GC-MS – Anleitung und Wartung

# Gerätebezeichnung

## GC-MS:

Hewlett Packard 5890A gas chromatograph

Hewlett Packard 5972A mass selective detector (Quadrupol EI)

Agilent Technologies dimethoxypolysiloxane column (19091S-931E, nominal length 15 m, 0.25 mm diameter, 0.25 µm grain size)

HP 59822A Gauge Controller

HP 7673 Controller

Spritzen: Hamilton 10 µL, 701 ASN (ga23s, 43mm, pstAS)

## Sonstiges:

Cable to Computer (ISA Card) 10833B

ISA Card: "FCC ID:B9482335" (Ersatzkarte sollte in der Schublade liegen)

agilent filament 05971 601 40

Gasflussgeschwindigkeit: ~1.5 mL / min

Telefonnummer Herr Schütz: 0431-322059 (Herr Schütz ist mittlerweile pensioniert und hat während seiner Arbeit beim UKSH (?) genau dieses Gerät bedient. Er kennt sich aus, wenn mal was schief geht oder ein Fehler nicht behoben werden kann. Er ist auch in dem Video zu sehen und erklärt, wie das Gerät gereinigt und gewartet wird.)

# Was ist vor der Benutzung zu beachten?

Vor der Benutzung ist eine Einweisung durch den Gerätebeauftragten notwendig. Das MS kann Substanzen bis 550 Da messen. Da es sich um eine EI-MS handelt, ist mit Fragmentierung zu rechnen. Die eingebaute Säule ist nicht chiral und trennt nach Polarität. Als Faustregel gilt: was auf Kieselgel läuft, läuft auch über die GC. Bitte keine ionischen Verbindungen am GC-MS messen, da diese zu polar sind und die Säule verunreinigen.

Die Proben werden in Rollrandgläsern des Typs N11, 1.5 mL mit Bördelverschluss präpariert. Eine entsprechende Verschließzange befindet sich in der obersten Schublade am Gerät. Die Probenkonzentration sollte 1 mg / mL nicht überschreiten. Als Lösungsmittel können alle nicht zu hoch siedenden und nicht zu polaren organischen Lösungsmittels verwendet werden. Bitte kein DMSO, DMF oder Wasser verwenden! Diese Lösungsmittel können in den Proben enthalten sein, jedoch sollte die Probe nicht ausschließlich in diesen hoch siedenden, polaren Lösungsmitteln präpariert sein. Entsprechende Proben bitte mit einem niedriger siedenden, weniger polaren Lösungsmittel, z.B. Methanol, Aceton, Ethylacetat verdünnen bzw. auffüllen. Die Proben müssen vollständig gelöst sein. Schwebstoffe können die Spritze verstopfen. Daher müssen Suspensionen durch einen Spritzenfilter filtriert werden.

Vor der Messung muss sichergestellt werden, dass die Lösungsmittel am Gerät (blauer und roter Schraubverschluss) mindestens halb gefüllt sind. Die Flasche mit dem blauen Verschluss enthält Ethylacetat, die mit dem roten Verschluss Methanol. Die entsprechenden Lösungsmittel stehen im Düperthal Chemikalienschrank am Ende des Labors (Richtung Dauerraum, Schrank ganz links) und sind als Lösungsmittel für die GC-MS gekennzeichnet.

Die Bedienungsanleitung am Gerät ist zu befolgen.

Das Gerät ist nicht am Netzwerk angeschlossen und hat auch kein Laufwerk, die Daten liegen also nur auf diesem Computer und können nicht auf anderen Rechnern geöffnet werden. Da das Gerät aufgrund der geringem Messgenauigkeit sowieso nur zur Reaktionskontrolle geeignet ist, sollte es ausreichen, die Daten am Gerät auszuwerten. (Das Diskettenlaufwerk ist noch vorhanden und könnte prinzipiell wieder eingebaut werden. Dazu muss man sich an Torsten Winkler wenden.)

Der Drucker funktioniert manchmal.

# Häufige Fehler

## „MS halted, GC still running“

Das MS detektiert zu intensive Signale und schaltet sich automatisch ab.

1. Die Probe ist zu konzentriert. Probe muss verdünnt werden.
2. Solvent Delay (Verzögerung, bevor das MS anschaltet. In den ersten Minuten der Messung kommt überwiegend Lösungsmittel) ist zu kurz, das MS detektiert das Lösungsmittel. Solvent Delay muss in der Methode verlängert werden (Methode erstellen bzw. ändern siehe unten).
3. Das Gerät ist undicht und misst Luft, siehe „Excessive Source Pressure“

## „Excessive Source Pressure“

Der Druck im MS ist zu hoch und das MS schaltet sich automatisch ab.

1. Die Säule ist nicht abgedichtet. Alle Schrauben am Gerät nachziehen, Septum wechseln
2. Die Ionenquelle ist dreckig. Ionenquelle putzen.
3. Der Heliumfluss ist zu hoch. Total Flow (am Messgerät) herabsetzen. Kann nach erfolgreicher Messung eventuell wieder hoch geregelt werden, ohne dass es zur erneuten Fehlermeldung kommt.

## „Missing magnetic sample insert“

Injektor erkennt seine aktuelle Position nicht oder ist beim Rotieren blockiert.

1. Von Hand die freie Drehbarkeit des Injektor-Karussells prüfen. Gegebenenfalls mit Schlifffett wieder gangbar machen.

## „Dirty Plunger“

Die Spritze blockiert beim Aufziehen.

1. Spritze ausbauen und von Hand mehrfach Lösungsmittel aufziehen, um Blockade zu lösen.
2. Stempel oder ganze Spritze tauschen.

## „Can’t bring MS online“

I/O Test funktioniert nicht. Computer kann nicht mit MS kommunizieren.

1. MS neu starten. Kippschalter an der Rückseite.

## „I/O failed in HPCHEM/TEMP/…”

Speicher ist voll.

1. Alle temporären Dateien in dem angegebenen Ordner TEMP löschen
2. Dateien in C:/data/files löschen

## Messung bricht ab

Dateiname ist bereits vorhanden oder Festplatte ist voll.

1. Datei umbenennen und Messung neu starten.
2. Dateien von der Festplatte löschen, Messung neu starten.

## Autotune funktioniert nicht

Filament ist defekt.

1. In Diagnostics mode und edit MS parameters kann zwischen den Filamenten 1 und 2 gewechselt werden.
2. Wenn beide Filamente defekt sind, müssen sie ausgetauscht werden (agilent filament 05971 601 40).

## Nur Basislinie

Am Detektor kommt keine Substanz an.

1. Die Spritze ist verstopft. Verstopfung kann eventuell durch manuelles Aufziehen gelöst werden. Wenn nicht, neue Spritze einbauen.
2. Septum ist zu alt und verstopft Spritze. Septum wechseln.
3. Der Liner (Glasröhrchen unter dem Septum) ist verstopft. Liner putzen oder austauschen.
4. Das Helium ist leer oder die He-Flasche ist zu. Prüfen ob Flasche im Gasflaschenschrank (Richtung Dauerraum, Schrank ganz rechts) richtig angeschlossen und auch aufgedreht ist. Gegebenenfalls neue Flasche bestellen und anschließen.
5. Das Probengläschen ist nicht voll genug, die Spritze taucht nicht in die Probenlösung. Probe auffüllen.
6. Die Säule ist verstopft. Die Säule kann vom Injektor-Ende gekürzt werden oder eine neue Säule kann eingebaut werden.
7. Die Probe ist zu verdünnt. Mehr Substanz lösen oder Split ausstellen (siehe unten Methode erstellen).
8. Die Substanz ist nicht für die Messmethode geeignet. Diese Substanz nicht mehr am Gerät messen. Gegebenenfalls die Säule kürzen, da sie durch die ungeeignete Substanz verstopft werden kann.

## Chromatogramm zeigt viele Peaks mit gleicher Masse ab ca. 10 min

Säulenmaterial, das im Laufe der Zeit aus der Säule gelöst und durch das Helium ins MS gebracht wird

1. Messung wiederholen
2. Leermessungen (nur Lösungsmittel) durchführen bis zusätzliche Peaks verschwinden
3. Wenn nach 5 Leermessungen immer noch keine Besserung, Säule kürzen
4. Wenn das auch nicht hilft, Säule wechseln

## Programm lässt sich nicht starten

Fehler “… default is not a valid method” 🡪 Default Methode wurde gelöscht oder ist aus Gründen nicht mehr funktionstüchtig

1. Irgendeine Methode unter C/hpchem/1/methods als „DEFAULT“ umbenennen, Programm neu starten. (Umbenennen geht nicht über Rechtsklick, sondern über „Datei“ 🡪 „Umbenennen“)
2. Falls mal alle Methoden weg sind: Backup file liegt in c:\data\methods oder in c:\methods

# Wartung

Generell: Das MS muss regelmäßig (etwa einmal im Jahr) gereinigt werden. Mit Autotune muss die Kalibrierung regelmäßig (etwa alle zwei Wochen) aktualisiert werden.

## Tune

* „Tune MS“ 🡪 „Quick Tune“ oder „Standard Spectra Autotune” öffnet neues Fenster „Instrument Autotune“

Tune wird automatisch ausgeführt.

* „Tune MS“ 🡪 „Diagnostics / Vacuum Control“ öffnet neues Fenster “Instrument 1 Diagnostics“

System Status 🡪 Mass Spec Status: Ist das MS an?

🡪 Mass Spec I/O Test: sind GC und MS miteinander verbunden?

Vacuum 🡪 Vacuum Status: sind Temperatur und Druck in der Vorpumpe (Foreline) okay?

Diagnostics 🡪 MS on: MS anschalten und auf Fehlermeldung prüfen

Fehler nach Diagnostics / Mass Spec Status: Computer erkennt MS nicht 🡪 MS neu starten (Kippschalter an MS Rückseite)

* Beim Tunen wird unter anderem die Spannung des Photomultipliers neu eingestellt (EMV, electron multiplier voltage). Dieser Wert sollte unter 3000 liegen, sonst ist die Spannung zu hoch und das Gerät geht schneller kaputt. Spannung kann auch manuell eingestellt werden (Diagnostics). Wenn die Spannung nach dem Tune zu hoch ist, sollte das MS gereinigt werden.
* Nach dem Reinigen oder nachdem eine neue Säule eingebaut wurde, kann der Tune sehr lange dauern und sollte häufiger als sonst wiederholt werden (alle zwei Tage statt alle zwei Wochen).

## Bedienelemente am Gerät

Über die Tasten auf der linken Seite kann die Temperatur der einzelnen Teile (Ofen, Injektor, Detektor) eingestellt werden. Relevant sind nur Detektor und Injektor B, bei A ist nichts angeschlossen. Normalerweise: Oven Temp = 60 °C, Inj B Temp = 250 °C, Det B Temp = 280 °C.

Außerdem kann über die Tasten eine Stoppuhr bedient werden: Time so oft drücken bis „t = …“ und „1/t = …“, „clear“ auf 0 setzen, „enter“ start und stop

Die Rädchen unten links am Gerät stellen den Heliumfluss ein. Hier wird zwischen „Total Flow“ und „Head Preassure“ unterschieden. Total Flow erhöht die Gesamtmenge an Helium, sowohl in der Säule als auch beim Purgen. Mit Head Preassure wird dann reguliert, wieviel Helium in der Säule landet und wieviel zum Purgen verwendet wird. Die Markierung auf der analogen Anzeige gibt einen Richtwert, wie hoch der Head Pressure sein sollte. Der Gesamtheliumfluss (Blasenzähler) sollte nicht zu hoch sein, etwa ein Bläschen alle zwei Sekunden.

## Septum wechseln

Das Septum sollte alle 4 Monate gewechselt werden.

1. Inj. B off, Autosampler hochheben und auf hinterem Stab parken
2. Schraube lösen (Spezial-Schraubenschlüssel, vorsicht heiß!)
3. Septum mit Pinzette entfernen und Reste entfernen. Dabei darauf achten, dass keine Krümel in den Liner fallen. Am Besten blaues Papier über die Öffnung legen. Krümel können mit Druckluft entfernt werden.
4. Neues Septum einsetzen (Schrift oben, vorsicht heiß!)
5. Schraube wieder festziehen.
6. Autosampler wieder zurück, Inj. B on

## Säule kürzen

Wenn trotz neuer Spritze und neuem Septum nur Basislinie gemessen wird, kann die Säule gekürzt werden.

1. Oven off, Inj. B. off, Ofen öffnen
2. Schraube am Injektor-Ende lösen
3. Säule mit Keramik-Schneider kürzen (5 bis 10 cm), Schnitt mit Lupe überprüfen, sollte möglichst glatt sein.
4. Neues Ferrule auffädeln (Richtung beachten), Säule sollte 5 bis 8 mm überstehen
5. Säule in Injektor-Ende einführen und festschrauben
6. Oven on, Inj. B on

## Säule wechseln

Wenn auch nach dem Kürzen der Säule keine vernünftigen Spektren erhalten werden, muss die Säule gewechselt werden.

1. Oven off, Inj. B off, Det. B off, Pumpe aus
   1. Tune MS 🡪 Diagnostics 🡪 Vacuum 🡪 MS Transfer line = Det B “off” 🡪 “OK” öffnet neues Fenster “Vent”
   2. “Vent” zeigt Dauer und Temperatur an bis alles abgekühlt ist, gibt Anweisungen, dass das Gerät ausgeschaltet werden kann, sobald es abgekühlt ist
   3. MS ausschalten (Kippschalter auf Rückseite)
2. Säule an beiden Enden ausbauen
3. Neue Säule einsetzen
   1. Darauf achten, wie die alte Säule eingebaut ist. Genau so auch die neue Säule einbauen (Richtung der Ferrule beachten etc.)
   2. Am MS-Ende: Säule wird 22 cm in das Gerät eingeführt (komplett einführen, 2 cm wieder herausziehen)
   3. Am Injektor-Ende: Säule sollte 5 bis 8 mm aus Ferrule überstehen (siehe oben Säule kürzen)
4. Oven on, Inj. B on, Det. B on, Pumpe an
5. Diagnostics mode 🡪 „Pump down“ (erst wenn Foreline Pressure „Okay“, sollte zwischen 90 und 130 Torr liegen)
6. Autotune (in den nächsten Tagen mehrere Tunes durchführen) und Air and Water check durchführen

## Heliumflasche wechseln

Wenn die Heliumflasche leer ist, wird über die Chemikalienausgabe eine neue bestellt (Helium 5, Westfalengas ist meistens recht günstig). Flaschenwechsel:

1. Brauchgasbrücke und Gasflasche schließen
2. Alte Flasche abschrauben
3. Neue Flasche anschrauben und öffnen
4. Flasche wieder schließen und Spülgas öffnen (3x wiederholen, um Leitung zu spülen)
5. Spülgas schließen, Brauchgasbrücke öffnen, Flasche öffnen

## Rechner neu starten

1. Alle Fenster schließen
2. Programmmanager 🡪 Windows beenden
3. Rechner startet neu
4. Tastatur “win” 🡪 enter
5. Passwort: msd123

## Methode erstellen

1. Instrument 1 🡪 „Method“ 🡪 „Load“ andere Methode wählen (Methode erscheint in Kopfleiste)
2. „Method“ 🡪 „Edit entire Method“ öffnet neues Fenster
3. Immer „OK“ bis „oven program“: hier können bis zu 3 Heizstufen eingestellt werden
4. Mit Purge A/B „on” wird eingestellt, dass nicht die gesamte Probe auf die Säule aufgetragen wird. Das sorgt dafür, dass auch bei stark konzentrierten Proben das MS nicht immer übersteuert, weil die Probe bei Auftragen noch einmal verdünnt wird. Sollte eine Probe mal so verdünnt sein, dass man nichts sieht und eine stärkere Konzentration ist nicht möglich, kann Purge A/B „off“ geschaltet werden.
5. Immer „OK“ bis Ende
6. Methode benennen und speichern

## Gauge Controller

Misst den Druck in der Ionenquelle und sollte nur eingeschaltet werden, wenn der Druck überprüft werden muss. Der Druck in der Ionenquelle sollte bei 2 \* 10-4 liegen (1 mA, 10-4 Range). Druck in der Vorpumpe (Foreline Pressure) wird über Diagnostics / Vacuum Status gemessen.

## Heliumfluss messen

Messpipette mit Spüli benetzen und an Gasausgang anschließen. Zeit messen, die die Spüli-Blase für ein bestimmtes Volumen braucht.

Stoppuhr: Time so oft drücken bis „t = …“ und „1/t = …“, „clear“ auf 0 setzen, „enter“ start und stop

## MS reinigen

Das MS muss regelmäßig (etwa einmal im Jahr) gereinigt werden. Spätestens wenn der Tune nicht mehr passt. Beim Öffnen des MS müssen immer saubere Baumwollhandschuhe getragen werden.

1. Tune MS 🡪 Diagnostics 🡪 Vacuum 🡪 MS Transfer line = Det B “off” 🡪 “OK” öffnet neues Fenster “Vent”
2. “Vent” zeigt Dauer und Temperatur an, gibt Anweisungen, sobald alles abgekühlt ist
3. Fenster „turn MS power switch off“ 🡪 Schalter auf Rückseite von MS aus 🡪 MS von GC wegschieben und Deckel abnehmen 🡪 Flansch lösen und letzte Verbindung zwischen MS und GC lösen (MS-Eingang nicht anfassen!)
4. Stecker oben ziehen, Kabel hinten abschrauben 🡪 ganzen Apparat hochnehmen (schwarze Gummidichtung) nichts anfassen! 🡪 andersrum auf sauberer Oberfläche abstellen 🡪 Handschuhe! 🡪 Kabel abziehen (merken oder fotografieren, wie alles wieder zusammengehört)
5. Goldene runde Schraube abschrauben (Eingang der Säule in Ionisationskammer) merken, wo was hinkommt! 🡪 kleine Schrauben lösen (bei den Kabeln) erst ganz oben und ganz unten, NICHT auf der braunen Platte abschrauben
6. Ionenquelle nach vorne rausziehen 🡪 Filamente abschrauben (auf der braunen Platte die etwas längeren Schrauben) 🡪 Metallplatte mit den Filamenten = Repeller (den Repeller nicht mit Ultraschall putzen) 🡪 Minischraube aus der Ionenquelle abschrauben, auseinanderziehen, noch mehr Teile, braune Plastikteile abnehmen
7. Repeller (runde Platte) mit dem grünen Papier putzen (drüber reiben) Handschuhe!, Metallscheiben können auch auf dem grünen Papier gerieben werden, auch innen (Papier um Stab wickeln) 🡪 größere Teile mit Microgrit putzen, Methanol auf Wattestäbchen, in Microgrit tunken, größere Teile damit polieren (innen), grünes Papier um Pinzette wickeln und polieren bis alle schwarzen Stellen weg sind
8. Alle größeren Teile (Scheiben, Röhren etc.) NICHT der Repeller! 15 min in Methanol ins Ultraschallbad 🡪 sauberen Arbeitsplatz schaffen 🡪 mehrfach wiederholen bis alles sauber ist 🡪 Trockenschrank oder Ofen der GC ca. 5 min bei 120 °C trocknen
9. Alles wieder zusammensetzen (siehe S. 5 bis 29 im Manual)

## Öl in der Pumpe wechseln

Das Öl kann im Trockenschrank erwärmt werden, damit es flüssig genug ist, um es in die Pumpe zu füllen.

1. Diffusionspumpe vom MS wegziehen, Abdeckung abnehmen, Flansch am fetten Schlauch lösen, blaue Kappe abziehen, riesigen Flansch abschrauben
2. Rotorblatt herausnehmen, alle weiteren Teile herausnehmen
3. Winkel 15° ankippen (Schablone in der Werkzeugtasche)
4. Öl muss gerade so die Kante bedecken