конца пика (Mark), базовая линия (Baseline), Площадь (Area), высота (Height) и концентрация (Conc.) обновляются для обоих пиков.



Примечание

Отметка пика выражается как "MI" ручной обработки пика.

4.3.4 Интегрирование пиков при выполнении серии

Для получения более подробной информации об интегрировании пиков при выполнении серии обращайтесь к [Главе 7 "Непрерывный анализ"](#) на стр. 163.

4.4 Поиск по библиотеке

В этом разделе описывается как спектр, отображенный в поле «Вид спектра» можно сравнивать с подобным спектром в файле библиотеки. Также в нем описывается сравнение между спектрами возможного вещества и неизвестного, и идентификация компонентов.

4.4.1 Поиск по библиотеке для отображенного спектра

1. Нажмите на кнопку  пиков вверх поля «Вид хроматограммы», чтобы выбрать пик для идентификации с помощью поиска подобных. Спектр выбранного пика, или начальный спектр, отобразится в поле «Вид спектра».

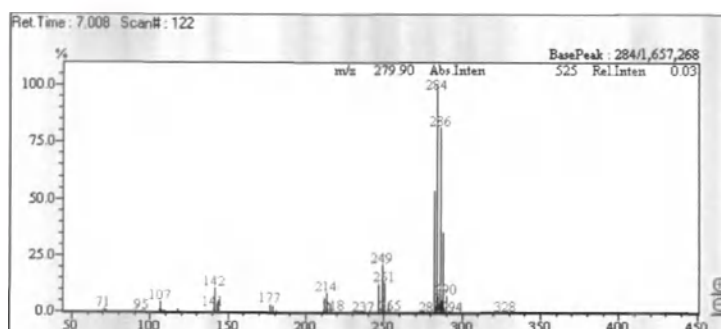


Рисунок 4.9 Вид спектра

2. Нажмите на кнопку панели инструментов  Результат поиска по библиотеке (Similarity Search Result), чтобы открыть диалоговое окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results").

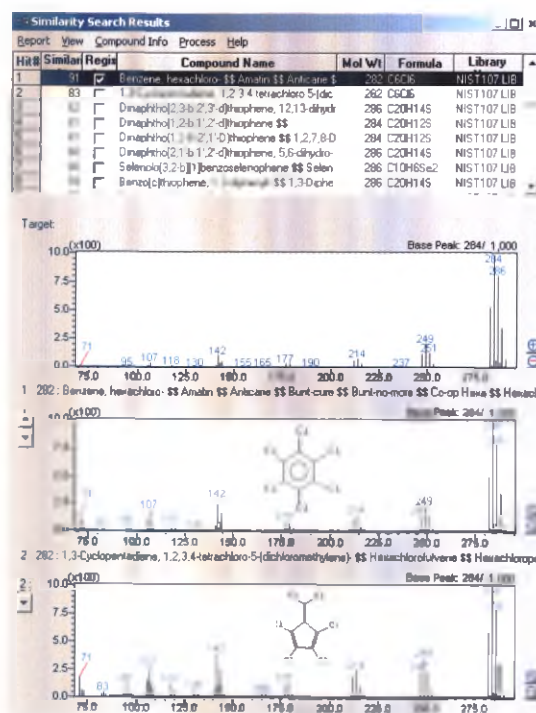


Рисунок 4.10 Окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results")

Компоненты перечислены последовательно в окне «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results"), начиная с компонента, имеющего наибольший коэффициент подобия. Список можно прокручивать с помощью () слева от среднего спектра. Средний спектр меняется в зависимости от выбранного компонента в списке.

Верхний спектр – начальный спектр, а второй спектр – спектр возможного компонента из библиотеки. Информация в нижней части окна меняется в зависимости от того, какая опция выбрана в меню «Вид» (View menu). Если выбрано «Сравнивать» (Compare), то нижняя часть окна содержит спектр второго возможного вещества из той же библиотеки. Если выбрано «Информация» (Information), то отображается информация о возможном компоненте. Если выбрано «Вычитать» (Subtract), то в нижней части окна отображается результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из начального спектра.



Примечание

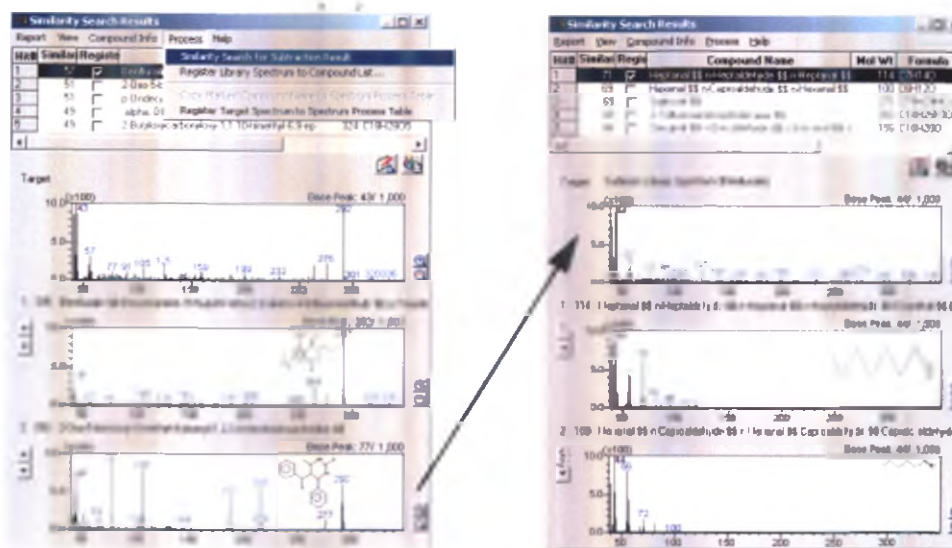
Файлы библиотеки, используемые для поиска, выбираются в закладке «Поиск по библиотеке» (Similarity Search tab) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Чтобы открыть диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"), либо нажмите на кнопку панели инструментов **Качественные параметры (Qualitative Parameters)**, либо выберите **Качественный>Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters)**.

Под одним именем файла библиотеки можно выбрать 5 файлов библиотек. Минимальный индекс подобия можно ввести для каждого файла в ячейке Min.SI. Максимальное число и другие параметры также устанавливаются в этой закладке. За более подробной информацией о параметрах поиска по библиотеке обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

4.4.2 Повторный поиск по библиотеке при вычитании спектра

Если вы точно знаете, что неизвестный спектр состоит из спектров нескольких веществ, то вычитанием спектра из приведенного списка и проведением поиска по библиотеке снова, Вы можете получить более точные результаты.

1. Выберите **Процесс>Поиск по библиотеке для результата вычитания** (**Process > Similarity Search for Subtraction Result**).
2. Откроется новое окно «Поиск по библиотеке» (Similarity Search), и появятся спектр вычитания и результаты поиска.



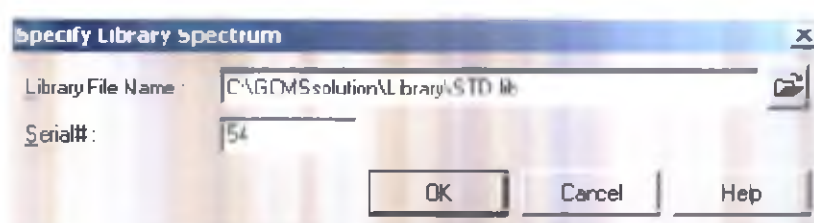
3. Вы так же можете снова провести поиск по библиотеке для результата вычитания (последовательно до 2 раз)

4.4.3 Занесение спектра в библиотеку

Вы можете добавить спектр библиотеки в конец списка в диалоговом окне «Поиск по библиотеке» (Similarity Search).

Сделав это, можно отображать результаты поиска по библиотеке для спектра и индекс подобия, затем также можно выполнять поиск по библиотеке для результата вычитания.

1. Выберите **Процесс>Зарегистрировать библиотечный спектр в списке компонентов** (**Process > Register Library Spectrum to Compound List**).
2. Появится окно «Занесение спектра библиотеки» ("Specify Library Spectrum"). Введите имя файла библиотеки и серийный номер спектра, который нужно занести в список.



4.5

Печать результатов

4 Качественный анализ

В этом разделе описывается, как распечатывать стандартные отчеты для качественных отчетов.

4.5.1 Хроматограмма и спектр

Чтобы распечатать отчет с хроматограммой и спектром, которые отображаются во время качественного анализа, выберите **Файл>Печать изображения>Печать (File > Print Image > Print)** или нажмите на кнопку **Печать (Print)** на панели инструментов. Чтобы просмотреть отчет перед печатью, выберите **Файл>Печать изображения>Предварительный просмотр (File > Print Image > Preview)**, или нажмите на кнопку **Предварительный просмотр (Print Preview)** на панели инструментов. Для печати хроматограммы и спектра используется стандартный формат отчета. Чтобы редактировать стандартный формат Image report format, выберите **Файл>Печать изображения>Редактировать формат (File > Print Image > Edit Format)**.



Печать изображения отчета

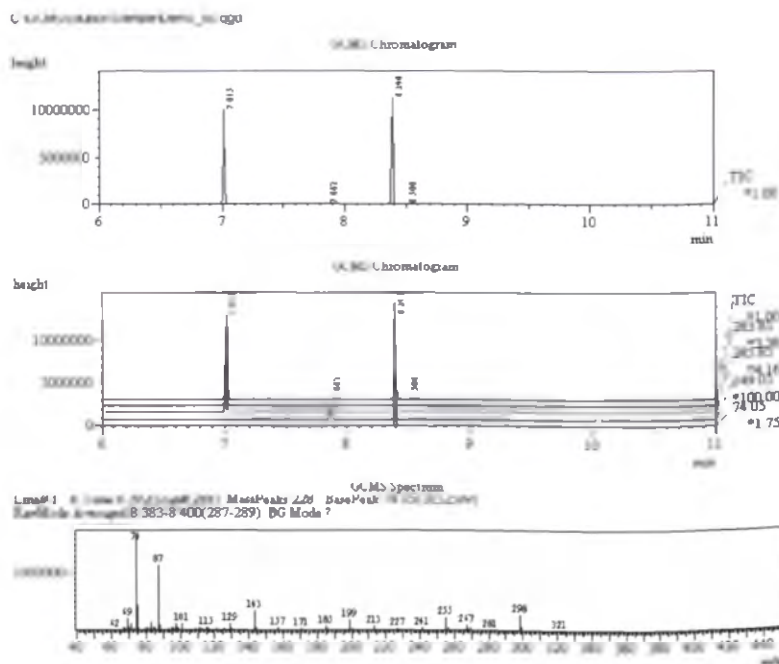


Рисунок 4.11 Распечатанный отчет

4.5.2 Результаты поиска по библиотеке

Используйте меню «Отчет» (Report) в окне «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results"), чтобы распечатать три стандартных отчета описанных ниже.

Команда меню	Описание
Результаты поиска (Search Results)	Распечатывает полученный спектр и отображенный в данный момент спектр возможного вещества.
Сравнение (Comparison)	Распечатывает полученный спектр, отображенный в данный момент спектр возможного вещества, и результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из полученного спектра.
Информация о компоненте (Cmpd Info)	Распечатывает информацию о компоненте, таблицу масс, структурную формулу, и другие данные из библиотеке о возможном веществе .
Заданный (Specified)	Распечатывается только спектр с возможными совпадениями из библиотеки (из тех библиотек, которые отмечены как зарегистрированные).

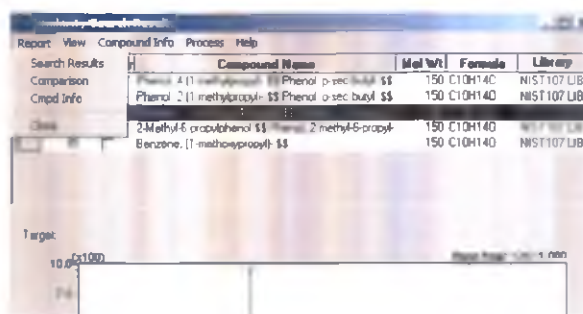


Рисунок 4.12 Раздел отчета «Результаты поиска по библиотеке»

4.5.3 Отчет

Чтобы распечатать обычный отчет из открытого файла данных, выберите **Файл>Отчет (File > Report)**. Появится окно «Отчет» ("Report"). Либо создайте новый формат отчета и выберите открытый в данный момент времени файл данных, как файл данных для каждого пункта, или откройте существующий файл отчета и выберите открытый в данный момент времени файл данных, как файл данных для каждого пункта. Распечатайте отчет. Для получения информации о создании обычного формата отчета обратитесь к Главе 6 "Создание отчетов" на стр. 153.

5 Количественный Анализ

5.1 Обзор

В этом разделе описывается обработка полученных данных в приложении ГХМС обработка данных (GCMS Postrun Analysis). В нем также объясняется, как идентифицировать компоненты, создавать градуировочные графики, рассчитывать концентрацию и распечатывать отчет с результатами.

5.1.1 Окно «Обработка данных»

1. Окно «Обработка данных» ("Data Analysis")

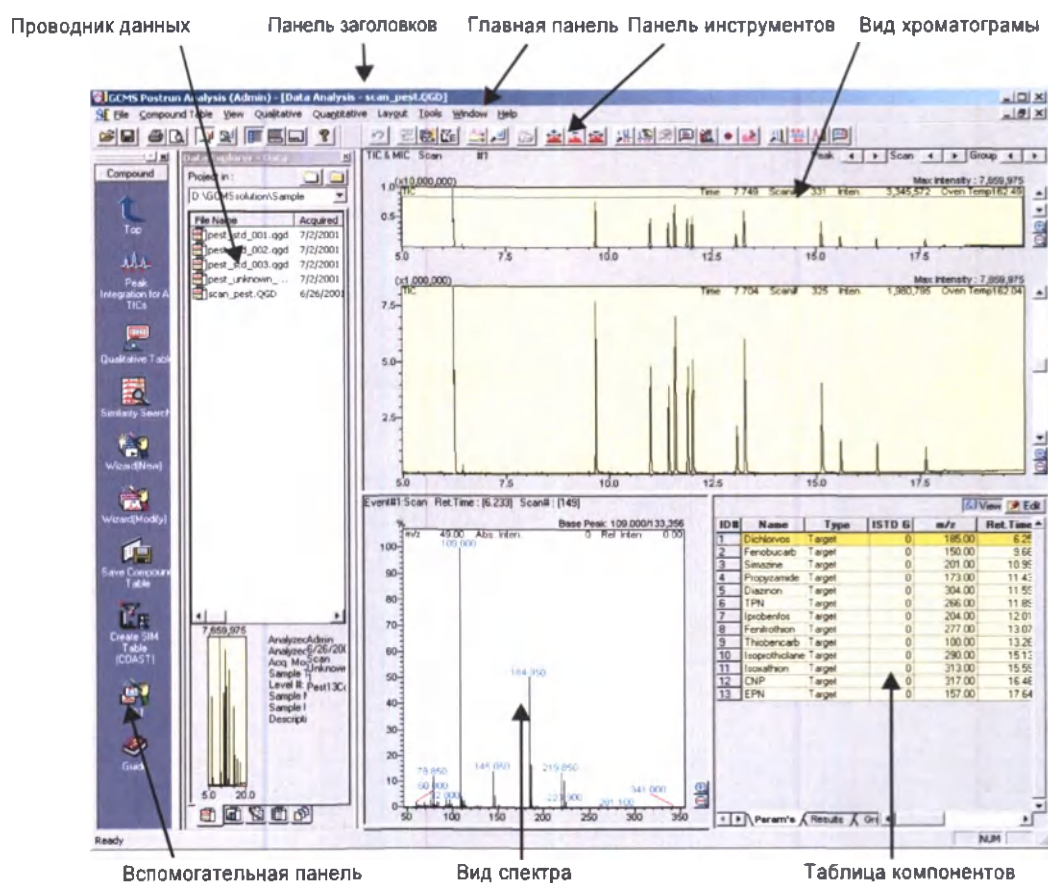


Рисунок 5.1 Окно «Обработка данных» ("Data Analysis")

Части этого окна описаны в следующей таблице.

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из открытого файла данных.
Вид спектра	Отображает масс спектр для времени удерживания или для компонента выбранного в таблице компонентов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: • Таблицу компонентов: Содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. • Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): Отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. • Таблица групп (Grouping table): Содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. • Результирующая таблица групп (Grouping Result table): Отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

2. Окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve")

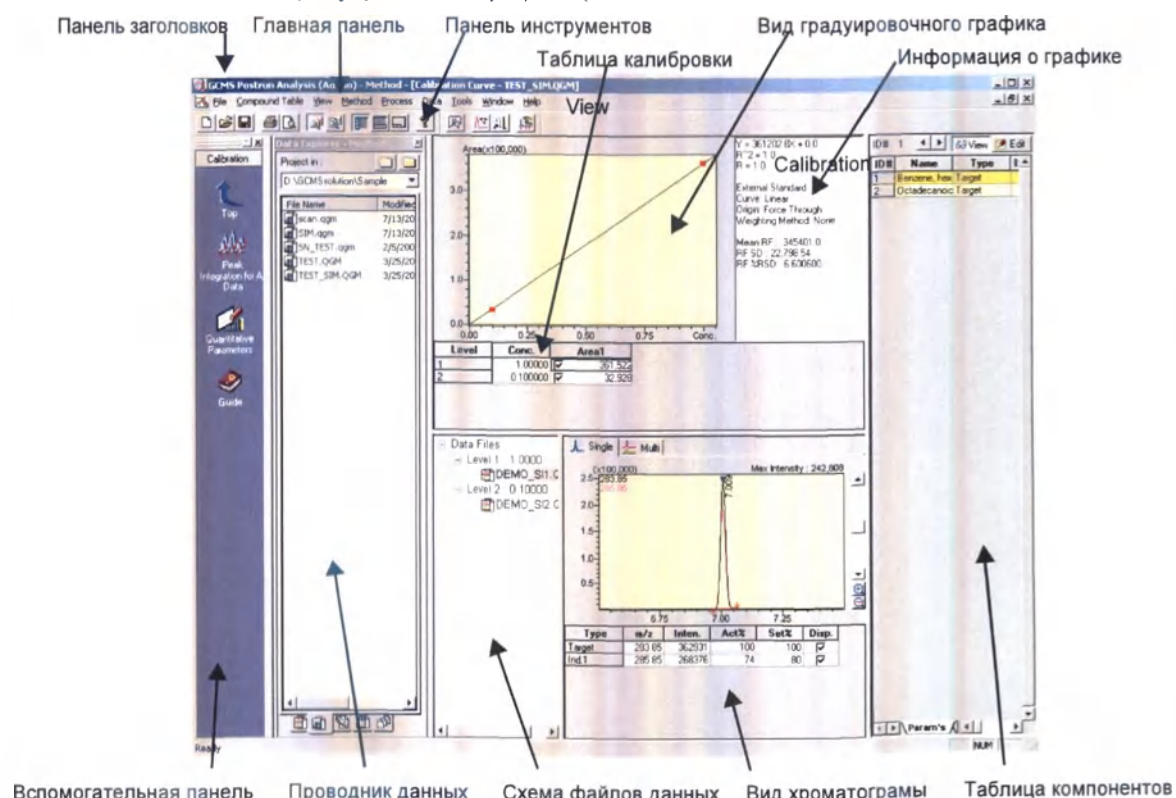


Рисунок 5.2 Окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть файл метода для создания градуировочного графика двойным щелчком по иконке файла и можно перетащить файл данных в схему файлов данных для анализа.
Вид градуировочного графика	Отображает градуировочный график для компонента выбранного в таблице компонентов или результатов.
Информация о графике	Показывает тип отображенного градуировочного графика и результаты статистической обработки.
Вид таблицы калибровки	Отображает концентрации и фактор отклика или площадь/высоту по каждому уровню для текущего градуировочного графика.
Схема файлов данных	Отображает файлы данных, с помощью которых создан градуировочный график, на каждом уровне. Отображенный компонент и таблица количественных результатов относятся к одному выбранному файлу данных.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму компонента выбранного в таблице компонентов или результатов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: • Таблицу компонентов: Содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. • Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): Отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. • Таблица групп (Grouping table): Содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. • Результирующая таблица групп (Grouping Result table): Отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

3. Окно «Количественный анализ данных» ("Quantitative Data Analysis")

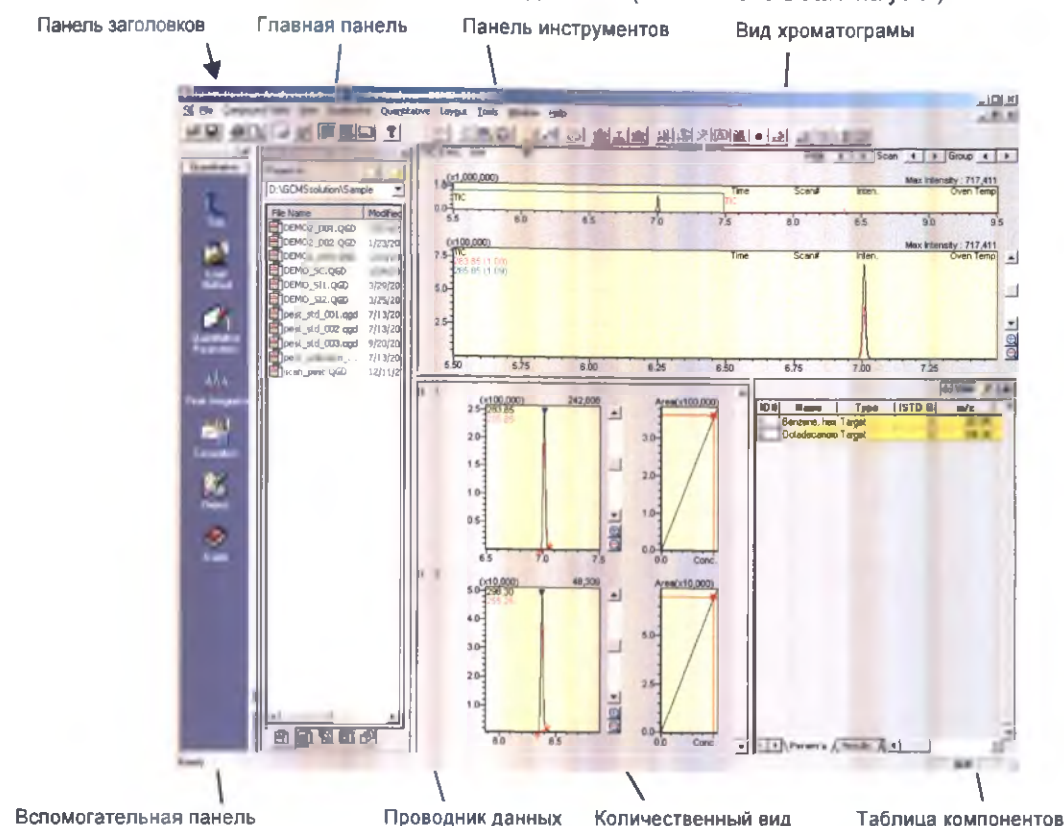


Рисунок 5.3 Окно «Количественный анализ данных» ("Quantitative Data Analysis")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Вид хроматограммы	Отображает хроматограмму из открытого файла данных.
Количественный вид	Отображает градуировочный график и хроматограмму для компонента выбранного в таблице компонентов или качественных результатов. Одновременно могут отображаться данные для пяти компонентов.
Таблица компонентов	Отображает следующие таблицы: - Таблицу компонентов: Содержит параметры для идентификации компонентов, создания градуировочного графика и расчета концентраций. - Результирующая таблица компонентов (Compound Result table): Отображает результаты идентификации компонентов и расчета концентраций. - Таблица групп (Grouping table): Содержит параметры для создания градуировочного графика и расчета концентраций для групп. - Результирующая таблица групп (Grouping Result table): Отображает результаты группирования в зависимости от параметров в таблице групп (Grouping table).

5.1.2 Алгоритм количественного анализа

Алгоритм количественного анализа приведен ниже.



Процесс количественного анализа

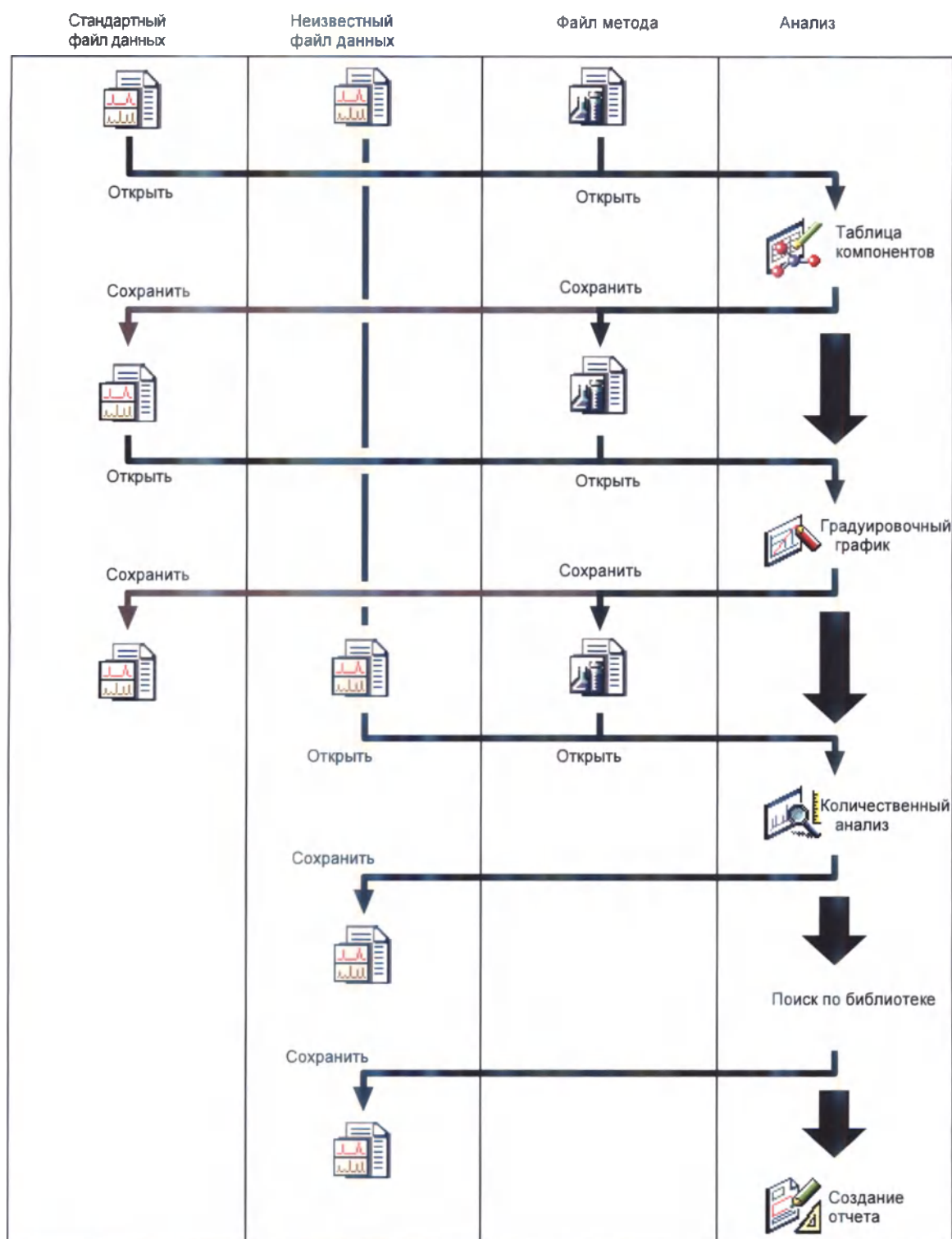


Рисунок 5.4 Процесс количественного анализа

5

5.2 Таблица компонентов

Этот раздел описывает, как создавать таблицы компонентов, которые необходимы для интегрирования пиков, количественных расчетов и для создания градуировочных графиков. Информацию в таблицу компонентов можно вводить напрямую или с помощью мастера настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard) для облегчения процесса.

1. Как открыть полученные данные.

Запустите приложение «ГХМС анализ данных» (GCMS Postrun Analysis), и нажмите на иконку **Создать таблицу компонентов (Create Compound Table)** на дополнительной панели. Откроется окно «Анализ данных» («Data Analysis») в режиме таблицы компонентов.



2. В проводнике данных нажмите на закладку «Данные» (Data)

и дважды щелкните по иконке файла данных с хроматограммой стандартного образца. Данные отобразятся в поле «Вид хроматограммы».



3. На дополнительной панели нажмите на иконку «Мастер настройки (Создать)» (Wizard (New)).

Таблица компонентов перейдет в режим правки, и появится мастер настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard).

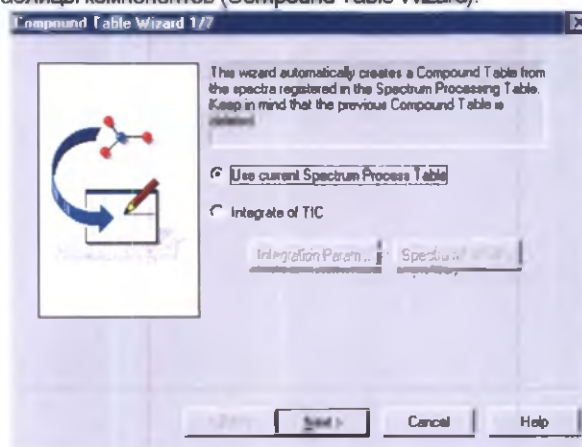
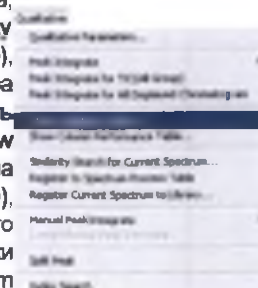


Рисунок 5.5 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 1/7

4. Заполните шаг 1/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Выберите либо **Использовать текущую таблицу обработки спектра (Use Current Spectrum Process Table)**, либо **Интегрировать по ТИС (Integrate of TIC)**.

Чтобы проверить содержание таблицы обработки спектра, перед тем как выбирать **Использовать текущую таблицу обработки спектра (Use Current Spectrum Process Table)**, нажмите **Отменить (Cancel)** и временно закройте мастера настройки (Wizard). Выберите **Качественный>Показать таблицу качественного анализа (Qualitative>Show Qualitative Table)** или нажмите на вспомогательной панели на иконку **Таблица качественного анализа (Qualitative Table)**, для того чтобы открыть окно «Таблица качественного анализа» («Qualitative Table»). Проверьте таблицу обработки спектра, нажав на закладку «Обработка спектра» (Spectrum Process). Чтобы заново открыть мастера настройки таблицы компонентов (Compound Table Wizard), нажмите на вспомогательной панели на иконку «Мастер настройки (Создать)» (Wizard (New)).



Примечание

За более подробной информацией об окне «Таблица качественного анализа» («Qualitative Table») обратитесь к ГХМС справке (GCMS Help).

Если выбрано «Интегрировать по TIC» ("Integrate of TIC"), то становятся активными кнопки **Параметры интегрирования** (Integration Param) и **Формат спектра** (Spectrum Format). Нажмите на кнопку **Параметры интегрирования** (Integration Param), для того чтобы проверить содержимое закладки «Интегрирование пиков» (Peak Integration) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Нажмите на кнопку **Формат спектра** (Spectrum Format), для того чтобы проверить содержимое закладки «Обработка спектра» (Spectrum Process) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters").

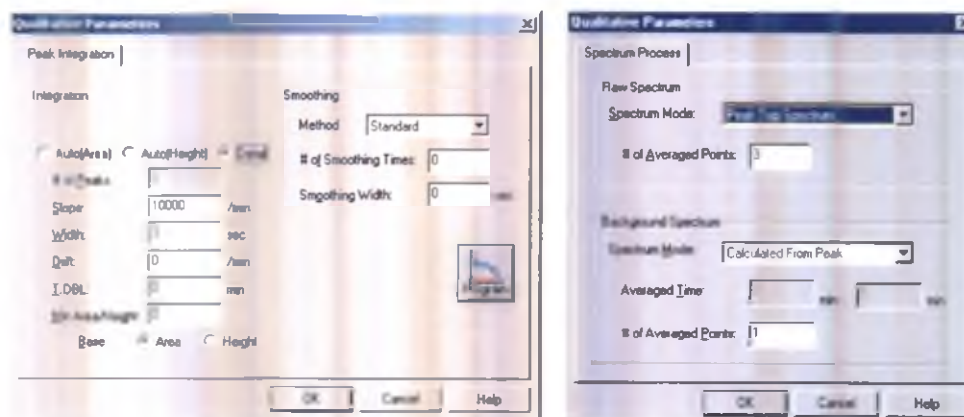


Рисунок 5.6 Параметры интегрирования пиков и формата спектра



Примечание

За более подробной информацией об установлении параметров в закладках «Интегрирование пиков» (Peak Integration) и «Обработка спектра» (Spectrum Process) обращайтесь к ГХМС справке (GCMS Help).

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 2/7 мастера настройки таблицы компонентов.

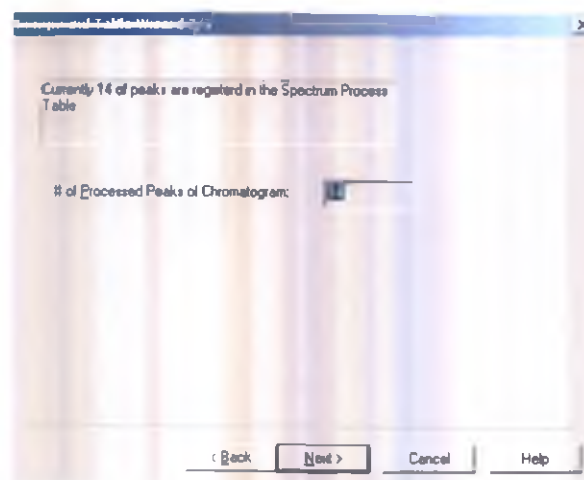


Рисунок 5.7 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 2/7

5. Заполните шаг 2/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Число пиков, зарегистрированных в текущей таблице обработки спектров, отображается в этой текстовой строке.

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 3/7 мастера настройки таблицы компонентов.

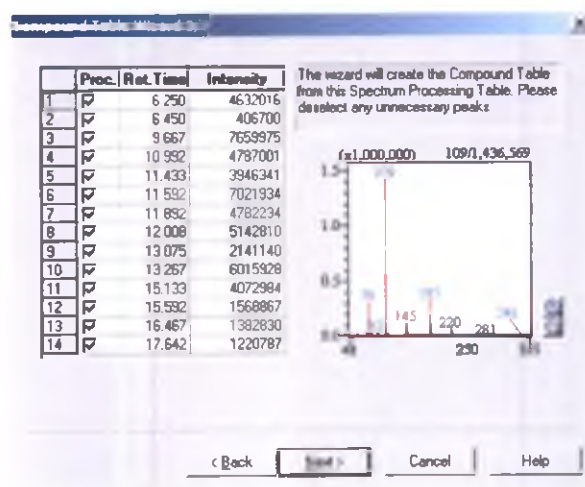


Рисунок 5.8 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 3/7

6. Заполните шаг 3/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Таблица компонентов создается из пиков в таблице обработки спектров, которые отмечены галочкой в колонке «Proc.». Если отмечены пики, которые не следует включать в таблицу компонентов, то нажмите на ячейку с галочкой, чтобы убрать ее. При выделении строки появляется масс спектр для выбранного компонента.

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 4/7 мастера настройки таблицы компонентов.

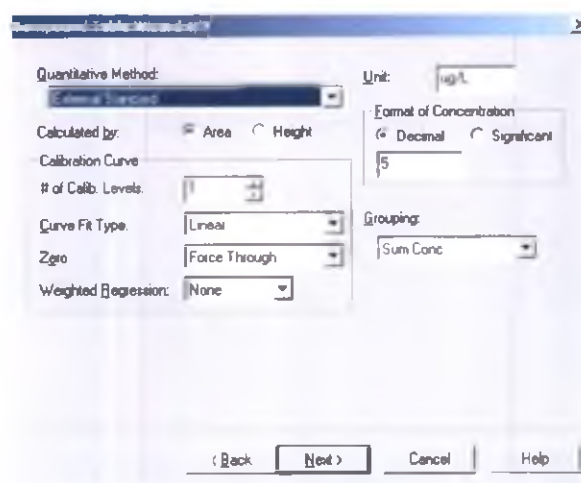


Рисунок 5.9 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 4/7

7. Заполните шаг 4/7 мастера настройки таблицы компонентов.
Выберите количественный метод, градуировочный график, и параметры концентрации



Примечание

За более подробной информацией об установлении параметров шага 4/7 мастера настройки таблицы компонентов обращайтесь к ГХМС справке (GCMS Help).

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 5/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Level	Conc.
1	1

Ion Settings
Target Ion: ☒ TIC ☐ MIC ☐ MC
of Reference Ions: 2
Decimal for mass: None
Default Ion Allowance: 70 %

Рисунок 5.10 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 5/7

8. Заполните шаг 5/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Введите концентрации для каждого уровня градуировочного графика, количество ионов для сравнения, которые используются для идентификации пиков и десятичное представление масс. В случае если в шаге 4/7 мастера настройки таблицы компонентов в качестве количественного метода выбран «внутренний стандарт», введите также количество внутреннего стандарта.

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 6/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Type	m/z	Rel Int
1 Target ion	109	100
2 Ref ion	185	20
3 Ref ion	79	7
4 Not used	145	8
5 Not used	187	7
6 Not used	220	5
7 Not used	222	3
8 Not used	76	3
9 Not used	93	3

Рисунок 5.11 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 6/7

9. Заполните шаг 6/7 мастера настройки таблицы компонентов.

Исправьте информацию для каждого ID компонента. Чтобы менять компоненты, введите напрямую ID номер компонента, или используйте стрелки прокрутки с правой стороны текстовой ячейке. В поле «Вид спектра» отобразится спектр соответствующий выбранному ID номеру.

В ячейке «Тип» выберете тип компонента либо Сравнения (Reference), либо Целевой (Target).

Задайте имя компонента. Если на шаге 1/7 мастера настройки таблицы компонентов выбрано «Использовать текущую таблицу обработки спектра» ("Use the Current Spectrum Processing Table") и имена компонентов внесены в таблицу, то будут отображаться эти имена. Из двух пунктов для выбора первый зависит от того, как назван компонент в таблице обработки спектров. Если по таблице обработки проводился поиск по библиотеке, то в первом пункте отображено имя первого наиболее вероятного компонента из библиотеки. Если поиск по библиотеке не проводился, то в первом пункте отображено "RT:" и дальше время удерживания. Если выбран второй пункт «Установить имя» (Set Name), то имя можно завести в текстовой ячейке.

В таблице, которая находится в правой стороне экрана, последовательно перечислены целевые ионы и ионы сравнения, начиная с иона имеющего наибольшую относительную интенсивность.

Чтобы поменять ячейку в колонке «Тип» (Type), щелкните по ячейке. Ячейка становится комбинированной; выберете целевой ион (Target Ion), ион сравнения (Reference Ion), или не использовать (Not Used). Для того чтобы поменять целевой или ион сравнения, сначала измените целевой ион (Target Ion) или ион сравнения (Reference Ion) на не использовать (Not Used), затем меняйте другой ион на целевой ион (Target Ion) или ион сравнения (Reference Ion).

Чтобы изменить m/z , щелкните на соответствующую ячейку. Нажмите на кнопку, которая появится в ячейке, и появится спектр. Определите позицию на спектре, которая соответствует нужному значению m/z , и кликните дважды на этой позиции. Выберется m/z , и пересчитается отношение иона сравнения.

Нажмите **Далее (Next)**, для того чтобы перейти к шагу 7/7 мастера настройки таблицы компонентов.

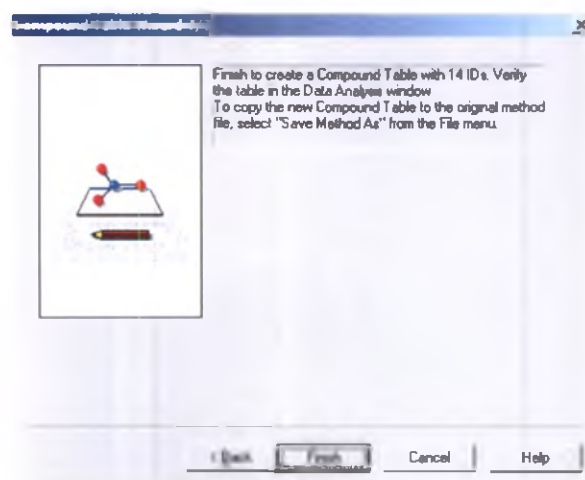


Рисунок 5.12 Мастер настройки таблицы компонентов, шаг 7/7

10. Заполните шаг 7/7 мастера настройки таблицы компонентов.

После того как убедитесь, что создана таблица компонентов с требуемыми номерами компонентов, задан нами на шаге 3/7 мастера настройки таблицы компонентов, нажмите кнопку **Готово (Finish)**. Таблица компонентов отобразится в закладке «Параметры» (Param's) в окне «Вид таблицы компонентов» (Compound Table View).

11. Установить количественные параметры.

После создания таблицы компонентов, измените количественные параметры если необходимо. Выберите **Количественный > Количественные параметры (Quantitative > Quantitative Parameters)** или нажмите кнопку **Количественные параметры (Quantitative Parameters)** на панели инструментов. Появится диалоговое окно «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters").

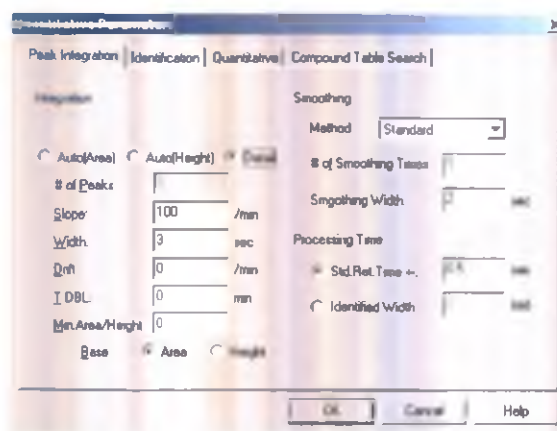


Рисунок 5.13 Диалоговое окно «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters")

После того как убедитесь, что заданные параметры верны, сохраните метод и файл данных.



Примечание

Временная программа качественных параметров доступна в закладке «Интегрирование пиков» (Peak Integration). Для количественных параметров временная программа интегрирования пиков доступна в колонке «Программа» (Program) в таблице компонентов.

5.3

5 Количественный анализ

Создание градуировочных графиков

Этот раздел описывает, как создавать градуировочный график с помощью данных в таблице компонентов.

1. Нажмите на иконку **Градуировочный график (Calibration Curve)**, и отобразится окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve").
2. Нажмите на закладку «Метод» (Method) в проводнике данных, и щелкните дважды по файлу метода, в котором надо создать градуировочный график. Таблица компонентов сохранится в выбранном файле метода.



ID#	Name	Type	ISTD
1	RT:7.007	Target	
2		Target	

Рисунок 5.14 Таблица компонентов

3. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных, выберите файл данных, на основе которого будет создаваться градуировочный график, и перетащите его из проводника данных в «дерево» файлов данных.

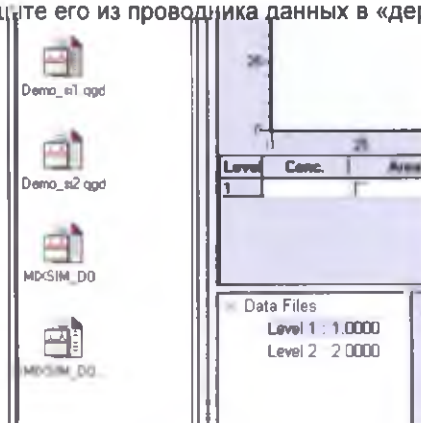


Рисунок 5.15 Перетаскивание иконки файла данных в «дерево» файлов данных



Примечание

Если создаете градуировочный график с двумя или более градуировочными уровнями, перетащите файлы данных на каждый уровень на соответствующую позицию.

5 Количественный анализ

5.3 Создание градуировочных графиков

- Нажмите на иконку **Интегрировать пики для всех данных (Peak Integration for All Data)** на вспомогательной панели.

Создастся градуировочный график и отобразится в поле «Вид градуировочного графика».

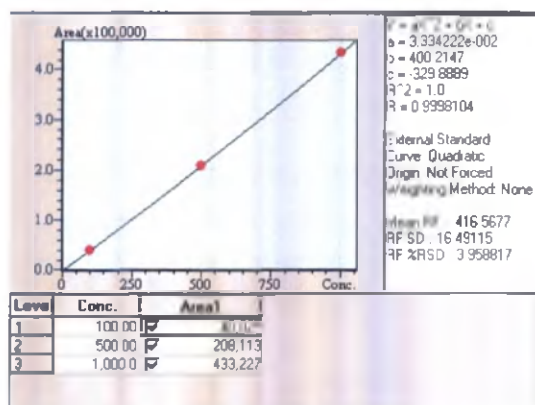


Рисунок 5.16 Вид градуировочного графика

Сохраните файл метода.

5.4

5 Количественный анализ

Проведение количественного анализа и подтверждение результатов

В этом разделе описывается, как проводить количественные вычисления и как просматривать результаты. Так же обсуждаются качественные таблицы и градуировочные графики.

1. Нажмите на иконку Количественный (Quantitative icon) на вспомогательной панели, и появится окно «Данные количественного анализа» ("Quantitative Data Analysis").
2. Откройте файл данных, для которого будет проводиться количественный анализ.

Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных, и щелкните дважды по файлу данных, чтобы открыть этот файл. Данные появятся в соответствующих окошках.

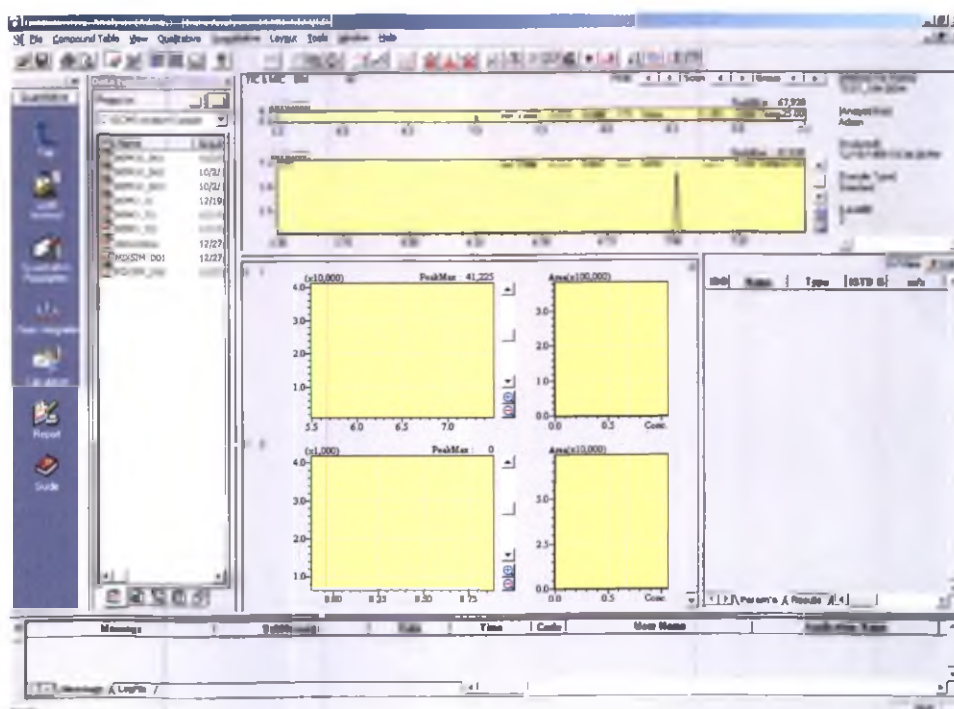


Рисунок 5.17 Окно «Данные количественного анализа» ("Quantitative Data Analysis")

5 Количественный анализ

5.4 Проведение количественного анализа и подтверждение результатов

- На вспомогательной панели нажмите на иконку **Загрузить метод** (Load Method), и появится диалоговое окно «Загрузить метод» ("Load Method")

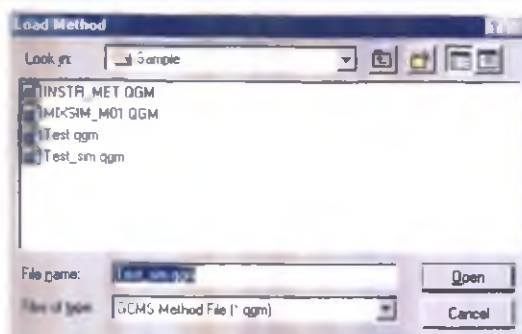


Рисунок 5.18 Диалоговое окно «Загрузить метод» ("Load Method")

- Выберите файл метода, в котором сохранен градуировочный график, и нажмите кнопку **Открыть** (Open). Появятся градуировочный график и таблица компонентов.

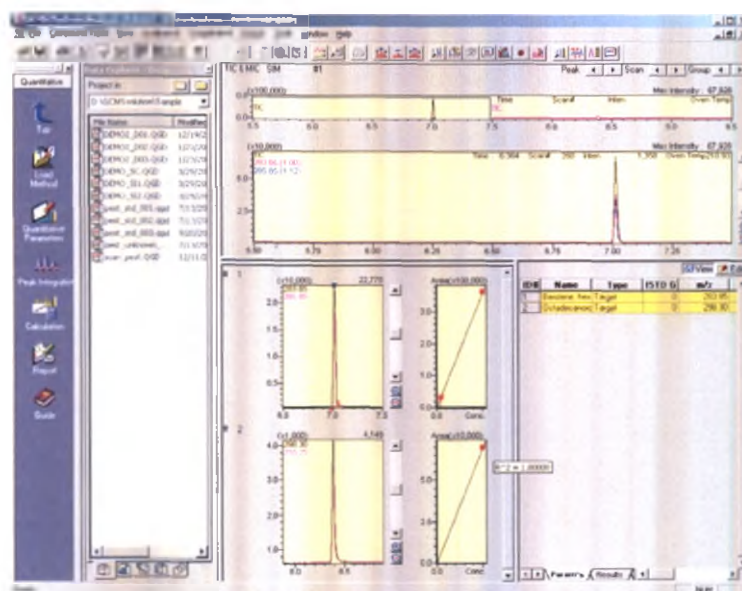


Рисунок 5.19 Появятся градуировочный график и таблица компонентов

- Нажмите на закладку **Результаты** (Results) в таблице компонентов, чтобы отображались результаты проведения количественного анализа.

Информация, включенная в таблицу результатов, описывается в следующей таблице.

Таблица результатов

ID#	Name	Conc	Ret Time	Type	m/z	Area	Height
1	Benzene, 1,2-dichloro	0.08146	7.014	Target	283.85	3818	2100
2	1,2-dichlorobenzene	0.08178	8.398	Target	283.80	5724	3492

Рисунок 5.20 Таблица результатов

Колонка	Описание
ID#	Отображает номера ID компонентов.
Имя (Name)	Отображает имена компонентов.
Конц (Conc)	Отображает посчитанную концентрацию.
Вр. Удерж (Ret. Time)	Отображает времена удерживания идентифицированных компонентов.
Тип (Type)	Отображает тип, который задан в таблице компонентов. Если пик не идентифицирован, отображается «Неизвестный» ("Unknown").
m/z	Отображает значение m/z заданное в таблице компонентов.
Площадь (Area)	Отображает площадь идентифицированных пиков.
Высота (Height)	Отображает высоту идентифицированных пиков.
Единицы (Unit)	Отображает единицы, выбранные в таблице компонентов.
Извлечение (Recovery)	Отображает рассчитанный процент извлечения. Процент извлечения рассчитывается при проведении количественного анализа образца с меткой. Формула для определения выхода: $(\text{процент выхода}) = (\text{рассчитанная концентрация образца с меткой} - \text{рассчитанная концентрация образца без метки}) / (\text{количество метки}) \times 100$ При создании таблицы серии, образцы без метки и с меткой нужно вводить последовательно, причем образец без метки должен быть перед образцом с меткой. Введите информацию об образце без метки, указав в столбце «Тип образца» (Sample Type) «Без метки» (Unspiked). Затем введите информацию об образце с меткой, указав в столбце «Тип образца» (Sample Type) «С меткой» (Spiked).
Режим (Mode)	Отображает режим интегрирования пиков, если было проведено интегрирование пиков, • Авто (Auto): Означает то, что интегрирование и распознавание пиков проводилось автоматически. • Интегрирование вручную (Manual Integrate): Означает то, что интегрирование и распознавание пиков проводилось вручную.
Поиск (Search)	Устанавливается, если был проведен поиск по библиотеке. Чтобы отобразился результат поиска кликните дважды на ячейку или выберите Показать результаты поиска по таблице компонентов (Show Search Results for Compound Table) щелкнув правой клавишей мышки по меню.
SI	Отображаются результаты вычисления подобия, если выбрано сопоставление с образцом параметров идентификации и стандартный спектр зарегистрирован в таблице. В интервале измерений FASST, вычисления подобия проводятся по Scan спектру.
S/N	Отображает результат отношения сигнал/шум.
Шум от	Отображает время, от которого начинается расчет отношения сигнал/шум.
Шум до	Отображает время, при котором заканчивается расчет отношения сигнал/шум.
Метод расчета шума	Отображает используемый метод расчета отношения сигнал/шум.



Примечание

Не идентифицированные компоненты отображаются в серых строках.
Идентифицированные компоненты отображаются в зеленых строках.

5.5

5 Количественный анализ

Поиск по библиотеке

В этом разделе описывается, как перечисляются и отображаются спектры в библиотеке, которые очень схожи со спектрами веществ в таблице компонентов. Библиотечные спектры, или спектры возможных веществ, отображаются, последовательно начиная с наиболее похожего на спектр вещества из таблицы компонентов, или неизвестный спектр. Также описывается сравнение возможного спектра с неизвестным.

5.5.1 Библиотечный поиск для таблицы компонентов

1. Откройте окно «Анализ данных» ("Data Analysis") либо в режиме «Количественный» (Quantitative), либо в режиме Таблицы компонентов (Compound Table).
Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных, 
И дважды щелкните по иконки нужного файла данных. Появится таблица компонентов, а также хроматограмма и градуировочный график, если доступен.
2. В меню «Количественный» (Quantitative) выбирают команду «Библиотечный поиск для таблицы компонентов» (Similarity Search for Compound Table). Появится закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) в диалоговом окне «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters").

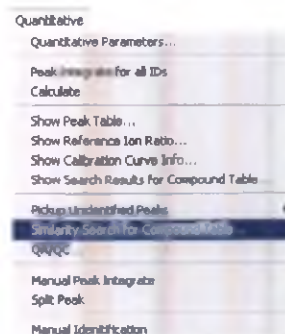
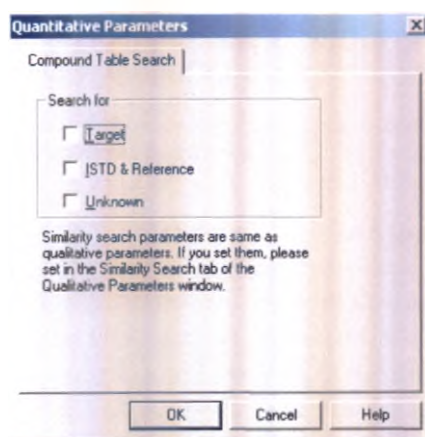


Рисунок 5.21 Закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) в диалоговом окне «Количественные параметры» ("Quantitative Parameters")

3. Выберете, какой тип компонентов (Target, ISTD & Reference, или неизвестный) включать в поиск по библиотеке. За раз в поиск можно включать более одного типа.
После того как сделаете выбор, нажмите ОК, после чего начнется поиск.



Примечание

Если целевой компонент для поиска по библиотеке записывался в режиме FASST, то для поиска используется Scan спектр.



4. Чтобы просмотреть результаты поиска, щелкните дважды по строке с нужным компонентом или выберите **Показать результаты поиска для таблицы компонентов (Show Search Results for Compound Table)** в меню, появляющемся при нажатии правой кнопки мышки. Появится окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results").

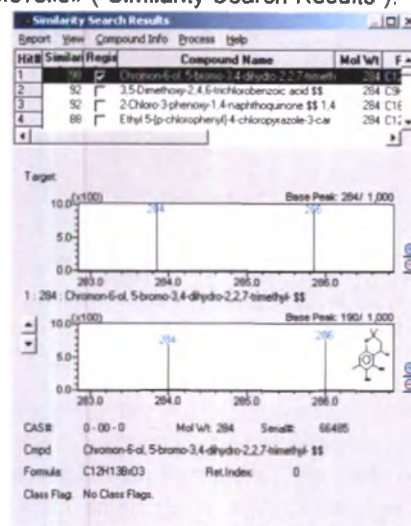
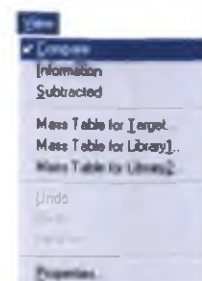


Рисунок 5.22 Окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results")

Компоненты перечислены последовательно в окне «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results"), начиная с компонента, имеющего

наибольший коэффициент подобия. Список можно прокручивать с помощью скролла слева от среднего спектра. Средний спектр меняется в зависимости от выбранного компонента в списке.

Верхний спектр – начальный спектр, а второй спектр – спектр возможного компонента из библиотеки. Информация в нижней части окна меняется в зависимости от того, какая опция выбрана в меню «Вид» (View menu). Если выбрано «Сравнивать» (Compare), то нижняя часть окна содержит спектр второго возможного вещества из той же библиотеки. Если выбрано «Информация» (Information), то отображается информация о возможном компоненте. Если выбрано «Вычитать» (Subtract), то в нижней части окна отображается результирующий спектр вычитания спектра возможного вещества из начального спектра.



CAS#:	71369-17-0	Mol Wt:	284	Serial#:	66627
Compd:	2-Chloro-3-phenoxyl-1,4-naphthoquinone 5H 1,4-Naphthalene dione,				
Formula:	C16H9ClO3				
Ret Index:	0				
Class Flag:	No Class Flag				

Рисунок 5.23 Информация, выбранная в меню «Вид»

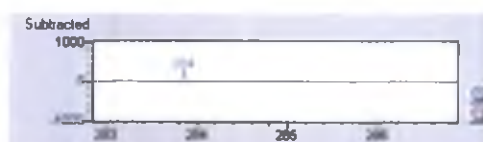


Рисунок 5.24 Вычитание, выбранное в меню «Вид»

Примечание

Файлы библиотеки, используемые для поиска, выбираются в закладке «Поиск по библиотеке» (Similarity Search tab) в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Чтобы открыть диалоговое окно «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"), либо нажмите на кнопку панели инструментов Качественные параметры (Qualitative Parameters), либо выберите Качественный>Качественные параметры (Qualitative > Qualitative Parameters).

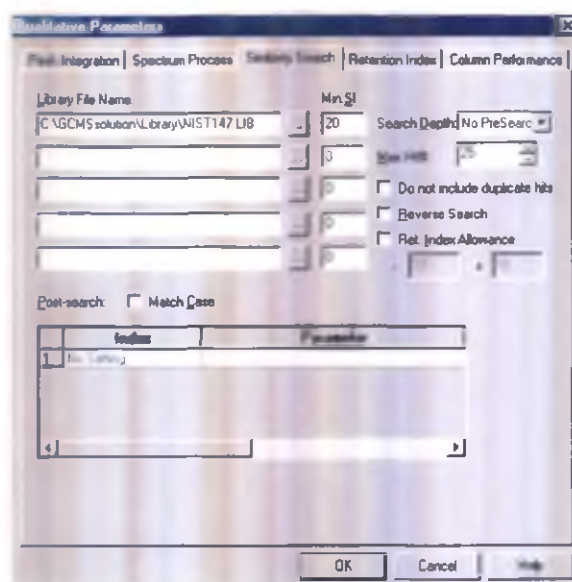


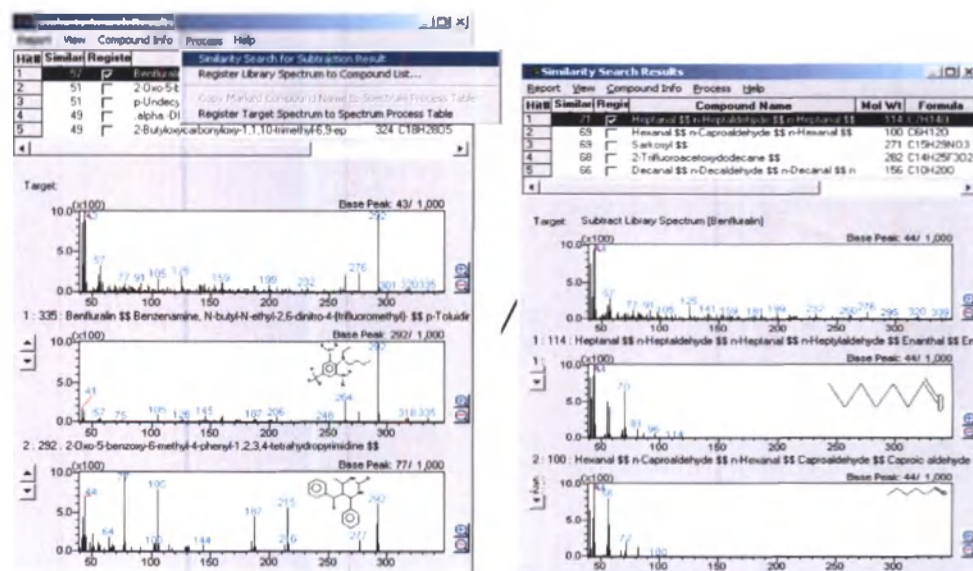
Рисунок 5.25 Выбор файла библиотеки

Под одним именем файла библиотеки можно выбрать 5 файлов библиотек. Минимальный индекс подобия можно ввести для каждого файла в ячейке Min.SI. Максимальное число и другие параметры также устанавливаются в этой закладке. За более подробной информацией о параметрах поиска по библиотеке обращайтесь к Приложению А "Обработка пиков и операции с масс спектрами" на стр. 253 и «ГХМС справке» (GCMS Help).

5.5.2 Выполнение поиска по результатам вычитания

Если вы точно знаете, что неизвестный спектр состоит из спектров нескольких веществ, то вычитанием спектра из приведенного списка и проведением поиска по библиотеке снова, Вы можете получить более точные результаты.

1. Выберите Процесс>Поиск по библиотеке для результата вычитания (Process > Similarity Search for Subtraction Result).
2. Откроется новое окно «Поиск по библиотеке» (Similarity Search), и появятся спектр вычитания и результаты поиска.



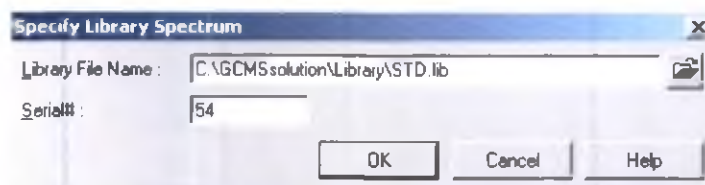
3. Вы также можете снова провести поиск по библиотеке для результата вычитания (последовательно до 2 раз)

5.5.3 Занесение спектра в библиотеку

Вы можете добавить спектр библиотеки в конец списка в окне «Поиск по библиотеке» (Similarity Search).

Сделав это, можно отображать результаты поиска по библиотеке для спектра и индекс подобия, затем также можно выполнять поиск по библиотеке для результата вычитания.

1. Выберите Процесс>Зарегистрировать библиотечный спектр в списке компонентов (Process > Register Library Spectrum to Compound List).
2. Появится окно «Занесение спектра библиотеки» ("Specify Library Spectrum"). Введите имя файла библиотеки и серийный номер спектра, который нужно занести в список.



5.6

5 Количественный анализ

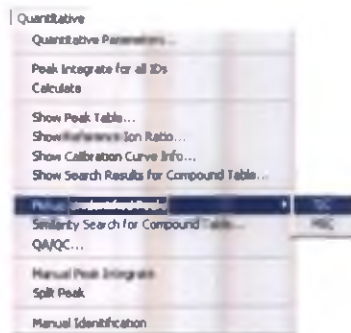
Анализ неизвестных пиков

Этот раздел описывает метод, используемый для анализа спектров компонентов перечисленных в таблице компонентов, которые не являются целевыми компонентами. Главным образом этот метод применяется для анализа примесей и других неизвестных веществ.

1. Откройте окно «Анализ данных» ("Data Analysis") либо в режиме «Количественный» (Quantitative), либо в режиме Таблицы компонентов (Compound Table).

Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных, щелкните дважды по файлу данных, чтобы открыть этот файл. Появится таблица компонентов, а также хроматограмма и градуировочный график, если доступно.

2. Выберите TIC или MIC в пункте «Выбор не идентифицированных пиков» (Pickup Unidentified Peaks) в меню «Количественный» (Quantitative). Проинтегрируются идентифицированные пики и занесутся в таблицу результатов.



3. Выберите «Поиск по библиотеке для таблицы компонентов» (Similarity Search for Compound Table) в меню «Количественный» (Quantitative). Появится закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) окна «Количественные параметры» (Quantitative Parameters).

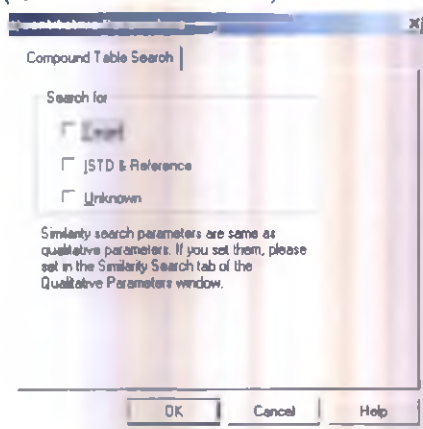
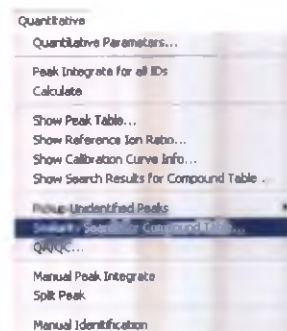


Рисунок 5.26 Закладка «Поиск по таблице компонентов» (Compound Table Search) окна «Количественные параметры» (Quantitative Parameters)

4. Выберите тип «Неизвестный» (Unknown) для компонента для которого нужно провести поиск, и нажмите **OK**. Запустится поиск по библиотеке.
5. Чтобы просмотреть результаты поиска, щелкните дважды по строке с нужным компонентом или выберите **Показать результаты поиска для таблицы компонентов** (Show Search Results for Compound Table) в меню, появляющемся при нажатии правой кнопки мышки. Появится окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results").

5.7

Группировка

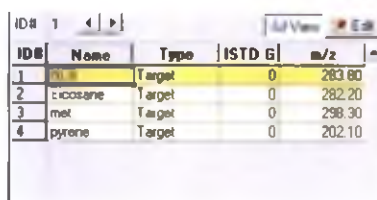
5 Количественный анализ

В этом разделе описывается метод, который используется для отнесения компонентов с одинаковыми характеристиками к одной группе и для расчета концентрации по каждой группе.

1. Нажмите на иконку «Градуировочный график» (Calibration Curve)  на вспомогательной панели, и попадете в режим Градуировочного графика.

2. Загрузите файл метода. Нажмите на закладку «Метод» (Method)  в проводнике данных и дважды щелкните по иконке метода, который нужно загрузить.

Появится таблица компонентов, записанная в загруженном методе.



IDB	Name	Type	ISTD G	m/z
1	nitro	Target	0	283.80
2	cyclohexane	Target	0	282.20
3	met	Target	0	298.30
4	pyrene	Target	0	202.10

Рисунок 5.27 Compound Table

3. Щелкните дважды по закладке «Данные» (Data) в проводнике данных и перетащите файл данных для градуировочного графика из проводника данных в «дерево» файлов данных.
4. Нажмите на кнопку **Правка (Edit)** в таблице компонентов, для того чтобы перейти в режим правки. Создайте группу в таблице компонентов. 

5. Нажмите на закладку «Параметры группы» (Group Param's). 

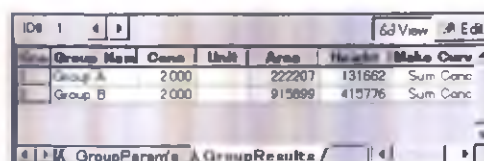
Задайте имя группы, тип группы, концентрацию, и т.д. Для градуировочного графика, тип группировки следует выбирать из приведенных ниже:

По умолчанию (Default): Метод группировки выбирается в «Количественных параметрах» (Quantitative parameters)

Калибровка по группам (Group calibration): Объединяет площади и высоту пиков для компонентов из одной группы, и проводит количественные расчеты для соответствующей группы, используя градуировочный график.

Суммирование концентрации (Concentration Sum): Создает градуировочные графики для каждого компонента, проводит количественные компоненты по каждому компоненту, и суммирует концентрации компонентов.

6. Нажмите на закладку «Параметры» (Param's). Установите номер группы для компонента, выбранного в таблице компонентов. 
7. Нажмите на кнопку Вид (View), для того чтобы переключиться в режим вид. 
8. Нажмите на иконку Интегрировать пики для всех данных (Peak Integration for All Data) на вспомогательной панели. Появится градуировочный график. 
9. Результат количественных вычислений для группы отобразится в закладке «Результаты группы» (Group Result) в таблице компонентов.



ID	Group	Mass	Conc	Unit	Area	Height	Make Curve
1	Group A	2.000	222207		131662		Sum Conc
2	Group B	2.000	915899		415776		Sum Conc

Рисунок 5.28 Таблица компонентов

5.8

5 Количественный анализ

Печать результатов

В этом разделе описывается, как распечатать стандартные отчеты количественного анализа.

5.8.1 Градуировочный график

Появится окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve"), и откроется соответствующий файл метода. Проверьте, чтобы правильные файлы данных были прикреплены к Data File Tree. Чтобы распечатать отчет, содержащий градуировочный график, выберите **Файл>Печать изображения>Печать** (File > Print Image > Print) или нажмите на кнопку панели управления **Печать** (Print). Выберите **Файл>Печать изображения>Предварительный просмотр** (File > Print Image > Preview), или нажмите на кнопку панели управления **Предварительный просмотр** (Print Preview), для того чтобы просмотреть отчет перед печатью. Для печати отчета, содержащего градуировочный график, используется стандартный формат отчета. Для того чтобы редактировать стандартный формат отчета, выберите **Файл>Печать изображения>Править формат** (File > Print Image > Edit Format).



Печать отчета

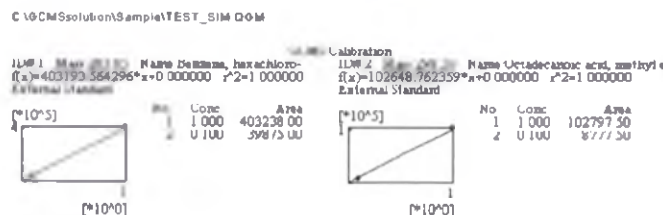


Рисунок 5.29 Предварительный просмотр отчета

5.8.2 Отчет

Чтобы распечатать отчет из открытого файла данных в окне «Анализ данных» ("Data Analysis"), выберите **Файл>Отчет** (File > Report). Появится окно «Данные отчета» ("Data Report"). Либо создайте новый формат отчета и выберите открытый в данный момент файл данных, в качестве файла данных для каждого пункта, либо откройте существующий файл отчета и выберите открытый в данный момент файл данных, в качестве файла данных для каждого пункта. Распечатайте отчет. Для получения информации о создании форматов отчета, обратитесь к **Главе 6 "Создание отчетов"** стр. 153.

Процесс создания отчета с помощью шаблона формата отчета описывается ниже.

1. В окне «Анализ данных» ("Data Analysis") откройте файл данных, для которого Вы хотите создать отчет. Выберите **Файл>Отчет** (File > Report), для того чтобы появилось окно «Отчет» ("Report").
2. Выберите **Файл>Создать файл формата** (File > New Format File), для того чтобы открыть диалоговое окно «Создать файл» ("File New"). Убедитесь, что выбрано **Использовать шаблон** (Use Template). Диалоговое окно «Создать файл» ("File New") не откроется, если не выбрано «Подсказка для создания файла» ("Prompt on File New") в закладке «Создать файл» (File New) в окне «Параметры установки» ("Setting Options"), которое появляется, если выбрать «Опции» (Option) в меню инструментов.



Рисунок 5.30 Диалоговое окно «Создать файл» ("File New")

3. Выберите шаблон формата отчета из списка, и нажмите ОК. Отформатированный отчет, включая данные из открытого файла данных, появится в окне «Отчет данных» ("Data Report").
4. Чтобы распечатать отчет, используйте команду **Файл>Печать (File > Print)** или нажмите на кнопку **Печать (Print)** на панели инструментов. Ниже изображен отчет, созданный с помощью шаблона «Количественные результаты (Графики)» (Quantitative Result (Graph)).

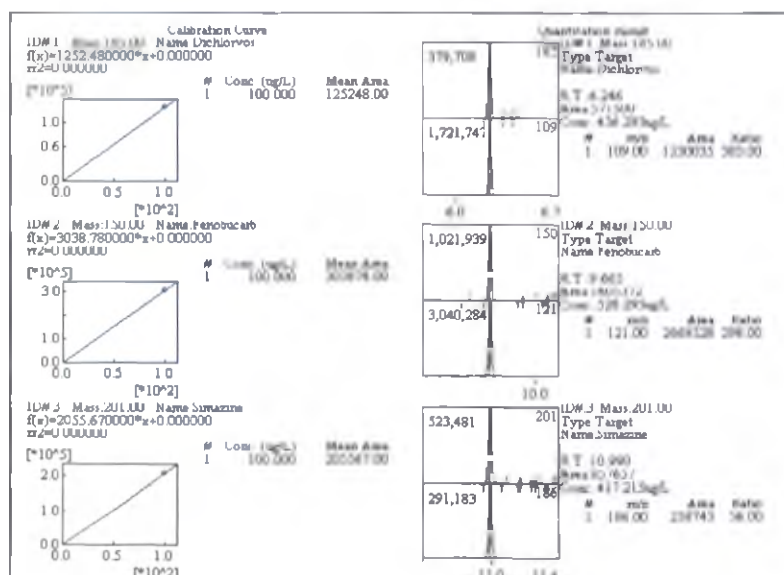


Рисунок 5.31 Отчет, созданный с помощью шаблона «Количественные результаты (Графики)» (Quantitative Result (Graph))

6 Создание отчетов

6.1 Создание формата отчета

Этот раздел описывает процедуру создания формата custom отчета. Этот формат может быть позже использован для печати данных.

6.1.1 Окно «Отчет» ("Report")

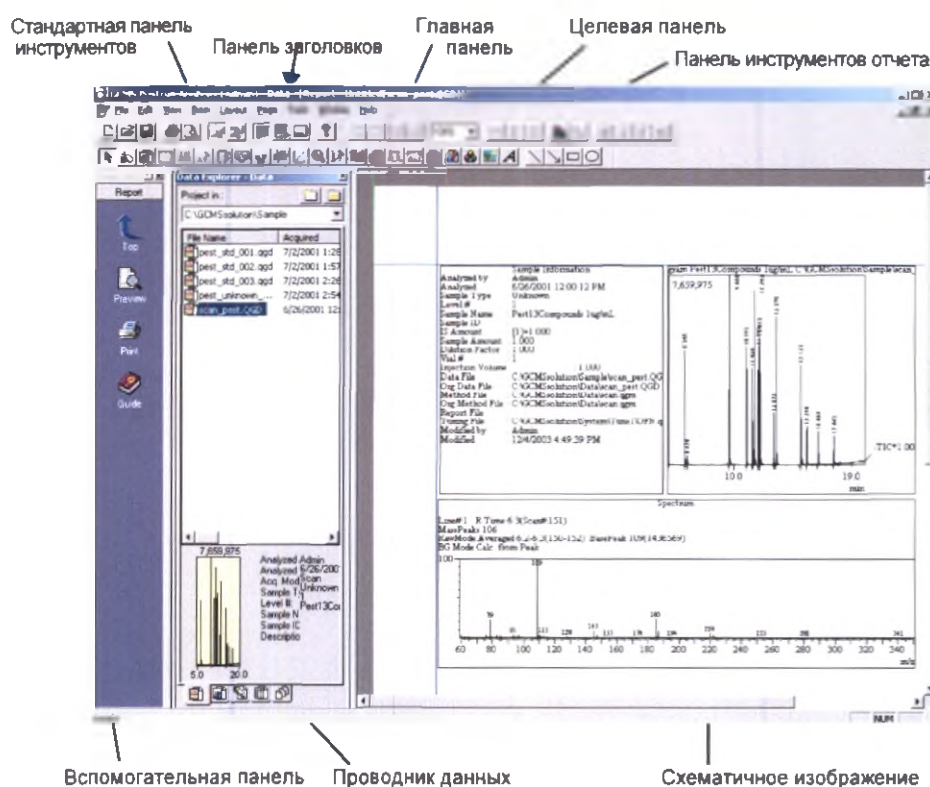


Рисунок 6.1 Окно «Отчет» ("Report")

Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Отображает иконки команд, которые относятся к специальным функциям или командам. Чтобы открыть окно или активировать команду, нажмите на соответствующую иконку.
Проводник данных	Отображает все файлы по типам, включая файлы данных, метода, отчета, серии и все файлы. Можно легко открыть данные для анализа двойным щелчком по иконке файла или перетаскиванием его в нужное место.
Схематичное изображение	Отображает месторасположение частей отчета на странице. На странице можно установить, какие пункты включать в отчет, их расположение и другие свойства.

6.1.2 Панель инструментов отчета

1. Панель задач

Кнопка	Название	Функция
	Стрелка	Передвигает и меняет размер пунктов на странице.
	Информация об образце	Вставляет информацию об образце, такую как имя пользователя, имя образца, тип образца и номер виалы, и прочую информацию, которая указана в «Свойствах информации об образце» (Sample Information Properties).
	Содержание метода	Вставляет параметры прибора и параметры получения данных, которые указаны в «Свойствах метода» (Method Properties).
	Таблица пиков	Вставляет таблицу пиков, как указано в «Свойствах отчета для пиков» (Peak Report Properties).
	Хроматограмма	Вставляет хроматограмму, как указано в «Свойствах хроматограммы» (Chromatogram Properties).
	Спектр	Вставляет спектр и дополнительную информацию, указанную в «Свойствах спектра» (Spectrum Properties).
	Таблица масс	Вставляет таблицу масс, указанную в «Свойствах таблицы масс» (Mass Table Properties).
	Количественные графики	Вставляет хроматограммы и таблицу ионов сравнения, а также другую информацию, указанную в «Свойствах количественного анализа» (Quantitation Properties).
	Таблица кол-ного анализа	Вставляет таблицу с результатами количественного анализа, как указано в «Св-вах таблицы результатов количественного анализа» (Quantitation Results Table Properties).
	Результаты группы	Вставляет результаты группы файла данных прикрепленного к отчету.
	Градуировочный график	Вставляет градуировочный график и таблицу, а также другую информацию, указанную в «Свойствах градуировки» (Calibration Properties).
	Настройка	Вставляет условия и результаты настройки, а также другую информацию, относящуюся к свойствам колонки.
	Status Log	Вставляет журнал состояния МС, как указано в свойствах журнала состояния.
	Поиск по библиотеке	Вставляет информацию о неизвестном и предполагаемом веществах как указано в «Св-вах библиотеки» (Library Properties).
	Сравнение спектра	Вставляет результаты сравнения, как указано в «Свойствах сравнения спектра» (Spectrum Comparison Properties).
	Инфо о колонке	Вставляет таблицу, указанную в «Свойствах отчета по колонке» (Column Performance Report Properties).
	Проверка спектра	Вставляет результаты проверки спектра файла данных прикрепленного к отчету.
	Суммарный отчет (Конц.)	Отображает списки концентраций для множества данных.
	Суммарный отчет (Компонент)	Отображает списки количественных результатов по каждому компоненту для множества данных (конц., площадь, высота и т.д.).

Кнопка	Название	Функция
	Конфигурация	Вставляет информацию о конфигурации системы, как указано в «Свойствах конфигурации» (Configuration Control Properties).
	Рисунок	Вставляет любой графический файл, например, логотип компании, как указано в «Свойствах рисунка» (Picture Properties).
	Текст	Вставляет текст, указанный в «Свойствах текста» (Text Properties).
	Линия	Рисует линию, которая в дальнейшем может быть изменена с помощью «Свойств размера» (Shape Properties).
	Стрелка	Рисует стрелки.
	Прямоугольник	Рисует прямоугольник, который в дальнейшем может быть изменен с помощью «Свойств размера» (Shape Properties).
	Эллипс	Рисует эллипс, который в дальнейшем может быть изменен с помощью «Свойств размера» (Shape Properties).

2. Инструменты форматирования

Кнопка	Название	Функция
	Выравнивание по левому краю	Выравнивает левый край выбранных объектов.
	Выравнивание по правому краю	Выравнивает правый край выбранных объектов.
	Выравнивание по верхнему краю	Выравнивает выбранные объекты по их верхнему краю по самой верхней точке.
	Выравнивание по нижнему краю	Выравнивает выбранные объекты по их верхнему краю по самой нижней точке.
	Увеличение	Увеличивает или уменьшает схематичное изображение в соответствии с выбранным процентом. Введите процент напрямую, или выберите из выпадающего списка.
	Привести к одной ширине	Увеличивает ширину выбранных объектов, чтобы сравнялись с самым широким.
	Привести к одной высоте	Увеличивает высоту выбранных объектов, чтобы сравнялись с самым высоким.
	Привести к одному размеру	Увеличивает размер выбранных объектов, чтобы сравнялись по ширине с самым широким, а по высоте с самым высоким.
	Вставить	Добавляет в отчет страницу. Новая страница вставляется после отображенной.
	Удалить	Удаляет отображенную страницу.
	В начало	Если в отчете несколько страниц, переходит к первой странице.

Кнопка	Название	Функция
	Предыдущая	Если в отчете несколько страниц, переходит к предыдущей странице.
	Следующая	Если в отчете несколько страниц, переходит к следующей странице.
	В конец	Если в отчете несколько страниц, переходит к последней странице.

3. Стандартные инструменты

Кнопка	Название	Функция
	Печать	Распечатывает отчет.
	Предварительный просмотр	Открывает экран предварительного просмотра, чтобы можно было просмотреть отчет перед печатью.
	Открыть	Открывает имеющиеся файлы отчета.
	Сохранить	Сохраняет файл отчета. Происходит перезапись файла отчета; чтобы сохранить файл с новым именем, используйте Файл > Сохранить файл отчета как (File > Save Format File As.)



Примечание

Чтобы перевезти панель инструментов в «плавающую» панель, щелкните дважды на панели инструментов (в области около кнопок), или нажмите на панель инструментов и перетащите ее в нужное место.

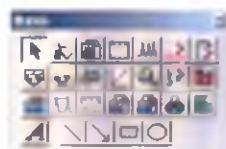


Рисунок 6.2 «Плавающая» панель

Эта функция позволяет рационально использовать место на экране. Используйте эту функцию, если нужно сократить ширину панели инструментов. Чтобы вернуть «плавающую» панель обратно на панель инструментов, либо щелкните дважды на заголовке панели, либо перетащите ее на панель инструментов.

6.1.3 Создание файла отчета

1. Нажмите на иконку **Формат отчета (Report Format)** на вспомогательной панели.
Откроется окно «Отчет» ("Report"), и появится новый безымянный файл.
2. После того как откроется новый файл, выберите в меню «Файл» пункт **Параметры страницы (Page Setup)**. Появится диалоговое окно «Параметры страница» ("Page Setup").

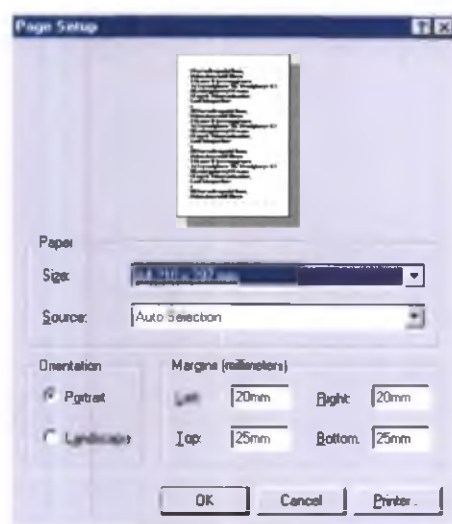


Рисунок 6.3 Диалоговое окно «Параметры страница» ("Page Setup")

3. Введите следующие параметры.

Группа	Параметр	Описание
Бумага (Paper)	Размер (Size)	Выберете размер бумаги, которая используется для печати.
	Источник (Source)	Выберете поддон для бумаги или как бумага будет подаваться в принтер.
Ориентация (Orientation)	Книжная или альбомная (Portrait or Landscape)	Определите, как использовать бумагу горизонтально (альбомная) или вертикально (книжная).
Отступы (мм) (Margins (millimeters))	Слева, справа, сверху и снизу (Left, Right, Top, and Bottom)	Введите, какие отступы (в мм) оставлять с левого и правого краев, снизу и сверху страницы.
	Принтер (Printer)	Выберете, какой принтер использовать по умолчанию.

6 Создание отчетов
6.1 Создание формата отчета

4. Нажмите на кнопку на панели инструментов, или выберите пункт в меню. Перетащите курсор в нужное место поля схематичного изображения, чтобы поместить пункт на странице отчета.

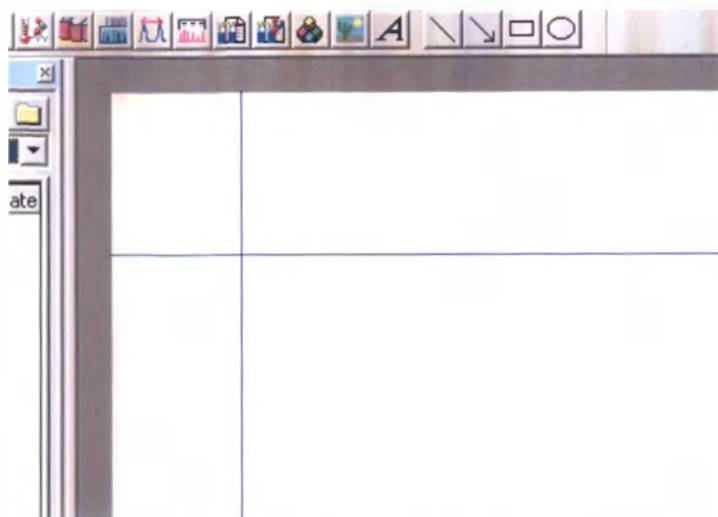


Рисунок 6.4 Поле схематичного изображения

Появится соответствующее диалоговое окно «Свойства».



Рисунок 6.5 Диалоговое окно «Свойства»

5. Установите параметры в различных закладках со свойствами. Хотя большинство параметров меняются в зависимости от пункта, для каждого пункта есть закладка **Общее (General)**, для того чтобы устанавливать позицию (position), размер (size), заголовок (title), шрифт (font) и цвет (color), и закладка **Файл (File)**, для того чтобы определять файл данных, используемый для отчета. После того как введены все параметры, нажмите **ОК**. Закроется диалоговое окно «Свойства», и применятся введенные параметры.

Если это необходимо, то добавьте в отчет дополнительные пункты, и введите их параметры.

6. Если отчет будет состоять из нескольких страниц, то нажмите кнопку «Вставить» (Insert), для того чтобы добавить страницу, после отображенной страницы.
7. Выберите Вид>Верхний/нижний колонтитулы (View > Header/Footer). Появится диалоговое окно «Верхний/нижний колонтитулы» ("Header/Footer").

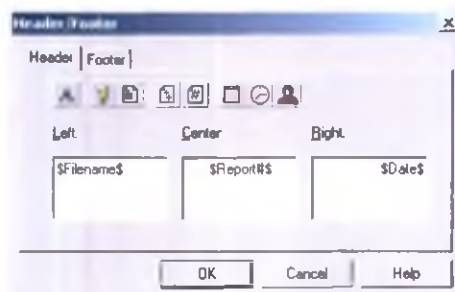


Рисунок 6.6 Диалоговое окно «Верхний/нижний колонтитулы» ("Header/Footer")

8. Содержание таблицы приведенной ниже может быть выровнено по левому краю, по центру или по правому краю страницы, как определено текстовыми окошками, в которые будет заноситься информация. Информация, введенная в закладке **Верхний колонтитул (Header)** будет напечатана вверху страницы, а информация, введенная в закладке **Нижний колонтитул (Footer)** будет напечатана внизу страницы.

Поместите курсор в левое, центральное или правое текстовое окошко, и нажмите кнопку, чтобы ввести различный связующий текст.

Кнопка	Имя	Функция	Переменная валичина
	Шрифт	Нажмите на кнопку Шрифт , чтобы открылось окно «Шрифт» ("Font"). Выберите шрифт, включая размер, стиль и цвет, в котором отображать верхний и нижний колонтитул, и нажмите ОК .	
	Версия	Нажмите на кнопку Версия , чтобы включить версию GCMSsolution Ver. 2 в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Версия\$
	Имя файла	Нажмите на кнопку Имя файла , чтобы включить имя файла данных в текст верхнего или нижнего колонтитула. Если используются разные данные для каждого пункта, включите файл данных с пунктом .	\$Имя файла\$
	Отчет#	Нажмите на кнопку Отчет# , чтобы включить номер отчета в текст верхнего или нижнего колонтитула. Отчеты нумеруются в том порядке, в каком печатаются. Введите номер для первого отчета в диалоговом окне «Опции отчета» ("Report Option")	\$Отчет#\$
	Страница#	Нажмите на кнопку Страница# , чтобы включить номер страницы в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Страница#\$
	Дата	Нажмите на кнопку Дата , чтобы включить дату, которая установлена в Windows, в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Дата\$
	Время	Нажмите на кнопку Время , чтобы включить время, которое установлено в Windows, в текст верхнего или нижнего колонтитула.	\$Время\$
	Имя пользователя	Отображает имя пользователя.	\$Пользователь\$

9. После того как установлены свойства для всех пунктов, и введен текст  верхнего и нижнего колонтитулов, нажмите кнопку Предварительный просмотр (Preview), чтобы просмотреть отчет.

Кнопка	Команда
Печать (Print)	Распечатать отчет. Обратитесь к Разделу 6.2.3 "Печать отчета", стр 161.
След страница (Next Page)	Предварительный просмотр следующей страницы.
Пред страница (Prev Page)	Предварительный просмотр предыдущей страницы.
Два страницы (Two Page)	Предварительный просмотр двух страниц одновременно.
Одна страница (One Page)	Предварительный просмотр одной страницы за раз.
Увеличение (Zoom In)	Увеличить просматриваемый отчет.
Уменьшение (Zoom Out)	Уменьшить просматриваемый отчет.
Закреть (Close)	Выход из режима предварительного просмотра.

10. Сохраните созданный формат как файл отчета.

Нажмите на кнопку **Сохранить (Save)** на панели инструментов.



Если файл отчета сохраняется в первый раз, то появится диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As").

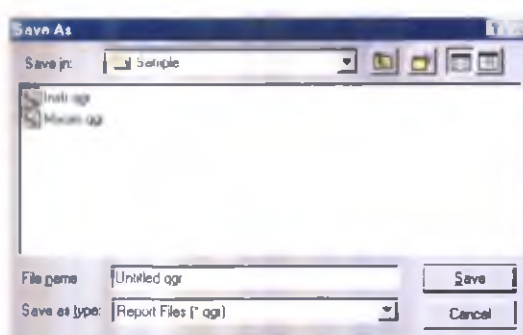


Рисунок 6.7 Диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As")

Выберете директорию, куда будет сохранен файл, и введите имя файла. Нажмите кнопку **Сохранить (Save)**, и формат отчета сохранится как файл отчета (*.qgr).

Используйте кнопку **Сохранить (Save)**, чтобы сохранить изменения в файле отчета, перезаписав существующий файл. Обратитесь к Разделу 6.2.1 "Как открывать файл отчета", стр. 161.



Примечание

Используйте **Файл>Сохранить файл отчета как (File > Save Format File As)**, чтобы сохранить файл под другим именем, а не перезаписывать существующий файл. Появится диалоговое окно «Сохранить как» ("Save As"). Выберите директорию, куда будет сохранен файл, введите имя файла, и нажмите кнопку **Сохранить (Save)**.

6.2 Пользование файлами отчета

В этом разделе описывается, как открывать существующий файл отчета, импортировать данные, и распечатывать отчеты.

6.2.1 Как открывать файл отчета

1. Нажмите на иконку **Формат отчета (Report Format)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Отчет» ("Report").
2. Откройте нужный формат отчета с помощью **Файл>Открыть формат файла (File > Open Format File)**, кнопки **Открыть (Open)** на панели инструментов, или через Проводник данных. Файл отчета отобразится в поле схематичного изображения.



6.2.2 Импортирование данных в файл отчета

1. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных. Появятся все файлы данных, которые находятся в выбранной папке.
2. Нажмите на нужный файл данных в проводнике данных, и перетащите в поле схематичного изображения. Файл данных загрузится в отчет, и отобразятся данные.

Данные также могут быть импортированы, если выбрать **Файл>Загрузить файл данных (File > Load Data File)**.



6.2.3 Печать отчета

1. Для того чтобы появилось диалоговое окно «Печать» ("Print"), нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели.

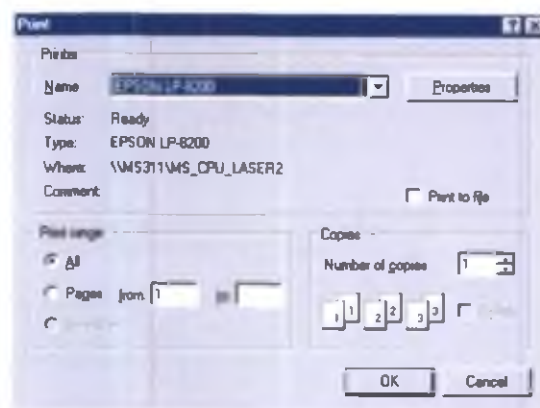


Рисунок 6.8 Диалоговое окно «Печать» ("Print")

Примечание

Нажав на кнопку **Свойства (Properties)**, которая находится рядом с именем принтера, можно менять параметры для принтера. Для получения информации о свойствах принтера, пользуйтесь инструкцией к принтеру.

2. Выберите, какие страницы печатать из «Все» ("All"), «Страницы» ("Pages") или «Выделенные» ("Selected"). «Все» ("All") распечатывает все страницы отчета. «Страницы» ("Pages") позволяет выбрать диапазон страниц для печати. «Выделенные» ("Selected") распечатывает часть отчета, которая была выделена до выполнения команды печать.
3. Введите количество копий в строке «Кол-во копий» (Number of copies).
4. Нажмите **ОК**, чтобы распечатать отчет.

7 Непрерывный анализ

7.1 Обзор

В этом разделе описывается два типа автоматизированных процессов. Один используется в приложении «ГХМС анализ в реальном времени», для того чтобы записывать и анализировать данные нескольких образцов. Другой используется в приложении «ГХМС обработка данных», для того чтобы анализировать данные из нескольких файлов данных. Для обоих типов автоматической обработки, сначала нужно создать файл метода.

7.1.1 Автоматическое получение данных и анализ данных

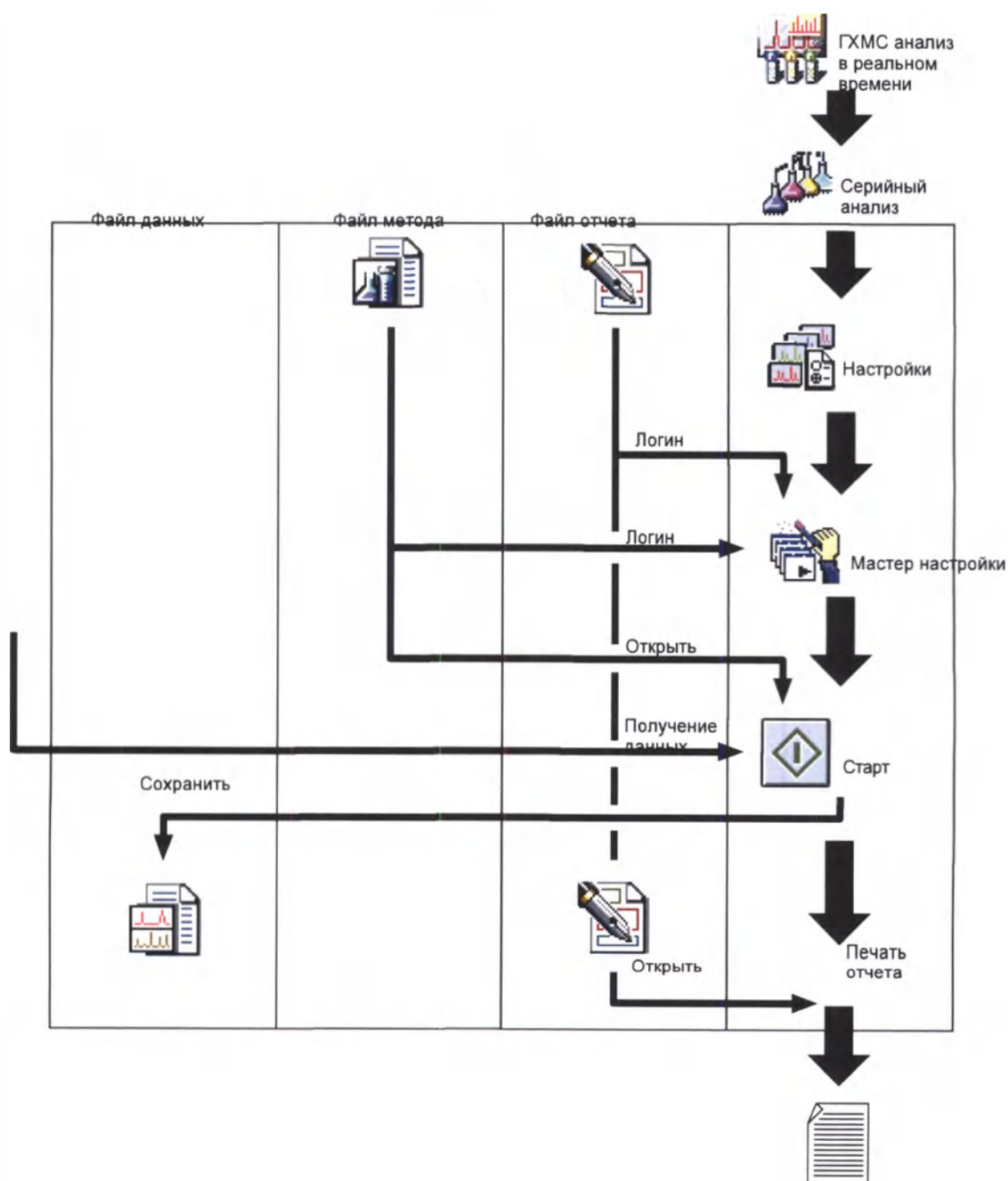


Рисунок 7.1 Автоматическое получение данных и анализ

7.1.2 Автоматическая обработка данных

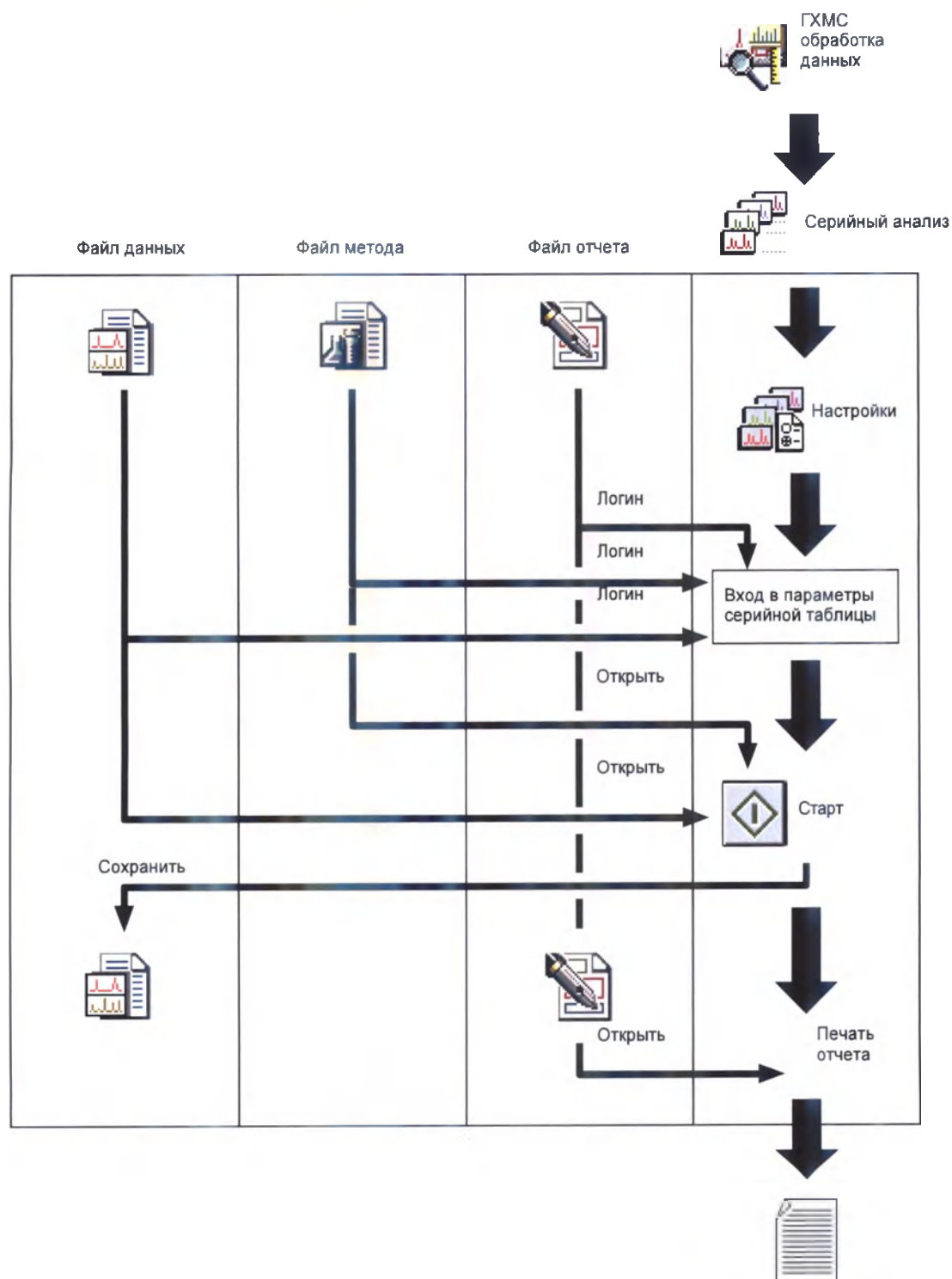


Рисунок 7.2 Автоматическая обработка данных

7.2

7 Непрерывный анализ

Автоматическое получение данных и анализ данных

В этом разделе описывается получение данных и анализ в приложении «ГХМС анализ в реальном времени» с использованием автодозатора. Для получения информации о параметрах качественного и количественного анализов, обратитесь к Главе 4 "Качественный анализ" на стр. 103 и Главе 5 "Количественный анализ" на стр. 127.

7.2.1 Создание серийной таблицы

1. Запустите приложение «ГХМС анализ в реальном времени» и нажмите на иконку  **Серийный анализ (Batch Processing)** на вспомогательной панели. Появится окно «Серийная таблица» ("Batch Table").

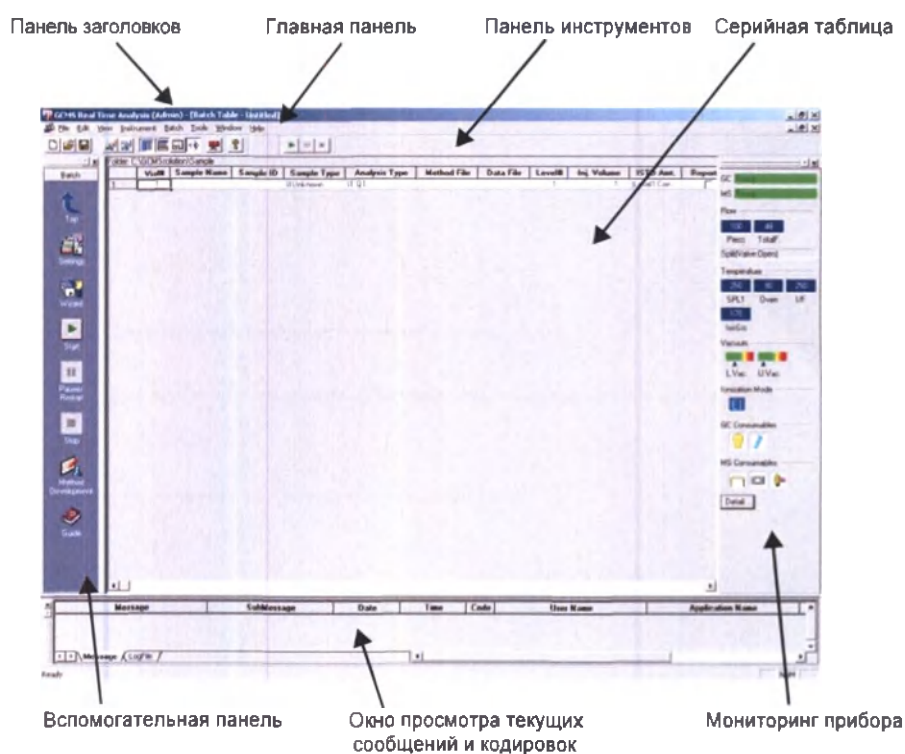


Рисунок 7.3 Окно «Серийная таблица» ("Batch Table")

2. Нажмите на иконку **Настройки (Settings)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Настройки» ("Settings").

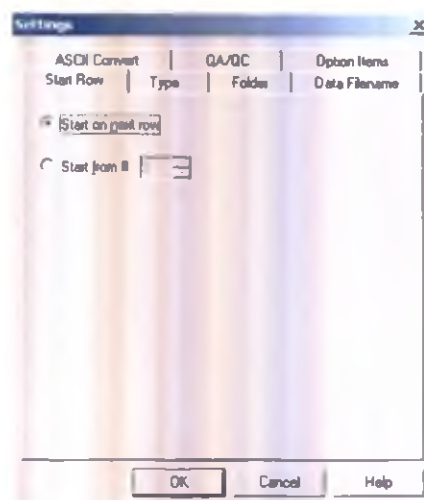


Рисунок 7.4 Диалоговое окно «Настройки» ("Settings")

Закладка «Начальная строка» (Start Row)

Определите строку, с которой начинать серийный анализ.

Параметр	Описание
Начинать со следующей строки (Start on next row)	Серийный анализ будет начинаться со строки следующей за строкой, на которой был остановлен анализ. Если для этой строки не был создан файл данных, то серийный анализ начнется с этой строки. Перед тем как начнется анализ, появится сообщение, чтобы определить начинать ли со следующей строки или с первой.
Начинать с (Start from #)	Серийный анализ начнется с выбранной строки. Перед тем как начнется анализ, появится сообщение, чтобы определить начинать ли с выбранной строки или с первой.

Закладка «Тип» (Type)

Выберете линию для серийного сбора данных и для обработки данных.

Параметр	Описание
Линия 1	Выберете, какую линию использовать для серийной таблицы.
Линия 2	Линию 2 и Линии 1 & 2 можно выбрать, только если в конфигурации системы доступны несколько аналитических линий.
Линия 1 & Линия 2	Если выбрано Линии 1 & 2, в серийную таблицу добавляются (или удаляются) одновременно две строки. В этом случае анализ проходит одновременно в линиях 1 and 2 для каждого выбранного образца.

Закладка «Папка» (Folder)

Эта закладка определяет директорию для поиска по умолчанию для типа файла. Например, если задано только имя файла данных, а не весь путь, программа выберет полный путь, используя папку, указанную в закладке.

Параметр	Описание
Использовать текущую папку (Use Current Folder)	Программа использует папку, которая выбрана в проводнике данных. Это обычно папка, в которой сохранен файл серии.
Использовать выбранную папку (Use Specified Folder)	Позволяет вход в стандартную директорию для файлов данных, метода и отчета. Для того чтобы выбрать директорию, нажмите кнопку Папка (Folder) справа от текстовых строк Файл данных , Файл метода и Файл отчета .
Использовать такую же папку (Use Same Folder)	Чтобы использовать одну папку для файлов данных, метода и отчета, выберите «Использовать такую же папку» (Use Same Folder). Папка, указанная в текстовой строке «Файл данных» (Data File) будет применяться по умолчанию ко всем файлам.

Закладка «Имя файла данных» (Data Filename)

Параметр	Описание
Присваивать имя файлу автоматически с (Generates filename automatically with)	Если отмечен этот пункт, то файл называется автоматически с использованием информации, выбранной в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items). Выберите пункт(ы), которые будут использоваться в имени, в левой ячейке, и нажмите кнопку Добавить (Add) , чтобы перенести пункт из ячейки «Выбранные пункты» (Selected Items). Чтобы удалить пункт из имени, выберите его в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items), и нажмите кнопку Удалить (Del) . Определите порядок, в котором пункты будут появляться в названии, выбрав пункт в ячейке «Выбранные пункты» (Selected Items) и нажав кнопки Вверх (Up) и Вниз (Down) . Пункты, которые можно включить в имя: Имя файла серии (Batch Filename), Номер линии серийной таблицы (Batch Table Line #), Имя файла метода (Method Filename), Имя пользователя (Username), Имя образца (Sample Name), ID образца (Sample ID) и текущая дата (Current Date).
Формат автонумерации (Auto-increment format)	Выберете один из четырех форматов автонумерации. Например: 1, 2, ..., 01, 02, ..., 001, 002, ... и 0001, 0002, ...

Закладка «ASCII преобразование»(ASCII Convert)

Когда отмечено «Открыть ASCII файл(ы)» (Output ASCII File(s)), результаты серийного анализа экспортируются в ASCII файл.

Параметр	Описание
Открыть всю серию (Output per batch) Открыть анализа (Output per analysis)	Обозначает экспорт выделенной информации в текстовый файл либо после завершения анализа все серии (Output per batch) либо после одной строки таблицы (Output per analysis).
Открыть файл (Output File)	Позволяет вводить полный путь имени в строку ввода «Открыть файл» (Output File), или выбрать имя файла с помощью обзора нужной директории и ввода имени, нажав на кнопку Папка (Folder) справа от строки ввода.
Переписать (Over write) Авто нумерация (Auto-increment)	Обозначает, что существующий файл либо перезаписывается, либо происходит автоматическое удлинение имени файла, если файл с таким именем уже существует.

Параметр	Описание
Открыть пункты (Output Items)	Выберете пункты, которые надо включить в текстовый файл, из следующих: Свойства файла данных (Data File Properties), Результаты состава (Compound Quantitative Result), Результаты поиска компонентов (Compound Search Result), Качественная таблица пиков (Qualitative Peak Table), Таблица свойств колонки (Column Performance Table), Таблица обработки спектра (Spectrum Process Table), Результат поиска спектра (Spectrum Search Result), Хроматограмма (TIC) (Chromatogram (TIC)), Хроматограмма (MIC) (Chromatogram (MIC)) или Спектр (Spectrum). Отметьте пункты для экспорта в текстовый файл.
Разделитель (Delimiter)	Используется для определения, как разделять информацию в текстовом файле. Доступные варианты: закладка (Tab), запятая (Comma) или другое (Other). Если выбрано другое, то введите <u>разделитель в строку ввода справа</u> .

Закладка Конвертирование файла

Выберете эту закладку, когда конвертируете данные файла в AIA формат.

Параметр	Описание
Выходной MC AIA файл (Output MS AIA file)	Задайте так или иначе выходной AIA формат MC файлов, когда выполняете непрерывную серию анализов.
Перезаписывание с автоматическим увеличением номера (Over write Auto-increment)	Указывает на то, что необходимо перезаписать файл или дать ему другой порядковый номер, если файл с таким же названием уже существует.

Закладка QA/QC

Выберете «Выполнить QA/QC» (Execute QA/QC), чтобы провести QA/QC.

Параметр	Описание
Открыть файл (стиль текста) (Output File (Text Style))	Позволяет вводить полный путь имени в строку ввода «Открыть файл» (Output File), или выбрать имя файла с помощью обзора нужной директории и ввода имени, нажав на кнопку Папка (Folder) справа от строки ввода.
Соединить файл (Merge File), Перезаписать (Over write), Авто нумерация (Auto-increment)	Обозначает, что файл либо добавится (Merge File), либо перезапишется (Overwrite File), либо создастся новый файл, автоматическим добавлением числа к имени файла, если файл с <u>таким именем уже существует</u> .
Открыть как HTML файл (Output Style File (<File name>.htm))	Если выбран этот пункт, то QA/QC результаты экспортируются в HTML файл вдобавок к открытию текстового файла. У HTML файла такое же имя, как указано в строке ввода «Открыть файл» (Output File), с расширением ".htm".
Открыть как CSV файл (Output CSV Style File (<File name>.csv))	Выбирает, открывать ли вдобавок файл типа CSV. У CSV файла такое же имя, как указано в строке ввода «Открыть файл» (Output File), но с расширением ".csv".

Закладка «Дополнительные пункты» (Option Tab)

Серийная таблица может включать вплоть до семи дополнительных столбцов, как установлено в пункте «Вид таблицы» (Table Style). Если эти столбцы включены, то используйте закладку «Дополнительные пункты» (Option Items), чтобы озаглавить столбец. Можно ввести до 31 характеристики. Заголовок может относиться к свойствам файла данных, или к информации об образце в отчете.

3. Нажмите на иконку **Мастер настройки (Wizard)** на вспомогательной панели, и появится «Мастер настройки серии» (Batch Table Wizard).

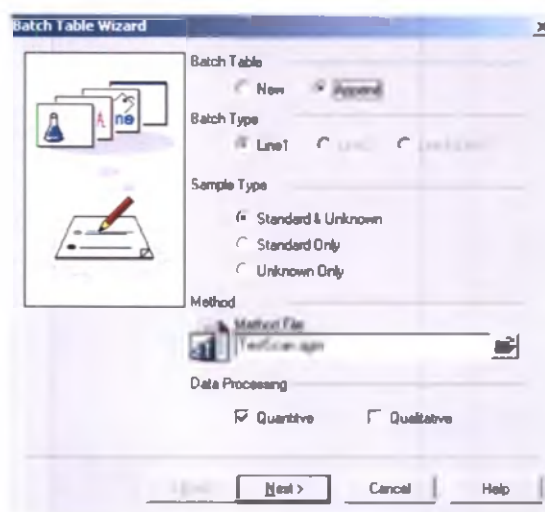


Рисунок 7.5 Мастер настройки серии – Начальный шаг

Мастер настройки серии – Начальный шаг

Параметр	Описание
Серийная таблица (Batch Table)	Чтобы создать новую таблицу, выберите Создать (New) . Если выбрать Добавить (Append) , то к отображенной таблице добавятся строки.
Тип серии (Batch Type)	Выберете, какая аналитическая линия будет использоваться в серийной таблице. В зависимости от конфигурации системы некоторые виды могут быть не доступны. Выберете из Линии 1 & 2, или только Линия 1 или Линия 2.
Тип пробы (Sample Type)	Выберете тип проб, которые будут включены в серию. - Выберете «Стандартные и неизвестные» (Standard & Unknown), если стандартные и неизвестные образцы будут вместе включены в одну серию. После нажатия на кнопку Далее (Next), введите информацию о стандартных образцах, затем о неизвестных. Строки со стандартными образцами будут помещены перед неизвестными в таблице серии. Если для анализа данных выбран количественный метод, то на основе результатов анализа стандартных образцов создастся градуировочный график. Он сохранится в файле метода. Обновленный метод будет использоваться в последующем анализе, и результаты анализа неизвестной пробы будут обсчитываться по новому градуировочному графику. - Выберете «Только неизвестные» (Unknown Only) для создания серийной таблицы состоящей только из неизвестных проб. После нажатия на кнопку Далее (Next), появится экран с параметрами неизвестных проб. В серийной таблице будут только строки с неизвестными образцами.
Метод (Method)	Позволяет ввести полный путь файла в текстовой ячейке файла результата, или выбрать имя файла с помощью просмотра нужной директории и ввода имени, нажав кнопку Папка (Folder) справа от текстовой строки. Если файл метода уже открыт в окне «Получение данных» ("Data Acquisition"), имя этого файла метода отображается по умолчанию. Файл метода, выбранный здесь, будет занесен в таблицу, но можно указать и другой файл метода в таблице.

7 Непрерывный анализ

7.2 Автоматическое получение данных и анализ данных

Параметр	Описание
Обработка данных (Data Processing)	Укажите проводить качественный и/или количественный анализ. Если отмечено «Количественный» (Quantitative), то тип анализа будет включать интегрирование пиков для количественного анализа и количественные расчеты. Если отмечено «Качественный» (Qualitative), то тип анализа будет включать интегрирование пиков для качественного анализа, создание таблицы обработки спектра, и поиск по библиотеке.

После того как все параметры будут введены, нажмите **Далее (Next)**.

Если в качестве типа пробы выбрано «Стандартные и неизвестные» (Standard & Unknown) или «Только стандартные» (Standard Only), то появится the Мастер настройки серийной таблицы для стандартных образцов (1) шаг. Если выбрано «Только неизвестные» (Unknown Only), то появится the Мастер настройки серийной таблицы для неизвестных проб (1) шаг.

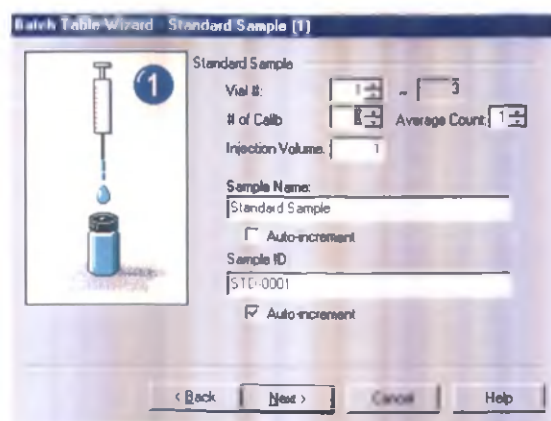


Рисунок 7.6 Мастер настройки серийной таблицы - стандартный образец (1) шаг

Мастер настройки серийной таблицы – стандартный образец (1)

Это окно появляется, только если в начальном шаге мастера настройки серийной таблицы в качестве типа образца выбраны «Стандартные и неизвестные» или «Только стандартные».

Параметр	Описание
Номер виалы (Vial #)	Если используется автодозатор, введите номер позиции виалы с первым стандартным раствором в реке. В правой текстовой строке указывается конечное положение виалы, вычисленное из указанного количества точек в градуировочном графике. Убедитесь, что виала со стандартным раствором правильно установлена в трее автодозатора. Этот параметр нужен, только если используется автодозатор.
Кол-во градуировочных уровней (# of Calib)	Количество точек в градуировочном графике определяется в файле метода и отображается по умолчанию. Этот параметр можно изменить в мастере настройки. Изменение количества точек в градуировочном графике меняет конечное положение виалы указанное в строке «Номер виалы» (Vial #).
Average Count	Указывает количество вводов из виалы со стандартным раствором. Общее число анализов стандартов рассчитывается умножением количества точек в градуировочном графике на Average Count
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Используется для установления объема вводимой пробы. Как только закроется мастер настройки, можно изменять объем вводимой пробы для каждой строки серийной таблицы.
Имя образца (Sample Name)	Устанавливает имя образца для стандартов. Этот параметр используется в комбинации с «ID образца» (Sample ID), чтобы отличать особые файлы образцов и стандартов от других файлов. <u>Этот параметр не обязательный.</u>
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к имени образца добавляется номер, что создает уникальные имена образцов для последовательных строк.
ID образца (Sample ID)	Устанавливает ID образца. Этот параметр используется для того, чтобы различать образцы и это полезно, если для анализа одного образца используются разные методы, или если один метод используется для анализа разных образцов. Этот параметр не обязательный.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к ID образца автоматически добавляется номер, что создает уникальные ID образцов для последовательных строк.

После того как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки серийной таблицы - стандартный образец переходит к шагу (2).

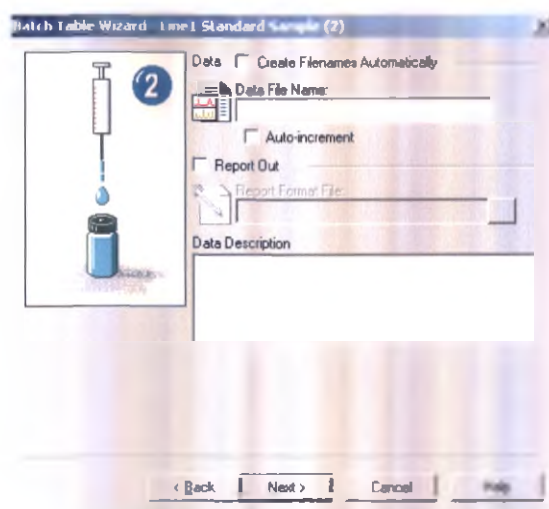


Рисунок 7.7 Мастер настройки серийной таблицы - стандартный образец (2) шаг

Мастер настройки серийной таблицы – стандартный образец (2)

Это окно появляется, только если в начальном шаге мастера настройки серийной таблицы в качестве типа образца выбраны «Стандартные и неизвестные» или «Только стандартные».

Параметр	Описание
Создавать имена файлов автоматически (Create Filenames Automatically)	Определяет, создавать ли автоматически имена файлов. Этот параметр можно изменить только в том случае, если создается новая серийная таблица. Если добавляется к существующей серийной таблице, то отображается текущее значение. Если выбран этот параметр, то нельзя задавать имя файла данных.
Имя файла данных (Data File Name)	Определяет имя файла данных. Выберите автонумерацию (Auto-increment), чтобы автоматически удлинялось имя файла данных. Каждое имя файла данных должно быть уникально.
Выводить отчет (Report Out)	Определяет, создавать ли отчет. Если выбран этот пункт, то укажите файл отчета.
Файл отчета (Report Format File)	В случае печати отчета, этот пункт определяет файл отчета. Иконка файла может быть использована для поиска файла отчета.
Описание данных (Data Description)	Позволяет вводить описание в файл данных, если требуется.

После того как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки серийной таблицы - неизвестный образец переходит к шагу (1).

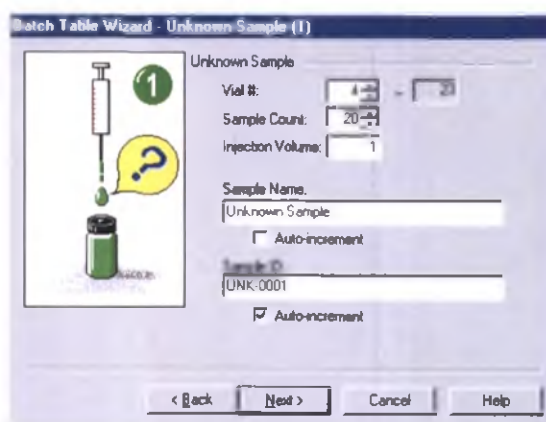


Рисунок 7.8 Мастер настройки серийной таблицы - неизвестный образец (1) шаг

Мастер настройки серийной таблицы - неизвестный образец (1) шаг
Это первый шаг мастера настройки для неизвестных образцов в серийной таблице.

Параметр	Описание
Номер виалы (Vial #)	Если используется автодозатор, введите номер позиции виалы с первым образцом в реке. В правой текстовой строке указывается конечное положение виалы, вычисленное из указанного Sample Count. Убедитесь, что виала с образцом правильно установлена в торе автодозатора. Этот параметр нужен, только если используется автодозатор.
Sample Count	Используется для введения количества неизвестных образцов, для которых будут записываться данные. Если нет неизвестных образцов, введите 0, кнопка Далее (Next) заменится на кнопку Готово (Finish) и остальные параметры не надо будет вводить.
Объем вводимой пробы (Injection Volume)	Используется для установления объема вводимой пробы. Как только закроется мастер настройки, можно изменять объем вводимой пробы для каждой строки серийной таблицы.
Имя образца (Sample Name)	Устанавливает имя образца для образцов. Этот параметр используется в комбинации с «ID образца» (Sample ID), чтобы отличать особые файлы образцов и стандартов от других файлов. Этот параметр не обязательный.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к имени образца добавляется номер, что создает уникальные имена образцов для последовательных строк
ID образца (Sample ID)	Устанавливает ID образца. Этот параметр используется для того, чтобы различать образцы и это полезно, если для анализа одного образца используются разные методы, или если один метод используется для анализа разных образцов. Этот параметр не обязательный.
Автонумерация (Auto-increment)	Если выбрана автонумерация, то к ID образца автоматически добавляется номер, что создает уникальные ID образцов для последовательных строк.

После того как все параметры введены, нажмите **Далее (Next)**.

Мастер настройки серийной таблицы - неизвестный образец переходит к шагу (2).

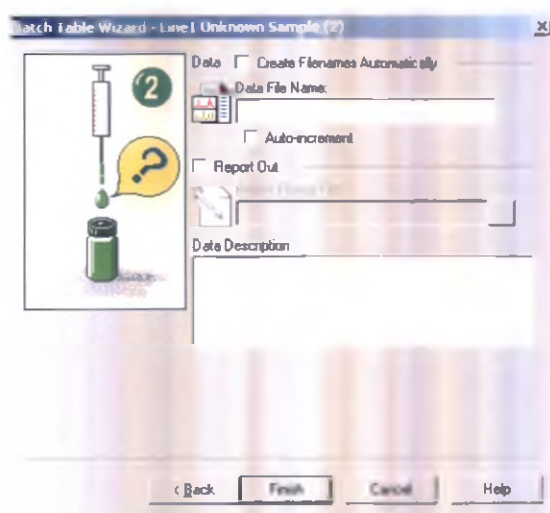


Рисунок 7.9 Batch Table Wizard - Unknown Sample (2) Screen

Мастер настройки серийной таблицы - неизвестный образец (2) шаг

Это окно появляется, если в шаге (1) мастера настройки серийной таблицы- неизвестный образец в качестве типа образца выбран «Только неизвестные».

Параметр	Описание
Создавать имена файлов автоматически (Create Filenames Automatically)	Определяет, создавать ли автоматически имена файлов. Этот параметр можно изменить только в том случае, если создается новая серийная таблица. Если добавляется к существующей серийной таблице, то отображается текущее значение. Если выбран этот параметр, то нельзя задавать имя файла данных.
Имя файла данных (Data File Name)	Определяет имя файла данных. Выберите автонумерацию (Auto-increment), чтобы автоматически удлинять имя файла данных. Каждое имя файла данных должно быть уникально.
Выводить отчет (Report Out)	Определяет, создавать ли отчет. Если выбран этот пункт, то укажите файл отчета.
Файл отчета (Report Format File)	В случае печати отчета, этот пункт определяет файл отчета. Иконка файла может быть использована для поиска файла отчета.
Описание данных (Data Description)	Позволяет вводить описание в файл данных, если требуется.

После введения параметров, нажмите кнопку **Готово (Finish)**. Закроется мастер настройки серийной таблицы и создастся серийная таблица.

Если параметры отдельных строк отличаются от параметров введенных в мастере настройки, сделайте изменения прямо в серийной таблице.

Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume
1	Standard Sample	STD-0001	1 Standard (I)	IT QT	Test.qm	unk-0001	1	1
2	Standard Sample	STD-0002	1 Standard	IT QT	Test.qm	unk-0002	2	1
3	Standard Sample	STD-0003	1 Standard	IT QT	Test.qm	unk-0003	3	1
4	Unknown Sample	UNK-0001	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo001	1	1
5	Unknown Sample	UNK-0002	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo002	1	1
6	Unknown Sample	UNK-0003	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo003	1	1
7	Unknown Sample	UNK-0004	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo004	1	1
8	Unknown Sample	UNK-0005	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo005	1	1
9	Unknown Sample	UNK-0006	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo006	1	1
10	Unknown Sample	UNK-0007	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo007	1	1
11	Unknown Sample	UNK-0008	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo008	1	1
12	Unknown Sample	UNK-0009	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo009	1	1
13	Unknown Sample	UNK-0010	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo010	1	1
14	Unknown Sample	UNK-0011	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo011	1	1
15	Unknown Sample	UNK-0012	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo012	1	1
16	Unknown Sample	UNK-0013	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo013	1	1
17	Unknown Sample	UNK-0014	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo014	1	1
18	Unknown Sample	UNK-0015	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo015	1	1
19	Unknown Sample	UNK-0016	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo016	1	1
20	Unknown Sample	UNK-0017	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo017	1	1
21	Unknown Sample	UNK-0018	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo018	1	1
22	Unknown Sample	UNK-0019	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo019	1	1
23	Unknown Sample	UNK-0020	0 Unknown	IT QT	Test.qm	Demo020	1	1

Рисунок 7.10 Серийная таблица

4. В окне «Серийная таблица» ("Batch Table") можно создавать таблицы серий и редактировать уже существующие, без использования мастера серийных таблиц.

Если серийная таблица создается без мастера настройки, изначально новая таблица содержит только одну строку. Когда редактируется последняя строка в таблице, автоматически добавляется новая пустая строка. Таблица серии может содержать до 1000 строк.

«Всплывающие» меню

Правый щелчок по интересующей ячейке отображает соответствующее «всплывающее» меню. Выберите нужную команду в меню. Диапазон доступных команд от копирования и вставки до правки вида таблицы.

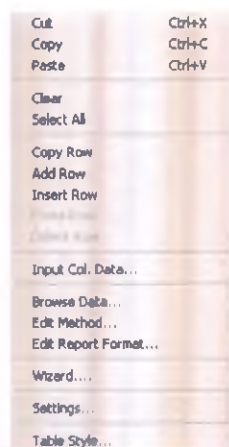


Рис. 7.11 «Всплывающее меню»

Последовательный ввод

Если информация, такая как номер виалы, имя образца, ID образца и имя файла данных, является последовательной для ряда строк, то такая информация в эти строки может вводиться при помощи автонумерации. Выделите нужную колонку и выберите **Правка>Вставить данные колонки (Edit > Input Col. Data)**. Например, чтобы автоматически заполнить колонку «ID образца» (Sample ID), появляется следующее диалоговое окно.

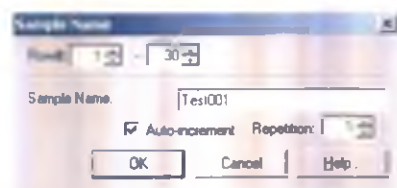


Рисунок 7.12 Автоматическое заполнение колонки «ID образца»

В изображенном диалоговом окне «Имя образца» ("Sample Name") нажатие кнопки **OK** введет ID образцов от test 001 до test 030 в строках 1 - 30.

Замена столбцов в таблице серии

Для того чтобы скрыть или показать столбцы таблицы, или поменять порядок их расположения, откройте диалоговое окно «Вид таблицы» ("Table Style"). Для этого выберите **Правка> Вид таблицы (Edit > Table Style)** или пункт **Вид таблицы (Table Style)** во «всплывающем меню».

Для получения более подробной информации о таблицах серии, обращайтесь к «ГХМС справке» (GCMS Help).

7.2.2 Проведение непрерывного анализа

В этом разделе описывается, как начинать и останавливать серийный анализ. Также описываются и другие команды, включенные во вспомогательную панель в режиме серийного анализа.

1. Старт

- Если строка не выбрана

Для того чтобы начать серийный анализ нажмите на иконку **Старт (Start)** на вспомогательной панели, на кнопку **Старт (Start)** на панели инструментов или выберите **Серия>Старт (Batch > Start)**. Серийный анализ начнется с первой строки или со строки указанной в закладке «Строка старта» (Start Row) в окне «Настройки» (Settings).



- Если строка выбрана

Для того, чтобы начать серийный анализ нажмите на иконку **Старт (Start)**, чтобы открыть диалоговое окно «Извлечь выбор серийного анализа» ('Select Batch Execution Range').



Выберите [Выбрать строки] и нажмите на иконку **Старт**. Серийный анализ выбранной строки частично извлечен.



Примечание

Частичное выполнение недоступно, когда TurboMatrixHS присоединен.

2. Пауза

Для того чтобы приостановить серийный анализ нажмите на иконку **Пауза/начать снова (Pause/Restart)** на вспомогательной панели, на кнопку **Пауза/начать снова (Pause/ Restart)** на панели инструментов или выберите **Серия> Пауза/начать снова (Batch > Pause/Restart)**. Непрерывное получение данных и анализ временно остановятся. Во время паузы можно править строки, которые не были вовлечены в процесс. Нельзя править только строку, по которой идет анализ.

Чтобы возобновить анализ, нажмите опять на иконку **Пауза/начать снова (Pause/Restart)** на вспомогательной панели, на кнопку **Пауза/начать снова (Pause/ Restart)** на панели инструментов или выберите **Серия> Пауза/начать снова (Batch > Pause/Restart)**. Серийный анализ продолжится с той строки, на которой он был приостановлен.



3. Стоп

Для того чтобы остановить серийный анализ нажмите на иконку **Стоп (Stop)** на вспомогательной панели, на кнопку **Стоп (Stop)** на панели инструментов или выберите **Серия>Стоп (Batch > Stop)**. Анализ остановится даже если он на паузе.



4. Правка метода

Нажмите на иконку **Создание метода (Method Development)** для того чтобы редактировать файл метода, используемый в серийной таблице. Откроется окно «Получение данных» ("Data Acquisition") и отобразится файл метода, включая параметры прибора, выбранный в серийной таблице. Нельзя редактировать метод в процессе анализа.



7 Непрерывный анализ

7.3 Автоматическая обработка данных

В этом разделе описывается автоматический анализ данных в приложении «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis). Для получения информации о параметрах качественного и количественного анализа, обратитесь к Главе 4 "Качественный анализ" на стр. 103 и Главе 5 "Количественный анализ" на стр. 127.

7.3.1 Создание серийной таблицы

1. Откройте приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis), и нажмите на иконку **Серийный анализ (Batch Processing)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Серийная таблица» ("Batch Table").

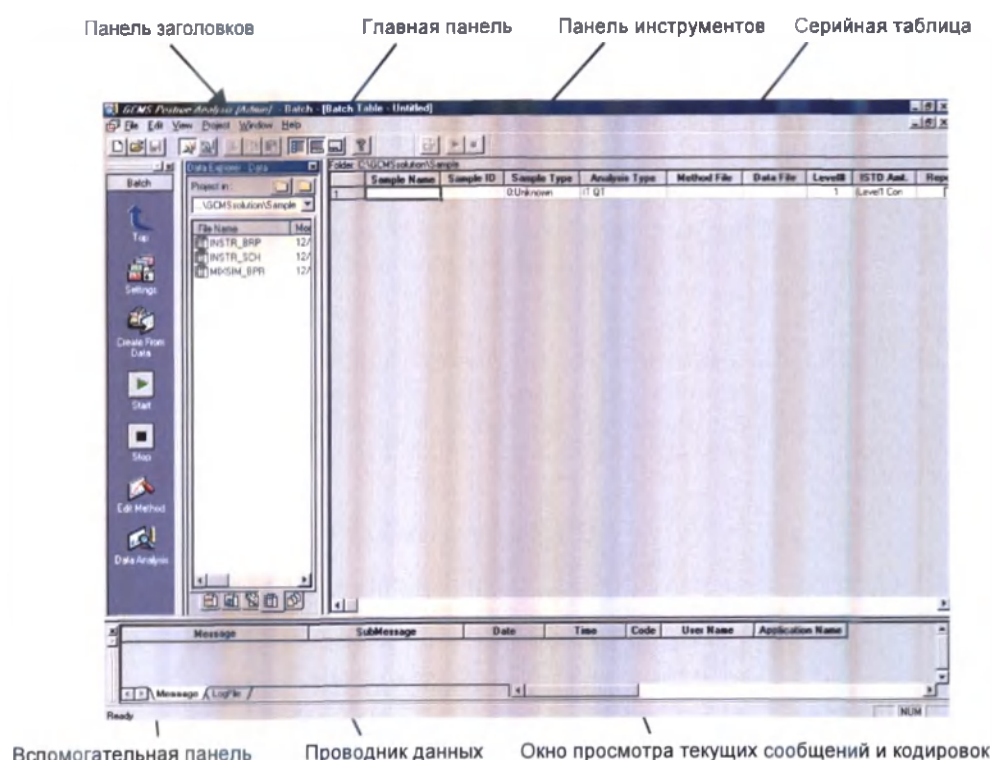


Рисунок 7.13 Окно «Серийная таблица» ("Batch Table")

2. Нажмите на иконку **Настройки (Settings)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Настройки» ("Settings").

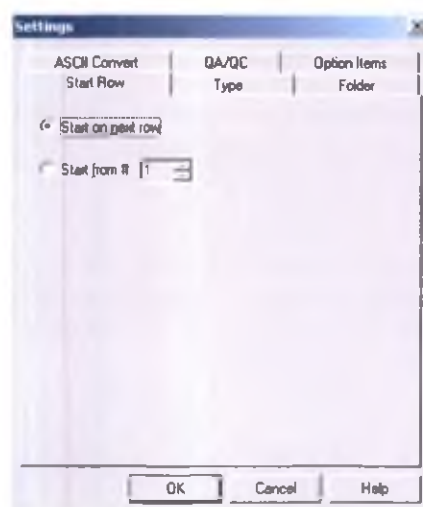


Рисунок 7.14 Диалоговое окно «Настройки» ("Settings")

Для получения более подробной информации о диалоговом окне «Настройки» ("Settings"), обращайтесь ко второй теме Раздела 7.2.1 "Создание серийной таблицы".

3. Серийная таблица может создаваться автоматически из файла данных. Нажмите на иконку **Выбрать файлы данных (Select Data Files)** на вспомогательной панели, и появится диалоговое окно «Выбрать файлы данных» ("Select Data File").

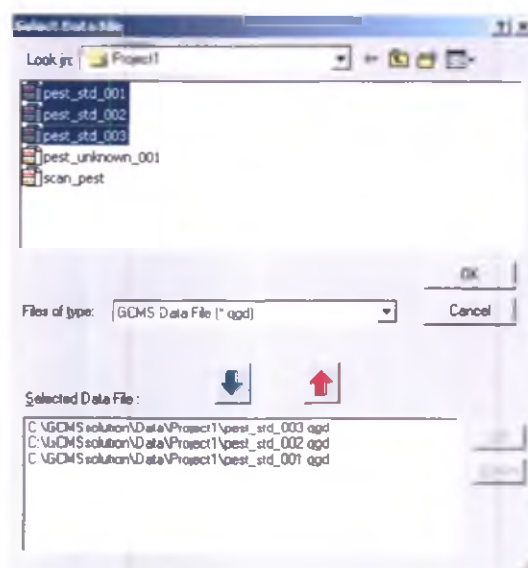


Рисунок 7.15 Диалоговое окно «Выбрать файлы данных» ("Select Data File")

Выберете файлы для использования в анализе данных. Выберите несколько файлов выделением или нажимайте кнопкой мышки на файлы, удерживая нажатой кнопку shift. Выберите файлы и нажмите стрелку **Вниз (Down)**, чтобы файлы отобразились в нижнем текстовом окне.

Изменять последовательность файлов можно, выбрав нужный в нижнем текстовом окне, и использовать кнопки **Вверх (Up)** или **Вниз (Down)**. Создается серийная таблица, в которой строки располагаются в том же порядке, что и выбранные файлы. После нажатия кнопки **ОК**, создается таблица серии с использованием информации из выбранных файлов данных.

В приложении «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun Analysis) можно открывать и изменять файлы серий созданные в приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis), однако, параметры получения данных не отображаются, и можно проводить только обработку данных.

7.3.2 Проведение непрерывной обработки данных

1. Старт

Для того чтобы начать серийный анализ нажмите на иконку **Старт (Start)** на вспомогательной панели, на кнопку **Старт (Start)** на панели инструментов или выберите **Серия>Старт (Batch > Start)**. Серийный анализ начнется с первой строки или со строки указанной в закладке «Строка старта» (Start Row) в окне «Настройки» (Settings).



2. Стоп

Для того чтобы остановить серийный анализ нажмите на иконку **Стоп (Stop)** на вспомогательной панели, на кнопку **Стоп (Stop)** на панели инструментов или выберите **Серия>Стоп (Batch > Stop)**. Анализ остановится.



3. Частичное извлечение

Выберите номер строки, которая будет частично извлечена. Для того, чтобы начать серийный анализ нажмите на иконку **Старт (Start)**, чтобы открыть диалоговое окно «Start Postrun».



Рис. 7.16 Диалоговое окно 'Start Postrun'

Выберите [Выбрать строки] и нажмите на иконку **Старт**. Серийный анализ выбранной строки частично извлечен.

7.4 Ошибки во время серийного анализа

Этот раздел описывает основные ошибки, которые могут возникнуть во время анализа и анализ может быть продолжен, либо отменен согласно появившейся ошибки.

Номер ошибки	Сообщение об ошибке	Действие при ошибке
0x0D47	Заданная виала отсутствует.	Серийный анализ продолжается.
0x0D55	Заданная виала отсутствует.	См. выше
0x0D95	Использование превысило 25000 часов. Убедитесь, что выполнено техническое обслуживание турбомолекулярного насоса.	См. выше
0x0D9F	Филамент в ионном манометре перегорел.	См. выше
0x0DA2	Уровень вакуума понизился. Филамент отключен.	См. выше
0x0DA3	Филамент снова отключен.	См. выше
0x0DAD	Филамент 1 перегорел.	См. выше
0x0DAE	Филамент 2 перегорел.	См. выше
0x0DB6		См. выше
0x0DA7	Уровень вакуума понизился.	См. выше
0x0D98	Филамент 1 перегорел. Филамент отключен.	Серийный анализ отменен, если возникающая ошибка пересекает две строки.
0x0D99	Филамент 2 перегорел. Филамент отключен.	См. выше
0x0DA0	Сигнал превышает возможности детектора.	См. выше(*1)
0x0D9C	Ограничивающий/общий ток не подходящий.	См. выше
0x0D9D	Ошибка питания R.F.	См. выше
0x0D9E	Ошибка высоковольтного питания детектора.	См. выше
0x0DB1	Текущее значение тока не подходит.	См. выше
0x0DB0	Ограничение тока не подходящее.	См. выше
0x0DB2	Ошибка питания конверсионного динода.	См. выше
—	(Ошибка связанная с AOC-20i/s)(*2)	Серийный анализ отменен.
0x0D80	(Ошибка связанная с подсоединением к прибору)(*3)	См. выше
0x0D91		
0x0D92	Вакуумная система не готова.	См. выше
0x0F00	Нет связи с прибором.	См. выше
0x0F01	Процесс приостановлен из-за того, что прибор занят.	См. выше
0x0F02	Получена ошибка статуса.	См. выше
0x0F03	Непредвиденная ошибка статуса.	См. выше
0x0F04	Инициализация прибора не выполнена	См. выше
0x0F06	Периферийное оборудование не присоединено.	См. выше

(*1) Когда стоит отметка [Не останавливать серийный анализ, даже если появилось сообщение о том, что сигнал превышает возможности детектора] в диалоговом окне «Настройка опций» ('Setting Options'), эта ошибка не учитывается как ошибка.

(*2) Подробнее смотрите раздел Возможные неисправности в инструкции пользователя GC-2010 Plus (PDF файл).

(*3) Подробнее смотрите Сообщения об ошибках в меню Помощь программного обеспечения.



Примечание

Есть и другие ошибки, которые приводят к прерыванию или продолжению серийного анализа. Для получения подробной информации смотрите раздел Помощь в GCMSolution.

8

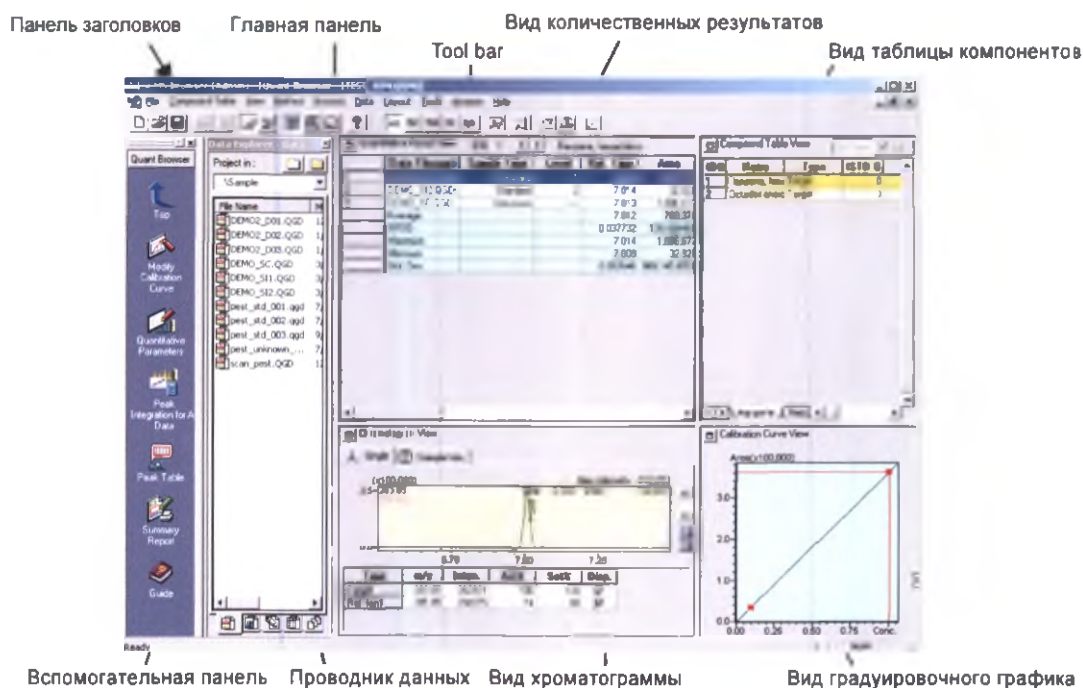
Количественный обзор

8.1 Обзор

В количественном обзоре перечисляются количественные результаты множества данных (концентрация, площадь, высота, и т.д.) по каждому компоненту, указанному в таблице компонентов в файле метода. Список количественных результатов отображается после статистической обработки (Среднее, %СКО, Max, Min, Стандартное отклонение). Вы можете распечатать эти результаты как суммарный отчет.

8.1.1 Окно количественного обзора

Откройте GCMS Browser и нажмите на иконку Вспомогательная панель Количественный анализ браузер. Откроется окно Количественного анализа.



Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Список иконок команд соответствующих общей последовательности операций.
Проводник данных	Можно легко открыть файл данных или файл метода, щелкнув два раза по иконки файла
Вид количественных результатов	В это поле загружается множество файлов данных, и отображаются количественные результаты (конц. площадь, высота, ...), а также статистика (среднее, %СКО, Max, Min и стандартное отклонение) в формате таблицы.
Вид таблицы компонентов	В этом поле отображаются таблица компонентов и таблица групп загруженного в данный момент файла данных, а также результаты определения и результаты групп для выбранного в поле «Количественные результаты» файла данных.
Вид хроматограммы	В выбранном в поле «Количественные результаты» файле данных, отображается выбранная в таблице компонентов ID хроматограмма.
Вид градуировочного графика	В загруженном в данный момент файле данных, отображается градуировочный график для компонента, который выбран в таблице компонентов.

8.2

8 Количественный обзор

Основные операции в окне «Количественный обзор»

Отображение списка количественных результатов для множества данных.	Отображает интегрирование пиков и количественные результаты, а также статистику в формате таблицы. (Ссылка: 8.2.1 "Отображение списка количественных результатов для множества данных").
Одновременное выполнение интегрирования пиков/количественного анализа для множества данных.	Одновременно выполняет интегрирование пиков/количественный анализ для всех компонентов нескольких файлов данных. Более того, изменяет параметры интегрирования пиков или идентификации или преобразовывает градуировочный график. (Ссылка: 8.2.2 "Одновременное выполнение интегрирования пиков/количественного анализа множества данных")
Выведение списка количественных результатов в виде суммарного отчета.	Выводит список количественных результатов и статистику, в виде суммарного отчета. (Ссылка: 8.2.3 "Выведение списка количественных результатов в виде суммарного отчета").

8.2.1 Отображение списка количественных результатов для множества данных

Количественный обзор отображает количественные результаты множества данных, которые рассчитаны на основе одной таблицы компонентов. Таблица компонентов загружается из указанного Вами файла метода, или из файла метода используемого для количественных расчетов для файла данных, который Вы загружается в количественный обзор.

1. Загрузить файл метода

- (1) Нажмите на закладку «Метод» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов метода.
- (2) Чтобы загрузить файл метода, дважды нажмите на иконку файла метода. Все файлы данных, составляющие градуировочный график (тип образца: Стандартный), включенный в файл данных загружаются автоматически.

2. Загрузить файл данных

- (1) Нажмите на закладку «Данные» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов данных.
- (2) Щелкните два раза по нужному файлу данных.

3. Загрузить файл серии

- (1) Нажмите на закладку «Серия» в проводнике данных. Проводник данных перейдет в режим отображения файлов серии.
- (2) Перетащите нужный файл серии в «количественный обзор». В поле «Количественный обзор» происходит поиск строки в таблице серии, в которой тип образца «Стандартный», и загружается файл метода из первой подходящей строки и все файлы данных, для которых используется этот файл метода. Если в серийной таблице не найдено не одной такой строки, то в поле «Количественный обзор» происходит поиск «Неизвестной» строки, и загружается файл метода из первой подходящей строки и все файлы данных, для которых используется этот файл метода.

4. Переключение между типами данных

All Std Unk Ctrl Spk

В поле «Количественные результаты» Вы можете отсортировать и отобразить загруженные данные по типам образца, например, [Стандартный] ([Standard]), [Неизвестный] ([Unknown]), [Контрольный] ([Control]) и [С меткой] ([Spiked]). Вы также можете отобразить [Все] ([All]) данные, независимо от типа образцов. Переключаться можно с помощью команды [Тип данных] ([Data Type]) в меню [Вид] ([View]) или нажимая кнопки на панели инструментов.



Примечание

[Стандартный] ([Standard]) в этом случае означает данные, которые включены в градуировочный график файла метода. Даже если тип образца на самом деле стандартный, файл данных помечается как [Неизвестный] ([Unknown]), если он не включен в градуировочный график открытого файла метода.

5. Переключение между компонентами в списке количественных результатов

В поле «Количественные результаты», количественные результаты отображаются для каждого компонента, включенного в таблицу компонентов. Для того чтобы переключаться между компонентами, выберите нужный компонент с помощью кнопок прокрутки ID в верхней части поля «Количественный обзор», либо выберите строку с нужным компонентом в таблице компонентов.



Примечание

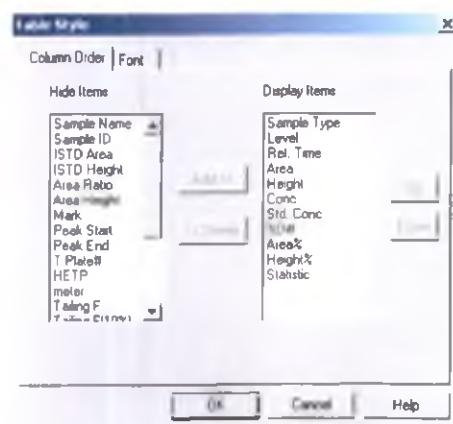
- В поле «Количественные результаты» для стандартного образца, можно посмотреть разницу между вычисленной концентрацией и установленной для одного уровня таблицы компонентов.
- Градуировочный график для целевого компонента отображается в поле «Градуировочный график».

6. Сортировать все строки в поле «Количественные результаты»

Чтобы сортировать все строки в поле «Количественные результаты» по имени файла, выберите Вид>Количественные результаты>Сортировать по имени файла (View > Quantitative Result > Sort by Filename).

7. Показать/скрыть пункты в поле «Количественные результаты», или изменить порядок

Чтобы установить параметры в окне «Вид таблицы» ("Table Style"), выберите Вид>Количественные результаты>Вид таблицы (View > Quantitative Result > Table Style).



8. Подтверждение статистики

Статистика (среднее, %СКО, max, min и стандартное отклонение) вычисляется и отображается исходя из данных, отображенных в этом поле. Можно выполнять расчеты для любых ячеек, кроме следующих ячеек: имя файла данных, имя образца, ID образца, тип образца, установленная концентрация, кол-во уровней, отметка и статистические данные.

8.2.2 Одновременное выполнение интегрирования пиков/количественного анализа для множества данных

1. Если нажать на иконку **Интегрировать пики для всех данных (Peak Integration for All Data)** на вспомогательной панели, проведется интегрирование пиков и количественный анализ для всех компонентов всех файлов данных.
2. Чтобы проанализировать только файл данных, выбранный в поле «Количественные результаты», выберете **Процесс > Интегрирование пиков > Интегрировать пики для всех ID (Process > Peak Integration > Peak Integrate for all IDs)**.
3. Чтобы проанализировать в выбранном файле данных только отображенные ID в поле «Количественные результаты», выберете **Процесс > Интегрирование пиков > Интегрировать пики для ID (Process > Peak Integration > Peak Integrate by ID)**.



8.2.3 Выведение списка количественных результатов в виде суммарного отчета

1. Нажмите на иконку **Суммарный отчет (Summary Report)** на вспомогательной панели, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже будет загружен.)
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пункту «Суммарный (компонент)» (Summary (compound)) и редактируйте окно «Свойства суммарного отчета (компонент)» (Summary (Compound) Properties). Если выбрать **Файл > Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохранятся под именем «МС отчет, отчет количественного обзора.qgr» ("MS Report Quantitative Browser Report.qgr") и будут использоваться для следующего суммарного отчета.
3. Если формат менять не нужно, то нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.

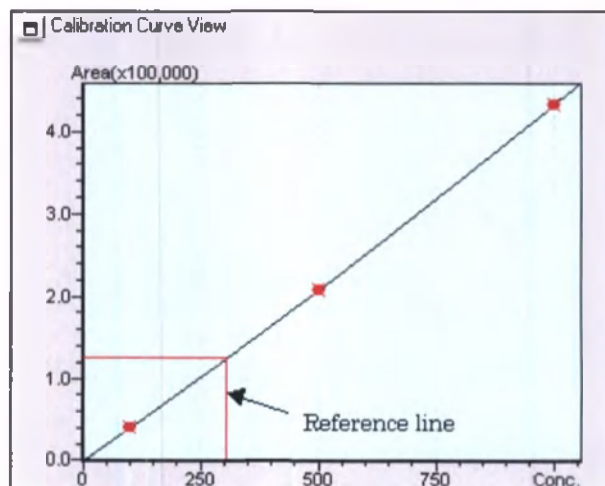


8.3

8 Количественный обзор

Работа с градуировочным графиком

В поле «Градуировочный график» отображается градуировочный график выбранного компонента из таблицы компонентов в закладках «Параметры» (Param's) или «Результаты» (Results). Если в поле «Таблица компонентов» выбраны закладки «Параметры группы» (Group Param's) или «Результаты группы» (Group Results), то отображаются только градуировочные графики групповой калибровки.



Примечание

В поле «Градуировочный график» отображаются точки градуировки и точки до усреднения. Также на градуировочном графике отображается регрессионная линия, чтобы определять площадь пиков, найденных в файле данных, выбранном в поле «Количественные результаты», и рассчитывать концентрацию. По этой линии можно легко определить, в какую часть градуировочного графика попадают количественные результаты.

1. Изменение градуировочного графика

Нажмите на иконку **Изменить градуировочный график (Modify Calibration Curve)** на вспомогательной панели, чтобы открыть окно «Градуировочный график» ("Calibration Curve").

Автоматически загрузится файл метода, который загружен в окне «Количественный обзор» ("Quantitation Browser").



Ссылка

Добавить/удалить файлы данных стандартных образцов в/из градуировочного графика, обращайтесь к ["5.3 Создание градуировочных графиков"](#).



Примечание

После возвращения в окно «Количественный обзор» ("Quantitation Browser") из окна «Градуировочный график» ("Calibration Curve"), программа просмотра автоматически проводит заново количественный анализ для компонентов всех файлов данных, относящихся к измененному градуировочному графику.

8.4

8 Количественный обзор

Ручное интегрирование и идентификация пиков

Single | Sample Info |

Поле «Хроматограмма» состоит из закладок «Единичный» (Single) и «Инфо об образце» (Sample Info.). Обе закладки отображают информацию о файле данных, выбранном в таблице количественных результатов.

В закладке «Единичный» (Single), отображается хроматограмма компонента выбранного в таблице компонентов, и можно проверить найден ли пик и правильно ли он идентифицирован. Хроматограммы (Max: 5) ионов сравнения накладываются на хроматограмму искомого компонента. Также, под хроматограммой отображается таблица информации об ионах сравнения.

Для этих хроматограмм, можно вручную разметить пики (ручное интегрирование пиков) или изменять название пиков (ручная идентификация).

1. Ручное интегрирование пиков

- (1) Выберите **Процесс > Интегрирование пиков > Ручное интегрирование пиков (Process > Peak Integration > Manual Peak Integrate)**. Курсор на хроматограмме превратится в вертикальную линию, выберите диапазон времени для пика перетаскиванием курсора мышки. Появится диалоговое окно «Базовая линия» (Base Line), в котором нужно выбрать, как проводить базовую линию.



Примечание

Если проводится ручное интегрирование пиков, то идентификация пиков будет проводиться автоматически.

2. Ручная идентификация

- (1) Выберите **Процесс > Ручная идентификация (Process > Manual Identification)**. Курсор на хроматограмме превратится в вертикальную линию, для идентификации нажмите на область времени удерживания пика. Пик определится. Если пик определится неправильно, это можно исправить перетаскиванием идентификационного знака к нужному пику.

8.5

8 Количественный обзор

Сохранение схемы окна «Количественный обзор»

Можно сохранить загруженные имя файла метода, имя файла данных, информацию о выбранном (выделенном) файле данных/компоненте в поле «Количественные результаты»/«Таблица компонентов», как файл просмотра (расширение: *.qgg). Повторной загрузкой этого файла просмотра, можно легко восстановить статус этих файлов.

1. Выберите **Схема>Сохранить файл просмотра как (Layout > Save Browsing File As)**.

Ссылка

Для получения информации о том, как работать с диалоговым окном «Сохранить файл как» ("Save File As"), обратитесь к ["2 9.2 Как открывать и сохранять файлы"](#).



Примечание

Информация о положение поля, размере, цвете и д.т. сохраняется для каждого пользователя, который может войти в систему, вместо этого файла просмотра.

8 Количественный обзор

8.5 Сохранение схемы окна «Количественный обзор»

Эта страница специально оставлена пустой.

9.1

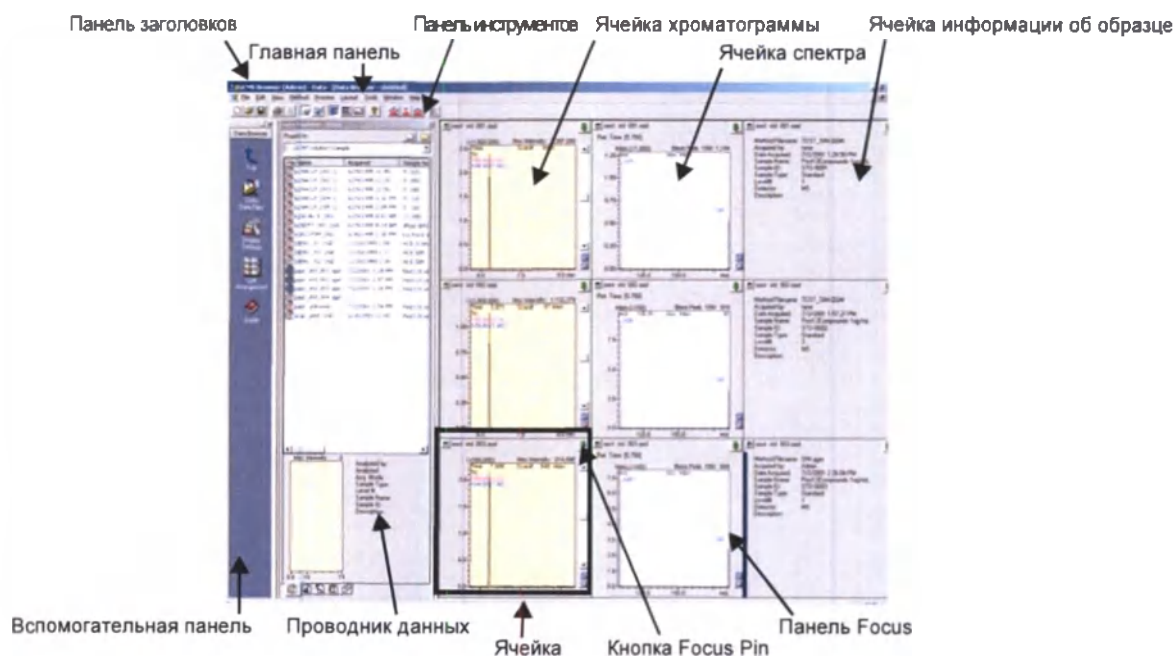
Обзор

9 Обзор данных

В окне «Обзор данных», одновременно могут отображаться хроматограммы и спектры множества файлов данных. Окно «Обзор данных» состоит из ячеек содержащих информацию. Каждая ячейка может отображать хроматограмму и спектр загруженные из единичного файла данных, и с увеличением ячеек, одновременно может отображаться информация максимум в 64 ячейках (по 8 ячеек по горизонтали и вертикали). Работая с ячейкой, (увеличивая, изменяя время удерживания ит.д.) можно одновременно выполнять операции с хроматограммой и спектром в каждой ячейке. Удалив focus pins, можно работать с ячейками индивидуально.

9.1.1 Окно «Обзор данных»

Откройте GCMS Browser и нажмите на иконку Вспомогательная панель
Количественный анализ броузер. Откроется окно Количественного анализа.



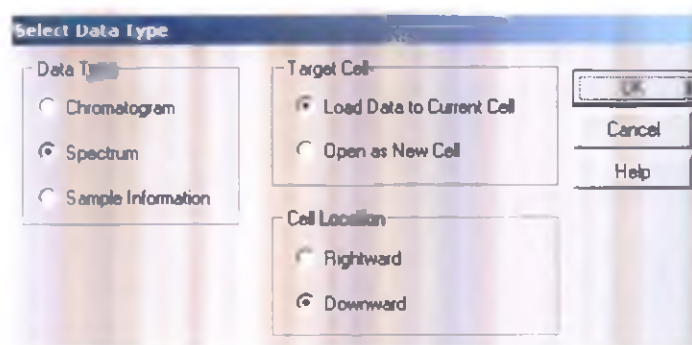
Панель заголовков	Отображает имя приложения, пользователя, активного окна и файла.
Главная панель	Отображает пункты меню, которые доступны в активном окне.
Панель инструментов	Отображает кнопки команд, которые доступны в активном окне.
Вспомогательная панель	Список иконок команд соответствующих общей последовательности операций.
Проводник данных	Можно легко открыть файл данных или файл метода, щелкнув два раза по иконки файла.
Ячейка хроматограммы	Отображает хроматограмму и информацию о ней с указанными группой и массой (TIC, MIC, MC).
Ячейка спектра	Отображает спектр и информацию о нем для указанного времени удерживания.
Ячейка информации об образце	Отображает информацию об образце (имя файла метода, записано с помощью, дата записи данных и д.т.) для файла
Ячейка	В ячейку можно загружать один файл данных. В окне «Обзор данных» одновременно может отображаться информация максимум в 64 ячейках (по 8 ячеек по горизонтали и вертикали).



Кнопка focus pin	Если кнопка pin ячейки нажата (обозначена зеленым), то ячейка получает информацию от других ячеек.
Панель Focus	Она отображается для закрепленных ячеек. Команды меню действительны для ячеек с панелью focus.

9.1.2 Как открыть файл данных

1. Нажмите на закладку «Данные» (Data) в проводнике данных.
2. Дважды щелкните по нужному файлу данных.
Откроется окно «Выбрать тип данных» ("Select Data Type").



3. Выберите тип данных (data type) и целевые ячейки.

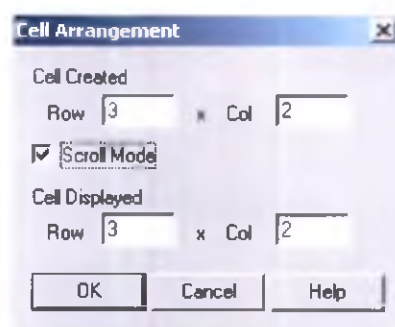
Параметр	Описание
Тип данных (Data Type)	Хроматограмма (Chromatogram): Отображает хроматограмму и информацию о хроматограмме. Спектр (Spectrum): Отображает спектр и информацию о спектре.
Целевые ячейки (Target Cell)	Загрузить данные в текущую ячейку (Load Data to Current Cell): Загружает в выбранную в данный момент ячейку. Открыть как новую ячейку (Open as New Cell): Добавляет новую ячейку.
Положение ячейки (Cell Location)	Справа (Rightward): Добавляет ячейку в столбец. Если выбрано «Открыть как новую ячейку» (Open as New Cell), система просмотра добавляет такое же количество столбцов, сколько существует файлов данных, и затем загружает файлы данных в первую строку. Снизу (Downward): Добавляет ячейку в строку. Если выбрано «Открыть как новую ячейку» (Open as New Cell), система просмотра добавляет такое же количество строк, сколько существует файлов данных, и затем загружает файлы данных в первый столбец.

4. Файл данных загружается в указанную ячейку.

9.1.3 Изменение схемы ячеек

Укажите количество ячеек, отображаемых в окне.

1. Нажмите на иконку **Расположение ячеек (Cell Arrangement)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Расположение ячеек» ("Cell Arrangement").



2. Нужно провести следующие настройки.

Параметр	Описание
Созданные ячейки (Cell Created)	Делит окно «Обзор данных» на указанное в сетке число ячеек. Строка (Row): Укажите количество строк. Столбец (Col.): Укажите количество столбцов.
Режим прокрутки (Scroll Mode)	Если отмечено, то появляются горизонтальная и вертикальная панели прокрутки.
Показанные ячейки (Cell Displayed)	Укажите количество строк и столбцов, которое будет одновременно отображаться в окне «Обзор данных» Доступно только если выбран режим прокрутки.

9.2 Обзор данных

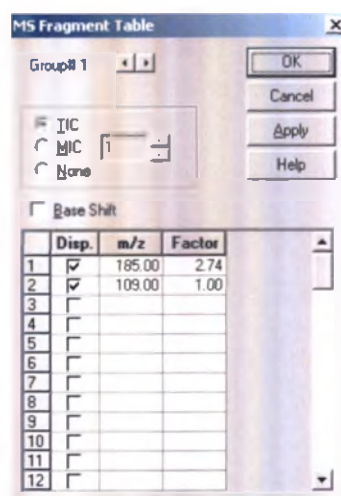
9.2.2 Работа с ячейкой хроматограммы

Это окно отображает хроматограмму с указанными группой и массой (TIC, MIC, MC). Отображенные хроматограммы определены в таблице фрагментов. Хроматограммы либо наложены друг на друга, либо отображаются друг под другом. Если анализ проводился в режиме нескольких групп (установлен ион SIM), то отображается хроматограмма только для одной группы. Чтобы изменить группу нужно выбрать «След группа» (Next Group) или «Пред. Группа» (Previous Group) в меню «Вид» (View).

9.2.1 Установки отображенных хроматограмм

Хроматограммы, отображенные в ячейке хроматограммы, определены в окне «Таблица фрагментов» (Fragment Table).

1. Выберите **Вид>Таблица фрагментов (View > Fragment Table)**, чтобы открылось окно «МС таблица фрагментов» ("MS Fragment Table").



2. В окне «МС таблица фрагментов» ("MS Fragment Table") выберите между TIC, MIC, или Нет (None). Также укажите MC m/z и факторы усиления. Если отображена хроматограмма MIC, то нужно заблаговременно создать таблицу MIC. Чтобы редактировать таблицу MIC, нажмите **Метод>Загрузить формат данных (Method > Data Load Format)**.

9.2.2 Работа с другими ячейками

Если нажать на кнопку focus pin, кнопка приколется (станет зеленой), то при работе с ячейкой, можно выполнять те же операции и с другими закрепленными ячейками.



1. Если Вы увеличиваете хроматограмму, то хроматограммы в других ячейках точно также увеличиваются.
2. Если дважды щелкнуть на хроматограмме, то в ячейке спектра появится спектр соответствующий этому времени удерживания.

3. Если выполняется расчет спектра для хроматограммы, то также проводится расчет спектра для того же временного интервала и в других ячейках хроматограмм, и рассчитанный спектр появляется в каждой ячейке спектра, которые были загруженный из того же файла данных.

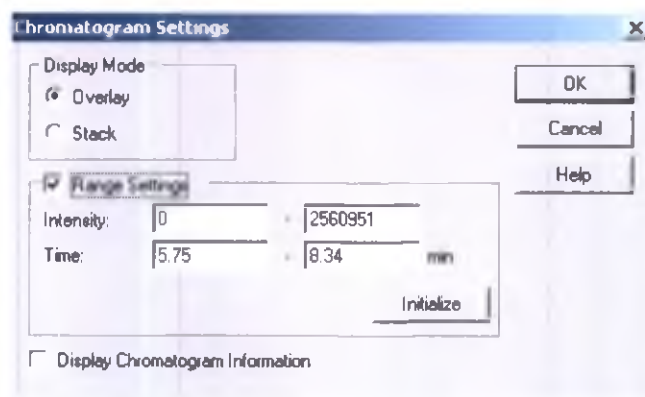


Примечание

Если время удерживания находится в интервале измерений FASST, то отображается Scan спектр.

9.2.3 Изменение масштаба

1. Чтобы установить масштаб хроматограммы, выделите участок хроматограммы или нажмите на иконку **Настройки изображения** (Display Settings) на вспомогательной панели.
2. Когда откроется окно «Настройки хроматограммы» ("Chromatogram Settings"), проведите следующие настройки.



Параметр	Описание
Режим отображения (Display Mode)	Выберете Наложить или Разместить последовательно.
Настройки диапазона (Range Settings)	Если отмечен пункт «Настройки диапазона» (Range Settings), можно устанавливать масштаб по оси интенсивности и по оси времени. Если этот пункт не отмечен, то хроматограмма отображается от начального до конечного времени анализа для текущей группы. Нажмите на кнопку Инициализировать (Initialize), чтобы вернуть в исходное состояние оси X и Y.
Показать информацию о хроматограмме (Display Chromatogram Information)	Выберете, показывать ли информацию о хроматограмме.

9.2.4 Печать изображения ячейки

1. Чтобы распечатать отчет, выберите **Файл>Печать изображения выбранной ячейки (File > Print Image for Selected Cell)**, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже загружен.)
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пунктам и редактируйте окно свойств. Если выбрать **Файл>Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохранятся как файл отчета под именем «Обзор данных MC, отчет для хроматограммы.qgr» ("Data Browser MS Chromatogram Report.qgr"), и будут использоваться для следующей печати изображения ячейки хроматограммы.
3. Если формат менять не нужно, то просто нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.



Print

9.3

9 Обзор данных

Работа с ячейкой спектра

В этом окне отображается спектр для выбранного времени удерживания.

9.3.1 Показать спектр для выбранного времени удерживания

1. Дважды щелкните по ячейке хроматограммы в месте нужного времени удерживания. В этом случае, нужно закрепить focus pins на ячейках хроматограммы и спектра.

9.3.2 Вычитание спектра

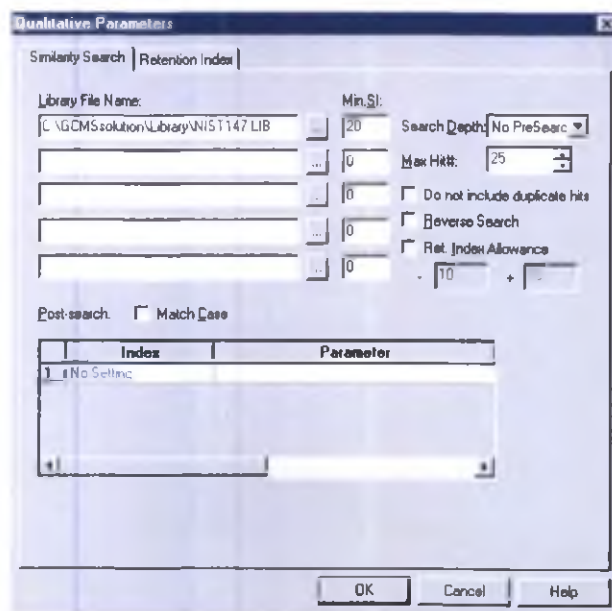
1. Закрепите focus pin в ячейке спектра, и нажмите на иконку **Вычесть Спектр** (Subtract Spectrum) на панели инструментов.
2. Закрепите focus pin в ячейке хроматограммы, дважды щелкните по ячейке хроматограммы, чтобы указать нужное время удерживания. Произойдет вычитание спектра, и результат появится в ячейке спектра.

Ссылка

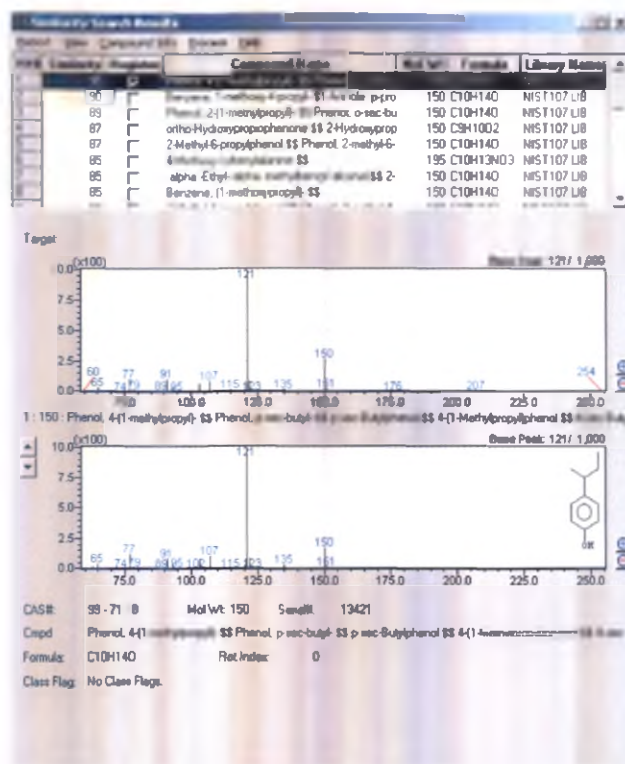
Об усреднении спектра или о вычитании усредненного спектра, обратитесь к "4.2.2 Усреднение спектра и работа с фоном".

9.3.3 Выполнение поиска по библиотеке для спектра

1. Выберите **Процесс>Поиск по библиотеке для текущего спектра** (Process > Similarity Search for Current Spectrum). Если имя файла библиотеке не указано для использования для поиска, укажите в закладке «Поиск по библиотеке» (Similarity Search) в окне «Качественные параметры» (Qualitative Parameters) и выберите **Процесс>Поиск по библиотеке для текущего спектра** (Process > Similarity Search for Current Spectrum).



- Откроется окно «Результаты поиска по библиотеке» ("Similarity Search Results").



9.3.4 Работа с другими ячейками

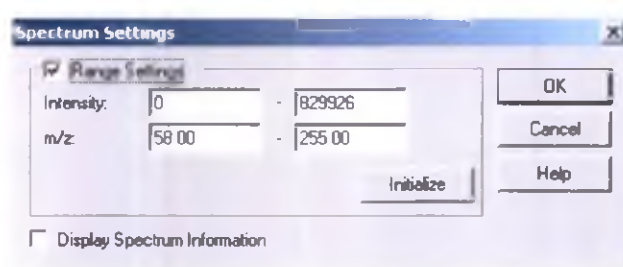
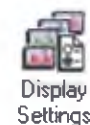
Если нажать на кнопку **focus pin**, кнопка приколется (станет зеленой), то при работе с ячейкой, можно выполнять те же операции и с другими закрепленными ячейками.



- Если Вы увеличиваете спектр, то спектры в других ячейках точно также увеличиваются.
- Если дважды щелкнуть по спектру, то появится хроматограмма для m/z в ячейке хроматограммы для scan данных.

9.3.5 Изменение масштаба

1. Чтобы установить масштаб спектра, выделите участок спектра или нажмите на иконку **Настройки изображения (Display Settings)** на вспомогательной панели.
2. Когда откроется окно «Настройки спектра» ("Spectrum Settings"), проведите следующие настройки.



Параметр	Описание
Настройки диапазона (Range Settings)	Если отмечен пункт «Настройки диапазона» (Range Settings), можно устанавливать масштаб по оси интенсивности и по оси m/z. Если этот пункт не отмечен, то спектр отображается от начального до конечного значения m/z анализа для текущей группы. Нажмите на кнопку Инициализировать (Initialize) , чтобы вернуть в исходное состояние оси X и Y.
Показать информацию о спектре (Display Spectrum Information)	Выберете, показывать ли информацию о спектре.

9.3.6 Печать изображения ячейки

1. Чтобы распечатать отчет, выберите **Файл>Печать изображения выбранной ячейки (File > Print Image for Selected Cell)**, и появится окно «Редактор отчета» (Report Editor). (Формат отчета уже загружен.)
2. Чтобы изменить формат отчета, щелкните дважды по пунктам и редактируйте окно свойств. Если выбрать **Файл>Сохранить формат файла как (File > Save Format File As)**, то Ваши изменения сохранятся как файл отчета под именем «Обзор данных MC, отчет для спектра.qgr» ("Data Browser MS Spectrum Report.qgr"), и будут использоваться для следующей печати изображения ячейки спектра.
3. Если формат менять не нужно, то просто нажмите на иконку **Печать (Print)** на вспомогательной панели. Отчет распечатается.



9.4

Сохранение схемы окна «Обзор данных»

В окне «Обзор данных», можно сохранять информацию по каждой ячейке, например, имя файла данных, тип данных, положение ячейки, и т.д., как файл схемы (*.lyt). Открывая этот файл схемы, можно легко перезагрузить серии файлов данных, относящихся к каждой ячейке.

1. Выберите **Схема>Сохранить файл схемы как (Layout > Save Layout File As)**.

Ссылка

Для получения информации о том, как работать с диалоговым окном «Сохранить файл как» ("Save File As"), обратитесь к "2.9.2 Как открывать и сохранять файлы".

10.1

10 Обслуживание

Меры предосторожности

Прочитайте и соблюдайте следующие меры предосторожности при обслуживании МС для нормальной работы прибора и для избежания поломок.

Перед проведением обслуживания ГХ, сначала отключите вакуумную систему МС, и выключите все модули. Затем проведите обслуживание ГХ, как описано в руководстве пользователя для ГХ.



ОСТОРОЖНО

1. Соблюдайте все соответствующие меры предосторожности, когда проводите техническое обслуживание.
2. Надевайте чистые перчатки при работе с ионным источником и внутри масс спектрометра.
3. При разборке частей используйте чистые инструменты. Загрязнения с грязных инструментов или перчаток может быть причиной «шумов». Все инструменты для работы внутри масс спектрометра протирайте тканью не оставляющей ворса и ацетоном.
4. Снятые с прибора части складываете на чистую ткань, для того чтобы их не загрязнить.
5. Обратите внимание, как смонтированы части, чтобы потом их правильно собрать.
6. Операции, которые требуют открывания блока питания или перемещения МС, следует проводить представителям фирмы Shimadzu. Пользователю следует проводить только замену колонок и незначительное обслуживание ионного источника.

10.2

10 Обслуживание

Замена филамента

Филамент может перегореть после длительного использования или из-за понижения уровня вакуума. В этом разделе описывается замена филамента. Соблюдайте следующие меры предосторожности при выполнении этой операции.



ОСТОРОЖНО

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.



ОСТОРОЖНО

Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания, дайте прибору остыть, хотя бы в течение 10 минут после выключения.

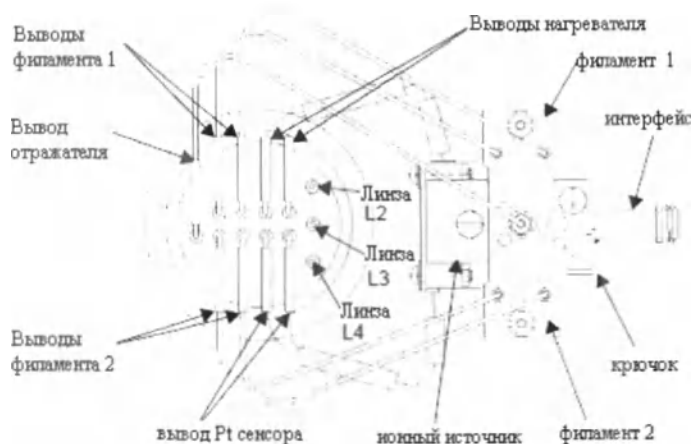


Рис. 10.1 Схема ионного источника (GCMS-QP2010 Ultra)

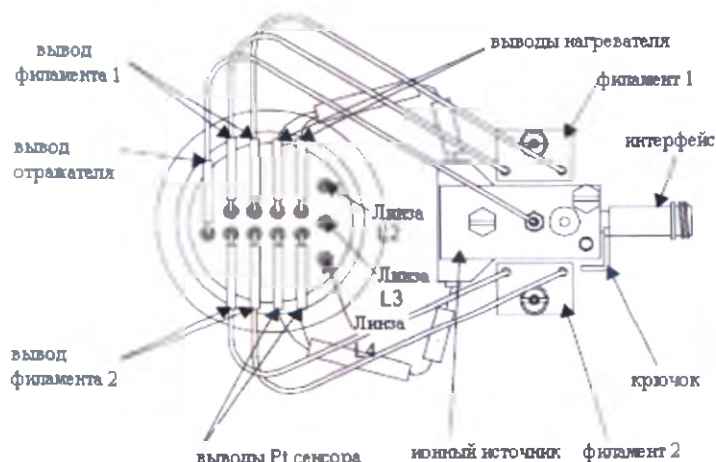


Рис. 10.2 Схема ионного источника (GCMS-QP2010SE)

10.2.1 Процедура замены филамента

1. Выключите прибор как описано в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24.
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Отсоедините филамент, потянув направляющий конектор за направляющие стержни(1).
6. Ослабьте предохранительную гайку (2) и удалите филамент (3).

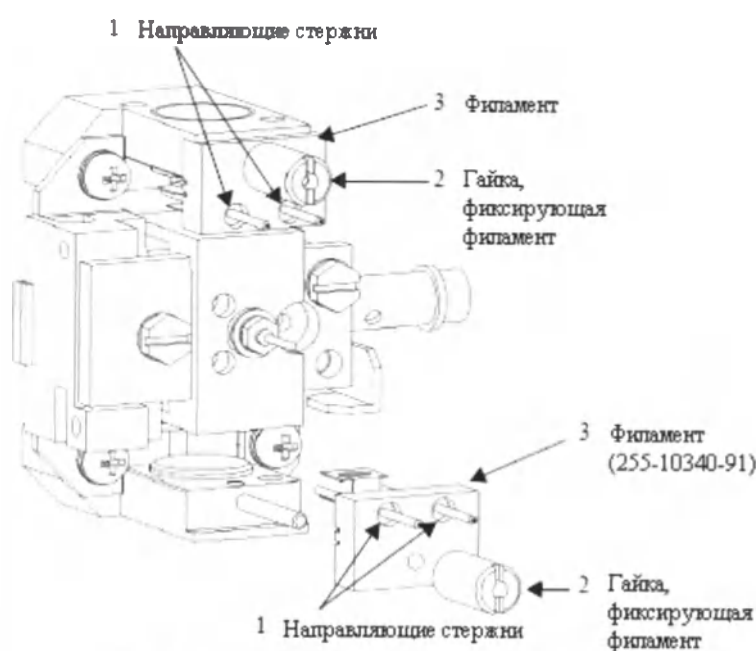


Рис. 10.3 Ионный источник (GCMS-QP2010 Ultra)

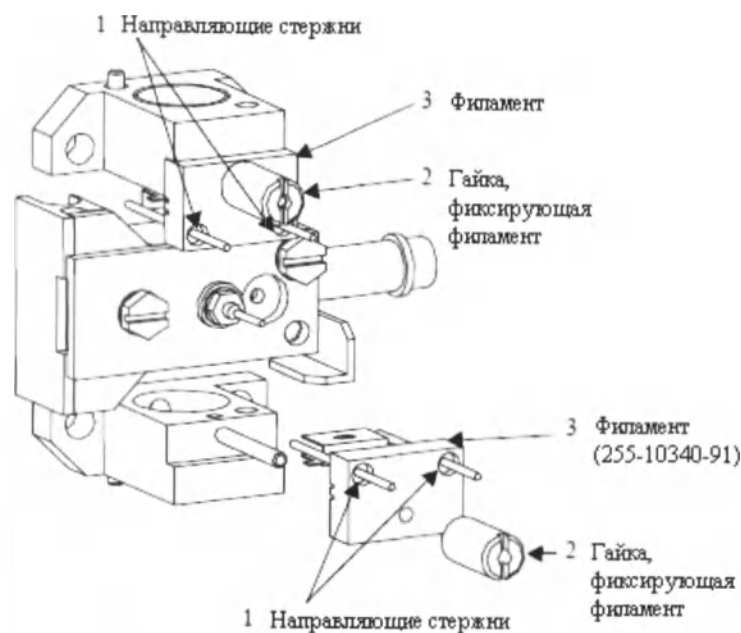


Рис. 10.4 Ионный источник (GCMS-QP2010 SE)

7. Полностью вставьте новые филаменты и затените гайку.
8. Соедините заново направляющие филамента, вставив направляющий конектор в направляющие стержни.



Примечание

Меры предосторожности во время замены филамента:

1. Вставляйте филамент полностью.
2. Не допускайте контакта направляющих филамента с любыми другими частями во время установки филамента.

9. После завершения замены филамента, включите прибор и установите время использования филамента на "0" согласно процедуре описанной в Разделе 10.9 "Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов", стр. 242.

Чистка ионного источника и отражающего электрода

Функция ионного источника бомбардировать образец электронами, вызывая этим ионизацию вследствие чего образуются ионы. Поэтому части ионного источника загрязняются со временем. Если ионный источник и отражающий электрод загрязняются, то ионы образуются не эффективно, снижается чувствительность. Периодически снимайте и чистите ионный источник.

**ОСТОРОЖНО**

Опасность поражения электрическим током. Выключите прибор и убедитесь, что выключатель электропитания отключен. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.

**ОСТОРОЖНО**

Соблюдайте осторожность при обращении с органическим растворителем, когда используете его для чистки ионного источника. Обеспечьте хорошую вентиляцию в зонах, где использовался органический растворитель.

**ОСТОРОЖНО**

Ионный источник и интерфейс обычно нагреваются во время работы. Перед проведением технического обслуживания, дайте прибору остыть, хотя бы в течение 10 минут после выключения.

**ОСТОРОЖНО**

Ионный источник и отражающий электрод остаются горячими после просушки/прокаливания, поэтому можно обжечься. Перед тем как приступить к техническому обслуживанию, убедитесь, что части достаточно остыли.

10.3.1 Снятие ионного источника и отсоединение отражающего электрода



Рис. 10.5 Схема ионного источника после удаления филаментов (GCMS-QP2010 Ultra)

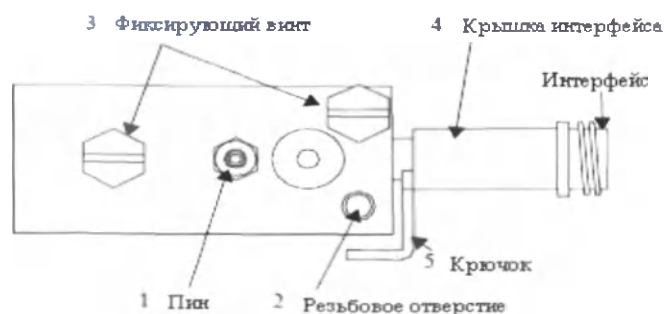


Рис. 10.6 Схема ионного источника после удаления филаментов (GCMS-QP2010 SE)

1. Выключите прибор как описано в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24.
2. Убедитесь, что выключатель электропитания прибора отключен.
3. Убедитесь, что питающий рубильник выключен.
4. Поверните ручку и откройте дверцу.
5. Аккуратно, при помощи пинцета, потяните направляющий коннектор от пина направляющего электрода, как показано на рисунке выше.
6. Ввинтите инструмент для сборки/разборки ионного источника в резьбовое отверстие.
7. Ослабьте фиксирующие гайки (3), которые держат ионный источник, наполоборота.
8. Ослабьте фиксирующие гайки (6) для модели GCMS-QP2010 Ultra. (Этот винт отсутствует на модели GCMS-QP2010SE)

9. Сдвиньте крышку интерфейса (4) вправо, и поверните крючок (5) вниз.



Рисунок 10.7 Положение крючка (GCMS-QP2010 Ultra)

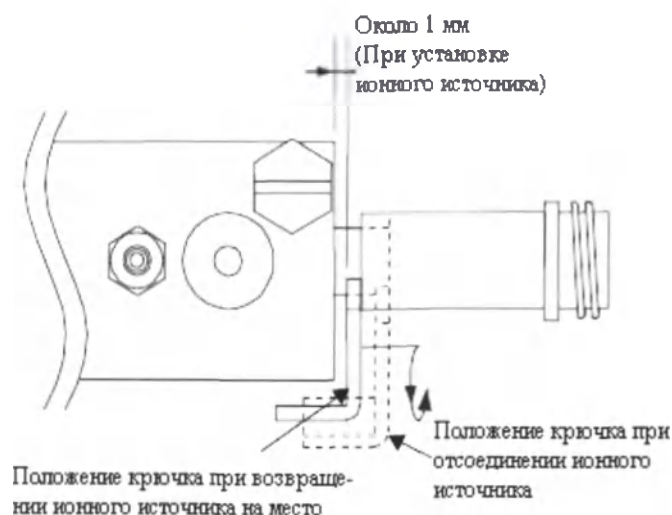


Рисунок 10.8 Положение крючка (GCMS-QP2010SE)

10. Ослабьте удерживающие гайки (3) и отсоедините ионный источник.
11. Отсоедините инструмент для сборки и разделите ионный источник и отражатель.
12. Ослабьте гайки гаечным ключом и отсоедините отражающий электрод.
13. Почистите его как описано в Разделе 10.3.3 "Чистка ионного источника и отражающего электрода", стр. 211.

10.3.2 Сборка ионного источника и отсоединение отражающего электрода



Рисунок 10.9 Ионный источник и инструмент для сборки/разборки (GCMS-QP2010 Ultra)

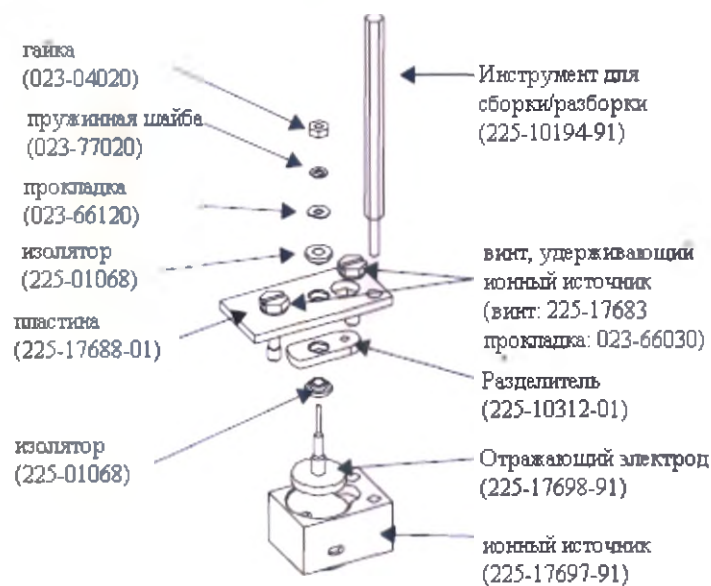
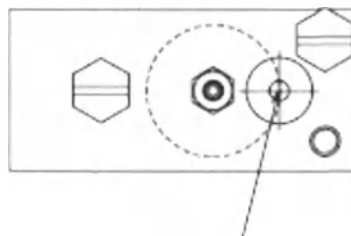


Рисунок 10.10 Ионный источник и инструмент для сборки/разборки (GCMS-QP2010SE)

1. Поместите отражающий электрод в ионный источник и подгоните так, чтобы отражатель находился в центре ионного источника.



Маленький кружочек
центрирован внутри
большого круга.

Рисунок 10.11 Положение отражающего электрода

2. Установите составные части ионного источника, как показано на схеме. (Рисунок 10.9 "Ионный источник и инструмент для сборки/разборки") Используйте две удерживающие гайки для временного закрепления частей на месте.
3. Соедините инструмент для установки с ионным источником.
4. Поверните вверх крючок на крышке интерфейса, и присоедините его к ионному источнику.

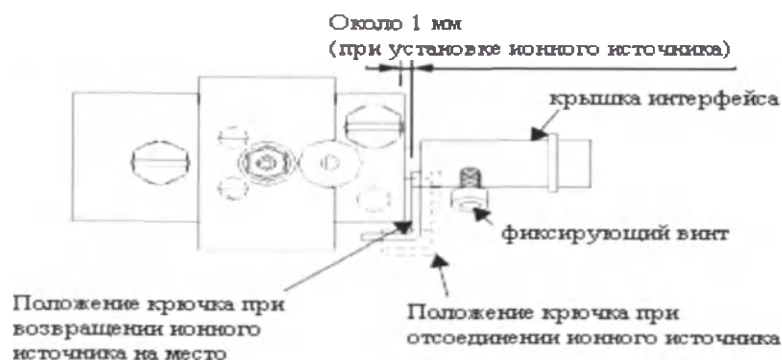


Рис. 10.12 Положение крючка (GCMS-QP2010 Ultra)

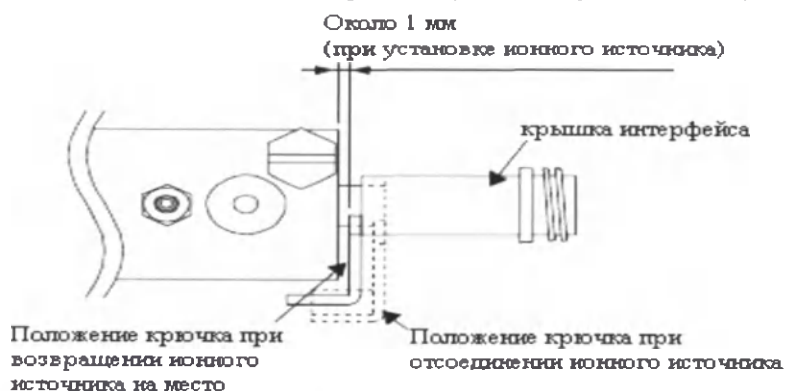


Рис. 10.13 Положение крючка (GCMS-QP2010 SE)

5. Присоедините инструмент для сборки вертикально так, чтобы крышка интерфейса полностью вставилась в ионный источник.
6. Отсоедините инструмент для сборки и затените удерживающие гайки, используемые для закрепления частей на месте. Левую гайку следует затянуть первой.
7. Ослабьте удерживающий винты (6) для модели GCMS-QP2010 Ultra. (Этот винты отсутствуют на модели GCMS-QP2010SE)
8. Присоедините направляющий коннектор отражателя.

**Примечание**

1. Проверьте, чтобы крышка на конце интерфейса надежно «села» в отверстие в ионном источнике.
2. Убедитесь, что направляющий коннектор отражающего электрода присоединен.
3. Проверьте, чтобы ионный источник был ровно установлен.

**Примечание**

Меры предосторожности при сборке ионного источника и линзы 1.

1. Не применяйте силу при затягивании гаек; этим можно погнуть линзу или сломать изоляторы.
2. Используйте электрический тестер, для того чтобы убедиться, что отражающий электрод и ионный источник изолированы.
3. Не чистите изоляторы. Можно приобрести новые изоляторы, если старые загрязнятся.

9. После того как сборка закончена, включите прибор и установите время использования ионного источника на "0" согласно процедуре описанной в Разделе 10.9 "Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов", стр.242.

10.3.3 Чистка ионного источника и отражающего электрода

1. Почистите детали наждачной бумагой. Обратитесь к Разделу 10.3.4 "Необходимые материалы", стр. 211.



Примечание

Меры предосторожности при чистке ионного источника и отражающего электрода:
1. Будьте аккуратны при чистке, чтобы не погнуть отражающий электрод.

2. Удалите пыль с поверхности при помощи пневмической пушки.
3. Проведите очистку ультразвуком в ацетоне или в петролейном эфире.
4. Сушите примерно 30 мин при 90 - 120 °C. Если анализируются следовые вещества или легкосорбирующиеся компоненты, прокалите при 400 °C в течение часа в доступной для приобретения печи.
5. Храните сухой ионный источник и отражатель в чистой коробке.



Примечание

Не чистите изолятор. Замените грязный изолятор на новый.
(ИЗОЛЯТОР: P/N 225-01068)

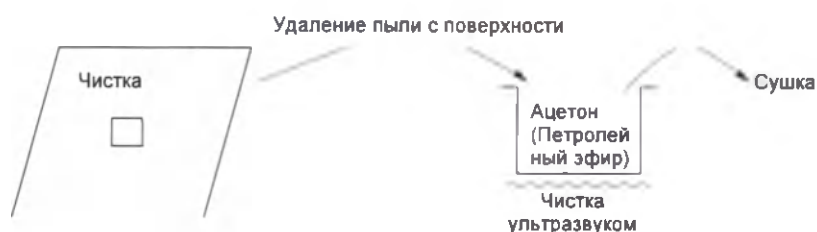


Рисунок 10.8 Чистка ионного источника и отражающего электрода

10.3.4 Необходимые материалы

1. Наждачная бумага
 - P/N 085-35124-02 (грубая обработка, 20 sheets)
 - P/N 085-35124-03 (тонкая обработка, 20 sheets)

Если части очень сильно загрязнены, то чистите сначала наждачной бумагой тонкой обработки, а потом наждачной бумагой грубой обработки. Если части слегка загрязнены, то чистите только наждачной бумагой тонкой.

10.4

10 Обслуживание

Обслуживание вакуумного насоса

В этом разделе описывается, как менять масло в роторном насосе и как заменять смазку в турбомолекулярном насосе. Масло в роторном насосе остается горячим после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем как начинать техническое обслуживание.

10.4.1 Замена масла в роторном насосе

В роторном насосе (модель E2M1.5) требуется менять масло через каждые 3000 часов. Масло нужно менять, чтобы избежать ухудшения уровня вакуума, утечек масла и появления шума, превышающего норму.

Для насоса нужно использовать масло с должными характеристиками. Используйте только чистое масло следующей спецификации: масло для роторного насоса «Ultragrade» 15 1L (P/N 017-30163-11).

Процедура замены масла



ОСТОРОЖНО

Опасность тяжелых ожогов. Масло в роторном насосе остается горячим сразу после выключения системы. Подождите хотя бы 10 минут, перед тем как начинать техническое обслуживание.



Рисунок 10.15 Роторный насос

1. Выключите прибор как описано в "Выключение прибора" в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24.
2. Подождите как минимум 10 мин.
3. Выключите мотор вакуумного насоса.
4. Взяв подходящий контейнер и надев резиновые перчатки, снимите пробку со сливного отверстия и слейте масло. Будьте осторожны: при снятии крышки масло может разбрызгиваться.
5. После того как масло слито, временно верните на место пробку сливного отверстия и включите мотор.
6. Нажмите на иконку **Контроль вакуума (Vacuum Control)** на вспомогательной панели, чтобы открыть диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

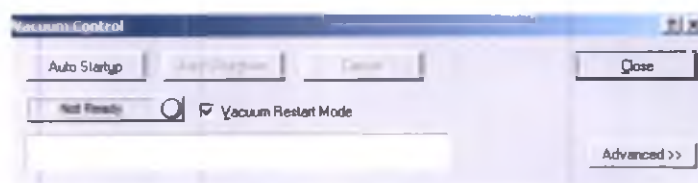


Рисунок 10.16 Диалоговое окно «Контроль вакуума» ("Vacuum Control")

7. Нажмите на кнопку **Подробнее (Advanced)** в нижней части окна, чтобы войти в систему ручного оперирования. Нажмите на кнопку **Старт (Start)** роторного насоса смежную с пунктом «Замена масла роторного насоса» (Rotary Pump oil replacement) в группе «Вакуумная система» (Vacuum System).

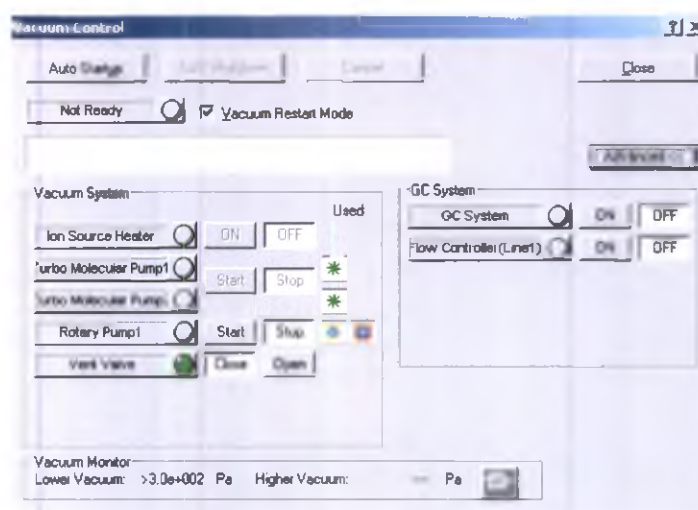


Рисунок 10.17 Диалоговое окно «Дополнительные вакуумные настройки» ("Advanced Vacuum Control")

8. Оставьте роторный насос включенным на 5 - 10 сек. Насос будет работать, собирая масло оставшееся внутри.
9. Нажмите кнопку **Стоп (Stop)** роторного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control").

10. Выключите мотор роторного насоса.
11. Снимите пробку со сливного отверстия и слейте оставшееся масло.
12. Закройте пробку сливного отверстия, и снимите заглушку с маслосливного патрубка. Залейте свежего масла. Вливайте до тех пор, пока уровень масла не достигнет отметки MAX на измерителе уровня масла (примерно 0.28 л).
13. Поставьте на место заглушку маслосливного патрубка.
14. Установите время использования масла в роторном насосе на "0" согласно процедуре описанной в Разделе 10.9 "Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов", стр.242.



Примечание

Кроме процедуры замены масла, через каждые 1500 часов следует проводить детальный осмотр насоса. Смотрите руководство пользователя E2M1.5.

10.4.2 Обслуживание турбомолекулярного насоса

Если насос работает непрерывно вместе с GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE, то не требуется никакого специального технического обслуживания. Однако подвижные части имеют ограниченный период эксплуатации и их следует заменять через каждые 3 года, чтобы избежать поломок.

Если оборудование не будет использоваться длительное время, то насос следует включать на 8 часов хотя бы один раз в пол года. Если насос не включать более 6 месяцев, то он может сломаться.

10.5

10 Обслуживание

Чистка вентилятора

Вентилятор и кожух вентилятора нужно периодически чистить.



Примечание

Не используйте прибор, если на вентиляторе или на кожухе вентилятора скопилась пыль. Так как в этом случае будет плохо осуществляться охлаждение.

10.5.1 Чистка вентилятора

1. Выключите прибор как описано в "Выключение прибора" в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24. Убедитесь, что все силовые выключатели отключены.
2. Удалите пыль пылесосом с вентилятора МС.
3. Удалите пыль пылесосом с вентилятора и кожуха вентилятора на задней стенке газового хроматографа (ГХ).
4. Удалите пыль пылесосом с вентилятора персонального компьютера (ПК) и с любых других блоков, например, с вентилятора автодозатора.



ОСТОРОЖНО

Чтобы избежать травм и несчастных случаев при чистке вентилятора и кожуха для вентилятора, убедитесь в том, что выключен прибор и отключены все силовые выключатели.

10.6

➤ 10 Обслуживание

Проверка на утечки

В этом разделе описывается, как проверять прибор на утечки. Если точно установлено, что есть течь воздуха, найдите место течи как описано в Разделе 10.6.2 "Проверка вакуума МС на течь", стр. 219, и примите соответствующие меры.

Работа на приборе, в котором есть течь воздуха, приведет к снижению чувствительности, увеличению шумов, перегоранию филаментов и к другим проблемам. Всегда проверяйте прибор на утечки после проведения технического обслуживания.

Утечки в ГХ будут проявляться не так как утечки в МС. Обычно, если есть утечка в ГХ, то из системы утекает газ носитель, а если есть утечка в МС, то в систему попадает воздух. Чтобы проверить ГХ на утечки, обратитесь к Разделу 10.6.1 "Проверка ГХ на утечку газа носителя", стр. 216. Чтобы проверить ГХ на утечки, обратитесь к Разделу 10.6.2 "Проверка вакуума МС на течь", стр. 219 и Раздел 10.6.3 "Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков", стр. 220.

10.6.1 Проверка ГХ на утечку газа носителя

Чтобы проверить ГХ на утечку газа носителя, поставьте заглушку в инжектор (vespel ферула с проволокой) туда, где подсоединяется колонка, и закройте клапан делителя потока и продувочное отверстие глухой гайкой. Это закупорит газ носитель в линиях потока инжектора, газа носителя, деления потока и линиях продувочного газа. Наличие утечки определяется по изменению во времени давления закупоренного газа носителя. За изменениями в давлении газа носителя можно наблюдать с помощью контроля потока на панели дисплея GC-2010.

1. Выключите прибор как описано в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24. Выключите МС, но оставьте GC-2010 Plus включенным.
2. Откройте дверцу термостата ГХ, и отсоедините колонку со стороны инжектора.
3. Установите заглушку в инжектор на место колонки.
4. Установите глухие гайки G-типа на клапан делителя и продувочное отверстие.

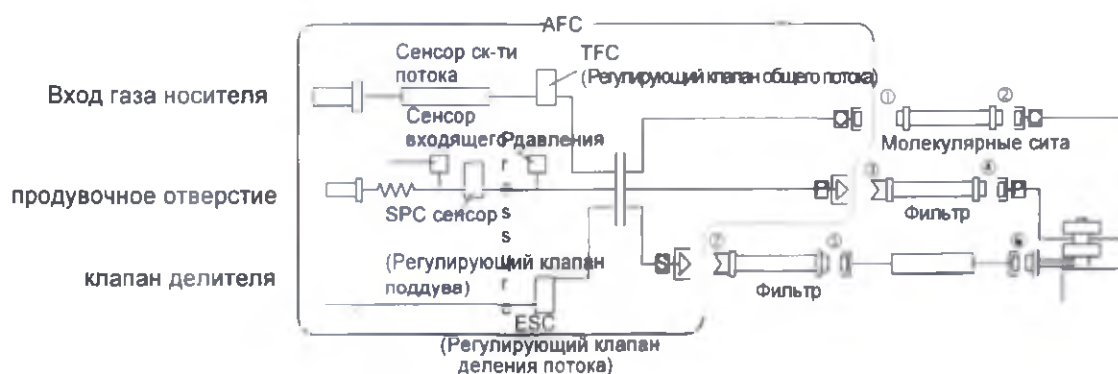


Рисунок 10.18 Схема потоков

5. Убедитесь, что входящее давление газа носителя достигло 350 кПа.
6. На экране GC-2010Plus "Flow key", установите режим ввода «Прямой ввод» ("Direct") и режим контроля «Давление» ("Pressure").
7. Установите давление в инжекторе равное 350 кПа, нажмите ON/OFF (PF меню) и включите AFC.

8. Подождите 5 минут и убедитесь, что давление инжектора между 300 и 400 кПа. Если давление больше 400 кПа, слегка ослабьте гайку колонки и немного спустите давление. Если давление ниже 300 кПа, немного повысьте давление в инжекторе.
9. Убедитесь, что общий поток ниже 2 мл/мин. Если общий поток превышает 2 мл/мин, то это означает, что есть утечка.
10. Нажмите ON/OFF (PF меню) на экране "Flow key" и отключите AFC.
11. Дайте стабилизироваться давлению после отключения AFC.
12. Убедитесь, что давление не возрастает более чем на 30 кПа за час. Возрастание давления более чем на 30 кПа за час, означает утечку.
13. Пока газ носитель заперт под давлением, возможные утечки можно обнаружить, подсоединив электронный детектор утечки газа (есть в продаже) к каждому соединению трубок потока газа, например к гайке G-типа и гайке инжектора.
14. Если утечка обнаружена, то затяните эти соединительные части или удалите их для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки, после снятия гайки G-типа.
15. Если после выполнения пункта 14, обнаружена утечка по уменьшению давления газа носителя, то замените септу, и убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на стеклянной вставке инжектора. Повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.
16. Если утечка обнаружена после выполнения пункта 15, подтяните все гайки инжектора, и повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.
17. Если утечка обнаружена снова, она всего скорее находится в линиях потока газа носителя, в клапане делителя потока или в продувочном отверстии. Подтяните соединения (1) - (7), изображенные на схеме потоков приведенной в Разделе 10.6.1 "Проверка ГХ на утечку газа носителя", стр. 216, или удалите эти части для выявления проблем. Замените три алюминиевых прокладки, после снятия гайки G-типа.
18. Повторите проверку на утечку по пунктам 8-12.

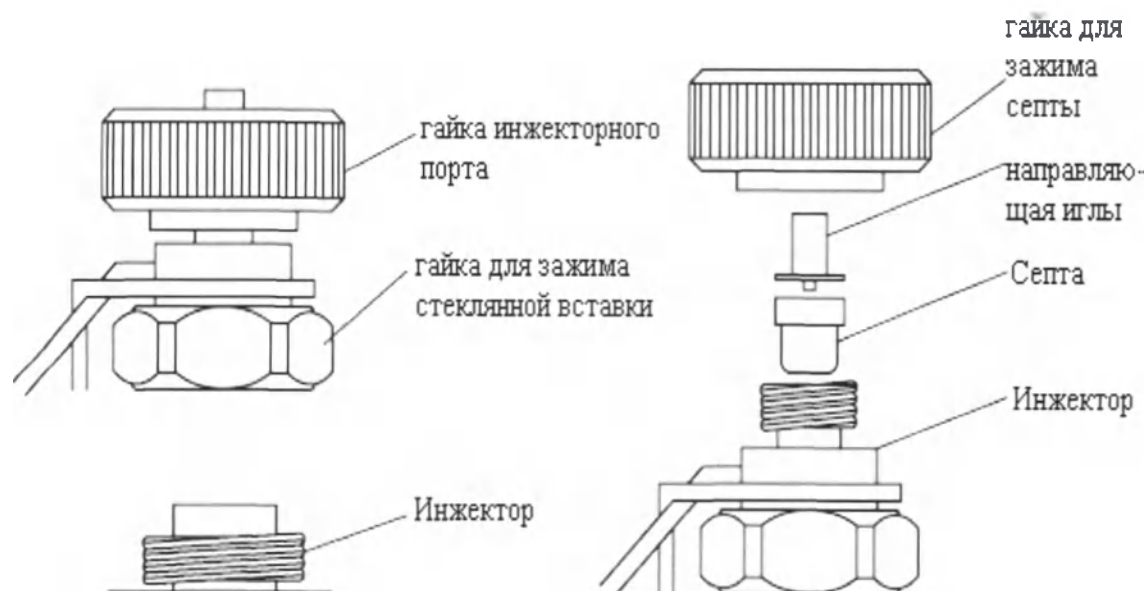


Рис. 10.19 Составляющие части инжектора

Примечание

Меры предосторожности при закупоривании газа носителя под давлением:

1. Убедитесь в том, что нет утечек после демонтирования и повторного присоединения гаек G-типа или M-типа.
2. Замените три алюминиевых прокладки, после снятия гайки G-типа.
3. Не трогайте никакие другие части ГХ, кроме гаек инжектора и соединений (1)-(7), изображенных на схеме потоков приведенной в Разделе 10.6.1 "Проверка ГХ на утечку газа носителя", стр. 216. Для проведения технического обслуживания других частей, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.

Примечание

Не используйте мыльную воду на инжекторном порту ГХ и трубок AFC.

Процедура запирания под давлением газа носителя

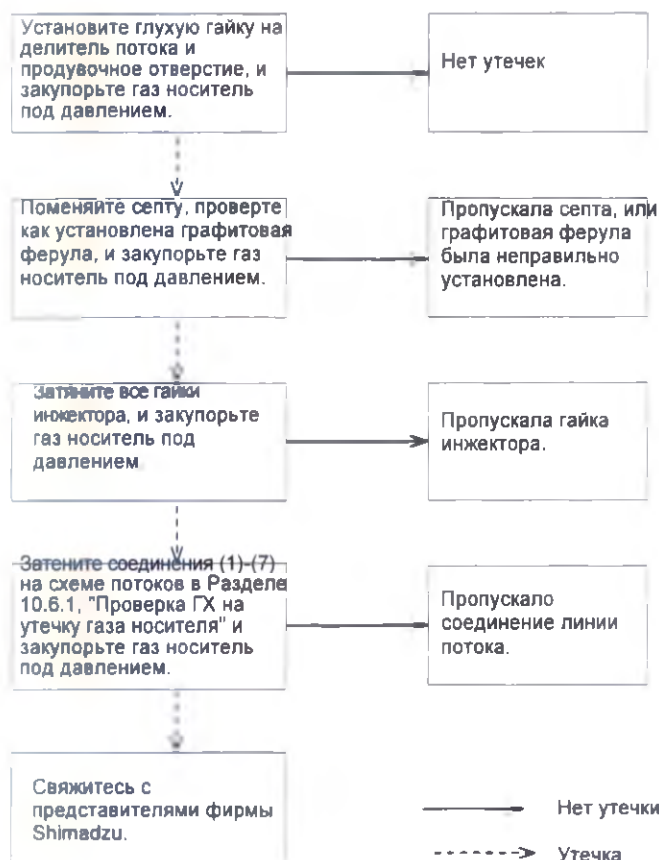


Рисунок 10.20 Процедура запирания под давлением газа носителя

10.6.2 Проверка вакуума МС на течь

В этом разделе описывается процедура проверки вакуума на течь. Утечки могут быть достаточно большими, чтобы вывести из строя вакуумный насос, или довольно маленькими, что позволит турбомолекулярному насосу нормально работать.

Убедитесь, что уплотнительное кольцо правильно установлено на дверце МС. Уплотнительное кольцо герметично соединяет две поверхности, предотвращая протечки в вакуум и поддерживая нужный вакуум в МС.

Если дверца МС открывается для проведения технического обслуживания, то ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности для избежания появления течи.



Примечание

Ознакомьтесь со следующими мерами предосторожности для предотвращения появления течи в вакууме:

- Не забывайте устанавливать уплотнительное кольцо.
- Правильно установите уплотнительное кольцо.
- Удалите любые посторонние вещества с уплотнительного кольца.
- Удалите посторонние вещества, включая частицы уплотнительного кольца, с запирающих поверхностей.
- Не царапайте запирающие поверхности.
- Не забывайте устанавливать Vespel ферупу, когда подсоединяете колонку к интерфейсу.
- Присоединяя колонку к интерфейсу, хорошо затяните гайку.
- Регулярно меняйте септу в инжекторе (примерно от 80 до 100 заколов).

Если вакуумный и турбомолекулярный насосы работают неправильно:

1. Звук откачки воздуха вакуумным насосом не уменьшается после нескольких минут.
2. Турбомолекулярный насос работает, но питание системы вакуума отключается после примерно 5 минут.

Если произошла ситуация, описанная в пункте 2, это означает, что в вакууме есть течь. Подождите пока МС развакууируется, затем проверьте дверцу и соединение между колонкой и интерфейсом, в соответствии с мерами предосторожности для предотвращения появления течи в вакууме, описанными выше. Если причина течи ни дверца и ни соединение между колонкой и интерфейсом, свяжитесь с сервис-инженерами Вашего представительства фирмы Shimadzu.

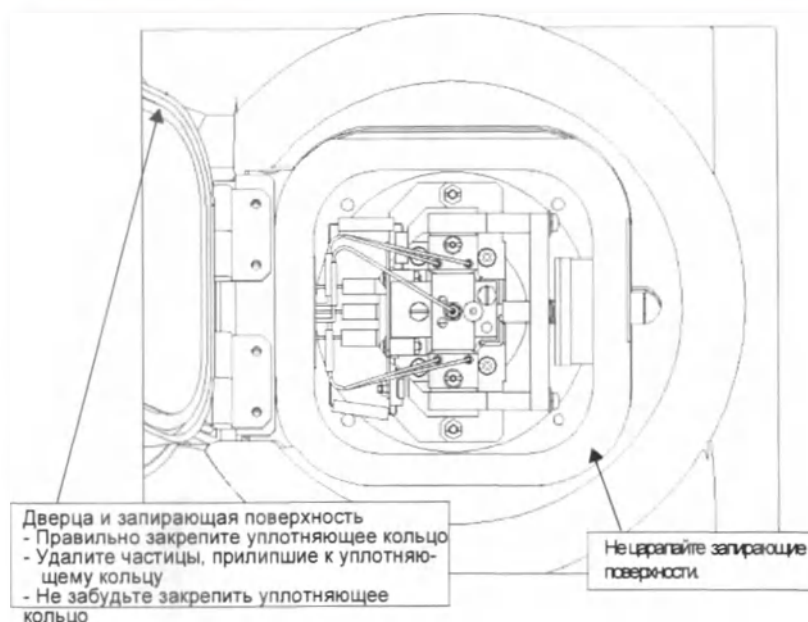


Рисунок 10.21 Дверца и запирающие поверхности

10.6.3 Проверка вакуума на течь с помощью мониторинга пиков

Очень маленькая течь вакуума не прекратит работу прибора, но может повлиять на нее. В этом разделе описывается процедура проверки таких утечек. Описанные в этом разделе операции могут применяться, в том случае если прибор и турбомолекулярный насос работают нормально и индикатор турбомолекулярного насоса в диалоговом окне «Контроль вакуума» ("Vacuum Control") зеленого цвета.

Этот метод отслеживает пики воды (m/z 18) и азота (m/z 28) в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Высота этих двух пиков сравнивается для установления маленькой течи в вакууме.

1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку **Настройка (Tuning)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Настройка» ("Tuning").
2. Нажмите на иконку **Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").
3. Установите значение m/z для отслеживаемых ионов на 18 (вода) и 28 (азот), или выберите отслеживаемые группы Вода, Воздух.
4. Установите напряжение на детекторе примерно 0.60 - 1.50 кВ, для того чтобы были видны пики с m/z 18 и m/z 28.
5. Включите филамент.
6. Сравните высоту пиков для m/z 18 и m/z 28. Если высота пика m/z 28 в два раза больше высоты пика m/z 18, то это означает что есть утечка.



7. Если установлена течь в вакууме, то выключите прибор как описано в Разделе 2.4.2 "Выключение прибора", стр. 24. Отключите выключатель электропитания прибора.

8. Следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления течи в вакууме, описанным в Разделе 10.6.2 "Проверка вакуума МС на течь", стр. 219.



Примечание

Если подсоединено дополнительное устройство для ввода пробы, то стандартная проверка вакуума на течь может не сработать, даже если нет утечки в ГХ/МС. Недостаточная продувка может оказаться причиной того, что пик 28 m/z окажется выше пика 18. Если такое произойдет, увеличьте общий поток ГХ примерно до 200 мл/мин для продувки.

10.6.4 Проверка вакуума на течь с помощью петролейного эфира



Примечание

Меры предосторожности при проведении проверки вакуума на течь с помощью петролейного эфира:

1. Используйте только петролейный эфир.
2. Не проливайте петролейный эфир на электронику.
3. Не допускайте попадания петролейного эфира на любые другие участки, кроме поверхности контакта интерфейса и колонки.

Эта процедура основывается на всасывании, которое происходит в случае течи вакуума МС. Если есть течь, то петролейный эфир, нанесенный на поверхность контакта колонки и интерфейса, появится в то же самое время в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"), как пик m/z 43. Проверка вакуума проводится по наблюдению за изменением пика m/z 43.



1. В приложении «ГХМС анализ в реальном времени» (GCMS Real Time Analysis) нажмите на иконку **Настройка (Tuning)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Настройка» ("Tuning")



2. Нажмите на иконку **Вид мониторинга пиков (Peak Monitor View)** на вспомогательной панели. Откроется окно «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor").
3. В окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor") установите значение m/z для отслеживаемого иона на 43 (фрагмент иона петролейного эфира). Установите коэффициент увеличения равный 50 - 100.
4. Установите напряжение на детекторе примерно 0.60 - 1.00 кВ.
5. Включите филамент.
6. Наберите в шприц петролейный эфир.
7. Нанесите петролейный эфир на поверхность соприкосновения дверцы и между колонкой и интерфейсом.
8. Наблюдайте за пиком m/z 43 в окне «Мониторинг пиков» ("Peak Monitor"). Если будут наблюдаться большие изменения (возрастание) пика m/z 43, то это означает что есть течь.



9. Повторите процедуры, описанные в пунктах 7 и 8. Если изменений пика m/z 43 не будет, то это значит, что утечек нет.
10. Если обнаружена течь в вакууме, то следуйте мерам предосторожности для предотвращения появления течи в вакууме, описанным в Разделе 10.6.2 "Проверка вакуума МС на течь", стр. 219.

10.7

10 Обслуживание

Установка программного обеспечения

В этом разделе описывается, как заново установить GCMSsolution, в случае если какое-нибудь приложение работает не корректно.

10.7.1 Перед установкой

Проведите проверку по следующим пунктам, перед тем как устанавливать программное обеспечение.

Установочные диски

Программа установки находится на CD-ROM.

Эта программа сжимает программные диски, хранящиеся на CD-ROM и во время установки копирует их на жесткий диск ПК.



Примечание

Программное обеспечение не может быть установлено простым копированием содержимого CD-ROM на жесткий диск ПК. Установка должна проводиться описанным здесь способом.

Установка Windows

Требуется Windows XP или Windows Vista.

На новом ПК, что на жесткий диск компьютера установлен Windows, и что он работает корректно.

Требуется Internet Explorer версии 3.02 или выше.



Примечание

Если Вы собираетесь переустановить программное обеспечение GCMSsolution, сначала полностью удалите программное обеспечение GCMSsolution. Обращайтесь к Разделу 10.7.3 "Удаление GCMSsolution", стр. 231.

10.7.2 Установка GCMSsolution

1. Включите ПК и войдите в Windows. Поместите диск установки GCMSsolution в CD-ROM.



Примечание

Если после запуска Windows появится окно "Мастер установки нового оборудования", нажмите кнопку **Отменить** и закройте окно. Это означает, что драйвер для MC не установлен на ПК. Установите драйвер после установки GCMSsolution. Обратитесь к Разделу 10.8.2 "Установка драйвера для MC", стр. 237.

Установка GCMSsolution запустится автоматически, и появится окно «Добро пожаловать» ("Welcome").

Для Windows Vista может отобразиться окно «Программе необходимо Ваше разрешение для продолжения установки». В этом случае нажмите кнопку **Продолжить**.



Примечание

Если окно «Добро пожаловать» ("Welcome") не появляется автоматически, выберите пункт «Выполнить» в меню «Пуск». Введите E:\GCMSsolution\Setup.exe как имя программы для выполнения (где E: это CD-ROM), и нажмите **ОК**.

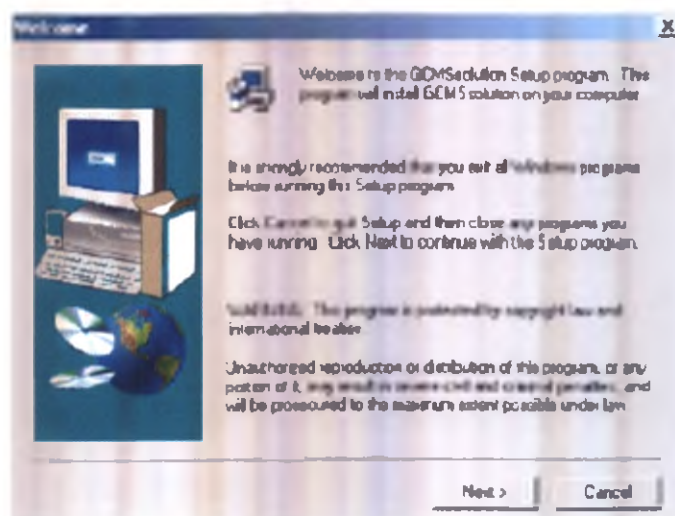


Рисунок 10.22 Окно «Добро пожаловать» ("Welcome")

2. Прочитайте содержимое окна «Добро пожаловать» ("Welcome"), затем нажмите кнопку **Далее (Next)**.



Примечание

Если после нажатия кнопки **Далее (Next)** в окне «Добро пожаловать» ("Welcome"), появляется сообщение об ошибке обнаружения DAO, то нажмите **ОК** для отмены установки. Обратитесь к Разделу 10.7.4 "Установка DAO", стр. 234, и после установки «Установка объектов доступа к данным» ("Data Access Objects (DAO) Setup"), попытайтесь снова установить GCMSsolution.

Появится окно «Проверка Internet Explorer» ("Detecting Internet Explorer").

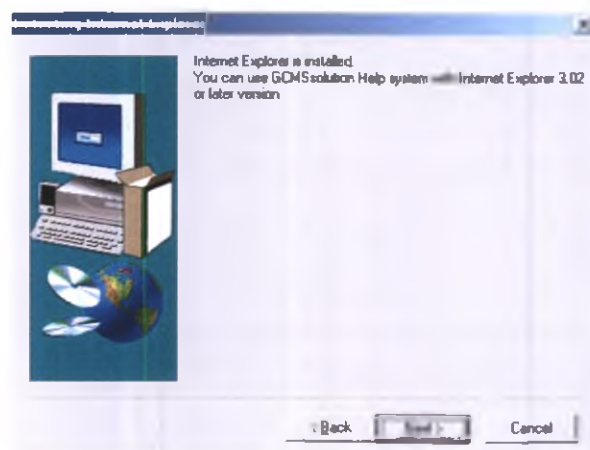


Рисунок 10.23 Окно «Проверка Internet Explorer» ("Detecting Internet Explorer")

3. Нажмите кнопку **Далее (Next)** в окне «Проверка Internet Explorer» ("Detecting Internet Explorer").

Появится окно «Установка HTML справки» ("Installing HTML Help").

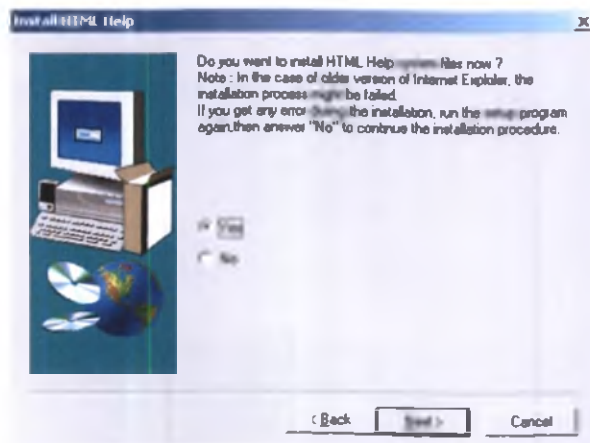


Рисунок 10.24 Окно «Установка HTML справки» ("Installing HTML Help")

4. Выберите **Да (Yes)** и нажмите кнопку **Далее (Next)**.
Отобразится диалоговое окно «Выбор режима аутентификации пользователя».



Рис. 10.25 Окно «Выбор режима аутентификации пользователя»

5. Определите режим аутентификации пользователя. Если не используется CLASS-Agent, выберите «База данных пользователей в GCMSSolution». Если используете CLASS-Agent, произвольно выберите режим аутентификации пользователя, руководствуясь разделом «2.9.4, 3 Использование инструмента аутентификации пользователя Shimadzu».

Появится окно вопроса «Хотите ли Вы использовать ГХ детектор?» ("Do you want to use the GC detector?").

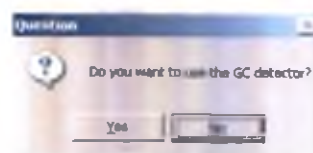


Рисунок 10.26 Окно вопроса

6. После нажатия кнопки **Да (Yes)** запустится установка GCsolution. После нажатия кнопки Нет (**No**) или после завершения установки, снова появится окно установки GCMSSolution. Появится окно «Информация о пользователе» ("User Information").

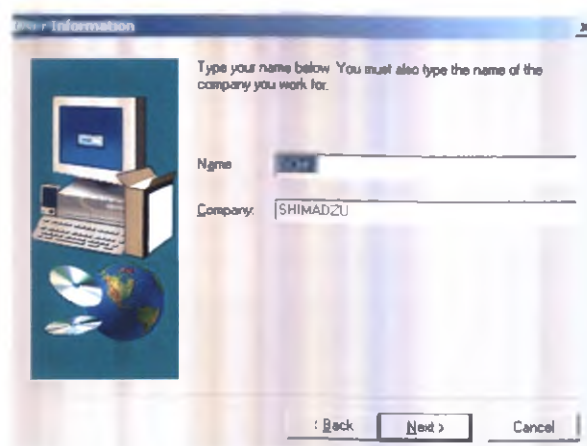


Рисунок 10.27 Окно «Информация о пользователе» ("User Information")

7. В окне «Информация о пользователе» ("User Information") введите имя пользователя (User Name) и название компании (Company). Затем нажмите кнопку **Далее (Next)**. Появится окно «Выбор места установки» ("Choose Destination Location").

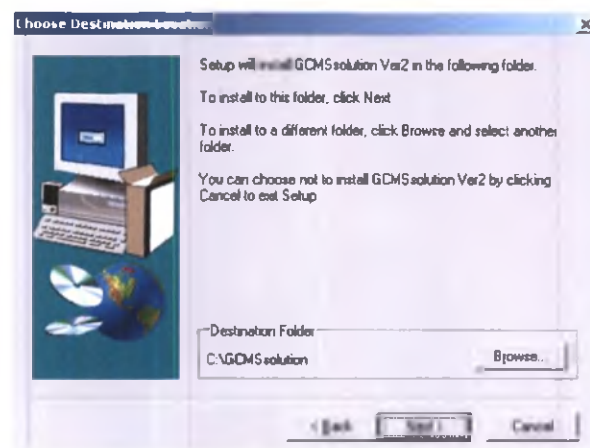


Рисунок 10.28 Окно «Выбор места установки» ("Choose Destination Location")

8. Приложение GCMSSolution будет установлено в папку, указанную в окне «Выбор места установки» ("Choose Destination Location"). Обычно выбрана стандартная директория.



Примечание

Чтобы изменить папку, нажмите кнопку **Обзор (Browse)** в окне «Выбор места установки» ("Choose Destination Location").

Откроется диалоговое окно «Выбор папки» ("Choose Folder").

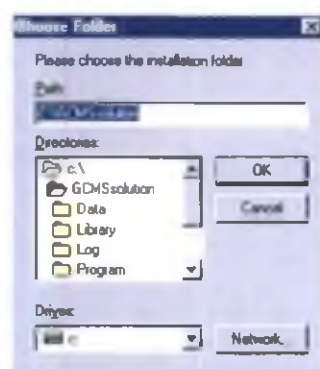


Рисунок 10.29 Диалоговое окно «Выбор папки» ("Choose Folder")

Для того чтобы выбрать папку, в которую надо установить программу, введите полный путь в строке ввода «Путь» (Path), или дважды щелкните по папке из списка.

Для смены диска щелкните по строке «Диск» (Drive) и выберете диск.



Примечание

Это примечание необходимо использовать в любом из следующих случаях:

- Когда используете ОС Windows XP Professional, несколько пользователей, включая пользователей с ограниченными правами или членов группы пользователей Power совместно с GCMSSolution.
- Когда используете ОС Windows Vista, несколько пользователей совместно с GCMSSolution.

При условиях, перечисленных выше, измеренные данные и файлы метода, созданные пользователями Windows, могут быть недоступны другим пользователям Windows. Это связано с тем, что (1) по умолчанию функции безопасности для вновь созданных файлов более жесткие в Windows XP и (2) функции пользовательского контроля (UAC), имеющиеся в Windows Vista являются существенно важными операциями. Для устранения данной проблемы, GCMSSolution автоматически изменяет функции безопасности при создании папки и подпапок в течение установки, поэтому все пользователи Windows могут совместно использовать данные файлов, метода и т.д.

Поэтому, если Вы создаете новые папки с данными в любом месте, отличные от тех которые были созданы при установке, Вы можете создать файлы или сохранить их, и затем они станут недоступными для других пользователей. Необходимо изменить функции безопасности для созданной папки, используя функции Windows.

Нажмите кнопку **Далее (Next)**. Появится сообщение о состоянии «Копирование файлов программы» ("Copying Program Files").

Установятся файлы программы.

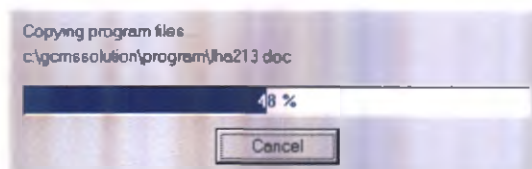


Рисунок 10.30 Сообщение о состоянии «Копирование файлов программы»



Примечание

Чтобы отменить установку, нажмите **Отмена (Cancel)**.

Появится диалоговое окно «Отмена установки» ("Exit Setup").

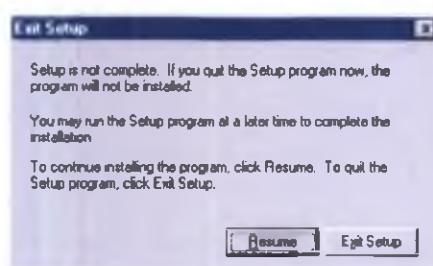


Рисунок 10.31 Диалоговое окно «Отмена установки» ("Exit Setup")

Чтобы продолжить установку, нажмите кнопку **Продолжить (Resume)**.
Чтобы остановить установку, нажмите кнопку **Отмена (Exit Setup)**. Установка прекратится, и произойдет выход из программы установки GCMSsolution.

9. Когда следующее сообщение появится, нажмите кнопку **OK**.

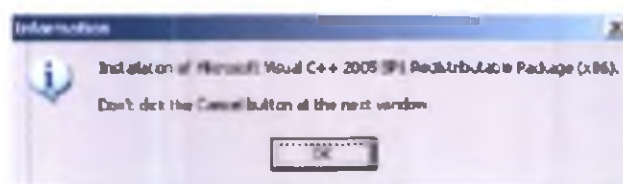


Рис. 10.32 Диалоговое окно «Информация» ("Information")

Не нажимайте кнопку **Отмена** во время установки.

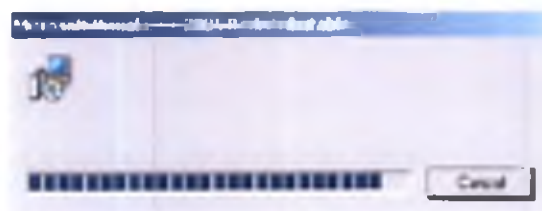


Рис. 10.33 Диалоговое окно «Библиотека Microsoft Visual C++ 2005»

10. Если следующее сообщения появится, нажмите кнопку **Все равно продолжить**.

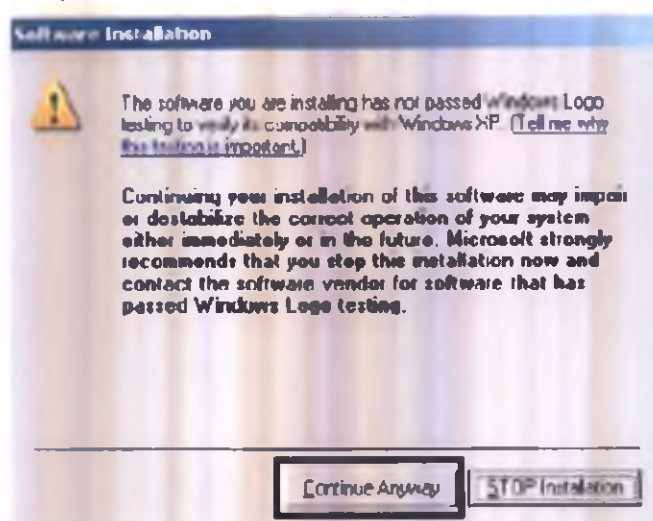


Рис. 10.34 Диалоговое окно «Установка программы»

11. После завершения установки, откроется окно «Установка завершена» ("Setup Complete").

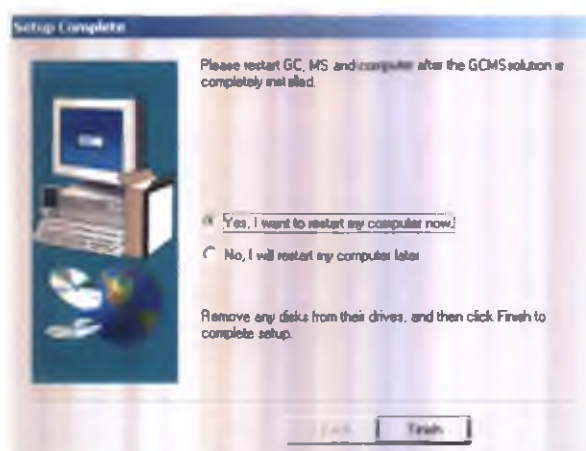


Рисунок 10.35 Окно «Установка завершена» ("Setup Complete")

12. В окне «Установка завершена» ("Setup Complete") нажмите кнопку **Готово (Finish)**. Окно «Установка завершена» ("Setup Complete") закроется. Установка GCMSsolution завершится.



Примечание

Если Вы выбрали [Нет, я перезагружу свой компьютер позже], то прежде чем работать с программой и прибором, необходимо будет полностью выключить компьютер и включить его снова.

10.7.3 Удаление GCMSsolution

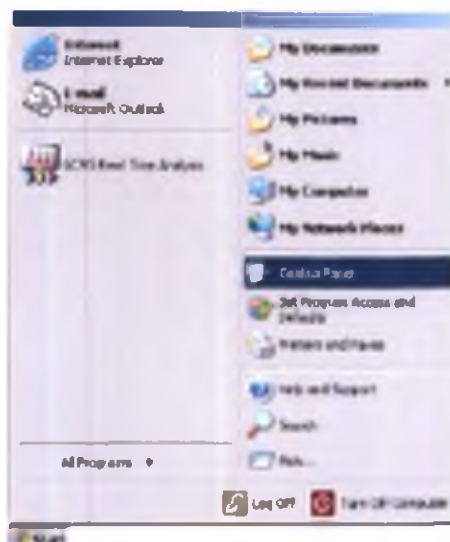


Рисунок 10.36 Меню «Пуск»

1. В меню «Пуск» выберете «Панель управления». Откроется окно «Панель управления».

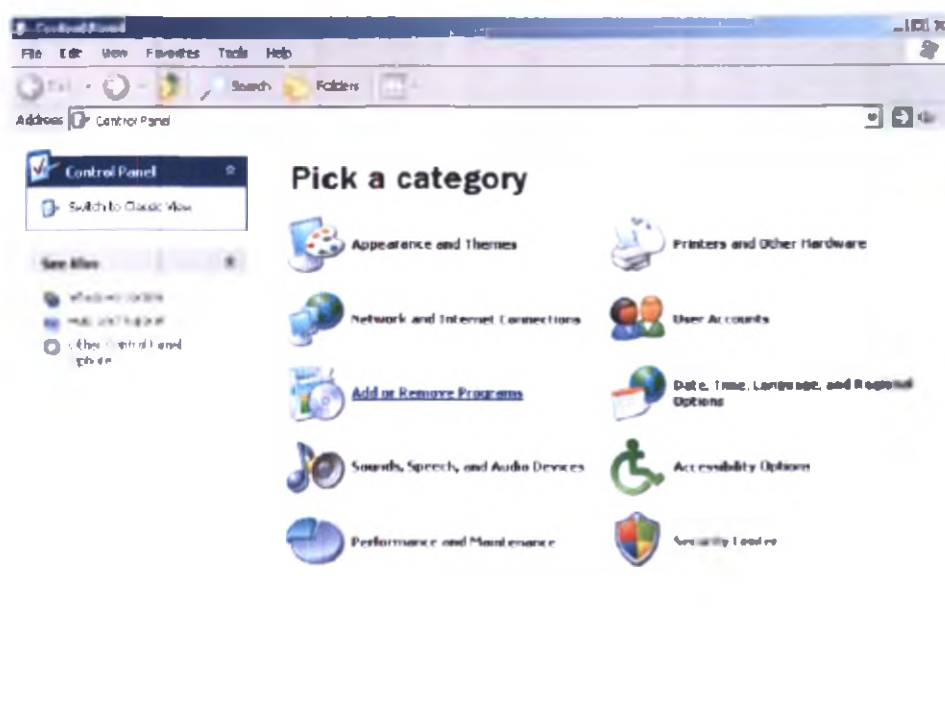


Рисунок 10.37 Окно «Панель управления»

2. Дважды кликните по иконке **Установка/Удаление программ**.

Появится окно "Установка/Удаление программ".

Для Windows Vista переключите **Панель управления** в классический вид и дважды щелкните мышью по **Программы и Свойства**.

3. В списке установленных программ выберите "GCMSsolution" и нажмите кнопку **Изменить/Удалить**.

Если было установлено программное обеспечение GCsolution, удалите его тоже. Процедура такая же, как и для GCMSsolution.

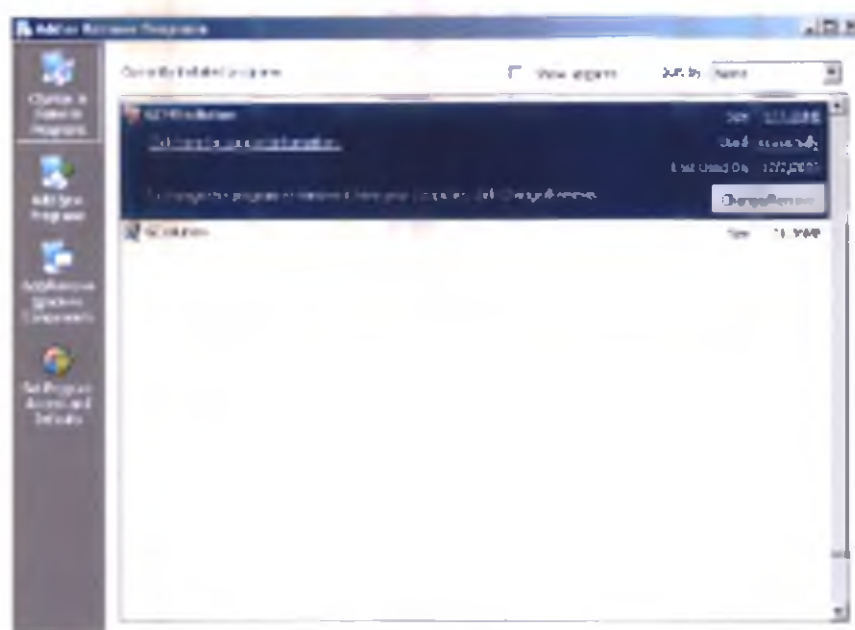


Рисунок 10.38 Окно "Установка/Удаление программ"

4. Появится сообщение «Подтверждение удаления» (Confirm File Deletion).

Подтвердите, что эту программу следует удалить, или отмените удаление, нажав **Нет (No)**.

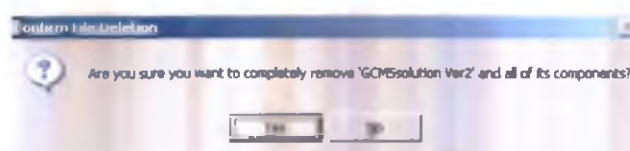


Рисунок 10.39 Сообщение «Подтверждение удаления» (Confirm File Deletion)



Примечание

Во время удаления, в диалоговом окне «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?") спрашивается, удалять ли общие файлы. Все файлы появляющиеся в этом окне используются не только GCMSsolution; поэтому, нажмите кнопку **Да, для всех (Yes To All)**.

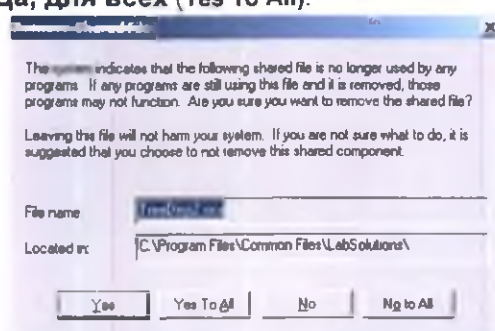


Рисунок 10.40 Диалоговое окно «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?")

После нажатия кнопки **Да, для всех (Yes to All)**, все общие файлы, не используемые системой, будут удалены. Нажмите **Да (Yes)**, чтобы удалить отображенный в данный момент файл.

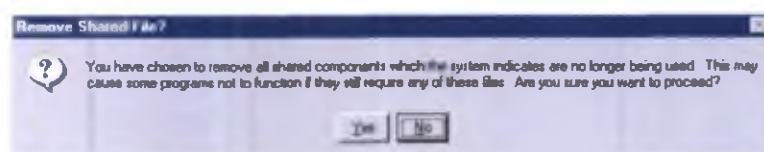


Рисунок 10.41 Подтверждение «Удалить общий файл?» ("Remove Shared File?")

Появится диалоговое окно «Удаление программ с Вашего компьютера» ("Remove Programs From Your Computer"), начнется удаление файлов программы GCMSsolution.

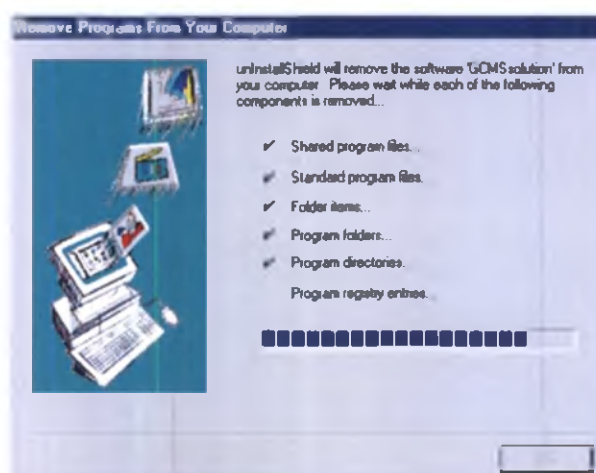


Рисунок 10.42 Диалоговое окно «Удаление программ с Вашего компьютера» ("Remove Programs From Your Computer")

5. После окончания процедуры удаления, в окне «Удаление программ с Вашего компьютера» ("Remove Programs From Your Computer") станет активной кнопка **ОК**. Нажмите **ОК** для завершения процесса удаления GCMSSolution.



Примечание

Для того чтобы переустановить GCMSSolution после его удаления, сначала, перезагрузите Ваш компьютер.

10.7.4 Установка DAO

1. Выберите **Запуск** из меню Windows. Для Windows Vista Выберите меню **Запуск > Все программы > Дополнительные принадлежности > Пуск**.



2. Вставьте установочный диск GCMSSolution в CD-ROM. Если появится окно установки GCMSSolution, нажмите кнопку **Отмена**, для выхода из установки. В открытое текстовое окно введите полный путь к установке программы DAO. Например, если CD-ROM обозначен как диск E, то введите:

E:\Dao\Disk1\Setup.exe

Нажмите кнопку **ОК**.

Запустится «Установка объектов доступа к данным» ("Data Access Objects (DAO) Setup") и появится окно «Добро пожаловать» ("Welcome").

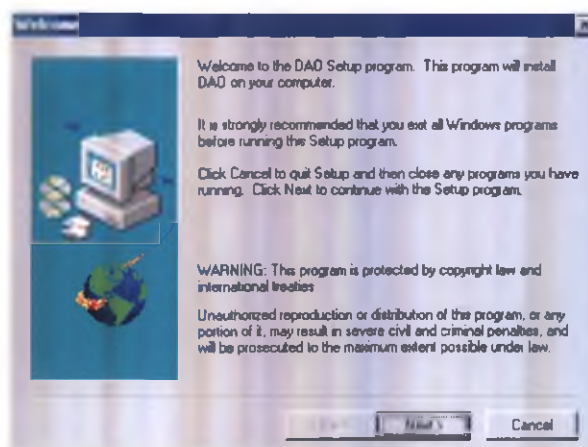


Рисунок 10.43 Окно «Добро пожаловать» ("Welcome") установки DAO

3. Прочитайте содержимое окна «Добро пожаловать» ("Welcome") и нажмите кнопку **Далее (Next)**.

Появится окно «Выбор компонентов» ("Select Components").

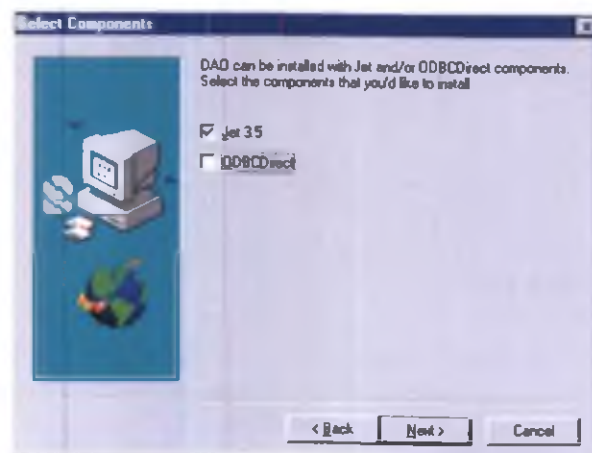


Рисунок 10.44 Окно «Выбор компонентов» ("Select Components")

4. В окне «Выбор компонентов» ("Select Components") выберете только «Jet 3.5», и нажмите кнопку **Далее (Next)**.

Откроется следующее окно «Выбор компонентов» ("Select Components"), в котором можно выбрать формат данных, используемый в Jet 3.5.

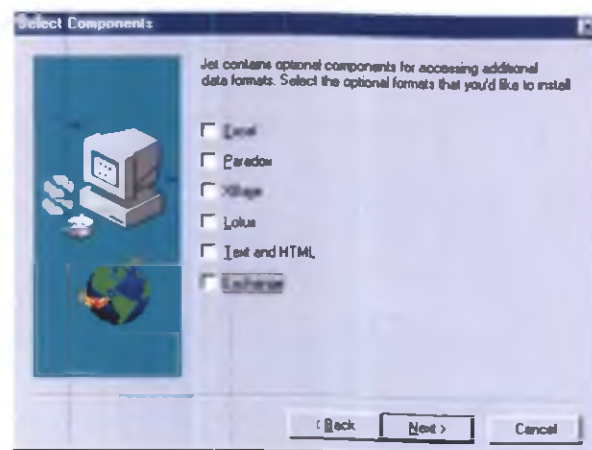


Рисунок 10.45 Второе окно «Выбор компонентов» ("Select Components")

5. Снимите галочки со всех пунктов, и нажмите **Далее** (Next).
После окончания установки DAO, появится сообщение «Информация» (Information).

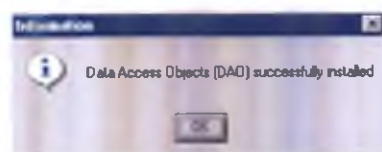


Рисунок 10.46 Завершение установки DAO

6. Нажмите **ОК**, чтобы закончить «Установка DAO» ("Data Access Objects (DAO) Setup").



Примечание

После установки DAO установите GCMSsolution.



Примечание

Следующее сообщение об ошибке может появиться во время установки DAO:
"Автоматическая DLL для OLE, OLEAUT32.DLL, не найдена или ее версия устарела и не поддерживается DAO3.5. Если продолжить, то DAO зарегистрируется неправильно. Все равно продолжить?" ("The OLE automation DLL, OLEAUT32.DLL, could not be found or is an older version that is incompatible with DAO3.5. If you continue DAO will not register properly. Continue anyway?")
Продолжите установку DAO до ее завершения. Затем установите GCMSsolution, чтобы завершить процесс установки.
Если установка GCMSsolution не удалась, переустановите DAO и GCMSsolution.

10.8

10 Обслуживание

Подсоединение прибора

В этом разделе описывается как подключить MC к компьютеру и установить драйвер MC.

10.8.1 Соединение прибора с ПК

MC подключается к ПК с помощью кабеля USB. Вставьте один конец кабеля в USB разъем ПК, а другой в USB разъем на задней стенке MC. Какие-либо другие установки не требуются.



Примечание

Всегда используйте USB кабель, рекомендуемый Shimadzu. Как следует подсоедините USB кабель, чтобы предотвратить возможность его отсоединения.

10.8.2 Установка драйвера для MC



Примечание

Программа GCMSSolution должна быть установлена до установки драйвера для MC.

В Windows Vista драйвер устанавливается автоматически, когда MC подсоединяется к ПК с помощью USB кабеля. В Windows XP установите драйвер согласно следующей процедуре:

1. Подключите MC к ПК с помощью USB кабеля. Включите компьютер. Windows автоматически обнаружит новое оборудование и откроется диалоговое окно «Найдено новое оборудование Wizard»



Рис. 10.47 Wizard «Найдено новое оборудование»

2. Выберите «Нет, не в этот раз» и нажмите кнопку **Далее**. Откроется следующее окно.

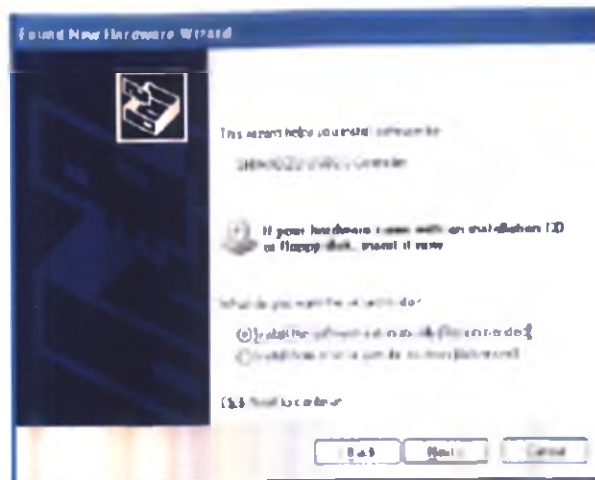


Рисунок 10.48 Wizard «Найдено новое оборудование»

Выберите «Установить программу автоматически (Рекомендуется)» и нажмите кнопку **Далее**. Установка драйвера начнется автоматически.



Рис. 10.49 «Пожалуйста, подождите, пока wizard установит драйвер»

2. Если появится следующее сообщение, то нажмите на кнопку «**Все равно продолжить**».

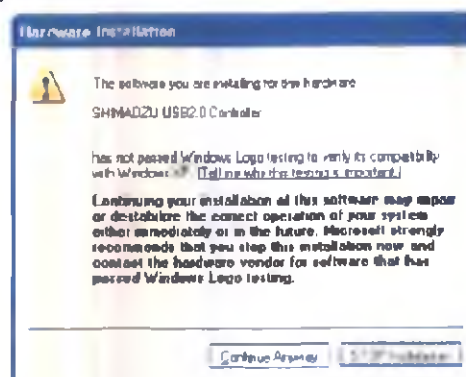


Рис. 10.50 Установка оборудования

4. Когда отобразится нижеприведенное окно, нажмите кнопку **Готово**.



Рисунок 10.51 «Установка нового оборудования завершена»

В Windows XP используйте следующую процедуру, чтобы убедиться, что MC драйвер установлен должным образом.

5. В меню **Пуск** выберите **Панель управления**.

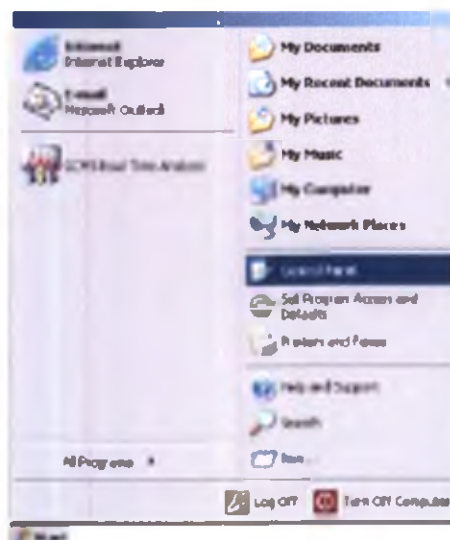


Рисунок 10.52 Окно «Меню Пуск»

-



7. Выберите закладку **Оборудование** и нажмите кнопку **Диспетчер устройств**.

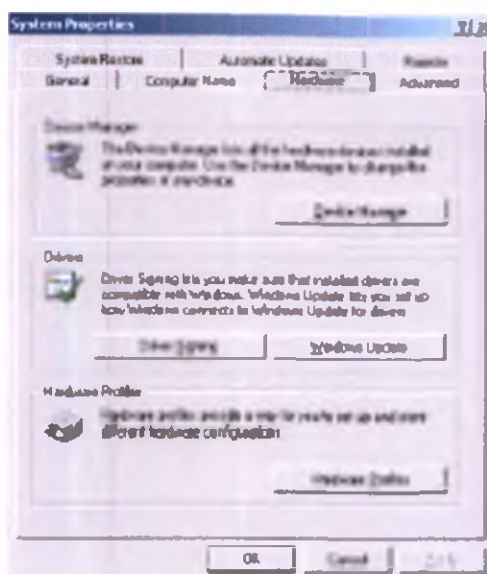


Рис. 10.55 Диалоговое окно «Свойства системы»

8. Откроется диалоговое окно «Диспетчер устройств». Проверьте, что под "Контроллеры универсальной последовательной шины USB" отображена надпись «Shimadzu USB2.0 Controller».

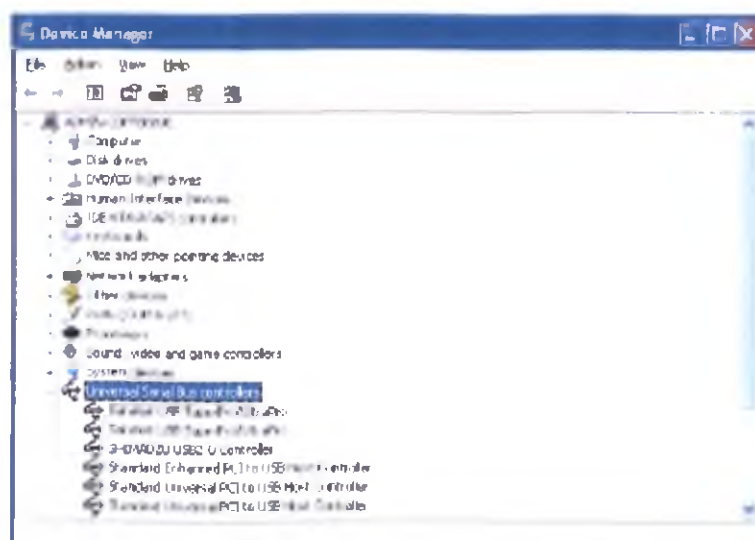


Рис. 10.56 Диалоговое окно «Диспетчер устройств»

10.9

10 Обслуживание

Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов

Периодичность использования и время использования расходных материалов регистрируется в окне «Состояние прибора» (GCMSSolution Instrument Monitor).

В этом разделе описывается процедура сброса показаний периодичности и времени использования расходных материалов.

После смены расходных материалов или чистки ионного источника обязательно сбросьте показания периодичности и времени использования расходных материалов, для этого совершите процедуру описанную ниже.

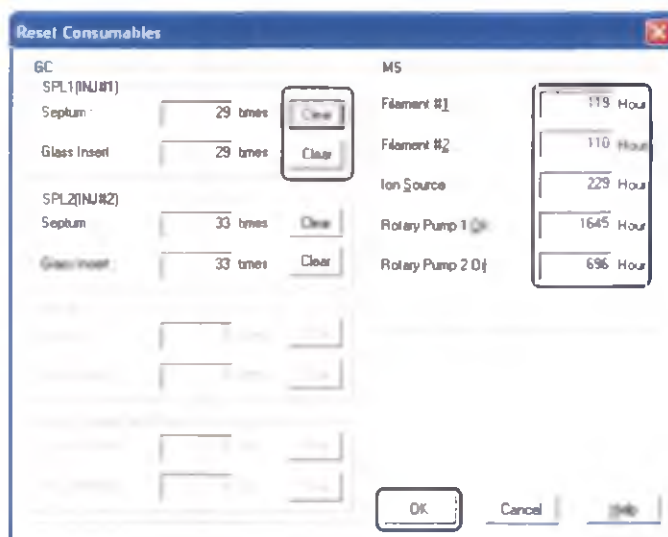
1. В окне «Состояние прибора» ("Instrument Monitor") щёлкните по кнопке **Детали** (Detail).



2. Откройте закладку «Расходные материалы» (Consumable) в окне «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"). Затем, нажмите на кнопку **Смена расходных материалов** (Reset Consumables).



3. Нажмите на кнопку «ОЧИСТИТЬ» (Clear) или введите "0" в ячейки времени использования расходных материалов, которые Вы только что заменяли или чистили. Нажмите **OK**. Вы возвратитесь к предыдущему окну.



4. Чтобы закрыть окно «Настройки мониторинга» ("Monitor Settings"), нажмите **OK**.



10 Обслуживание

10.9 Сброс счетчика периодичности/времени использования расходных материалов

Эта страница специально оставлена пустой.

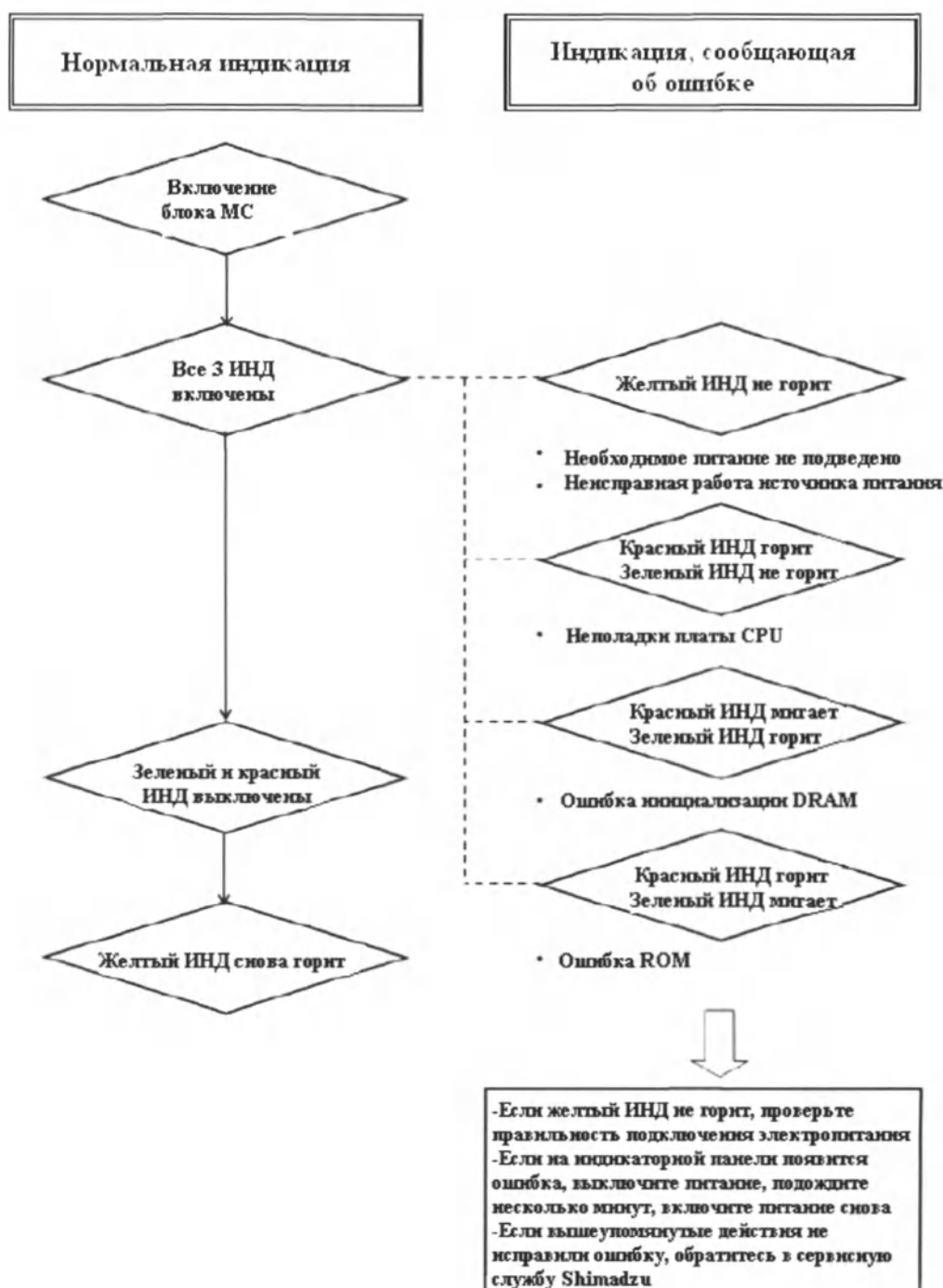
11.1

11 Диагностика неисправностей

Неисправности в эксплуатации и меры по их устранению

В этом разделе описываются эксплуатационные проблемы, которые могут возникнуть во время анализа, причины этих проблем и рекомендуемые решения. Если признаки сохраняются после коррективного действия, или если возникают другие проблемы, свяжитесь с сервисным отделом Shimadzu.

11.1.1 Индикация статуса ошибки масспектрометра



11.1.2 Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution

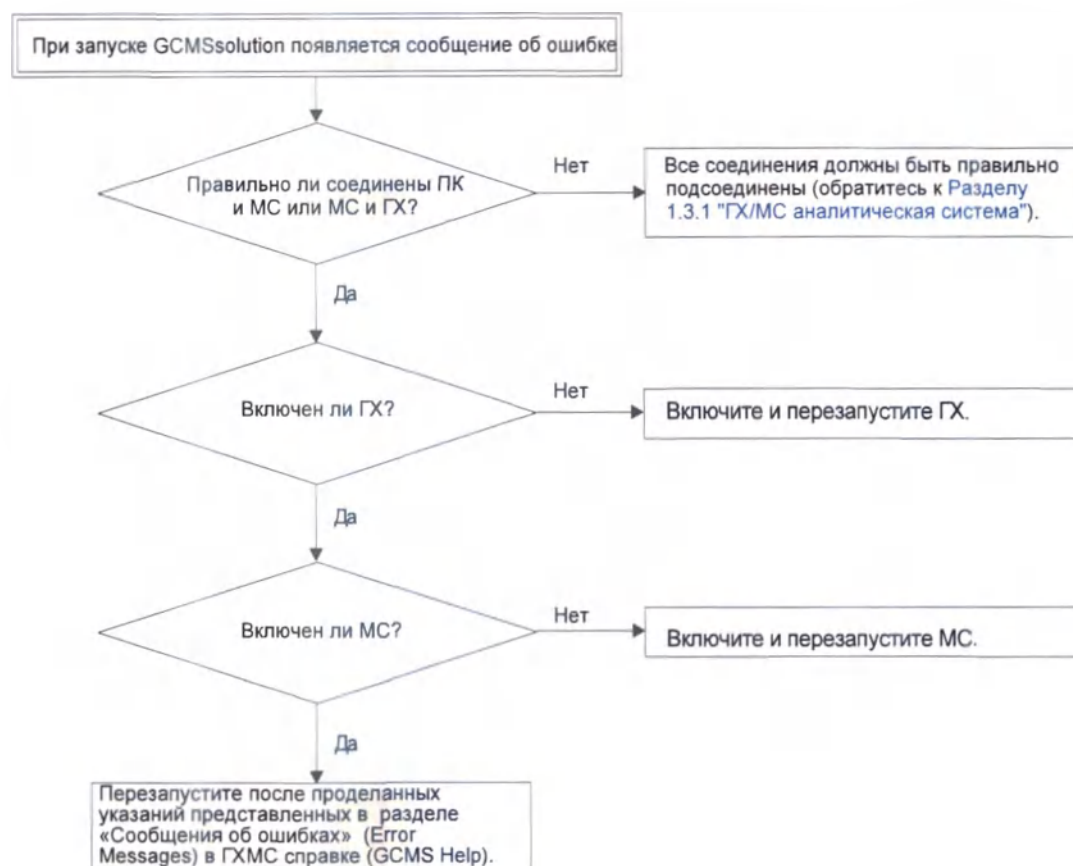


Рисунок 11.57 Ошибки запуска программного обеспечения GCMSsolution

11.1.3 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы

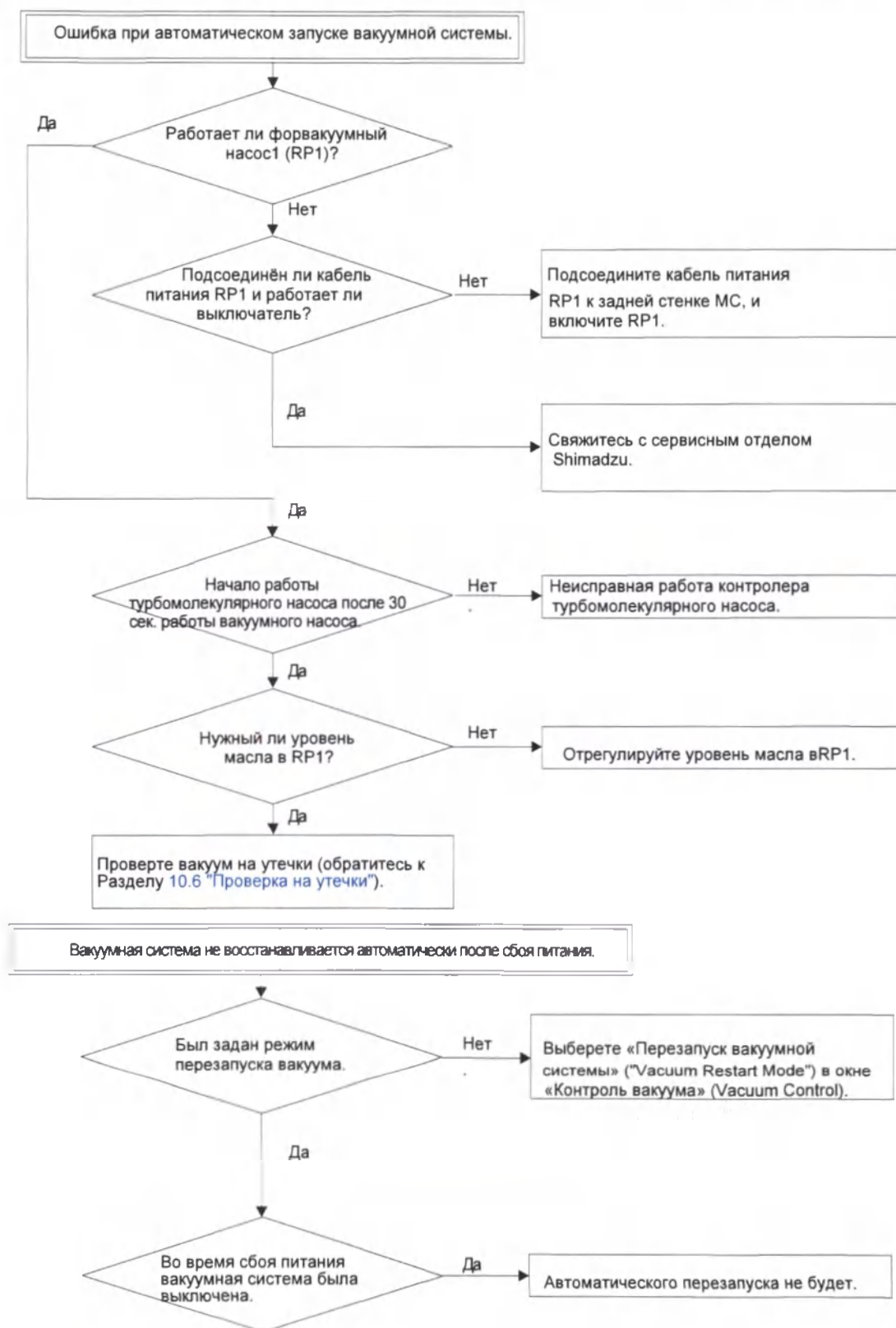


Рисунок 11.58 Ошибки при автоматическом запуске вакуумной системы

11.1.4 Ошибки при включении филамента

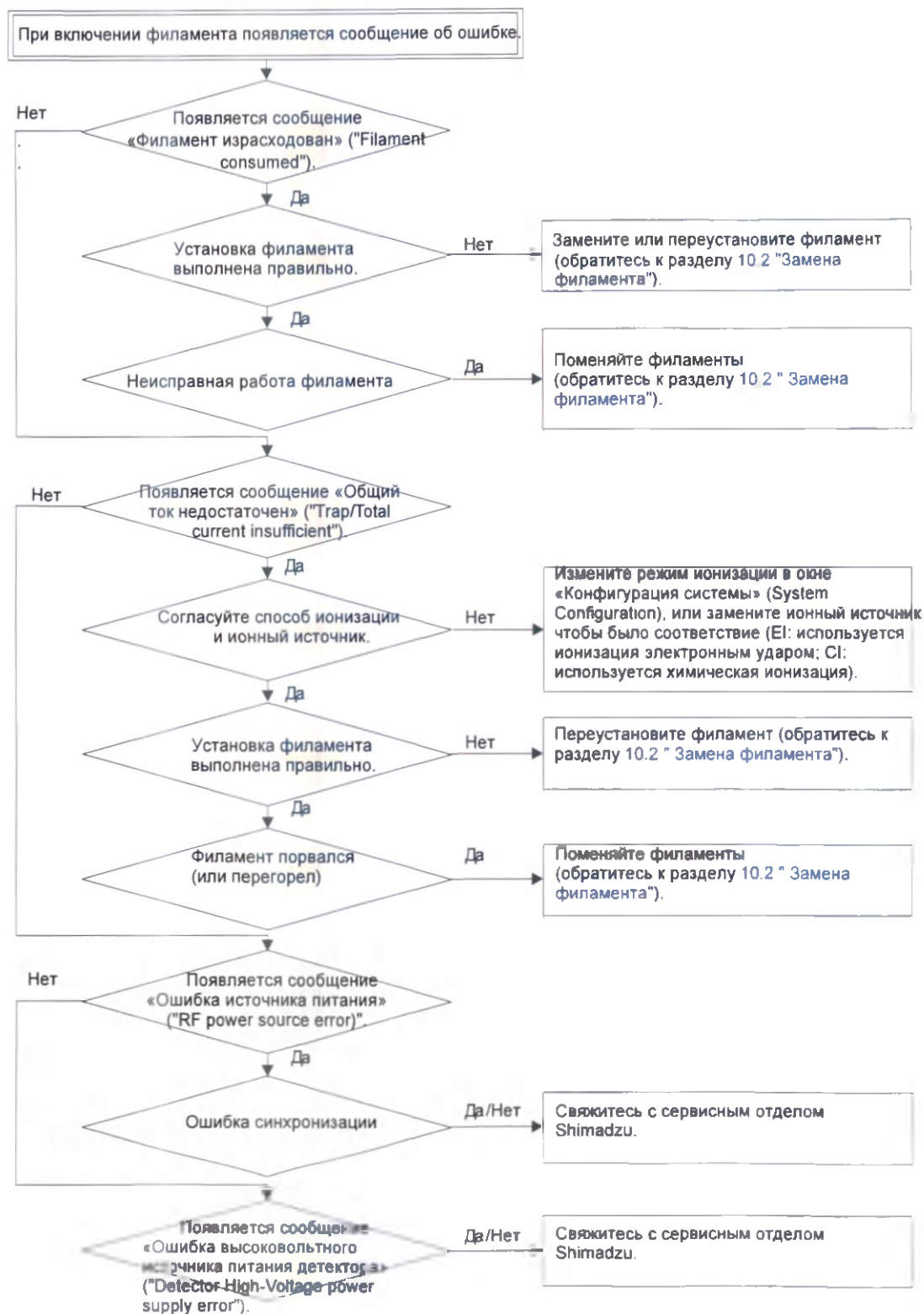


Рисунок 11.59 Ошибки при включении филамента MC

11.1.5 Ошибки автонастройки и анализа

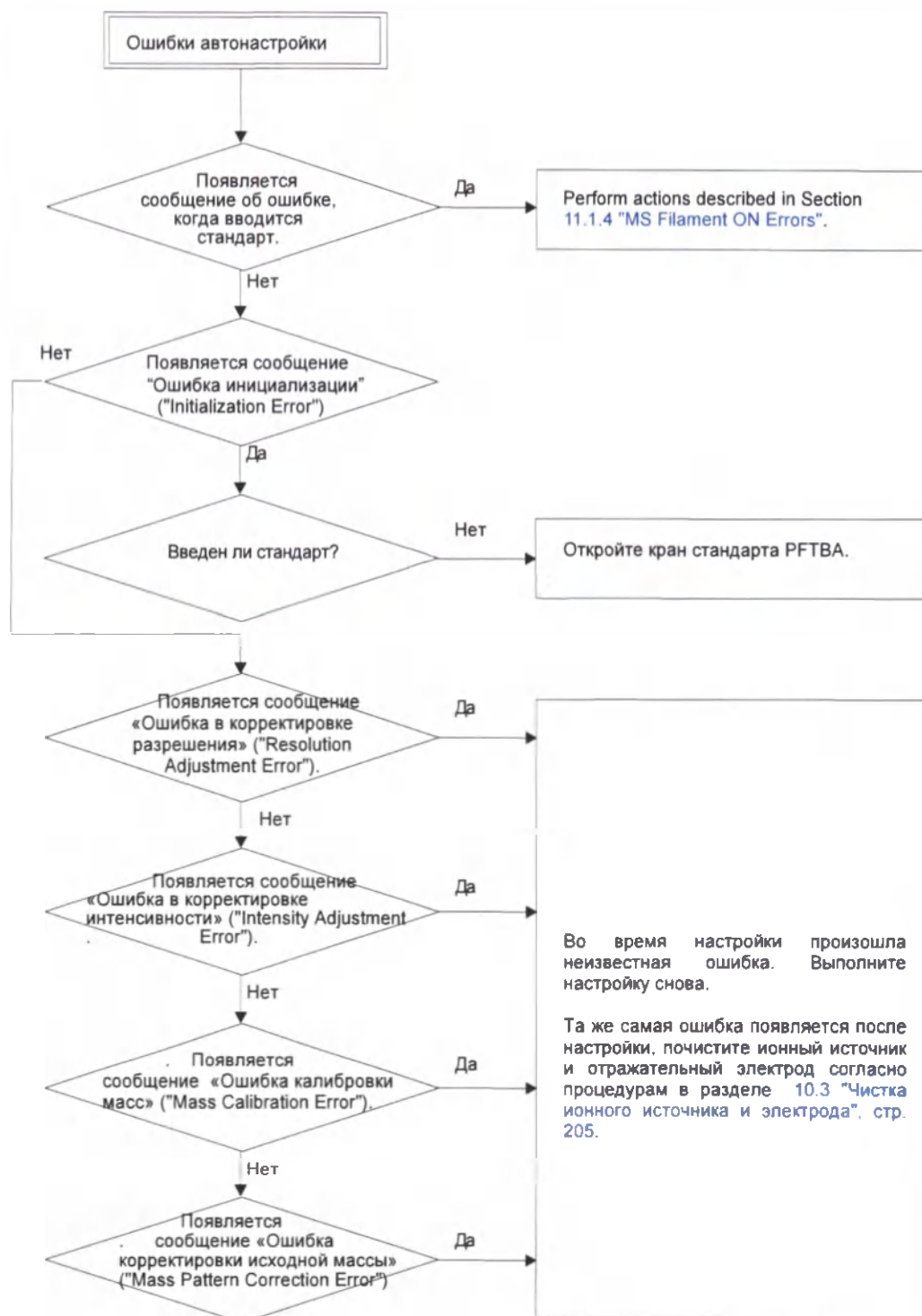
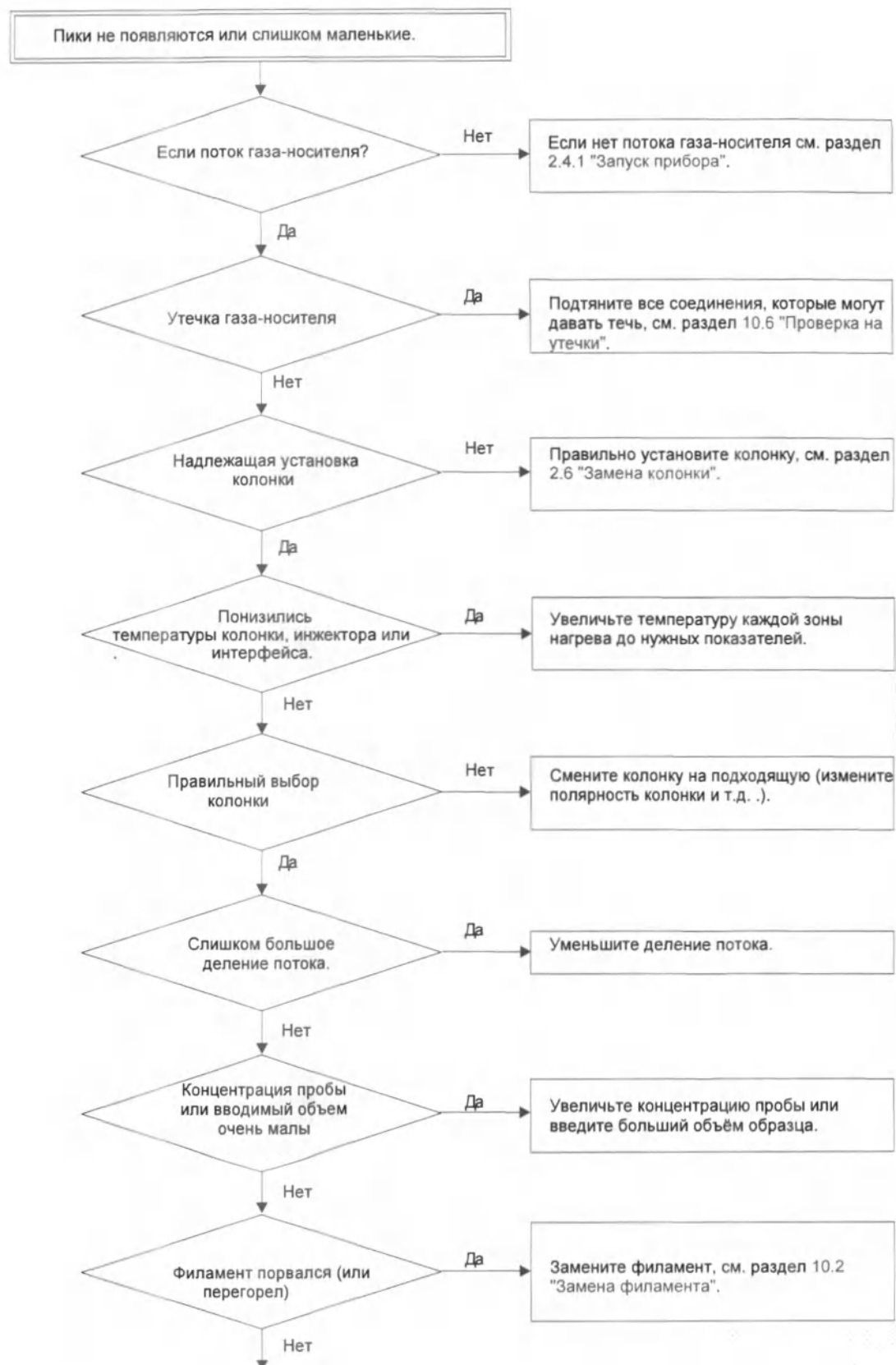


Рисунок 11.60 Ошибки автонастройки



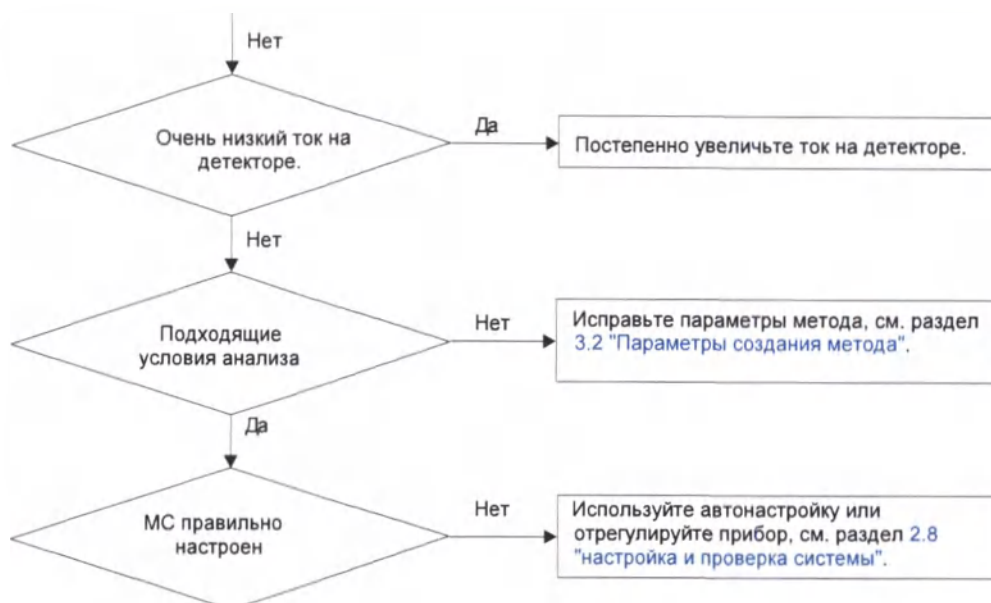


Рисунок 11.6 Нет пиков или пики слишком маленькие



Рисунок 11.62 Ошибки во время анализа

11.2

11 Диагностика неисправностей

Защитные функции вакуумной системы

В этом разделе описываются функции защиты, если в вакуумной системе обнаружена неисправность.

11.2.1 Обзор

Три параметра отслеживают набор вакуума в GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010 SE. Защита системы происходит, когда в работе обнаружено что-нибудь неправильное.

- Состояние турбомолекулярного насоса.
- Остаточное давление турбомолекулярного насоса. (Остаточное давление показывает низкий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))
- Вакуум в корпусе анализатора. (Значение вакуума показывает высокий вакуум в окне «Мониторинг прибора» ("Instrument Monitor"))

Высокий вакуум не показывается, когда ионный измеритель установлен на «Ничего» ("None") в окне «Конфигурация системы» (System Configuration).

Высокий вакуум отображается только для модели GCMS-QP2010 Ultra.

11.2.2 Функционирование защиты

1. Филамент, напряжение на детекторе и питание выключаются, когда происходит следующее:

- (1) Низкий вакуум больше, чем 100.0 Па (25.0 Па для модели GCMS-QP2010SE).
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".
- (3) Высокий вакуум больше, чем 1.0E-2 Па.

Филамент, напряжение на детекторе и питание опять включаются, если достигнуты следующие условия.

- (1) Низкий вакуум меньше, чем 80.0 Па (20.0 Па для модели GCMS-QP2010SE).
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Готов".
- (3) Высокий вакуум меньше, чем 0.8E-2 Па.

2. Вакуумная система автоматически отключается, если одно или более из следующих состояний продолжается более 5 минут.

- (1) Низкий вакуум больше, чем 100.0 Па.
- (2) Турбомолекулярный насос в состоянии "Не готов".

СИД вакуумной системы мигает красным, когда отключается вакуумная система.

A.1 Параметры интегрирования и обработки пиков

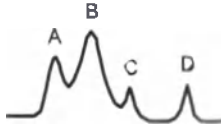
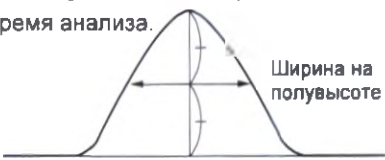
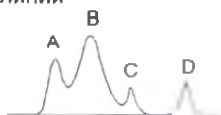
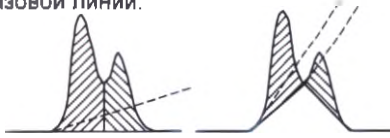
Этот раздел описывает алгоритмы детектирования пиков и виды обработки пиков, которые могут быть применены. Описанные параметры могут использоваться в комбинации, чтобы должным образом обнаруживать и идентифицировать пики.

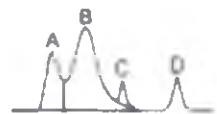
A.1.1 Параметры интегрирования

Параметры обработки пиков описаны в порядке, в котором происходит обработка, в таблице ниже. При необходимости даётся диапазон установок. Величины значений, используемых по умолчанию, даются в круглых скобках.

Обычно, величины значений, используемых по умолчанию, используются для правильного обнаружения пиков. Для группы хроматограмм, определите оптимальные значения, обратитесь к Разделу A.5.1 "Обработка пиков", стр. 285.

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром
А.1 Параметры интегрирования и обработки пиков

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Детектирование пика 	Ширина	Мин ширина пика 0.04 - 200 сек (2.0 сек)	Устанавливает ширину на полувысоте самого узкого пика, встречающегося во время анализа. 
	Наклон	Чувствительность обнаружения пика 0 - 4E+11 /мин. (100.0 /мин.)	Чувствительность обнаружения пика Наклон = $\tan \theta$ 
	Способ обработки пика	Авто (Площадь)	Автоматически устанавливается наклон, так чтобы число полученных пиков было точно определенным. Если после установления наклона, указанное число пиков не достигается, то включаются пики с наибольшей площадью, до тех пор, пока не достигнется указанное число пиков.
		Авто (Высота) Подробно	Автоматически устанавливается наклон, так чтобы число полученных пиков было точно определенным. Если после установления наклона, указанное число пиков не достигается, то включаются пики с наибольшей высотой, до тех пор, пока не достигнется указанное число пиков. Задайте параметр. Если обработка пиков проводится в автоматическом режиме, то конечное значение наклона может меняться в таблице обработки пиков.
Обработка базовой линии 	Дрейф	Максимальное кол-во размечаемых пиков (5)	Если обработка пиков проводится в автоматическом режиме, то можно установить количество размечаемых пиков. Для некоторых хроматограмм может быть невозможно достичь заданного количества пиков.
			Различие между пиком и дрейфом базовой линии.  Исправление базовой линии выполняется автоматически, когда дрейф равен 0.

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Обработка плохо разделившихся пиков  Вертикальное разделение Измерение площадей пиков 	Нет	Автоматический	Если пики не плохо разделились, то их обычно делят в точке минимума вертикальной линией перпендикулярной к базовой линии. В зависимости от ширины минимума между пиками, их можно разделить базовой линией.

Порядок обработки пиков	Параметр	Описание диапазона (величины)	Комментарии
Другое	T.DBL	Время изменения ширины и наклона 0 - 10000 мин (1000 мин)	В заданное в T.DBL время, параметр ширины пика удваивается, а параметр чувствительности определения делится пополам. Автоматически процесс проводится, если этот параметр равен 0.
	Мин. Площадь/высота	Мин. Площадь/высота 0 - 10 ⁹ (0)	Пики с площадями (или высотами) меньше этого значения исключаются из поиска по библиотеке и из количественной обработки .
	Метод сглаживания	Нет	Сглаживание не проводится.
		Стандартный	Проводит усреднение по скользящему среднему
		Савицкий-Голай	Сглаживание проводится по методу Савицкого-Голая.
		Билатеральный	Сглаживание проводится по билатеральному методу.
	Ширина сглаживания	Диапазон времени проведения сглаживания по скользящему среднему 0 - 200 сек (1 сек)	Для хроматограмм с большими шумами, разметка пиков при нормальных условиях обработки может быть выполнена некорректно. В таких ситуациях, применение скользящего среднего может провести дополнительное сглаживание. Этот параметр определяет диапазон времени, в течение которого проводится усреднение.
		3 - 25 точек (1000 точек)	Используйте только нечетные числа, при задании количества точек сглаживания в методе Савицкого-Голая.
		1 - 7 сек (1 сек)	Для билатерального метода, значения интенсивностей точек внутри временного диапазона задана в этой опции как усредненное значение.
	Интенсивность сглаживания	Основано на различиях в данных интенсивности 1 - 65535 (1000)	Этот параметр используется только для билатерального метода сглаживания. Если интенсивность сглаживания повышается, то точки, сильно отличающиеся по интенсивности, будут сглаживаться.
	Кол-во раз сглаживания	Повторения сглаживания 0 - 99 (1)	Для данной хроматограммы эффект сглаживания может быть увеличен повторением процедуры скользящего среднего. Этот параметр устанавливает количество повторений.

А.1.2 Ширина

Ширина наиболее важный параметр для получения оптимальных результатов при обработке пиков.

Чтобы установить ширину, определите самый узкий пик, который будет идентифицирован на хроматограмме. Используйте значение для ширины меньше, чем значение ширины этого пика на полувысоте. Разметка проводится для пиков, у которых ширина приблизительно равна 1/4 установленной ширины.

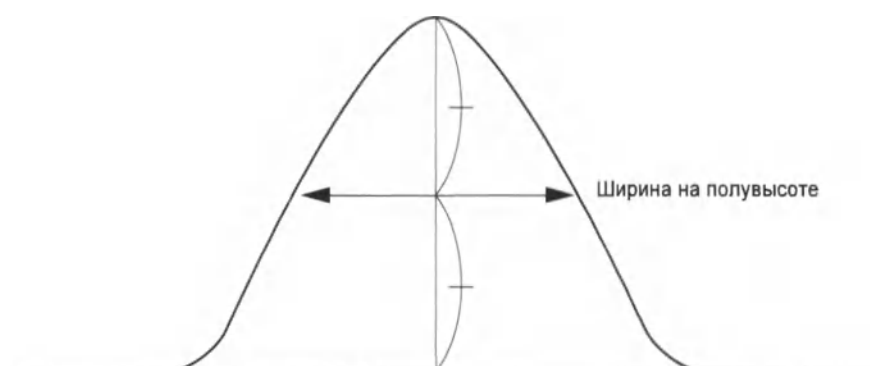


Рисунок А.1 Определение значения полуширины

Если неправильно установлена ширина, то произойдут ошибки в обнаружении и определении площади пиков. Параметр Ширина существенно изменяет способ обработки пиков. Используйте значение, которое соответствует самому узкому пику, который нужно проанализировать, чтобы установить этот параметр.



Примечание

Удаление нежелательных пиков с помощью параметра Ширина
Пики шума обычно уже целевых пиков. Использование ширины наименьшего целевого пика при задании значения параметра Ширина, исключит пики шума из процесса обработки пиков.

А.1.3 Наклон

Определение пика при использовании параметра Наклон проводится, как показано на диаграмме, приведенной ниже. Наклон пика – это линейный наклон начала пика.

Началом пика считается точка, в которой наклон пика становится больше заданного значения.

Концом пика считается точка, в которой наклон становится меньше, чем отрицательное значение заданной величины.

Начальная и конечная точки рассчитываются делением на четыре значения параметра ширины.

Наклон считается чувствительность определения пика.

С возрастанием величины значения наклона, уменьшается чувствительность обнаружения пиков. Наоборот, с уменьшением величины значения наклона, возрастает чувствительность обнаружения пиков, что позволяет определять даже широкие пики.



Рисунок А.2 Обнаружение пика и наклон



Примечание

Критерии значения наклона

Оптимальное значение наклона для обработки пиков зависит от факторов, таких как параметры шума и ширина пика. Для капеллярной ГХ, установлено следующее значение.

Наклон = высота наибольшего пика/2000

Например, if если высота наибольшего пика равна 146896 единиц, то значение наклона устанавливается примерно равное 70 (/мин).

Высоту наибольшего пика можно легко получить в окне «Анализ данных» («Data analysis») или в окне «Сравнение данных» ("Data Comparison").

Если размечается слишком много нежелательных пиков, удваивайте значение наклона до тех пор пока не получите желаемого результата. Наоборот, если не размечаются целевые пики, уменьшайте вдвое значение наклона до тех пор, пока они не разметятся.

А.1.4 Дрейф

1. Автоматическое проведение базовой линии (Дрейф = 0)

Базовая линия будет проводиться автоматически, когда значение дрейфа равно 0. Два пика считаются плохо разделившимися, если ширина минимума между этими пиками (T2) меньше, чем оценочная ширина на полувысоте первого (из этих двух) пика (T1). В этом случае пики размечаются, как описано в следующем разделе. Если T2 больше, чем T1 базовая линия проводится так, чтобы разделить эти два пика.

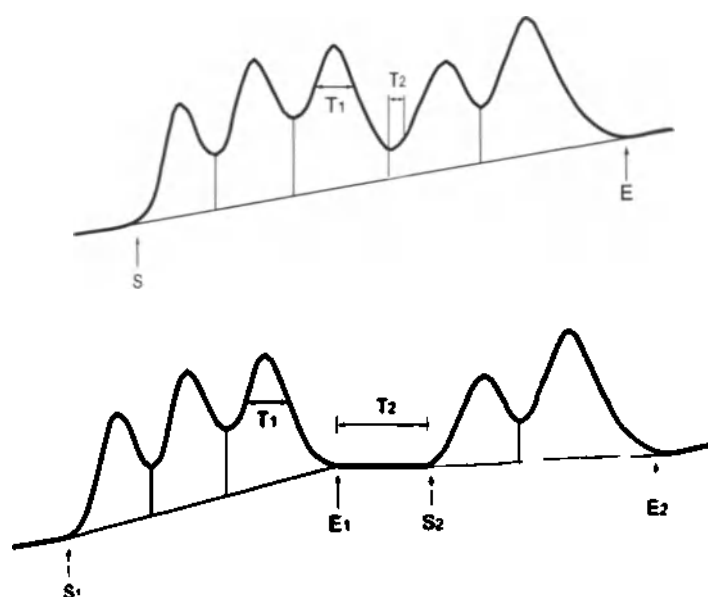


Рисунок А.3 Автоматическое проведение базовой линии для узкого и широкого минимумов

2. Проведение базовой линии для заданного значения дрейфа (Дрейф $\neq 0$)

Задание во временной программе величины дрейфа отличной от 0, приведет к корректировке базовой линии в установленном интервале времени, даже в местах, где недостаточная ширина минимума (T2).

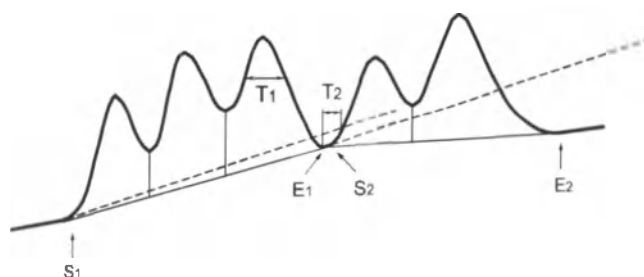


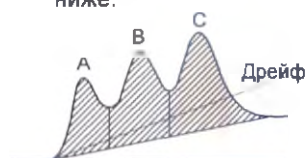
Рисунок А.4 Проведение базовой линии в случае, если установлено значение дрейфа отличное от 0

Корректировка базовой линии проводится по-другому, чем когда дрейф равен 0. Из начальной точки (S) проводится пунктирная линия с наклоном, полученным из значения дрейфа, как изображено на диаграмме. Корректировка базовой линии проводится, если точка конца пика лежит ниже этой линии.

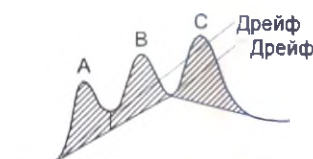


Примечание

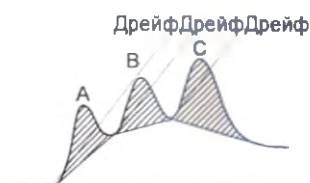
1. Изменения значения параметра Дрейф приведут к тому, что для одинаковых хроматограмм базовая линия будет проводиться по-разному, как показано ниже.



При низком значении дрейфа три пика А, В и С размечаются как плохо разделившиеся пики.



А и В размечаются как плохо разделившиеся пики, а С размечается как отдельный пик.



При высоком значении дрейфа все три пика размечаются как отдельные пики.

2. Задайте значение дрейфа немного выше, чем дрейф базовой линии на участке, где появляются пики.
Если значение дрейфа слишком низкое, то конечные точки пиков окажутся ниже уровня дрейфа, и пики разметятся как плохо разделившиеся.

А.1.5 Обработка плохо разделившихся пиков

Два или более пика недостаточно разделившихся, при детектировании с использованием параметров ширина, наклон и дрейф считаются плохо разделившимися.

Разметка проводится автоматически, и если плохо разделившиеся пики делятся просто вертикальной линией, и если они рассматриваются как пик с меньшим пиком наездником.

Вертикальное разделение

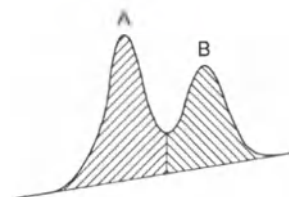
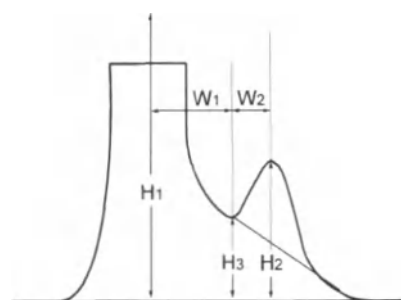


Рисунок А.5 Вертикальное разделение

Плохо разделившиеся пики обычно размечаются вертикальным разделением.

Разметка пиков наездников

Разметка пика как наездника основывается на отношении высот двух пиков, глубине минимума и параметрах разделения.



Отношение высот двух пиков $H1/H2$
Глубина минимума $H2/H3$

Параметры разделения $W1/W$

Рисунок А.6 Разметка пиков наездников

Разметка плохо разделившихся пиков

Автоматическая разметка плохо разделившихся пиков проводится, как показано ниже.

Пик А размечается как основной пик, а пики В и С размечаются как пики наездники на хвосте пика А.

Плохо разделившиеся пики наездники, такие как пик С, делятся вертикальной линией.

Пики Е, F и G также являются плохо разделившимися пиками, и разделяются вертикальными линиями.

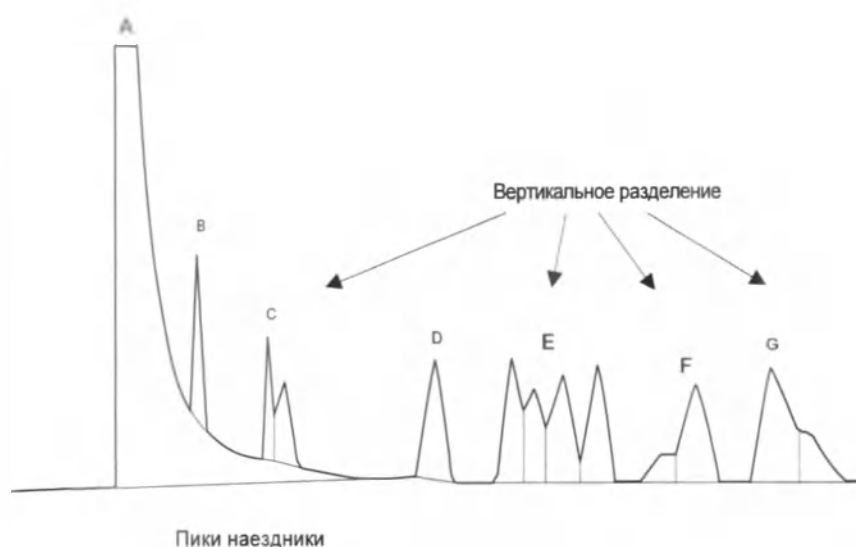


Рисунок А.7 Разметка плохо разделившихся пиков наездников и вертикальное разделение пиков

A.1.6 T.DBL

1. Значения ширины и наклона меняются автоматически (T.DBL = 0)

Если параметр T.DBL равен 0, параметры Ширина и Наклон изменяются автоматически в соответствии с шириной пиков. При ГХ анализе в изотермических условиях начальные пики узкие, а потом ширина пиков увеличивается со временем. У первых пиков на хроматограмме крутой наклон, и таким образом, чувствительность определения (Наклон) должна быть относительно низкой; дальнейшие пики более широкие и требуется увеличение чувствительности определения пиков. Значение параметра ширины также должно увеличиваться со временем, для того чтобы определять широкие пики.



Рисунок А.8 Значения ширины и наклона меняются автоматически при T.DBL = 0

Не следует T.DBL устанавливать на 0 (автоматически) для хроматограмм, в которых ширина пиков не увеличивается со временем, например, если ГХ анализ проводится с программированием температуры. Эту настройку также не следует использовать, если широкие пики появляются намного позже острых пиков, как показано на следующей диаграмме, или если после широких пиков есть острые. В этих случаях, установите значение T.DBL отличное от 0.



Рисунок А.9 Установите значение T.DBL отличное от 0

2. Если параметр T.DBL установлен на значение отличное от 0, то параметры наклона (чувствительность определения пика) и ширины (минимальная ширина пики на полувысоте) изменяются с множителем 2, как показано ниже, во временном интервале установленном с помощью T.DBL.

Автоматические изменения ширины и наклоны при использовании T.DBL

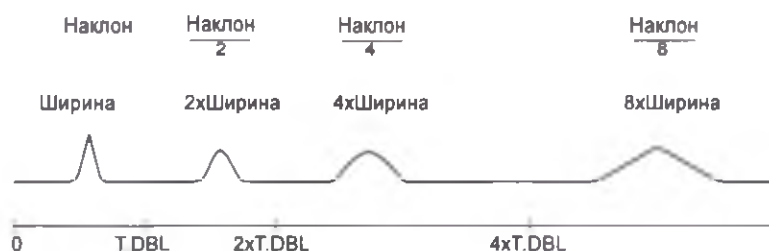


Рисунок А.10 Изменения ширины и наклоны при использовании T.DBL



Примечание

Для качественного анализа возможно до 15 изменений ширины за одну хроматограмму. Для количественного анализа разрешено до 2 изменений, включая изменения ширины или T.DBL во временной программе. Каждой хроматограмме присваивается ID номер.

Обычно, значение T.DBL устанавливается равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика. Если на хроматограмме трудно найти пик с удвоенной шириной, то значение может быть рассчитано, как показано ниже.



Рисунок А.11 Определение значения T.DBL, если не известна точка удвоения ширины пика

- (1) Примите ширину на полувысоте начального самого острого пика за параметр Ширина. В приведенном примере эта ширина равна 2 сек.
- (2) Измерьте время удерживания и ширину на полувысоте последнего маленького пика. В приведенном примере время удерживания 20 мин, а ширина на полувысоте 30 сек.
- (3) Время, требующееся для удвоения ширины = $(2 \text{ сек} / 30 \text{ сек} \times 20 \text{ мин} \times 2) = 2.7 \text{ мин}$.
Общая формула:

$$T.DBL = \frac{\text{Ширина на полувысоте 1го пика}}{\text{Ширина на полувысоте последнего пика}} \times \text{время удерживания последнего пика} \times 2$$

3. Чтобы значения ширины и наклона не менялись автоматически, отключите параметр T.DBL.

Для большинства ГХ анализов с программированием температуры ширина пиков не возрастает в течение анализа, и поэтому не требуется автоматическое изменение значений ширины и наклона. Чтобы отключить параметр T.DBL, установите его значение большее, чем общее время анализа.

А.1.7 Время разметки пиков

Разметка пиков проводится только в течение интервала времени ограниченного точками времени начала разметки пиков и времени конца разметки пиков.

Если разметка пика заканчивается в точке возрастания наклона, то площадь такого пика не определится.

Если разметка пика заканчивается в точке убывания наклона, то площадь такого пика не определится до этой точки.

Если разметка пика заканчивается в точке возрастания наклона для плохо разделившихся пиков, то первый пик считается единственным. В данном примере, рассчитанная площадь заштрихована.

Влияние положения конечной точки на разметку пика.

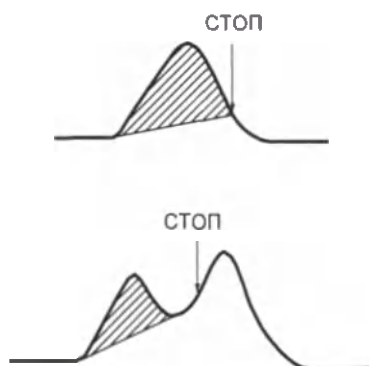


Рисунок А.12 Конечная точка разметки пика

А.1.8 Временная программа разметки пиков

Временные программы могут использоваться как часть метода для повторения одной и той же процедуры для нескольких хроматограмм. Временную программу разметки пиков можно использовать для рутинных анализов.

В дополнение к параметрам обработки пиков описанным выше, временную программу можно использовать, чтобы разбить обработку пиков на временные интервалы, удаляя ненужные пики, и чтобы определить диапазоны разметки пиков наездников. Для пиков, которые при обработке разметились как обычные пики, во временной программе можно задать разметку как пиков наездников.

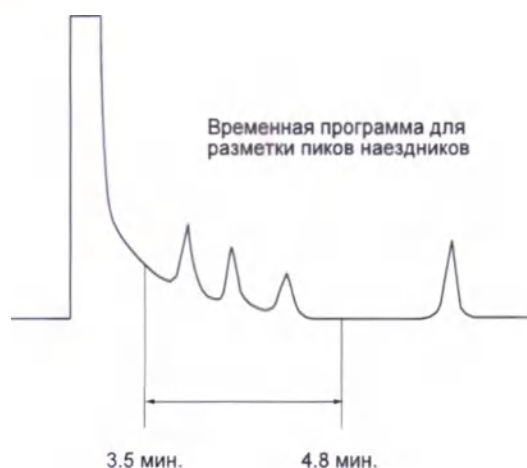


Рисунок А.13 Временная программа для разметки пиков наездников

А.1.9 Минимальная площадь/высота

Этот параметр не имеет прямого влияния на обработку пиков. После обычной обработки пиков, проведенной на основании параметров обработки пиков, можно использовать минимальное значение площади/высоты, для того чтобы удалить пики из:

- (1) Проведенной базовой линии, подписей и отметок начала и конца пика (для обработки и отчета)
- (2) Отчета
- (3) Таблицы обработки спектров
- (4) Количественных вычислений (или калибровки)

А.1.10 Сглаживание

Для сложных хроматограмм или хроматограмм с "шумами", или в ситуации, когда пик размечен не верно при обычных условиях обработки пиков, применение скользящего среднего может сгладить хроматограмму.

Сглаживание ширины: Усредняет ширину, для которой применялось скользящее среднее, размерность в секундах.

Кол-во раз сглаживания: Если единичное сглаживание по скользящему среднему не дало большого эффекта, то сглаживание можно провести еще несколько раз. Это увеличить эффект от применения скользящего среднего.



Примечание

Применение скользящего среднего для реальных данных хроматограммы приводит к сглаживанию. Следовательно, хроматограмма изменяется. Использовать сглаживание следует, только если обработка не возможна при обычных условиях обработки пиков.

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

А.2 Действия с масс-спектром

В этом разделе описываются две функции обработки масс-спектров, усреднение и вычитание фона. Эти функции позволяют извлекать информацию со снятых спектров при разных условиях

А.2.1 Коррекция фона масс-спектра (Вычитание)

Полученные данные масс-спектра содержат пики, связанные с фоном колонки и остаточный газ. Высокая степень разделения может быть получена с помощью капиллярной колонки, но некоторые пики совершенно не разделятся. В этих образцах, пики соседних компонентов накладываются, что делает процедуру качественного определения невозможным. Более точный количественный подсчет может быть сделан при вычитании фона масс-спектра.

Вычитание фона выполняется следующим образом. Сначала, округляются до целого числа массы для всех масс-пиков в спектрах вещества и фона. Далее, вычитаются интенсивности одинаковых целочисленных масс, встречающихся в спектрах вещества и фона, и значения масс, включая десятичный разряд, возвращаются к значениям масс в первоначальном спектре вещества. Результирующие интенсивности с отрицательным значением выбрасываются на данном этапе.

А.2.2 Усреднение масс-спектра

Если МС анализ проводится в режиме сканирования, то сканирование спектра происходит линейно от меньших значений масс к большим. В зависимости от того, когда выходит пик по отношению к сканированию, может правильнее определяться относительное содержание на больших массах или на маленьких массах.

Например, если используется сканирование за 0.5 секунды и диапазон масс от 10 а.е.м. до 700 а.е.м., то время, за которое анализируются интенсивности масс от 10 до 700 а.е.м., равно 0.5 секунды. Спектры различаются в зависимости от определенной точки во времени, когда выходит вершина пика, в сравнении с началом сканирования. Отношения интенсивностей маленьких масс и интенсивностей больших масс будут разными для полученного спектра и реального спектра. Усреднение масс-спектра, включая вершины, может дать более правильный масс-спектр.

Процесс усреднения масс-спектра используется для компенсации искажения спектра, наблюдаемого в начале и в конце хроматографического пика, а также на его вершине. Могут быть усреднены либо сканирования целого пика, либо следует усреднять начало и конец пика с его вершиной. Это дает усредненный спектр, который представляет реальное относительное содержание ионных фрагментов, которые были в ионном источнике и перемещались к детектору.

Усреднение спектра выполняется следующим образом. Сначала, округляются до целого числа массы для всего масс-спектра. Далее, интенсивности целочисленных масс складываются и делятся на число сканирований, используемых для усреднения. После усреднения, целочисленные массы дают точные значения масс для спектра, содержащего наибольшие интенсивности.

А.2.3 Проведение действий с масс-спектром и поиска по библиотеке во время автоматической обработки

Обработка пиков ТИС проводится автоматически в соответствии с параметрами интегрирования пиков и обработки спектра, указанными в диалоговом окне «Качественные параметры» ("Qualitative Parameters"). Происходит редактирование спектра, для проинтегрированных пиков проводится усреднение спектра или вычитание фона соответственно. Результаты сохраняются в таблице обработки спектра, и могут быть проверены в окне «Анализ данных» ("Data Analysis"). Спектр может быть усреднен от начала до конца пика или по вершине пика. Выберите спектр фона для вычитания из выпадающего списка, который включает спектры начала или конца пика, или вычтете спектр, полученный усреднением любого нужного временного интервала.

Автоматический поиск по библиотеке проводится для отредактированных спектров перечисленных в таблице обработки спектра. Если указано и качественная обработка пиков и поиск по библиотеке, сначала проводится обработка пиков, а затем редактирование спектра и поиск по библиотеке. Если указан только поиск по библиотеке, то поиск по библиотеке может проводиться автоматически для отредактированных спектров из таблицы обработки спектра в окне «Анализ данных» ("Data Analysis").

Если поиск по библиотеке указан в «серийной таблице» («Batch Table») в окне «ГХМС анализ в реальном времени» ("GCMS Real Time Analysis"), то поиск по библиотеке и анализ образца проводится последовательно. Из-за того, что результаты обработки пиков и количество размеченных пиков не известно заранее, процесс может быть медленным. Лучше проводить автоматический поиск по библиотеке для записанных данных с помощью «серийной таблицы» («Batch Table») в окне «ГХМС анализ при обработке» ("GCMS Postrun Analysis").

А.3 Функции и параметры поиска по библиотеке

В этом разделе описывается метод вычисления коэффициента подобия между спектрами во время поиска по библиотеке; параметры предварительного поиска, которые ускоряют определение в большой библиотеке; и параметры последующего поиска.

Для определения целевых компонентов в двумерной хроматограмме используются времена удерживания. Сначала, анализируется стандарт; затем времена удерживания неизвестных пиков сравниваются со временами удерживания целевых пиков стандарта. Этот метод идентификации не всегда надежен, потому что посторонние пики могут элюироваться в то же время что и целевые пики, особенно в сложных образцах.

Третья координата – спектр, полученный в ходе ГХ/МС анализа, позволяет определять целевые компоненты, используя поиск подобных, который основывается на информации о спектре. Для поиска могут использоваться, либо личная библиотека, созданная из стандартных спектров, либо общие библиотеки, созданные NIST и другими институтами.

А.3.1 Вычисления для поиска по библиотеке

Коэффициент подобия (степень подобия) – это количественное выражение разницы между спектром неизвестного вещества и спектром, записанным в библиотеке.

Определяется разница интенсивностей для каждого спектрального пика данной массы (m/z). С уменьшением разницы в значениях интенсивностей коэффициент подобия увеличивается.

Коэффициент подобия (SI) вычисляется по следующей формуле.

$$SI = \left(\frac{\sum_{m/z} |I_u(m/z) - I_t(m/z)|}{\sum_{m/z} \{I_u(m/z) + I_t(m/z)\}} \right)$$

$I_u(m/z)$: Относительная интенсивность спектра для значения m/z неизвестного масс-спектра.

$I_t(m/z)$: Относительная интенсивность спектра для значения m/z масс-спектра, записанного в библиотеке.

SI = 100, если масс-спектры абсолютно идентичны,

SI = 0, если масс-спектры совершенно разные.

А.3.2 Функция предварительного поиска

Часто, количество компонентов зарегистрированных в общей библиотеке так велико, что лучше сузить поиск при помощи предварительного поиска. Предварительный поиск включает в себя простое сравнение спектра неизвестного вещества со спектрами, зарегистрированными в библиотеке. Библиотечные спектры исключаются из поиска, если они совсем не схожи со спектром неизвестного вещества. Таким образом, эта функция работает как фильтр.

Обычно в спектре одни массы встречаются чаще других. Функция предварительного поиска, основанная на изучении множества масс-спектров, определяет, какие масс пики получаются при распаде большинства типов молекул. Все масс спектры пронумерованы исходя из частоты масс пиков. Эта информация и интенсивности масс пика используются для получения масс большинства характерных пиков для неизвестного масс спектра. Предварительный поиск определяет, присутствуют ли ионы с этой массой в спектре, зарегистрированном в библиотеке.

В масс-спектре существуют пики с массами, которые редко появляются. Если интенсивность пиков с такими массами выше средней, то такие масс-пики принимаются за характеристические пики неизвестного вещества. Эта информация используется для создания списка компонентов, обрабатываемых по алгоритму поиска подобных.

А.3.3 Параметры поиска по библиотеке

Существуют три параметра, которые используются во время поиска: минимальное подобие, глубина поиска и номер в списке.

Как объяснялось выше, индекс подобия количественно выражает разницу между спектром, зарегистрированным в библиотеке, и спектром неизвестного компонента. Так как компоненты с маленьким подобием не интересны, то компоненты из библиотеки с индексом подобия ниже определенного значения исключаются из результатов поиска.

«Глубина поиска» устанавливает диапазон предварительного поиска. Глубина поиска равная 1 ограничивает поиск исследованием самого характерного и следующего за самым пиками спектра. Глубина поиска равная 2 проводит исследование самого характерного пика спектра, второго и третьего характерных пиков спектра. С увеличением глубины поиска, возрастает количество данных, обрабатываемых во время исследования, наряду с вычислением подобия спектров, зарегистрированных в библиотеке. Уменьшается эффективность предварительного поиска в качестве фильтра; что приводит к широкому поиску, который требует больше времени.

Обычно, достаточно глубины поиска равной 1. Однако, если рассчитанный индекс подобия очень низкий, или если поиск по библиотеке проводится для масс спектра с большим содержанием примесей, то может больше подходить большая глубина поиска.

Номера в списке, полученные для спектров с наибольшим рассчитанным подобием, отображают компоненты по порядку в окне «Результаты поиска по библиотеке» "Similarity Search Results".

А.3.4 Функции последующего поиска

Последующий поиск может проводиться, если молекулярный вес или число углеродных атомов неизвестного компонента достаточно хорошо известно. Например, если известен молекулярный вес компонента, то список составляется только из компонентов с таким молекулярным весом.

Параметры, используемые для последующего поиска: молекулярный вес, имя компонента, структурная формула, классификация, индекс удерживания и основной пик. Последующий поиск можно проводить, используя комбинацию из этих шести параметров.

Индекс удерживания

Абсолютное значение времени удерживания пика меняется в соответствии с аналитическими условиями. Поэтому, порядок элюирования конкретного компонента может быть более универсально выражен при использовании отношения времени удерживания конкретного компонента к времени удерживания стандартного пика. Это отношение называется индексом удерживания (I_x) и вычисляется по следующей формуле.

Изотермический анализ:

$$I_x = \frac{\log\{(t_x - t_m)/(t_n - t_m)\}}{\log\{(t_{n+1} - t_m)/(t_n - t_m)\}} \times 100 + (n \times 100)$$

Анализ с программированием температуры:

$$I_x = \frac{(t_x - t_n)}{(t_{n+1} - t_n)} + (n \times 100)$$

где:

- t_x : время удерживания анализируемого компонента
- t_n : время удерживания пика n -парафина с числом атомов углерода равным n , который элюируется до анализируемого компонента
- t_{n+1} : время удерживания пика n -парафина с числом атомов углерода равным $n+1$, который элюируется после анализируемого компонента
- t_m : время удерживания метана

A.4

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

Идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка

Существуют три функции количественной обработки пиков: Идентификация пиков, количественные вычисления и калибровка. В этом разделе описываются эти три функции и ID номера, которые присваиваются каждому компоненту.

A.4.1 ID номера

Параметра идентификации, калибровки и количественных расчетов должны быть указаны для каждого компонента, чтобы проводить количественную обработку разделенных компонентов. ID номера – это номера присвоенные к каждому компоненту, чтобы перечисленные выше параметры можно было задавать индивидуально.

Хотя, ID номера не отражают последовательность выхода пиков, они делают проще работу с информацией о компонентах.

A.4.2 Идентификация пиков

Когда пики обрабатываются, основываясь на таблицу компонентов, идентификация используется, чтобы определять какой пик является целевым. Это определение основывается на времени удерживания пика и отношении(ях) интенсивностей целевого иона и иона(ов) сравнения. Пик идентифицируется как целевой компонент, если встречаются эти два параметра.

1. Идентификация основанная на времени удерживания

(1) Метод абсолютного времени удерживания

Целевой пик идентифицируется, основываясь на стандартном времени удерживания и на его интервале или диапазоне, предварительно заданный в таблице компонентов. Используется фактическое время удерживания компонента и идентификация проводится в соответствии с формулой приведенной ниже.

$$\left| \begin{array}{l} \text{Стандартное} \\ \text{вр. уд.} \\ \text{целевого} \\ \text{пика} \end{array} - \begin{array}{l} \text{Фактическое} \\ \text{вр. уд.} \\ \text{целевого} \\ \text{пика} \end{array} \right| < \text{интервал или диапазон вр. уд. целевого пика}$$



Примечание

Если большое количество пиков попадает в диапазон идентификации, то, как целевой компонент идентифицируется пик ближайший к стандартному времени удерживания.

(2) Метод относительного времени удерживания

При использовании метода относительного времени удерживания идентификация проводится после корректировки дрейфа времени удерживания для каждого пика. Сначала, методом абсолютного времени удерживания идентифицируется указанный пик сравнения; затем целевые пики идентифицируются по формуле приведенной ниже.

$$\left(\begin{array}{l} \text{станд.вр.уд.} \\ \text{идентифицируемого} \\ \text{пика} \end{array} \right) \div \left(\begin{array}{l} \text{станд.вр.уд.} \\ \text{пика} \\ \text{сравнения} \\ \text{факт.вр.уд.} \\ \text{пика} \\ \text{сравнения} \end{array} \right) \times \left(\begin{array}{l} \text{факт.вр.уд.} \\ \text{идентифицируемого} \\ \text{пика} \end{array} \right) < \left(\begin{array}{l} \text{окно} \\ \text{или} \\ \text{диапазон} \\ \text{вр.уд.} \\ \text{идентифицируемого} \\ \text{пика} \end{array} \right)$$

Фактическое время удерживания целевого пика корректируется вычислением отношения основанного на сдвиге времени удерживания пика сравнения. Скорректированное время удерживания используется для идентификации. Если используется режим ТИС, то для идентификации компонентов не может быть использована масса. Этот метод наиболее эффективен, когда несколько пиков плохо разделены. Пик сравнения должен хорошо делиться с другими пиками.

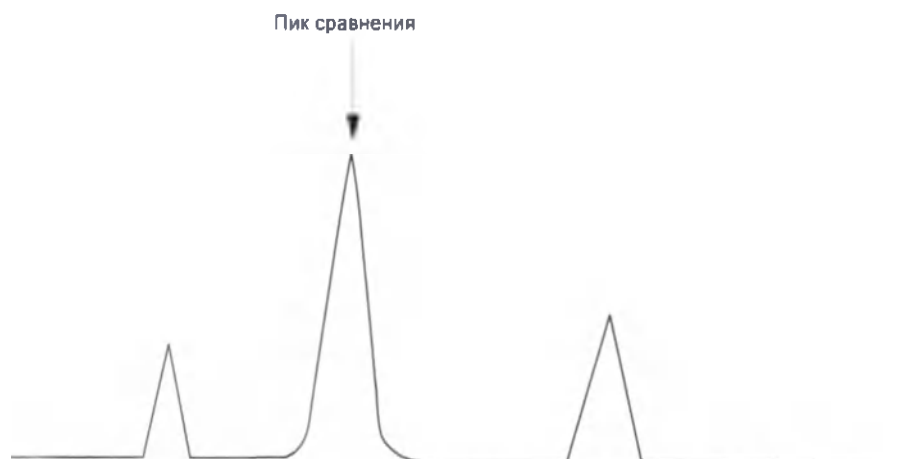


Рисунок А.14 Метод относительного времени удерживания

- (3) Метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения
- Для капиллярной ГХ при анализе с программированием температуры часто сдвиг времени удерживания не пропорционален времени удерживания. Большие сдвиги времени удерживания могут быть исправлены выбором нескольких пиков сравнения. Пики разбиваются на несколько зон и для каждой зоны задаются пики сравнения. Пики в каждой зоне идентифицируются, основываясь на пиках сравнения для каждой зоны. Пики, которые выходят до первого пика сравнения, идентифицируются просто по методу относительного времени удерживания с одним первым пиком сравнения. Последующие пики идентифицируются по скорректированному времени удерживания, которое определяется по сдвигу времени удерживания предшествующего и последующего пиков сравнения. Ниже приведена формула.

$$\text{Скорректированное вр.уд. целевого пика} = \frac{t - t_1}{t_2 - t_1} \times (T_2 - T_1) + T_1$$

где:

- t: фактическое время удерживания целевого пика
- t₁: фактическое время удерживания пика сравнения 1
- t₂: фактическое время удерживания пика сравнения 2
- T₁: ожидаемое время удерживания пика сравнения 1
- T₂: ожидаемое время удерживания пика сравнения 2



Рисунок А.15 Метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения

(4) Интервал времени удерживания

Интервал времени удерживания устанавливает некоторый размах времени удерживания для пиков. Этот интервал возрастает вместе со временем удерживания, как показано на диаграмме, приведенной ниже. Для ГХ анализа в изотермических условиях, например, часто необходимо увеличение интервала времени удерживания со временем. Недостаток этого метода заключается в том, что время размаха для одного компонента может перекрываться с интервалами других компонентов.

$$\text{Интервал вр. удерживания (мин)} = \frac{\text{станд. вр. уд (мин)} \times \text{интервал(\%)}}{100} \times 0.02$$

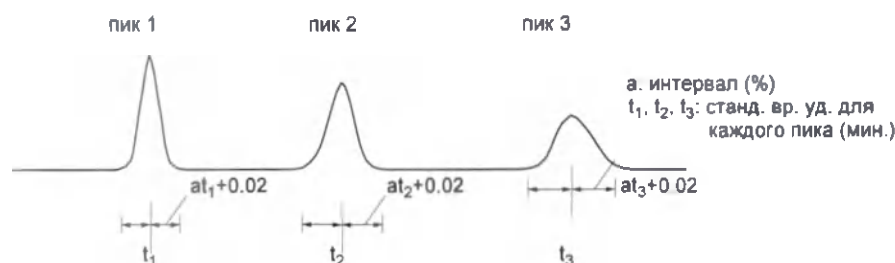


Рисунок А.16 Интервал времени удерживания

(5) Диапазон времени удерживания

Диапазон времени удерживания устанавливает определенный размах времени удерживания для каждого пика. Достоинство этого метода заключается в том, что для каждого пика можно установить оптимальный диапазон времени удерживания. Этот метод может оказаться трудоемким, если понадобится задавать диапазон для каждого пика.

Диапазон времени удерживания полезен, когда ширина пиков не изменяется во времени, как в ГХ анализе с программируемой температурой. Допустимое время размаха (мин) = диапазон (мин)

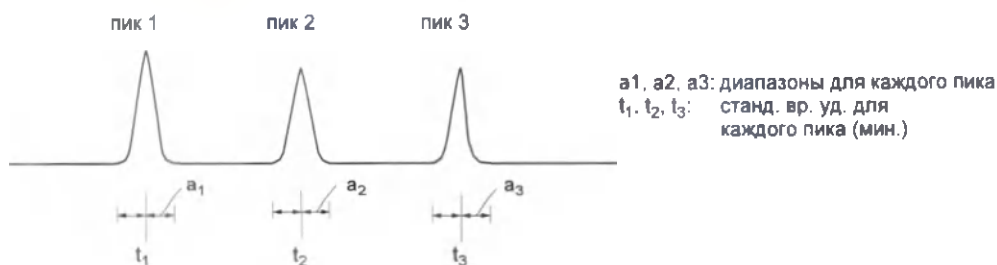


Рисунок А.17 Диапазон времени удерживания

2. Идентификация по отношению интенсивностей ионов

В масс-спектрометрическом анализе относительная интенсивность каждого ионного фрагмента фактически постоянна и имеет особенное значение для каждого целевого компонента, если постоянны условия анализа.

Во время анализа, одновременно анализируется множество ионов, и определяются их отношения интенсивностей (соотношения площадей или высот пиков), позволяя идентифицировать компоненты. Пики можно точно идентифицировать, используя соотношения интенсивностей наряду со временем удерживания. Это позволит избежать ошибочной идентификации примесей с похожим временем удерживания.

Для количественного анализа в дополнение к целевому иону можно указывать до пяти ионов сравнения. После идентификации по времени удерживания, компоненты проверяются заново на правильность идентификации, путем определения попадают ли отношения площадей или высот пиков в заданный диапазон.

Интенсивность иона сравнения задается в процентном отношении к интенсивности целевого иона.

Абсолютная и относительная области допустимых значений

Подтверждение спектром иона сравнения может быть абсолютным или относительным. Абсолютный допуск определяет коэффициент по отношению к интенсивности целевого иона, не зависимо от интенсивности иона сравнения. Относительный допуск определяет коэффициент по отношению к интенсивности иона сравнения.

Обычно достаточно абсолютного допуска, но в случае, когда интенсивность иона сравнения очень мала, и этот ион является ключевым в идентификации пика, то точность идентификации можно улучшить при использовании относительного допуска.

Абсолютная область допустимых значений (%): $R_i \pm R_w$

Относительная область допустимых значений (%): $R_i \pm R_i \cdot R_w/100$

R_i : отношение интенсивности иона сравнения к интенсивности целевого иона (%)

R_w : диапазон допустимых значений (%)

3. Идентификация с использованием сопоставления со стандартом

Сначала стандартный спектр регистрируется в таблице компонентов, затем для спектров определяемых пиков проводится вычисление подобия, и компонент идентифицируется как целевой, если значение коэффициента подобия превышает установленное минимальное значение.

4. Группировка

Группировкой таких компонентов как изомеры и гомологи, которые имеют одинаковые свойства можно определять концентрацию, относящуюся к группе и называемую "групповой".

В этом программном обеспечении возможны два метода группировки, которые задаются в окне «Количественные параметры»(Quantitation Parameters).

(1) Калибровка по группам

При калибровке по группам суммируются площади или высоты пиков, которые были сгруппированы. Градуировочный график создается для каждой группы, и количественные вычисления проводятся для группы в целом. Групповая площадь/высота вычисляется по следующей формуле:

Групповая площадь/высота = общая сумма всех компонентов группы

(2) Суммирование концентраций

При использовании метода суммирования концентраций градуировочные графики строятся для каждого компонента, и после проведения количественных вычислений для каждого компонента суммируются концентрации компонентов группы и полученная сумма является групповой концентрацией.

А.4.3 Методы количественных вычислений

Существует шесть различных методов количественных вычислений.

Внутренняя нормализация

Суммируются площади или высоты определяемых пиков, и рассчитывается процентное отношение площади или высоты каждого пика к общему значению.

$$\text{Концентрация (\%)} = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100$$

Скорректированная нормализация площадей

В этом методе используется метод градуировки по внешнему стандарту для обсчета каждого пика. Полученные количественные значения суммируются, и определяется процентное отношение количественных значений для каждого пика к суммарному значению.

$$\text{Концентрация (\%)} = \frac{(A_i - F2_i)(F1_i)}{\sum \left\{ \frac{(A_i - F2_i)}{F1_i} \right\}} \times 100$$

Внутренний стандарт

В каждый стандарт и образец добавляется вещество внутренний стандарт. Затем создается градуировочный график, показывающий относительную чувствительность и отношение масс стандартного целевого пика к пику внутреннего стандарта. Количественное значение для целевого компонента вычисляется из градуировочного графика по отношению площади или высоты неизвестного пика к площади или высоте внутреннего стандарта. Этот метод применяется в различных аналитических условиях.

$$\text{Концентрация} = \frac{A_i / (A_{is} - F2_i)}{F1_i} \times \frac{W_{is}}{W_{spl}} \times DF$$

Внешний стандарт (Метод абсолютной градуировки)

С помощью этого метода можно определять концентрацию целевого компонента, создав градуировочный график из отношения абсолютной массы или концентрации целевого компонента стандарта к высоте или площади его пика. Незвестный образец анализируется при таких же условиях, и затем концентрация компонента в неизвестном образце определяется по градуировочному графику. Аналитические условия при анализе неизвестного образца должны быть абсолютно такими же, как при анализе стандарта. Так как точность метода зависит от количества вводимого образца, то вводимый объем должен быть постоянным.

$$\text{Концентрация} = \frac{A_i - F2_i}{F1_i} \times \frac{DF}{W_{spl}}$$

Корректировка нормализации площадей с помощью коэффициента пересчета

В этом методе при расчете концентрации пиков сумма площадей или высот используется в качестве коэффициента пересчета (фактор разбавления), это позволяет принимать сумму не за 100%.

$$\text{Концентрация} = \frac{(A_i - F2_i)(F1_i)}{\sum \left\{ \frac{(A_i - F2_i)}{F1_i} \right\}} \times SF$$

Где:

A_i : Площадь (высота) пика

$F1_i$: Поправочный коэффициент наклона

$F2_i$: Константа (отрезок отсекаемый на координатной оси)

W_{spl} : Количество образца

W_{IS} : Количество внутреннего стандарта

DF : Фактор разбавления

SF : Поправочный коэффициент (используется значение фактора разбавления)

Метод стандартной добавки

Основна раствора может содержать пик на том же месте, что и пик целевого компонента, что дает ошибку при расчете концентрации целевого компонента. Метод добавки решает эту проблему путем добавки некоторой известной концентрации компонента в образец и расчетом концентрации компонента в образце. Это достигается приготовлением нескольких образцов; в одну виалу добавка не вводится, а в другие вводится добавка в различных концентрациях. После анализа строится градуировочный график, по оси X откладывается количество добавки, а по оси Y площадь или высота пика. Вычисление концентрации компонента в образце проводится по этому графику.

А.4.4 Калибровка

Проанализировав стандарты с известной концентрацией, можно построить градуировочный график и использовать его для количественных расчетов.

По горизонтальной оси градуировочного графика откладывается количество вещества (отношение к количеству внутреннего стандарта, если он используется в методе). По вертикальной оси откладывается площадь или высота (отношение к площади или высоте пика внутреннего стандарта, если он используется в методе). Проводится прямая или просто соединяются точки.

Градуировочный график можно провести через начало координат, если требуется (за исключением прямой среднего RF, которая должна проходить через начало координат). Градуировочные графики делятся на четыре типа.

Линейный

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и градуировочный график обсчитывается по методу наименьших квадратов.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Если существует два или более градуировочных уровней, и прямая не проходит через начало координат, то линейный градуировочный график проводится через эти две точки.

В остальных случаях, линейный график строится с использованием метода наименьших квадратов. Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

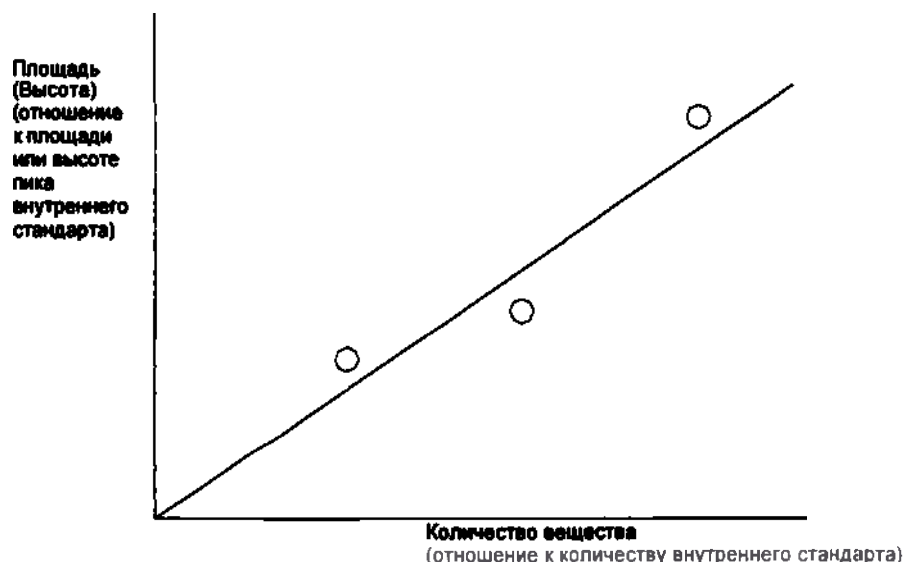


Рисунок А.18 Линейный градуировочный график

Квадратичный/Кубический

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и строится кривая второго (квадратичный) или третьего (кубический) порядка по методу наименьших квадратов.

Для построения квадратичной кривой требуется как минимум три точки. Если будет две или менее точек, то график будет представлять собой прямую.

Для построения кубической кривой требуется как минимум четыре точки. Кривая будет рассчитываться по квадратичному уравнению, если есть только три точки, а если будет две или менее точек, то график будет представлять собой прямую.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

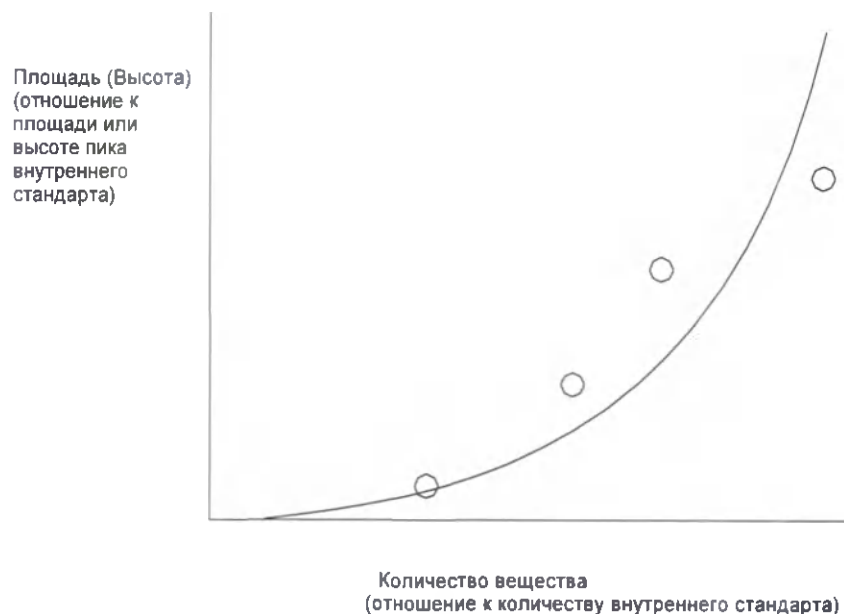


Рисунок А.19 Квадратичный/кубический градуировочный график

Поточечный

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями, и градуировочный график создается простым соединением точек. Если используется такой градуировочный график, то в количественной таблице не отображается градуировочный коэффициент, и, в принципе, не может быть задан.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Если существует два или более градуировочных уровней, то кривая проводится от точки к точке; первая линия должна проходить через начало координат.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

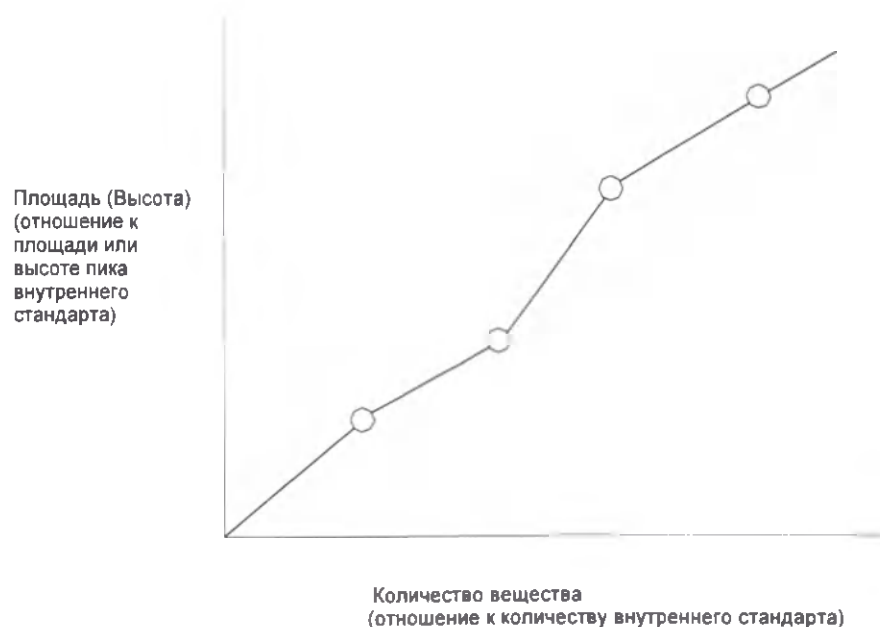


Рисунок А.20 Градуировочный график с простым соединением точек



Примечание

Только для градуировочного графика с простым соединением точек не отображается константа градуировочного графика в окне градуировочного графика. Более того, эту константу нельзя задать.

Средний RF

Анализируются до 64 стандартов с различными концентрациями. Сначала, линейные графики строятся через одну точку и начало координат. Затем, выводится среднее из коэффициентов наклонов этих прямых. Результирующая градуировочная прямая должна проходить через начало координат.

Если есть только один градуировочный уровень, то строится просто прямая линия, проходящая через единственную точку и начало координат.

Каждую точку можно усреднять максимум по 10 индивидуальным анализам.

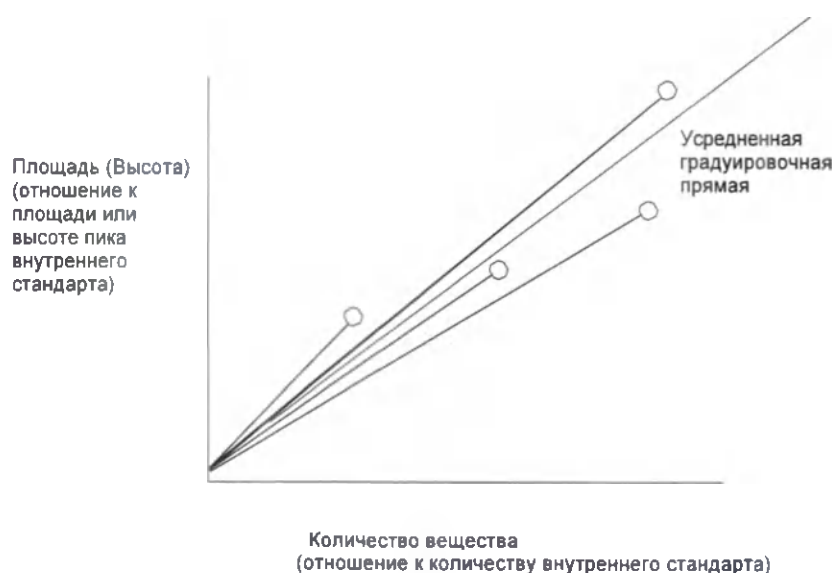


Рисунок А.21 Градуировочный график среднего RF

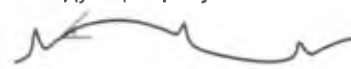
Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

A.5 Диагностика неисправностей

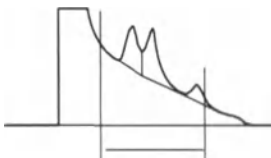
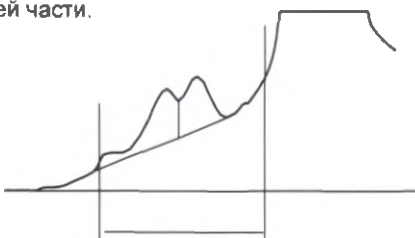
В этом разделе описываются решения проблем связанных обработкой и идентификацией пиков.

A.5.1 Обработка пиков

Если обработка пиков проводится некорректно с использованием параметров обработки пиков, измените настройки параметров согласно этой таблице. Чтобы изменить параметры обработки пиков для некоторых компонентов, может потребоваться временная программа пиков (например, если отношение S/N различно для каждого компонента).

#	Проблема	Параметры	Решение
1	Не размечаются самые узкие пики.	Ширина Наклон	Установите значение параметра Ширина равное ширине на полувысоте самого узкого пика. Уменьшите значение параметра Наклон в два раза, для того чтобы увеличить чувствительность определения пиков.
2	Два или более пиков размечаются как один.	Ширина Наклон	Установите значение параметра Ширина равное ширине на полувысоте самого узкого пика. Уменьшите значение параметра Наклон в два раза, для того чтобы увеличить чувствительность определения пиков.
3	Пики, которые выходят, после того как базовая линия начинает смещаться, не размечаются	T.DBL	Установите значение T.DBL равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика. Для ГХ анализов с программируемой температурой, установите большое значение T.DBL (примерно равное окончанию получения данных), для того чтобы отключить параметр T.DBL.
4	Не размечаются широкие поздно выходящие пики, или интегрирование заканчивается в процессе элюирования пика.	Наклон T.DBL	Уменьшите значение параметра Наклон в два раза, для того чтобы увеличить чувствительность определения пиков. Установите значение T.DBL равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика, не на 0 (автоматически).
5	Не размечаются маленькие пики, которые выходят после больших пиков.	T.DBL	Установите значение T.DBL равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика, не на 0 (автоматически). Используйте маленькие пики как ориентир для выбора значения T.DBL.
6	Большие флуктуации базовой линии размечаются как пики.	Наклон	Уменьшайте чувствительность определения постепенным увеличением значения наклона в 2, 4, ... раза пока флуктуации не перестанут размечаться. Определите значения наклона из хроматограммы, как показано на следующем рисунке. 
7	Базовая линия обсчитывается не последовательно или базовая линия нестабильна.	Дрейф	1) Если один и тот же пик на одинаковых хроматограммах обрабатывается ненадежно, отключите автоматическую обработку дрейфа. См. проблему #8. 2) Если не достигнута надежная обработка для пика появляющегося в нескольких образцах, или если базовую линию нужно обсчитывать равномерно, то см. проблему #8.

#	Проблема	Параметры	Решение
8	Базовую линию нужно обсчитывать по-разному.	Дрейф	1) Установите значение дрейфа, как показано ниже. Вертикальное разделение Полное разделение 2) Используйте временную программу, если нужно проводить вертикальное или полное разделение в разное время. В этой точке дрейф изменяется автоматически. В этой точке дрейф изменяется автоматически.
9	Некоторые пики не нужно размечать.	Приостановка интегрирования с помощью параметра «Вкл/Выкл интегрирование»	1) Чтобы удалить ненужные пики, которые выходят в начале хроматограммы (т.е., пики растворителя), используйте временную программу, чтобы приостановить интегрирование с 0.1 мин до времени сразу после выхода вершины пика. 2) Временную программу также можно использовать для приостановки интегрирования в процессе анализа. Выкл интегрирование Вкл интегрирование

#	Проблема	Параметры	Решение
10	На «хвосте» пика нужно провести разметку пиков наездников (разметка пиков наездников не была проведена автоматически или была проведена неправильно).	Разметка пиков наездников Вкл/Выкл /Авто	Используйте временную программу. Разметку установите так, чтобы минимумы и вершины пиков на «хвосте» правильно размечались.  Вкл разметку пиков наездников Выкл разметку пиков наездников Примечание: При проведении разметки пиков наездников, основной пик также должен быть размечен. Не отключайте обработку основного пика с помощью команды ОТКЛЮЧИТЬ.
11	Пики не следует автоматически размечать как наездники.	Разметка пиков наездников	Используется та же временная программа, что и в пункте выше, и эта программа делится на Вкл разметку пиков наездников, Выкл разметку пиков наездников и на автоматическую разметку пиков наездников.
12	Нужно провести разметку маленьких пиков наездников в начале пика.	Разметка пиков наездников (в начале пика)	Используйте временную программу. Установите параметры Вкл разметку передних пиков наездников и Выкл разметку передних пиков наездника, так чтобы включить минимумы и вершины пиков на передней части.  Вкл разметку передних пиков наездников Выкл разметку передних пиков наездников



Примечание

Установка значения T.DBL, если не используется автоматическая обработка
Значение T.DBL следует устанавливать равное времени, при котором ширина пика в два раза больше ширины начального пика. Если на хроматограмме трудно найти пик с удвоенной шириной, то значение может быть рассчитано, как показано ниже.



Рисунок А.22 Определение значения T.DBL

- (1) Примите ширину на полувысоте начального самого острого пика за параметр Ширина. В приведенном примере эта ширина равна 2 сек.
- (2) Измерьте время удерживания и ширину на полувысоте последнего маленького пика. В приведенном примере время удерживания 20 мин, а ширина на полувысоте 30 сек.
- (3) Время, требующееся для удвоения ширины = $(2 \text{ сек} / 30 \text{ сек} \times 20 \text{ мин} \times 2) = 2.7 \text{ мин}$.
Общая формула:

$$T.DBL = \frac{\text{Ширина на полувысоте 1го пика}}{\text{Ширина на полувысоте последнего пика}} \times \text{время удерживания последнего пика} \times 2$$

А.5.2 Идентификация пиков

Если целевой пик не идентифицирован или если пик идентифицирован не правильно измените следующие количественные параметры или измените эти настройки в таблице компонентов.

#	Проблема	Параметры	Решение
1	Пик не идентифицирован или идентифицирован не правильно.	Время удерживания	Убедитесь, что таблица компонентов содержит правильные параметры пиков.
		Интервал	Правильно ли задано интервал времени удерживания? Обычно задается примерно 3 - 5
		Диапазон	Правильно ли задан диапазон времени удерживания? Обычно задается значение примерно равное половине ширины пика.
2	Идентифицированы не те пики	Мин. площадь/высота	Увеличьте минимальное значение площади/высоты, чтобы исключить маленькие пики.
		Блокировка вкл/выкл	Приостановите разметку пиков (блокировка вкл/выкл) во временной программе, чтобы исключить нежелательные пики.
		Интервал	Сузьте интервал.
		Диапазон	Сузьте диапазон.
3	Время удерживания смещается и мешает корректной идентификации.	Интервал	Расширьте интервал.
		Диапазон	Расширьте диапазон.
4	Сдвиги времени удерживания являются причиной идентификации одного или более пиков или ошибочной идентификации пиков.	Метод относительного времени удерживания	Если время удерживания смещается, то используйте метод относительного времени удерживания для идентификации. В качестве пика сравнения выберете большой пик, который хорошо отделен от всех остальных. Для сложных хроматограмм используется метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения. Для более верной идентификации можно задавать до восьми пиков сравнения.

Приложение А Обработка пиков и действия с масс-спектром

A.6

Выполнение измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью

В этом разделе описывается, как устанавливать оптимальное значение массы для выполнения измерений в режиме SIM с хорошей воспроизводимостью.

A.6.1 m/z

m/z измеренное масс-спектрометром выражается в атомных единицах массы 1/12 массы нейтрального атома ^{12}C . Точные значения m/z для различных элементов представлены в таблице 1.

Таблица 1 m/z для основных элементов органических соединений

Элемент	m/z
^1H	1.0078
^{12}C	12
^{14}N	14.0031
^{16}O	15.9949
^{19}F	18.9984
^{28}Si	27.9769
^{31}P	30.9738
^{32}S	31.9721
^{35}Cl	34.9689
^{79}Br	78.9183
^{127}I	126.9045

A.6.2 Настройка процедуры измерений в режиме SIM

Чтобы проводить анализы с хорошей воспроизводимостью рассчитайте для целевого компонента значение m/z с точностью до десятых долей, и введите значение в канал для измерений в режиме SIM ([Ch1-m/z] - [Ch64-m/z]) в окне «Параметры прибора» (Instrument Parameter) в закладке MC (MS).

Например, для случая рассмотренного ниже вы получите лучшие чувствительность и воспроизводимость, если будите анализировать при значении m/z 281.8, а не m/z 282.

Пример

Гексахлоробензол C_6Cl_6

$$\begin{aligned}\text{C}_6\text{Cl}_6 &= 12 \times 6 + 34.9689 \times 6 \\ &= 281.8134 \\ &\approx 281.8\end{aligned}$$

канал измерений в режиме SIM

GCMS-QP2010 with DI

Ion Source Temp: 200.0 °C
Interface Temp: 260 °C
Solvent Cut Time: 5.00 min
Micro Scan Width: 0.1 u

Detector Voltage: Relative to the Tuning Result
Threshold: 0.0 kV

Use MS Program: Group#1 - Event#1

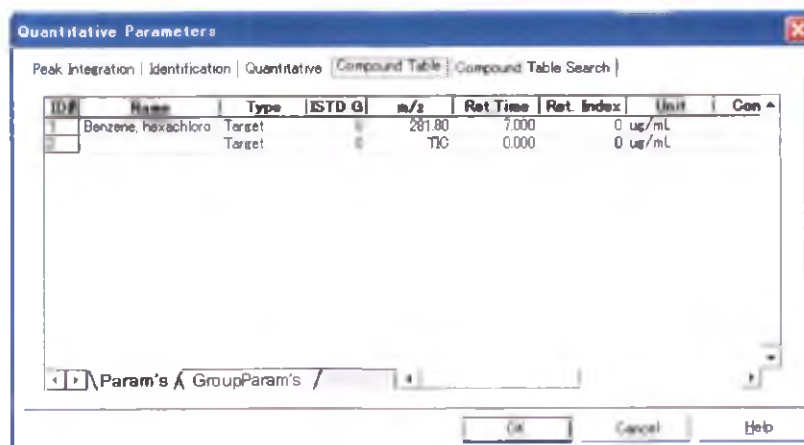
GC Program Time: 11.67 min

Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode	Event Time(sec)	Scan Speed	Start m/z	End m/z	Ch1 m/z	Ch2 m/z	Ch3 m/z
1	6.00	SIM	0.20	0	0.00	0.00	281.80	0.00	0.00
2	0.00	Scan	0.00	0	0.00	0.00			



Примечание

Для вычисления концентраций целевых компонентов при использовании данных полученных измерением в режиме SIM, значения, введенные в каналы для измерений в режиме SIM, должны быть указаны в столбцах "m/z" в таблице компонентов.



Эта страница специально оставлена пустой.

B.1

➤ Приложение В Вывод в PDF

Настройка вывода в PDF

Программа GCMSsolution предоставляет возможность выводить отчет в PDF (Portable Document Format), если она используется с Adobe® Acrobat® (инструмент для создания, управления и редактирования PDF документов). GCMSsolution при использовании с CLASS-Agent также предоставляет возможность вывода таких отчетов на принтер и конвертирования печатаемых изображений в PDF файл, который затем отправляется в CLASS-Agent.

B.1.1 Подготовка к выводу в PDF

До того как Вы сможете использовать возможность вывода в PDF, должны быть установлены следующие программные продукты.

- Adobe® Acrobat® (Версия 5 или более поздняя)

Чтобы установить это программное обеспечение, следуйте инструкциям, которые появятся на экране автоматически, после того как Вы вставите диск Acrobat® в CD-ROM, и выполните стандартную установку.



Примечание

Этот пакет программного обеспечения не включает Adobe® Acrobat®, который нужно покупать отдельно. Adobe® Acrobat Reader™, который включен в установочный диск GCMSsolution, может быть использован только для просмотра PDF документов. Он не включает возможность создания PDF файлов.



Примечание

Чтобы в этом программном обеспечении использовать возможность вывода в PDF требуется Acrobat® Distiller®.

При использовании Acrobat PDF Writer™, функция вывода в PDF может работать некорректно.

- CLASS-Agent

Чтобы создавать архивы в PDF формате, используя CLASS-Agent, настройте его в соответствии с руководством пользователя для CLASS-Agent.



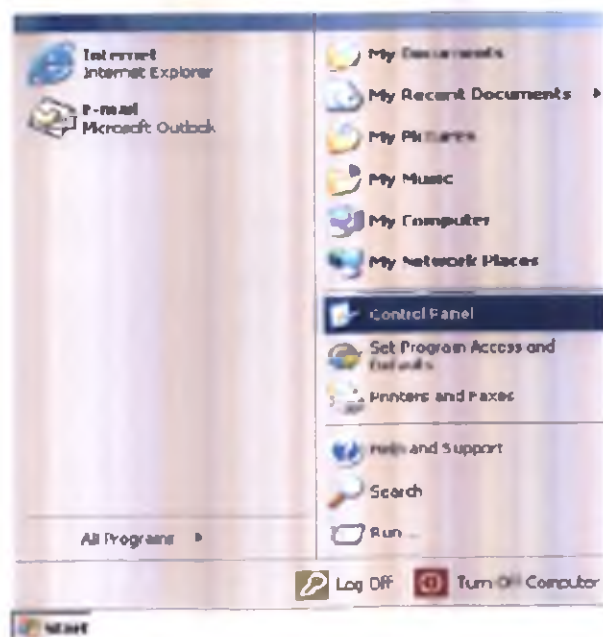
В.1.2 Установка PostScript драйвера принтера

На рисунках в этой главе показаны окна Windows XP. Действия в Windows Vista похожи.

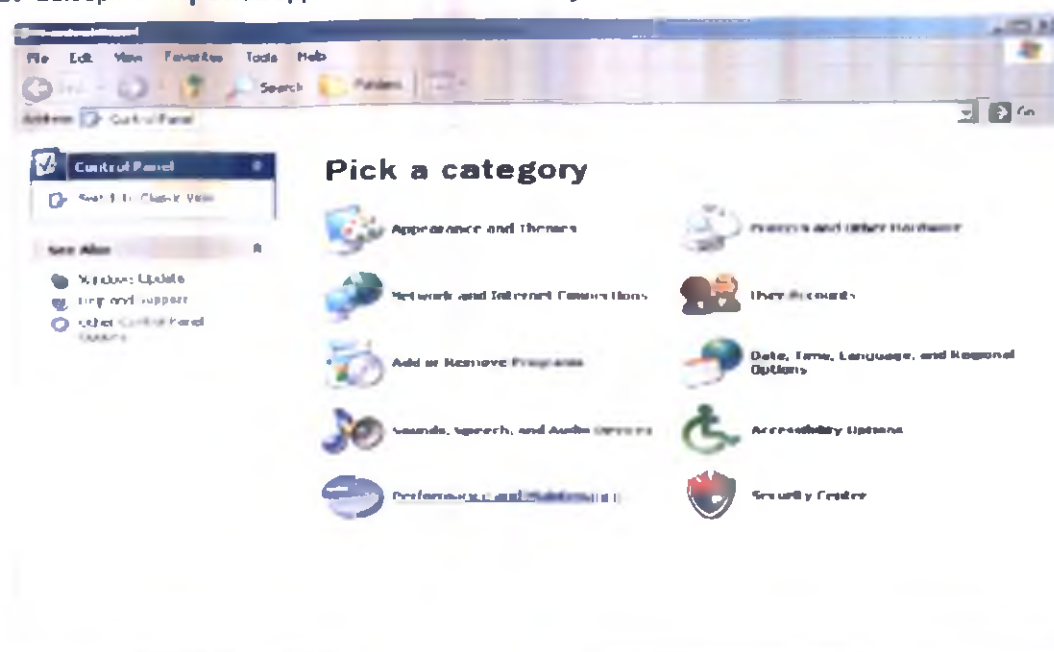
Подготовка к установке

Для Windows Vista подготовка к установке не требуется.

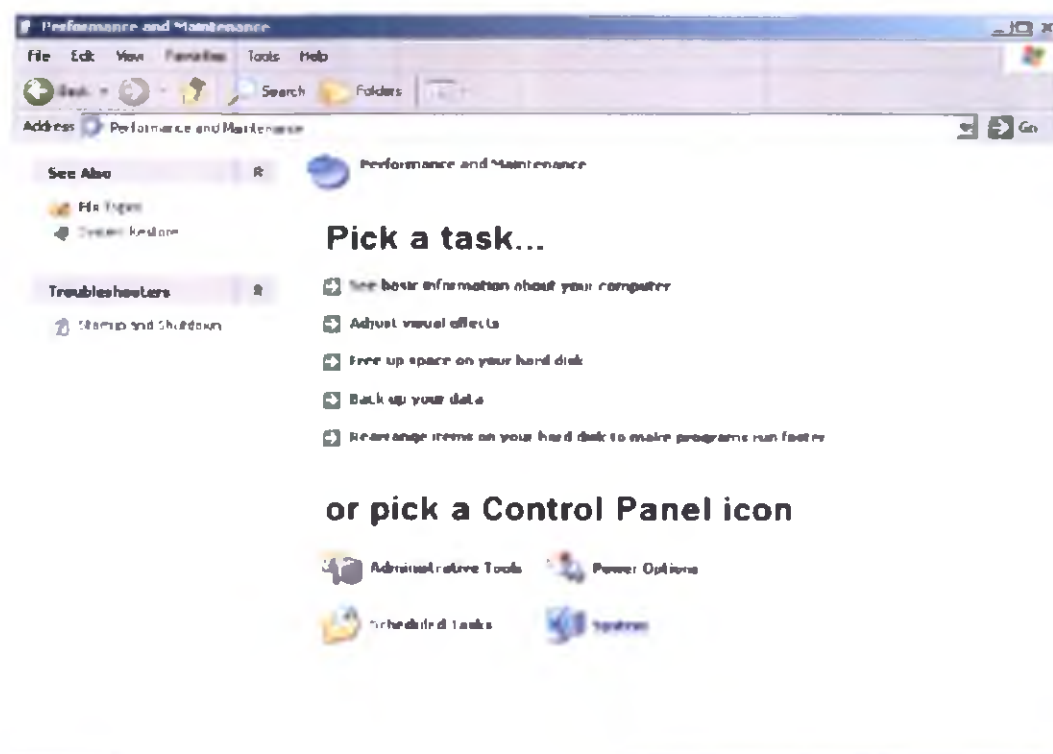
1. Выберите пункт «Панель управления» в меню Пуск.



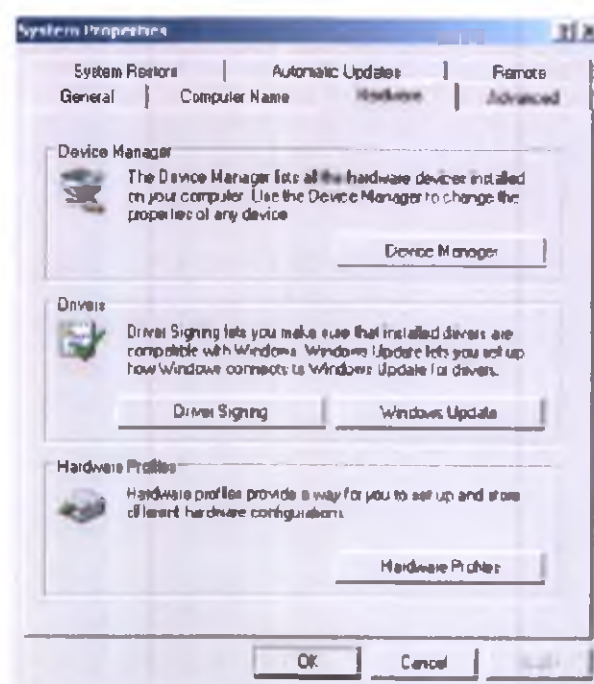
2. Выберите «Производительность и обслуживание».



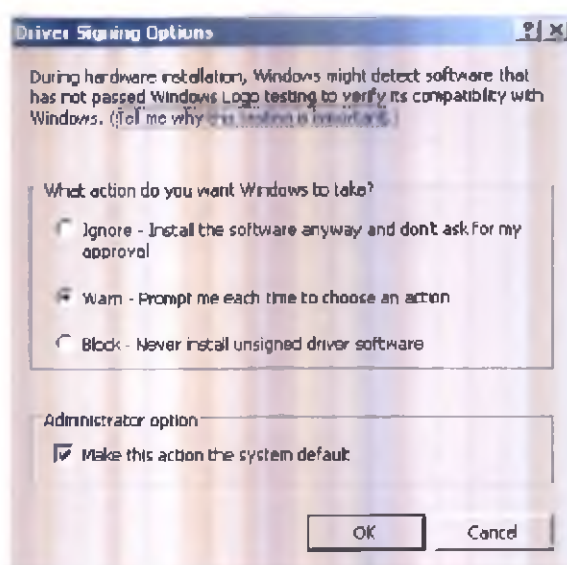
3. Выберите иконку **Система** для отображения окна «Свойства системы».



4. В окне «Свойства системы» выберите закладку «Оборудование» и нажмите на кнопку **Подписывание драйверов**.



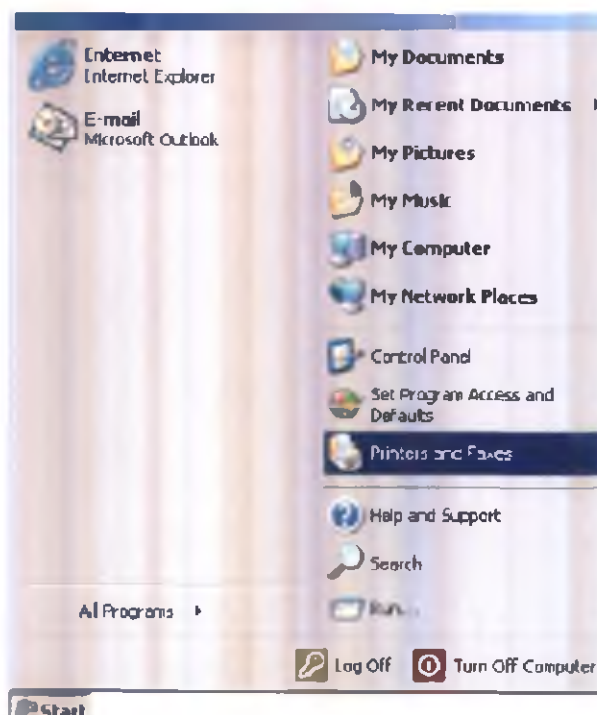
5. Проверьте, чтобы не было выбрано «Блокировать» в разделе «Проверка подписи файла» в окне «Параметры подписывания драйвера».



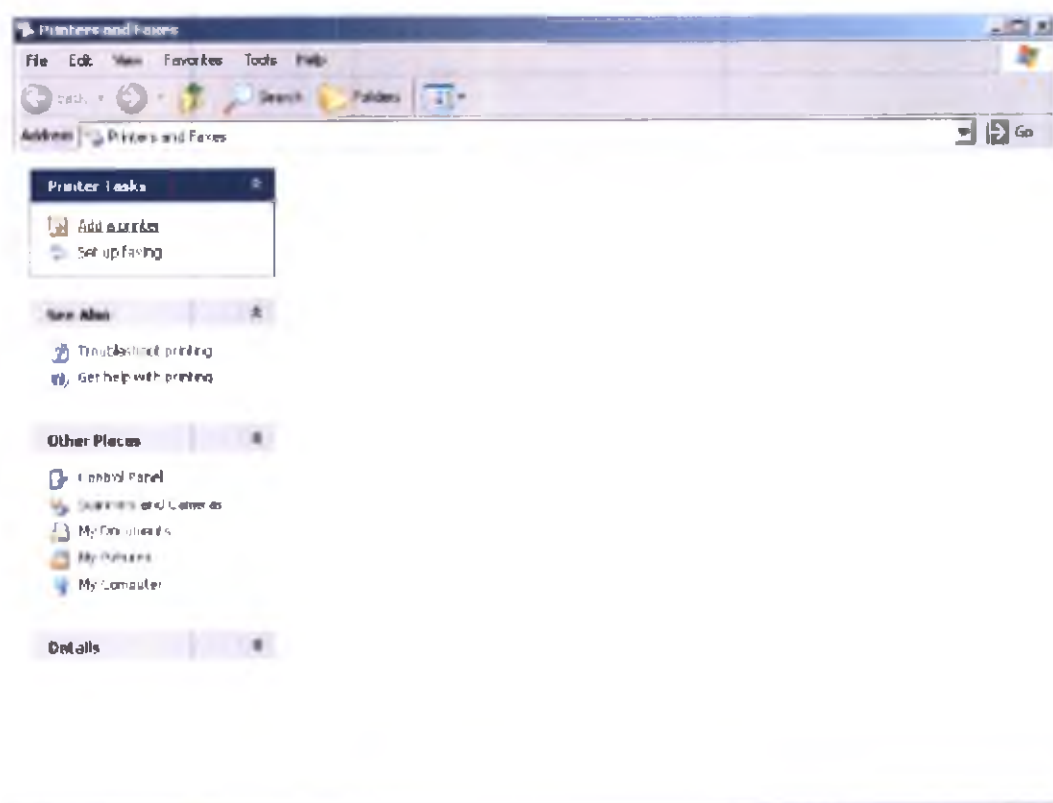
Установка драйвера PostScript printer (для Adobe Acrobat 9.0)

1. Выберите пункт **Принтеры и Факсы** в меню **Пуск**.

Для Windows Vista, выберите **Пуск – Панель управления**. Переключите **Панель управления** в **Классический вид** и выберите меню **Принтеры**.



2. Нажмите «Добавить принтер» в окне «Задачи печати», чтобы запустить «Мастер установки принтера».

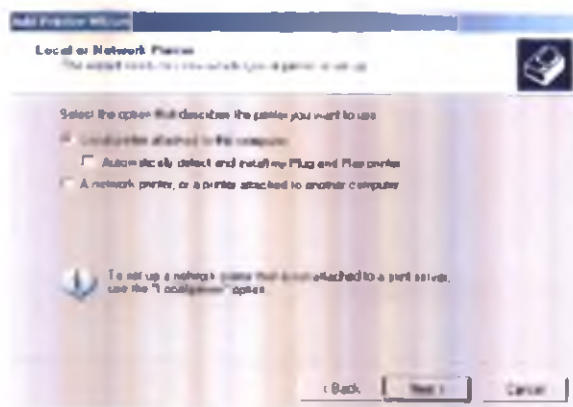


3. Нажмите кнопку **Далее** в окне "Мастер установки принтера".

Для Windows Vista это окно не отображается. Перейдите к п. 4.



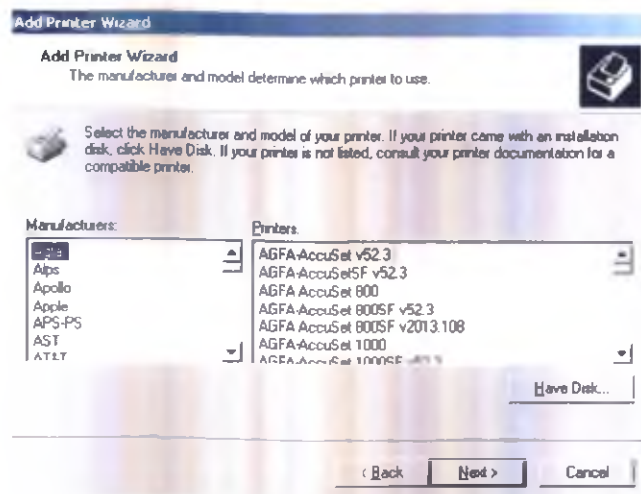
4. В окне «Локальный или сетевой принтер» выберите "Локальный принтер". Не выбирайте пункт «Автоматически определять и устанавливать мой Plug and Play принтер». Затем нажмите кнопку **Далее**.



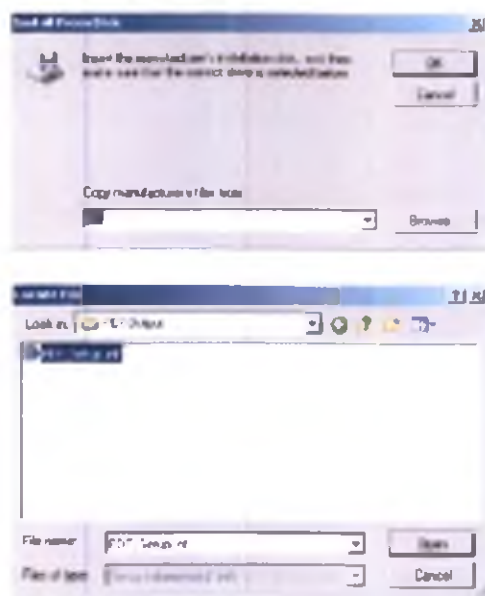
5. В окне «Выбор порта принтера» выберите пункт «Использовать следующий порт» и для порта выберите "FILE: (Печать в файл)". После произведенных настроек нажмите **Далее** чтобы перейти к следующему окну «Мастер установки принтера».



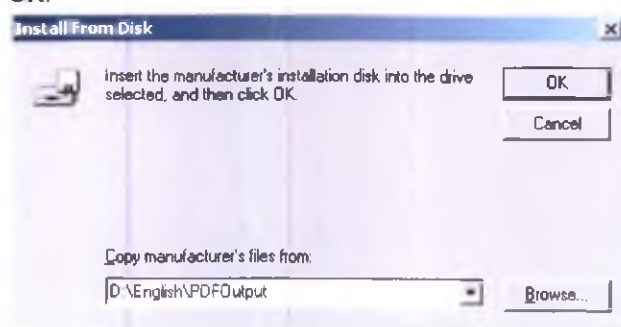
6. В окне «Мастер установки принтера» нажмите кнопку **Установить с диска**, чтобы открыть окно «Установка с диска».



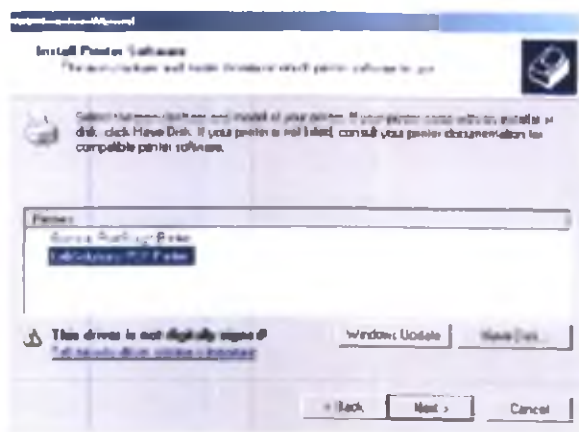
7. В окне «Установка с диска» нажмите кнопку **Обзор**, на установочном диске GCMSsolution в папке «\ENGLISH\PDFOutput» выберете пункт «PDF_Setup.inf» и нажмите кнопку **Открыть**.



8. Убедитесь что в окне «Установка с диска» выбран путь до файла «PDF_Setup.inf», и нажмите **OK**.

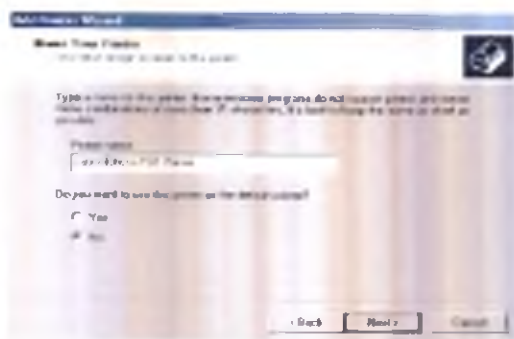


9. В окне «Мастер установки принтера» перечислены выбранные принтеры. Выберите "LabSolutions PDF Printer" из списка и нажмите кнопку **Далее**. Если в списке нет нужного принтера, все равно нажмите кнопку **Далее**.

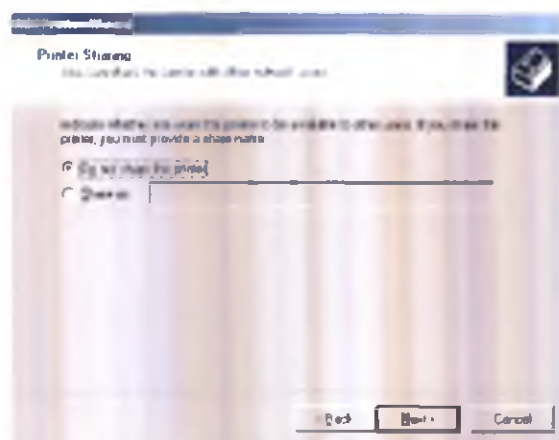




- 10.** Проверьте, что имя принтера выбранного в пункте 9 правильно введено в окне «Имя вашего принтера». В этом окне можно отредактировать имя принтера, если это необходимо. Выберите пункт «Нет» для «Использовать этот принтер по умолчанию». Нажмите кнопку **Далее**.
Для Windows Vista диалоговое окно «Вы хотите установить данное программное обеспечение?» может быть отображено после нажатия на кнопку **Далее**. В этом случае нажмите кнопку **Установить**.



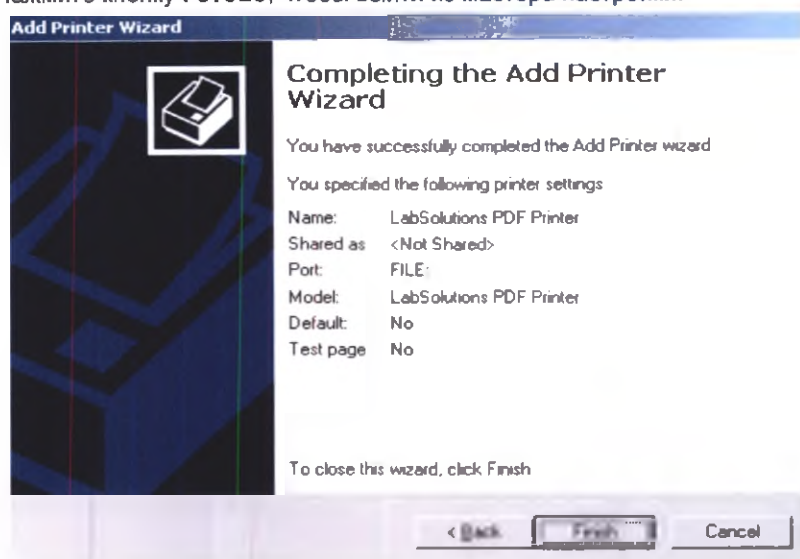
- 11.** В окне «Общий доступ к принтеру» выберите пункт «Не разрешать общий доступ к принтеру» и затем нажмите кнопку **Далее**.
Для Windows Vista отобразится окно [Добавить принтер]. Нажмите на кнопку **Завершить** и перейдите к шагу 15.



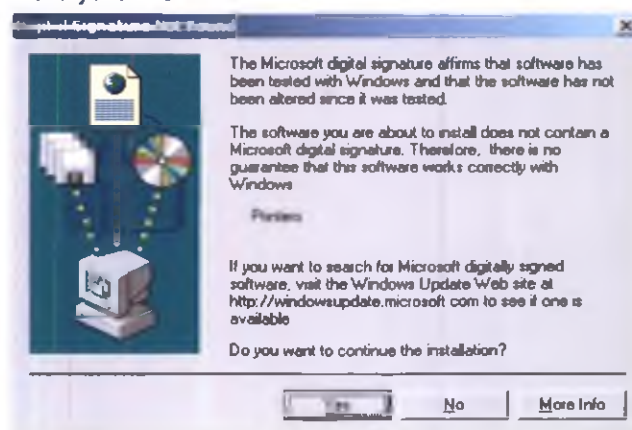
- 12.** В окне «Печатать пробную страницу» выберите «Нет» и затем нажмите кнопку **Далее**.



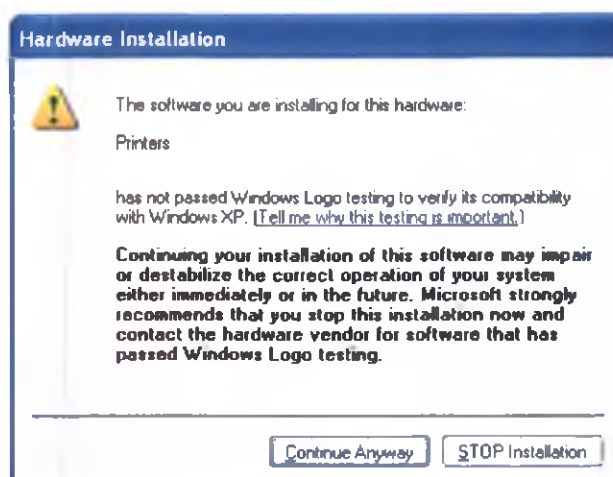
13. Нажмите кнопку **Готово**, чтобы выйти из мастера настройки.



14. После того как Вы нажали кнопку **Готово**, может появиться следующее предупреждающее сообщение. В этом случае нажмите кнопку **Да**. Установка будет выполнена успешно.

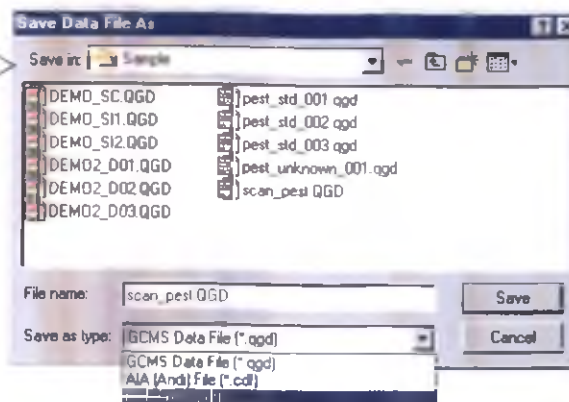


Нажмите кнопку **Все равно продолжить**.



15. После того как установка завершена, откройте приложение «ГХМС обработка данных» (GCMS Postrun) для того чтобы посмотреть, доступны ли Настройки вывода в PDF.

Загрузите файл данных в окне «Анализ данных» ("Data Analysis") и затем в меню **Файл(File)** выберите **Сохранить файл данных как...** (Save Data File As...).



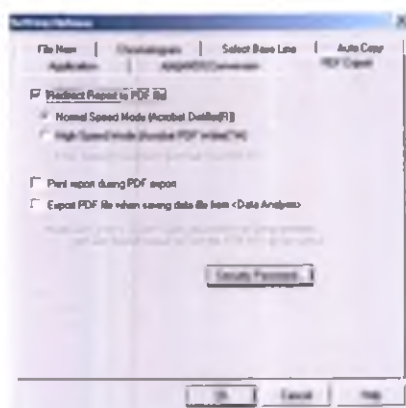
Позволяет конвертировать изображения отчета данных* (отчет для файла данных) в PDF.

* Если файл данных, в котором не записан формат отчета, конвертируется в PDF и затем сохраняется, то создается пустой PDF файл



В.1.3 Закладка [PDF экспорт]

Эта закладка используется для настройки вывода в PDF.



1. Выберите **Инструменты>Опции (Tools > Option)**.
2. Задайте параметры для вывода в PDF в закладке «Вывод в PDF» (PDF Output).

Параметр	Описание
Перенаправление отчета в PDF файл (Redirect Report to PDF file)	Если выбран этот пункт, то формат выводимых отчетов изменяется на PDF. Примечание: В выводимый файл будет включена следующая информация о документе: Заголовок: Имя оригинального файла Тема: Название приложения программы, из которого файл выводится в PDF (Получение данных, Серийный анализ, Обработка серии, или Создание отчетов) Автор: Имя пользователя, который вошел в программу Ключевые слова: Состояние данных (процесс обработки данных без сохранения файла или присутствие/отсутствие временной программы для интегрирования пиков) Создатель: Название (GCMSsolution) и версия программы Другая информация, такая как информация об образце также включена, хотя и не показывается.
Режим нормальной скорости (Normal Speed Mode) (Acrobat Distiller®)	Если выбран этот пункт, то для вывода файла в PDF используется Acrobat® Distiller®. Примечание: Если Администратором был назначен парсель, то в настройках безопасности PDF файла в пункте «Изменение документа» (Changing the Document) написано «Запрещено» (Not Allowed) и Acrobat в стандартных настройках безопасности использует этот пароль как главный пароль. Другие настройки безопасности применяются в соответствии с настройками в Acrobat® Distiller®.

Параметр	Описание
Режим высокой скорости (High Speed Mode) (Acrobat PDF Writer™)	Если выбран этот пункт, то для вывода файла в PDF используется Acrobat® PDFWriter™. Если используется Acrobat Ver.6, то режим высокой скорости не используется. Если выбран этот режим, то функция вывода в PDF может работать некорректно. Примечание: Когда Adobe Acrobat версия 6.0 или более поздняя используется, данный режим не может быть использован. Если версия 6.0 или более поздняя используется, то pdf файлы могут работать некорректно. В отличие от режима нормальной скорости для PDF файла не применяются настройки безопасности.
Печать отчета во время PDF экспорта (Print report during PDF Export)	Когда выбран этот пункт, отчет выводится на принтер в момент вывода в PDF, если формат отчета выбран PDF.
Экспорт PDF файла при сохранении файла данных из «Анализ данных» (Export PDF file when saving data file from <Data Analysis>)	Если выбран этот пункт, то PDF файл выводится, когда файл данных сохранен в окне «Анализ данных» (Data Analysis). Примечание: Эти настройки эффективны только тогда, когда сохраненный файл данных содержит формат отчета и программе CLASS-Agent настроен автоматический сбор файлов данных.

C.1 Технические параметры

C.1.1 GCMS-QP2010 Ultra

Диапазон масс	m/z 1.5 – 1090	
Разрешение	R=2M (FWHM)	
EI чувствительность сканирования	S/N>500/1 для 1пг молекулярного иона октафторнафталина с m/z 272	
	Колонка	Rtx-5ms 30 m x 0.25 mm I.D., 0.25 µm
	Диапазон сканирования	m/z 200 – 300
	Интервал (Время события)	0.2 сек
Максимальная скорость сканирования	20000 и/сек (одиночное сканирование)	

C.1.2 GCMS-QP2010SE

Диапазон масс	m/z 1.5 – 1000	
Разрешение	R=2M (FWHM)	
EI чувствительность сканирования	S/N>200/1 для 1пг молекулярного иона октафторнафталина с m/z 272	
	Колонка	Rtx-5ms 30 m x 0.25 mm I.D., 0.25 µm
	Диапазон сканирования	m/z 200 – 300
	Интервал (Время события)	0.5 сек
Максимальная скорость сканирования	10000 и/сек (одиночное сканирование)	

➤ Приложение С Технические требования

С.2 Оборудование

С.2.1 GCMS-QP2010 Ultra

Газовый хроматограф	Модель	GC-2010 Plus
	Температура термостата	Maximum 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 100, 115 V AC)	40 °C/мин до 200 °C 25 °C/мин до 250 °C 15 °C/мин до 380 °C 7 °C/мин до 450 °C
	Линейная скорость увеличения температуры (с мощностью источника напряжения 230 V AC) (термостат высокой мощности)	70 °C/мин до 200 °C 50 °C/мин до 350 °C 35 °C/мин до 450 °C
	Температура испарителя	Максимальная 450 °C
GC/MS соединитель	Модель	Капиллярная колонка
	Температура	Комнатная температура - 350 °C
Ионизатор	Тип ионизации	EI (электронный удар)
	Температура	Управление температурой: 140 - 300 °C
	Филамент	Два филамента (автопереключение)
	Диапазон установки напряжения электрона	10 - 200 V
	Диапазон установки текущего электрона	5 - 250 µA
Аналитическая часть	Цилиндрический квадруполь с предварительными стрержнями	
Детектор	Вторичный электронный умножитель с обращённым динодом	
Вакуумная система	Главный насос (TMP)	Дифференциальная вакуумная система Область источника ионов: 179 л/сек (He) Область Rod/Детектора: 185 л/сек (He)
	Дополнительный насос (RP)	30 л/мин (60 Гц) масляный роторный насос

С.2.2 GCMS-QP2010SE

Ниже приведены отличия данной модели от модели GCMS-QP2010 Ultra.

Ионный источник	Температура	Управление температурой: 140 - 260 °C
Вакуумная система	Главный насос (TMP)	58 л/сек (He) турбомолекулярный насос

C.3 Рабочее место

C.3.1 ПК

ПК	CPU	Intel Pentium Processor (2,5 ГГц) или больше
	Внутренняя память	1 Гб или больше
	Жёсткий диск	80 Гб или больше
	Операционная система	Windows XP Professional SP1 или Windows Vista Business SP1 или позднее
Монитор	17 дюйм. ЖК или 17 дюйм. разрешение 1280 × 1024 или лучше	
Принтер	Лазерный принтер, A4	

*Может быть произведён апгрэйд ПК без предварительных отметок

C.3.2 Программное обеспечение

Анализ	Условия анализа	GC условия измерения, MS условия измерения и параметры обработки данных сохраняются одновременно в файле метода
	MS режим измерения	Scan, SIM (64 канала × 128 групп)
	GC детектор	ПИД, ПФД, ТИД, ЭЗ, катарометр и другие
	Непрерывный анализ	Выполняется автоматически с использованием функции выполнения серии
Управление прибором	Запуск/остановка системы создания вакуума	
	GCMS автоматическая система и ручная регулировка	
	GCMS проверка системы	
Обработка данных	Анализ данных	Отображение хроматограммы/масс-спектра
		Сравнение хроматограмм/масс-спектров
		Усреднение и компенсация фоновых сигналов масс-спектра
		Вычисление площадей пиков
		Вычисление эффективности колонки
	Библиотечный поиск	Режимы поиска: по совпадению, по указателю поиска
		Одновременно используется до 5 библиотек
		Отображение структурной формулы
		Редактирование собственной библиотеки

Обработка данных	Количественный анализ	Максимальное число идентифицируемых пиков: 1000
		Метод идентификации: метод абсолютного времени удерживания/ относительного времени удерживания, метод временного интервала/окна времени, опорных ионов (до 5), образца массы в соответствии с зарегистрированным спектром
		Количественные расчёты: исправленная нормализация по площадям с поправочным коэффициентом, внутренний стандарт, абсолютная градуировка, стандартная добавка, процент площади
		Калибровочные кривые: линейная (метод наименьших квадратов, метод среднего коэффициента), поточечная, квадратичная, кубическая. Усреднение ($1/C$, $1/C^2$, $1/A$, $1/A^2$)
		Калибровочные точки: до 64 (усреднение до 10 измерений для каждой точки)
	Создание отчёта	Корректировка калибровочной кривой
		Групповая обработка
		Хроматограммы, масс-спектры, обработка пиков, результаты поиска по совпадению, результаты количественного расчёта, калибровочные кривые и т.д.
		Редактирования формата
		Выполнение серии
Система	Выполнение серии	Обработка данных, непрерывная автоматическая обработка отчёта
	Конверсия данных	ANDI (AIA) конверсия, конверсия количественных результатов ASCII, конверсия JCAMP, создание PDF-файла изображения отчёта
	Обозреватель данных	Файл замены и удаление различных типов файлов
	QA/QC	Точность управления, качество управления, скорость извлечения, проверка спектра и др.
	Безопасность	Введение имени пользователя и пароля, определение уровней авторизации.
	Надёжность	Сохранение изменений (а также описание причин изменения, если необходимо) каждый раз при сохранении файла метода.

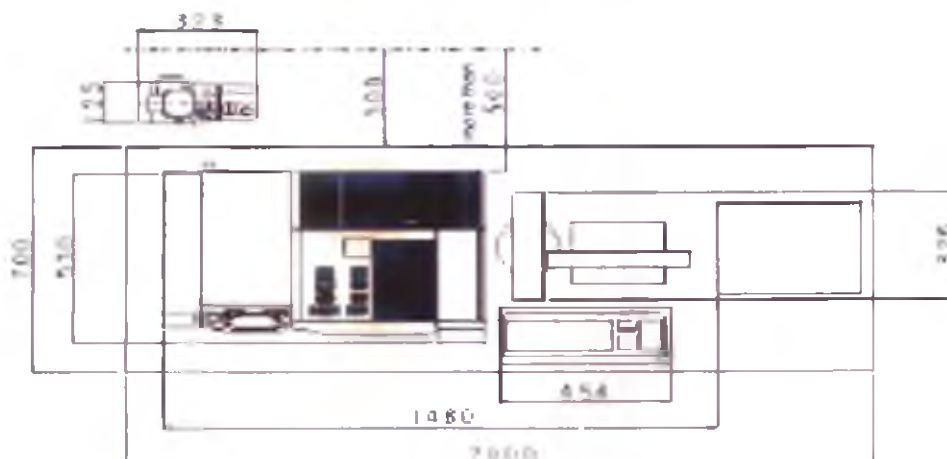


С.4 Требования к установке

Источник питания	Частота	50/60 Гц
	Для GC	Одна фаза AC 100, 115 V 1800 VA
		Одна фаза AC 230 V 2600 VA (для высокомоощного термостата)
	Для MS	Одна фаза AC 100 до 240 V 1000 VA
	Колебания напряжения	Диапазон рабочего напряжения $\pm 10\%$
		Определённый диапазон напряжения $\pm 5\%$
	Скачки напряжения	II категория установки (IEC)
* Необходимо использовать специальный источник питания для переменного тока.		
* Относится к колебаниям напряжения, прибор предназначен для работы в диапазоне $\pm 10\%$, включая колебания, обусловленные высокими шумами, но для обеспечения лучшей производительности рекомендуется, чтобы колебания были в пределах $\pm 5\%$, включая шумы		
* Также необходимы источники питания для PC, монитора и принтера		
Требования к окружающей среде	Заземление	100 Ω или более
	Температура	Постоянная в пределах от 18 до 28 °C
	Влажность	От 40 до 70 %RH (Без конденсации)
* Должен быть установлен выхлопной канал. Вакуумный насос должен быть подсоединён к выхлопному каналу так, чтобы вводимые в колонку растворители и образцы постоянно отводились в рабочее помещение, а также необходимо избегать образования масляного тумана. Если это невозможно, снизу должен быть установлен масляный фильтр. Введённые растворители и образцы удаляются непосредственно через этот фильтр (P/N 042-00124-31, Масляный фильтр EMF3)		
* Следует также избегать пыли, вибрации, посторонних шумов и коррозионных газов.		

С.4.1 Примеры установки

Пример установки (габаритные размеры будут изменяться в зависимости от используемого РС и принтера.)



При охлаждении термостата колонок, горячий воздух выходит сзади прибора. Поэтому учитывайте следующие пункты при проведении установки.

- Не располагайте никаких воспламеняющиеся материалы позади прибора.
- Оставьте свободное пространство 50 см или более между задней стенкой прибора и стеной.
- Оставьте место позади прибора для технического обслуживания и проверки.
- Когда используется опциональная вытяжная система (221-47748-41), расстояние от стены может быть минимум 25 см.

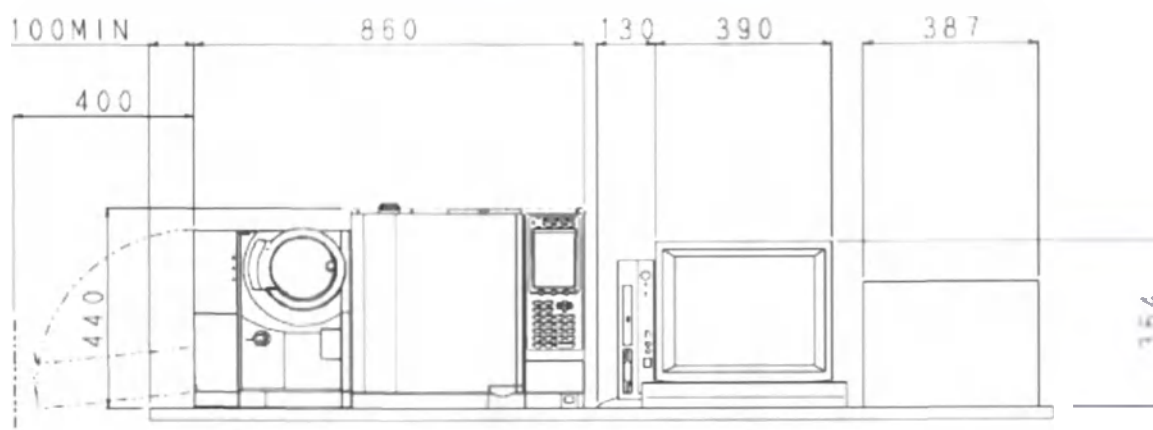


Рисунок С.1 Пример установки

Длина кабелей и соединительных трубок следующие.

MS роторный насос	Вакуумные соединения	приблиз. 1.5 м
	Выпускной трубопровод	приблиз. 4 м
	Силовой провод	приблиз. 1.5 м
PC-MS	Кабель	приблиз. 2 м

D.1

Приложение D Расходные материалы и средства технического обеспечения

Список расходных материалов

В данном разделе представлены списки расходных материалов и средств технического обеспечения для стандартной конфигурации GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE. Списки материалов, предоставляющихся отдельно (как опция) размещены в дополнительных руководствах пользователя. Большинство расходных материалов и средств технического обеспечения для блока газового хроматографа (GC-2010 Plus) включены в список. Для получения информации о дополнительных комплектующих, см. Руководство пользователя GC-2010 Plus. При возникновении вопросов относительно данной информации, пожалуйста, обращайтесь в Ваше представительство Shimadzu.

Для некоторых расходных материалов не указан период замены, заменяйте их как только это станет необходимым.

D.1.1 GCMS-QP2010 Ultra

Список расходных материалов

Unit Name	Part No.	Название элемента	Комментарий
ГХ	221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/PKT	
	036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/PKT	Для стеклянный соединении
	221-41444-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SPL-2010	Для раздельного ввода
	221-48335-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SLESS/WBI	Для непосредственного
	221-48600	СИЛИКОНОВОЕ ВОЛОКНО, 2G	
	221-48876-03	Деактивир. стекл. вставка, SLESS	5/PKT
	225-20803-01	Деактивир. стекл. вставка, SPLIT	5/PKT
	221-49065-91	AU УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/PKT	1PC 221-48990
	221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	Для удаления примесей из газа-носителя Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Делитель)	Делитель потока Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Промывка)	Обдув септы Рекомендуемый период замены – 1 год
Прямое соединение	201-35183	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	Для соединения линий
	670-15003-03	ФЕРРУЛА, GVF/004, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.25 мм
	670-15003-04	ФЕРРУЛА, GVF/005, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.32 мм
	670-15003-07	ФЕРРУЛА, GVF/008, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.53 мм
Ионный источник	670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	
	225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	
	225-17659-91	ОТРАЖАТЕЛЬНЫЙ УЗЕЛ	Для GCMS-QP2010 Ultra
	225-17697-91	КОРПУС (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010 Ultra
	225-17698-91	ОТРАЖАТЕЛЬ (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010 Ultra
	225-01068	ИЗОЛЯТОР	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Калибровочный газ	225-09493-03	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ПФТБА (5 g)	
	225-09493-01	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ТРИС (0.5 g)	
	225-09493-05	Трис (перфторнонил)-S-триазин (1 g)	Для калибровки m/z 1066
ВАКУУМ	017-30163-11	РОТОРНЫЙ МАСЛЯНЫЙ НАСОС 15 1 L	
ЗАЖИМ, ИНСТРУМЕНТЫ	085-35124-03	АБРАЗИВНАЯ ТКАНЬ, ULTRA FINE, 20/РК1	
	225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	
	225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для I/F)	
	225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (для INJ)	

Список средств технического обслуживания

Назв. блока	Но. части	Название части	Замечание
ГХ	221-71662-41	PCB УЗЕЛ, GC2010	
	078-12146-01	LCD, LM32019P	
	221-46470-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 1, GC2010	
	221-46471-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 2, GC2010	
	221-43695-91	РТ СЕНСОРНЫЙ УЗЕЛ, 17A+	
	221-43696-91	ТЕРМОСОЕДИНИТЕЛЬ, V2	
Интерфейс	225-10547	ИЗОЛЯТОР, I/F	
	018-23651	КЛЕЙКАЯ ЛЕНТА	
	036-11251	О-кольцо, 4D P50	
	225-10549-41	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 100 V – 115 V (нагреватель и Pt-сенсор)
	225-10549-42	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 220 V – 240 V (нагреватель и Pt-сенсор)
Ионный источник	200-44394	КЕРАМИЧЕСКИЙ ИЗОЛЯТОР, A24-251-1	
	225-17652-91	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	
	225-10436-91	РТ УЗЕЛ, IS	
	018-17301	ФОЛЬГА, AL 250 x 10MT	
	225-17651-91	IS УЗЕЛ	Линзы, магниты и нагревательный блок
	225-17670-91	УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО, I/F A ASSY	
	022-27031	ЗАДВИЖКА, SST Шестигранник M2 x 3	
	225-17725	ПРУЖИНА, SUS UR8-10	
	225-10434-91	КАБЕЛЬ, F1(S)	
	225-10434-92	КАБЕЛЬ, F2(S)	
	225-10434-93	КАБЕЛЬ, F1(L)	
	225-10434-94	КАБЕЛЬ, F2(L)	
	225-10434-95	КАБЕЛЬ, L1	

Назв. блока	Но части	Название части	Замечание
ДЕТЕКТОР	225-09340-11	ЕМ, AF620	Детектор; Только вторичный электронный умножитель
	225-10466-91	SIG КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-92	LENS КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-93	HV КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-94	CDD КАБЕЛЬ, DET	
	036-11271	О-кольцо, 4D P105	
	225-10464-91	УЗЕЛ ПЕРЕДАТЧИКА, CDD	
	225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	036-11218	О-кольцо, 4D P18	
МС ФИЛЬТР	225-01132	PIN/QP-5000	
	225-10407-91	КАБЕЛЬ, МС ФИЛЬТР	
	225-10408-91	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ1, PRE-ROD	
	225-10408-92	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ2, PRE-ROD	
	036-11266	О-кольцо, 4D P90	
	225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	036-11218	О-кольцо, 4D P18	Для передатчика
	225-01373	КОРОТКАЯ ПРУЖИНА	
	225-10390-01	КОНЕЧНАЯ ПЛАСТИНА (PRE)	
	225-11659	PRE ROD	
	225-10401	ИЗОЛЯТОР	Для предварительного стержня
	225-10402	ВИНТ(PRE)	Для предварительного стержня
	225-10403	ХОМУТ	Для предварительного стержня
СИСТУМА ГАЗОВОЙ КАЛИБРОВКИ	225-10179-91	КРАН, SI	
	225-01559-91	КАПИЛЛЯР	
	035-62971-05	МУФТА, T-100SET	
	225-04257-91	СТЕКЛЯННАЯ АМПУЛА, 5 PCS	
	036-11203	О-кольцо, 4D P5	

Назв. блока	Но части	Название части	Замечание
ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА	225-09490-01	ИОННЫЙ ИНДИКАТОР	Рекомендуемый период замены – 3 года
	200-20310-91	РВ-1 ТРУБКА НИТИ НАКАЛИВАНИЯ	Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09588-02	TMP, EXT200/200H ГХМС	Только основной блок турбомолекулярного насоса Рекомендуемый период ремонта – 3 года
	225-09588-12	TMP, EXT200/200H ГХМС	Только основной блок турбомолекулярного насоса + Контроллер Рекомендуемый период ремонта – 3 года
	225-09588-13	EXDC160	TMP Контроллер (Делитель потока) Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09517-01	RP E2M1.5 (100-120)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09517-02	RP E2M1.5 (220-240)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-11446-91	КАБЕЛЬ, MS-RP	Кабель для RP
	221-09895-09	ЭМБЛЕМА, AC 220 240 V	Для кабеля
	221-09895-10	ЭМБЛЕМА, AC 100 115 V	Для кабеля
	210-13532-71	ЭМБЛЕМА, RP1	Для кабеля
	204-30020-01	ГИБКИЙ НАКОНЕЧНИК, 16KF-18	Для роторного насоса
	035-06004-51	Центрирующее кольцо, KF10/16SNRCR	Для роторного насоса Рекомендуемый период замены – 3 года
	035-02415-01	ХОМУТ, 10/16KF	Для роторного насоса. Рекомендуемый период замены – 3 года
	016-31697-03	HOSE, PVC CHEMIFLEX 19X26	
	037-61024	ГИБКИЙ ДЕРЖАТЕЛЬ, НВ-1-28	
	017-30290-11	LUBRICATING OIL BARRIERTA IS/V	
	225-17811	Прямой соединитель, KF25-#15	
	035-06004-24	Центрирующее кольцо, KF25SVCR	Рекомендуемый период замены – 3 года
	035-02415-02	ХОМУТ, 20/25KF	
	035-02415-02	КОЛЬЦО С ТОЛСТОЙ РЕЗЬБОЙ ISO 100	Центрирующее кольцо с толстой резьбой (со стороны ионного источника) Рекомендуемый период замены – 3 года

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	Но элемента	Название элемента	Комментарий
	225-09588-07	КОЛЬЦО С ТОНКОЙ РЕЗЬБОЙ ISO 100	Центрирующее кольцо с тонкой резьбой (со стороны ионного источника) Рекомендуемый период
	036-11271	О-кольцо, 4D P105	О-кольцо передней двери. Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-10125	ПЕРЕДАТЧИК 12P	
	036-11243	О-кольцо, 4D P40	О-кольцо передней двери
	225-03540-93	ПРОТОЧНЫЙ КРАН	
	035-06004-21	Центрирующее кольцо, KF10SVCR	Для проточного крана Рекомендуемый период замены – 3 года
	036-11203	О-кольцо, 4D P5	
Блок питания	225-21295-41	УЗЕЛ БЛОКА ПИТАНИЯ	
	074-80422-01	Устройство питания, LEA50F-5	
	074-80422-51	Устройство питания, LEA50F-24	
	074-80424-01	Устройство питания, LEA150F-24	
	074-80435-38	Устройство питания, ZWS240PAF24/J	
	225-21280-41	PCB УЗЕЛ LED-A-RO	
	225-21200-41	PCB УЗЕЛ, Упр. насоса-A-RO	
	225-10333-91	FAN ASSY POWER	
HV PCB	225-21100-41	HV PCB ASSY	
RF PS	225-21040-41	RF PS ASSY, QP2010U	
	225-21060-41	PCB ASSY, RF DIFF-A-RO	
	225-10296-91	FAN ASSY	
MAIN CTRL	225-21080-41	PCB ASSY, MAIN CTRL-A-RO	
CPU PCB	225-21000-41	PCB ASSY, CPU-A-RO	
IS CTRL	225-21150-42	IS CTRL-A ASSY	
DC POWER	225-21130-41	DC POWER-A-RO	
IG CTRL	225-21180-41	PCB ASSY, IG CTRL-A-RO	
PRE AMP	225-21030-41	PCB ASSY, PRE AMP-A-RO	
КАБЕЛЬ	071-60825-51	CORD, PHP-206S+PHS-3	Для 220 V – 240 V
	071-60816-12	CORD, UC-975-N01	Для 100 V – 115 V
	088-50825-30	USB Кабель (5 м)	
	088-50825-31	USB Кабель (5 м)	
	088-50906-11	RS232C Кабель	

D.1.2 GCMS-QP2010SE

Список расходных материалов

Unit Name	Part No.	Название элемента	Комментарий
ГХ	221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/PKT	
	036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/PKT	Для стеклянных соединений
	221-41444-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SPL-2010	Для раздельного ввода
	221-48335-01	СТЕКЛЯННАЯ ВСТАВКА, SLESS/WBI	Для непосредственного ввода
	221-48600	СИЛИКОНОВОЕ ВОЛОКНО, 2G	
	221-48876-03	Деактивир. стекл. вставка, SLESS	5/PKT
	225-20803-01	Деактивир. стекл. вставка, SPLIT	5/PKT
	221-49065-91	АУ УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/PKT	1РС 221-48990
	221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	Для удаления примесей из газа-носителя Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Делитель)	Делитель потока Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР (Промывка)	Обдув септы Рекомендуемый период замены – 1 год
Прямое соединение	201-35183	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	Для соединения линий
	670-15003-03	ФЕРРУЛА, GVF/004, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.25 мм
	670-15003-04	ФЕРРУЛА, GVF/005, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.32 мм
	670-15003-07	ФЕРРУЛА, GVF/008, 10/PKT	Для колонок диаметром менее 0.53 мм
Ионный источник	670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	
	225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	
	225-10442-91	ОТРАЖАТЕЛЬНЫЙ УЗЕЛ	Для GCMS-QP2010SE
	225-10446-91	КОРПУС (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010SE
	225-10447-91	ОТРАЖАТЕЛЬ (Термостойкий)	Для GCMS-QP2010SE
Калибровочный газ	225-01068	ИЗОЛЯТОР	
	225-09493-03	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ПФТБА (5 g)	
ВАКУУМ	225-09493-01	СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ, ТРИС (0.5 g)	
	017-30163-11	РОТОРНЫЙ МАСЛЯНЫЙ НАСОС 15 1 L	
ЗАЖИМ, ИНСТРУМЕНТЫ	085-35124-03	АБРАЗИВНАЯ ТКАНЬ, ULTRA FINE, 20/PKT	
	225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	
	225-01453-94	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ I/F)	
	225-01453-95	ЗАЖИМ ДЛЯ КОЛОНОК (ДЛЯ INJ)	

Список средств технического обслуживания

Назв. блока	Но. части	Название части	Замечание
ГХ	221-71662-41	PCB УЗЕЛ, GC2010	
	078-12146-01	LCD, LM32019P	
	221-46470-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 1, GC2010	
	221-46471-02	РЕЗИНОВАЯ ШАЙБА 2, GC2010	
	221-43695-91	РТ СЕНСОРНЫЙ УЗЕЛ, 17A+	
	221-43696-91	ТЕРМОСОЕДИНИТЕЛЬ, V2	
Интерфейс	225-10547	ИЗОЛЯТОР, I/F	
	018-23651	КЛЕЙКАЯ ЛЕНТА	
	036-11251	О-кольцо, 4D P50	
	225-10549-41	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 100 V – 115 V (нагреватель и Pt-сенсор)
	225-10549-42	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	Для 220 V – 240 V (нагреватель и Pt-сенсор)
Ионный источник	200-44394	КЕРАМИЧЕСКИЙ ИЗОЛЯТОР, A24-251-1	
	225-10439-91	УЗЕЛ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА	
	225-10436-91	РТ УЗЕЛ, IS	
	018-17301	ФОЛЬГА, AL 250 × 10MT	
	225-10200-91	IS УЗЕЛ	Линзы, магниты и нагревательный блок
	225-10554-91	УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО, I/F A ASSY	
	022-27031	ЗАДВИЖКА, SST Шестигранник M2 × 3	
	225-17725	ПРУЖИНА, SUS UR8-10	
	225-10434-91	КАБЕЛЬ, F1(S)	
	225-10434-92	КАБЕЛЬ, F2(S)	
	225-10434-93	КАБЕЛЬ, F1(L)	
	225-10434-94	КАБЕЛЬ, F2(L)	
	225-10434-95	КАБЕЛЬ, L1	

Назв. блока	Но части	Название части	Замечание
ДЕТЕКТОР	225-09340-11	ЕМ, AF620	Детектор; Только вторичный электронный умножитель
	225-10466-91	SIG КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-92	LENS КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-93	HV КАБЕЛЬ, DET	
	225-10466-94	CDD КАБЕЛЬ, DET	
	036-11271	О-кольцо, 4D P105	
	225-10464-91	УЗЕЛ ПЕРЕДАТЧИКА, CDD	
	225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	036-11218	О-кольцо, 4D P18	
МС ФИЛЬТР	225-01132	PIN/QP-5000	
	225-10407-91	КАБЕЛЬ, МС ФИЛЬТР	
	225-10408-91	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ1, PRE-ROD	
	225-10408-92	КОРОТКИЙ КАБЕЛЬ2, PRE-ROD	
	036-11266	О-кольцо, 4D P90	
	225-09148-92	ПЕРЕДАТЧИК	
	036-11218	О-кольцо, 4D P18	Для передатчика
	225-01373	КОРОТКАЯ ПРУЖИНА	
	225-10390-01	КОНЕЧНАЯ ПЛАСТИНА (PRE)	
	225-11659	PRE ROD	
	225-10401	ИЗОЛЯТОР	Для предварительного стержня
	225-10402	ВИНТ(PRE)	Для предварительного стержня
	225-10403	ХОМУТ	Для предварительного стержня
СИСТУМА ГАЗОВОЙ КАЛИБРОВКИ	225-10179-91	КРАН, SI	
	225-01559-91	КАПИЛЛЯР	
	035-62971-05	МУФТА, T-100SET	
	225-04257-91	СТЕКЛЯННАЯ АМПУЛА, 5 PCS	
	036-11203	О-кольцо, 4D P5	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Назв. блока	Но части	Название части	Замечание
ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА	200-20310-91	PB-1 ТРУБКА НИТИ НАКАЛИВАНИЯ	Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-20320-01	HiPace80	TMP Контроллер (Делитель потока) Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09517-01	RP E2M1.5 (100-120)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09517-02	RP E2M1.5 (220-240)	Без кабеля Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-11446-91	КАБЕЛЬ, MS-RP	Кабель для RP
	221-09895-09	ЭМБЛЕМА, AC 220 240 V	Для кабеля
	221-09895-10	ЭМБЛЕМА, AC 100 115 V	Для кабеля
	210-13532-71	ЭМБЛЕМА, RP1	Для кабеля
	204-30020-01	ГИБКИЙ НАКОНЕЧНИК, 16KF-18	Для роторного насоса
	035-06004-51	Центрирующее кольцо, KF10/16SNRCR	Для роторного насоса Рекомендуемый период замены – 3 года
	035-02415-01	ХОМУТ, 10/16KF	Для роторного насоса. Рекомендуемый период замены – 3 года
	016-31697-03	HOSE, PVC CHEMIFLEX 19X26	
	037-61024	ГИБКИЙ ДЕРЖАТЕЛЬ, HB-1-28	
	017-30290-11	Масло для смазки BARRIERTA IS/V	
	225-11676	Прямой соединитель, KF16-#15	
	035-06004-22	Центрирующее кольцо, KF16SVCR	Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-09588-07	DN63 заслонка с центрирующим кольцом	Центрирующее кольцо с резьбой для модели SE Рекомендуемый период замены – 3 года
	036-11271	О-кольцо, 4D P105	О-кольцо передней двери. Рекомендуемый период замены – 3 года
	225-10125	ПЕРЕДАТЧИК 12P	
	036-11243	О-кольцо, 4D P40	О-кольцо передней двери
	225-10116-41	ПРОТОЧНЫЙ КРАН	
	036-11203	О-кольцо, 4D P5	

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Название блока	Но элемента	Название элемента	Комментарий
Блок питания	225-21290-42	УЗЕЛ БЛОКА ПИТАНИЯ (S)	
	074-80422-01	Устройство питания, LEA50F-5	
	074-80422-51	Устройство питания, LEA50F-24	
	074-80424-01	Устройство питания, LEA150F-24	
	225-21280-41	PCB УЗЕЛ LED-A-RO	
	225-21200-41	PCB УЗЕЛ, Упр. насоса-A-RO	
	225-10333-91	FAN ASSY POWER	
HV PCB	225-21100-41	HV PCB ASSY	
RF PS	225-21040-41	RF PS ASSY, QP2010U	
	225-21060-41	PCB ASSY, RF DIFF-A-RO	
	225-10296-91	FAN ASSY	
MAIN CTRL	225-21080-41	PCB ASSY, MAIN CTRL-A-RO	
CPU PCB	225-21000-41	PCB ASSY, CPU-A-RO	
IS CTRL	225-21150-42	IS CTRL-A ASSY	
DC POWER	225-21130-41	DC POWER-A-RO	
PRE AMP	225-21030-41	PCB ASSY, PRE AMP-A-RO	
КАБЕЛЬ	071-60825-51	CORD, PHP-206S+PHS-3	Для 220 V – 240 V
	071-60816-12	CORD, UC-975-N01	Для 100 V – 115 V
	088-50825-30	USB Кабель (5 м)	
	088-50825-31	USB Кабель (5 м)	
	088-50906-11	RS232C Кабель	

D.1.3 Набор инструментов (опция)

Название блока	Но элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) 225-20051-91	086-03047-02	Гаечный ключ 10x12	2 шт
	086-03047-01	Гаечный ключ 6x8	2 шт
	221-46977	Отвертка, SPL-2010	1 шт
	016-16111-01	Пинцет	1 шт
	086-11002	Отвертка, TORQUE #2 100 мм	1 шт
	086-12011	Торцевой ключ, 4.0	1 шт
	086-10403	Отвертка, MINUS 100 мм	1 шт
	225-20801-01	Гаечный ключ 3/16x1/4 AF	1 шт
	225-10194-91	ЗАЖИМ, IS	1 шт
	225-01453-94	ЗАЖИМ для колонок (для I/F)	1 шт
	225-01453-95	ЗАЖИМ для колонок (для INJ)	1 шт
	221-50595-91	Нож для обрезания капил. трубки	1 шт
	086-10530-01	Шестигранный ключ, 006-1,5 мм	1 шт
	026-11007-02	Параллельный пин, SUS304 1x12	1 шт
	221-35566-92	G-образная холостая гайка	1 шт
	018-20211-11	Липкая лента, желтая	1 шт

D.1.4 Набор расходных материалов (опция)

Название блока	Но элемента	Название элемента	Комментарий
Набор инструментов (опция) 225-20051-91	221-34121-94	МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ФИЛЬТР, /SPL-14	1 шт Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-42559-92	УЗЛОВОЙ ФИЛЬТР	2 шт Рекомендуемый период замены – 1 год
	221-48990	АУ УПЛОТНИТЕЛЬНОЕ КОЛЬЦО 5/PKT	1 шт
	221-35507-02	ДЕРЖАТЕЛЬ СЕПТЫ, (LB-2), 50/PKT	1 шт
	221-48876-03	Деактивир. стекл. вставка, SLESS	5/PKT
	225-20803-01	Деактивир. стекл. вставка, SPLIT	5/PKT
	036-11203-84	О-КОЛЬЦО, 4D P5, 5/PKT	2 шт
	670-15003-03	ФЕРРУЛА, GVF/004, 10/PKT	1 шт
	670-15003-04	ФЕРРУЛА, GVF/005, 10/PKT	1 шт
	670-11009	ГАЙКА, SSNE16/012, 5 PCS	2 шт
	225-10340-91	ФИЛАМЕНТ	2 шт
	221-34618	Шприц микролитровый	1 шт
	201-35183-84	ПРОКЛАДКА, AL, 100PC	1 шт
	225-01068	Изолятор	1 шт
	221-45177-91	Держатель плунжера (5 шт)	1 шт
	225-20804-91	Амбразивная ткань, кусочками	1 шт

Приложение D Расходные материалы и средства технического обслуживания
D.1 Расходные материалы и средства технического обслуживания

Эта страница специально оставлена пустой.

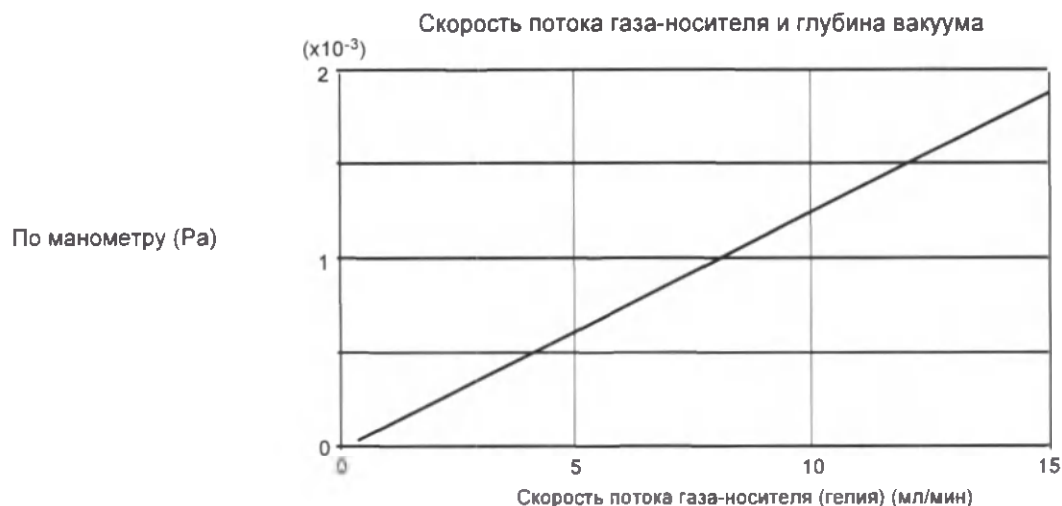
E.1 Характеристики вакуума

Следующий график отражает зависимость глубины вакуума от скорости потока газа-носителя. В зависимости от диапазона ионизации глубина вакуума может изменяться приблизительно на $\pm 20\%$.

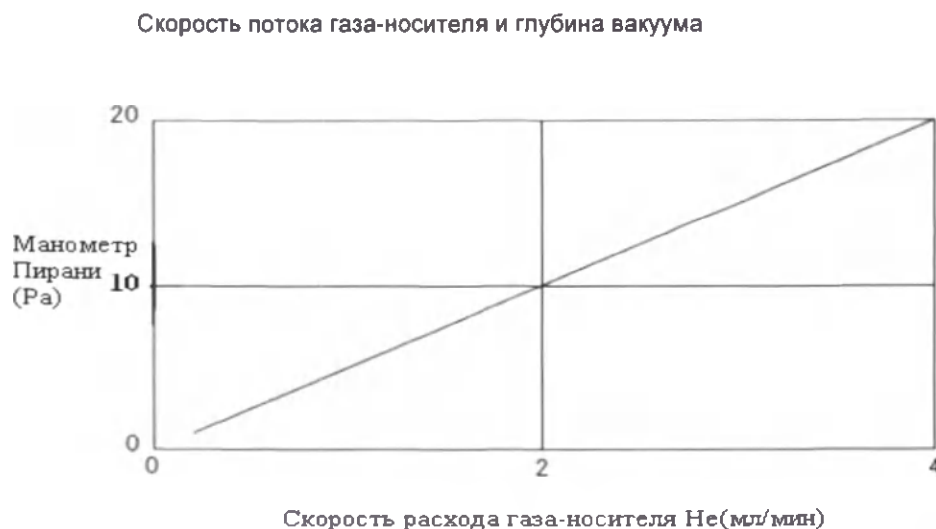
Существенное влияние может играть герметичность элементов вакуумной системы, особенно, при низких скоростях потока газа-носителя или в случае, если наблюдение было проведено сразу же после начала процесса вакуумирования.

Максимальное значение скорости газа-носителя в колонке при выполнении анализа соответствует 15 мл/мин (4 мл/мин для модели GCMS-QP2010SE). Если внутренний диаметр колонки 0.53 мм, необходимо использовать колонку длиной более 25 м.

E.1.1 GCMS-QP2010 Ultra

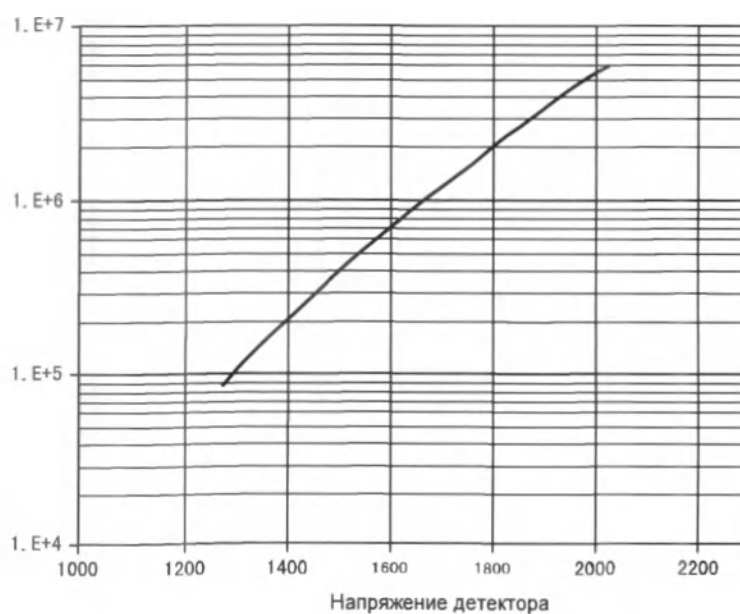


E.1.2 GCMS-QP2010SE



E.2 Коэффициент усиления детектора

Изображённый ниже характеристический график отражает усреднённые значения. В зависимости от детектора будут наблюдаться незначительные изменения.



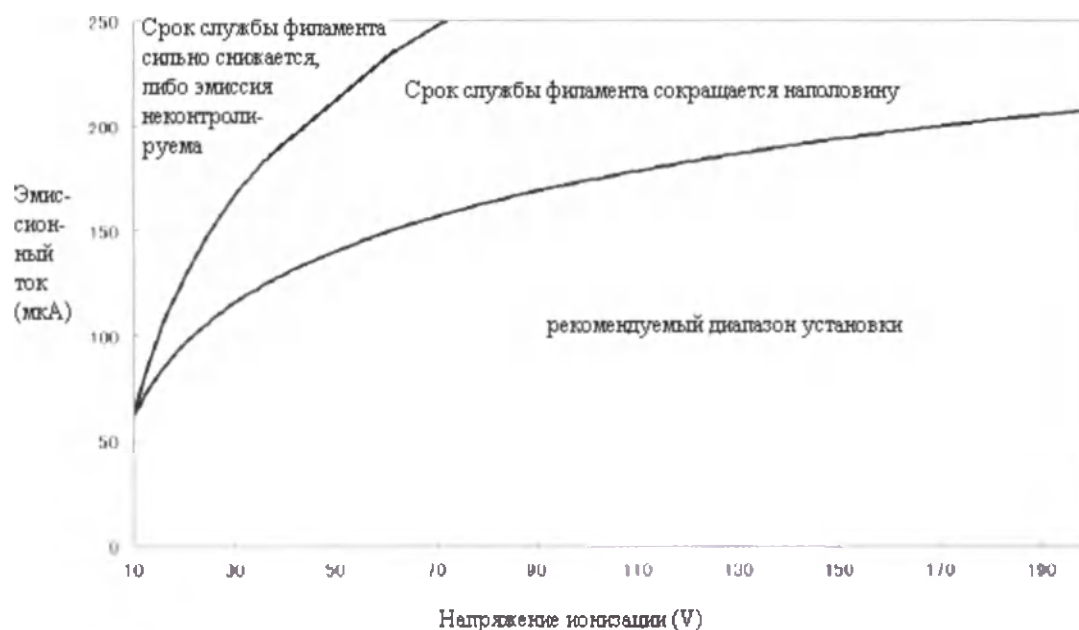
E.3

Напряжение ионизации/ток излучения и срок службы филамента

Напряжение ионизации и ток излучения могут быть изменены в процессе работы; однако, изменение параметров может существенно сказаться на работе нити накаливания. На графике продемонстрировано как влияет изменение параметров на срок службы нити накаливания.

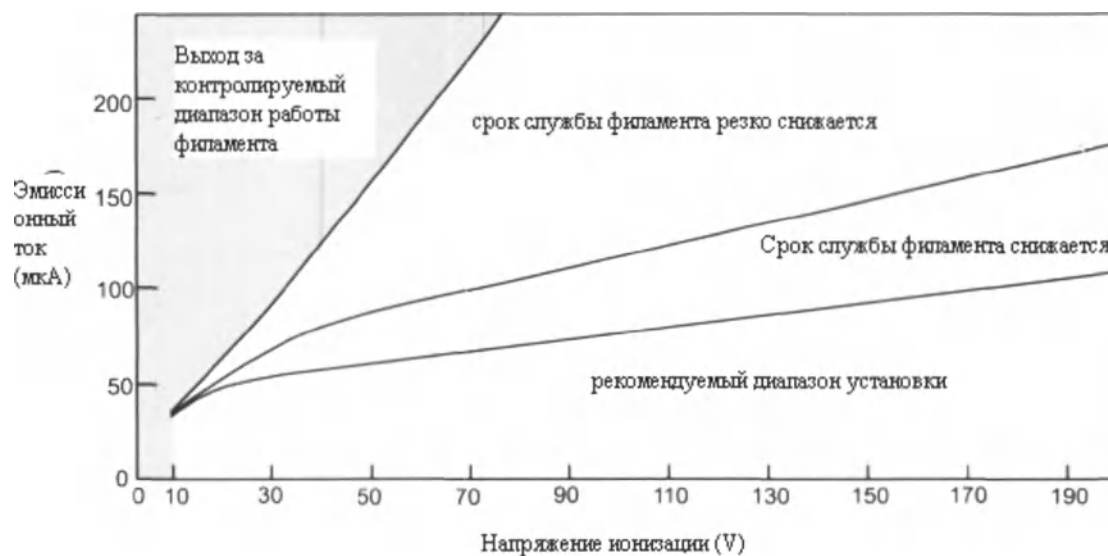
E.3.1 GCMS-QP2010 Ultra

Напряжение ионизации / Эмиссионный ток и срок службы филамента



E.3.2 GCMS-QP2010SE

Напряжение ионизации / Эмиссионный ток и срок службы филамента



Эта страница специально оставлена пустой.



F.1 Сокращения

AMU	Атомные единицы массы
AOC	Контроллер автоматической работы (автодозатор)
CPU	Блок центрального процессора
CRT	Катодно-лучевая трубка
EI	Ионизация по методу электронного удара (ЭУ)
eV	Электрон-вольты
GC	Газовый хроматограф (ГХ)
GC/MS	Газовый хроматограф / Масс-спектрометр (ГХМС)
I/F	Интерфейс
IS, ISTD	Внутренний стандарт
MC	Масс-хроматограмма, т.е. графическое изображение результата MS-анализа
MS	Масс-спектрометр, т.е. прибор
m/z	Отношение массы к заряду
NIST	Национальный институт стандартов и технологии
OS	Операционная система (ОС)
PC	Персональный компьютер (ПК)
PFTBA	Перфтортрибутиламин (ПФТБА)
RF	Радиочастота
RP	Роторный насос
SIM	Мониторинг по выбранным ионам
S/N	Соотношение сигнал/шум
SP/SPL	Расщепление / Без расщепления
TIC	Общая ионная хроматограмма
TMP	Турбомолекулярный насос

F.2 Словарь

A

Метод абсолютного времени удерживания

Это метод идентификации пиков. Пик идентифицируется в случае, если он попадает в интервал или окно, определённое на основе заданного ранее ориентировочного времени удерживания. Этот часто используемый метод не требует опорных пиков. При использовании метода абсолютного времени удерживания пик идентифицируется при реализации связи, указанной ниже.

$$\left(\begin{array}{c} \text{Ориентир. время} \\ \text{удерживания пика} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{Реальное время} \\ \text{удерживания пика} \end{array} \right) < \left(\begin{array}{c} \text{Допустимый интервал/окно} \\ \text{времени удерживания пика} \end{array} \right)$$

См. также: Метод окна времени, метод временного интервала

А.е.м. (атомные единицы массы)

Представляют собой единицы измерения масс атомов, определённые как 1/12 массы атома углерода C^{12} . Масса атома углерода C^{12} имеет точное значение равное 12 а.е.м.. Атомная масса водорода равна 1.007825.

АОС

Представляет собой один из автодозаторов, работающих совместно с ГХ системой. Автодозатор последовательно вводит образцы в испаритель газового хроматографа. Ввод пробы надёжен и автоматизирован.

Нормализация по площадям

См. Метод нормализации.

Автонастройка

Программа автонастройки автоматизирует установку параметров ионных линз. Вводится калибровочный газ ПФТБА, и напряжение линз ионного источника, параметры RF и напряжение анализатора регулируются автоматически. Пользователь может редактировать условия настройки для регулировки разрешения, калибровки по массе и регулировки чувствительности. Окончательные результаты настройки печатаются и могут быть сохранены в виде файла настройки.

Метод усреднённой RF

Это тип калибровочной кривой при количественном анализе. Анализируется до 64 различных концентраций стандартного раствора. В начале, рассчитываются линейные кривые, проходящие индивидуально через каждую точку и начало координат. Далее, определяется среднее значение наклона каждой линии. Результирующая прямая должна проходить через начало координат. Если имеется только один калибровочный уровень, строится простая кривая, проходящая через эту точку и начало координат. Каждая точка представляет собой усреднённое значение по нескольким повторным измерениям (до 10 измерений).

В

Вычитание фона

Полученные данные содержат некоторый уровень фоновых шумов. В процессе вычитания фона происходит удаление фонового спектра (обычно, спектр базовой линии) из измеренного (обычно, спектр в окрестности вершины пика), образуя единичный спектр. Это наиболее важно при выполнении качественного анализа.

Метод полосы идентификации

См. Метод временного интервала.

Базовый пик

В масс-спектре относительная интенсивность каждого иона обычно определяется с использованием некоторого «стандарта» или «базового» пика, т. е. пика, имеющего в спектре максимальную интенсивность.

Выполнение серии

- (1) Каждая строка в таблице выполнения серии содержит аналитические параметры и параметры ввода образца. После выполнения серии анализов, автоматически выполняется обработка данных и печать отчёта.
- (2) Также существует возможность ~~выполнить обработку полученных данных~~ **выполнить обработку полученных данных** ~~вручную~~ **вручную** ~~при включении прибора~~ **при включении прибора**.

Билатеральный метод

Билатеральный фильтр это фильтр скользящего среднего значения и используется для поиска скользящего среднего заданного числа точек данных и проанализирует тенденцию как изменятся все данные. По скользящему среднему, только разница во времени является основой взвешивания, производимое при расчете среднего значения. Однако, когда билатеральный фильтр используется, весовые коэффициенты в зависимости от разницы в интенсивности данных также используются.

Затвор

Это вспомогательная часть газового хроматографа, используемая для запираания линий потока газа-носителя или линий деления/продувки. Это также относится и к глухой гайке (blind nut).

С

Градуировочная кривая

Эта кривая отображает связь между концентрацией компонента и значением площади или высоты пика, полученных для данного компонента в ходе анализа. В программном обеспечении GCMSsolution, горизонтальная ось содержит значения концентрации компонента, а вертикальная – значение площади или высоты. Калибровочная кривая используется при количественном анализе неизвестных образцов.

Капиллярная колонка

Представляет собой тонкую трубку (капилляр), сделанную из кварцевого стекла; внутренняя поверхность капилляра покрыта химически связанной стационарной жидкой фазой, внешняя – специальным полиамидным материалом, сохраняющим капилляр от излома. Колонка разделяет компоненты пробы, вводимые в инжектор газового хроматографа. Исключение составляют образцы, вводимые с помощью DI (опция). В данном случае колонка позволяет разделить все образцы.

В стандартной конфигурации, GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE имеет колонки с внутренним диаметром менее 0.32 мм. Максимальная скорость потока газа носителя GCMS- QP2010 Plus составляет 15 мл/мин (4 мл/мин для модели GCMS-QP2010 SE).

ХИ (Химическая ионизация)

Представляет собой метод ионизации, в котором ионизация молекулы образца происходит за счёт химического взаимодействия с газом-реагентом. По сравнению с методом электронного удара (ЭУ) в данном случае получается меньше пиков, но, поскольку ХИ – метод "мягкой" ионизации (со сложным механизмом ионизации), он имеет ряд преимуществ, заключающихся в возможности получения информации о молекулярной массе соединений, которые не могут быть проанализированы методом ЭУ.

При детектировании отрицательных ионов, этот метод называется химической ионизацией отрицательных ионов (NCI).

Канал

См. Группа.

Хроматограмма

Это графическое изображение, полученное при детектировании компонентов, элюируемых из хроматографической колонки.

Конденсация

Капли воды могут скапливаться на внутренних поверхностях и корпусе прибора. Конденсация опасна для прибора. Будет внимательны во время эксплуатации прибора.

Определитель соединений

Определяет наличие целевого компонента в матрице образца. Поскольку в данном случае используется совпадение спектров, необходимо, чтобы стандартный спектр и спектр целевого компонента были зафиксированы в таблице соединений.

Расходные материалы

Это части, которые изнашиваются в течение эксплуатации GCMS-QP2010 Ultra GCMS-QP2010 SE, такие, как септа испарителя ГХ или нить накаливания источника ионов. Следите за техническим состоянием этих частей.

Переносной вторично-эмитирующего электрод (динод)

Переносной динод расположен на входе в детектор. Благодаря высокому напряжению электрода, он эффективно конвертирует положительный ионы в электроны или отрицательные ионы в положительные в соответствии с полярностью. Это увеличивает чувствительность, особенно при большом диапазоне масс, и способствует определению отрицательных ионов. Он используется в качестве детектора в GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE.

Метод исправленной нормализации по площадям

Этот метод позволяет проводить количественный анализ любого пика в соответствии с калибровочной кривой внешнего стандарта, затем определяется процентное содержание каждого компонента относительно общего содержания. Для получения дополнительной информации см. Приложение А "Обработка пиков и действия с масс-спектром" на стр. 253.

Метод исправленной нормализации по площадям с поправочным коэффициентом

Этот метод позволяет вычислять содержание компонентов, используя общую площадь (высоту) пиков в качестве поправочного коэффициента (фактор разбавления), не допуская того, что суммарное содержание компонентов равно 100 (концентрация выражается в процентах от общего содержания компонентов.) Для получения дополнительной информации см. Приложение А "Обработка пиков и действия с масс-спектром" на стр. 253.

D

База данных

См. Библиотека.

Детектор

Это устройство, конвертирующее измеренные характеристики образца в электрический сигнал. Образец ионизируется и проходит через камеру источника ионов. Ионы разделяются по массам с помощью квадруполя и затем детектором конвертируются в электрический сигнал. В GCMS-QP2010 Plus используется электронный умножитель с конверсией вторичного излучения.

DI (Прямой ввод образца)

Образцы напрямую вводятся в MS (МС) с помощью DI устройства. В устройстве происходит испарение образца; разделения на ГХ-колонке не происходит.

E

EI (Ионизация по методу электронного удара)

Это общий метод ионизации молекул образцов. Электроны от нити накаливания разгоняются до 70eV и попадают в ионизационную камеру, где происходит их соударение с молекулами образца. Поскольку это метод "жёсткой" ионизации, молекулы легко распадаются, и образуются фрагментарные частицы (осколочные ионы). Информация о структуре соединения извлекается именно из этих осколочных ионов, что, в свою очередь, позволяет осуществлять библиотечный поиск по масс-спектрам. Это хорошо воспроизводимый и надёжный метод для качественного и количественного анализа.

Электрон-вольты (eV)

Это энергия, затрачиваемая электронами для ионизации молекул или атомов.

Ток излучения (эмиссии)

Нить накаливания нагревается за счёт пропускания через неё относительно большого тока. В том случае, если пропускаемый ток превосходит значение, необходимое для нагрева нити накаливания, происходит высвобождение электронов за счёт термической эмиссии. Ток эмиссии очень мал по сравнению с током нагрева (приблиз. 75 мА), и имеет постоянное значение за счёт электронного контроля. Большинство электронов от ионизатора движется к специальной ловушке или накопительному электроду. Накопленный ток всегда меньше излученного.

Скорость вакуумирования

Характеризует способность вакуумного насоса создавать разряжение.

Событие

Режим получения данных устанавливается для конкретного События. Для каждой группы может быть задано до двух событий. Устанавливается режим получения данных События 1 для сканирования, и SIM для События 2. Если задано два события, то в таблице SIM (МС параметр) в виде последовательных двух строк для времени начала и окончания следует задавать одинаковые значения.

Время события

Это интервал получения данных для каждого события. В том случае, если в группе задано только одно событие, Время События совпадает с диапазоном получения данных. Если задано два события, суммарное Время События для режима Сканирования и режима SIM превращается в диапазон получения данных для всей группы.

Метод внешнего стандарта (метод абсолютной градуировки)

В этом методе количественного анализа концентрация целевого компонента рассчитывается на основе построенной ранее калибровочной кривой, отображающей связь между концентрацией компонента в стандартном растворе и значением площади или высоты пика этого компонента. Анализ неизвестных образцов осуществляется при тех же условиях. После этого по калибровочной кривой определяется значение концентрации компонента в образце. При использовании этого метода, условия анализа неизвестных образцов должны точно совпадать с условиями анализа стандартных растворов. Вводимые объёмы должны быть постоянны, поскольку точность метода напрямую зависит от этого параметра. Для получения дополнительной информации см. Приложение А "Обработка пиков и действия с масс-спектром" на стр. 271.

F

Проходной конденсатор

Представляет собой разъем, через который электрические сигналы поступают в вакуумную камеру МС.

Филамент (Нить накаливания)

Нить накаливания сделана из рения. Соединённая с камерой источника ионов, она генерирует поток электронов, необходимый для ионизации образцов. Имеется две нити накаливания, поэтому, если возникают неполадки с одной из нитей, оператор производит переключение на другую нить накаливания.

Файл

В компьютерной терминологии файлом называется набор данных, составленный в единичный блок. В программном обеспечении GCMSsolution, данные, условия настройки, методы, таблицы выполнения серии, форматы отчётов и библиотеки представлены в виде файлов, и сохранены в памяти компьютера со следующими расширениями:

Файл данных (*.QGD)

Файл настройки (*.QGT)

Файл метода (*.QGM)

Файл таблицы выполнения серии (*.QGB)

Файл формата отчёта (*.QGR)

Файл библиотеки (*.LIB)

Формат (формат отчёта)

В программном обеспечении GCMSsolution можно распечатать различные типы отчётов, включая метод, результаты обработки данных или результаты библиотечного поиска.

G

ГХ параметры давления

Параметры давления точно контролируют давление газа-носителя, проходящего через хроматографическую колонку на каждой стадии анализа.

ГХ температурные параметры

Температурные параметры точно контролируют температуру термостата колонок на каждой стадии анализа. Также задаётся температура инжектора и испарителя.

Основа

С целью безопасности необходимо, чтобы во время работы GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE располагался на твёрдой основе.

Группа (канал)

Состоит из масс ионов, измеренных в течение временного диапазона SIM анализа. Обычно для каждого присутствующего компонента используются различные группы.

Единичные анализы могут быть сгруппированы по периодам времени. Временные интервалы относятся как к группам, так и к каналам. Может быть использовано до 128 групп; для каждой группы может быть установлено до 64 масс ионов. Поэтому, можно вести наблюдение до 128×64 или 8,192 масс ионов.

Индекс поиска

С помощью этого метода поиска можно извлекать информацию из заданного файла библиотеки на основании указанного индекса поиска, или список критериев для фильтрации полученной информации.

Интерфейс (поверхность контакта)

См. Перевод линии интерфейса

Метод внутреннего стандарта

Внутренний стандарт добавляется к каждому образцу, а также к стандартному раствору. Вначале строится калибровочная кривая, отражающая зависимость чувствительности от массового соотношения для пика целевого компонента в стандартном растворе относительно пика внутреннего стандарта. Концентрация целевого компонента в пробе рассчитывается с применением этой калибровочной кривой к соотношению площади или высоты пика неизвестного образца. Этот метод видоизменяется при различных аналитических условиях.

Ионизация

Это процесс отщепления одного или более электронов от молекулы или атома с образованием положительно заряженного иона. В GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE колонка разделяет компоненты введённой пробы, после чего происходит ионизация. Хотя ЭУ и используется как стандартный метод, ХИ и ХИ отрицательных ионов (NCI) также используются в качестве дополнительных методов ионизации.

Источник ионов

В этом блоке происходит ионизация элюируемых из колонки соединений. Он состоит непосредственно из источника ионов и линзы 1.

Ионизатор

Ионизатор включает в себя источник ионов и набор линз. Используется для ионизации молекул образца и прямого перевода ионов в квадруполь.

L

Набор линз

Линза 2, линза 3 и линза 4 образуют набор линз, который существенно повышает скорость образования ионов, направляя их в квадруполь.

Уровень

Программное обеспечение GCMSsolution позволяет строить калибровочную кривую по 64 точкам. За каждой калибровочной точкой закреплён конкретный калибровочный уровень. Каждый калибровочный уровень представляет собой усреднённое значение по 10 повторным измерениям.



Рисунок F.1 Калибровочные уровни

Библиотека (файл библиотеки)

Представляет собой сборник масс-спектров, используемый для идентификации соединений. Файлы библиотеки включают в себя общедоступные файлы, такие как база данных NIST и скрытые файлы библиотеки, которые создаются конкретными пользователями. При выполнении поиска, подходящие масс-спектры извлекаются из заданных библиотечных файлов.

Библиотечный поиск (поиск по совпадению)

Масс-спектр неизвестного соединения сравнивается со спектром файла библиотеки (базы данных); отображаются спектры, максимально совпадающие со спектром неизвестного образца. Вдобавок, масс-спектры могут быть выбраны из библиотечных файлов, используя определённые индексы поиска (индекс поиска).

Линейный

Это тип калибровочной кривой, используемой при количественном анализе. Анализируется до 64 концентраций стандартного образца, далее по методу наименьших квадратов строится линейная калибровочная зависимость. Если имеется только один калибровочный уровень, калибровочная зависимость представляет собой простую прямую линию, проходящую через одну точку и начало координат. Если имеется два и более калибровочных уровня, и отсутствует пересечение с началом координат, калибровочная кривая проходит через две и более точек. В других случаях, линейная зависимость строится по методу наименьших квадратов. Каждая точка представляет собой усреднённое значение по нескольким повторным измерениям (до 10 измерений).

М

Главная трубка

См. Квадруполь.

Средства технического обеспечения

Представляют собой средства, необходимые для сохранности и правильной работы GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE. Они не требуют частой замены, но их следует сразу же заменять при ухудшении технических характеристик прибора.

Калибровка по массе

Для получения спектра используется калибровочный стандарт, такой как ПФТБА. В течение сканирования спектра ПФТБА, точное время детектирования известных массовых пиков (примерно 20 пиков) сопоставляется с точным значением масс этих пиков. Подобная калибровка по массам позволяет идентифицировать пики на масс-спектре по временам детектирования этих пиков.

Образец массы

В GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE в качестве образца массы может использоваться любой образец.

Адаптация образца массы представляет собой процесс корректировки масс-спектра (необработанных данных), полученного с помощью квадрупольного масс-спектрометра, используя образцы массы магнитного поля масс-спектрометра в качестве стандарта. Иначе, образцы, полученные с помощью квадрупольного масс-спектрометра, будут отличаться от тех, что получены с помощью магнитного поля, даже если масс-спектры идентичны.

Масс-спектр

Представляет собой графическую зависимость интенсивности пиков ионов от отношения m/z .

Широкая колонка

Название, используемое для капиллярной колонки диаметром 0.5 - 0.53 мм.

Метод

Представляет собой совокупность параметров, необходимых для управления блоками МС и ГХ, а также получения и обработки данных. Методы сохраняются в памяти компьютера в виде файлов метода. Преимущества использования методов указаны ниже.

- (1) Когда анализируемые образцы сходны с теми, что анализировались ранее, анализ может выполняться по ранее разработанному методу без изменения параметров.
- (2) С помощью использования Таблицы серии, автоматизированные анализы могут выполняться, используя различные методы для каждого образца с применением автодозатора.
- (3) Поскольку параметры анализа и параметры обработки данных могут сохраняться в виде единого файла, процесс управления данными упрощается.

Файл метода

Это файл, используемый для сохранения метода, заданного в окне "Данные" или в режиме Разработка метода. Файл метод сохраняется с расширением .qgm.

Молекулярная формула

Это химическая формула, отражающая количество и тип атомов в молекуле, но не дающая информацию о структуре.

Молекулярный ион

Молекулярный ион образуется при потере в молекуле одного электрона без разрыва межмолекулярных связей. Поскольку многие соединения содержат изотопы, молекулярный вес соединения и величина отношения m/z пика молекулярного иона определяются для пика наиболее распространённого изотопа, имеющего максимальное значение m/z в спектре. Для бензола, который имеет интенсивные пики с массовыми отношениями m/z 79 и m/z 80, молекулярному иону приписывается масса, равная 78.

Метод относительного времени удерживания с несколькими пиками сравнения

Когда наблюдается достаточно большой сдвиг времени удерживания, существует возможность проведения корректировки с помощью выбора нескольких опорных пиков. В этом методе, пики классифицируются по несоединённым зонам. Для каждой зоны задан опорный пик. Пики в пределах зоны идентифицируются на основе пика сравнения.

См. также Метод относительного времени удерживания.

m/z (отношение массы к заряду)

Это значение, которое получается при делении массы иона на его электрический заряд.

N

Узкая капиллярная колонка

Это общее название для капиллярных колонок с внутренним диаметром 0.2 - 0.25 мм. Это стандартная колонка, используемая в GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010 SE.

Химическая ионизация отрицательных ионов (NCI)

См. ХИ (Химическая ионизация)

Игольчатый клапан

Это клапан, с помощью которого осуществляется ежеминутное регулирование потока.

НИСТ (NIST)

Это буквенная аббревиатура Национального института стандартов и технологии (US).

Метод нормализации (нормализация по площадям)

Площади (высоты) всех детектируемых пиков суммируются, и вычисляется процентное содержание того или иного компонента, как отношение площади (высоты) пика этого компонента к суммарному значению. См. также Метод исправленной нормализации по площадям.

О

О-кольцо (уплотнительное кольцо)

Это резиновое кольцо, которое устанавливается на поверхности раздела между определёнными типами соединительных элементов, например, на соприкасающихся поверхностях между дверцей и корпусом анализатора. О-кольцо обеспечивает герметичность двух соприкасающихся поверхностей и сохраняет вакуум.

ОС (Операционная система)

Это программное обеспечение, которое эффективно управляет общей работой компьютера и всеми ресурсами. Всё программное обеспечение GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE находится под управлением операционной системы MS- Windows, одной из типов ОС.

Р

Профиль пика

Это относится к необработанному пику масс-спектра, отображённого в окне "Peak Monitor (Отображение пика)". Во время сканирования, масс-спектр получается при обработке этого необработанного пика.

Отчёт по пику

В программном обеспечении GCMSsolution существует возможность отображения и(или) печати результатов обработки пика и данных количественного анализа в виде таблицы данных. Эта таблица называется отчётом по пику.

ПФТБА (PFTBA)

Это буквенная аббревиатура перфтортрибутиламина. ПФТБА – один из стандартных образцов, который обычно используется в масс-спектрометрическом анализе при определении ионов с массами до 700. ПФТБА используется при выполнении регулировки разрешения и чувствительности прибора (образец массы или целевая масса), а также при построении калибровки по массе. Молекулярная масса: $(C_4F_9)_3N$

Поточечная калибровочная кривая

Это тип калибровочной кривой при выполнении количественного анализа. Анализируется до 64 различных концентраций стандартного раствора, и строится поточечная калибровочная кривая. При выборе данного типа калибровочной кривой градуировочный коэффициент в таблице количественного анализа не отображается, и, в принципе, не может быть задан. Если имеется только один калибровочный уровень, калибровочная зависимость представляет прямую линию, проходящую через одну точку и начало координат. Если имеется два и более калибровочных уровня, кривая строится от точки к точке, причём начальная линия должна проходить через начало координат. Каждая точка представляет собой усреднённое значение по нескольким повторным измерениям (до 10 измерений).

Pre-amp

pre-amp усилитель выходного тока из вторичного электронного умножителя.

Предварительные стержни

См. Квадруполь.

Частная библиотека

См. Библиотека.

Платиновый сенсор (Pt-сенсор)

Платина используется как температурный сенсор, поскольку её сопротивление существенно зависит от температуры. Например, Pt-сенсор используется при контроле температуры поверхности линии перехода.

Продувочный канал

Это выходное отверстие газа-носителя продувочной линии GC-2010 Plus. Соединяет счётчик потока пузырьков с выходным отверстием с целью проверки скорости продувочного потока.

Q

Квадратичный/кубический

Это тип калибровочной кривой при количественном анализе. Анализируется до 64 различных концентраций стандартного раствора, и по методу наименьших квадратов строится калибровочная кривая второго (квадратичная) или третьего (кубическая) порядка. Для построения квадратичной кривой необходимо три или более калибровочных точек. Для кубической – четыре или более. Если есть три точки, калибровочная кривая рассчитывается по квадратному уравнению, если две и менее – по линейному. Каждая точка представляет собой усреднённое значение по нескольким повторным измерениям (до 10 измерений).

Квадрупольный масс-фильтр

При воздействии на квадрупольную трубку радиочастотным излучением или DC-напряжением возникает электромагнитное поле, создавая масс-фильтр, который позволяет пропускать только ионы с заданной массой.

Квадрупольный масс-спектрометр

Квадрупольный масс-спектрометр включает в себя ионный источник, четыре квадрупольные трубки и детектор (Рисунок ниже). Поскольку ионы проходят через квадруполь, они разделяются по массам.



Рисунок F.2 Схема квадрупольного масс-спектрометра

Квадрупольные трубки

Четыре квадрупольные трубки, связанные в пары, формируют гиперболическое электрическое поле. В главной трубке используется как радиочастотное излучение, так и DC-напряжение. В GCMS-QP2010 Plus также применяются предварительные стержни, где используется только радиочастотное излучение. Это позволяет сохранить главный квадруполь чистым и увеличивает ионные переходы.

Количественный анализ

Представляет собой процесс определения концентрации компонента или соотношения концентраций компонентов в образце. Количественный анализ в программном обеспечении GCMSsolution может быть выполнен несколькими методами.

R

Ссылка

См. Тип (Выбранный тип в методе).

Ион сравнения

Соотношение интенсивностей ионов сравнения может быть использовано совместно со временем удерживания для идентификации соединений. До 5 ионов сравнения может быть задано для сравнения с базовым пиком в спектре соединения. Для идентифицируемых соединений, каждый ион сравнения должен быть в пределах заданного диапазона относительной интенсивности, сопоставленной с целевым ионом.

Метод относительного времени удерживания

В этом методе идентификация выполняется после корректировки дрейфа времени удерживания для каждого пика. Сначала заданный пик сравнения идентифицируется по методу абсолютного времени удерживания; затем целевые пики идентифицируются по относительному времени удерживания. К тому же, корректировка действительного времени удерживания целевого пика осуществляется с помощью расчёта отношения, основанного на сдвиге времени удерживания пика сравнения.

См. также Метод опорного относительного времени удерживания.

Отражающий электрод

Электрод, который выталкивает ионы из корпуса ионного источника.

Разрешение

Разрешение выражает степень разделения двух смежных пиков. Корректировка разрешения осуществляется изменением ширины пика на масс-спектре. При выполнении анализа с помощью квадрупольного МС величина разрешения определяется следующей формулой.

$$R = \frac{W}{\Delta W} \times \frac{M}{\Delta M}$$

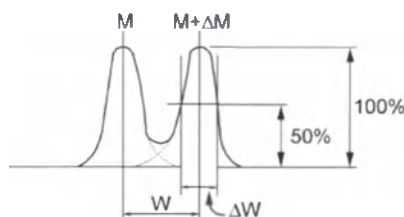
R: Разрешение

M: масса измеренного пика

ΔM : Разность масс между измеренным и смежным пиком

W: Интервал между измеренным и смежным пиком

ΔW : Ширина измеренного пика



Для квадрупольного МС, используется следующее выражение.

$$\frac{W}{\Delta W} \times \frac{1}{\Delta M} \times M$$

В случае, когда описанное выше выражение равно 2, произведение высоты пика выражается следующим образом:

$$\frac{W}{\Delta W} \times \frac{1}{\Delta M} = 2M$$

RF накопитель энергии

Это накопитель энергии, который генерирует высокий уровень частоты напряжения и напряжение прямого тока, используемого в квадруполе.

Роторный насос

Представляет собой роторный вакуумный насос. Он создаёт вакуум до 10^{-3} мм рт.ст., и используется в качестве обратного насоса в турбомолекулярном насосе. В стандарт-ной конфигурации GCMS-QP2010 Ultra / GCMS-QP2010SE используется один роторный насос, но, если подключены блоки DI или CI, требуется дополнительный роторный насос.

См. также Скорость вакуумирования.

S

Тип образца

(Задаётся в Таблице серии и Журнале образца)

Образцы разделены по типам в соответствии с целями анализа, как показано ниже:

Неизвестный: Образец неизвестного состава и концентрации. Расчёт концентрации выполняется на основе предварительно построенной калибровочной кривой.

Стандартный: Введение стандартного раствора известной концентрации; используется для построения калибровочной кривой. Способ добавления калибровочных точек также выбирается.

Инициализированная калибровочная кривая:

Вся информация о предыдущей калибровочной кривой удаляется. Обычно, этот режим используется для установления первого стандартного образца в таблице серии.

Добавочный калибровочный уровень:

Калибровочные точки создают уровень, обозначенный с помощью столбца номера уровня. Если на этом уровне уже имеются точки, происходит усреднение результатов с предыдущими.

Перемещение калибровочного уровня:

Калибровочная точка относится к уровню, указанному в столбце номера уровня. Если на этом уровне уже имеются точки, предыдущие результаты удаляются и создаются новые калибровочные точки.

Контрольный: Стандартный раствор или QA/QC образец в разделе свойств файла данных обозначается как контрольный. Обработка одинакова, как и в случае неизвестного образца.

Без добавки: Неизвестный образец без добавки.

С добавкой: К неизвестному образцу добавляется известное количество стандарта. Процентное содержание добавки рассчитывается с использованием образца без добавки, который анализируется сразу же после образца с добавкой.

Стандартный: Используется, когда функция QA/QC требует расчёта содержания внутреннего стандарта (ISTD %).

Метод Савицкого-Голея

Цифровой фильтр для сглаживания, который используется в методе наименьших квадратов. По сравнению с методом вычисления среднего значения, этот метод позволяет облегчить передачу высокочастотных сигналов компонентов, но вызывает повышенные шумы.

Сканирование

Это процесс анализа масс-спектров с помощью постоянного изменения радиочастотного излучения или DC напряжения в одном направлении. Диапазон изменения называется Временем события, а скорость изменения – скоростью сканирования. Если диапазон сканированных масс от 10 до 610 при Времени события 0.1 сек., скорость сканирования составляет 6,000 а.е.м./секунду.

Скорость сканирования

См. Сканирование.

Индекс поиска

Представляет собой один из критериев, используемый для выполнения поиска. В программном обеспечении GCMSsolution в качестве индексов поиска могут быть использованы молекулярный вес, молекулярная формула, класс, индекс удерживания, базовый пик и название образца.

Регулировка чувствительности

Состоит из регулировки напряжения линз ионного источника, параметров RF и напряжения детектора для получения лучшей интенсивности и формы пиков для определённого массового пика ПФТБА, выбранного в диалоговом окне "Редактирование условий настройки".

Обдув септы

Это линия потока, находящаяся прямо под септой в инжекторе, которая используется для удаления газом-носителем любого загрязнения и следов растворителя из инжектора.

Кварцевый капилляр

Это капиллярная колонка, в которой кварцевое основание покрыто полиамидным материалом в качестве стационарной фазы. См. также Капиллярная колонка.

Мониторинг по выбранным ионам (SIM)

В этом методе детектируются только определённые массы. Как и МС, хроматограммы получаются для каждой массы. Детектируемые ионы задаются первоначально перед анализом. Поскольку количество детектируемых ионов ограничено, чувствительность детектирования очень высока, делая возможным измерение на уровне пикограммов.

Поиск по совпадению

См. Библиотечный поиск.

Метод промывки растворителем

В этом методе промывки в шприц для ввода проб вначале набирается растворитель, затем воздух и, наконец, образец, так, как показано на рисунке ниже. Этот метод часто применяется при использовании автодозатора АОС.

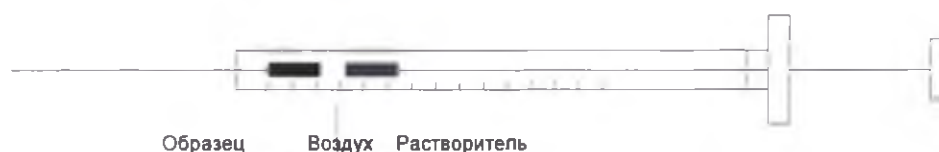


Рисунок F.3 Метод промывки растворителем

Ввод с делением потока

Эта методика ввода образца, предпочтительно, используется в капиллярной хроматографии, когда концентрация вводимого образца высока. Образец вводится в инжектор, где разделяется на два потока. Один поток вводится в аналитическую колонку, а второй удаляется из системы.

Непосредственный ввод

Эта методика ввода образца, предпочтительно, используется в капиллярной хроматографии, когда концентрация образца мала. Образец вводится в нагретый инжектор (испаритель), где растворитель испаряется, но не анализируемое вещество. Небольшое количество растворителя потоком вводится в относительно холодную колонку и конденсируется. Определяемый компонент собирается в конденсированном растворителе, находящимся в верхней части колонки. По истечении некоторого времени (времени ввода), открывается выходной клапан, и избыток растворителя удаляется обратно в испаритель. Затем запускается температурная программа термостата.

Выходной клапан

Это выходное отверстие газа-носителя в линии делителя потока. Соединяет счётчик потока пузырьков с выходным отверстием с целью проверки скорости промывочного потока.

Стандартная добавка

Сосуществование в образце нескольких компонентов, иногда, может искажать результаты концентрации по целевому компоненту. Это называется матричным эффектом. При использовании данного метода в равные количества анализируемого образца вводятся различные количества известного стандартного компонента, и производится расчёт концентрации. Другими словами, анализируется образец с добавкой и тот же самый образец с различным количеством стандартной добавки. Строится калибровочная кривая, где по оси X отложено количество добавленного стандартного образца и по оси Y площадь или высота пика. Далее производится количественный анализ

Т

Цель См. Тип (Выбранный тип метода).

Зоны контроля температуры (нагретые зоны)

Представляют собой компоненты системы с температурным контролем.

Общая ионная хроматограмма (TIC)

TIC представляет собой суммарную ионную интенсивность при заданном времени. TIC похож на хроматограмму, полученную с помощью газового хроматографа при использовании ПИД (Пламенно-ионизационного детектора) в качестве детектора.

Диапазон времени удерживания

В этом методе используется определённое время удерживания, охватывающее идентификацию каждого компонента. Допустимый диапазон времени удерживания = $\pm$ ДАПОЗОН ВРЕМЕНИ (минуты)

Если ожидаемое время удерживания равно 5.0 минут и диапазон времени удерживания равен 0.5 минут, допустимый интервал времени удерживания составляет 5.0 минут $\pm$ 0.5 минут, или от 4.5 минут до 5.5 минут. Преимущество этого метода заключается в том, что оптимальный диапазон времени удерживания может быть задан для каждого пика.

Этот метод полезен, когда ширина пика постоянна, как в ГХ анализе с программированием температуры.

Интервал времени удерживания

В данном методе задаётся точное время удерживания, охватывающее все пики, которые имеют долю в интервале времени удерживания. Этот интервал увеличивается со временем удерживания.

Допустимый интервал времени = $\pm$ (Ожидаемое время удерживания (мин) $\times$ интервал времени удерживания(%))

Если ожидаемое время удерживания равно 5.0 минутам и интервал времени удерживания 10 %, допустимый интервал времени удерживания составляет 5.0 минут $\pm$ 10 % или 5.0 минут, или от 4.5 минут до 5.5 минут. Этот метод прост, но имеет ограничения связанные с тем, что интервалы для каждого компонента могут накладываться друг на друга.

Этот метод используется при анализе, где ширина пика увеличивается со временем, как при изотермическом анализе.

Поверхность линии перехода

Это компонент, соединяющий капиллярную колонку с ионным источником.



Триазин

Это аббревиатура для трис(перфторгептил)-S-триазин. Используется, когда выполняется калибровка по массе или регулировка чувствительности для ионов с массами 1000 и меньше. Триазин коммерчески доступен.

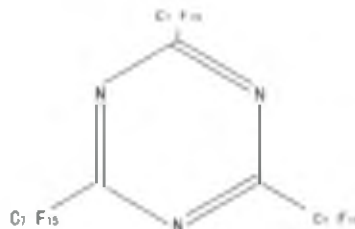


Рисунок F.4 Структурная формула триазина

Тип (Тип выбранного метода)

При выполнении идентификации и количественного анализа, стандартные соединения группируются по следующим типам в соответствии со способом их использования.

Целевой: Это соединение, которое является объектом количественного анализа

Внутренний стандарт: Это вещество известной концентрации, которое добавляется ко всем стандартным растворам и образцам с целью количественного анализа других компонентов в образце. Также называется IS.

Опорный: Это известное соединение, добавляемое ко всем стандартным растворам и образцам с целью идентификации других компонентов в образце. Ожидаемое время удерживания и действительное время удерживания опорного пика используется для относительной корректировки любого сдвига во времени удерживания. Может использоваться до 8 опорных соединений.

Внутренний и опорный стандарт: Вещество-внутренний стандарт также может использоваться в качестве опорного для корректировки времени удерживания.

Обнаружение: Выбирается при использовании Определителя соединений.

Настройка

Настройка представляет собой процесс оптимизации работы МС. Настройка МС выполняется в следующем порядке:

- (1) Подтверждение отсутствия аномалий в статусе прибора и отслеживание причин любых неполадок.
- (2) Определение оптимальных параметров работы.

Типы регулировок включают калибровку по массе, корректировку разрешения (ширины пика) и интенсивности. Корректировка интенсивности может быть выполнена с помощью регулировки чувствительности (по заданной целевой массе) или регулировки относительной интенсивности (адаптация образца массы).



Турбомолекулярный насос

Этот вакуумный насос поддерживает высокий вакуум в источнике ионов и анализаторе. Молекулы газа сталкиваются с движущимися лопастями ротора, направляя молекулы газа в строгое направление. Если молекулы сталкиваются с молекулами другого газа чаще, чем с лопастями ротора, насос останавливается. Поэтому дополнительно необходимо иметь другой тип насоса, обычно, это роторный насос.

См. также Скорость вакуумирования.

V

Апгрейд версии

Это относится к обновлению программного обеспечения.

Текущий номер версии программного обеспечения может быть проверен при выборе команды O6 GCMSsolution в меню Справка (Help) программного обеспечения GCMSsolution.

Расширительные феррулы

Эти ферулы сделаны из полиамидного материала, который надёжно предохраняет капиллярную колонку от течи.

W

Широкая капиллярная колонка

Обозначение капиллярных колонок с внутренним диаметром 0.32 мм. Может быть использована в стандартной конфигурации GCMS-QP2010 Ultra.

Метод интервала идентификации

См. Интервал времени удерживания.

Эта страница специально оставлена пустой.



Турбомолекулярный насос

Этот вакуумный насос поддерживает высокий вакуум в источнике ионов и анализаторе. Молекулы газа сталкиваются с движущимися лопастями ротора, направляя молекулы газа в строгом направлении. Если молекулы сталкиваются с молекулами другого газа чаще, чем с лопастями ротора, насос останавливается. Поэтому дополнительно необходимо иметь другой тип насоса, обычно, это роторный насос.

См. также Скорость вакуумирования.

V

Апгрейд версии

Это относится к обновлению программного обеспечения.

Текущий номер версии программного обеспечения может быть проверен при выборе команды Об GCMSsolution в меню Справка (Help) программного обеспечения GCMSsolution.

Расширительные феррулы

Эти феррулы сделаны из полиамидного материала, который надёжно предохраняет капиллярную колонку от течи.

W

Широкая капиллярная колонка

Обозначение капиллярных колонок с внутренним диаметром 0.32 мм. Может быть использована в стандартной конфигурации GCMS-QP2010 Ultra.

Метод интервала идентификации

См. Интервал времени удерживания.

Эта страница специально оставлена пустой.

Registered No : 970 2018

Certificate of acknowledgment of Notary

On this 29th day of November, 2018, before me, Kazunori Nakada a notary in and for the Tokyo Legal Affairs Bureau, personally appeared Gaku Furutani, with satisfactory evidence of his identification and of his being an agent of Satoshi Moriyasu, General Manager International Operations Department of Shimadzu Corporation, and in accordance with the Japanese Notary Act, stated that the principal, said Satoshi Moriyasu, had acknowledged affixing his signature to the attached document.

In witness whereof, I set my hand and seal

Kazunori NAKADA

Kazunori Nakada



認 証

株式会社島津製作所海外営業部部長である森安里志の代理人古谷岳は、本公証人に対し、上記森安里志が添付書面の署名を自らしたものであると承認している旨陳述した。

よって、これを認証する。

平成30年 11月 29日、本公証人役場において

東京法務局所属

公証人

Notary

中 田 和 範

Kazunori Nakada

証 明

上記署名は、東京法務局所属公証人の署名に相違ないものであり、かつ、その押印は、真実のものであることを証明する。

平成30年 11月 29日

東京法務局長

岩 山 伸 二

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: JAPAN
This public document
2. has been signed by Kazunori Nakada
3. acting in the capacity of Notary of the Tokyo Legal Affairs Bureau
4. bears the seal/stamp of Kazunori Nakada, Notary
Certified
5. at Tokyo
6. Nov.29.2018
7. by the Ministry of Foreign Affairs
8. 18-N~~0~~016831
9. Seal/stamp:
10. Signature



T. TANAKA

Toshie TANAKA

For the Minister for Foreign Affairs

Перевод с английского языка на русский язык

Перевод руководства пользователя «Газовый хроматомасс-спектрометр GCMS-QP2010 с принадлежностями, основной блок (одна из моделей): GCMS-QP2010SE/ GCMS-QP2010 Ultra/ GCMS-QP2010c Ultra/ GCMS-QP2010nc Ultra »

225-18479

Апрель 2010 г.

Печать: Бюро по юридическим вопросам г. Токио
НОТАРИУС
1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 КАЈІСНО СИЙОДА КУ)
ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

Личная печать компании на японском языке

Штамп:
/подпись/
Сатоси Мориясу
Генеральный директор
Подразделения международных отношений
Отдел аналитического и измерительного оборудования.

КОРПОРАЦИЯ ШИМАДЗУ
КИОТО ЯПОНИЯ
ОТДЕЛ АНАЛИТИЧЕСКОГО И ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ

НОТАРИАЛЬНОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

Сегодня, 29 ноября 2018 года, ко мне, нотариусу Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариусу бюро по юридическим вопросам г. Токио, лично явился Гаку Фурутани (Gaku Furutani) и представил убедительные доказательства его личности и статуса представителя Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), Генерального директора подразделения международных отношений и отдела аналитического и измерительного оборудования ШИМАДЗУ КОРПОРЕЙШН, и, в соответствии с Законом Японии о нотариате, заявил, что руководитель, вышеуказанный Сатоси Мориясу (Satoshi Moriyasu), собственноручно подписал и скрепил печатью прилагаемый документ.

В удостоверение чего, я скрепляю настоящий документ собственноручной подписью и официальной печатью.

Кадзунори Накада (Kazunori Nakada)

/Штамп: Бюро по юридическим вопросам г. Токио

НОТАРИУС

1-9-4 КАДЗИТЁ, ТИЁДА (1-9-4 KAJICHO CHIYODA KU)

ТОКИО, ЯПОНИЯ (TOKYO JAPAN)/

АПОСТИЛЬ

(Гаагская конвенция от 5 октября 1961 г.)

1. Страна: **ЯПОНИЯ**

Настоящий официальный документ

- | | |
|-------------------------------|---|
| 2. подписан | Кадзунори Накада (Kazunori Nakada) |
| 3. выступающим(ей) в качестве | Нотариуса бюро по юридическим вопросам г. Токио |
| 4. скреплен печатью / штампом | Кадзунори Накада (Kazunori Nakada), нотариуса |

УДОСТОВЕРЕНО

5. в г. Токио

6. 29 ноября 2018 г.

7. Министерство иностранных дел

8. № 016831

9. Печать/штамп

10. Подпись

/Печать:

/Подпись/

Министерство Иностранных

Тошие ТАНАКА

Дел, Япония/

За министра иностранных дел

Российская Федерация.

Город Москва.

Шестого декабря две тысячи восемнадцатого года.

Я, Дзиковская Галина Владимировна, нотариус города Москвы, свидетельствую подлинность подписи переводчика Горбатковой Кристины Георгиевны.

Подпись сделана в моём присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № 77/165-Н/77-2018- 33-1117

Взыскано по тарифу: 100 рублей

Уплачено за оказание услуг правового и технического характера: 200 руб.

Г.В.Дзиковская



Всего прошнуровано, пронумеровано
и скреплено печатью 193 лист (-а, -ов)

Нотариус