

Agilent JetClean: GC/MS 이온화원 세척과 컨디셔닝을 한 번에

응용 자료

저자

Harry Prest
R&D Chemist
Life Sciences &
Chemical Analysis Group
Santa Clara, CA USA

개요

GC/MS 유지보수는 시료 분석 중에 분석 표적물질을 유지하기 위한 일반적인 요건입니다. GC/MS 유지보수 과정에서 중요한 과정 하나는 빠른 컬럼 내 백플러시로 이온화원과 GC의 수명을 연장하며 빠르고 배기 없는 GC 컬럼 및 주입구 유지보수를 가능하게 합니다. 또한, 이온화원 오염의 원인인 늦은 용리 성분의 제거는 압력 제어 티(tee) 구성의 두드러진 특징입니다. 이러한 유지보수 과정으로 이온화원 세척 빈도는 크게 감소하였지만, 세척은 여전히 필요합니다. 시스템 감도 설정 전에 기기 냉각, 분석기에서 이온화원 제거, 이온화원의 기계적 세척, 이온화원 재설치, 진공 재설정과 분석기 재튜닝 및 컨디셔닝은 상당한 작업자의 시간을 필요로 할 수 있습니다. Agilent JetClean은 냉각, 제거, 수동 세척, 재설치 및 펌프 다운 단계를 한 번의 과정으로 대체하여 시간과 작업자의 노력을 절감할 수 있습니다. 촉적 물질 제거와 이온화원 성능 복원을 위한 JetClean 과정에서 생성된 수소 종은 이온화원의 내부 환경을 변화시킵니다. 본 응용 자료는 JetClean 작동을 위한 두 가지 접근법을 설명합니다.



Agilent Technologies

서론

GC/MS 운용에서 유지보수는 필수입니다. GC 주입구 및 컬럼의 성능 저하에는 유지보수가 필요합니다(예, 라이너, 션텀 교체, 컬럼 자르기 등). 이러한 유지보수 빈도는 주입 시료 배치의 특성, 운반 가스 품질 및 다양한 요인에 따라 달라집니다. 일반적으로 유지보수는 검량 표준물질의 표적 화합물에 대한 감응으로 간주되는 규정 표준으로 GC 시스템의 성능을 복원하는 것을 목적으로 합니다. 수 많은 시료 배치 주입 후, GC 유지보수만으로는 감응 복원이 어렵다면 MS 유지보수(이온화원 세척)가 필요합니다. ("신속한 범용 GC/MS 백플러시" 기법[1,2,3]으로 MS 유지보수 주기 시간을 연장하고 MS 감응 보존 및 빠르고 배기 없는 GC 조치가 가능합니다. 이 접근법과 그 변형은 널리 성공적으로 사용되었으며, GC/MS 구성의 표준으로 간주되어야 합니다.)

그림 1은 다양한 배치 과정에서의 GC 및 MS 유지보수에 의한 감응의 저하와 복원을 보여줍니다. 감응 저하의 기준은 감응 뿐만 아니라, 피크 모양 손실(크로마토그래피 기준), 몇 가지 고감도 표적 화합물에 대한 선택성 손실 또는 MS 신호와 크로마토그래피 기준의 조합일 수 있습니다. 또한, 그림 1은 약 6개의 시료 배치 후에 감응 기준이 허용 임계 값 이하로 떨어졌음을 보여줍니다. GC 유지보수로(원으로 표기) 배치 12까지의 감응은 복원되었고, 다시 배치 18에서, 배치 24에서는 GC 유지보수로는 충분한 감응 복원이 어려워 MS 유지보수가 필요하다는 것을 알 수 있습니다. 감응은 이전의 GC 유지보수로는 원래 수준까지 복원되지 않았습니다(감응 ~10). 이는 배치 7, 13, 19 및 25에서 확인할 수 있으며, MS 구성 부품에의 지속적인 오염물 축적으로 감응이 일부 손실되었음을 의미합니다. 배치 26 이전, MS 유지보수로 감응이 거의 복원되었습니다. 몇 번의 주입으로 시스템을 컨디셔닝하였으며, 시스템은 배치 27에서 초기 성능으로 복원되었습니다. 이 추세는 반복되며, GC 유지보수 주기 3회 이후에 감응은 배치 50, 75 및 100에서 볼 수 있듯이 GC와 MS 유지보수로만 복원할 수 있었습니다. 이는 예산 편성 시기를 예측하는 데 도움이 됩니다. 예를 들어, 100개의 시료 배치는 해당 시료 유형 및 전처리 기법 등에서 MS 4회와 GC 17회의 유지보수 주기를 필요로 합니다.

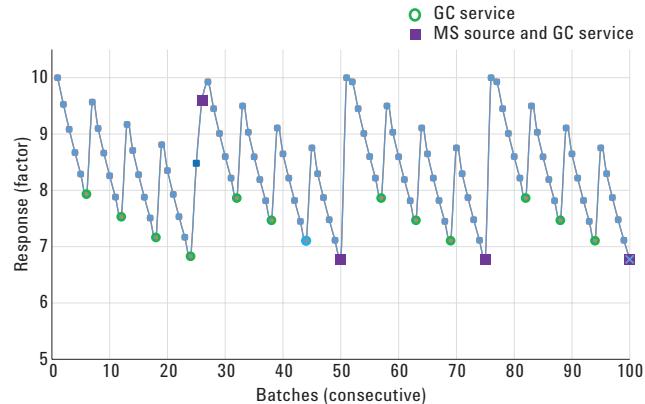


그림 1. 감응 vs 수집한 시료 배치. 6개 배치마다, 성능 복원을 위해 GC 유지보수(원으로 표기)를 수행했습니다. 사각형은 수동 MS 유지보수가 필요함을 나타냅니다.

그림 2는 Agilent JetClean 응용의 잠재적 이점입니다. 6, 12, 18 등의 배치 이후에는 GC 유지보수는 불가피하지만 (예. 시료 전처리 개선 없이), 배치 90까지는 MS 유지보수가 불필요합니다. JetClean은 두 가지 모드로 사용할 수 있습니다: 시료 분석과 동시에 또는 오프라인으로 시퀀스 후 또는 분석 후 실행 응용 이러한 모드를 각각 Acquire & Clean 또는 Clean Only라고 합니다.

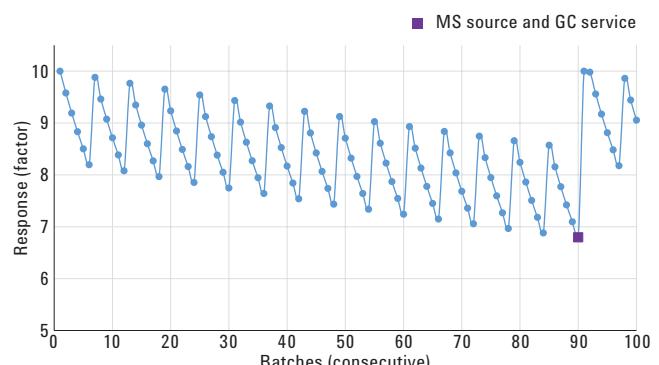


그림 2. 감응 vs Agilent JetClean을 이용하여 수집한 시료 배치(두 가지 모드 모두). 6개 배치마다, 성능 복원을 위해 GC 유지보수(표기 없음)를 여전히 수행했습니다. 90번째 배치 후까지 수동 MS 유지보수는 불필요합니다.

그림 1과 2는 일반적으로 사용되지만, 근본적인 오류를 유발할 수 있습니다. 감응(또는 감응 인자)에 기반한 이 제어 차트 접근법은 화합물의 MDL 또는 IDL의 예상되는 변화에 따른 근사치로 사용됩니다. 그림 3과 4는 MDL(IDL)의 변화에 직접적으로 따르는 더 우수한 방법을 보여줍니다.

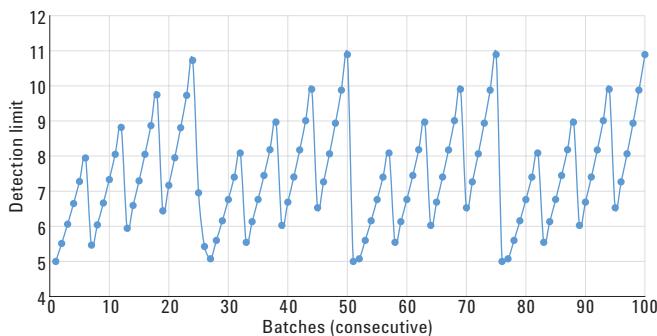


그림 3. 검출 한계 vs 수집한 시료 배치. 6, 12, 18 등의 배치 이후의 GC 유지보수와 검출 한계 유지를 위한 25, 50, 75 및 100 배치 이후의 수동 MS 유지보수는 표기하지 않았습니다.

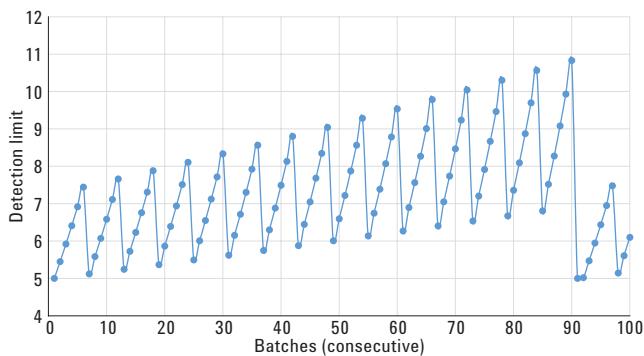


그림 4. 검출 한계 vs Agilent JetClean을 이용하여 수집한 시료 배치(두 가지 모드 모두). 6, 12, 18 등의 배치 이후의 GC 유지보수는 표기하지 않았으며, 90 배치 이후까지는 수동 MS 유지보수는 불필요합니다.

Acquire & Clean

Acquire & Clean JetClean 모드에서, GC 분석법(헬륨 운반 가스 유속, 오븐 승온, 온도 설정 값 등)은 변경되지 않지만, 이온화원의 오염 물질을 제거하기 위해 시료 수집 과정 중에 수소는 이온화원에 지속해서 직접 추가됩니다. 수소 유속은 0.0665mL/분 단위로 0.13~0.53mL/분 범위의 매우 낮은 유속입니다. 이것은 또한, 분석법 개발을 위한 접근법이기도 합니다. 가장 낮은 수소 유속 설정인 0.13mL/분으로 시작하여 MS 튜닝 다음, 이 튜닝 파일과 유속 설정으로 표준물질을 반복 시험하여 수집합니다(예, n=8). 일부 화합물은 수소 종의 존재에 민감할 수 있으므로 감응 저하에 대한 징후로서 스펙트럼과 피크 모양을 확인해야 합니다. 화합물 시그널은 시그널 높이 또는 면적만의 관점에 의한 검토가 아닌, IDL 연구를 참조하여 검토해야 합니다. 사용자는 시그널 RSD와 그에 따른 IDL이 전반적으로 개선되고 시간에 따라 시그널 드리프트가 감소하는 것을 알 수 있습니다. 가장 낮은 설정의 경우, 사용자는 이온 누락 또는 크게 변형된 비율과 같은 스펙트럼 이상이 나타날 수 있지만, 보다 긴 이온화원 수명을 위해 유속을 증가(최대 0.07mL/분 단위까지)할 수 있습니다. 이 시점에서 유속을 낮추고 해당 설정으로 운용합니다.

Clean Only

Clean Only JetClean 모드에서 수소는 이온화원에 추가되고 이온화되어, 외부 또는 기기 분석운용과 무관한 축적된 이온화원 오염물질을 줄일 수 있습니다. 이 오프라인 작업은 이온화원을 세척하는 보편적인 방법으로 간주될 수 있으며, 수동 세척과 거의 동일한 효과를 가집니다. 수동 세척과 달리, 이 작업은 매우 편리하게 자주 사용할 수 있으며, 이온화원을 수동 제거, 세척 및 재설치하는 것보다 적은 시간과 노력을 필요로 합니다. Clean Only 과정은 오염 정도와 JetClean 설정 값을 시험한 후, 수동 단계 또는 시퀀스의 분석법으로써 사용할 수 있습니다. 이 과정은 먼저, 백그라운드 변화에 주의하여 수동으로 수행하고, 다음 섹션에서 설명하는 것처럼 효과가 감소하면 중지하는 것을 권장합니다.

예방 조치 및 주의 사항

- 본 응용 자료는 수소 안전성, 구성 및 JetClean SW의 기본 등과 같은 중요한 측면을 기술한 메뉴얼을 대체하지는 않습니다.
- GC/MS의 수소 사용에 관한 매뉴얼 및 관련 문서에서 설명하는 안전의 모든 측면을 확인하고 준수하십시오. 수소는 위험한 가스이므로, 조심스럽게 다루고 사용해야 합니다.
- 모든 라인은 고감도 전자 누출 검출기로 누출이 없는지 확인해야 합니다. GC/MS에서 비누 용액 또는 기타 유사한 누출 테스트는 금지됩니다.
- 모든 라인은 공기와 수분 제거를 위해 충분히 퍼지하여야 합니다. 마지막 수소 필터와 Mass Flow Controller(MFC)의 최종 연결 배관 거리는 가능한 짧아야 합니다. 또한, MFC는 초기에 퍼지하고 그 이후에는 가끔 퍼지하여야 합니다.
- EI/CI 시스템의 가스와 수소 가스 차단을 위한 타임 아웃은 타임아웃 기본 값은 10분이지만, 수집 사이의 총 주기 시간(즉, 필라멘트 커짐 주기+완충 사이 시간)을 초과하도록 수정해야 합니다: ALS 주기 시간, 오븐 평형 시간, 오븐 냉각 시간, 용매 지연 시간과 추가 5분의 완충 시간의 총합.

- 수소 도입 전, MS 분석기는 낮은 공기 값을 가져야 하며 시스템에 누출이 없는지 확인해야 합니다.
- 두 가지 모드의 JetClean 사용 전, AutoTune을 실행하여 낮은 공기 및 수분 값을 확인하는 것은 매우 중요합니다.
- 이온화원에 수소 흐름이 도입되어 처음 이온화할 때, 흡착 물질(주로 탄화수소)로 인해 매우 높은 백그라운드가 확인되며, 이는 시간이 지남에 따라 감소합니다.
- 수소를 이온화하기 위해 이온화원에 과도하게 노출하면, 이온화원의 활성화로 화합물 피크 테일링 현상이 증가할 수 있습니다.

설정 및 사용 세부 정보

표 1~4는 JetClean 작동을 위한 모든 모드에 유용한 파라미터입니다. JetClean의 모든 모드는 사용하기 전에 낮은 공기와 수분 값을 확인하기 위해 AutoTune을 실행해야 합니다.

기본 분석법은 JetClean 지원 GC/MS 시스템의 디스크에 작성되어 있으며, 시작 시점에 로드하여 사용합니다. 이 기본 값은 최소 값을 나타내므로, 사용자는 모든 설정 값을 증가하여 시스템에 적용해 보는 것이 좋습니다.

표 1. Agilent 5975, Agilent 5977A 및 Agilent 7000B,C JetClean 파라미터 범위

파라미터/시작 설정 값	하한	상한	코멘트
수소 유속: (오프라인) Clean Only 0.67mL/분	0.13mL/분	3.53mL/분	유속 단계는 0.0666sccm 단위입니다. 표준 3mm drawout 렌즈 구성은 어떤 Clean Only 설정 값에서도 3.5mL/분 이상일 필요가 없습니다.
방출 10µA	10µA	35µA	방출 및 유속 증가는 이온화원 세척 가속화에 큰 영향을 줍니다. 짧은 시간을 유지하려면, 이 2개의 파라미터를 늘립니다.
유지 시간 1분(1.3~0.25 지연)	1.3분	120분	상한은 높지만, JetClean의 장점은 시간 절약이므로 보다 강력한 파라미터를 탐색해야 합니다.
이온화원 온도 작동 툰 파일 설정 사용	150°C	350°C	수집 분석법의 툰 파일 이온화원 온도 및 사중극자 온도로 시작하여 시간을 절약합니다.
수소 유속: (온라인) Acquire & Clean 0.13mL/분	0.13mL/분	0.53mL/분	대부분의 응용은(온라인) JetClean Acquire & Clean에서 매우 낮은 설정(<0.53mL/분)을 이용하며, 이 파라미터는 매우 작은 단위로 증가합니다.

표 2. Agilent 5977B HES JetClean 파라미터 범위

파라미터/시작 설정 값	하한	상한	코멘트
수소 유속: (오프라인) Clean Only 0.67mL/분	0.13mL/분	3.52mL/분	유속 단계는 0.0666sccm 단위입니다. Clean Only 분석법 설정 값에서 설정 값은 3.5mL/분을 초과하지 않습니다.
방출(μA) 10μA	10μA	100μA	권장 최대 값은 50μA입니다; 낮은 설정 값은 안정화에 일정한 시간을 소요합니다.
유지 시간 1분(1.3~0.25 지연)	1.3분	120분	상한은 높지만, Agilent JetClean의 장점은 시간 절약이므로 보다 강력한 파라미터를 탐색해야 합니다.
이온화원 온도 작동 툰 파일 설정 사용	150°C	350°C	수집 분석법의 툰 파일 이온화원 온도 및 사중극자 온도로 시작하여 시간을 절약합니다.
수소 유속(온라인) Acquire & Clean	0.13mL/분	0.53mL/분	대부분의 응용은(온라인) Agilent JetClean Acquire & Clean에서 매우 낮은 설정 (<0.53mL/분)을 이용하며, 이 파라미터는 매우 작은 단위로 증가합니다.

표 3. Agilent 7010 HES JetClean 파라미터 범위

파라미터/시작 설정 값	하한	상한	코멘트
수소 유속(오프라인) Clean Only 0.67mL/분	0.13mL/분	3.52mL/분	유속 단계는 0.0666sccm 단위입니다. Clean Only 분석법 설정 값에서 설정 값은 3.5mL/분을 초과하지 않습니다.
방출(μA) 10μA	10μA	100μA	권장 최대값은 50μA입니다; 낮은 설정 값은 안정화에 일정한 시간을 소요합니다.
유지 시간 1분	1분	120분	상한은 높지만 Agilent JetClean의 장점은 시간 절약이므로 보다 강력한 파라미터를 탐색해야 합니다.
이온화원 온도 작동 툰 파일 설정 사용	150°C	350°C	수집 분석법의 툰 파일 이온화원 온도 및 사중극자 온도로 시작하여 시간을 절약합니다.
수소 유속(온라인) Acquire & Clean	0.13mL/분	0.53mL/분	대부분의 응용은(온라인) Agilent JetClean Acquire & Clean에서 매우 낮은 설정 (<0.53mL/분)을 이용하며, 이 파라미터는 매우 작은 단위로 증가합니다.

표 4. 기기 및 이온화원 유형에 따른 Agilent JetClean Clean Only 스캔 파라미터

파라미터/시스템 및 이온화원 유형	Agilent 5977A	Agilent 5977B HES	Agilent 7010 HES
		Agilent 7000B,C	
eV	70eV	70eV	70eV
개인 계수*	1	0.2	0.2
모드	스캔	스캔/MS1 스캔	MS1 스캔
시작 질량**	29	29/45	29/45
최종 질량	300	300	300
시간/시료	2 ⁵	2 ⁵ /250mse (5)	250msec(5)
임계값	25	25	25

* 개인 계수는 모든 이온 전류(EM Saver가 켜져 있어야 함)에 대한 총 카운트를 $<10^5$ 로 유지하기 위해 파라미터 기반으로 조절해야 합니다. 전류 및 H₂ 유속이 증가할수록 이온 카운트도 증가합니다.

** 질량 29에서 시작하는 것은 N₂H⁺의 존재를 의미하며, H₂가 켜지고 과정이 작동함을 알려줍니다. 그 후, 낮은 질량은 관심 범위를 포함하기 위해 50 또는 그 이상으로 올려야 하며, 여기서는 하한을 45(CO₂ 이상)로 설정했습니다.

Acquire & Clean 모드

이 접근법에서, 시료 수집을 위해 개발한 GC 분석법 파라미터는 매우 낮은 유속의 수소 흐름 추가를 제외하고 변경된 값은 없습니다. MS 파라미터에서 이 낮은 유속을 선택 및 설정하고, 분석법을 저장합니다. 그림 5는 수소를 이용한 동시 수집 작동을 위한 JetClean 파라미터 분석법 패널입니다. 수소 유속이 설정하는 유일한 파라미터입니다. 표 1~3은 지원하는 이온화원에 대한 설정 범위입니다. JetClean 파라미터 분석법 패널의 수소 유속은 기기 튜닝에서 사용하는 유속과 일치해야 합니다. SQ의 경우, Atune이 아닌 Tune MSD를 사용해야 합니다. 먼저, 선택한 유속으로 튜닝한 다음, 적절한 툰파일과 패널에서 유속 설정 값을 로드하여 툰 파일을 만듭니다. 적절한 툰 파일을 쉽게 선택하기 위해, 툰 파일 이름에 수소 유속 설정을 포함 (예, Atune-H2-0_13sccm...) 한 후, 툰을 시작하기 전에 선택하고 저장합니다. 툰 파일 유속이 분석법 유속 설정 값과 일치하지 않으면 경고가 나타납니다. 툰 보고서는 수소 유속 설정을 인용합니다.

그림 6은 JetClean 지원 GC/MS에 대한 튜닝 패널입니다. 튜닝 전, MFC를 퍼지합니다. 입력한 수소 유속 설정은 수집에서 사용할 유속 설정이며, 이 설정은 분석법 파라미터와 일치해야 합니다. 수소 유속이 증가함에 따라 검량 감응은 감소합니다. TQ는 일관된 검출기 개인에서 튜닝하기 때문에 이 현상을 쉽게 볼 수 있지만, SQ는 표적 존재비로 튜닝하여 SQ의 개인 또는 EMV의 상승은 명목상 동일한 존재비를 나타냅니다. 이것은 이온화원의 보다 높은 압력, 더 큰 수소 단면적 등으로 합리화할 수 있습니다. SQ와 TQ 튜닝에 사용하는 PFTBA 표적 이온에 대한 상대적 비율과 Acquire & Clean 모드에서 사용하는 낮은 수소 유속은 거의 바뀌지 않습니다.

수소 켜짐 상태에서 튜닝할 때, 낮은 강도의 탄화수소 유사 조각이 많이 보일 수 있어, 튜닝 보고서의 총 피크 수는 증가할 수 있습니다. 이는 정상적인 현상이며, 배기 후에 증가하고 시간이 지남에 따라 서서히 감소하며, 최종적으로 보고된 총 피크의 작은 차이를 보여줍니다. 공기와 수분은 다소 팽창하지만, 매우 고농도의 수질 또는 공기는 누출 검사 후 수소 라인을 퍼지해야 할 수도 있습니다. (아래에 설명한 대로, 밀폐된 분석기의 수분과 질소는 다른 종의 생성으로 조금씩 떨어집니다.) 이 베이스라인 노이즈는 스캔 모드의 수집 과정에서 나타나므로, 임계 값 설정을 높여야 합니다 (2~3배 가량).

Acquire & Clean 분석법 개발 과정은 분석을 위한 작업 GC/MS 분석법으로 시작하여, 가능한 최저 수소 유속 설정을 사용하여 표준물질을 반복하여 재수집합니다. 표준물질 데이터는 이온 비율, 백그라운드 간섭 등과 같은 적절한 스펙트럼 특성을 확인해야 합니다. 이것은 수소가 없을 때 확인한 것과 다를 수 있습니다. 유해한 영향이 없다면, 두 가지 선택 사항이 있습니다.

- 이 유속 설정으로 작동하고, 표준물질 및 시료 수집, 검량 생성 등을 수행합니다.
- 수소 유속 증가, 재튜닝, 새로운 유속 설정으로 툰 파일 저장, 다시 표준물질 반복 수집 후 이를 검토합니다.

분석법 사용 전에 개인 계수, 임계 값 등을 적절히 설정합니다. 일부 화합물은 다른 화합물에 비해 수소의 영향을 덜 받습니다. 산소, 질소, 황 또는 인을 포함한 극성 작용기의 존재로 화합물의 극성이 커질수록 더 많은 수소 영향이 나타날 수 있습니다. PAH, PCB 등과 같은 보다 안정한 화합물은 수소의 영향을 덜 받습니다. 최저 설정에도 화합물에 영향을 준다면, Clean Only의 오프라인 과정을 사용합니다.

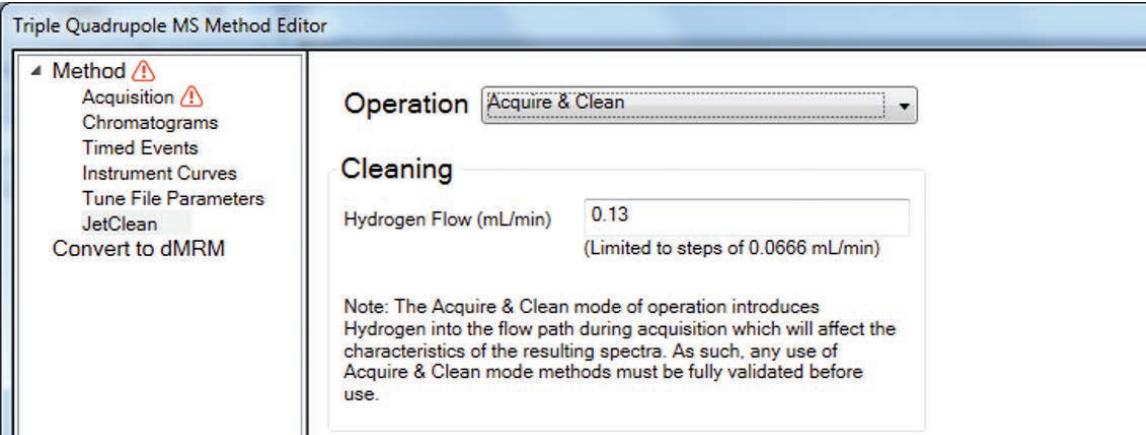
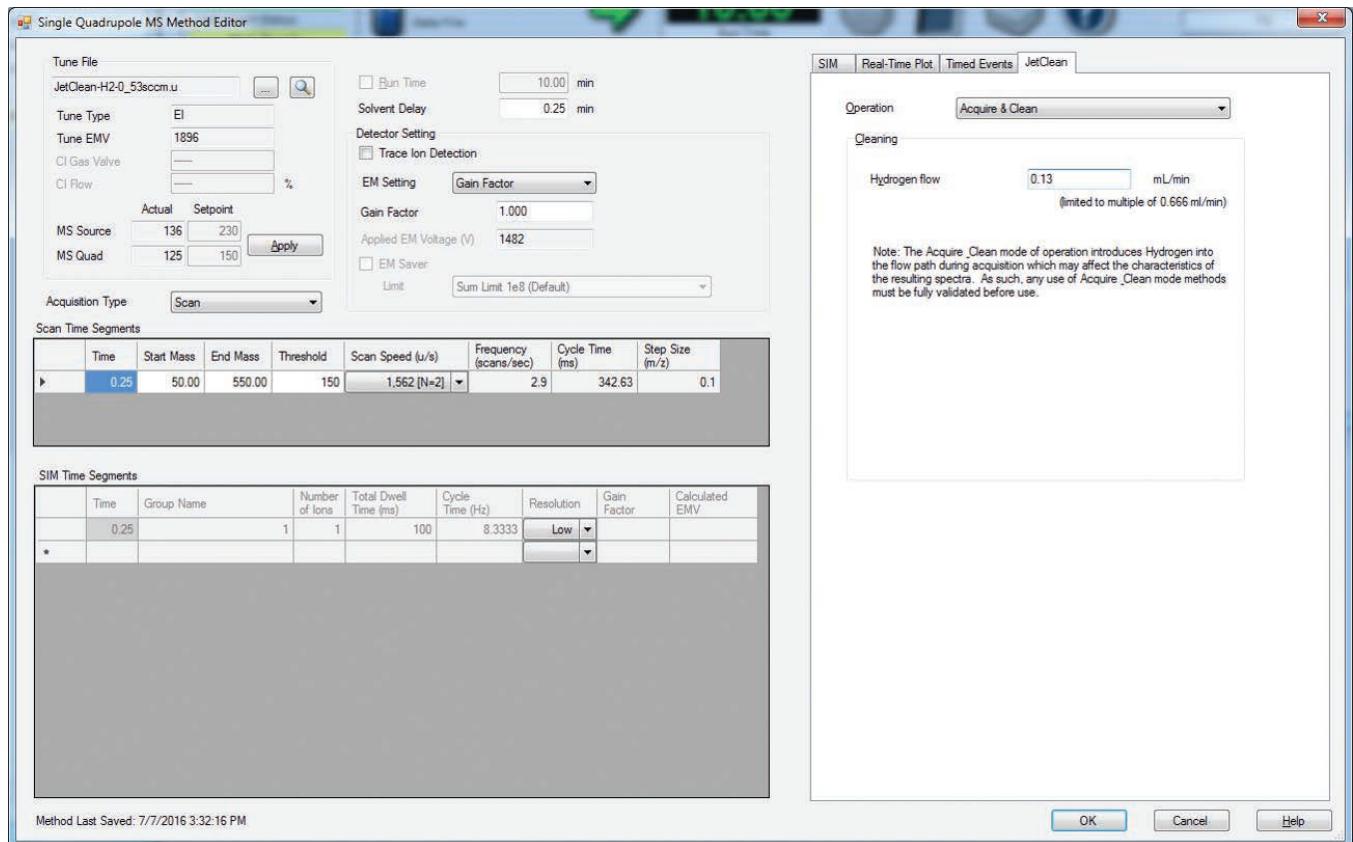
A**B**

그림 5. A) Acquire & Clean TQ. B) Acquire & Clean SQ 수소 유속 설정 값

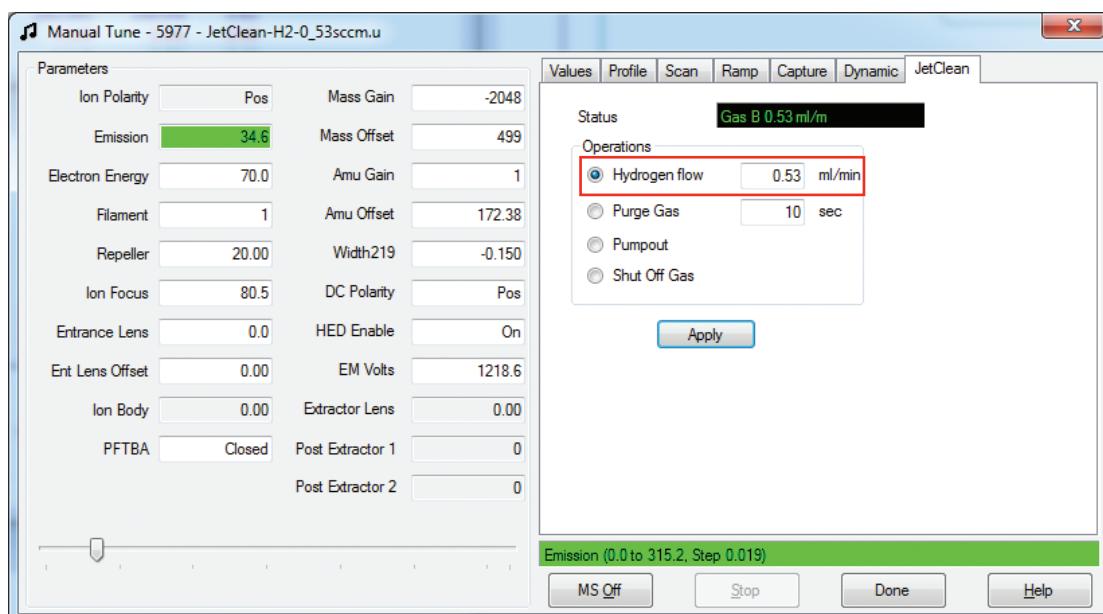
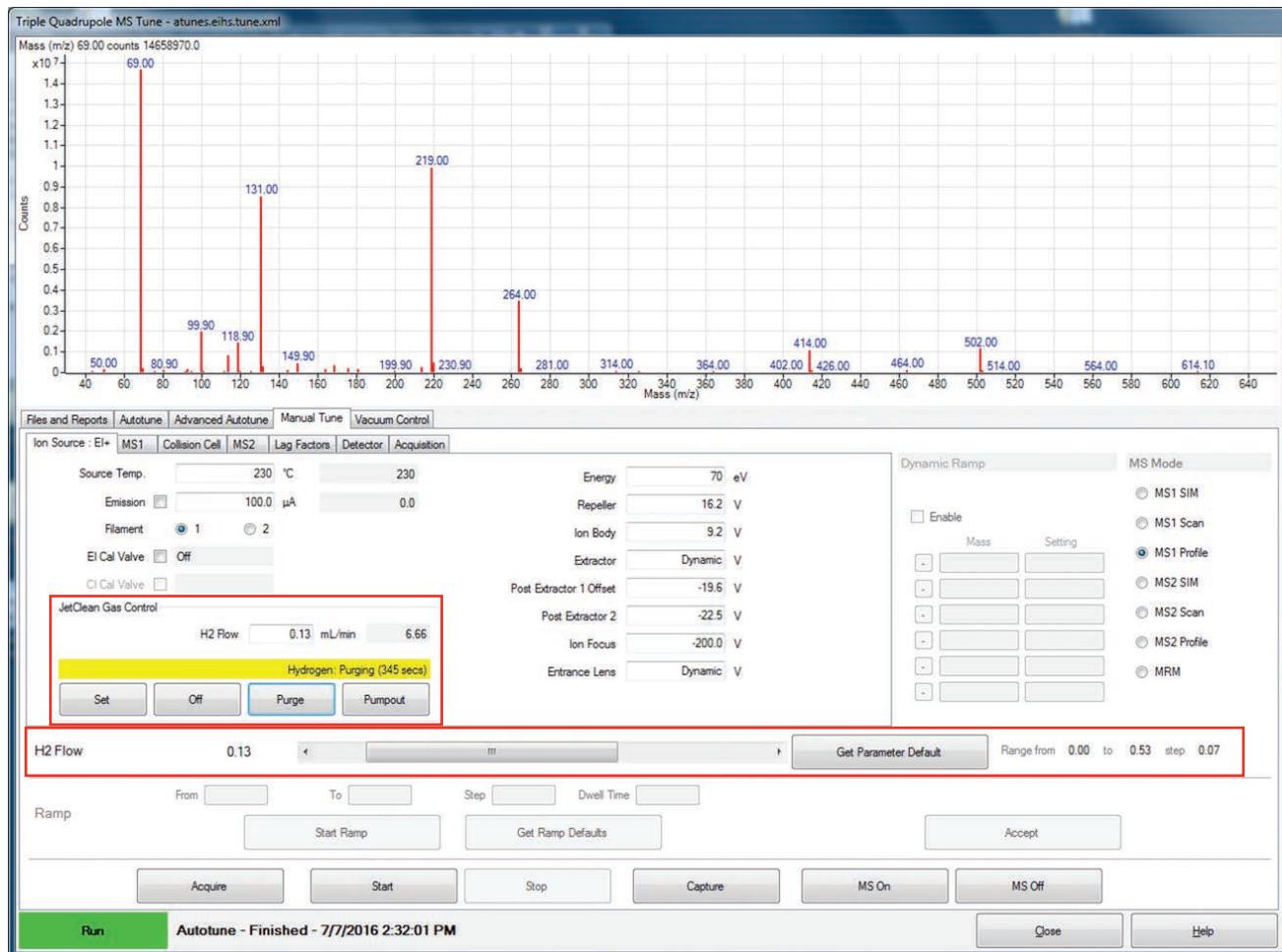


그림 6. Acquire & Clean 툰 패널(TQ 및 SQ) 수소 설정 값 제어

Clean Only 모드

이 모드는 시료 수집 과정 외에서 수소 종을 생성하므로 보편적으로 사용할 수 있습니다. 시료 수집 GC/MS 분석법은 MS 파라미터 패널에서 Clean Only 과정 분석법으로 변환할 수 있습니다. 이렇게 하면 모든 GC 구역은 주입 이전 상태로 유지되지만, Clean Only 모드가 활성화된 상태에서는 GC 주입 분석법은 자동으로 Valve/Immediate Start로 변환되어 주입이 이뤄지지 않습니다. 그런 다음, 분석법을 일부 JetClean 조건을 인용한 새 이름으로 저장합니다(예: CleanOnly-25uA-H2-0_53sccm.M). 이 분석법은 수동으로 수행하거나, 시퀀스에서 불러올 수 있습니다.

그림 7은 Clean Only 모드의 JetClean 파라미터입니다. 표 1~4는 이러한 설정 값의 뛰어난 유연성을 보여줍니다. 기본 값은 최소 시작점을 나타내며, 이러한 값 중 하나를 증가하는 것은 더 높은 수준의 처리를 나타냅니다. 필라멘트 2가 기본 필라멘트로, 기본 수집 필라멘트인 필라멘트 1의 추가 부담을 제거합니다. 단일 필라멘트인 CI 작동 예외입니다. 방출 기본 값은 가능한 최저 설정이며, 보다 광범위한 세척을 위해 증가하는 첫 번째 파라미터입니다. HES 이온화원의 경우, 10 μ A 설정으로 약 1분 동안 천천히 안정해집니다.

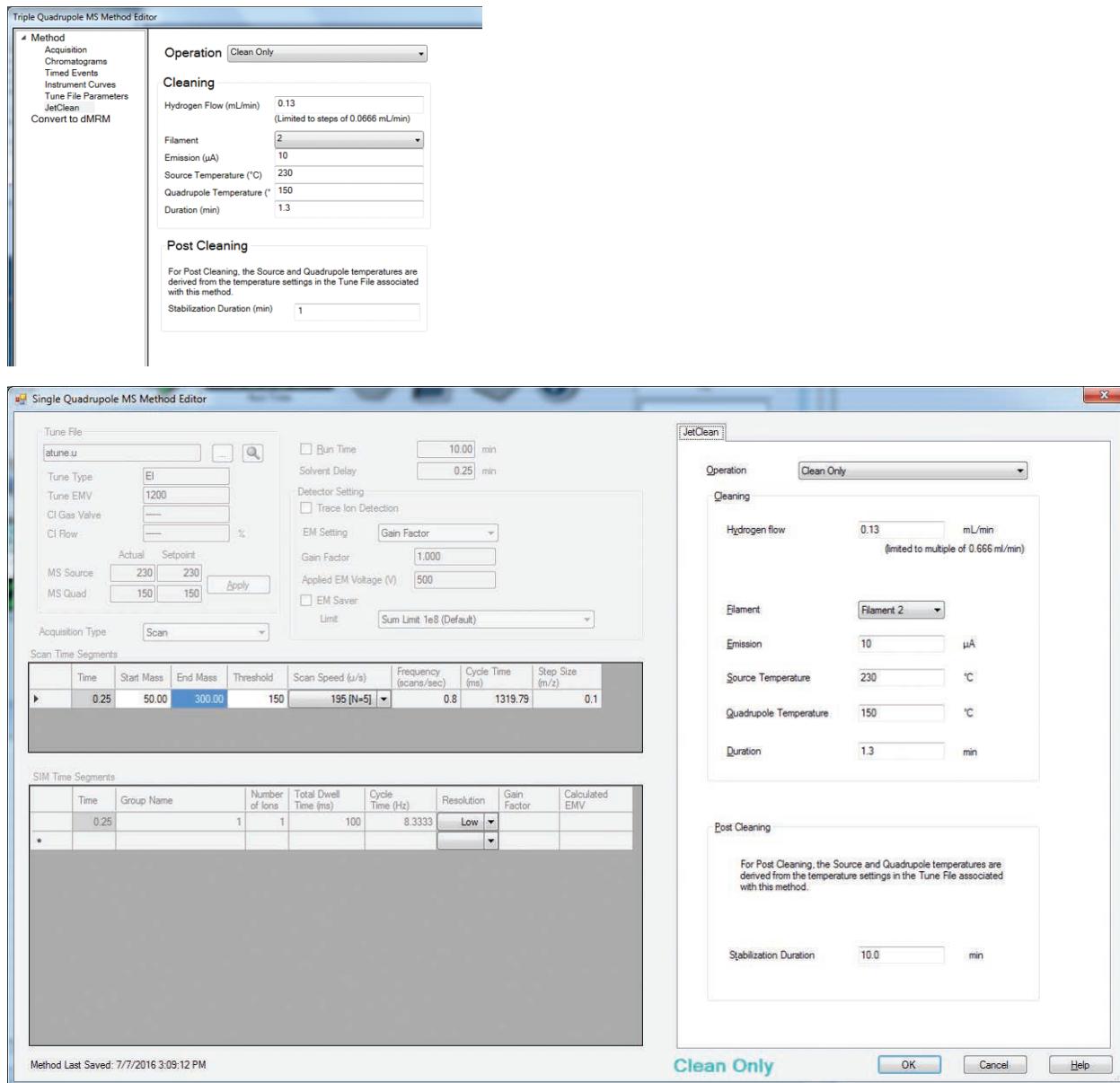


그림 7. Clean Only TQ 및 SQ

시료 수집에 사용한 온도(즉, 표준 투 파일)보다 높은 이온화원 온도 설정은 제거가 어려운 잔류물에 유용하지만, 일반적으로 필요하지 않으며, 시간이 더해집니다. 온도는 잔류물에 영향을 주지만, 그림 8에서 볼 수 있듯이 수소 처리 과정만으로도 매우 공격적입니다.

JetClean 시스템의 완전한 시간 절약을 위해 처리 시간을 비교적 짧게 유지하는 것이 전략입니다. 기본 값은 간단한 처리를 위해 빠르고, 자주 사용할 수 있는 접근법입니다. 유속 및 방출 파라미터를 증가하여 보다 빠르고 강력하게 이온화원을 처리할 수 있습니다. 과정 소요 시간의 상한을 총 10 또는 20분으로 설정해야 합니다. 용매 지연 0.25분은 고정 값이며 변경할 수 없습니다. 처리 강도를 높이려면 먼저, 수소 유속과 방출량을 증가하여 보다 강력한 컨디셔닝으로 만듭니다. 수집 데이터를 연구하고 분석 표준물질의 성능과 비교하여 과도한 세척을 피하십시오.

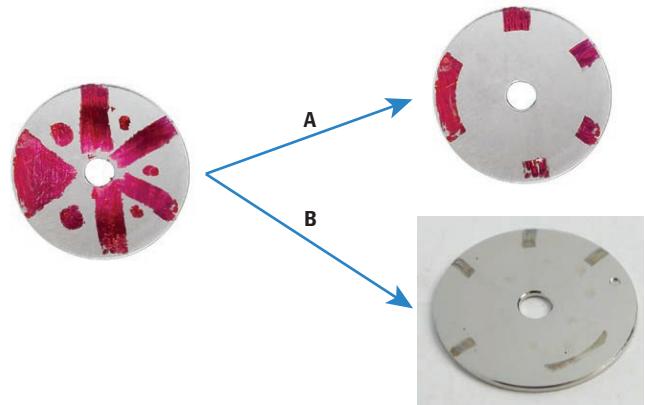


그림 8. 낮은(A: 230°C) 및 높은(B: 350°C) 이온화원 온도의 Clean Only 과정에서 ion volume drawout 렌즈의 Rhodamine 염료 제거. 높은 온도에서의 어두운 색(B)은 더 많은 열 변성이 발생했음을 의미합니다. 영향을 받지 않는 영역은 다른 이온화원 원소에 의한 마스킹 때문이지만, drawout 렌즈의 기능적인 표면은 복원되었습니다.

Clean Only 모드에서, 데이터 파일은 처리 과정 중에 기록으로 수집됩니다. 이 기록을 해석하면, 이온화원의 상태와 처리에 의해 어떻게 변화하는지에 대한 많은 통찰을 제공합니다. 이미 익숙한 MS 파라미터는 데이터 파일의 기록을 위해 편집할 수 있으며, Clean Only 모드 입력 전에 설정하여야 합니다. 스캔 모드 수집은 일반적인 이온화원 오염물질의 좋은 지표가 되는 이온을 발견할 때까지 가장 포괄적인 기록을 제공합니다. 이러한 이온을 발견하면, SIM이 더 좋은 선택입니다. 질량 범위 상한은 보통 300 m/z 로 충분하며, 몇 백 m/z ($< m/z 500$)까지 확장할 필요는 없습니다. 일반적인 하한은 45 또는 50질량 단위입니다. 질량 29(TQ, 낮은 질량 컷오프 30) 또는 28(SQ)에서 스캔을 시작하여 $N_2H^+(m/z 29)$ 의 생성으로 간접적으로 수소를 모니터링함으로써 수소의 사용을 확인합니다. SQ에서 형성되어 쉽게 측정되는 다수의 특이종은 $H_3^+(m/z 3)$, $HeH^+(m/z 5)$, $ArH^+(m/z 41)$ 등이 있습니다. 스캔 속도는 매우 낮아야 합니다; 1회/초의 스캔으로 데이터 파일을 쉽게 유지하면서 시간의 변화를 기록하기에 적절합니다. 그림 9는 이러한 데이터의 사례를 보여줍니다. 스캔 범위와 이온화원 유형에 따라 개인 계수 (GF)를 설정하는 것이 중요합니다: N_2 또는 N_2H 를 포함하면 낮은 GF를 설정하고, 스캔 창에 보이는 종별 강도에 따라 GF를 증가시킵니다.

여러 이온을 추출하면 흡착 성분의 혼합물에 대한 예상과 이온 강도의 시작점, 최고점 및 동역학이 동일하지 않음을 알 수 있습니다. EIC 상대 높이는 세척의 정도를 반영하며, 이온 전류가 초기 또는 최고 값의 절반으로 떨어졌을 때 이온화원은 50% 세척된 것으로, 20%로 떨어졌을 때 80% 세척된 것을 의미합니다. 실제로 초기 신호의 높이는 얼마나 많은 수소가 존재하는지, 얼마나 높게 방출 전류가 설정되는지(이온화 정도)와 비례할 수 있으므로, 초기 강도는 동역학과 같이 가변적입니다(EIC의 모양에 반영). EIC에서의 면적 대비 시간은 제거된 양의 지표로 간주하는 것이 좋습니다. 잔류물은 먼저 물리적 흡착과 다음으로 화학적 흡착의 순으로 제거됩니다. 탄화수소는 빠르게 제거되지만, 수분은 화학적 흡착 뿐만 아니라, 분석기 매니폴드에 달랑(g 정도의 양)의 수분이 있어 제거가 어렵습니다. 일반적으로, 이온 전류는 상승한 후에 점근선으로 떨어지기 시작합니다. 어떤 m/z 에서 모든 신호를 제거하고 깨끗한 이온화원을 만들려고 한다면 문제(과도한 세척)가 발생할 수 있어 권하지 않습니다.

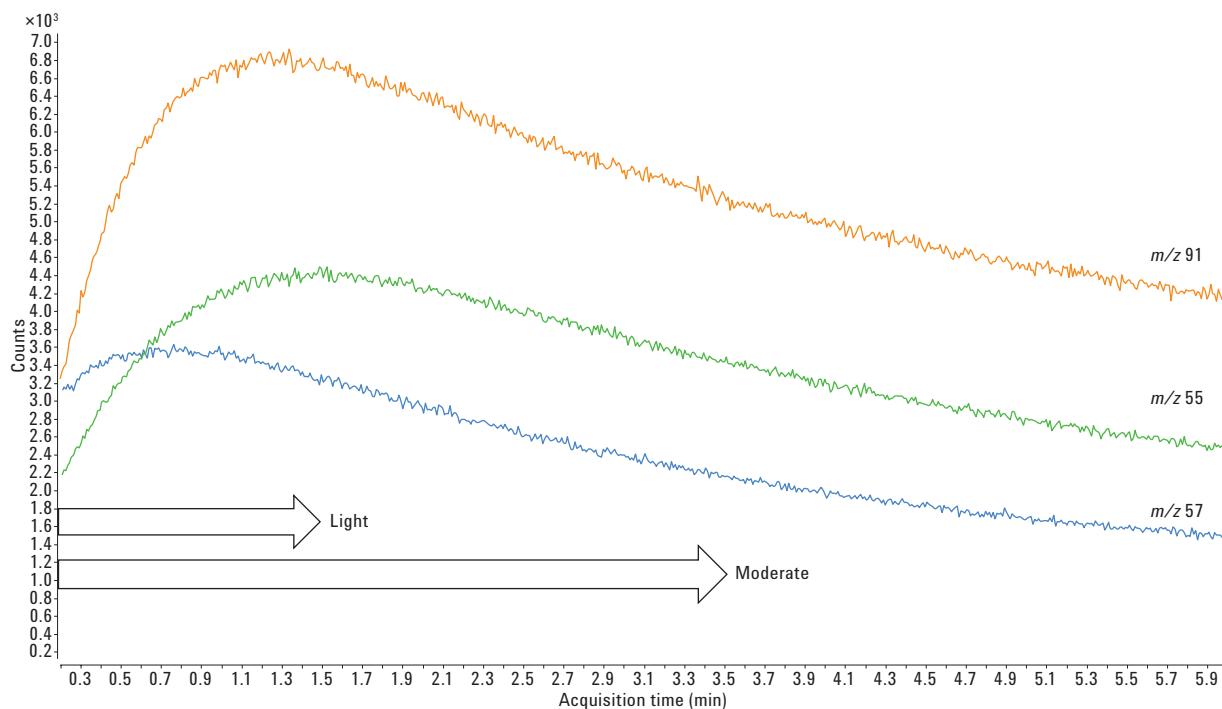


그림 9. 0~6분 동안, Agilent 5977B SQ-HES의 Clean Only JetClean을 이용한 EIC

그림 10은 여러 수소 유속 설정과 단일($10\mu\text{A}$) 방출에서의 상대적으로는 깨끗하지만 인위적으로 오염된 이온화원의 m/z 57에 대한 절대 및 정규화 EIC를 모두 보여줍니다. 절대 EIC에서 강도 억제는 이온화원 현상입니다: 수소 유속이 증가함에 따라 그것은 이온화원에 모이게 됩니다. 따라서 가장 높은 유속은 실제로 단위 시간당 더 많은 물질을 제거하고, 빠르게 점근선에 도달합니다. 정규화 뷰에서, EIC 높이가 0.25로 떨어지는데 필요한 시간은 가장 높은 유속 설정에서 가장 짧고, 유속이 감소할수록 증가한 것을 알 수 있습니다. 또한, 이 조건에서 물질에 대한 점근선이 빠르게 도달한다는 점에 유의하십시오(보다 높은 유속과 방출이 더 많은 물질을 제거할 수 있음을 기억하십시오.) 다른 물질은 제거하기가 더 어려우며, 더 나쁜 것은 추적에 적절한 이온이 없을 수도 있다는 것입니다.

먼저, 수동으로 Clean Only 분석법을 실행하고 TIC(또는 EIC)의 경로(trace)에 따르며, 경로가 평탄(즉, 점근선에 도달)해지기 전에 분석법을 중지할 것을 권고합니다. 이렇게 하면 파라미터를 조절하고 고정된 시료 수를 실행함으로써 이온화원 처리를 위한 고정 분석법 개발에 도움이 됩니다.

수동 세척과 마찬가지로, 이온화원 처리 후에는 안정화 후 컨디셔닝해야 합니다. 안정화 시간은 최대 2시간까지 선택할 수 있습니다. 한 가지 접근법은 비교적 빠른 Clean Only 분석법(<20분)으로, 분석법 다음 베이크 아웃에 이어 일반적인 배기 및 세척 과정과 같은 몇 시간의 안정화 시간을 가집니다. 그 다음에는 재튜닝, 개인 계수 업데이트와 이온화원 컨디셔닝을 위한 몇 번의 주입을 수행합니다. 수분은 MS에서 매우 중요한 역할을 하며, 이온화원과 매니폴드 내부의 수분을 재평형화해야 합니다.

SQ 시스템에서, 이러한 단계는 독립 시퀀스(예, Source-JetClean.S)로 자동 실행할 수 있으며, 필요에 따라 실행하거나 시료 배치 전 또는 다음에 실행하기 위해 시료 시퀀스에 추가할 수 있습니다. BAKE 명령어는 Tune View에서 설정하며, 평형화 시간은 60분을 권장합니다; 또는, SLEEP 명령어로 시간을 추가할 수 있습니다. BAKE 명령어는 현재 TQ 시스템에서 지원되지 않습니다.

디렉토리의 기본 분석법: JetClean 지원 GC/MS 시스템의 경우 methods\default 을 로드하여 시작 점으로 사용할 수 있습니다. JetClean 과정에 대한 모니터를 추가하여 원하는 설정 값을 확인하기를 권장합니다. 이 모니터는 시스템의 상태 및 모든 중요 구역과 파라미터를 확인하는데 매우 유용합니다. Clean Only의 경우, 방출, 수소 유속, EM 전압과 같은 설정을 확인할 수 있습니다. TQ에서는 MS 상태 패널로 작동 중에 MS 실제 값 및 설정 값을 모니터링할 수 있습니다(주의: 기본 타임아웃 설정을 변경하지 않으면, 수소는 10분 동안 비활성화된 후 자동 차단됩니다).

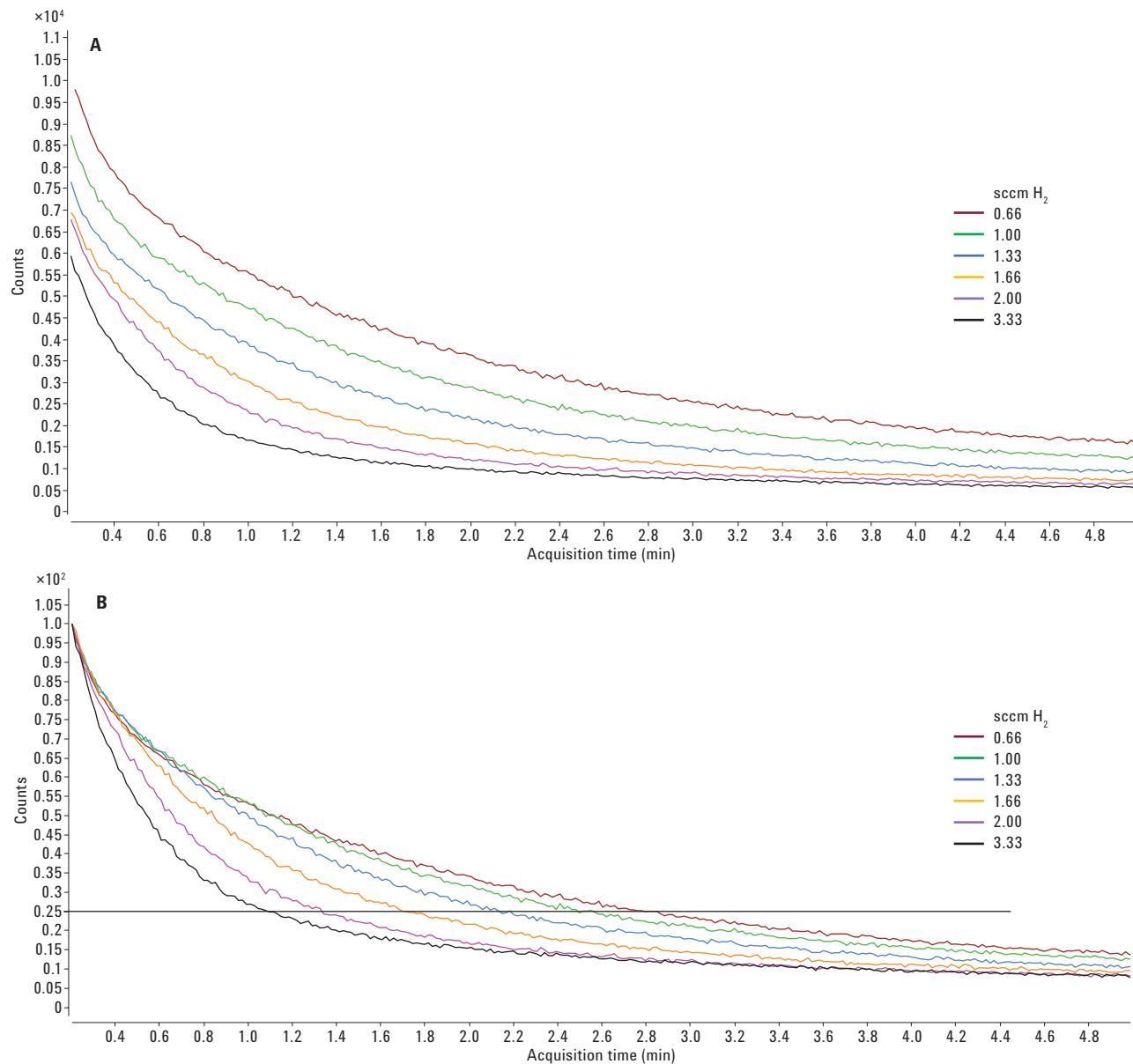


그림 10. A) Clean Only 모드: 6개의 서로 다른 H_2 유속 설정 값($10\mu\text{A}$)으로 얻은 m/z 57에 대한 EIC($10\mu\text{A}$). B) 6개의 서로 다른 H_2 유속 설정 값($10\mu\text{A}$)으로 얻은 m/z 57에 대한 정규화된 EIC. 확실한 구별을 위해, 25%를 선으로 표기하였습니다.

분석법 정리: Agilent JetClean 장점 통합

기타 이온화원 파라미터와 표준 작동 파라미터 탐색에 유용할 수 있습니다. 일반적으로 가능한 가장 높은 이온화원 온도를 GC/MS 수집 과정에서 사용합니다. 이것은 이온화원을 깨끗하게 유지하고, 강력한 기기 운용을 지원하지만, 화합물 조각화 증가와 같은 바람직하지 못한 상황이 발생할 수 있습니다. 그러나, JetClean으로 이온화원의 조건을 보다 쉽게 유지할 수 있어, 시료 수집 분석법의 이온화원 온도를 낮추어, 불안정한 화합물에 대해 보다 좋은 반응 또는 이온 비율을 제공할 수 있습니다.

결론

Agilent JetClean은 GC/MS 이온화원의 수동 세척을 제거할 수 있는 유연한 접근법입니다. 거의 자동으로 시퀀스 기반의 이온화원 세척 및 컨디셔닝의 개발을 가능하게 합니다. 절대 감응이 아닌, 이온화원의 안정성을 추구해야 함을 인식하는 것이 중요합니다. 사용자는 언제나 개인 계수를 증가할 수 있습니다. 일부 이온화원은 시스템 안정화 전에 드리프트가 발생하는 매우 높은 감응을 생성합니다 (일반적이지만 좋지 않은 조건). 최종의 안정성은 베이크 아웃 및 대기(wait), 시료 주입, 분석물질 보호제 등과 같은 사용자가 이미 익숙한 여러 가지 방법으로 생성할 수 있습니다. Acquire & Clean 모드는 화합물의 화학적 특성을 수용하는 이온화원 성능의 수명과 안정성을 크게 향상하는데 사용할 수 있습니다. 전 세계적으로 사용되는 Clean Only 모드는 온라인 과정을 보완하며 이는 분석과 독립적으로 작동합니다. 이 두 가지 분석법으로 이온화원 수동 세척 사이의 시간을 연장할 수 있습니다. 적절한 JetClean 작동은 더 나은 분석 결과와 함께 보다 긴 기기 가동 시간을 제공합니다.

자세한 정보

이러한 데이터는 일반적인 결과를 나타냅니다. 애질런트의 제품 및 서비스에 대한 자세한 정보는 애질런트 웹사이트 (www.agilent.com/chem)를 방문하십시오.

www.agilent.com/chem

애질런트는 이 자료의 오류 또는 장비의 설치, 성능, 이 자료의 사용 등과 관련된 사고나 결과적 손상에 대해 법적 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
2016년 8월 15일
한국에서 인쇄
5991-7254KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Agilent Technologies