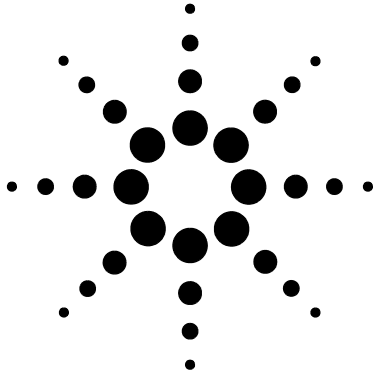


Agilent 5975 シリーズMSD

操作マニュアル



Agilent Technologies

注意

(c) Agilent Technologies, Inc. 2009

米国著作権法および国際著作権法に定められているとおり、Agilent Technologies, Inc. の事前の合意および書面による許諾なしに、このマニュアルの全部または一部をいかなる形態（電子データや検索用データまたは他国語への翻訳など）あるいはいかなる手段をもっても複製することはできません。

マニュアル製品番号

G3170-96030

版

第 3 版 2009 年 6 月
第 2 版 2008 年 10 月
G3170-96023 から改訂

Printed in USA

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

保証

このマニュアルに記載されている内容は、「現時点」の状況を前提としており、以後の改訂版では事前の通知なしに変更されることがあります。また、適用法が許容する最大限の範囲において、Agilent はこのマニュアルおよびこのマニュアルに記載されているすべての情報に関し、商品性や特定用途への適合性についての黙示保障など、明示または黙示を問わず、一切の保証はいたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または行使に関連して生じた過失、あるいは付随的損害または間接的損害に対し、責任を負わないものとします。このマニュアルに記載されている要素に関して保証条件付きの書面による合意が Agilent とお客様との間に別途にあり、その内容がここに記載されている条件と矛盾する場合、別途に合意された保証条件が優先されるものとします。

安全上の注意

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行または遵守しないと、この製品が破損したり、重要なデータを損失したりする可能性のある操作手順や操作法などに注意を促すマークです。**注意**の部分でいったん作業をやめ、記載されている条件を完全に理解し、すべてを満たすまでは、先に進まないでください。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行または遵守しないと、怪我または死亡につながる可能性のある操作手順や操作などに注意を促すマークです。警告の部分でいったん作業をやめ、記載されている条件を完全に理解してすべて満たすまでは、先に進まないでください。

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 5975 シリーズ質量選択検出器（MSD）システムの操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 はじめに

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の安全上の情報など、5975 シリーズ MSD に関する一般的な情報を記載します。

2 GC カラムの取り付け

第 2 章では、MSD で使用するキャピラリカラムの準備方法、GC オーブンの取り付け方法、および GC/MSD インターフェイスを使用した MSD との接続方法について説明します。

3 電子衝撃（EI）モードの操作

第 3 章では、温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントおよび真空排気などの基本的な作業について説明します。本章の情報の多くは、CI の操作にも適用されます。

4 化学イオン化（CI）モードの操作

第 4 章 では、CI モードの操作に必要な作業についてさらに説明します。

5 通常のメンテナンス

第 5 章では、EI および CI 機器に共通するメンテナンス手順について説明します。

6 CI メンテナンス

第 6 章では、CI MSD に固有なメンテナンス手順を説明します。

A 化学イオン化理論

付録 A は化学イオン化理論の概要です。

オンラインユーザ情報

Agilent 機器に関するマニュアル類を一箇所で簡単に閲覧できるようになりました。



機器に付属のソフトウェア DVD には、Agilent **7890A GC**、**6890N GC**、**7820 GC**、**5975 Series MSD**、および **7683B ALS** に関するオンラインヘルプ、ビデオ、マニュアルが数多く収録されています。以下のような、ローカライズされた重要な情報が含まれています。

- 基礎知識に関するマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- 設置準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティングの詳細情報

目次

1 はじめに

5975 シリーズ MSD の種類 10

使用する略語 11

5975 シリーズ MSD 13

CI MSD ハードウェアの説明 15

重要な安全上の警告 17

水素の安全性 19

GC に関する安全上のご注意 19

安全および規制に関する認証 24

使用目的 27

製品のクリーニング / リサイクル 27

液体の流入 27

MSD の移設と保管 27

2 GC カラムの取り付け

カラム 30

バスケットに 6850 GC カラムを再コンフィグレーションするには 32

キャピラリカラムの取り付け準備をするには 37

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには 39

キャピラリカラムをコンディショニングするには 41

GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには 42

Agilent 7890A および 6890 GCs 42

6850 GC 44

3 電子衝撃（EI）モードの操作

データシステムから MSD を操作する 49

EI GC/MSD インターフェイス 50

MSD のスイッチを入れる前に 52

真空排気 53

温度を制御する 53

カラム流量を制御する 53

MSD を大気開放する 55

MSD アナライザの温度および真空の状態を表示するには 56

MSD の温度および真空状態のモニタを設定するには 58

MSD アナライザの温度を設定するには 60

ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 62

高真空圧をモニタするには 64

カラム線速度を測定するには 66

カラム流量を計算するには 67

MSD をチューニングするには 68

システム性能を検証するには 69

高質量テスト（5975 シリーズ MSD） 70

MSD カバーを取り外すには 73

MSD を大気開放するには 75

アナライザを開けるには 77

アナライザを閉めるには 80

MSD を真空排気するには 84

MSD を移設または保管するには 86
GC から インターフェイスの温度を設定するには 88

4 化学イオン化（CI）モードの操作

一般的なガイドライン 90
CI GC/MSD インターフェイス 91
CI の操作 93
EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには 94
CI MSD を真空排気するには 95
CI モード操作で使用するソフトウェアの設定 96
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには 98
メタン試薬ガス流量を設定するには 101
他の試薬ガスを使用するには 103
CI イオン源から EI イオン源に切り換えるには 107
CI オートチューニング 108
PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ） 110
NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス） 112
PCI 性能を検証するには 114
NCI 性能を検証するには 115
高真空圧をモニタするには 116

5 通常のメンテナンス

始める前に 120
真空システムのメンテナンス 125

6 CI メンテナンス

一般情報 132

CI 動作の MSD の設定 133

A 化学イオン化理論

化学イオン化の概要 138

ポジティブ CI 理論 140

ネガティブ CI 理論 147

1 はじめに

5975 シリーズ MSD の種類　10
使用する略語　11
5975 シリーズ MSD　13
CI MSD ハードウェアの説明　15
重要な安全上の警告　17
　MSD 内部で高電圧がかかる部品　17
　静電気による MSD の損傷　17
　非常に高温となる部品　18
　標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある　18
水素の安全性　19
　GC/MSD 操作に特有な危険性　20
　MSD 内の水素の蓄積　20
　メンテナンス時のトラブル防止　22
安全および規制に関する認証　24
　情報　24
　警告ラベル　25
　電磁環境両立性 (EMC)　26
　放射音圧レベル　26
使用目的　27
製品のクリーニング / リサイクル　27
液体の流入　27
MSD の移設と保管　27

本マニュアルには、Agilent Technologies 5975 シリーズ質量選択検出器 (MSD) の操作および日常メンテナンスに関する情報が記載されています。

5975 シリーズ MSD の種類

5975 シリーズ MSD には、ディフュージョンポンプまたは 2 種類のターボモレキュラー（ターボ）ポンプのいずれかを取り付けることができます。シリアル番号ラベルには、お使いの MSD の種類を示す製品番号（表 1）が表示されます。

表 1 使用可能な高真空ポンプ

モジュール名	製品番号	説明	イオン化モード
5975B VL MSD	G3170A	ディフュージョンポンプ MSD	電子衝撃 (EI)
5975B inert MSD	G3171A	標準ターボ MSD	電子衝撃 (EI)
5975B inert XL MSD	G3172A	拡張ターボ MSD	電子衝撃 (EI)
5975B inert XL EI/CI MSD	G3174A	CI 拡張ターボポンプ	電子衝撃 (EI) ネガティブ化学イオン化 (NCI) ポジティブ化学イオン化 (PCI)

使用する略語

本製品の説明では表　2 の略語を使用します。参照しやすいように以下にまとめています。

表 2　略語

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンプラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン（キャリブラント）
CI	化学イオン化
DC	直流
DFTPP	デカフルオロトリフェニルホスフィン（キャリブラント）
DIP	直接導入プローブ
DP	ディフュージョンポンプ
EI	電子衝撃イオン化
EM	エレクトロンマルチプライア（検出器）
EMV	エレクトロンマルチプライア電圧
EPC	エレクトロニック・ニューマティクス・コントロール
eV	エレクトロンボルト
GC	ガスクロマトグラフ
HED	高エネルギーダイノード（検出器とその電源を示す）
id	内径
LAN	ローカルエリアネットワーク
LCP	ローカルコントロールパネル（MSD 上）
m/z	質量電荷比
MFC	マスフローコントローラ
MSD	質量選択検出器

表 2 略語（続き）

略語	定義
NCI	ネガティブ CI
OFN	オクタフルオロナフタレン（キャリブラント）
PCI	ポジティブ CI
PFDTD	パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン（キャリブラント）
PFHT	2,4,6- トリス（パーフルオロヘプチル）-1,3,5- トリアジン（キャリブラント）
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン（キャリブラント）
Quad	四重極マスフィルタ
RF	無線周波数
RFPA	無線周波数電力増幅器
Torr	圧力単位 1 mm Hg ＝ 1.33322×10^{-1} kPa
Turbo	ターボモレキュラー（ポンプ）

5975 シリーズ MSD

5975 シリーズ MSD はスタンドアロン型のキャピラリー GC 検出器で、Agilent シリーズガスクロマトグラフと共に使用します（表 3)。MSD の特長は以下のとおりです。

- MSD をその場で監視、操作できるローカルコントロールパネル（LCP）
- 3 種類の高真空ポンプから選択可能
- ロータリー（フォアライン）ポンプ
- 独立したヒーターを持つイオン源
- 独立したヒーターを持つハイパボリック四重極マスフィルタ
- 高エネルギーダイノード（HED）EM 検出器
- 独立したヒーターを持つ GC/MSD インターフェイス
- 化学イオン化（EI/PCI/NCI）モードが利用可能

外観

5975 シリーズ MSD は長方形のボックスの形状をしており、およそ、高さ 42 cm、幅 26 cm、奥行き 65 cm です。重量はディフュージョンポンプの筐体で 25 kg、標準ターボポンプの筐体で 26 kg、拡張ターボポンプの筐体で 29 kg です。フォアライン（粗引き）ポンプを装着すると、さらに 11 kg 重くなります（標準ポンプ）。

機器の基本コンポーネントは、フレーム / カバーの組立部品、ローカルコントロールパネル、真空システム、GC インターフェイス、エレクトロニクスおよびアナライザです。

ローカルコントロールパネル

ローカルコントロールパネルを使用すると、その場で MSD の監視と操作ができます。MSD のチューニング、メソッドまたはシーケンスの実行、および機器の状態監視ができます。

Micro イオンゲージコントローラ

5975 シリーズ MSD には、Micro イオンゲージを装備することができます。MSD ChemStation は真空マニフォールドの真空度を確認できます。Micro イオンゲージコントローラの操作方法は本マニュアルに記載されています。

このゲージは化学イオン化（CI）操作には**必須**です。

表 3 5975 シリーズ MSD モデルとその機構

	モデル			
機構	**G3170A**	**G3171A**	**G3172A**	**G3174A**
高真空ポンプ	ディフュージョン	標準ターボ	拡張ターボ	拡張ターボ
最適 He 流量 mL/ 分	1	1	1 ～ 2	1 ～ 2
推奨最大ガス流量 mL/ 分*	1.5	2.0	4.0	4
最大ガス流量、mL/ 分†	2	2.4	6.5	6.5
最大使用可能カラム id	0.25 mm (30 m)	0.32 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
CI 機能	なし	なし	なし	あり
DIP‡機能（サードパーティ製）	あり	あり	あり	あり

* MSD へのトータルガス流量：カラム流量 + 試薬ガス流量（該当する場合）。

† スペクトル性能および感度の劣化を予測。

‡ 直接導入プローブ。

CI MSD ハードウェアの説明

図 1 は、代表的な 5975 GC/MSD システムの外観です。

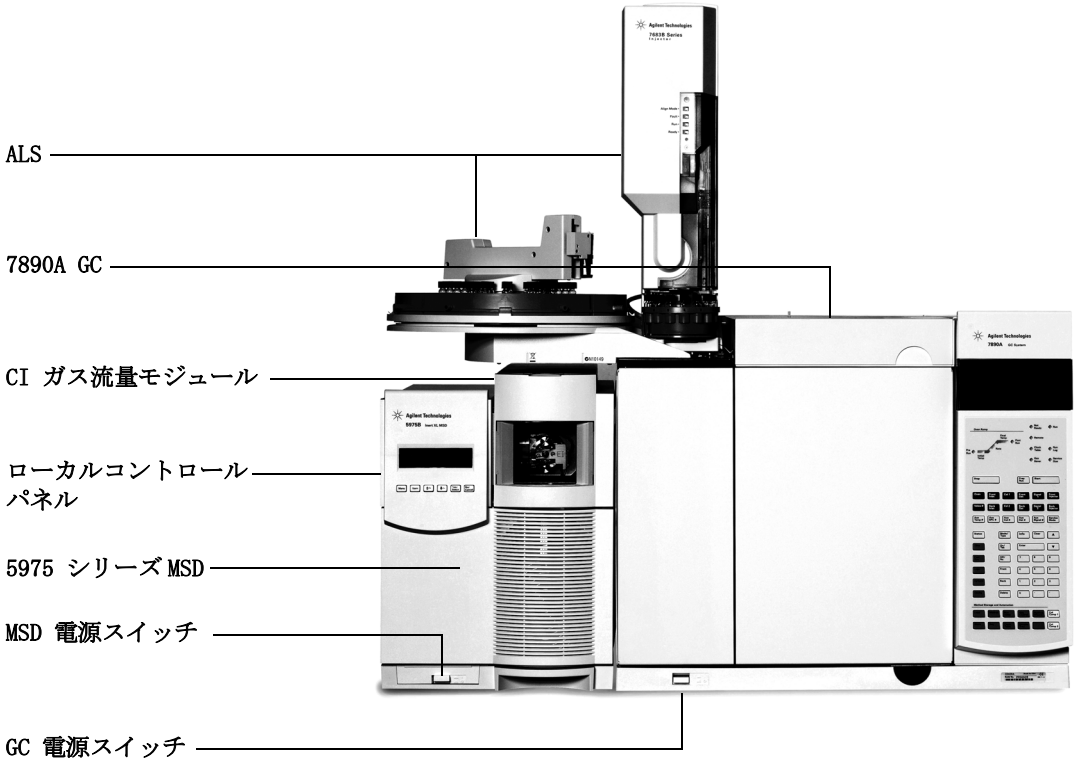


図 1 5975 シリーズ GC/MSD システムと Agilent 7890A GC

CI ハードウェアによって、5975 シリーズ MSD は、分子付加イオンを含む、高品質で最高級の CI スペクトルを生成することができます。さまざまな試薬ガスが使用できます。

本マニュアルでは、用語「CI MSD」とは、G3174A MSD ならびにアップグレードした G3172A MSD を示します。特に明記されない限り、これらの機器の流量モジュールにも当てはまります。

5975 シリーズ CI システムには、以下の 5975 シリーズ MSD で構成されます。

- EI/CI GC/MSD インターフェイス
- CI イオン源およびインターフェイスチップシール
- 試薬ガス流量制御モジュール
- PCI および NCI 操作のための二極式 HED 電源

メタン / イソブタンガストラップが搭載され、*必須*となっています。酸素、水、炭化水素および硫黄を除去します。

Micro イオンゲージコントローラ (G3397A) は、CI MSD には**必須**であり、EI にも推奨されます。

MSD CI システムは、CI に必要な比較的高いイオン源圧力となる一方で、四重極および検出器で高真空を維持するように最適化されています。試薬ガスの流路に沿った特別なシールとイオン源のごく小さな開口部によって、イオン化室において試薬ガスと、適切な反応が起こるために十分な時間維持することができます。

CI インターフェイスには試薬ガス用に特別な配管があります。インターフェイスチップには絶縁シールのためのバネがついています。

CI と EI イオン源の切り換えにかかる作業時間は 1 時間未満ですが、試薬ガス配管のパージと、水分や他の汚染物質の除去には、さらに 1、2 時間は必要です。PCI から NCI に切り換えると、イオン源の冷却に約 2 時間が必要です。

重要な安全上の警告

MSD を使用する際に忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

MSD 内部で高電圧がかかる部品

MSD が電源に接続されている場合、電源スイッチが切れていても、危険な電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

- MSD 電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源本体、および AC 電源と電源スイッチ間の配線。

電源のスイッチがオンの場合、以下の箇所に危険な電圧が残留している可能性があります。

- 機器内のすべての電子ボード。
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル。
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、またはバルブボックス）用配線。

警告 **これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されてます。安全カバーが適切な位置にあれば、危険な電圧に間違って接触する可能性はまずありません。特に指示されない限り、検出器、注入口、またはオーブンをオフにしないでカバーを取り外すことのないようにしてください。**

警告 **電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードを交換します。弊社コールセンターにお問い合わせください**

静電気による MSD の損傷

MSD 内のプリント基板は、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、PC 基板には触らないでください。PC 基板を取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。MSD の右サイドカバーを取り外す必要がある場合、接地されたリストストラップを必ず着用してください。

非常に高温となる部品

GC/MSD の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。次のような部品が高温になりますが、これがすべてではありません。

- 注入口
- オーブンとその内容物
- 検出器
- カラムを注入口または検出器に取り付けるカラムナット
- バルブボックス
- フォアラインポンプ

MSD の上記部分における作業は、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。加熱した部分の温度を最初に室温に設定すると、早く温度が下がります。設定温度になったら、該当部分の電源を切ります。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチを使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 **機器の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。**

警告 **注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある

オイルパン内の油布、紙タオルなどの吸収性のある素材は、発火してポンプや MSD の他の部品を損傷する恐れがあります。

警告 **フォアライン（粗引き）ポンプの下、上、または周囲に置かれた可燃性のある素材（または、引火性 / 非引火性の浸潤性素材）は、引火の恐れがあります。パンを清潔に保ち、紙タオルなどの吸収性のある素材をなかに放置しないでください。**

水素の安全性

警告 GC キャリアガスに水素を使用すると、危険な場合があります。

警告 キャリアガスあるいは燃料ガスに水素（H_2）を使用する場合、水素ガスが GC オーブンに流入して爆発の危険があることに注意してください。したがって、すべての接続が完了するまでは供給をオフにしてください。また水素ガスが機器に供給される時には、必ず GC 注入口および検出器にカラムが正しく取り付けられていること、または密栓されていることを確認してください。

水素は引火性の高い気体です。漏れた水素が密閉空間にとどまると、引火や爆発の危険があります。水素を使用する場合、機器を稼動させる前にすべての接続、配管、およびバルブのリークテストを実施してください。機器の作業は、必ず水素供給を元栓で止めてから実施します。

水素は GC キャリアガスとして使用されることがあります。水素は爆発の可能性があり、その他にも危険な特性を持っています。

- 水素は幅広い濃度で可燃性を示します。大気圧下では、体積中に 4% から 74.2% の濃度で可燃性を示します。
- 水素はガスの中で最も早い燃焼速度を持っています。
- 水素は非常に小さいエネルギーで発火します。
- 高圧によって急速に膨張する水素は、自然発火することがあります。
- 水素は、明るい光のもとでは見えない、非発光フレームで燃焼します。

GC に関する安全上のご注意

搬送ガスに水素を使用する場合、GC 左側パネルにある MSD トランスファーラインの大きな丸いプラスチックカバーを取り除いてください。万一爆発が起きた場合に、このカバーが外れることがあります。

GC/MSD 操作に特有な危険性

水素には多くの危険性があります。一般的な危険もありますが、GC あるいは GC/MSD 特有の危険もあります。次のような危険性がありますが、これがすべてではありません。

- 水素漏れによる燃焼。
- 高圧シリンダからの水素の急速な膨張による燃焼。
- GC オーブン内の水素の蓄積とその結果起こる燃焼（GC マニュアルおよび GC オーブンのドア上部にあるラベルを参照）。
- MSD 内の水素の蓄積とその結果起こる燃焼。

MSD 内の水素の蓄積

警告

MSD は、注入口の漏れや検出器のガスの流れを検出できません。したがって、カラムフィッティングが常にカラムに取り付けられていること、またはキャップや栓が閉まっていることが非常に重要です。

すべてのユーザーは、水素が（表 4）蓄積するメカニズムに注意を払い、水素が蓄積したと疑われる場合に取るべき措置を知っておく必要があります。これらのメカニズムは、MSD をはじめ、すべての質量分析計に適用されることに注意してください。

表 4 水素蓄積メカニズム

メカニズム	結果
質量分析計がオフ	質量分析計は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。質量分析計が停止しても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。

表 4 水素蓄積メカニズム（続き）

メカニズム	結果
質量分析計の シャットオフバルブの自動閉鎖	質量分析計の中にはディフュージョンポンプの自動シャットオフバルブを備えているものがあります。これらの機器では、オペレータの意図的な処置やさまざまな障害によりシャットオフバルブが閉じる場合があります。シャットオフバルブが閉じても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。
質量分析計の シャットオフバルブの手動閉鎖	質量分析計の中にはディフュージョンポンプの手動シャットオフバルブを備えているものがあります。これらの機器では、オペレータがシャットオフバルブを閉じることができます。シャットオフバルブが閉じても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。
GC オフ	GC は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。GC が異なると違った反応を示します。EPC を備えた 6890 GC が停止すると、EPC がキャリアガスの流入を止めます。キャリガガスの流入が EPC によって制御され**ない**場合、流量は最大値まで増大します。複数の質量分析計が排出可能な量を超える流量であると、質量分析計に水素が蓄積してしまいます。同時に質量分析計が停止した場合、急速に蓄積されます。
電源障害	電源に障害が発生すると、GC および質量分析計は停止します。しかし、キャリアガスは必ずしも停止しません。前に説明したように、一部の GC では、電源障害が発生するとキャリアガスの流量は最大になります。このため、水素が質量分析計内に蓄積する可能性があります。

警告 **質量分析計に水素が蓄積してしまうと、水素を除去するときに非常に注意深い対応が必要となります。水素が充満した質量分析計を正しく開始しないと爆発の原因となる場合があります。**

警告 **電源障害から回復した後、質量分析計が起動して自動的に真空排気処理を開始する場合があります。しかし、このことは水素がシステムからすべて除去されたことや、爆発の危険が去ったことを保証するものではありません。**

メンテナンス時のトラブル防止

水素キャリアガスで GC/MSD を運転する場合、以下の注意事項を守ってください。

機器に関する注意

サイドプレートの前側のつまみねじを指で確実に締めてください。つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となることがあります。

警告 **MSD の安全を上記の説明のように確保しないと、爆発によって人体に被害を与える危険性が増大します。**

5975 MSD 前部にあるガラス窓の上のプラスチックカバーを取り除いてください。万一爆発が起きた場合に、このカバーが外れることがあります。

実験室での一般的な注意事項

- キャリアガスラインの漏れを防いでください。リークディテクタを使用して定期的に水素漏れが発生していないか確認してください。
- 実験室からで発火源（直火、火花を出す機器、静電気の発生源など）をできるだけ取り除いてください。
- 高圧ボンベから水素を直接大気に排気しないでください（自然発火の危険）。
- ビン入りの水素を使用せず、水素発生機器を使用してください。

操作上の注意事項

- GC または MSD を停止するときは、必ず水素の元栓を閉めてください。

- MSD の大気開放を行うときは、必ず水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリーカラムを熱しないでください)。
- MSD のシャットオフバルブを閉めるときは、必ず水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリーカラムを熱しないでください)。
- 電源障害が発生した場合、水素の元栓を閉めてください。
- GC/MSD システムが無人運転されている間に電源異常が発生した場合は、システムが自動再開始していても、以下の処置をしてください。

  1 すぐに水素の元栓を閉めます。

  2 GC をオフにします。

  3 MSD をオフにし、1 時間そのままにして冷却します。

  4 室内にある発火源を**すべて**取り除きます。

  5 MSD の真空マニフォールドを大気に向けて開きます。

  6 水素が拡散するまで少なくとも 10 分間待ちます。

  7 GC および MSD を正常な状態として開始します。

水素ガスを使用するときには、漏れがないかシステムをチェックして、地域の環境衛生（EHS）要件に基づいて火災および爆発の危険を回避してください。常に漏れを確認してからタンクの変更やガスラインのメンテナンスをしてください。排気管が換気ドラフトに取り付けられていることを常に確認します。

安全および規制に関する認証

5975 シリーズ MSD は、次の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association (CSA):CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL):UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

5975 シリーズ MSD は、次の電磁環境適合性 (EMC) および無線周波数干渉 (RFI) に関する規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

この ISM デバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.

CE

5975 シリーズ MSD は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 5975 シリーズ MSD は、次の IEC (国際電気標準会議) の規格を満たしています。安全クラス 1、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2

Agilent Technologies 5975 シリーズ MSD は、認証された安全基準に準拠して設計、テストされており、室内における使用を目的として設計されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。5975 シリーズ MSD の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにしてください。

修理については、正規のサービス員にお問い合わせください。部品を交換、または機器を無断で改造すると、安全上の問題が生じる可能性があります。

警告ラベル

この機器の操作、サービス、および修理の全段階を通じて、マニュアルやこの機器で表示される警告を必ず守ってください。これらの注意を遵守しなければ、設計の安全基準や機器の使用目的に反することになります。Agilent Technologies は、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、付随情報を参照してください。



高温部を表します。



危険電圧を表します。



アース（接地）ターミナルを表します。



火災・爆発の危険を表します。



または



放射能の危険を表します。



静電気の危険を表します。



このラベルの付いている電気製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。



電磁環境両立性 (EMC)

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器がラジオやテレビの受信に有害な干渉を引き起こすかどうかは、機器のスイッチをつけたり切ったりすることで判断できます。干渉を引き起こす場合は、次の手段を 1 つ以上試すことをお勧めします。

1. ラジオやアンテナの位置を動かす。
2. ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。
3. デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。
4. すべての周辺機器についても電磁環境両立性 (EMC) が認証されているか確認する。
5. 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。
6. 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して支援を求める。
7. Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧 (Lp) <70 dB 未満 (1991 年 EN 27779)

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB am nach EN 27779:1991.

使用目的

Agilent製品はAgilent製品に付属のユーザーガイドの説明に従ってご使用ください。これ以外の他の用途で使用された場合、製品本体の故障や肉体的な損傷を招く可能性があります。製品への未認可の改造や調整または改変、Agilent 製品ユーザーガイドの内容に従わない操作、適用法や規則または規制に違反する状況での製品使用など、全てまたは一部でも不適切に製品が使用された場合、その結果として生じたいかなる損傷に関しても Agilent は責任を負いません。

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、弊社コールセンターにお問い合わせください。

液体の流入

MSD の上に液体をこぼさないでください。

MSD の移設と保管

MSD の機能を適切に維持する最良の方法は、キャリアガスの流入で MSD を真空排気して温度を保つことです。MSD を移設あるいは保管する計画がある場合、さらにいくつかの予防措置が必要となります。MSD は常に必ず直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要です。MSD は長い間大気開放した状態のままであってはなりません。

1 はじめに

2
GC カラムの取り付け

カラム　30
　カラムのコンディショニング　30
　フェラルのコンディショニング　31
　ヒント　31
バスケットに 6850 GC カラムを再コンフィグレーションするには　32
キャピラリカラムの取り付け準備をするには　37
スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには　39
キャピラリカラムをコンディショニングするには　41
GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには　42

お使いの GC/MSD システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。正しくカラムと流量を選択するには、使用する MSD の真空システムの種類を知ることが必要です。左サイドパネルの前側下部にあるシリアル番号のタグにモデル番号が記載されています。

カラム

MSD で使用できる GC カラムの種類は多くありますが、いくつか制限があります。

チューニングまたはデータ取り込み中は、MSD へのカラム流速が推奨最大値を超えてはなりません。したがって、カラムの長さや流量に制限があります。推奨する流量を超えると質量スペクトルおよび感度性能が劣化します。

カラム流量はオーブン温度によって大きく変化することに留意してください。使用するカラムの実際の流量を測定する方法については、66 ページの カラム線速度を測定するには を参照してください。流量計算ソフトウェアおよび表 5 を使用して、カラムが実際のヘッド圧での流量で使用可能か判断します。

表 5 ガス流量

機構	G3170A	G3171A	G3172A	G3174A
高真空ポンプ	ディフュージョン	標準ターボ	拡張ターボ	拡張ターボ
最適ガス流量 mL/ 分*	1	1	1 - 2	1 ～ 2
推奨最大ガス流量、mL/ 分	1.5	2	4	4
最大ガス流量、mL/ 分†	2	2.4	6.5	6.5
最大カラム id	0.25 mm (30 m)	0.32 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)

* MSD への合計ガス流量 = カラム流量 + 試薬ガス流量（該当する場合）

† スペクトル性能および感度の劣化を予測。

カラムのコンディショニング



カラムを GC/MSD インターフェイスに接続する前にコンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードは MSD イオン源に付着します。カラムブリードによって MSD 感度が落ちるため、イオン源の洗浄が必要となります。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムやクロスリンクが不十分なカラムで発生します。カラムが熱せられたときにキャリアガス中に微量の酸素があると、ブリードはさらにひどくなります。カラムブリードをできるだけ少なくするには、すべてのキャピラリカラムをコンディショニングして**から** GC/MSD インターフェイスに取り付けてください。

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に予定している最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 5975 シリーズ MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なります。他の機器の手順で取り付けを行うと、動作**せず**、カラムまたは MSD に損傷を与える場合があります。
- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことができます。
- 99.9995% 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MSD インターフェイスにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告　**キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD にカラムを取り付けて真空排気されるまでキャリアガスを流さないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。19　ページの 水素の安全性 を参照してください。**

警告　**キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。**

バスケットに 6850 GC カラムを再コンフィグレーションするには

6850 を取り付ける前に、カラムの端を GC MSD との接触面に取り付けやすい位置に先に長さを合わせます。

1 カラムラベルの付いたきれいな表面に向かって 12 時の位置にカラム（GC 出荷キットに含まれる 19091S-433E）を置きます。カラムの注入口と出口の端が GC 検出器が使用されるのと同じ向きにあり、カラム出口がカラムケージホルダの後ろ（ファンの近く）にあることに注意してください。図 2 を参照してください。

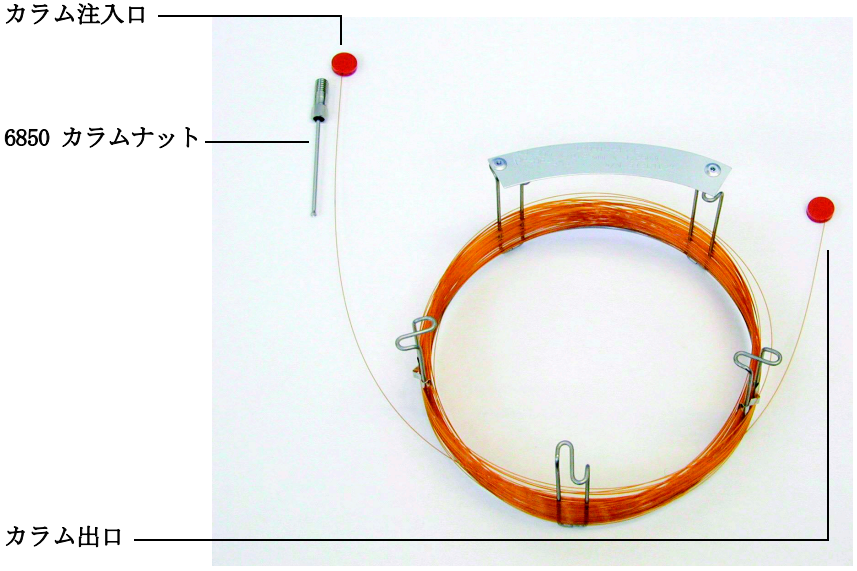


図 2 カラム

2 カラム出口側にあるセプタムのキャップを外しカラムを 2 周分伸ばします。図　3 を参照してください。

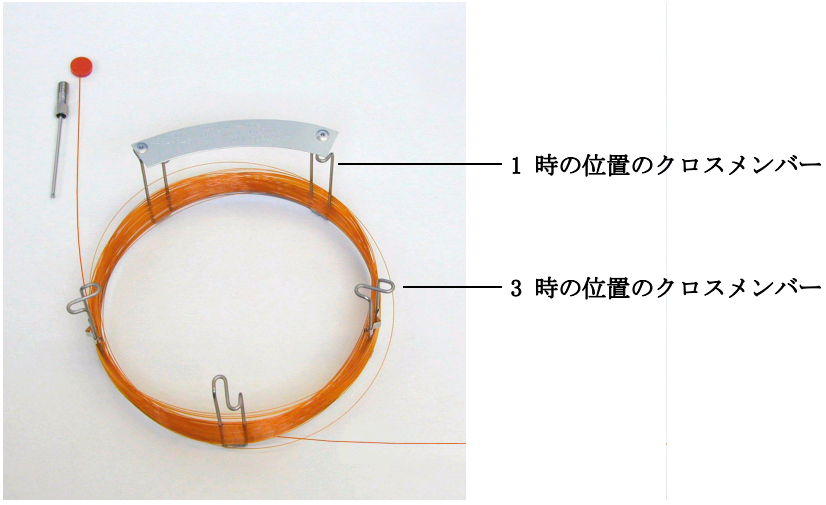


図 3　出口側を 2 周分を伸ばした状態のカラム

3 次のようにしてカラムケージに 3 個のカラムクリップ（部品番号 G2630-20890）に取り付けます。

- カラムケージの 1 時の位置にあるクロスメンバーの後ろにクリップを 1 個取り付けます。
- カラムケージの 3 時の位置にあるクロスメンバーの後ろにクリップを 2 個取り付けます。

このクリップは、GC 注入口と MSD インターフェイスに挿入する際にカラムの端を適切な向きにするのに役立ちます。

図 4 を参照してください。

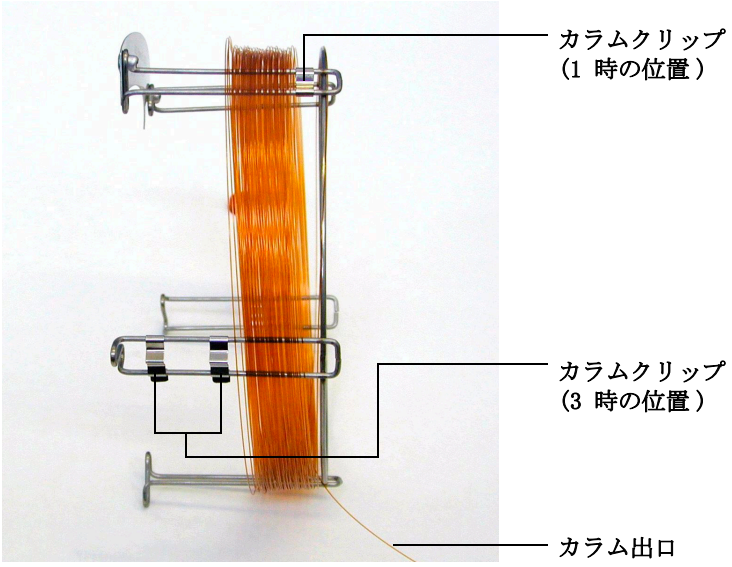


図 4 クリップを取り付けた状態のカラム

4 カラム出口がカラムケージの前方に来るように、1 時の位置にあるクリップからカラム出口を通します。図 5 を参照してください。

注意 カラムのコーティングに傷を付けないよう気をつけてください。

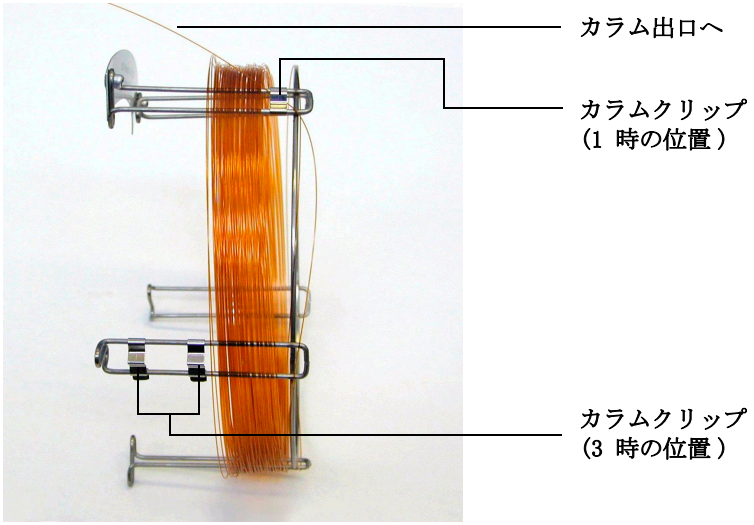


図 5　1 時の位置から通したカラム

5 次にカラム出口がカラムケージの後方に来るように、3 時の位置にあるクリップからカラム出口を通します。2 個のクリップの間にあるカラムの一部がカラムラベル上に伸びていないことを確認します。図　6 を参照してください。

注意　カラムのコーティングに傷を付けないよう気をつけてください。

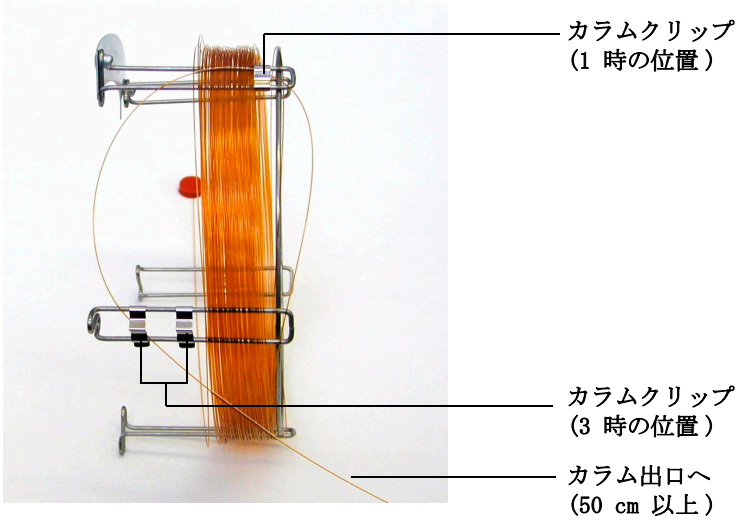


図 6 3 時の位置からカラムを通す

カラムは、3 時の位置にあるクリップからおよそ 50 cm 伸びている必要があります。

6 カラム出口の端の残りをカラムケージに丁寧に巻き取ります。

キャピラリカラムの取り付け準備をするには

必要な材料

- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック (5181-8836) またはダイヤモンド (5183-4620)
- フェラル
  - 0.27-mm id、0.10-mm id カラム用 (5062-3518)
  - 0.37-mm id、0.20-mm id カラム用 (5062-3516)
  - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用 (5181-3323)
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用 (5062-3514)
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用 (5062-3512)
- きれいな手袋
  - 大 (8650-0030)
  - 小 (8650-0029)
- 注入口カラムナット (Agilent 7890A および 6890 用 5181-8830、または 6850 用 5183-4732)
- 拡大ルーペ
- セプタム (使用されて古くなった注入口セプタムでも可)

手順

1 セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルをカラムの固定されていない方の端に突き通します (図 7)。フェラルのテーパーのある端をカラムナットから離れた方に向けて通します。

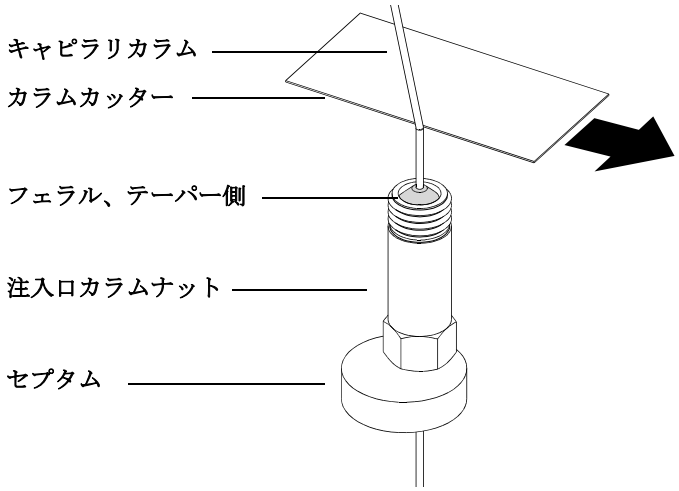


図 7 キャピラリカラムの取り付け準備

2 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに印を付けます。

3 カラムの端を折ります。カラムカッターに対して親指でカラムを押さえます。カラムカッターの端でカラムを折ります。

4 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、手順 2 および 3 を繰り返します。

5 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには

必要な材料

- きれいな手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 定規
- 両口スパナ、1/4 インチ および 5/16 インチ（8710-0510）

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『ガス クロマトグラフ オペレーティングマニュアル』を参照してください。

手順



1 カラムの取り付け準備をします（37 ページ）。

2 カラムをフェラルの端から 4 ～ 6 mm 出るように調整します（図 8）。

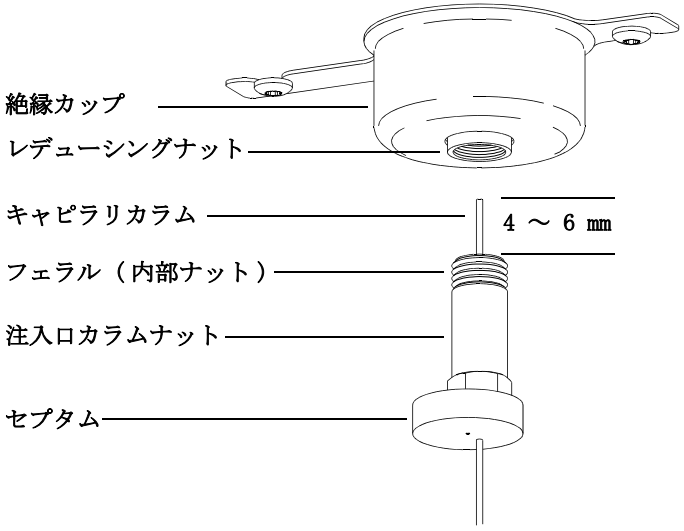


図 8　スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

3 セプタムをずらしてナットとフェラルを正しい位置にします。
4 カラムを注入口に挿入します。
5 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。
6 セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。
7 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。
8 キャリアガスの流入を開始します。
9 カラムの先端をイソプロパノールに浸けてガスの流れを検証します。泡が出ているか確認します。

キャピラリカラムをコンディショニングするには

必要な材料

- キャリアガス（純度 99.9995% 以上）
- 両口スパナ、1/4 インチ および 5/16 インチ（8710-0510）

警告 **水素を使って、使用するキャピラリカラムをコンディショニングしないでください。GC オーブンに水素が蓄積すると爆発の危険性があります。キャリアガスとして水素を使用する場合、最初に、ヘリウム、窒素またはアルゴンなどの超高純度（純度 99.999% 以上）の不活性ガスでコンディショニングしてください。**

手順



1 カラムを GC 注入口に取り付けます（39 ページ）。

2 GC オーブンを加熱せずに 5 分間キャリアガスをカラムに流します。

3 オーブンの温度を 5 ℃ / 分の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度まで上げます。

4 オーブン温度が 80 ℃ を超えたら、5 μL のメタノールを GC に注入します。5 分間隔で 3 回以上繰り返します。このような処置を行ってカラムから汚染物質を除去してから、GC/MSD インターフェイスにカラムを取り付けてください。

注意 GC/MSD インターフェイス、GC オーブン、または注入口のいずれもも、カラム温度の最高使用温度を超えてはなりません。

---

5 この温度を保ちます。キャリアガスを数時間流し続けます。

6 GC オーブン温度を低い待機温度に戻します。

参考資料

キャピラリカラムの取り付けに関する詳細については、アプリケーションノート『Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis』（出版番号 5988-9944EN）を参照してください。

GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには

Agilent 7890A および 6890 GCs

必要な材料

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3-mm id、0.10-mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4-mm id、0.20-mm id および 0.25-mm id カラム用（5062-3508）
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用（5062-3506）
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用（5062-3512）
- 懐中電灯
- ルーペ（拡大ルーペ）
- きれいな手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インターフェイスカラムナット（05988-20066）
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）

注意

5975 シリーズ MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なります。他の機器の手順で取り付けを行うと、感度がさがり、MSD に損傷を与える場合があります。

手順

1 カラムをコンディショニングします（41 ページ）。

2 MSD のベント（75 ページ）を行い、アナライザを開きます（77 ページ）。GC/MSD インターフェイスの端が見えることを確認してください。



3 CI インターフェイスが取り付けられている場合、インターフェイスの MSD の端からインターフェイスチップシールを取り除いてください。

4 インターフェイスナットおよびコンディショニングされたフェラルを GC カラムの先端にはめ込みます。フェラルのテーパー側はナットの方向を向いている必要があります。

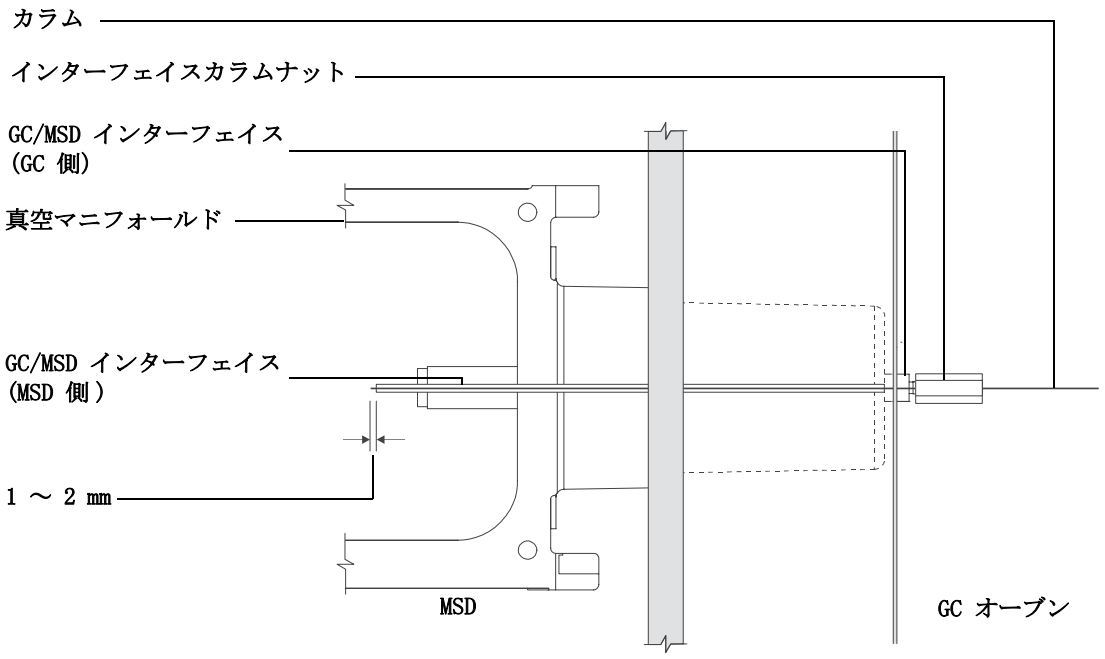


図 9　GC/MSD インターフェイスへのキャピラリカラムの取り付け

5 アナライザ側からカラムを引きだせるまで、GC/MSD インターフェイス（図 9）にカラムを挿入してください。

6 カラムの端から 1 cm のところで折ります（38 ページ）。カラムの破片をアナライザ内に落とさないようにしてください。高真空ポンプが破損する可能性があります。

7 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

8 カラムをインターフェイスの端から 1 ～ 2 mm 突き出すように調整します。

アナライザの内側にあるカラムの端を見る場合、必要がであれば懐中電灯と拡大鏡を使用してください。指でカラムの先端を触って調べることは**しない**でください。

9 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置が変わらないか確認します。バネ仕掛けのチップシールが取り外されていた場合は再度取り付けてください。



10 GC オーブンを調べて、カラムがオーブンの壁に触れていないか確認します。

11 ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。1、2 回加熱を繰り返した後、固く締まっているか確認してください。

6850 GC

1 出口側 GC カラムを 3 時の位置にあるクリップまでの巻き戻します。

2 インターフェイスカラムナット（部品番号 05988-20066）およびフェラル（部品番号 5062-3508）を GC カラム出口の端にはめ込みます。

フェラルのテーパー側はナットの方向を向いている必要があります。

3 アナライザ側からカラムを最低 5 cm 引きだせるまで、GC/MSD インターフェイスにカラムを挿入してください。

4 3 時位置のクリップからインターフェイスカラムナットの背面までの長さが、22 から 28 cm になるように調整します。図 10 を参照してください。

5 インターフェイスナットを手で締めます。

6 GC オーブンを調べて、カラムが折れていないか、またはオーブンの壁 / 底に触れていないか確認して、オーブンのドアを慎重に閉めます。この手順を数回繰り返します。

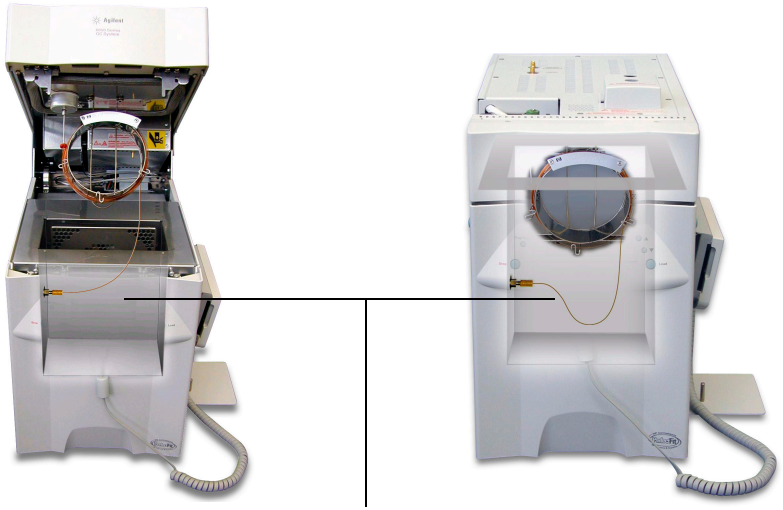


図 10　オーブンドアが開いている状態と閉じている状態

7 インターフェイスナットを緩めて、カラムをアナライザ内部にあと 3 ～ 5 cm 押し込みます。

8 アナライザ内部にあと 3 ～ 5 cm 出ているだけになるようにカラムをきれいに切断します。

9 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

10 カラムを GC/MS インターフェイスの端からアナライザ内部に 1 ～ 2mm 突き出すように調整し、ナットを手で締めます。図 11 を参照してください。

ナットをもう一度締めるときにカラムの位置が変わらないか確認します。

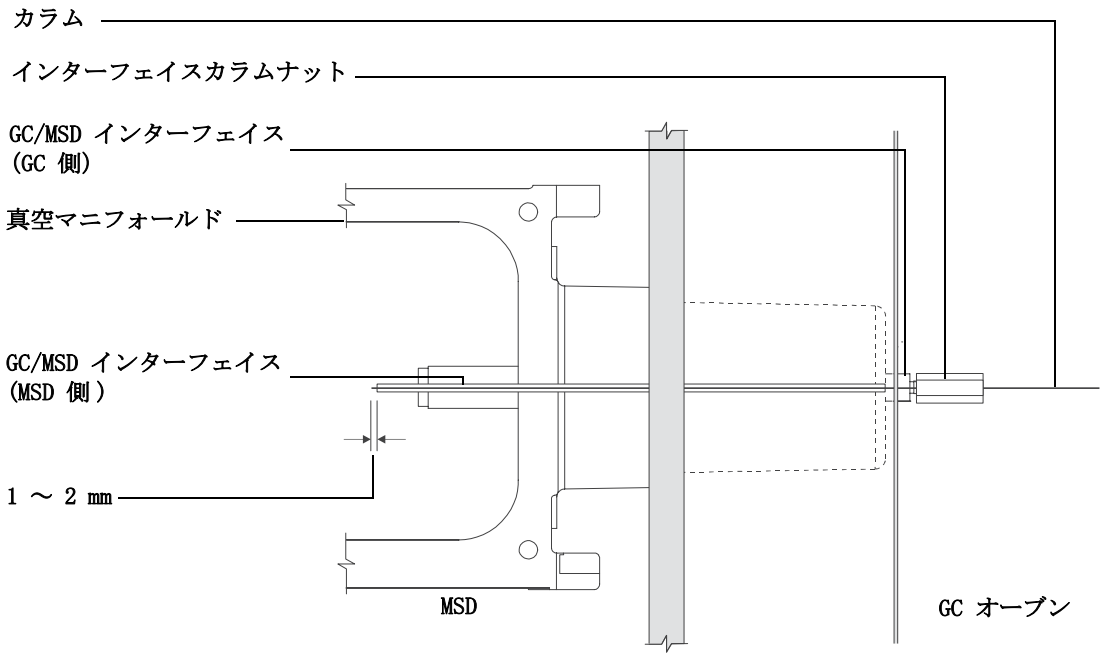


図 11 MSD - GC カラムの接続

11 ステップ 6 を繰り返してカラムが正しく取り付けられていることを確認します。

12 1/16 インチのオープンエンドスパナを使用して、インターフェイスナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。

1、2 回加熱を繰り返した後、固く締まっているか確認してください。

13 GC の電源を入れます。

14 注入口の温度が 25 °C に設定されていることを確認します。

15 アナライザサイドプレートを閉じてから、電源とサイドボードコントロールケーブルを再接続します。

16 MSD の電源スイッチを入れて、MSD の真空排気を開始します。

MSD のサイドプレートを押して、十分に密封します。フォアラインポンプとフロントファンの電源が入っているか、フォアラインポンプのガラガラ音が 60 秒以内で止まるか確認してください。

17 MSD アナライザのカバーを再び取り付けます。

3
電子衝撃（EI）モードの操作

データシステムから MSD を操作する　49
LCP から MSD を操作する　49
LCP ステータスメッセージ　51
LCP メニュー　53
EI GC/MSD インターフェイス　57
MSD のスイッチを入れる前に　59
真空排気　60
温度を制御する　60
カラム流量を制御する　60
MSD を大気開放する　62
MSD アナライザの温度および真空の状態を表示するには　63
MSD の温度および真空状態のモニタを設定するには　65
MSD アナライザの温度を設定するには　66
ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには　68
高真空圧をモニタするには　70
カラム線速度を測定するには　72
カラム流量を計算するには　73
MSD をチューニングするには　74
システム性能を検証するには　75
高質量テスト（5975 シリーズ MSD）　76
MSD カバーを取り外すには　79
MSD を大気開放するには　81
アナライザを開けるには　83
アナライザを閉めるには　86
MSD を真空排気するには　90
MSD を移設または保管するには　92
GC から インターフェイスの温度を設定するには　94

MSD の基本操作手順の実施方法

注意

ソフトウェアおよびファームウェアは定期的に改訂されます。これらの手順が MSD ChemStation ソフトウェアの手順と合わない場合、お使いのソフトウェアの詳細情報が記載されたマニュアルおよびオンラインヘルプを参照してください。

データシステムから MSD を操作する

データシステムから真空排気、圧力のモニタ、温度設定、チューニングおよびベントの準備などの作業を実行できます。これらの作業は本章で説明します。データ測定およびデータ分析については、MSD ChemStation ソフトウェアに添付のマニュアルおよびオンラインヘルプで説明されています。

LCP から MSD を操作する

ローカルコントロールパネル（LCP）は MSD のステータスを表示し、また Agilent GC/MSD ChemStation を使用せずに MSD のコントロールが可能です。

GC/MSD ChemStation は、ローカルエリアネットワーク（LAN）により任意の場所に配置できるため、GC/MSD ChemStation は機器自体の近くになくてもかまいません。また、LCP は LAN を介して GC/MSD ChemStation と通信するため、MSD から直接、チューニングや実行の開始などの GC/MSD ChemStation ソフトウェア機能を利用できます。

注記

LCP からは特定の機能のみを利用できます。GC/MSD ChemStation は、機器制御操作のほとんどを実行できるフル機能コントローラです。

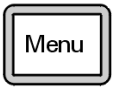
操作モード

LCP には、次の 2 つの操作モードがあります。ステータスおよびメニュー

ステータスモードは、MSD 機器またはその各種の通信接続に関する現在のステータスが表示されるだけです。**[メニュー (Menu)]** を選択して **[いいえ / キャンセル (No/Cancel)]** を選択すると、ステータスモードに戻ります。

メニューモードを使用すると、GC/MSD のさまざまな面について照会して、メソッドまたはシーケンスの実行や、システムベントの準備などのアクションを開始することができます。

特定のメニューオプションにアクセスするには：

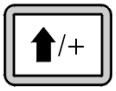


必要なメニューが表示されるまで **[メニュー (Menu)]** を押します。

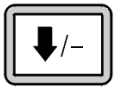


必要なメニュー項目が表示されるまで **[アイテム (Item)]** を押します。

必要に応じて次のキーのどれかを使用し、プロンプトに答えるか、またはオプションを選択します。



[上へ (Up)] を使用して表示された値を増やすか、または上にスクロールします（メッセージリストの場合と同様）。



[下へ (Down)] を使用して表示された値を減らすか、または下にスクロールします（メッセージリストの場合と同様）。



[はい / 選択 (Yes/Select)] を使用して、現在の値を受け入れます。



[いいえ / キャンセル (No/Cancel)] を使用して、ステータスモードに戻ります。

選択を行うか、または使用可能なメニューすべてを一巡すると、表示は自動的にステータスモードに戻ります。

[メニュー (Menu)] を押し、次に **[いいえ / キャンセル (No/Cancel)]** を押すと、必ずステータスモードが表示されます。

[いいえ / キャンセル (No/Cancel)] を 2 回押しても、常にステータスモードに戻ります。

LCP ステータスメッセージ

次のメッセージは LCP に表示されて、MSD システムのステータスを知らせます。LCP が現在メニューモードにある場合は、メニューを一巡させてステータスモードに戻ります。

注記 オンライン機器セッションが現在 GC/MSD ChemStation で実行されていない場合、メッセージは表示されません。

ChemStation Loading <timestamp>

Agilent MSD Productivity ChemStation ソフトウェアを起動しています。

Executing <type>tune

チューニング操作が進行中です（タイプ = QuickTune または Autotune)。

Instrument Available <timestamp>

Agilent MSD Productivity ChemStation ソフトウェアが起動していません。

Loading Method <method name>

メソッドパラメータを MSD に送信しています。

Loading MSD Firmware

MSD のファームウェアを初期化しています。

次のメッセージは、MSD がその起動手順を正常に完了できなかった場合に、LCP 上に交互に表示されます。

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

これらのメッセージは、MSD が Agilent Bootp Service から特定の IP アドレスを受け取らなかったことを示します。これらのメッセージが、GC/MSD ChemStation のアカウントのログオン後も表示される場合は、ソフトウェアのインストールマニュアルのトラブルシューティングに関する節を参照してください。

Loading OS

機器コントローラのオペレーティングシステムを初期化しています。

<method> Complete <timestamp>

実行とその後のデータ処理が終了しました。分析が完了せずに途中で終了した場合でも同じメッセージが表示されます。

Method Loaded <method name>

メソッドパラメータが MSD に送信されました。

MS locked by <computer name>

MS パラメータは、GC/MSD ChemStation からしか変更できません。

Press Sideplate

適切な真空シールを確保するために、スタートアップ中に MSD サイドプレートを押すように注意するメッセージです。

Run:<method> Acquiring <datafile>

分析が進行中です。指定されたデータファイルのデータを取り込みしています。

スタートアップ時にシステムステータスを確認するには

1 スタートアップ中に、次のメッセージが LCP ディスプレイに表示されます。
   - **Press sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**

2 **MSD Ready** メッセージが表示されるまで MSD のサイドプレートを押し続けてください。これにより、機器の真空排気が短時間で行われます。

LCP メニュー

特定のメニューオプションにアクセスするには、必要なメニューが表示されるまで **[メニュー (Menu)]** を押して、必要なメニュー項目が表示されるまで **[アイテム (Item)]** を押します。表　6 から 表　11 は、これらのメニューと選択項目を示しています。

注記

多数のメニュー項目、特に ChemStation、MS パラメータ、および メンテナンスの各メニューの項目は、機器がデータ取り込みしているときには無効です。

表 6　ChemStation メニュー

アクション	説明
メソッドの実行 (Run Method)	現在のメソッド名を表示して、解析を開始します。
シーケンスの実行 (Run sequence)	現在のシーケンスを表示して、シーケンスを開始します。
現在のチューニングの実行（Run Current Tune）	現在のチューニングファイルを表示してオートチューニングを開始します（EI モードのみ。CI チューニングは GC/MSD ChemStation から開始する必要があります）。
メッセージの数 (# of Messages)	メッセージの数と最新メッセージのテキストを表示します。矢印キーを使用して、以前のメッセージをスクロールしてください（最大 20)。
ChemStation の解放 (Release ChemStation)	GC/MSD ChemStation を MSD から解放します。
接続状況 (Connection Status)	MSD の LAN 接続ステータスを表示します。 Remote = GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接続しています Local = GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接続していません
機器の名前 (Name of Instrument)	GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接続している場合は、機器の名前を表示します。機器の名前は、GC/MSD ChemStation 構成ダイアログによって MSD に割り当てられた名前になります。

表 7 メンテナンス（Maintenance）メニュー

アクション	説明
ベントの準備 (Prepare to vent)	**[はい / 選択 (Yes/Select)]** が押されたときに、GC のシャットダウンを促し、次に、機器のベントに備えて準備します。
ポンプダウン（Pumpdown）	真空排気シーケンスを開始します。

表 8 MS パラメーター（MS Parameters）メニュー

アクション	説明
高真空ポンプ (High Vacuum Pressure)	Micro イオン真空ゲージコントローラが装備されている場合のみです。
ターボポンプスピード (Turbo Pump Speed)	ターボポンプ速度を表示します。
フォアライン圧力 (Foreline Pressure)	フォアライン圧力を表示します。
MSD フォールトステータス (MSD Fault Status)	考えられるすべてのフォールトの組み合わせを示す、Fault ステータスコード（数字）を 'dec'（10 進）および 'hex'（16 進）形式で報告します。
イオン源温度 (Ion Source Temp, °C)	イオンソース温度を表示して設定します。
マスフィルタ温度 (Mass Filter Temp, °C)	マスフィルタ温度を表示して設定します。
CI 試薬 (CI Reagent)	CI 試薬ガスと流量を表示します（インストールされている場合）。

注記

MS パラメータは、オンライン GC/MSD ChemStation セッションが MSD に接続されている間、LCP から設定できません。

表 9　ネットワーク（Network）メニュー

アクション	説明
BootP 経由の MSD IP (MSD IP via BootP)	MSD の IP アドレスを表示します。
ゲートウェイ IP アドレス (Gateway IP Address)	MSD のゲートウェイ IP アドレスを表示します。
サブネットマスク	MSD のサブネットマスクを表示します。
ChemStation IP	GC/MSD ChemStation の IP アドレスを表示します。
GC IP アドレス (GC IP Address)	GC の IP アドレスを表示します。
Ping ゲートウェイ (Ping gateway)	ゲートウェイとの通信をチェックします。
Ping ChemStation	GC/MSD ChemStation との通信をチェックします。
Ping GC	GC との通信をチェックします。
MS コントローラ MAC (MS Controller MAC)	MSD のスマートカードの MAC アドレスを表示します。

表 10　バージョン（Version）メニュー

アクション	説明
ファームウェアのコントロール (Control firmware)	MSD ファームウェアのバージョンを表示します。
オペレーティングシステム (Operating system)	GC/MSD ChemStation オペレーティングシステムのバージョンを表示します。
フロントパネル (Front panel)	LCP のバージョンを表示します。
ログアンプ (Log amplifier)	バージョン情報を表示します。
サイドボード (Sideboard)	サイドボードのタイプを表示します。
メインボード (Mainboard)	メインボードのタイプを表示します。

表 10 バージョン（Version）メニュー（続き）

アクション	説明
シリアル番号	GC/MSD ChemStation コンフィグレーションダイアログによって MSD に割り当てられています。

表 11 コントローラ（Controller）メニュー

アクション	説明
コントローラのリブート（Reboot controller）	LAN/MS コントロールカードを起動します。
LCP のテスト（Test LCP?）	ディスプレイ（2 行表示）の診断テストを開始します。
GC/MSD ChemStation への HTTP リンクのテスト（Test HTTP link to GC/MSD ChemStation）	HTTP サーバーのステータスをチェックします。

EI GC/MSD インターフェイス

GC/MSD インターフェイス（図　12）は、MSD 内部にキャピラリカラムを通すための加熱された導管です。アナライザの右側に、O- リングシールを使ってボルトで固定されています。保護カバーがあり、所定の位置に取り付けておかなければなりません。

GC/MSD インターフェイスの一方の端は、ガスクロマトグラフの側面を通って GC オーブンに達します。この端はねじ山状で、ナットおよびフェラルでカラムを接続できます。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されます。キャピラリカラムの端の 1 から 2 mm が、ガイドチューブの端を通ってイオン化室に達しています。

GC/MSD インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されます。通常、ヒーターは、GC の Thermal Aux #2 によって加熱され、制御されます。6850 シリーズの GC の場合、ヒーターは Auxiliary の加熱部分に接続します。インターフェイス温度は MSD ChemStation またはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェイスのセンサー（熱電対）が温度をモニタします。

GC/MSD インターフェイスは、250 ℃ から 350 ℃ の範囲内で動作させる必要があります。この制限に従って、インターフェイス温度を GC オーブン温度の最大値よりわずかに高くしますが、**絶対に**カラムの最高使用温度を超えないようにしてください。

EI GC/MSD インターフェイスは EI イオン源とのみ使用できます。一方、CI GC/MSD インターフェイスはどちらのイオン化でも使用できます。

参照

42　ページの GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには。

警告　**GC/MSD インターフェイスは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。**

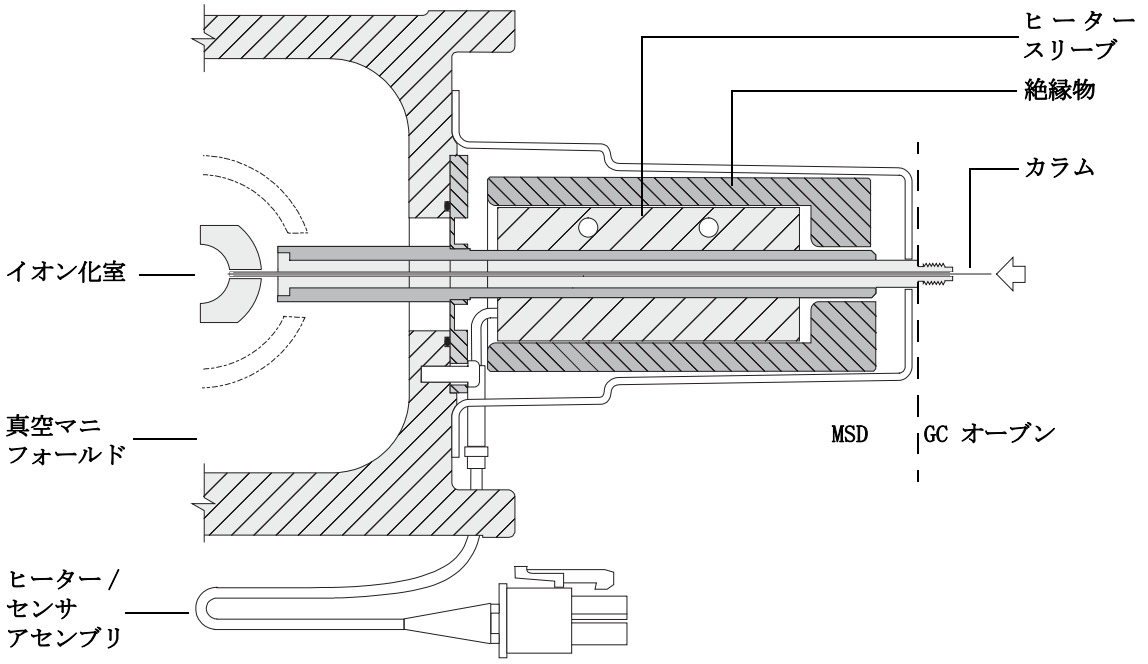


図 12 EI GC/MSD インターフェイス

MSD のスイッチを入れる前に



以下のことを検証して**から** MSD のスイッチを入れて運転を試みてください。

- ベントバルブが閉まっていること（つまみが時計回りに最後まで回っていること）。
- 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されていること（危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用しているのでない限り、サイドプレートの前側のネジが締まっていないこと）。
- MSD が接地された電源に接続されている。
- GC/MSD インターフェイスが GC オーブン内に引き込まれている。
- コンディショニング済みのキャピラリカラムが GC 注入口と GC/MSD インターフェイスに取り付けられている。
- GC はオンであるが、GC/MSD インターフェイスの加熱部、GC 注入口、およびオーブンがオフである。
- 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して GC に配管されている。
- キャリアガスとして水素を使用する場合、キャリアガス流入はオフになっていて、サイドプレートの前側のつまみねじがゆるく締められていること。
- フォアラインポンプの排気が適切に換気されている。

警告

フォアラインポンプからの排気には分析対象の溶媒および化学物質が含まれていることがあります。標準のフォアラインポンプを使用している場合には、微量のポンプオイルも残留しています。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、オイルトラップ（ 標準のポンプ ）を取り外してホース（11-mm id）を取り付け、フォアラインポンプの排気を室外または換気ドラフト（排気）に排出してください。所在地域の規制に従っていることを確認してください。標準のポンプ用のオイルトラップは、ポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

真空排気

データシステムまたはローカルコントロールパネルから MSD の真空排気を行います。ほとんどの処理は自動です。ベントバルブを閉じ、メイン電源スイッチ（サイドパネルを押しながら）を入れるとすぐに、MSD は自動的に真空排気を開始します。データシステムのソフトウェアは真空排気中のシステムの状態をモニタ、表示します。圧力が十分に低くなると、データシステムはイオン源およびマスフィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MSD インターフェイスのヒーターを入れるように指示します。真空排気が正常に行われないと、MSD は停止します。

各メニューまたは MS の各モニターを使用すると、データシステムは以下の情報を表示できます。

- ターボポンプ MSD のモーター速度（回転速度のパーセント）
- ディフュージョンポンプ MSD のフォアライン圧力
- オプションの G3397A Micro イオンゲージコントローラを装備した MSD のアナライザ内の圧力（真空）

これらのデータは、LCP にも表示できます。

温度を制御する

MSD の温度はデータシステムから制御されます。MSD には、それぞれ独立したヒーターと、イオン源およびマスフィルタ用の温度センサーがあります。データシステムまたはローカルコントロールパネルから設定値の調整や温度の表示ができます。

GC/MSD インターフェイスのヒーターは、通常、GC の加熱部、Aux #2 から電源が供給され、制御されます。6850 シリーズの GC の場合、ヒーターは Auxiliary の加熱部分に接続します。GC/MSD インターフェイスの温度は データシステムまたは GC から設定やモニタができます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC のヘッド圧で制御されます。ヘッド圧が一定の場合、GC のオーブン温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが **[コンスタントフロー (Constant Flow)]** に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

MSD は実際のカラム流量の測定に使用できます。**少量**の空気または他の保持されていない化学物質を注入し、MSD に到達するまでの時間を測定します。この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。(72　ページ。)

MSD を大気開放する

データシステムのプログラムによって、大気開放プロセスができます。プログラムは、適切な時点に GC および MSD のヒーターとディフュージョンポンプヒーターまたはターボポンプをオフにします。MSD 内の温度をモニタし、大気開放する時期が来ると通知します。

MSD は誤ったベントによって**損傷を受ける場合**があります。ディフュージョンポンプが完全に冷却される前に MDS が大気開放されている場合、ディフュージョンポンプは、揮発したポンプの液体を逆流します。ターボポンプは、標準運転速度の 50% を超えて回転している間に大気開放されると、損傷を受ける場合があります。

警告

GC/MSD インターフェイスおよびアナライザ内部が冷却（100 ℃ 未満）されたことを確認してから MSD を大気開放してください。100 ℃ は十分に火傷をする温度であり、アナライザの部品を取り扱うときには常に布製の手袋を着用してください。

警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、MSD の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

注意

フォアラインホースの両端から空気を入れる方法で MSD を大気開放することは絶対に行わないでください。ベントバルブを使用するか、カラムナットとカラムを取り外します。

ターボポンプの回転が通常の 50% を超えている間は、大気開放しないでください。

推奨するトータルガス流量の最大値を超えないでください。14 ページの 5975 シリーズ MSD モデルとその機構

MSD アナライザの温度および真空の状態を表示するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。詳細については、『G1701EA GC/MSD ChemStation 入門』マニュアルを参照してください。

手順

1 ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、[機器(Instrument)］メニューから **[チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)]** を選択します（図　13)。

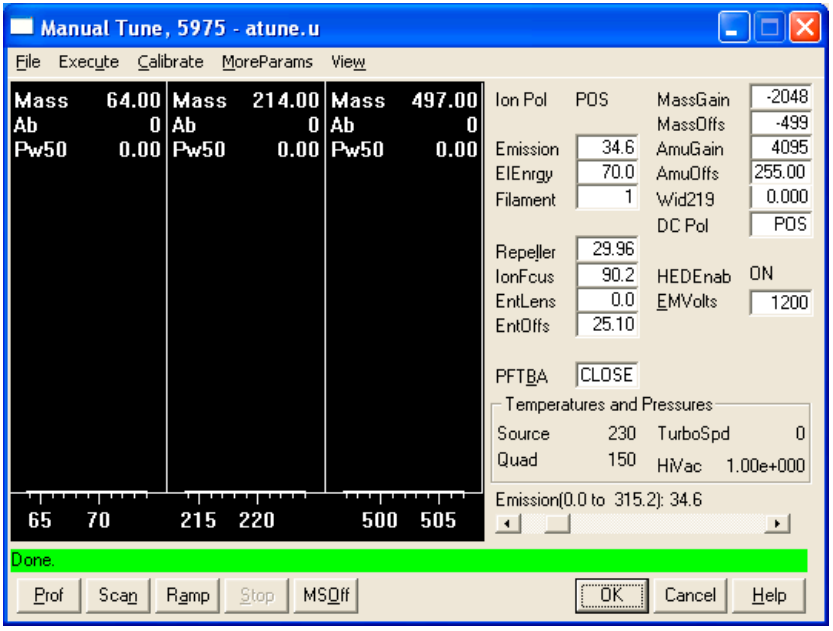


図 13　チューニングパラメータ

2 **[MS チューニングファイル読み込み (Load MS Tune File)]** ダイアログボックスからメソッドで使用する予定のチューニングファイルを選択します。

3 アナライザの温度および真空の状態は **[ゾーン (Zone)]** フィールドに表示されます。

真空排気処理を始めたばかりでない限り、フォアライン圧力が 300 mTorr 未満、またはターボポンプは 80% 以上の速度で動作しているはずです。ディフュージョンポンプが冷えている間、またはターボポンプが 80% より遅い速度で動作している間は、MSD ヒーターはオフのままです。通常、フォアライン圧力は 100 mTorr 未満、ターボポンプの速度は 100% になります。

MSD ヒーターは、真空排気サイクルの終了時にオンとなり、ベントサイクルの開始時にオフになります。両方の MSD ゾーンがオフであっても、大気開放または真空排気中は、報告される設定値は変化しません。

MSD の温度および真空状態のモニタを設定するには

1 つのモニタに、1 台の機器パラメータの現在値が表示されます。標準の機器コントロールウィンドウに追加できます。モニタに対し、実際のパラメータが設定値からユーザーが定めた制限値を超えて変化した場合に色が変わるように設定できます。

手順

1 ［機器（Instrument)］メニューから **[MS モニタ (MS Monitors)]** を選択します。
2 **[MS モニタ編集 (Edit MS Monitors)]** ボックスで **[タイプ (Type)]** の下から、**[ゾーン (Zone)]** を選択します。
3 **[パラメータ (Parameter)]** の下で **[MS イオン源 (MS Source)]** を選択してから **[追加 (Add)]** をクリックしてください。
4 **[パラメータ (Parameter)]** の下で **[MS 四重極温度 (MS Quad)]** を選択してから **[追加 (Add)]** をクリックしてください。
5 **[パラメータ (Parameter)]** の下で **[フォアライン (Foreline)]**（または **[ターボスピード (TurboSpd)]**）を選択してから **[追加 (Add)]** をクリックします。
6 設定したい他のモニタを選択して **[追加 (Add)]** をクリックします。
7 **[OK]** をクリックします。新しいモニタは［ 機器コントロール （Instrument Control)］ウィンドウの右下部にあるウィンドウの上にスタックされます。すべてのウィンドウが見れるように移動できます。
8 各モニタをクリックアンドドラッグして希望する位置に移動します。図　14 は、モニタ配置の一例です。

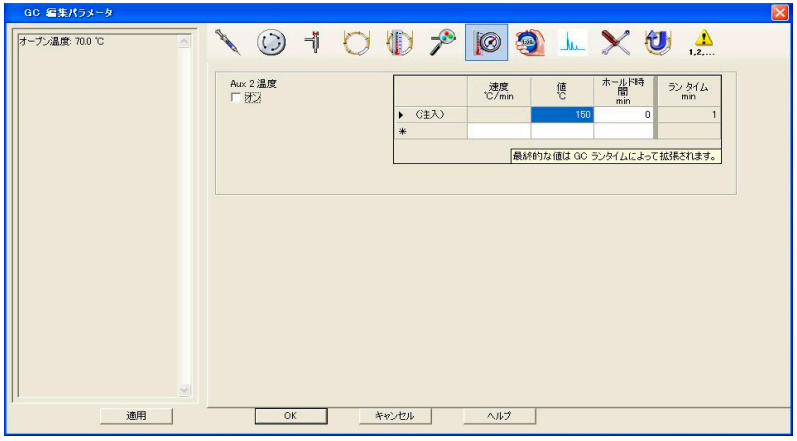


図 14　モニタの配置

9 新規の設定をメソッドの一部とするには、［ メソッド （Method)］メニューから **[保存 (Save)]** を選択します。

MSD アナライザの温度を設定するには

MSD イオン源およびマスフィルタ（四重極）温度の設定値は最新のチューニング（*.u）ファイルに保存されています。メソッドを読み込むと、そのメソッドに関連付けられたチューニングファイルの設定値が自動的にダウンロードされます。

手順

1 ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、［機器（Instrument)］メニューから **［チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)］** を選択します。

2 **［パラメータ (MoreParams)］** メニューから **［温度 (Temperatures)］** を選択します（図 15)。

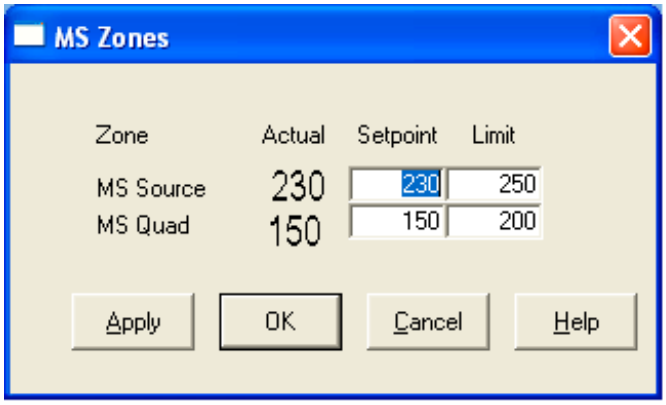


図 15 温度の設定

3 設定フィールドに希望するイオン源および四重極（マスフィルタ）の温度を入力します。推奨設定値については、表 12 を参照してください。

GC/MSD インターフェイス、イオン源、四重極のヒーターは互いに影響します。ある部分の設定値が隣り合う部分の設定値と大きく異なる場合、アナライザの加熱部が温度を完全に制御できないことがあります。

警告 **四重極は 200 ℃、イオン源は 350 ℃ を超える設定をしないでください。**

4 画面を終了するには、以下のボタンをクリックします。
- **[適用 (Apply)]** をクリックして新規の温度設定値を MSD に送ります。
- **[OK]** をクリックすると、現在読み込まれているチューニングファイルを変更しますが、MSD には何もダウンロードしません（**[適用 (Apply)]** を使用）。
- **[キャンセル (Cancel)]** をクリックすると、現在読み込まれているファイルのチューニングファイルを変更せず、MSD に何もダウンロードしないで、パネルを終了します。

5 **[MS チューニングファイル保存 (Save Ms Tune File)]** ダイアログボックスが表示されたら、**[選択 (OK)]** をクリックして変更内容を同じファイルに保存するか、新しいファイル名を入力して **[選択 (OK)]** をクリックして保存します。

表 12　推奨温度設定値

	EI 動作	PCI 動作	NCI 動作
MS イオン源	230	250	150
MS 四重極	150	150	150

ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。49 ページの LCP から MSD を操作する を参照してください。

手順

この手順は、Agilent 7890A GC を使用した場合を想定しています。この手順は、Agilent 6850 GC シリーズの手順と類似していますが、6850 GC/MSD インターフェイス温度が **Aux/Thermal Aux** の過熱部で制御される点が異なります。

1 **[表示 (View)] > [機器コントロール (Instrument Control)]** を選択します。

2 **[機器 (Instrument)] > [GCパラメータ編集 (GC Edit Parameters)]** を選択します。

3 **[Aux]** をクリックしてインターフェイスの温度を変更します（図 16）。

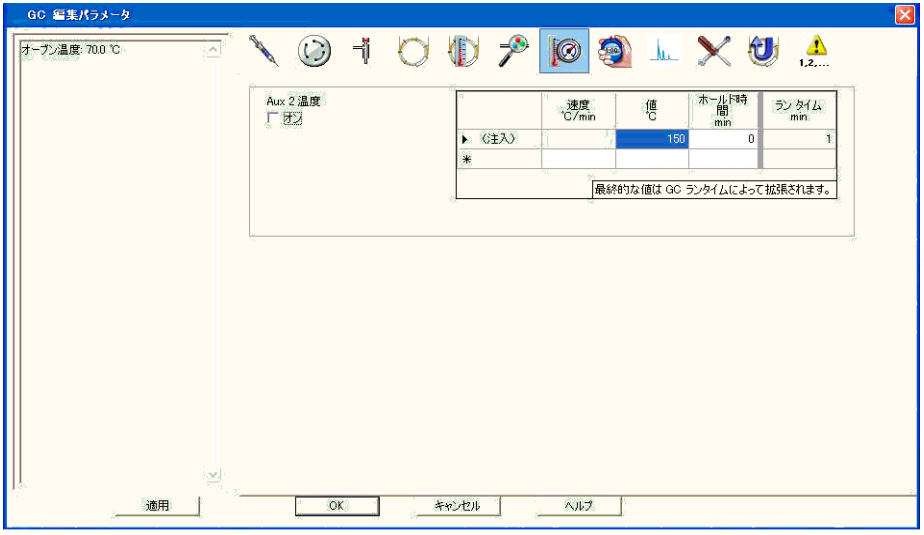


図 16 インターフェイス温度の設定

4 **[タイプ (Type)]** に **[MSD]** が選択され、**[Aux チャンネル (Aux Channel)]** に **[温度 (Thermal Aux #2)]** が選択されていることを確認してください。

5 ヒーターの電源を入れて **[次℃ (Next ℃)]** 列に設定値を入力します。温度ランプを設定しないでください。

6 代表的な設定値は 280 ℃ です。

設定できる範囲は 0 ℃ から 350 ℃ です。設定値が周囲温度より低いとインターフェイスのヒーターがオフになります。

注意　カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

---

7 **[適用 (Apply)]** をクリックして設定値をダウンロードするか、**[OK]** をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。

8 新規の設定をメソッドの一部とするには、[メソッド (Method)] メニューから **[メソッドの上書き保存 (Save)]** を選択します。

注意　キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MSD インターフェイスあるいは GC オーブンを加熱してください。

高真空圧をモニタするには

圧力のモニタにはオプションの G3397A Micro イオン真空ゲージが必要です。

必要な材料

- Micro イオン真空ゲージコントローラ（G3397A）

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性があるときは、Micro イオン真空ゲージコントローラのスイッチを入れないでください。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

手順

1. MSD を開始し、真空排気します（90 ページ）。
2. ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面で、［真空制御(Vacuum)］メニューから **［真空ゲージ on/off (Tune Vacuum Gauge On/Off)］** を選択します。
3. ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、MS モニタを読み取り用にセットアップできます。真空の状態についても、LCP または［マニュアルチューニング（Manual Tune)］画面で読み取ることができます。

EI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス（ カラム ）の流量です。表 13 に、ヘリウムキャリアガスのさまざまな流量に対する代表的な圧力値の一覧を記載しています。これらの圧力値は概算値で、個々の機器によって 30% 程度変動します。

表 13 Micro イオン真空ゲージ値

カラム流速 (mL/分)	ゲージ値（Torr） 拡張ターボポンプ	ゲージ値（Torr） 標準ターボポンプ	ゲージ値（Torr） ディフュージョンポンプ	フォアライン値（Torr） ディフュージョンポンプ
0.5	3.18E-06	1.3E-05	2.18E-05	34.7
0.7	4.42E-06	1.83E-05	2.59E-05	39.4
1	6.26E-06	2.61E-05	3.66E-05	52.86
1.2	7.33E-06	3.11E-05	4.46E-05	60.866
2	1.24E-05	5.25E-05	7.33E-05	91.784
3	1.86E-05	8.01E-05	1.13E-04	125.76
4	2.48E-05			
6	3.75E-05			

圧力が常にリストの値より高い場合、MSD ChemStation ソフトウェアのオンラインヘルプで、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

カラム線速度を測定するには

MSD で使用されたキャピラリカラムなどでは、流量よりも線速度がよく測定に使用されます。

手順

1 スプリットレス手動注入および *m/z* 28 の選択イオンモニタ（SIM）について［データ測定（Data Acquisition)］を設定します。

2 GC キーパッドの **[プレラン (Prep Run)]** を押します。

3 1 μL の空気を GC 注入口に注入し、**[スタート (Start Run)]** を押します。

4 *m/z* 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。

5 平均線速度を計算します。

平均線速度（cm/s）= $\frac{100\ L}{t}$

ここでは：

L = カラムの長さ（メートル単位）

t = リテンションタイム（秒単位）

必ずカラムの折った部分の長さを計算に入れてください。25 m のカラムから 1 m 欠けると、4% の誤差が生じることになります。

6 ここで計算した速度を使って、MSD ChemStation による流量計算値を検証します（73 ページ）。

数値が合わない場合は、**[変更 (Change)]** をクリックして、カラムの寸法を調整します。

7 流量を計算するには

流量（mL/ 分）= $\frac{0.785\ D^2\ L}{t}$

ここでは：

D = カラムの内径（ミリメートル単位）

L = カラムの長さ（メートル単位）

t = リテンションタイム（分単位）

カラム流量を計算するには

カラムの寸法が分かれば、流量はカラムヘッド圧から計算できます。

手順

1 ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、**[機器 (Instrument)] > [GC パラメータ編集 (GC Edit Parameters)]** を選択します。

2 **[カラム (Columns)]** アイコンをクリックします（例として、図 17 を参照してください）。

3 入力したカラムの寸法が正しいかチェックします。

4 圧力フィールドに必要な値を入力します。

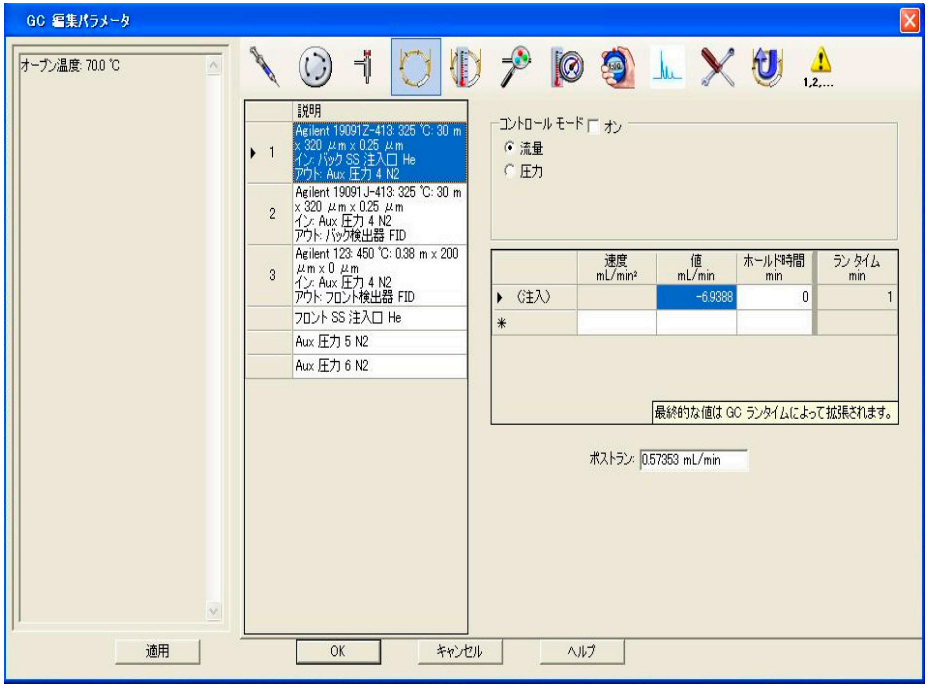


図 17　カラム流量を計算する

5 表示された［平均線速度（Average Velocity)］が 72 ページで求めた値と異なる場合、**[変更 (Change)]** をクリックしてカラムの寸法を修正します。

MSD をチューニングするには

ローカルコントロールパネルを使用しても、PC メモリに現在読み込まれているオートチューニングが実行できます。49 ページの LCP から MSD を操作するを参照してください。

手順

1 ［機器コントロール（Checkout Tune)］画面で、正しいチューニングファイルが読み込まれていることを確認します。多くの場合、ATUNE.U（**オートチューニング**）で良好な結果が得られます。STUNE.U（**標準チューニング**）は感度が低下する可能性があるのでお勧めしません。

ゲインのオートチューニング（GAIN.U + HiSense.U）に注意してください。これは、ターゲットのアバンダンスよりもターゲットのゲインを優先してチューニングします。分析ごとのアバンダンスだけでなく、異なる機器間でも良好な再現性が得られます。

2 システムをデータ取得に使用するのと同じ条件（GC オーブン温度、カラム流量、MSD アナライザ温度）に設定します。

3 **［MSD のチューニング（Tune MSD)］**を選択して、チューニングを完了します。または、イオン比率を変えずにピーク幅、質量指定、およびアバンダンスを調整する場合は**［クイック チューニング（Quick Tune)］**を選択します。
お使いのシステムが CI 用に構成されている場合、このボックスから CI チューニングパネルにアクセスできます。チューニングはすぐに開始されます。

4 チューニングが完了してレポートが作成されるまで待ちます。

チューニングレポートを保存します。チューニング結果の履歴を表示するには、**［チェックアウト（Checkout)］> ［前のチューニング表示 ...(View Previous Tunes...)］**をクリックします。

使用する MSD をマニュアルでチューニングするか、特別なオートチューニングを実行するには、［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］を選択します。

［機器コントロール（Instrument Control)］から使用できるチューニングに加えて、［チューニング（Tune)］メニューから、特定のスペクトル結果を得るために、**DFTPP チューニング (DFTPP Tune)** または **BFB チューニング (BFB Tune)** の特別なオートチューニングを選択できます。

チューニングに関するさらに詳しい情報については、MSD ChemStation ソフトウェアに添付のマニュアルまたはオンラインヘルプを参照してください。

システム性能を検証するには

必要な材料

- 1 pg/μL（0.001 ppm）OFN サンプル（5188-5348）

チューニング性能の検証

1 少なくとも 60 分間システムが真空排気していることを確認します。

2 GC オーブン温度を 150 ℃ に、カラム流量を 1.0 mL/ 分に設定します。

3 [機器コントロール（Instrument Control）] 画面で、[チェックアウト（Checkout）] メニューから **[チェックアウトチューニング (Checkout Tune)]** を選択します。ソフトウェアはオートチューニングを実行し、レポートを出力します。

4 オートチューニングが完了したら、メソッドを保存し、[チェックアウト（Checkout）] メニューから **[チューニングの評価 (Evaluate Tune)]** を選択します。

ソフトウェアでは最後のオートチューニングを評価し、「システム検証 - チューニング（System Verification - Tune）」レポートを出力します。

感度性能の検証

1 1 μL の OFN の注入を、ALS または手動で設定します。

2 [機器コントロール（Instrument Control）] 画面で、[チェックアウト（Checkout）] メニューから **[感度チェック (Sensitivity Check)]** を選択します。

3 [機器（Instrument）]|[GC パラメータ編集（Edit）] ウィンドウの該当するアイコンをクリックして注入タイプのメソッドを編集します。

4 **[OK]** をクリックしてメソッドを実行します。

メソッドが完了すると、評価レポートが出力されます。

rms シグナルノイズ比が公開されている仕様を満たしているか検証します。仕様については、弊社 Web サイト（www.agilent.com/chem）をご覧ください。

高質量テスト（5975 シリーズ MSD）

条件のセットアップ

1 PFHT のサンプル（5188-5357）を入手します。

2 ATUNE.U チューニング ファイルを読み込んでから、MSD をオートチューニングします。

3 x¥5975¥PFHT.M（x は使用する機器番号）の下にある PFHT.M メソッドを変換します。

4 メソッドを更新して保存します。

高質量チェックアウト

1 バイアルにサンプルを充填して、位置 2 に置きます。

2 **[チェックアウト (Checkout)]** メニューから **[高質量チェック (High Mass Check)]** を選択します。

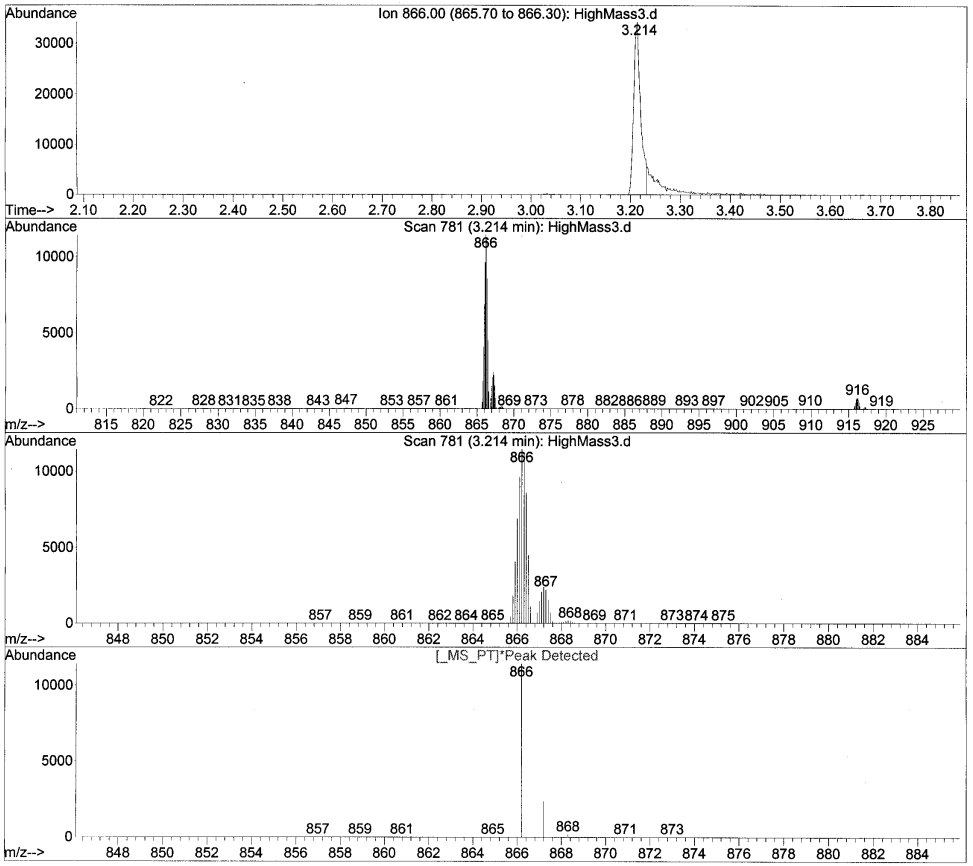
3 画面上の指示に従います。

4 実行が完了すると、結果が 5 分以内に出力されます。

結果

```
                    *PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d              Vial: 2
Acq On    : 28 Apr 2005  15:07                      Operator:
Sample    : *HIGH MASS TEST                         Inst    : Instrument #1
Misc      : _[]                                     Multiplr: 1.00
Barcode   : *EXPECTED=*  <NONE>  ACTUAL=*  <NONE>  Sample Amount:0.00
MS Integration Params: NA
```



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

図 18　PFHT 高質量レポート

結果は、高質量の AMU オフセットを調整するための推奨値を示します。結果がターゲットとした値の 5 unit 以内であれば、調整を行う必要はありません。

調整

1 ATUNE.U が読み込まれていることを確認します。

2 ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、［機器（Instrument)］メニューから **[チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)]** を選択します。

3 **[パラメータ (MoreParams)]** をクリックし、**[ダイナミック ランプ パラメータ ... (DynamicRamping Params...)]** を選択します。

   a ドロップダウンボックスから AMU オフセットを選択します。

   b 右側の値が淡色表示されている場合は、**[このレンズに対してダイナミックランプを有効にする (Enable Dynamic Ramping For This Lens)]** チェックボックスを選択します。

   c 推奨するオフセットを入力し、**[OK]** をクリックします。

4 ［マニュアルチューニング］ボックスの **[OK]** をクリックします。[MS チューニングファイル保存（Save MS Tune File)］ダイアログボックスが表示されます。

   既存の ATUNE.U を上書きして高質量調整を組み込むか、ATUNEHIGH.U などの新しい名前を付けてファイルを保存することができます。

注記

ATUNE.U が実行されると常に、入力された AMU オフセットが上書きされます。よって、チューニングの名前が変更されることになります。

5 PFHT.M と保存されたチューニングをロードし、メソッドを保存します。

6 テスト用の混合を再分析します（高質量チェックアウトを繰り返す)。訂正結果が 5 unit 以内の場合、それ以上の調整は必要がありません。

MSD カバーを取り外すには

必要な材料

- ドライバー、Torx T-15（8710-1622）

MSD のカバーを取り外す場合、以下の手順に従ってください（図　19)。



アナライザの上部カバーを取り外すには

5 つのねじを外して、カバーを持ち上げて取り外します。



アナライザの窓カバーを取り外すには

1 窓の上部にある丸くなった部分を押します。
2 窓を前方に持ち上げて MSD から離します。

警告　**他のカバーは取り外さないでください。他のカバーに電圧がかかっており危険です。**

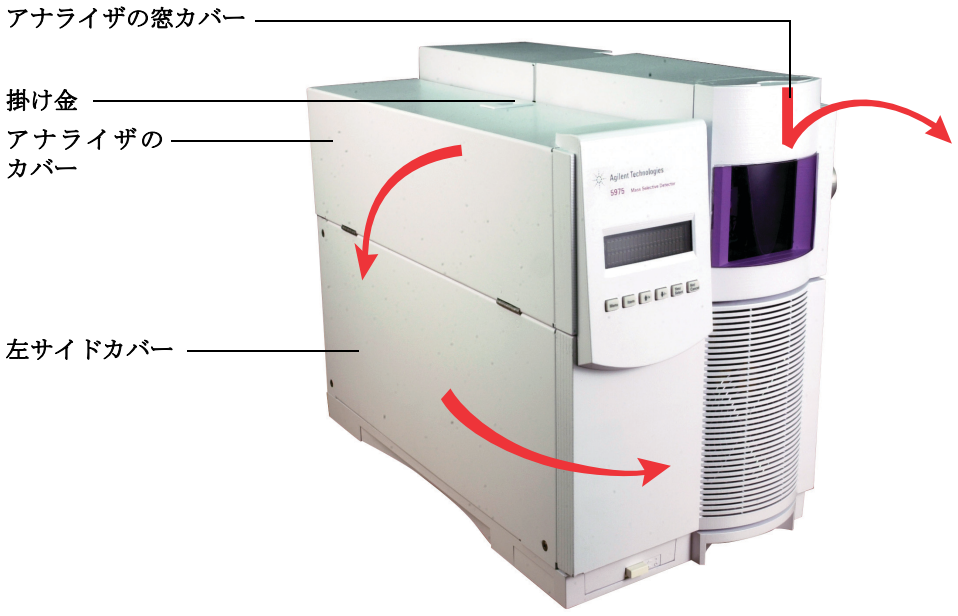


図 19 カバーの取り外し

注意 必要以上の力をかけないでください。カバーをメインフレームに固定するプラスチック製のつめが壊れることがありあります。

MSD を大気開放するには

手順

1 ソフトウェアの［真空制御（Vacuum)］メニューから **[ベント (Vent)]** を選択します。表示された指示に従います。

2 GC/MSD インターフェイスのヒーターおよび GC オーブンの温度を外気（室温）に設定します。

警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、MSD の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

注意

GC オーブンおよび GC/MSD インターフェイスが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

3 プロンプトが表示されたら、MSD の電源スイッチをオフにします。

4 MSD の電源コードを抜きます。

警告

MSD がベント中の場合、ChemStation を［ 機器コントロール（Instrument Control)］画面にしないでください。そうするとインターフェイスヒーターのスイッチが入ります。

5 アナライザの窓カバーを取り外します（79 ページ）。

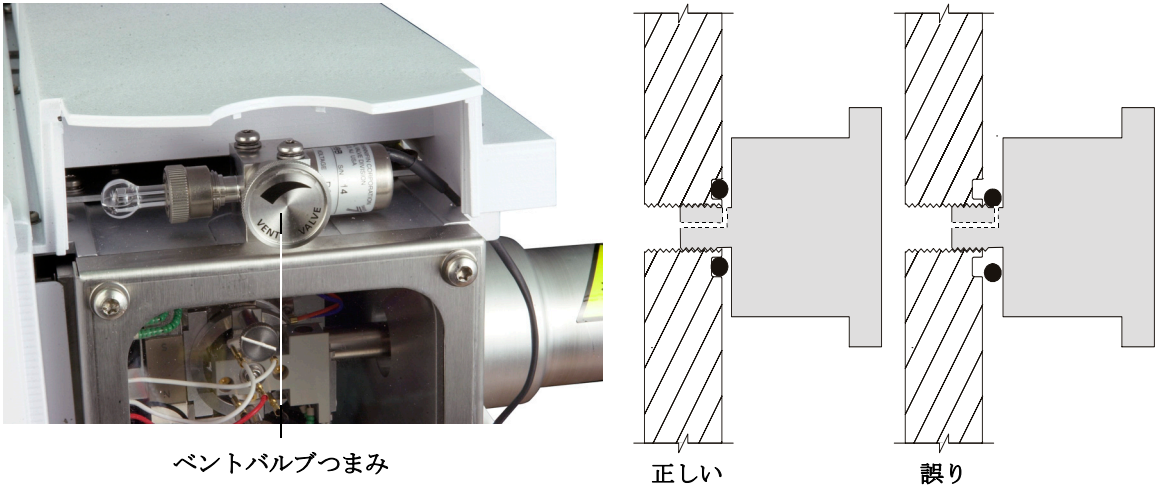


図 20 MSD を大気開放する

6 ベントバルブつまみ（図 20）を 3/4 回転だけ、あるいは空気がアナライザ内に流入するシューという音が聞こえるまで、反時計回りに回してください。

つまみを必要以上に回さ**ない**でください。O-リングが溝からずれる可能性があります。ポンプダウンの前に、必ずつまみを締め直してください。

警告 **室温近くまでアナライザを冷却してから触れてください。**

注意 アナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告 **MSD がベント中の場合、ChemStation を［機器コントロール（Instrument Control）］画面にしないでください。そうするとインターフェイスヒーターのスイッチが入ります。**

アナライザを開けるには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- リストストラップ、帯電防止
  - 小（9300-0969）
  - 中（9300-1257）
  - 大（9300-09870）

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってから（123　ページ参照）アナライザを開けます。

手順



1 MSD を大気開放します（81　ページ）。

2 サイドボード制御ケーブルと電源ケーブルをサイドボードから切り離します。

3 サイドプレートのつまみねじ（図　21）がきつく締まっている場合、緩めます。

普通に使用する場合、サイドプレートの後ろ側のつまみねじは緩めておいてください。輸送の間だけ締めます。サイドプレートの前側のつまみねじは CI 動作、あるいは水素または他の引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用する場合にのみ固く締める必要があります。

注意

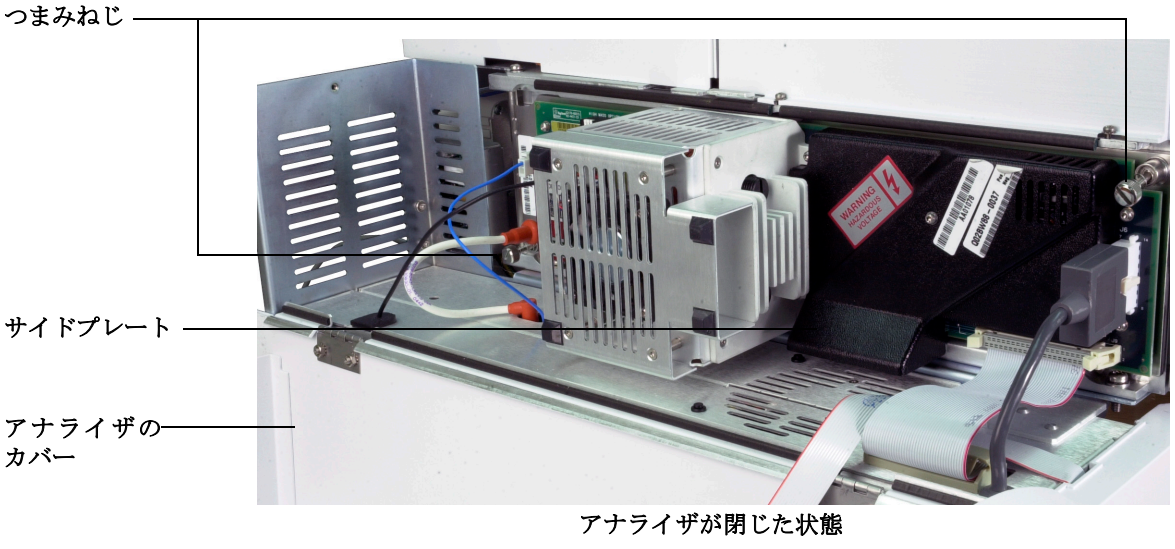
抵抗を感じたら、次の段階で**止めて**ください。無理やりサイドプレートを開こうとしないでください。MSD が大気開放されていることを確認してください。サイドプレートの前側、後ろ側のねじが完全に緩んでいることを確認してください。

---

4 静かに サイドプレートを外します。

警告 **アナライザ、GC/MSD インターフェイス、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。


つまみねじ
サイドプレート
アナライザの
カバー
アナライザが閉じた状態

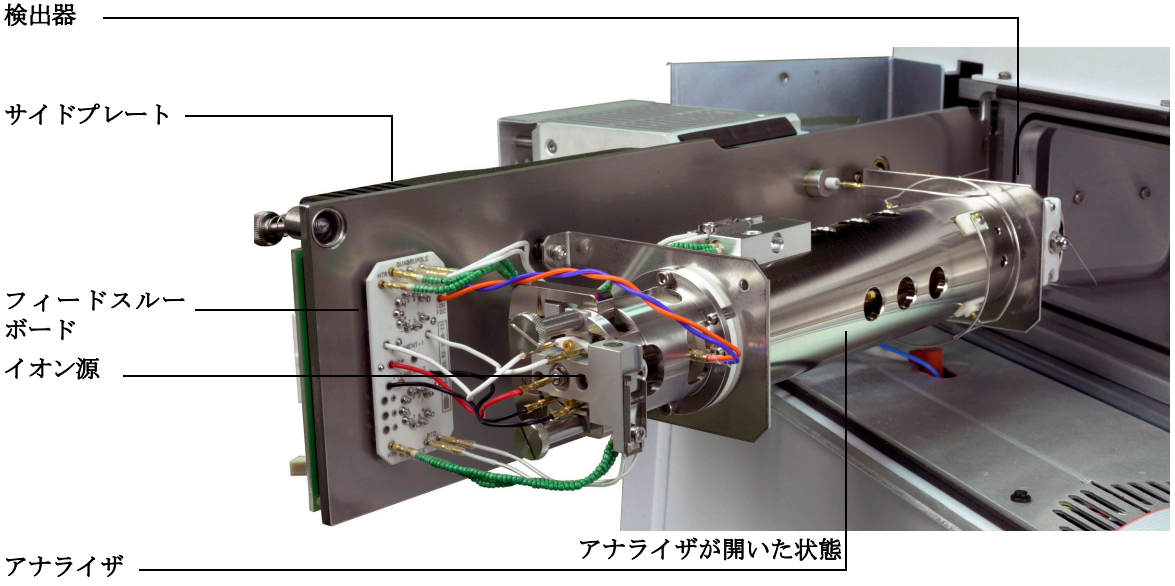

検出器
サイドプレート
フィードスルー
ボード
イオン源
アナライザ
アナライザが開いた状態

図 21　アナライザ

アナライザを閉めるには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）

手順

1 分析機器の内部配線がすべて正しく取り付けられているか確認します。配線は EI および CI 源のどちらでも同じです。

配線は表　14、および図　22 と図　23 で説明されています。表の用語「ボード」はイオン源の隣にあるフィードスルーボードのことです。

表 14 アナライザの配線

線の種類	取り付け元	接続先
グリーンビーズ　(2)	四重極ヒーター	ボード、左上 (HTR)
ホワイト、組みひもカバー付き (2)	四重極センサー	ボード、上　(RTD)
ホワイト (2)	ボード、中央 (FILAMENT-1)	フィラメント 1（上）
レッド (1)	ボード、中央左 (REP)	リペラ
ブラック (2)	ボード、中央 (FILAMENT-2)	フィラメント 2（下）
オレンジ (1)	ボード、右上 (ION FOC)	イオンフォーカスレンズ
ブルー (1)	ボード、右上 (ENT LENS)	エントランスレンズ
グリーンビーズ　(2)	イオン源ヒーター	ボード、左下 (HTR)
ホワイト (2)	イオン源センサー	ボード、下 (RTD)

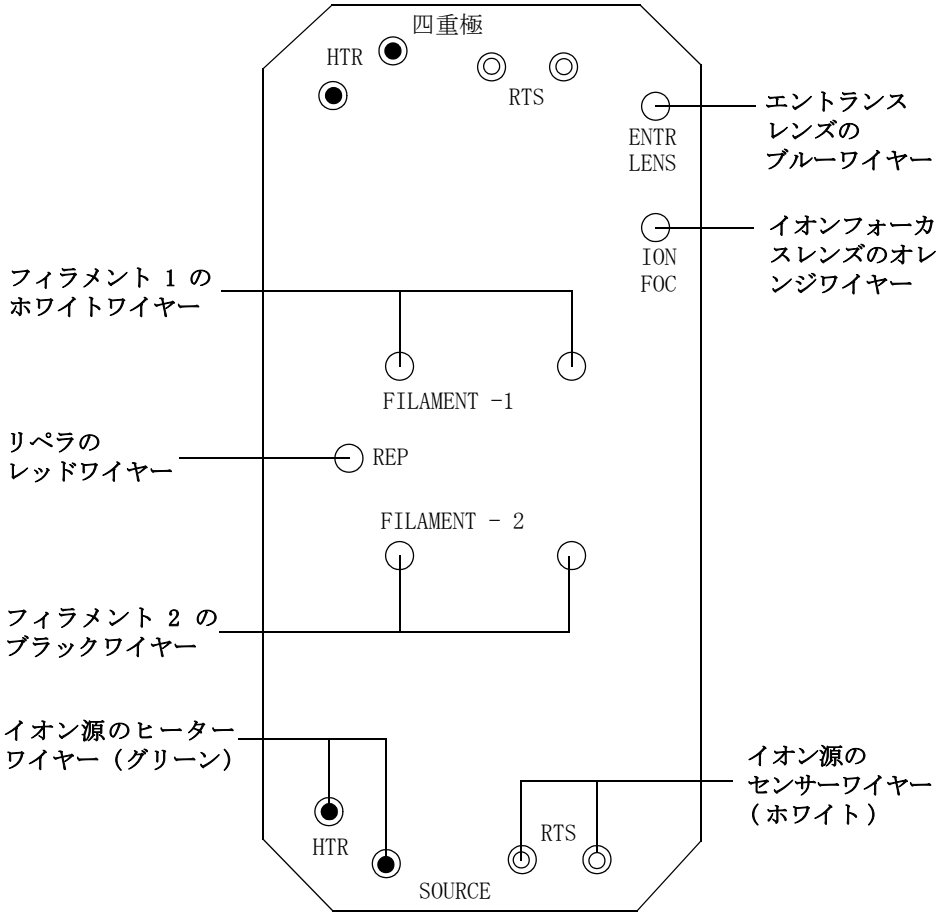


図 22　フィードスルーボード配線

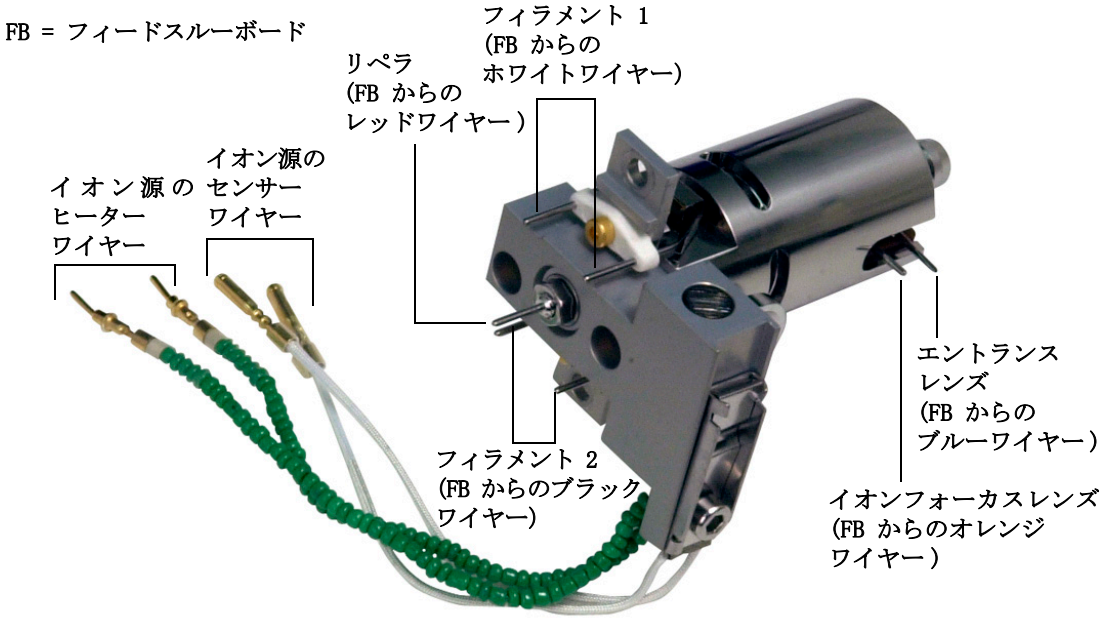


図 23 イオン源の配線

2 サイドプレートの O- リングを確認します。

O- リングにアピエゾン L 高真空グリースの**とても**薄い皮膜があることを確認してください。O- リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O- リングが光って見える場合、グリースが多すぎます。（グリースアップの方法については、『5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください）。

3 サイドプレートを閉じてください。

4 サイドボード制御ケーブルと電源ケーブルをサイドボードに再度接続します。

5 ベントバルブが閉まっているか確認してください。

6 MSD を真空排気します（90 ページ）。

7 CI モードで動作しているか、水素または他の引火性が高いか毒性がある物質をキャリアガスとして使用している場合、前面サイドプレートのつまみねじを静かに手で締めてください。

警告

CI で動作している場合、あるいは水素（または他の危険なガス）が GC キャリアガスとして使用されている場合は、前面のつまみねじを締めなければなりません。爆発が起こる可能性はありませんが、サイドプレートが空きにくくなる場合があります。

注意

つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となるか、真空排気ができなくなることがあります。ドライバを使わずにつまみねじを締めてください。

---

8 MSD が真空排気をしたら、すぐにアナライザのカバーを閉めます。

MSD を真空排気するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。49 ページの LCP から MSD を操作する を参照してください。

警告 **お使いの MSD が本章の導入部（57 ページ）で挙げたすべての条件に合うか確認してから、MSD を開始して真空排気をしてください。満たしていないと、怪我につながる恐れがあります。**

警告 **キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。**



手順

1 ベントバルブを閉じます。

2 MSD 電源コードを差し込みます。

3 [表示 (View)] メニューから **[チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)]** を選択します。

[真空制御 (Vacuum)] メニューから **[真空排気 (Pump Down)]** を選択してください。

4 プロンプトが表示されたら、MSD のスイッチをオンにします。

5 正しく密閉されていることを確認するために、サイドプレートを軽く押します。サイドボードの金属ボックスを押してください。

フォアラインポンプがゴボゴボという音をたてます。この音は 1 分以内に止まります。音が止まらない場合、システム内、おそらサイドプレートのシール、インターフェイスカラムナット、または排気バルブに**大量**の空気漏れが発生しています。

6 PC との通信が確立したら、すぐに **[OK]** をクリックします。

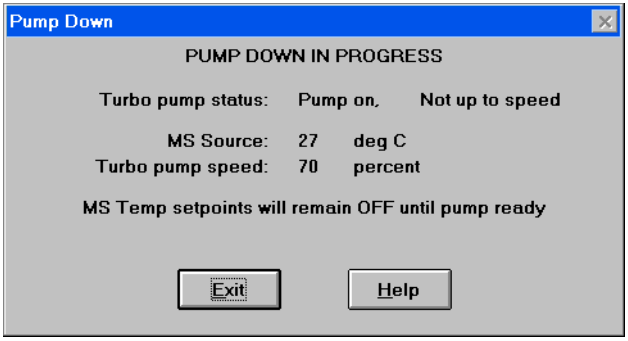


図 24　真空排気

注意

10 分から 15 分以内に、ディフュージョンポンプが熱くなっているか、またはターボポンプが 80% まで加速します（図　24）。ターボポンプ速度は最終的には 95% に達します。達しない場合、MSD 機器はフォアラインポンプをシャットオフします。この状態を回復するには MSD の電源を切ってすぐに入れ直す必要があります。MSD が正常に真空排気しない場合、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

---

7 プロンプトが表示されたら、GC/MSD インターフェイスヒーターと GC オーブンをオンにします。終わったら **OK** をクリックします。

ソフトウェアがイオン源と四重極ヒーターをオンにします。温度設定は現在のオートチューニングファイル（*.u）に保管されます。

注意

キャリアガスを流すまで、どの GC 加熱部分もオンにしないでください。キャリアガスの流入なしにカラムを加熱すると、カラムに損傷を与えます。

---

8 **「稼動 OK (Okay to run)」**のメッセージが表示されたら、MSD が熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。MSD が熱平衡に達する前に測定されたデータは再現できない場合があります。

MSD を移設または保管するには

必要な材料

- フェラル、ブランク（5181-3308）
- インターフェイスカラムナット（05988-20066）
- 両口スパナ、1/4-インチ × 5/16-インチ（8710-0510）

手順

1 MSD を大気開放します（81 ページ）。
2 カラムを取り外してブランクのフェラルおよび接続ナットを取り付けます。
3 ベントバルブを締めます。
4 GC から MSD を離します（『5975 Sereis MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください）。
5 GC/MSD インターフェイスのヒーターケーブルを GC から引き抜きます。
6 ブランクのフェラルでインターフェイスナットを取り付けます。
7 アナライザのカバーを開きます（79 ページ）。
8 サイドプレートのつまみねじを指で締めます（図 25）。

注意

サイドプレートのつまみねじを締めすぎないでください。締めすぎると真空マニフォールドのねじ山をつぶす場合があります。また、サイドプレートがゆがんで漏れの原因となることがあります。

9 MSD 電源コードを差し込みます。
10 MSD のスイッチを入れて大まかに真空にします。ターボポンプ速度が 50% を超えていること、またはフォアライン圧力が 1 Torr（133.322 Pa）以下であることを確認します。
11 MSD のスイッチを切ります。
12 アナライザのカバーを閉じます。
13 LAN、リモート、および電源の各ケーブルを切り離します。

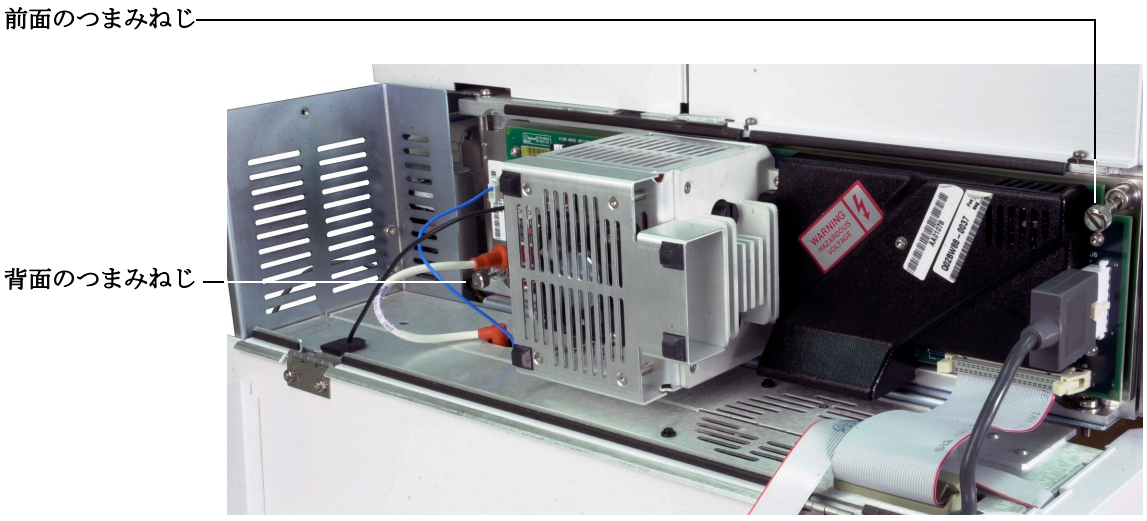


図 25　サイドプレートのつまみねじ

MSD は、保管または移設できます。フォアラインポンプは、MSD と一体となって移設しなければならないので切り離せません。MSD は必ず直立の状態を維持し、決して傾いたり転倒したりしないようにしてください。

注意

MSD は常に直立の状態でなければなりません。MSD を別の場所に輸送する必要がある場合、弊社コールセンターに連絡して梱包や輸送のアドバイスを受けてください。

GC から インターフェイスの温度を設定するには

必要に応じて、インターフェイスの温度は GC で直接設定できます。Agilent 7890A および 6890 の場合、Aux #2 温度を設定します。6850 の場合は、オプションのハンドヘルドコントローラを使用して、温度 Aux の温度を設定します。詳しくは、GC のユーザー情報を参照してください。

注意 お使いのカラムの最高使用温度を超えてはなりません。

注意 キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MSD インターフェイスあるいは GC オーブンを加熱してください。

新しい設定値を現在のメソッドの一部にする場合、[メソッド (Method)] メニューの **[保存 (Save)]** をクリックしてください。それ以外の場合は、最初にメソッドが読み込まれたときに、メソッドのすべての設定値は GC キーボードから入力された設定値で上書きされます。

4
化学イオン化（CI）モードの操作

一般的なガイドライン　90
CI GC/MSD インターフェイス　91
CI の操作　93
EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには　94
CI MSD を真空排気するには　95
CI モード操作で使用するソフトウェアの設定　96
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには　98
メタン試薬ガス流量を設定するには　101
他の試薬ガスを使用するには　103
CI イオン源から EI イオン源に切り換えるには　107
CI オートチューニング　108
PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ）　110
NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス）　112
PCI 性能を検証するには　114
NCI 性能を検証するには　115
高真空圧をモニタするには　116

本章では化学イオン化（CI）モードでの 5975 シリーズ CI MSD の操作に関する説明と情報を掲載しています。前章の情報の多くも関連しています。

内容の多くはメタンの化学イオン化に関連するものですが、あるセクションでは別の試薬ガスの使用について説明しています。

ソフトウェアには、試薬ガス流量の設定および CI オートチューニングの実行のための手順が含まれています。オートチューニングは、ポジティブ CI（PCI）の場合メタン試薬ガスを、ネガティブ CI（NCI）の場合、メタン、イソブタン、アンモニア試薬ガスをサポートしています。

一般的なガイドライン

- 試薬ガスは、常に高純度のメタンガス 99.9995% 以上を使用してください。
- CI モードに切り替える前に MSD が EI モードで正常に稼動することを確認する。75 ページの システム性能を検証するには
- CI イオン源および GC/MSD インターフェイスのチップシールが取り付けられていることを確認する。
- 試薬ガスの配管に空気漏れがないことを確認する。これは PCI モードで判定され、メタンのプレチューニング後に *m/z* 32 を確認します。

CI GC/MSD インターフェイス

CI GC/MSD のインターフェイス（図　26）は、MSD 内部にキャピラリカラムを通すための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に、O- リングを使ってねじで固定されており、保護カバーがついています。

インターフェイスの一方の端は、GC の側面を通ってオーブン内部に達します。この端はねじ山状で、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されます。キャピラリカラムの先端は、イオン化室でガイドチューブの端から 1 から 2 mm 長く出ています。

試薬ガスはインターフェイスから供給されています。インターフェイスアセンブリの先端はイオン化室まで達します。インターフェイスチップシールは先端から試薬ガスが漏れるのを防ぎます。試薬ガスはインターフェイスから入り、キャリアガスおよびサンプルと混合されます。

GC/MSD インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されます。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御します。6850 シリーズの GC の場合、ヒーターは Auxiliary の加熱部に接続します。インターフェイス温度は MSD ChemStation またはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェイスのセンサー
（熱電対）が温度をモニタします。

CI のインターフェイスは EI モードでそのまま使用できます。

インターフェイスは 250 ℃ から 350 ℃ の範囲で設定できます。インターフェイス温度は、この温度範囲内で使用する分析条件の GC オーブン最高温度より、わずかに高く設定しますが、カラムの最高使用温度を超えないように注意してください。

参照

42　ページの GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには。

注意

GC/MSD インターフェイス、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

警告 GC/MSD インターフェイスは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。

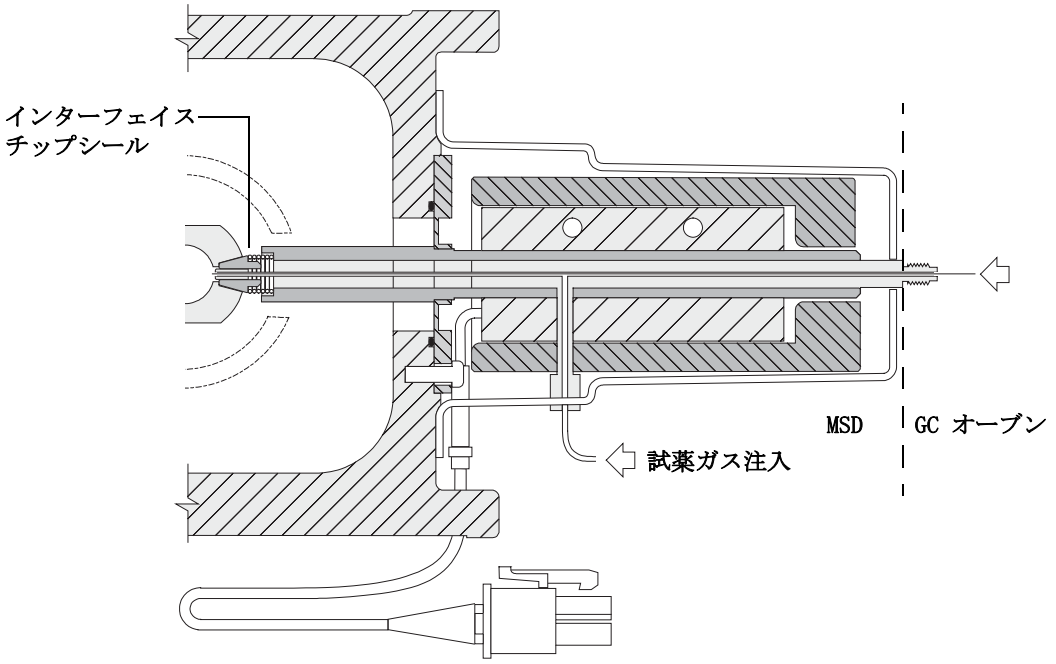


図 26 CI GC/MSD インターフェイス

CI の操作

MSD を CI モードで動作させるのは、EI モードより複雑です。CI モードでは、お客様のサンプルを使用して、ガス流量、イオン源温度（表　9)、およびイオン化電圧の最適化が必要となる場合があります。

表 9　CI モードでの設定温度

	イオン源	四重極	GC/MSD インターフェイス
PCI	250 ℃	150 ℃	280 ℃
NCI	150 ℃	150 ℃	280 ℃

PCI モードでの立ち上げ

最初に PCI モードでシステムを立ち上げて、以下の確認を行います。

- 別の試薬ガスを使用する場合でも、最初は メタンで MSD をセットアップしてください。
- *m/z* 28 と 27 の比率（メタン流量調整パネル）を見てインターフェイスチップシールが正しくついていることを確認します。
- *m/z* 19（プロトン付加した水）および 32 の比率をモニタすると、多量の空気漏れがあるかどうかわかります。
- バックグラウンドノイズがなく、MSD が実際にイオンを生成しているかどうかが確認できます。

NCI モードでシステムの診断を行うことはできません。NCI モードでは、どのガスにおいてもモニタできる試薬ガスイオンはありません。空気漏れを診断するのは難しく、またインターフェイスとイオン化室の間が十分に密封されているか見分けるのは困難です。

EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。

NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

手順

1. MSD を大気開放します。81 ページを参照してください。
2. サイドプレートを開きます。
3. EI イオン源を取り外します。126 ページ。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。
123 ページの 静電放電 静電防止の予防措置を取ってからアナライザを開けます。

---

4. CI イオン源を取り付けます。134 ページ。
5. インターフェイスチップシールを取り付けます。135 ページ。
6. サイドプレートを閉じます。
7. MSD を真空排気します。95 ページ。

CI MSD を真空排気するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。49 ページの LCP から MSD を操作する を参照してください。

手順

1. EI モードの説明に従います。90 ページの MSD を真空排気するには。

   ソフトウェアからインターフェイスのヒーターおよび GC オーブンの電源を入れるように指示が出てから、以下の処理を行います。

2. Micro イオンゲージコントローラにより、圧力が減少していることを確認します。
3. **[シャットオフバルブ (Shutoff Valve)]** を押して、ガスの供給とシャットオフバルブを閉じます。
4. **PCICH4.U** が読み込まれていることを確認し、温度設定値を受け入れます。

   必ず PCI モードで開始し、システム性能を確認してから NCI に切り換えます。

5. GC/MSD インターフェイスを 280 ℃ に設定してください。
6. ***ガス A*** を 20% に設定します。
7. 少なくとも 2 時間システムを焼き出ししてパージします。NCI を稼動させる場合、最も高い感度を得るには、一晩中焼き出ししてください。

CI モード操作で使用するソフトウェアの設定

手順

1 ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面に切り換えます。

2 ［ファイル（File)］メニューから **[チューニングパラメータ読み込み (Load Tune Values)]** を選択します。

3 チューニングファイル **PCICH4.U** を選択します。

4 CI オートチューニングがこのチューニングファイルでは実行されたことがない場合、ソフトウェアは一連のダイアログボックスを表示します。特に変更する理由がない限り、デフォルト値を受け入れます。

チューニングパラメータは MSD 性能に大きく影響します。最初に CI に設定したときは必ずデフォルト値で開始し、その後、それぞれの用途に合わせて調整します。［チューニングリミット設定（Tune Control Limits)］ボックスのデフォルト値については、表　10 を参照してください。

注記

これらのチューニングリミット設定値はオートチューニングでのみ使用されます。［MS パラメータを設定します（Edit MS Parameters)］で設定されたパラメータ、あるいはチューニングレポートに表示されたパラメータと絶対に混同しないよう注意ください。

表 10　チューニングパラメータでのデフォルト制限値（CI オートチューニングでのみ使用）

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア	
イオン極性	Positive	Negative	Positive	Negative	Positive	Negative
アバンダンスターゲット	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
ピーク幅ターゲット	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
最大リペラ	4	4	N/A	4	N/A	4
最大エミッション電流、μA	240	50	N/A	50	N/A	50
最大電子エネルギー、eV	240	240	N/A	240	N/A	240

表　10 の注記：

- **N/A** は使用不可の意味です。メタン以外の試薬ガスでは、PCI モードで PFDTD のイオンを形成することはできません。このため、CI オートチューニングはこれらの構成では使用できません。
- **イオン極性** 最初は必ずメタンを使用して PCI モードで開始し、その後、必要なイオン極性および試薬ガスに切り換えてください。
- **ターゲットアバンダンス** 必要な信号アバンダンスを得るためアバンダンス値を調整します。信号アバンダンスが高くなるとノイズアバンダンスも高くなります。これは、メソッドに EMV を設定することにより、データ測定用に調整されます。
- **ターゲットピーク幅** ピーク幅値を大きくすると、高い感度が得られ、ピーク幅を小さくすると質量分解能が向上します。
- **最大エミッション電流** NCI のエミッション電流の最大値は化合物によって大きくかわるため、経験的に選択する必要があります。たとえば、農薬分析の場合、エミッション電流の最適値は、約 200 μA です。

試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには

試薬ガス流量はソフトウェア（図 27）で制御できます。

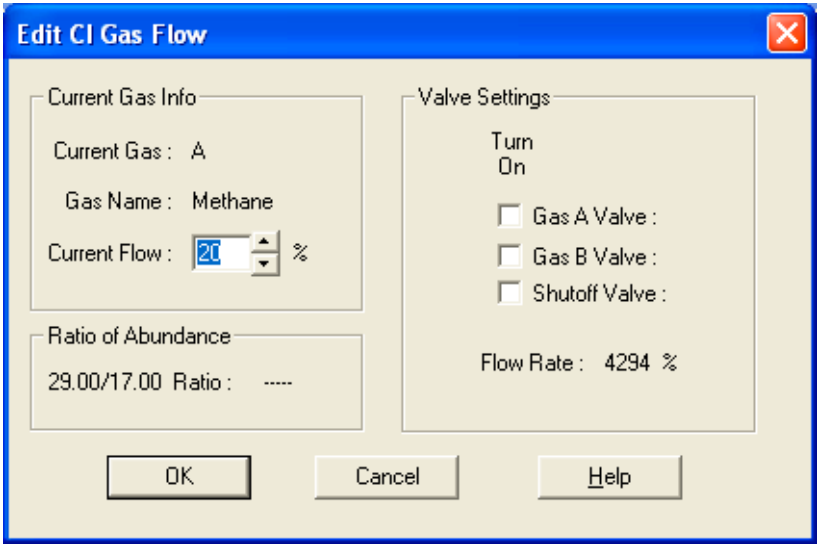


図 27 CI 流量制御

バルブ設定には以下の効果があります。

ガス A（または B）バルブ ガスが流れている場合、ガスを止めてください。そして、残存ガスを 6 分間パージして、その後、選択したガス（A または B）をオンにします。パージにより、ライン内でのガスの混合が最小限に抑えられます。

シャットオフバルブ シャットオフバルブが選択されると、システムは現在のガス流量をオフにする一方で、シャットオフバルブを（図 28）開いたままにします。これは、ラインに残存するガスを取り除くために行います。通常の排出時間は 6 分で、その後シャットオフバルブは閉じられます。

流量制御ハードウェアは各ガスの流量設定値を記憶しています。どちらかのガスが選択された場合、制御ボードはそのガスが前回使用した同じ流量を自動的に設定します。

流量制御モジュール

CI 試薬ガス流量制御モジュール（図　28 および表　11）は CI GC/MSD インターフェイスへの試薬ガスの流入を調整します。流量モジュールは、マスフローコントローラ（MFC）、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、シャットオフバルブ、制御エレクトロニクス、および配管から構成されています。

背面パネルには、メタン用（**CH4**）、および **2 番目の**試薬ガス用の Swagelok 注入口フィッティングがあります。ソフトウェアではそれぞれ **ガス A** および **ガス B** と表します。2 番目の試薬ガスを使用しない場合、アナライザに空気が入らないように密栓をしてください。試薬ガスを 25 から 30 psi（170 から 205 kPa）で供給します。

シャットオフバルブは、大気開放時の空気、また EI 動作時の PFTBA、流量制御モジュールの汚染を防ぎます。MDS モニターは **オン**を 1、**オフ**を 0 として表示します。（図　17 を参照してください。）

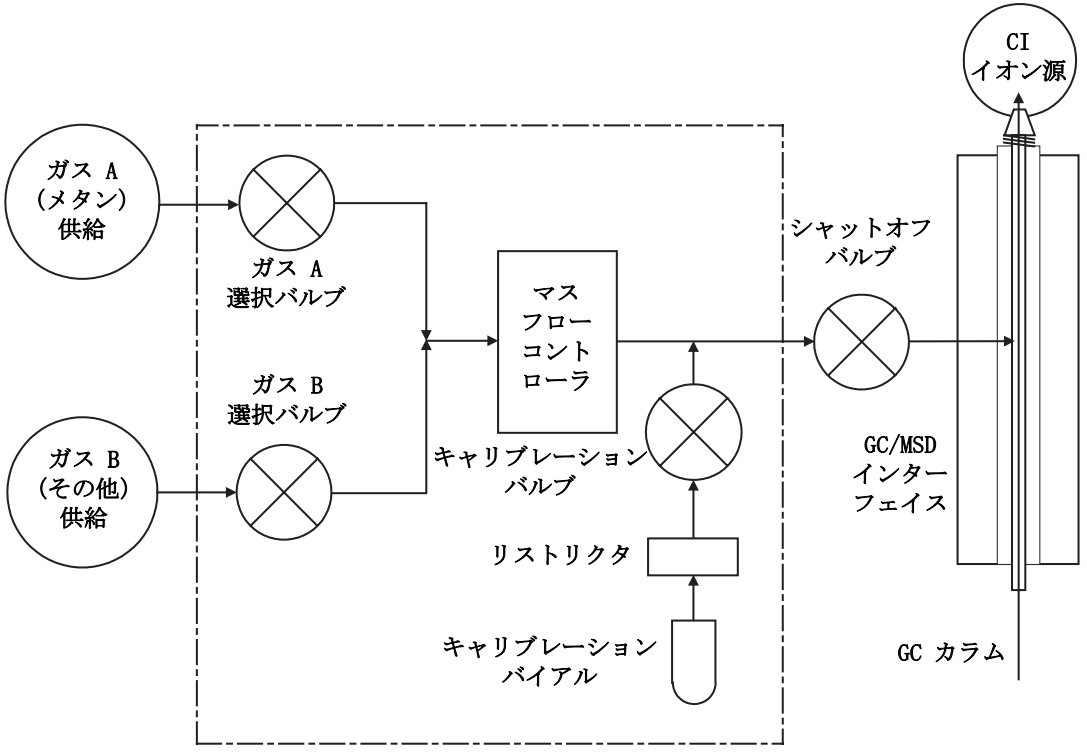


図 28　試薬ガス流量制御モジュール図

表 11 流量制御モジュール状態図

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	ガス A でパージ	ガス B でパージ	流量モジュール内のポンプアウト	スタンバイ、大気開放、または EI モード
ガス A	開	閉	開	閉	閉	閉
ガス B	閉	開	閉	開	閉	閉
MFC	オン → 設定値	オン → 設定値	オン → 100%	オン → 100%	オン → 100%	オフ → 0%
シャットオフバルブ	開	開	開	開	開	閉

モニターでは**開**は**1**、**閉**は**0**で表示されます。

メタン試薬ガス流量を設定するには

試薬ガス流量は CI システムのチューニング前に安定化するために調整されなければなりません。ポジティブ CI モード（PCI）でメタンを使用して**初期**設定してください。ネガティブ CI モードでは、試薬ガスがイオンを形成することがないため、NCI で流量調整の手順は利用できません。

メタン試薬ガス流量の調整は 3 段階で行います。流量制御を設定する、試薬ガスイオンを事前チューニングする、安定した試薬イオン比（メタンの場合 *m/z* 28/27 に流量を調整する）の 3 段階です。

データシステムがプロンプトを表示して流量調整手順の流れを指示します。

注意　システムを EI モードから CI モードに切り替えた後、なんらかの理由で大気開放した後には、チューニングを実行する前に、MSD を少なくとも 2 時間は焼き出しする必要があります。

手順

1. **[ガス A (Gas A)]** を選択します。チューニングウィザードからの指示に従ってください。
2. PCI/NCI MSD に対して流量を 20% に設定します。
3. 真空ゲージコントローラを調べて正確な圧力を確認します。116　ページ。
4. ［設定（Setup)］メニューから **[メタンプレチューニング (Methane Pretune)]** を選択します。

   メタンプレチューニングは、メタン試薬イオン比 *m/z* 28/27 をモニタし、最適となるように機器をチューニングします。
5. 表示された試薬イオンのプロファイルスキャンを調べます（図　29)。
   - *m/z* 32　にピークが現れないことを確認します。この場合のピークは空気漏れを意味します。空気の漏れ箇所の特定を行い、漏れの原因を改善してから、次のステップに進んでください。空気漏れのままで CI モードの操作をすると、イオン源の汚染が急速に進みます。
   - *m/z* 19（プロトン化した水）でのピークが *m/z* 17 でのピークの 50% 未満であることを確認します。
6. メタン流量調整を実行します。

注意

MSD に空気漏れあるいは大量の水があるにもかかわらず CI オートチューニングを続けると、イオン源が**ひどく**汚染されます。その場合、**MSD を大気開放し**、さらに**イオン源をクリーニングする**必要があります。

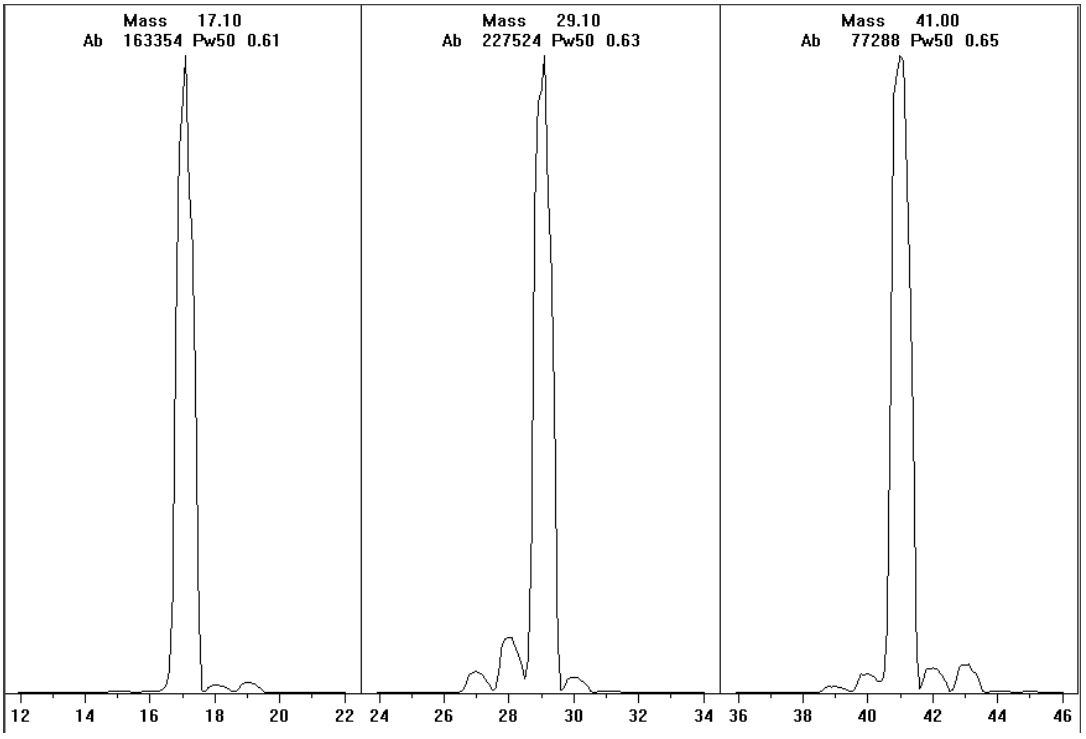


図 29 試薬イオンスキャン

焼き出しを 1 日以上続けた後のメタンのプレチューニング

m/z 19 のアバンダンスが低いこと、*m/z* 32 でピークが出現しないことに注目します。お使いの MSD はおそらく最初は水を多く示しますが、それでも *m/z* 19 のアバンダンスは *m/z* 17 の 50% 未満であるはずです。

他の試薬ガスを使用するには

本節では、試薬ガスとしてイソブタンまたはアンモニアを使用する場合の説明をします。メタン試薬ガスを使用した CI 装備の 5975 シリーズ MSD の操作に慣れてから、他の試薬ガスの使用を試みるようにしてください。

注意　試薬ガスとして亜酸化窒素を使用しないでください。フィラメントの寿命を著しく短縮します。

メタンからイソブタンまたはアンモニアのどちらかに試薬ガスを変更すると、イオン化プロセスの化学反応が変化し別のイオンが生じます。発生する主な化学イオン化反応の概要については、付録　A、化学イオン化理論 で説明しています。化学イオン化の経験がない場合、上記の付録 A を読んでから次に進むことをお勧めします。

注意　すべての試薬ガスを使って、すべてのモードですべての設定処理ができるわけではありません。詳細については、表　12 を参照してください。

表 12 試薬ガス

試薬ガス / モード	試薬イオン質量	PFDTD キャリブラントイオン	流量調整イオン：比 EI/PCI/NCI MSD 拡張ターボポンプ 推奨流量 :20% PCI 40% NCI
メタン /PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 - 5.0
メタン /NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
イソブタン /PCI	39, 43, 57	N/A	57/43: 5.0 - 30.0
イソブタン /NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
アンモニア /PCI	18, 35, 52	N/A	35/18: 0.1 - 1.0
アンモニア /NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* メタン以外の試薬ガスで形成される PFDTD イオンはありません。メタンでチューニング後に、同じパラメータを別のガスに使用してください。

† **ネガティブ**試薬ガスイオンは形成されません。ネガティブモードでプレチューニングを行うには、17 (OH-)、35 (Cl-)、および 235 (ReO3-) のバックグラウンドイオンを使用します。これらのイオンは試薬ガス流量の調整には使用できません。NCI に対して流量を 40% に設定し、必要なだけ調整をして使用するアプリケーション用に受け入れ可能な結果を得てください。

イソブタン CI

一般に、イソブタン（C_4H_{10}）は、化学イオン化ではあまりフラグメント化していないスペクトルが望ましい時に使用されます。これは、イソブタンのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

付加反応およびプロトン転移は、イソブタンで最もよく起こるイオン化メカニズムです。サンプルそのものが、最優先されるメカニズムに影響を与えます。

アンモニア CI

一般に、アンモニア（NH_3）は、化学イオン化ではあまりフラグメント化していないスペクトルが望ましい時に使用されます。これは、アンモニアのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

対象の化合物の多くがプロトンの親和力が不十分なため、アンモニア化学イオン化スペクトルは、NH_4^+ の付加と、その後、場合によっては水脱離が起こります。アンモニア試薬イオンスペクトルは、NH_4^+、$NH_4(NH_3)^+$、および $NH_4(NH_3)_2^+$ に対応して *m/z* 18、35、および 52 で主なイオンを持ちます。

イソブタンまたはアンモニア化学イオン化でお使いの MSD を調整するには、以下の手順で行ってください。

手順

1 ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面から、メタンと PFDTD を使用して標準のポジティブ CI オートチューニングを実行します。

2 ［設定（Setup)］メニューで、**[CI チューニングウィザード (CI Tune Wizard)]** を選択し、プロンプトが表示されたら **[イソブタン (Isobutane)]** または **[アンモニア (Ammonia)]** を選択します。選択すると選択したガスを使用するためにメニューに変わり、該当するデフォルトのチューニングパラメータを選択します。

3 **[ガス B (Gas B)]** を選択します。チューニングウィザードからの指示とプロンプトに従って、ガス流量を 20% に設定します。

　既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくないときは必ず新しい名前でファイルを保存します。デフォルト温度および他の設定値を受け入れます。

4 ［設定（Setup)］メニューの **[イソブタン**（または **アンモニア**）**流量調整 (Isobutane Flow Adjust または Ammonia Flow Adjust)]** をクリックします。

PCI にはイソブタンまたはアンモニア用の CI オートチューニングがありません。

イソブタンまたはアンモニアを使って NCI を実行したいときは、**NCICH4.U** または特定ガス用の既存 NCI チューニングファイルを読み込みます。

注記　以下のアプリケーションノート『Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5975 Series MSDs』(5989-5170EN) を必ず読んでください。

注意　アンモニアを使用すると、MSD のメンテナンスにより多くのものが要求されます。詳細については、131　ページの CI メンテナンス。

注意

アンモニアガスの圧力は 5 psig 未満にしてください。これより高い圧力ではアンモニアが気体から液化します。

アンモニアボンベは、流量モジュールより低い位置で垂直に保ってください。アンモニアを供給する配管は、缶あるいはボトルを使用して、垂直にコイル状に巻いてください。これにより液体状のアンモニアが流量モジュールに入らないようになります。

アンモニアは真空ポンプのオイルやシールを破損させます。アンモニア CI では、頻繁に真空システムのメンテナンスを実施する必要があります（『5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください）。

注意

1 日に 5 時間以上アンモニアを流す場合、ポンプシールへの損傷を最小限にするため、フォアラインポンプは少なくても 1 日 1 時間、バラスト（空気で勢いよく流す）させなければなりません。アンモニアを流した後は、常にメタンで MSD をパージしてください。

5% のアンモニアと 95% のヘリウム、または 5% のアンモニアと 95% メタンを混合したものが、CI 試薬ガスとしてよく使用されます。これはアンモニアでの CI に十分で、アンモニアのマイナスの影響を最小限にします。

二酸化炭素 NCI

二酸化炭素は CI の試薬ガスとしてよく使用されます。入手しやすさ、安全性の面で大きな利点があります。

CI イオン源から EI イオン源に切り換えるには

手順

1 ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面から、MSD をベントします。81　ページ。ソフトウェアによりプロンプトが表示されたら指示に従います。

2 アナライザを開きます。

3 CI インターフェイスチップシールを取り外します。135　ページ。

4 CI イオン源を取り外します。134　ページ。

5 EI イオン源を取り付けます。128　ページ。

6 CI イオン源およびインターフェイスチップシールをイオン源収納箱に保管します。

7 MSD を真空排気します。90　ページ。

8 EI チューニングファイルを読み込みます。

注意　アナライザまたは真空マニフォールドの内側にある他の部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

注意　アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを身に付け、その他の静電防止の予防措置を取って**から**アナライザを開けます。123　ページ。

CI オートチューニング

試薬ガス流量を調整した後、MSD のレンズおよびエレクトロニクスをチューニングする必要があります（表 13)。パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン（PFDTD）をキャリブラントとして使用します。PFDTD は、ガス流量制御モジュールから GC/MSD インターフェイスを通って直接イオン化室に導かれます。

注意

イオン源が EI モードから CI モードに切り替わった後、あるいは他の理由でベントされた後は、MSD はチューニング前に洗浄して、少なくとも 2 時間は焼き出しする必要があります。最適な感度が要求されるサンプルを分析する前には、長めに焼き出しすることをお勧めします。

ポジティブ モードではメタン以外のガスが形成する PFDTD イオンはないので、PCI オートチューニングはメタン専用です。他の試薬ガスについて、NCI では PFDTD イオンが現れます。分析に使用したいモードまたは試薬ガスにかかわらず、最初は必ずメタン PCI 用にチューニングしてください。

CI では、チューニングでの性能基準値はありません。CI オートチューニングの完了で、合格です。

しかしオートチューニングの結果で EM 電圧（電子増倍管電圧）が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の EM 電圧に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください（75 ページ を参照）。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

表 13　試薬ガス設定

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
イオン極性	Positive	Negative	Positive	Negative	Positive	Negative	N/A
エミッション	150 μA	50 μA	150 μA	50 μA	150 μA	50 μA	35 μA
電子エネルギー	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
フィラメント	1	1	1	1	1	1	1 または 2
リペラ	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
イオンフォーカス	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
エントランス レンズオフセット	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
EM 電圧	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
シャットオフ バルブ	開	開	開	開	開	開	閉
ガス選択	A	A	B	B	B	B	なし
推奨流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
ソース温度	250 ℃	150 ℃	250 ℃	150 ℃	250 ℃	150 ℃	230 ℃
四重極温度	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃
インターフェイス 温度	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃
オートチューニング	あり	あり	なし	あり	なし	あり	あり

N/A　使用不可。

PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ）

注意 必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください（75 ページ を参照）。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

手順

1 最初に MSD が EI モードで正しく動作することを確認します。75 ページ。

2 **PCICH4.U** チューニングファイル（ または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル）を読み込みます。

既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくない場合は必ず新しい名前でファイルを保存します。

3 デフォルトの設定値を受け入れます。

4 メタンの設定を行います。101 ページ。

5 ［チューニング（Tune)］メニューで、**[CI オートチューニング (CI Autotune)]** をクリックします。

注意 CI の場合、必要以上にチューニングを行わないでください。チューニング回数を抑えることで、PFDTD のバックグランド値を低く抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

CI では、チューニングでの性能基準値はありません。オートチューニングの完了で、合格です（ 図 30)。しかし、オートチューニングの結果で EM 電圧（電子増倍管電圧）が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の EM 電圧に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

オートチューニングレポートにはシステムの空気と水に関する情報が含まれます。

19/29 比は水の割合を示します。

32/29 比は酸素の割合を示します。

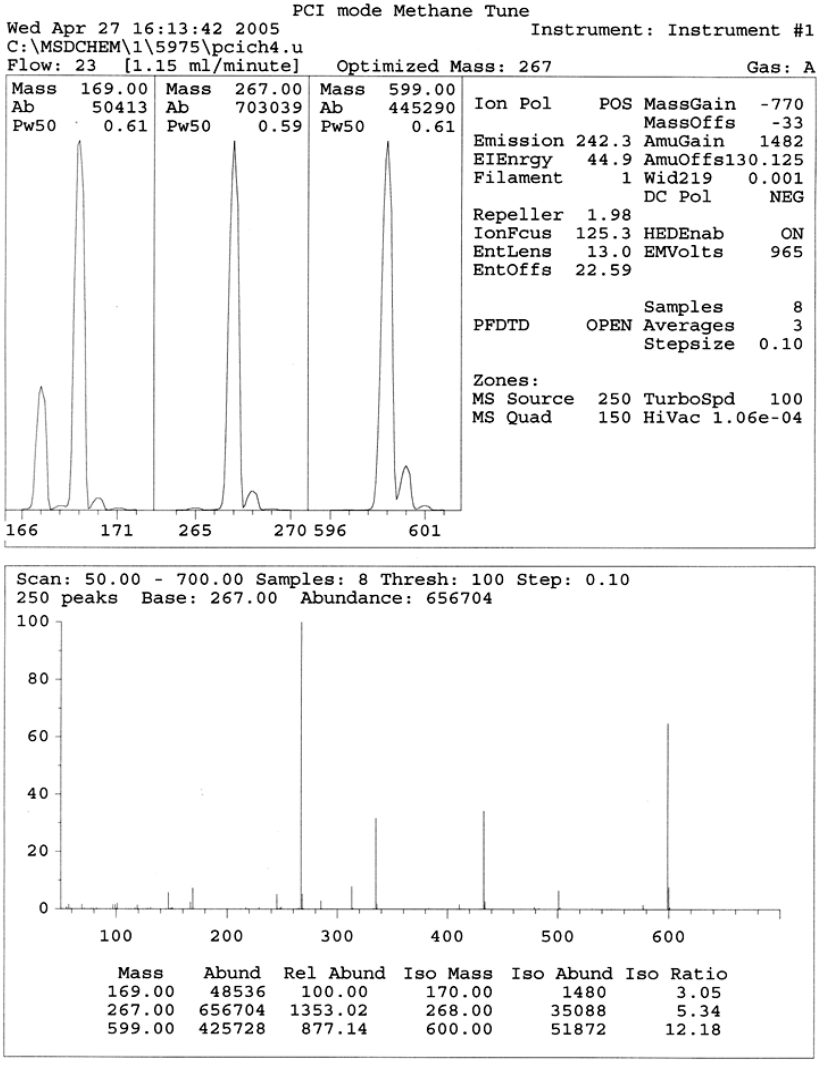


図 30　PCI オートチューニング

NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス）

注意 EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください（75 ページ を参照）。別の試薬ガスを使用する、あるいは NCI を実行する予定であっても、最初は必ず試薬ガスとしてメタンを使用して、PCI モードで CI MSD を設定してください。

手順

1 ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面から、**NCICH4.U**（または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル）を読み込みます。

2 ［設定（Setup)］メニューから、**[CI チューニングウィザード (CI Tune Wizard)]** を選択し、システムプロンプトに従います。

デフォルト温度および他の設定値を受け入れます。

既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくない場合は必ず新しい名前でファイルを保存します。

3 ［チューニング（Tune)］メニューで、**[CI オートチューニング (CI Autotune)]** をクリックします。

注意 CI の場合、必要以上にチューニングを行わないでください。チューニング回数を抑えることで、PFDTD のバックグランド値を低く抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

CI では、チューニングでの性能基準値はありません。オートチューニングの完了で、合格です（図 31)。しかし、オートチューニングの結果で EM 電圧（電子増倍管電圧）が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の EM 電圧に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

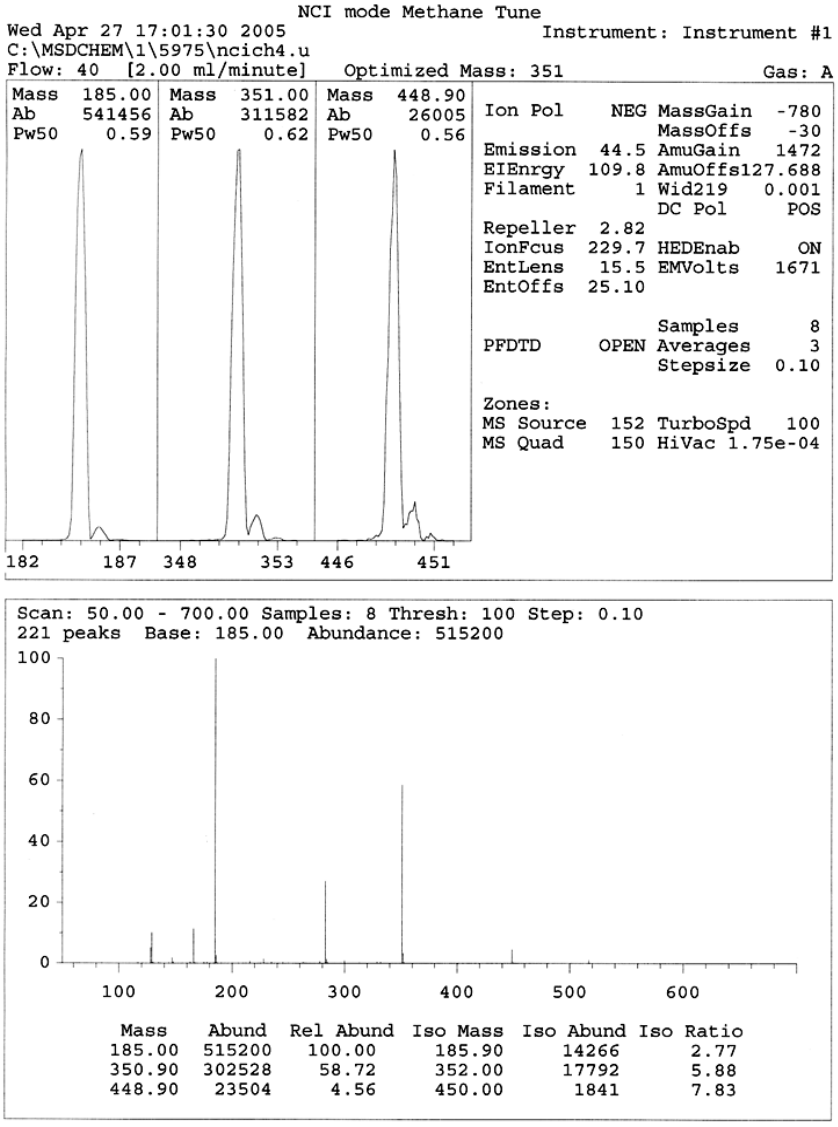


図 31　NCI オートチューニング

PCI 性能を検証するには

必要な材料

- ベンゾフェノン、100 pg/μL (8500-5440)

注意

EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください（75 ページ を参照）。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップします。

手順

1. MSD が EI モードで正しく動作することを確認します。
2. **PCICH4.U** チューニングファイルが読み込まれていることを確認します。
3. **[ガス A (Gas A)]** を選択して流量を 20% に設定します。
4. ［チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)］画面で CI 設定を実行してください。108 ページ。
5. CI オートチューニングを実行してください。108 ページ。
6. 100 pg/μL ベンゾフェノンを 1 μL 使用して、PCI 感度メソッド **BENZ_PCI.M** を実行します。
7. 仕様書に示した感度の基準を満たしているか確認します。仕様については、弊社 Web サイト (www.agilent.com/chem) をご覧ください。

NCI 性能を検証するには

この手順は EI/PCI/NCI MSD **のみ**に有効です。

必要な材料

- オクタフルオロナフタレン（OFN）、100 fg/μL（5188-5347）

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。75 ページ。NCI を実行する場合でも、最初は必ず CI モードで CI MSD をセットアップします。

手順

1. MSD が EI モードで正しく稼働することを確認します。
2. **NCICH4.U** チューニングファイルを読み込み、温度設定値を受け入れます。
3. **[ガス A (Gas A)]** を選択して流量を 40% に設定します。
4. [チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)] 画面で CI オートチューニングを実行します。112 ページ。

   CI モードのオートチューニングには「合格」と言える基準がない点に注目してください。オートチューニングが完了したら、合格です。
5. 100 fg/μL OFN を 2μL 使用して、NCI 感度メソッド OFN_NCI.M を実行します。
6. 仕様書に示した感度の基準を満たしているか確認します。仕様については、弊社 Web サイト（www.agilent.com/chem）をご覧ください。

高真空圧をモニタするには

警告 **キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性がある間は、Micro イオンゲージコントローラをオンにしないでください。19 ページの 水素の安全性を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。**

手順

1. MSD を立ち上げ、真空排気します。95 ページ。
2. ［チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control)］画面で、[真空制御(Vacuum)］メニューから **[真空ゲージのオン / オフ (Tune Vacuum Gauge On/Off)]** を選択します。
3. ［機器コントロール（Instrument Control)］画面で、MS モニタを読み取り用にセットアップできます。真空の状態についても、LCP または［マニュアルチューニング（Manual Tune)］画面で読み取ることができます。

MSD の圧力がおよそ 8 × 10^{-3} Torr である場合、Micro イオンゲージコントローラはオフになります。ゲージコントローラは窒素用に調整されていますが、本マニュアルに記載されている圧力すべてはヘリウム用です。

真空圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス（ カラム ）の流量です。表 14 に、ヘリウムキャリアガスのさまざまな流量に対する代表的な真空度の一覧を記載しています。これらの圧力は概算値で、機器によって変わります。

代表的な真空度

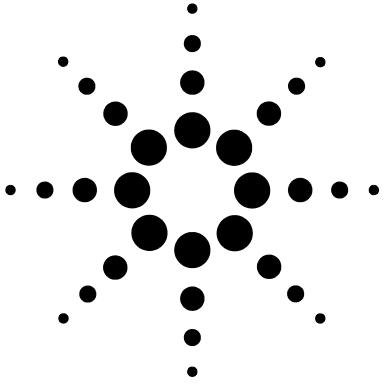
G3397A Micro イオンゲージコントローラを使用します。マスフローコントローラはメタン用に補正され、Micro イオンゲージコントローラは窒素用に補正されている点に注意してください。これらの値は厳密ではありませんが、一般的な真空度をガイドラインとして記載しています（表　14)。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。これらは一般的な PCI での温度条件です。

イオン源温度	250 ℃
四重極温度	150 ℃
インターフェイス温度	280 ℃
ヘリウムキャリアガス流量	1 mL/ 分

表 14　流量値および真空度

	圧力（Torr）	
	メタン	**アンモニア**
MFC (%)	EI/PCI/NCI MSD（拡張ターボポンプ）	EI/PCI/NCI MSD（拡張ターボポンプ）
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

お客様が**使用される**システムの測定条件を熟知し、ガス流量の違いにおける真空度の**変化**をモニタしてください。これらの真空度は MSD および Micro イオンゲージコントローラによって 30% のばらつきがあります。



Agilent 5975 MSD
操作マニュアル

5
通常のメンテナンス

始める前に　120
真空システムのメンテナンス　125

始める前に

MSD で必要なメンテナンスの大半はお客様が実行できます。安全のため、本章に書かれていることをすべて読んでから、メンテナンス作業を行ってください。

MSD のエレクトロニクスは定期的メンテナンスが不要です

通常のメンテナンス作業は、表 15 に記載されています。これらの作業を定期的に実行すると、稼働上の問題を減らし、システムの寿命を延ばし、全体コストを軽減できます。

システムの作業状況（チューニングレポート）と、実行されたメンテナンス操作を記録してください。それにより、通常動作との違いを知り、修正作業を行うのが容易になります。

表 15 メンテナンスのスケジュール

作業	毎週	6 か月ごと	毎年	随時
MSD のチューニング				X
フォアラインポンプのオイルレベルの確認	X			
キャリブレーションバイアルの確認		X		
フォアラインポンプのオイルの交換*		X		
ディフュージョンポンプのオイルの交換			X	
ドライフォアラインポンプの確認				X
イオン源の洗浄				X
GC および MSD のキャリヤーガストラップの確認				X
消耗部品の交換				X
サイドプレートやベントバルブの O リングにグリースアップする†				X
CI 試薬ガス配管の交換				X
GC ガス配管の交換				X

* アンモニア試薬ガスを使用している CI MSD で 3 カ月ごと

† サイドプレートの O リングとベントバルブの O リング以外の真空シール材に、グリースアップする必要はありません。他のシール材にグリースアップすると、正常に機能しなくなることがあります。

工具、予備の部品、支給品

必要な工具、予備の部品、支給品の一部は、GC のシッピングキット、MSD のシッピングキット、MSD のツールキットに入っています。その他のものは、お客様自身が調達する必要があります。メンテナンスの各手順は、その手順に必要な用具の一覧に書かれています。

高電圧への予防

MSD がコンセントにつながれている時はいつでも、電源スイッチがオフであっても、以下の場所にはコンセントからの電圧 (AC120 V、または、AC200/240 V) がそのままかかっている場合があります。

- 電源コードが機器に入っている場所と電源スイッチの間にある配線やヒューズ

電源スイッチがオンになっている時、以下にコンセントからの電圧が供給されている可能性があります。

- 電子回路基盤
- トロイド変圧器
- 基盤間のケーブル
- 基盤と MSD のバックパネルにあるコネクタの間のケーブル
- バックパネルにあるコネクタ（フォアライン電源コンセントなど）

通常、こうした部分はすべて、安全カバーで覆われています。安全カバーが適切な位置にある限り、感電する可能性はありません。

警告　**本章の手順で指示されていない限り、MSD がチューニングオンされていたり、電源にプラグが差し込まれている状態でメンテナンスを行わないでください。**

本章に書かれている手順のいくつかは、電源スイッチがオンの状態で、MSD の内部に触れる必要があります。こうした手順の際に、エレクトロニクスの安全カバーを取り外さないでください。感電の危険を減らすため、手順に従うよう注意してください。

高温部分への注意

MSD における多くの部分が、深刻な火傷の原因となるほど高い温度に達する、もしくはそうした温度で稼働しています。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

- GC/MSD インターフェイス
- アナライザ部の部品
- 真空ポンプ

警告 **MSD がオンの時、これらの部分に触らないでください。MSD をオフにした後、十分な時間がたって冷めてから触れてください。**

警告 **GC/MSD インターフェイスヒーターは通常、GC にある加熱部が熱源となっています。インターフェイスヒーターは、MSD がオフであってもオンにでき、高い温度になり危険です。GC/MSD インターフェイスは断熱されています。オフになった後も、冷却されるまで時間がかかります。**

警告 **動作中のフォアラインポンプに触れると火傷をする恐れがあります。触れないように安全カバーがついています。**

GC の注入口とオーブンも、非常に高い温度で稼働します。これらの部分にも、同じように注意してください。詳細に関しては、GC に備え付けのマニュアルを参照してください。

化学物質の残留

サンプルのほんの一部だけが、イオン源によってイオン化されます。サンプルの大半は、イオン化されることなくイオン源を通過します。真空システムによって吸われます。その結果、フォアラインポンプからの排気には、キャリヤーガスとサンプルの残留物が含まれます。排気にはフォアラインポンプオイルの細かい粒子も含まれます。

オイルトラップは、標準のフォアラインポンプに付いています。このトラップは、ポンプオイルの細かい粒子**だけ**を止めます。その他の化学物質はトラップ**されません**。有毒な溶媒を使用したり、有毒な化学物質を分析している場合、こ

のオイルトラップは使用しないでください。代わりにフォアラインポンプには、ホースを取り付けて、フォアラインポンプからの排気を、屋外や屋外排出用の換気ドラフトに排出してください。地域の大気非汚染度規制に必ず従ってください。

警告　**オイルトラップは、フォアラインポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。有毒な溶媒を使用したり有毒な化学物質を分析する場合、オイルトラップを取り外してください。CI MSD がある場合、トラップを使用しないでください。代わりにホースを取り付けて、フォアラインポンプの排気を、屋外や換気ドラフトに排出してください。**

ディフュージョンポンプおよびフォアラインポンプのオイルには、分析されたサンプルの残留物が含まれます。使用されているポンプのオイルはすべて、危険だとみなして扱う必要があります。使用済みのオイルは、地域の規制で指定されている通り、適切に処理してください。

警告　**ポンプのオイルを交換する際は、適切な耐化学物質手袋と安全メガネを着用してください。決して液体に触れないようにしてください。**

静電放電

MSD にあるプリント回路基盤の部品はすべて、静電気（ESD）で損傷する可能性があります。絶対に必要な場合を除いて、こうした基盤に触れないでください。また、配線、接触部、ケーブルも、接続している電子基盤に ESD を起こす可能性があります。これは特にマスフィルタ （四重極）と接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、サイドボードの傷つきやすい部品に ESD をもたらす可能性があります。ESD による損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれません。しかし徐々に、MSD の性能と安定性を低下させます。

プリント回路基盤上や近くで作業する時、または、プリント回路基盤と接続している配線、接触部、ケーブルにつながっている部品上で作業する時には、接地された静電防止リストストラップを常に使用し、その他にも静電対策を行ってください。リストストラップは、正しく設置されたアースに接続してください。それが不可能な場合、伝導性（金属の）部分に接続してください。しかし、電子部品、剥き出しのケーブル、コネクタ上のピンと**接続しないでください。**

MSD から取り外した部品やアセンブリを取り扱う場合は、アース処理された静電防止マットのような、静電防止対策を行ってください。これにはアナライザも含まれます。

注意

静電防止リストストラップはサイズが合っている（きつくない）ものを使用してください。ストラップがゆるいと静電防止の役割を果たしません。

静電防止の予防策は、100% 効果的ではありません。電子回路基盤になるだけ触れないようにし、端にだけ触れてください。部品、絶縁されていないトレース、コネクタやケーブル上のピンには決して触らないでください。

真空システムのメンテナンス

定期的なメンテナンス

真空システムのメンテナンスには、定期的に行う必要のあるものがあります（表　15 参照）。それには以下のものがあります。

- フォアラインポンプのオイルの確認　（毎週）
- キャリブレーションバイアルの確認　（6 カ月ごと）
- フォアラインポンプのバラスト　（アンモニア試薬ガスを使用している MSD で毎日）
- フォアラインポンプのオイル交換　（6 カ月ごと、アンモニア試薬ガスを使用している CI MSD で 3 カ月ごと）
- フォアラインポンプのオイルボックスのねじを締める　（オイル交換時）
- ディフュージョンポンプのオイルを交換する（年 1 回）
- ドライフォアラインポンプを交換する（通常 3 年ごと）

こうした作業がスケジュール通りに実行されないと、機器の性能の低下につながる可能性があります。機器の損傷につながる可能性もあります。

その他の作業

フォアラインイオンゲージまたは Micro イオンゲージの交換といった作業は、必要なときにのみ行ってください。こうしたメンテナンスが必要な場合の症状については、『5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』および MSD ChemStation ソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。

その他の情報

真空システムの部品の位置や機能に関して更に詳しく知りたい場合は、『5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください。

本章の手順の大半は、『Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities』および『5975 Series MSD User Information disks』のビデオクリップで説明されています。

EI イオン源を取り外す

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ラジオペンチ（8710-1094）

手順



1 MSD を大気開放します。81 ページ。

2 アナライザのサイドプレートを開けます。83 ページ。

アナライザの部品に触れる前に、静電防止リストストラップを使用し、その他の静電対策を行っていることを確認してください。

3 イオン源から出ている 7 本のケーブルを外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください（図 32、表 16）。

表 16 イオン源のケーブル

ワイヤーの色	接続先	リード線の番号
青	エントランスレンズ	1
オレンジ	イオンフォーカス	1
白	フィラメント 1（上部側のフィラメント）	2
赤	リペラ	1
黒	フィラメント 2（下部側のフィラメント）	2

注意 ケーブルを引き抜く場合は、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

4 イオン源ヒーターと温度センサーから、ボードにささっているケーブルを抜きます。

5 イオン源を適切な位置に留めているつまみねじを外します。

6 イオン源をラジエータから外します。

警告　**アナライザは高温で稼働します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

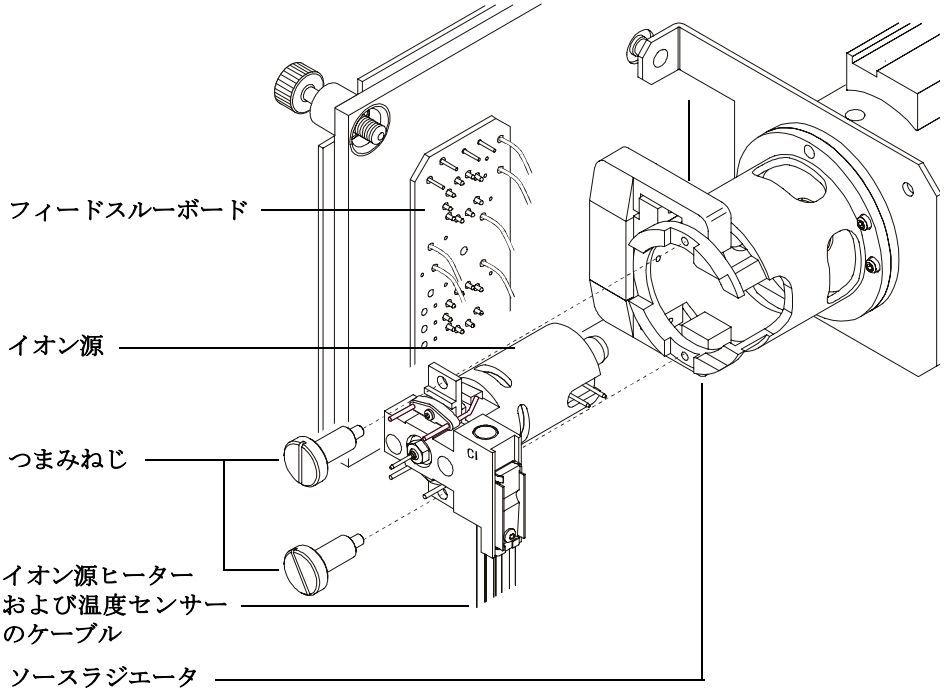


図 32　イオン源の取り外し

EI イオン源を再び取り付ける

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ラジオペンチ（8710-1094）

手順



1. イオン源を、イオン源のラジエータの中へ入れます（図　33）。
2. イオン源のつまみねじを取り付け、手で締めます。つまみねじを締めすぎないでください。
3. 86　ページの　アナライザを閉めるにはで示されているように、イオン源のケーブルを接続します。アナライザのサイドプレートを閉じます。

4 MSD を真空排気します。90　ページ

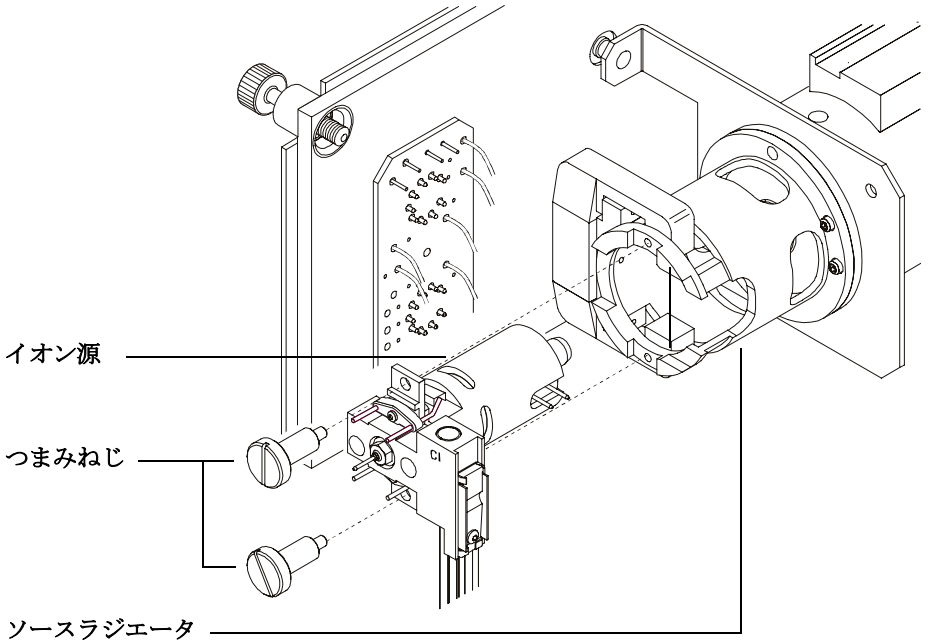


図 33　EI イオン源の取り付け

5 通常のメンテナンス

6
CI メンテナンス

一般情報　132
　イオン源の洗浄　132
　アンモニア　132
CI 動作の MSD の設定　133
　ガイドライン　133
　CI イオン源の取り付け　134
　CI インターフェイスチップシールの取り付け　135

本章では、化学イオン化ハードウェアを装備した 5975 シリーズ MSD に特有なメンテナンスの手順と要件を説明します。

一般情報

イオン源の洗浄

CI では必要とされるイオン源圧力が高いため、EI の時より早く汚れる傾向があります。よってイオン源の洗浄回数が増えることが考えられます。

警告 **危険な溶媒は換気ドラフトの下で使用し、すべてのメンテナンス手順を必ず実行してください。必ず十分に換気された部屋で MSD を操作してください。**

アンモニア

アンモニアを試薬ガスとして使用すると、フォアラインポンプをメンテナンスする必要性が高まります。アンモニアは、フォアラインポンプのオイルの分解を速める原因となります。そのため、フォアラインポンプのオイルを頻繁に確認し、交換する必要があります。

アンモニアの使用後は必ず、メタンで MSD の不純物を除去してください。

タンクを垂直の状態にして、アンモニアを入れるようにしてください。こうすることで、液体アンモニアがフローモジュールに流れ込むのを防げます。

CI 動作の MSD の設定

CI モードでの動作用に MSD をセットアップするには、汚染や空気漏れを防ぐための特別な処置が必要です。

ガイドライン

- EI モードで真空排気する前に、GC/MSD システムが正常に動作していることを確認してください。75 ページの システム性能を検証するには を参照してください。
- 試薬ガス注入ラインに、(アンモニア対応ではない) ガストラップが備え付けられていることを確認してください。
- 超高純度の試薬ガスを使用してください (メタンで 99.999% 以上)。この純度であれば、他の試薬ガスにも使用可能です。

CI イオン源の取り付け

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。
アナライザを開ける**前に**、その他の静電対策を行ってください。

手順

1 MSD を大気開放し、アナライザを開けます。81 ページ。
2 EI イオン源を取り外します。126 ページ。
3 CI イオン源を収納箱から取り外し、イオン源をラジエータに挿入します。
4 つまみねじを再び取り付けます（図 34）。
5 86 ページの アナライザを閉めるにはの説明に従って、配線を接続します。

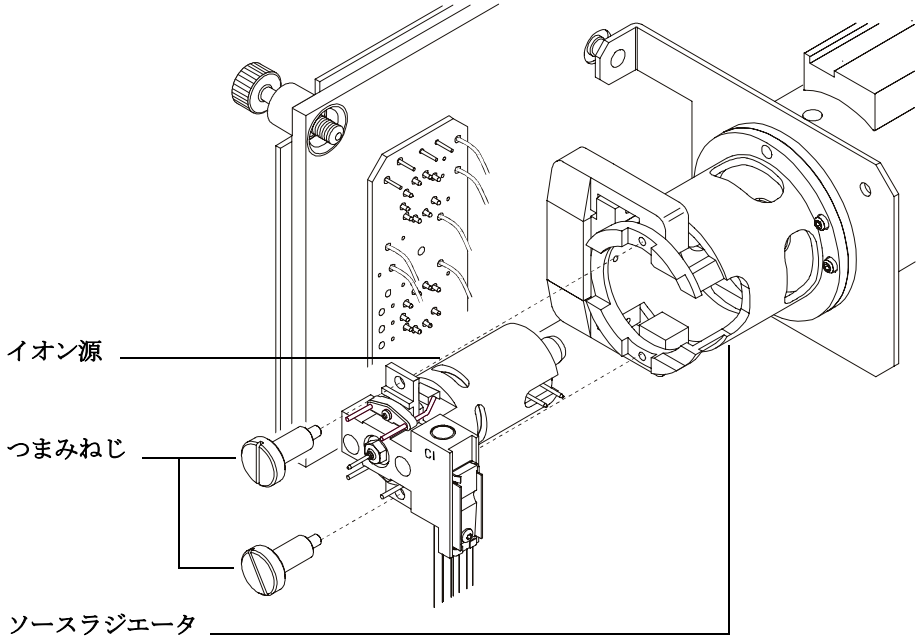


図 34 CI イオン源の取り付け

CI インターフェイスチップシールの取り付け

必要な材料

- インターフェイスチップシール (G1099-60412)

  CI モードで使用するには、インターフェイスチップシールは正しい位置に取り付けることが必要です。CI のための十分なイオン源圧力が実現できます。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。アナライザ部分を開ける**前に**、その他の静電対策を行ってください。

手順



1. イオン源の収納箱からシールを取り外します。
2. CI イオン源が取り付けられていることを確認します。
3. インターフェイスの端にシールを置きます。シールを取り外すには、上記の手順を逆に行ってください。
4. アナライザとインターフェイスの位置を**注意して**確認します。

   アナライザが適切な位置にある場合、インターフェイスチップシールのばね張力以外に抵抗がなく、アナライザを閉じることができます。

注意

これらの部品の位置が適切ではない状態で、無理にアナライザを閉じようとすると、シール、インターフェイス、イオン源が損傷するか、サイドプレートの密封が妨げられます。

---

5. サイドプレートを蝶番のところで揺することで、アナライザとインターフェイスの位置を調整することができます。それでもアナライザが閉じない場合、弊社コールセンターに連絡してください。

A
化学イオン化理論

化学イオン化の概要　138
ポジティブ CI 理論　140
ネガティブ CI 理論　147

化学イオン化の概要

化学イオン化（CI）は、質量スペクトル分析で使用されるイオンを生成する技術です。CI と電子イオン化（EI）との間には大きな違いがあります。ここでは、最も一般的な化学イオン化のメカニズムについて説明します。

EI では、比較的高エネルギーの電子（70 eV）が、サンプルの分子と衝突します。この衝突により 1 次正イオンを生成します。イオン化では、特定の物質の分子が予測可能なパターンで分解します。EI は直接的なイオン化法で、エネルギーの衝突により電子からサンプルの分子に移動します。

CI では、サンプルとキャリアガスのほかに、大量の試薬ガスがイオン化室に取り込まれます。サンプルよりもずっと多量の試薬ガスがあるため、放射された電子の大半は、試薬ガスの分子と衝突し、試薬イオンを生成します。生成された試薬ガスイオンは、平衡状態に達するまで 1 次、2 次の反応の段階で相互に反応しあいます。また試薬ガスイオンはサンプルの分子とさまざまな方法で反応して、サンプル由来のイオンを生成します。PCI イオンの生成のエネルギーはずっと小さく、電子イオン化よりゆるやかで、フラグメンテーションは少なくなります。CI のフラグメンテーションがずっと少ないため、CI のスペクトルには多量の分子イオン情報が示されます。こうしたことから、CI はサンプル化合物の分子量を測定するのによく使用されます。

メタンは最も一般的な CI の試薬ガスです。これは、特徴的なイオン化のパターンをもたらします。他の試薬ガスは、異なったパターンを持ち、サンプルによっては高い感度が得られる場合があります。一般的な他の試薬ガスとしては、イソブタンとアンモニアがあります。二酸化炭素は、ネガティブ CI で使用される場合があります。あまり一般的でない試薬ガスとしては、二酸化炭素、水素、フレオン、トリメチルシラン、一酸化窒素、およびメチルアミンがあります。それぞれの試薬ガスでは、異なるイオン化の反応が起こります。

警告 **アンモニアは毒性および腐食性があります。アンモニアを使用するときは、特別なメンテナンスと安全上の注意が必要です。**

試薬ガスに水が混入したりシステムに残存すると、CI の感度は大きく損なわれます。ポジティブ CI において、*m/z* 19（H_3O^+）のピークが大きい場合、水が混入している、という診断に使用できます。特にキャリブラントのような濃度の濃いものを結合した場合に、水はイオン源に悪影響を与えます。新たに試薬ガスの配管をした場合、あるいは試薬ガスのボンベを交換した場合に水が混入

することがあります。この水の混入は、試薬ガスで配管をパージすることにより改善されます。

化学イオン化の参考資料

Chemical Ionization Mass Spectrometry, 2nd Edition、A. G. Harrison 著、CRC Press, INC., Boca Raton, FL (1992)、ISBN 0-8493-4254-6

"High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry" AW. B. Knighton、L. J. Sears、E. P. Grimsrud 共著、*Mass Spectrometry Reviews* (1996)、**14**、327-343

Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds、E. A. Stemmler、R. A. Hites 共著、VCH Publishers, New York, NY (1988)、ISBN 0-89573-708-6

ポジティブ CI 理論

ポジティブ CI（PCI）は EI と同じ極性の電圧を使用します。PCI の場合、試薬ガスはまずフィラメントから放出される電子が試薬ガスに衝突することで、試薬ガス由来の 1 次イオンが生成し、このイオンが試薬ガス分子とイオン分子反応を起こして、最終的な反応イオンを生成します。この反応イオンが、サンプルの分子（プロトンを提供する）と化学的に反応して、サンプル由来のイオンを生成します。PCI イオンの生成は、電子イオン化よりゆるやかで、フラグメンテーションは少なくなります。この反応は通常、多量の分子イオンを生じるため、サンプルの分子量を測定するのに使用されます。

メタンは最も一般的な試薬ガスです。メタン PCI は、ほとんどのサンプル分子を含むイオンを生成します。イソブタンやアンモニアなどの他の試薬ガスを使うと、イオン化はより選択的となり、フラグメントも少なくなります。イオン化効率が相対的に低いため、高選択性はあることが多いが、特に高感度の検出はできないことが多いです。

イオン源圧力の範囲 0.8 から 2.0 Torr での、正の化学イオン化では、以下のような 4 つの基本的なイオン化プロセスがあります。

- プロトン移動反応
- ヒドリド引き抜き反応
- 付加反応
- 電荷交換

使用される試薬ガスにより、1 つあるいは複数のイオン化プロセスから得られるスペクトルを反応したプロセスの説明に使用します。

ステアリン酸メチルの EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI スペクトルを図 35 に示します。PCI のイオン化の特徴は、フラグメンテーションパターンがシンプルで、$[MH]^+$ のイオンが高く、メタンを試薬ガスに使用した場合、2 種類のイオンが付加されます。

システム中、特に PFDTD キャリブラントの中に、空気または水が存在すると、すぐにイオン源が汚染されます。

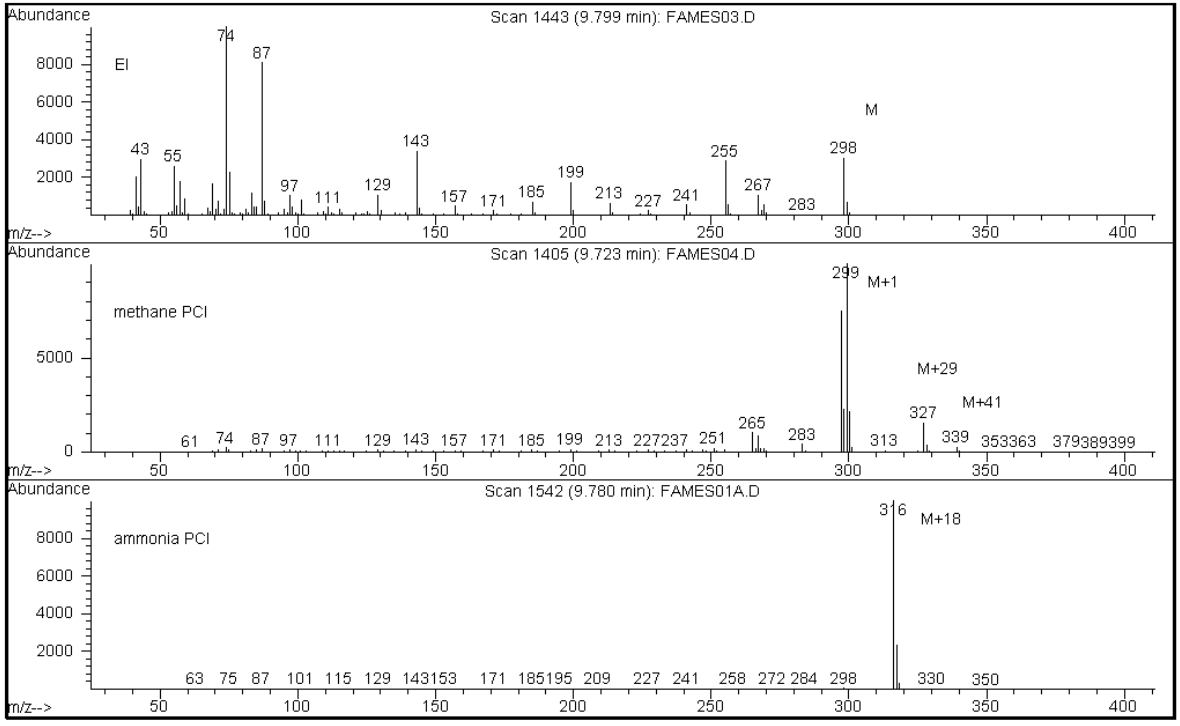


図 35　ステアリン酸メチル (MW = 298):EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI

プロトン移動反応

プロトンの移動は次のように示されます。

$$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$$

ここでは、反応イオン生成の際、プロトンが付加されています。検体（サンプル）M のプロトン親和力が、試薬ガスより大きい場合、プロトン化した試薬ガスは検体にそのプロトンを移動させ、正に帯電した検体イオンを生成します。

最も頻繁に使用される例は、CH_5^+ から検体分子へのプロトン移動で、これによりプロトン化した分子 MH^+ が生成されます。

試薬ガスと検体のプロトン親和力の差が、プロトン移動反応を左右します。検体が試薬ガスよりプロトン親和力が大きい場合、プロトンの移動が起こります。メタン（CH_4）は、そのプロトン親和力が非常に低いため（イオン化能力が高いため）、最も一般的な試薬ガスです。

プロトン親和力は、以下の反応で定義されます。

$$B + H^+ \rightarrow BH^+$$

ここでは、プロトン親和力は kcal/mole で表します。メタンのプロトン親和力は 127 kcal/mole です。表 17 と 18 に、試薬ガスとの有機化合物のプロトン親和力を示します。

プロトン移動反応によってできる質量スペクトルは、いくつかの規則に従っています。プロトン親和力の差が（メタンのように）大きい場合、過剰エネルギーがプロトン化した分子イオンの中に残るため、次々とフラグメンテーションを起こします。これにより、次々と開裂が起こります。このため、プロトン親和力が 195 kcal/mole のイソブタンは、サンプルの種類によってはメタンより優れた結果が得られます。プロトン親和力が 207 kcal/mole のアンモニアが、多くの検体をイオン化するということはありません。プロトン移動反応でのイオン化は、通常「ソフトな」イオン化であると考えられていますが、そのソフトさは検体と試薬ガス両方のプロトン親和力の差に依存します。また、イオン源温度などの他のファクターにも影響されます。

表 17　試薬ガスのプロトン親和力

種類	プロトン親和力 kcal/mole	主な反応イオン
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

表 18　代表的な有機化合物のプロトン親和力

分子	プロトン親和力 (kcal/mole)	分子	プロトン親和力 (kcal/mole)
アセトアルデヒド	185	メチルアミン	211
酢酸	188	塩化メチル	165
アセトン	202	シアン化メチル	186
ベンゼン	178	硫化メチル	185
2-ブタノール	197	メチルシクロプロパン	180
シクロプロパン	179	ニトロエタン	185
ジメチルエーテル	190	ニトロメタン	180
エタン	121	n-プロピルアセテート	207
蟻酸エチル	198	プロピレン	179
蟻酸	175	トルエン	187
臭化水素酸	140	トランス-2-ブテン	180
塩酸	141	トリフルオロ酢酸	167

表 18 代表的な有機化合物のプロトン親和力（続き）

分子	プロトン親和力 (kcal/mole)	分子	プロトン親和力 (kcal/mole)
イソプロピルアルコール	190	キシレン	187
メタノール	182		

ヒドリド引き抜き反応

試薬ガスからイオンを生成するときに、各種の反応イオンが生成され、それらは高いヒドリド（H^-）親和力を持っています。反応イオンのヒドリド親和力が、検体の分子から H^- が引き抜かれることによって生成するイオンのヒドリド親和力より高い場合、熱力学的にこの化学イオン化が起きやすくなります。例として、メタンの化学イオン化におけるアルカン分子からのヒドリド引き抜きなどがあります。メタン CI の場合、CH_5^+ と $C_2H_5^+$ の両方が、ヒドリドを引き抜く能力があります。これらは、大きなヒドリド親和力をもち、一般的な反応としては、長鎖アルカン分子が H^- を失うというものが挙げられます。

$$R^+ + M \rightarrow [M-H]^+ + RH$$

メタンの場合、R^+ は CH_5^+ と $C_2H_5^+$ であり、M は長鎖アルカン分子です。CH_5^+ の場合、この反応は $[M-H]^+ + CH_4 + H_2$ を生成します。ヒドリド引き抜きによるスペクトルは、M-1 の *m/z* にピークを示しますが、これは H^- の引き抜きによる結果です。. この反応は発熱反応ですので、$[M-H]^+$ イオンのフラグメンテーションもよく観察されます。

しばしば、ヒドリド引き抜きとプロトン移動の両方のイオン化の結果が、サンプルのスペクトルに見られます。ひとつの例として、長鎖メチルエステルの CI スペクトルがありますが、ここで炭化水素の鎖からのヒドリド引き抜き、およびエステル要素へのプロトン移動が起こります。例えばステアリン酸メチルのメタン PCI スペクトルの場合、MH^+ のピークの *m/z* 299 は、プロトンの移動によって起こり、$[M-1]^+$ のピークの *m/z* 297 はヒドリド引き抜きによって起こります。

付加反応

多くの検体にとって、プロトンの移動およびヒドリド引き抜きによる化学イオン化反応は必ずしも熱力学的に有利ではありません。そのような場合、試薬ガス反応イオンは、付加反応により検体分子と結合します。結果としてできるイオンは付加イオンと呼ばれます。メタン試薬ガスでは、付加イオンは、$[M+C_2H_5]^+$ と $[M+C_3H_5]^+$ として出現しますが、これは M+29 と M+41 *m/z* の質量スペクトルピークを示します。

付加反応は特にアンモニア CI で重要です。NH_3 は高いプロトン親和力を持っており、ほとんどの有機化合物はアンモニア試薬ガスではプロトン移動反応を起こしません。アンモニア CI では、反応イオンとして、NH_4^+ 、$[NH_4NH_3]^+$ と $[NH_4(NH_3)_2]^+$ を生成します。特に、アンモニアイオン NH_4^+ は、M+18 の *m/z* で見られる、強度の大きい $[M+NH_4]^+$ イオンを生成することがあります。この結果できるイオンが不安定な場合、続いてフラグメンテーションが見られます。目

立たない H_20 または NH_3 の脱離は一般的なことで、18 または 17 *m/z* の減少として観察できます。

電荷交換

電荷交換によるイオン化は次のような反応によって説明できます。

$$X^{+\bullet} + M \longrightarrow M^{+\bullet} + X$$

ここで、X^+ は一般に試薬ガスの分子イオンであり、M は対象となる検体です。電荷交換によるイオン化のために使われる試薬ガスの例としては、不活性ガス（ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、およびラドン）、窒素、一酸化炭素、水素、および検体と化学的に反応しない他のガスがあります。これらの試薬ガスはそれぞれ、イオン化されると、次のように表現されるエネルギーの再結合を行います。

$$X^{+\bullet} + e^{-} \longrightarrow X$$

これは、簡単にいう電子とイオン化した試薬の再結合であり、中性のものを生成するということです。このエネルギーが、検体から電子を取り去るために必要なエネルギーより大きい場合、上記の最初の反応は発熱性であり熱力学的に促進されます。

電荷交換による化学イオン化は、一般的な分析用途に広く使われることはありません。しかしながら、他の化学イオン化プロセスが熱力学的に有利ではない場合に使われることがあります。

ネガティブ CI 理論

ネガティブの化学イオン化（NCI）は、アナライザの電圧極性を反対にして、負イオンを検出します。NCI にはいくつかのイオン化のメカニズムがあります。すべての NCI に関係するメカニズムが感度を飛躍的に向上させるわけではありません。4 つの最も一般的なメカニズム（反応）は以下のものです。

- 電子捕獲
- 解離性電子捕獲
- イオン対生成
- イオン一分子反応

イオン一分子反応を除くすべての場合に、試薬ガスは PCI のときとは異なった役割を示します。NCI の場合、試薬ガスはバッファーガスと呼ばれます。試薬ガスがフィラメントからの高エネルギー電子と衝突する場合、次の反応がおこります。

$$\text{試薬ガス} + e^{-}_{(230eV)} \longrightarrow \text{試薬イオン} + e^{-}_{(熱電子)}$$

試薬ガスがメタン（図　36）の場合、反応は以下のようになります。

$$CH_4 + e^{-}_{(230eV)} \longrightarrow CH_4 + 2e^{-}_{(熱電子)}$$

熱電子は、フィラメントからの電子よりエネルギーレベルが低くなっています。これが、サンプルの分子と反応する熱電子です。

負の試薬ガス由来の反応イオンは生成されません。これにより、PCI モードで見られような、NCI の検出限度を低下させる原因となるバックグラウンドを防ぎます。NCI での生成物は、MSD が負イオンモードで動作している場合でのみ検出されます。この動作モードは、すべてのアナライザの電圧の極性を反対にします。

二酸化炭素は、NCI におけるバッファーガスとして良く使用されます。これは、明らかに、他のガスよりもコスト、手に入れやすさ、そして安全性で利点があります。

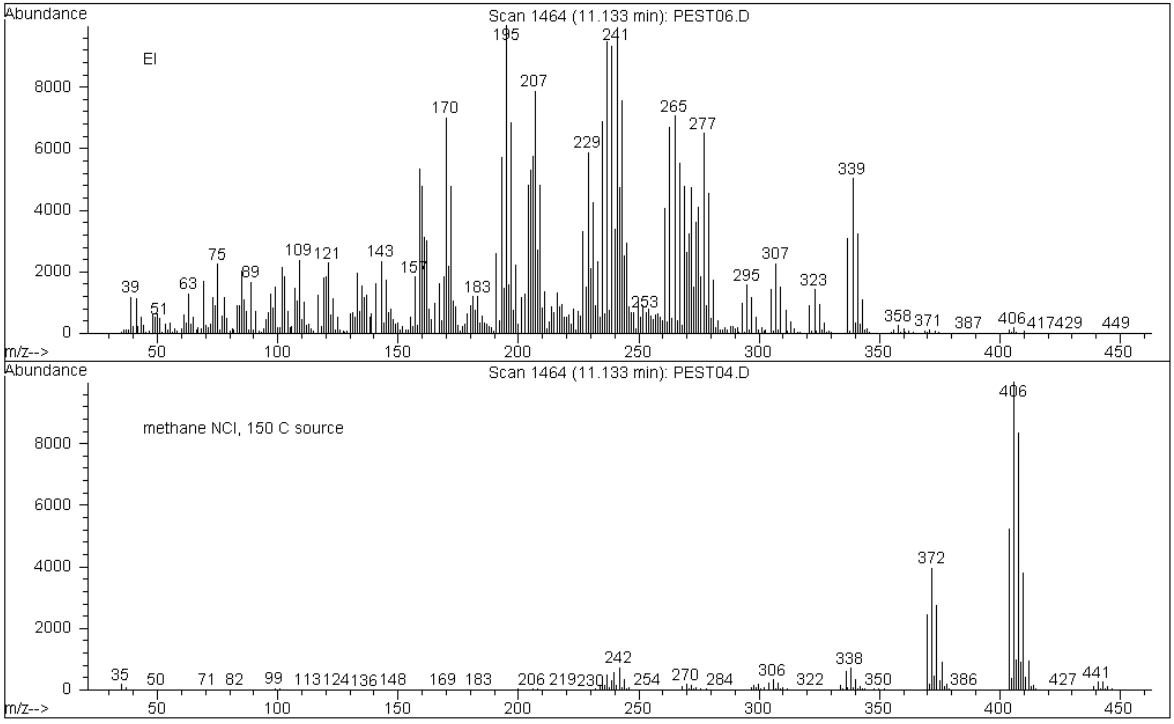


図 36 エンドスルファン (MW = 404):EI とメタン NCI

電子捕獲

電子捕獲は NCI における主要なメカニズムです。電子捕獲（非解離共鳴電子捕獲とも言われます）は、NCI の特徴である高感度をもたらします。理想的な条件下でのサンプルでは、電子捕獲はポジティブイオン化より、10 から 1000 倍の高感度が得られます。

PCI で起こる全ての反応は、同様に、NCI でも起こります。これは通常汚染物質により起こり、イオン源のレンズ電圧が逆転しているので、生成した正のイオンはイオン源に滞ります。それらのイオンは、電子捕獲反応を打ち消してしまいます。

電子捕獲反応は次のように説明されます。

$$MX + e^{-}_{(熱電子)} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

ここで MX はサンプルの分子であり、ここでの電子は、高エネルギー電子と試薬ガスの間の相互作用によりした低速の熱電子です。

場合によっては $MX^{-\bullet}$ ラジカルアニオンは安定しません。この場合、逆の反応が起こることがあります。

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

自動脱離と呼ばれる逆の反応が起こることがあります。こうした逆の反応は、一般的に急速に起こります。よって、衝突などの反応の中で不安定なアニオンを安定させる時間はほとんどありません。

電子捕獲は、ヘテロ原子を持つ分子にとっては、もっとも適しています。例としては、窒素、酸素、リン、硫黄、ケイ素、そして特にフッ素、塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲンです。

酸素、水、またはほとんどすべての汚染物質の存在が、この電子捕獲反応を妨げます。汚染物質は、より遅いイオン－分子反応により、負イオンを生成します。これは通常、感度を悪くすることになります。すべての可能性のある汚染物質、特に酸素（空気）および水分は最小にする必要があります。

解離型電子捕獲（Dissociative electron capture）

解離型電子捕獲は、解離共鳴捕獲（Dissociative resonance capture）としても知られています。これは電子捕獲に類似したプロセスです。違いは、反応の間にサンプル分子がフラグメンテーションを起こすことです。結果として一般的に、アニオンと中性のラジカルが生じます。解離型電子捕獲は次の反応式で表されます。

$$MX + e^-_{(熱電子)} \rightarrow M^{\bullet} + X^-$$

この反応では、電子捕獲のような感度を得ることはできず、その場合生成する質量スペクトルは、一般的に絶対的なアバンダンスの少ないものとなります。

電子捕獲の場合のようには、解離型電子捕獲による生成物は常に安定しているというわけではありません。逆の反応が起こることがあります。この逆反応は、結合解離反応（associative detachment reaction）とも呼ばれます。逆反応の式は次のようになります。

$$M^{\bullet} + X^{\cdot} \rightarrow MX + e^-$$

イオン対生成

イオン対生成は、解離型電子捕獲に表面的には似ています。イオン対生成反応は次の式によって表現されます。

$$MX + e^-_{(熱電子)} \rightarrow M^+ + X^- + e^-$$

解離型電子捕獲の場合のように、サンプル分子は分裂します。しかしながら、解離型電子捕獲とはちがって、電子はこの分裂により捕獲されません。かわりに、サンプルの分子は分裂して、電子は不規則に分配され、正と負のイオンが生成されます。

イオン一分子反応

イオン一分子反応が起こり、酸素、水、および他の汚染物質由来のイオンが CI イオン源の中に現れます。イオン一分子反応は、電子捕獲反応よりも 2 ～ 4 桁反応が遅くく、電子捕獲反応による場合のような高感度をもたらすことはありません。イオン一分子反応は次のような一般式で表されます。

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

ここで、X^- は、通常ハロゲン化物イオンまたは水酸化物イオンなどで、これはフィラメントからの電子による汚染物質のイオン化により作りだされます。イオン一分子反応は、電子捕獲反応と競合します。イオン一分子反応が多く起こると、電子捕獲反応は少なくなります。

A 化学イオン化理論



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA,2009 年 6 月

G3170-96030