

Univerzita Jana Evangelisty Purkyně  
Fakulta životního prostředí

## GC-MS AGILENT 7250 GC/Q-TOF

### Stručný návod k použití



EVROPSKÁ UNIE  
Evropské strukturální a investiční fondy  
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání

**MŠMT**  
MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,  
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

## Obsah

Zapnutí.....	3
Vypnutí.....	3
Výměna kolony .....	3
Pumping Down.....	4
Mass Cal.....	4
Spuštění sequence .....	5

## Zapnutí

Zapínání v tomto pořadí:

Generátor dusíku, nosný plyn He - qTOF – GC – PC

Ovládací software se otevře po tom, co naběhne qTOF (chvilku mu to trvá, dioda musí začít svítit červeně). Pokud byl stroj dlouho vypnutý, mohlo dojít k otevření bočnice na vstupu k iontovému zdroji. Při zapínání qTOFu je nutné bočnici přitisknout, dokud se sama nepřisaje – viz Pumping Down.

## Vypnutí

### Ventování MS

Nejprve se nahraje metoda Vent (ve složce Vent) dle aktuální konfigurace zapojení kolon (inlet-MS, inlet-deanswitch-MS).

- V metodách jsou nastavené teploty (40 °C): teplota pece, inletu a transferiny (v metodě si zkontrolovat nastavené teploty!)
- Nahrát tune Zero Volt
- Po dosažení nastavených teplot (40 °C) se vypne průtok nosného plynu:
  - Inlet - pressure dát tlačítko off a vypne se průtok nosného plynu první kolonou
  - Tlak se vypne i na druhé koloně (pokud spojeno přes deanswitch)
  - Po vypnutí nosného plynu se MS zventuje, pozor vždy při ventování musí být na MS nahraná metoda Zero Volt, jinak může dojít k poškození optiky hmotnostního analyzátoru.

Pro ventování se v softwaru GCMS klikne na záložku instrument vacuum control a klikne se na tlačítko Vent.

Vypínání v pořadí software – GC – qTOF-generátor dusíku, nosný plyn.

## Výměna kolony

Pokud se mění kolona a zároveň bude potřeba přístup do části u iontového zdroje, je potřeba MS zaventovat (návod viz výše).

- A nastaví se parametry kolony: na GC tlačítko config – column – enter – 1 – nastaví se parametry kolony (délka, průměr, tloušťka fáze) a odkud kam vede
- Pokud jsou 2 kolony, nastaví se i druhá (pozice 2)
- Pokud se přechází ze 2 kolon na 1, musí se druhá kolona zrušit: tím, že se nastaví outlet – other  
Inlet – unspecified

Nezapomínat na kondicionaci kolony před namontováním do MS! (zapne se průtok nosného plynu, vyfouká se z kolony zbývající vzduch – kontrola – konec kolony se dá do vialky s rozpouštědlem např. metOH, aceton, hexan)

Pozor nedotýkat se iontového zdroje!!!

## Pumping Down

- Před kliknutím na tlačítko přimáčkneme kryt s iontovým zdrojem a drží se, dokud se nepřisaje po tom, co se klikne na Pumping Down!!!!
- Klikne se na Pumping Down.
- Během několika minut (do 15 min) by měli najet turbo pumpy.
- Po najetí turbo pump, vakua na požadovanou hodnotu ( $2,0 \times 10^{-6}$ ) se začne vyhřívat iontový zdroj na nastavenou teplotu.
- Po vyhřátí iontového zdroje se zapne průtok kolonou a začnou se vyhřívat periferie (inlet, pec, transferlina) – dá se ošetřit nahráním vhodné metody (dle aktuálního zapojení kolon).
- Zapne se průtok kolonou/kolonami.

## Mass Cal

Nahraje se metoda, kterou se bude měřit (v ní je nahraný TUNE, na který se bude ladit). Stroj se nechá ustálit (vyhřejí se všechny periferie, ustálí se průtok).

V Instrument Control se klikne na ikonku MS tune (druhá zprava)

GC/Q-TOF Tune

Záložka Manual Tune

- Zaškrtně se Emission, El cal Valve (změní se na On)
- Sleduje se odezva hmoty 130,991, ta by měla být kolem  $1,2 \times 10^6$ , rozlišení nad 20 000
- pokud není, zvýší se hodnota Emission tak, aby hmota 130,991 dosahovala požadované odezvy

Záložka TOF Mass Calibration

- klikne se na Run Calibration

Po kalibraci vyskočí okno TOF Mass Calibration Results

Pokud Mass Cal proběhne v pořádku, záložka File a Reports – klikne se na Save (pod Tunem)

## Spuštění sequence:

Sequence – Load – 1\_nova.sequence

uložení sequencí: D:\MassHunter\GCMS\1\sequence

Tab. 1: Úprava sequence – Edit Sequence

Name	Název vzorku Např.: Hexan
Vial	Číslo pořadí vzorku v autosampleru
Method Path	Složka, odkud se nahraje metoda
Method File	Metoda, kterou se bude měřit
Data Path	Složka, kam se budou nahrávat vzorky <ul style="list-style-type: none"><li>• Rozdělení dle analytů, nebo firem</li></ul>
Data file	Název filu, který bude vytvořen ve složce Pojmenovat: <ul style="list-style-type: none"><li>• Datum</li><li>• Číslo vzorku v sequenci</li><li>• Název vzorku</li><li>• Např.: 2019_02_27_01_hexan</li></ul>
Type	Pro vzorky Sample
Dil	Počet nástřiků
Keyword	Pro vzorky se nic nevyplňuje
Expected Barcode	Vyplnit OFF – pro vypnutí míchání vzorku na autosampleru před nástřikem Pokud chci vzorek promíchat, nechám kolonku prázdnou

Vždy před prvním vzorkem se kalibruje TOF: řádek je prázdný až na sloupec Type, kde je nastaveno Keyword. Ve sloupci se pak nastaví MassCal.

MassCal je doporučeno provádět po každém nebo každém druhém vzorku.

Po vypsání kalibrace kliknu na OK.

Dále se musí kalibrace spustit:

Sequence – Run sequence.

Zde se vyplní komentář sequence, jméno operátora, data, kam se sequence uloží. Sequence se ukládá do Data Filu analytů. Po vyplnění se klikne na Run Sequence.