

Agilent 5975
シリーズ MSD

操作マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2010

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G3170-96036

エディション

第 3 版、2010 年 2 月

G3170-96030 から改訂

Printed in USA

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

保証

本文書に含まれる資料は、「そのままで」提供され、将来の改訂版で予告なしに変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。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、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対 する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用 されます。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデー タの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

本マニュアルについて

Agilent 5975 /
GC/MSD

1 “ はじめに ”

1
5975 MSD

2 “GC カラムの取り付け ”

2 MSD GC
GC/MSD MSD

3 “ 電子イオン化（EI）モードの操作 ”

3
CI

4 “ 化学イオン化（CI）モードで操作する ”

4 CI

5 “ 通常のメンテナンス ”

5 EI CI

6 “CI メンテナンス ”

6 CI MSD

A “ 化学イオン化の理論 ”

A

オンラインユーザー情報

これで Agilent 機器のマニュアルが揃い、すぐ使用できます。



機器に付属する機器ユーティリティ DVD から、Agilent **7890A GC**、**7820A GC**、**6890N GC**、**6850 GC**、**5975 シリーズ MSD**、および **7683B ALS** の幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、書籍を利用することができます。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- サイトの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詳細

目次

実習 1　はじめに

5975 シリーズ MSD　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 に関する注意事項　19

安全および規制に関する認証　24

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

実習 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　32

キャピラリカラムの取り付け準備をする　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　39

キャピラリカラムをコンディショニングする　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　42

Agilent 7890A および 7820A、ならびに 6890 GC　42

6850 GC　44

実習 3　電子イオン化（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

操作モード　49

LCP ステータスメッセージ　51

ChemStation Loading <timestamp>　51

Executing <type>tune　51

Instrument Available <timestamp>　51

Loading Method <method name>　51

Loading MSD Firmware　51

Loading OS　52

<method> Complete <timestamp>　52

Method Loaded <method name>　52

MS locked by <computer name>　52

Press Sideplate　52

Run: <method> Acquiring <datafile>　52

スタートアップ時にシステムステータスを確認する　52

LCP メニュー　53

EI GC/MSD インターフェイス　56

MSD のスイッチを入れる前に　58

真空排気する　59

温度を制御する　59

カラム流量を制御する　60

MSD を大気開放する　61

MSD アナライザの温度および真空の状態を表示する　62

MSD の温度および真空状態のモニタを設定する　64

MSD アナライザの温度を設定する　65

ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定する 67
高真空圧をモニタする 69
カラム線速度を測定する 71
カラム流量を確認する 72
MSD をチューニングする 73
システム性能を検証する 74
高質量テスト（5975 シリーズ MSD） 75
MSD カバーを取り外す 78
MSD を大気開放する 80
アナライザを開ける 82
アナライザを閉める 85
MSD を真空排気する 89
MSD を移設または保管する 91
GC からインターフェイスの温度を設定する 93

実習 4　化学イオン化（CI）モードで操作する

一般的なガイドライン 96
CI GC/MSD インターフェイス 97
CI MSD を操作する 99
EI イオン源から CI イオン源に切り換える 100
CI MSD を真空排気する 101
CI モード操作で使用するソフトウェアを設定する 102
試薬ガス流量制御モジュールを動作させる 104
メタン試薬ガス流量を設定する 107
他の試薬ガスを使用する 109

EI イオン源から CI イオン源に切り換える 113
CI オートチューニング 114
PCIオートチューニングを実行する(メタン試薬ガスのみ) 116
NCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガス） 118
PCI 性能を検証する 120
NCI 性能を検証する 121
高真空圧をモニタする 122

実習 5 通常のメンテナンス

始める前に 126
真空システムをメンテナンスする 131

実習 6 CI メンテナンス

一般情報 138
CI モード操作用に MSD を設定する 139

実習 A 化学イオン化の理論

化学イオン化の概要 144
ポジティブ CI の理論 146
ネガティブ CI の理論 153

実習 1
はじめに

5975 シリーズ MSD 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ります 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
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

Agilent Technologies 5975 MSD

5975 シリーズ MSD

5975 MSD 2

MSD 1

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
5975C TAD VL MSD	G3170A	ディフュージョンポンプ MSD	電子イオン化（EI）
5975C TAD inert MSD	G3171A	標準ターボ MSD	電子イオン化（EI）
5975C TAD inert XL MSD	G3172A	拡張ターボ MSD	電子イオン化（EI）
5975C TAD inert XL MSD	G3174A	CI 高質量動作ターボポンプ	電子イオン化（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）
7820 MSD VL	G3175A	ディフュージョンポンプ MSD	電子イオン化（EI）
7820 MSD	G3176A	標準ターボ MSD	電子イオン化（EI）

使用する略語

2

表 2 省略形

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	Electronic pneumatic control（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	High Energy Dynode（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）
LTM	低熱質量
m/z	質量電荷比
MFC	マスフローコントローラ

表 2 省略形 （続き）

略語	定義
MSD	質量選択検出器
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）
二次項	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（0.133322 kPa）
Turbo	ターボモレキュラー（ポンプ）

5975 シリーズ MSD

5975 MSD GC Agilent
3 MSD

- MSD LCP
- 3
-
-
-
- High Energy Dynode HED EM
- GC/MSD
- EI/PCI/NCI

外観説明

5975 MSD 42 cm
26 cm 65 cm 25 kg
26 kg 29 kg
11 kg

/
GC

ローカルコントロールパネル

MSD
MSD

Micro イオンゲージコントローラ

5975 MSD Micro MSD
ChemStation Micro

CI

表 3 5975 シリーズ MSD モデルとその機構

機構	モデル			
	G3170A G3175A	**G3171A G3176A**	**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/min	1	1	1 ～ 2	1 ～ 2
推奨最大ガス流量 mL/min*	1.5	2.0	4.0	4
最大ガス流量、mL/min†	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	No	No	No	Yes
DIP‡ 機能（サードパーティ製）	Yes	Yes	Yes	Yes

* 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が予測されます。

‡ 直接導入プローブ。

CI MSD ハードウェアの説明

1 5975 GC/MSD

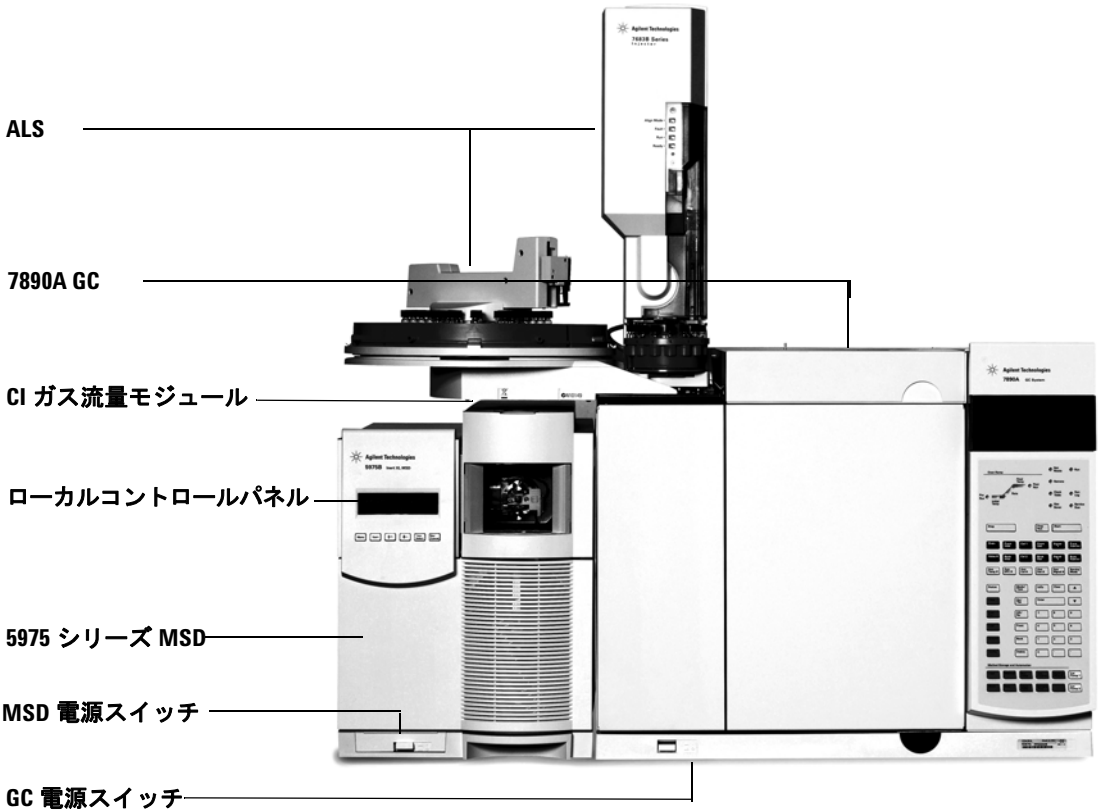


図 1 5975 シリーズ GC/MSD システム

CI 5975 MSD
CI

CI MSD G3174A MSD
G3172A MSD

5975 CI 5975 MSD

- EI/CI GC/MSD
- CI
-
- PCI NCI HED

/

Micro G3397A CI MSD EI

MSD CI CI

CI

CI EI 1
1 2 PCI NCI
2

重要な安全上の警告

MSD

MSD 内部で高電圧がかかる部品

MSD

- MSD AC AC AC

-
-
-

警告 これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されています。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、電源コードの交換をお願いします。不明な点は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

PC PC

MSD

非常に高温となる部品

GC/MSD

-
-
-
-
-
-

MSD

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ります

MSD

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する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。

GC

- 4% 74.2%
-
-
-
-

GC に関する注意事項

GC MSD

GC/MSD 操作に特有な危険性

GC

GC/MSD

-
-
- GC GC GC

- MSD

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。**

4

MSD

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。キャリアガスの流入が 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。その流量が、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、質量分析計内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

GC/MSD

機器に関する注意

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

設置場所での一般的な注意事項

-
-
-
-

操作上の注意事項

- GC MSD
- MSD
- MSD (
)
-
- GC/MSD

1
2 GC
3 MSD 1
4
5 MSD
6 10
7 GC MSD

EHS

安全および規制に関する認証

5975 MSD

- 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

5975MSD EMC RFI

- CISPR 11/EN 55011: 1 A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

ISM ICES-001 Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB–001 du Canada.

5975 MSD ISO 9001

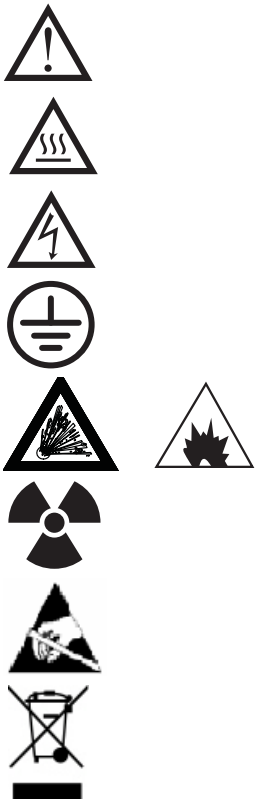
情報

Agilent Technologies 5975 MSD IEC
1 II 2

MSD

警告ラベル

Agilent Technologies



電磁環境両立性（EMC）

CISPR 11

-
-

1

1

2

3

4 EMC

5

6 Agilent Technologies

7 Agilent Technologies

放射音圧レベル

音圧

Lp <70 dB 1991 EN 27779

Schalldruckpegel

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

製品のクリーニング / リサイクル

液体の流入

MSD

MSD の移設と保管

MSD MSD
MSD
MSD
MSD

1 はじめに

実習 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 32
キャピラリカラムの取り付け準備をする 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 39
キャピラリカラムをコンディショニングする 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 42

GC/MSD GC

MSD

カラム

MSD GC

MSD

“ ”

5

表 5 ガス流量

機構	G3170A G3175A	G3171A G3176A	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/min*	1	1	1 ～ 2	1 ～ 2
推奨最大ガス流量、mL/min	1.5	2	4	4
最大ガス流量、mL/min†	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が予測されます。

カラムのコンディショニング



GC/MSD

MSD

MSD

GC/MSD

フェラルのコンディショニング

ヒント

- 5975 MSD MSD
  MSD

-
- 99.9995%
-
  2 3
- GC/MSD

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。“ 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めがね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

6850 GC MSD

1 12 GC
19091S-433E GC

2

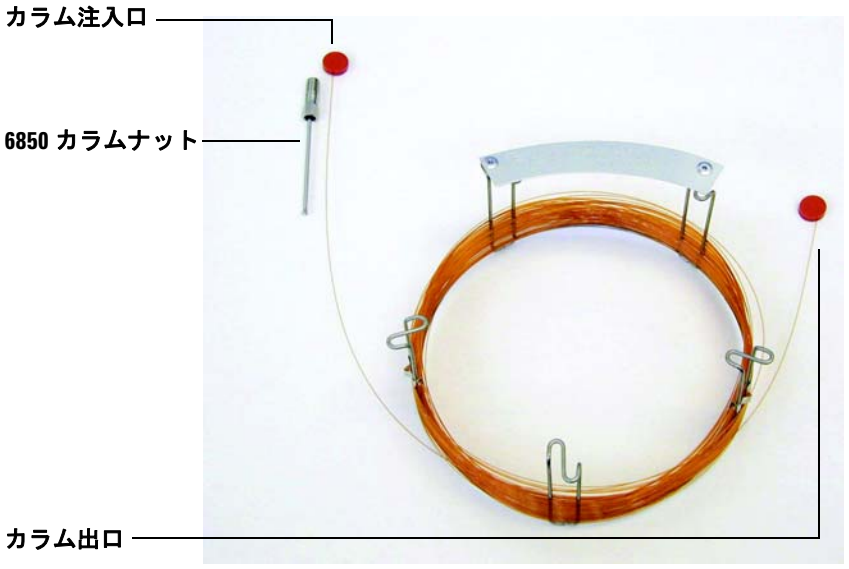


図 2 カラム

2 2 3

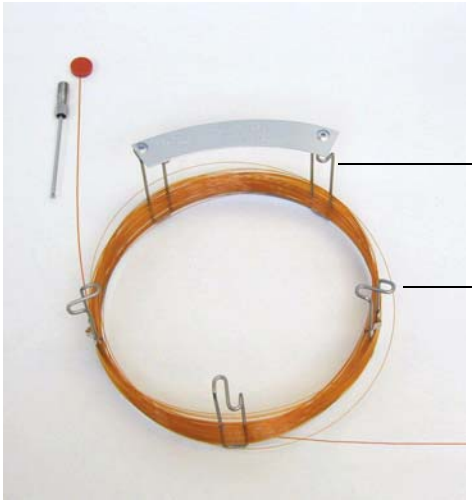


図 3 両端のループ出口側を 2 周分伸ばした状態のカラム

3 3 G2630-20890

- 1 1
- 3 2

GC MSD

4

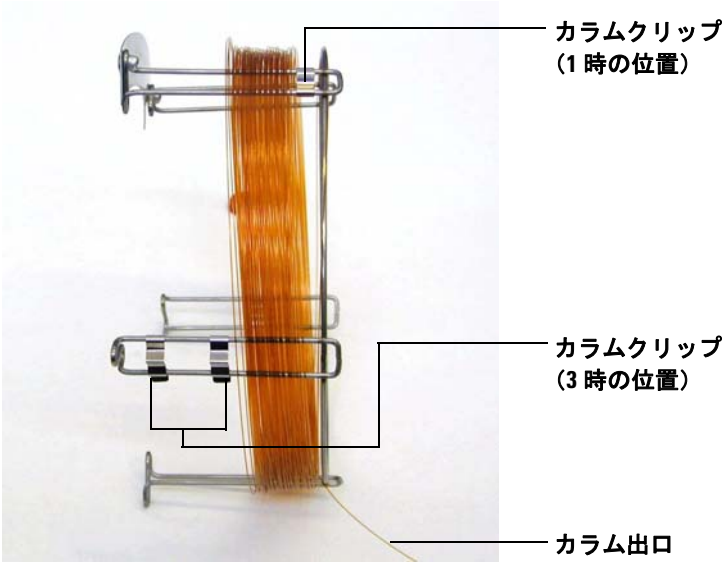


図 4 クリップを取り付けた状態のカラム

4 1

5

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。

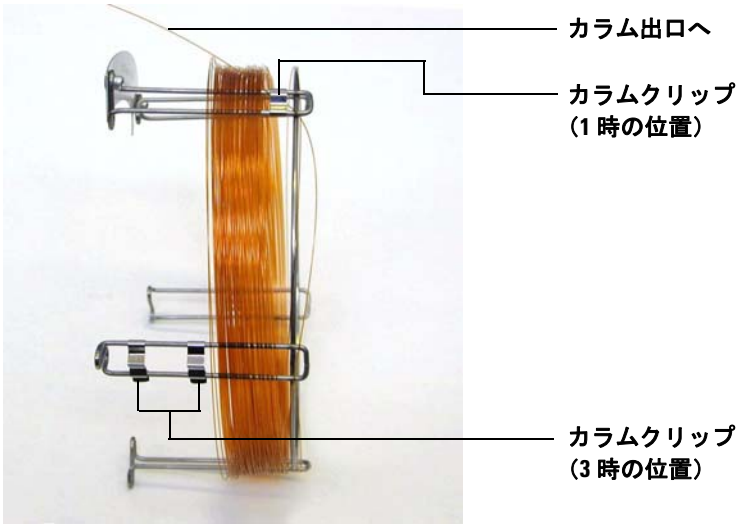


図 5　1 時の位置から通したカラム

5　3

2

6

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。

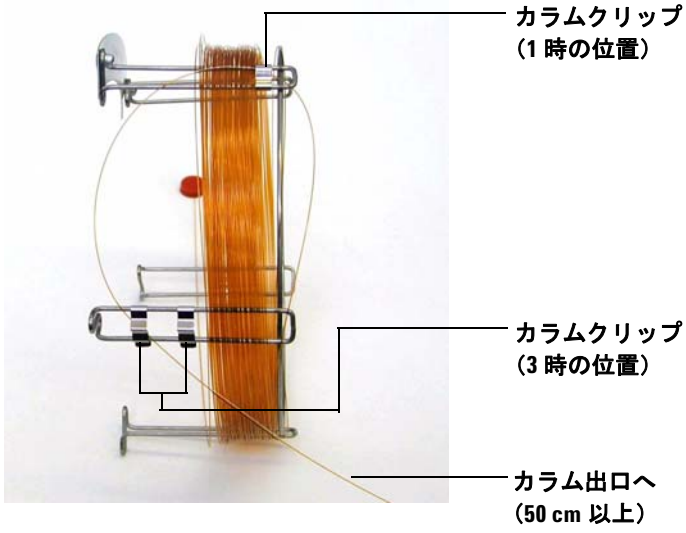


図 6　3 時の位置から通したカラム

3　50 cm

6

キャピラリカラムの取り付け準備をする

準備するもの

-
- 5181-8836 5183-4620
-
  - 0.27-mm id 0.10-mm id 5062-3518
  - 0.37-mm id 0.20-mm id 5062-3516
  - 0.40-mm id 0.25-mm id 5181-3323
  - 0.5-mm id 0.32-mm id 5062-3514
  - 0.8-mm id 0.53-mm id 5062-3512
-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
- 7890A 7820A 6890 5181-8830 6850 5183-4732
-
-

手順

1

(7)

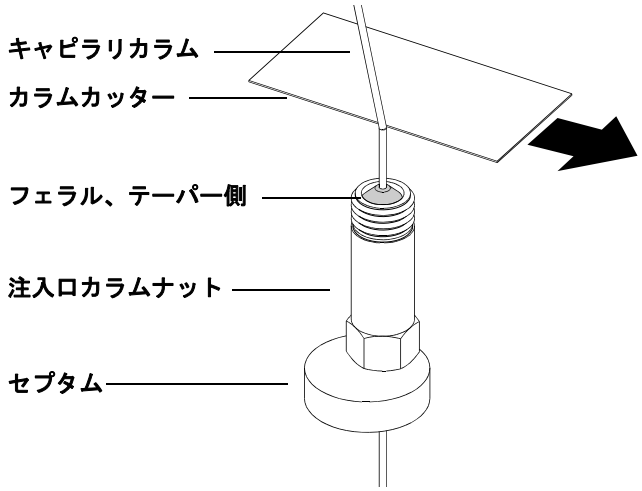


図 7 キャピラリカラムの取り付け準備

2 2 cm

3

4 2
3

5

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

準備するもの

-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
-
- 1/4- 5/16- 8710-0510

手順

1 37

2 4 6 mm 8

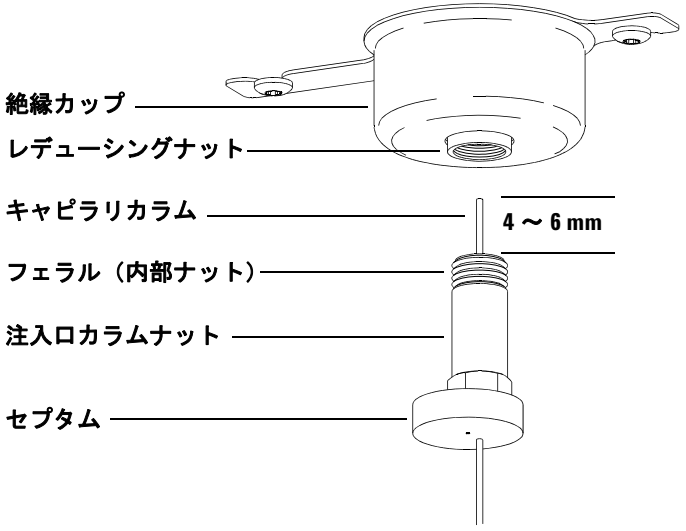


図 8 スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

3
4
5
6
7 1/4 1/2

8
9

キャピラリカラムをコンディショニングする

準備するもの

- 99.9995%
- 1/4- 5/16- 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 GC 39

2 GC 5

3 5 /min 10

4 80 5 µL GC 5
3
GC/MSD

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、カラム温度の最高使用温度を超えてはなりません。

5

6 GC

参照項目

Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis
5988-9944EN

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

Agilent 7890A および 7820A、ならびに 6890 GC

準備するもの

- 5181-8836 5183-4620
-
  - 0.3-mm id 0.10-mm id 5062-3507
  - 0.4-mm id 0.20-mm id 0.25-mm id 5062-3508
  - 0.5-mm id 0.32-mm id 5062-3506
  - 0.8-mm id 0.53-mm id 5062-3512
-
-
-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
- 05988-20066
-
- 1/4- 5/16- 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 41

2 MSD 80 82 GC/MSD



3 CI MSD

4 GC

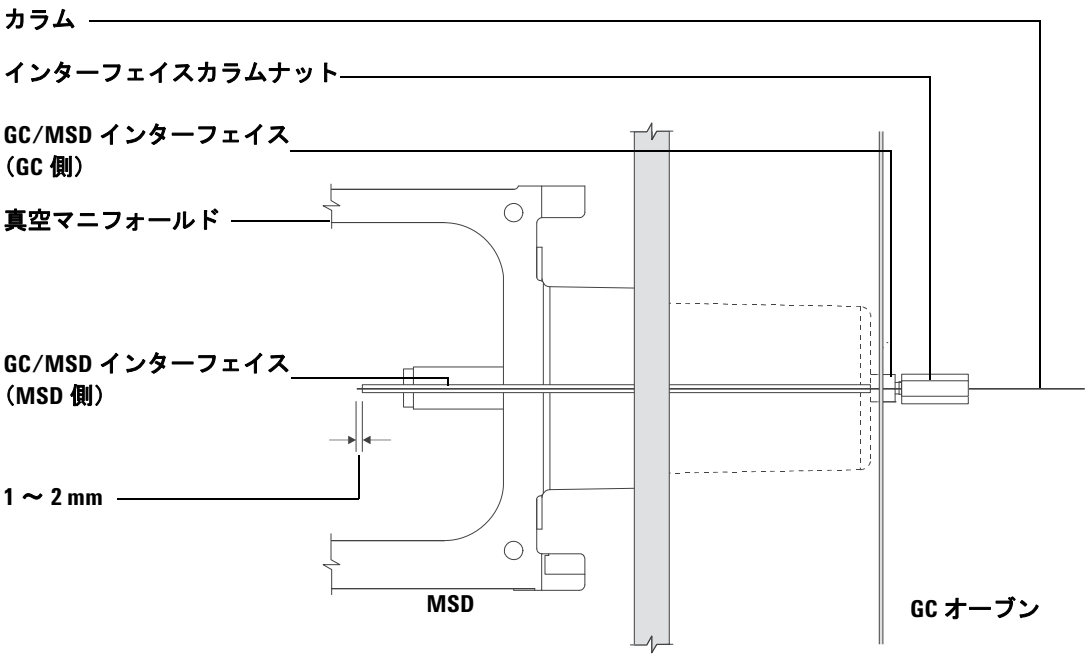


図 9 GC/MSD インターフェイスへのキャピラリカラムの取り付け

5 GC/MSD 9

6 1 cm 32

7

8 1 2 mm

9



10 GC

11 1/4 1/2 1 2

6850 GC

1 GC 3

2 05988-20066
5062-3508 GC

3 5 cm GC/MSD

4 3 22
28 cm 10

5

6 GC /

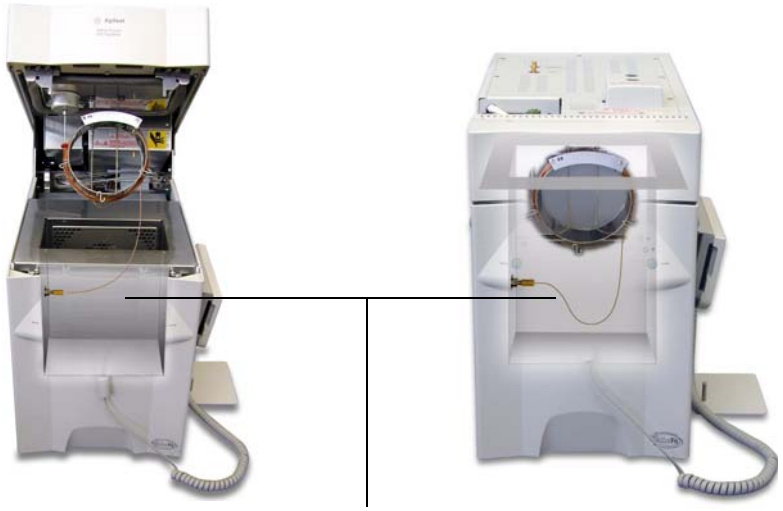


図 10 オーブンドアが開いている状態と閉じている状態

7 3 5 cm

8 3 5 cm

9

10 GC/MSD 1 2mm

11

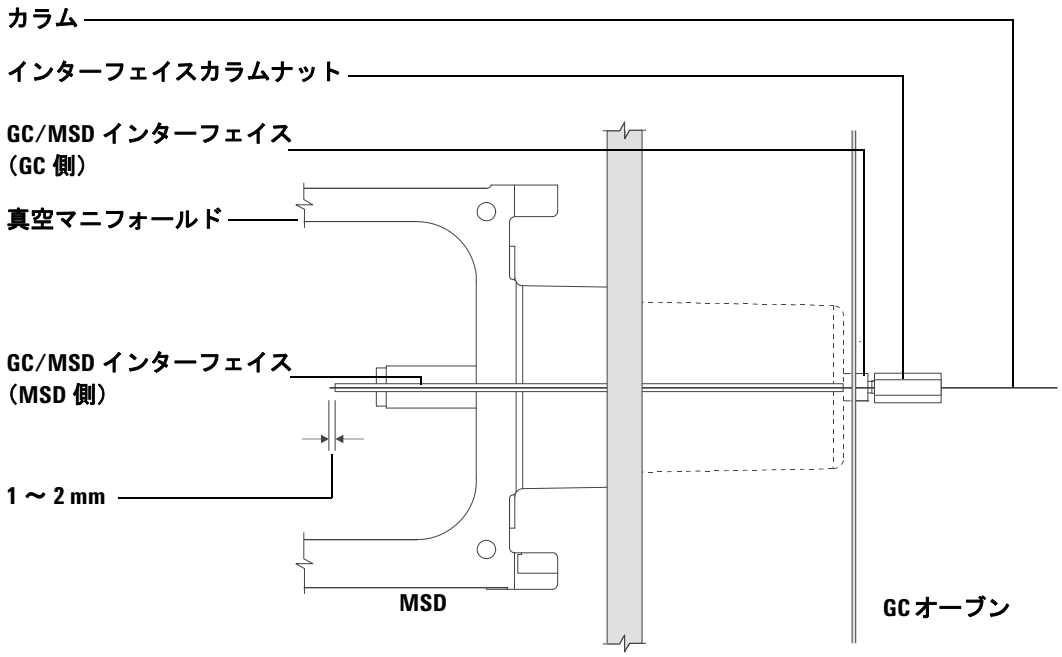


図 11 MSD - GC カラムの接続

11 6

12 1/4 1/4
1/2

1 2

13 GC

14 25 °C

15

16 MSD MSD

MSD

60

17 MSD

実習 3
電子イオン化（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 56
MSD のスイッチを入れる前に 58
真空排気する 59
温度を制御する 59
カラム流量を制御する 60
MSD を大気開放する 61
MSD アナライザの温度および真空の状態を表示する 62
MSD の温度および真空状態のモニタを設定する 64
MSD アナライザの温度を設定する 65
ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定する 67
高真空圧をモニタする 69
カラム線速度を測定する 71
カラム流量を確認する 72
MSD をチューニングする 73
システム性能を検証する 74
高質量テスト（5975 シリーズ MSD） 75
MSD カバーを取り外す 78
MSD を大気開放する 80
アナライザを開ける 82
アナライザを閉める 85
MSD を真空排気する 89
MSD を移設または保管する 91
GC からインターフェイスの温度を設定する 93

MSD

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

MSD ChemStation

LCP から MSD を操作する

LCP　MSD　Agilent GC/MSD ChemStation　MSD

GC/MSD ChemStation　LAN　GC/MSD ChemStation

LCP　LAN　GC/MSD ChemStation　MSD　GC/MSD ChemStation

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　2

MSD

[**メニュー**]　[**いいえ / キャンセル**]

GC/MSD

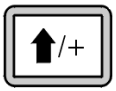
:



必要なメニューが表示されるまで [**メニュー**] を押します。



必要なメニュー項目が表示されるまで [**項目**] を押します。



表示された値を増加させたり、上にスクロールするには（メッセージリストの場合など）[**上へ**] を使用します。



表示された値を減少させたり、下にスクロールするには（メッセージリストの場合など）[**下へ**] を使用します。



現在の値を受け入れるには [**はい / 選択**] を使用します。



[**いいえ / キャンセル**] を使用して、ステータスモードに戻ります。

[**メニュー**]　　[**いいえ / キャンセル**]

[**いいえ / キャンセル**]　2

LCP ステータスメッセージ

LCP　　MSD　　LCP

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

Executing <type>tune

= QuickTune　　Autotune

Instrument Available <timestamp>

Agilent MSD Productivity ChemStation

Loading Method <method name>

MSD

Loading MSD Firmware

MSD

MSD　　LCP

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

MSD　Agilent Bootp Service　　IP
GC/MSD ChemStation

Loading OS

<method> Complete <timestamp>

Method Loaded <method name>

MSD

MS locked by <computer name>

MS GC/MSD ChemStation

Press Sideplate

MSD

Run: <method> Acquiring <datafile>

スタートアップ時にシステムステータスを確認する

1 LCP

- **Press sideplate**
- **Loading OS**
- **Press sideplate**
- **Loading MSD Firmware**

2 **MSD Ready** MSD

LCP メニュー

[メニュー]
[項目]　　6　　11

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、機器がデータを取り込み中は無効です。

表 6　ChemStation メニュー

対策	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

対策	説明
ベントの準備	[**はい** / **選択**] を押すと、GC がシャットダウンし、さらに機器のベントを準備します。
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（MS Parameters）メニュー

対策	説明
高真空圧	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。
ターボポンプ速度（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、℃	イオン源温度を表示して設定します。
マスフィルタ温度、℃	マスフィルタ温度を表示して設定します。
CI 試薬（CI Reagent）	CI 試薬ガスと流量速度を表示します（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 ネットワークメニュー

対策	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。

表 9　ネットワークメニュー（続き）

対策	説明
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 メニュー

対策	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。
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　コントローラメニュー

対策	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？	2 行ディスプレイ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 12 MSD
O-

GC/MSD GC

1 2 mm

GC/MSD
GC Thermal Aux #2 6850
GC Aux 7820A GC

MSD ChemStation

GC/MSD 250 350
GC

EI GC/MSD EI CI GC/MSD

関連項目

“GC/MSD ”.

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。**

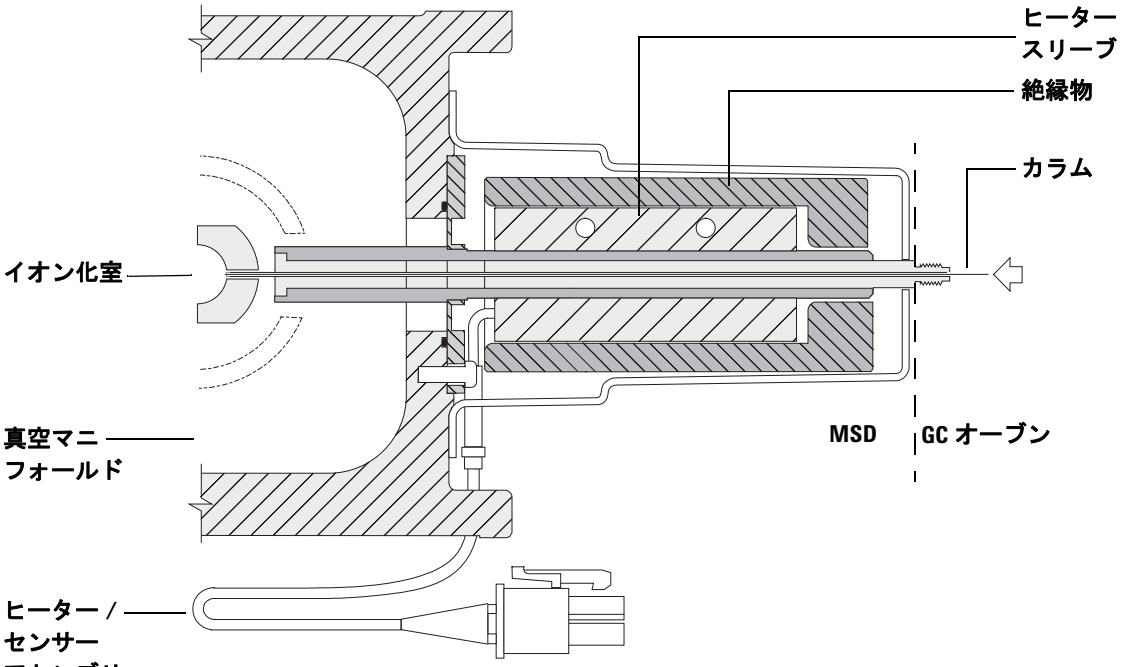


図 12　EI GC/MSD インターフェイス

MSD のスイッチを入れる前に



MSD

-
-
  (
)
- MSD
- GC/MSD GC
- GC GC/MSD
- GC GC/MSD GC
- 99.9995% GC
-
-

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。“ 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。

真空排気する

MSD

MSD

GC/MSD
MSD

MS

- MSD
- MSD
- G3397A Micro MSD

LCP

温度を制御する

MSD MSD

GC/MSD GC Thermal Aux #2
6850 GC Aux
7820 GC

GC/MSD GC

カラム流量を制御する

GC GC
EPC [コン
スタントフロー]

MSD
MSD
71

MSD を大気開放する

GC　　MSD
　　MSD

MSD
　　MDS
　　50%

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。" 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すようにして下さい。

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。"5975 シリーズ MSD モデルとその機構 " を参照してください。

MSD アナライザの温度および真空の状態を表示する

ChemStation G1701EA GC/MSD

手順

1 [ ] [ ] **[チューニングパラメータ編集]**
13

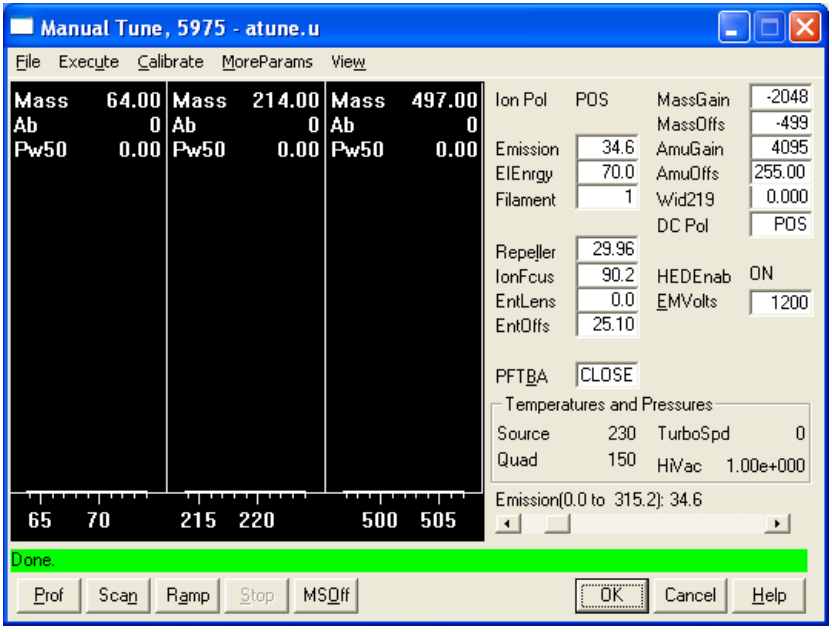


図 13 チューニングパラメータ

2 **[MS チューニングファイル読み込み]**

3 **[ゾーン]**

300 mTorr

80%

80% MSD

100 mTorr

100%

MSD

MSD

MSD の温度および真空状態のモニタを設定する

1 1

手順

1 [ ] [MS モニタ]

2 [MS モニタ編集] [タイプ] [ゾーン]

3 [パラメータ] [MS イオン源] [追加]

4 [パラメータ] [MS 四重極温度] [追加]

5 [パラメータ] [フォアライン] [ターボ速度] [追加]

6 [追加]

7 [OK] [ ]

8 14

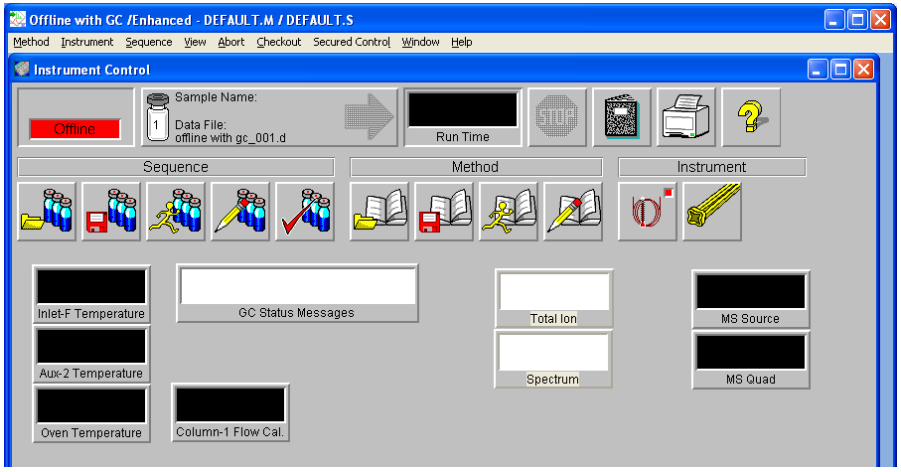


図 14 モニタの配置

9 [ ] [保存]

MSD アナライザの温度を設定する

MSD　　*.u

手順

1 [　　]　　[　　]　　**[チューニングパラメータ編集]**

2 **[その他のパラメータ]**　　**[温度]**　　15

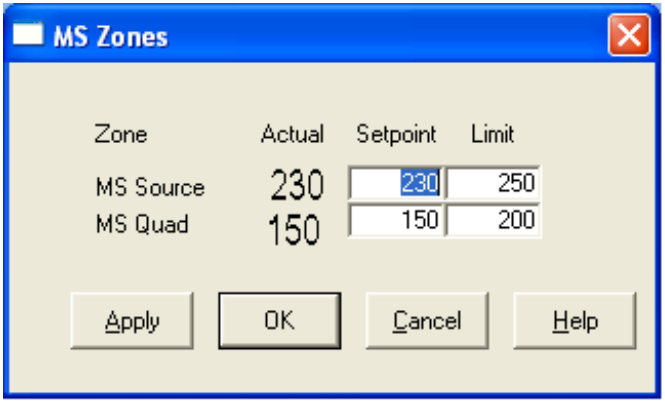


図 15　温度の設定

3

12

GC/MSD

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

- **[適用]** MSD
- **[OK]**
  MSD **[適用]**)
- **[キャンセル]**
  MSD

5 [**MS チューニングファイル保存**] [**OK**]
[**OK**]

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

“LCP　　MSD
”

手順

1　[表示]>[機器コントロール]

2　[機器]>[GC 編集パラメータ]

3　[Aux]　　16

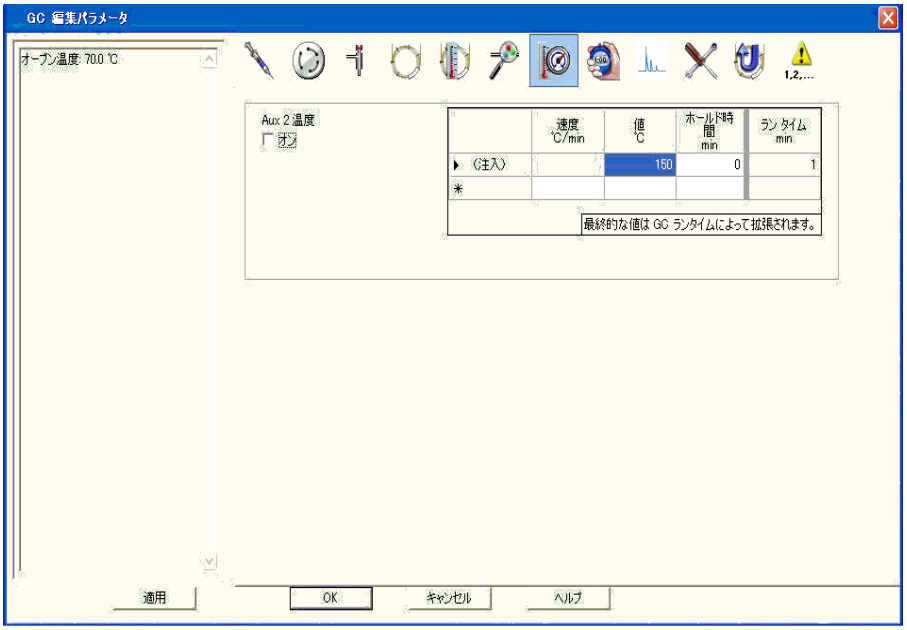


図 16　インターフェイス温度の設定

4　　[温度値]

280　　0　　350

注意 カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

5 [**適用**] [**OK**]

6 [ ] [**保存**]

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

G3397A Micro

準備するもの

- Micro　　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。“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　　89

2 [　　]　　[　　]　　**[真空ゲージのオン / オフ]**

3 [　　]　　MS
LCP　　[　　]

EI
13
30%

表 13 Micro イオン真空ゲージ値

カラム流量（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			

MSD ChemStation

カラム線速度を測定する

MSD

手順

1　　SIM　　*m/z* 28

2　GC　　**[プレラン (Prep Run)]**

3　1 µL　　GC　　**[スタート (Start Run)]**

4　*m/z* 28

5

$$\text{cm/s} = \frac{100\ L}{t}$$

:

L =

t =

25 m　　1 m

4%

6　　MSD ChemStation　　72

[変更 (Change)]

7

$$\text{mL/min} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

:

D =

L =

t =

カラム流量を確認する

手順

1 [ ] [機器]>[GC 編集パラメータ] を選択します。

2 [カラム] 17

3

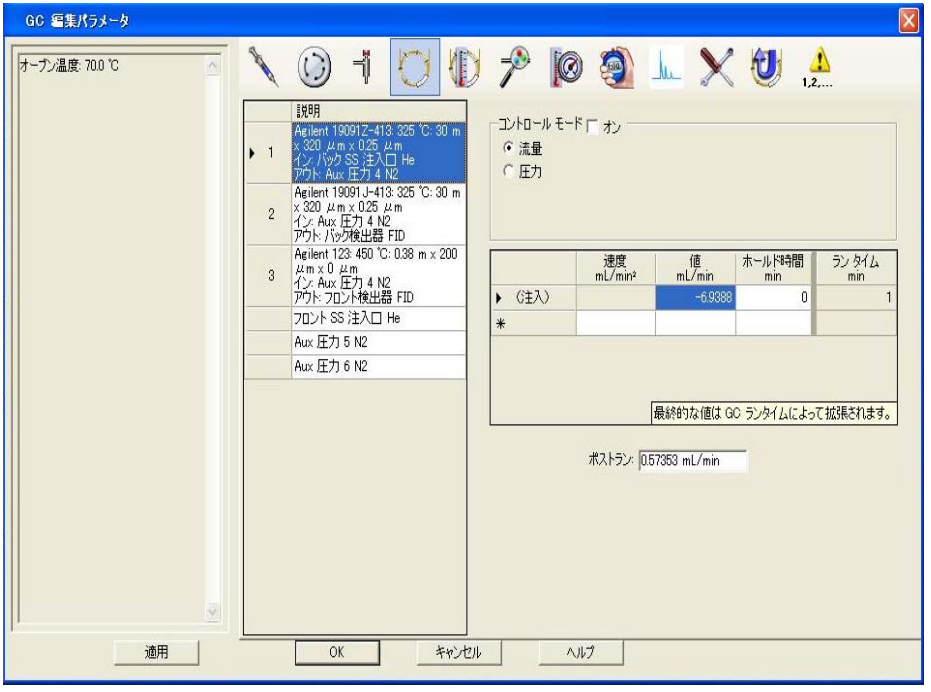


図 17 カラム流量を計算する

MSD をチューニングする

PC
“LCP　MSD　”

手順

1 [　]
ATUNE.U　**Autotune**　STUNE.U
標準チューニング

GAIN.U + HiSense.U

2　GC
MSD

3　**[MSD チューニング]**
[クイックチューニング]　CI
CI

4

[チェックアウト]>[前のチューニングの表示 ...]

MSD
[　]

[　]　[　]
[DFTPP チューニング]　**[BFB チューニング]**

MSD ChemStation

システム性能を検証する

準備するもの

- 1 pg/µL 0.001 ppm OFN 5188-5348

チューニング性能の検証

1 60

2 GC 150 1.0 mL/min

3 [ ] [ ] **[チェックアウトチューニング]**

4 [ ]
[チューニングの評価]

-

感度性能の検証

1 1 µL OFN ALS

2 [ ] [ ] **[感度チェック]**

3 [ ] [CG]

4 **[OK]**

rms
Web www.agilent.com/chem

高質量テスト（5975 シリーズ MSD）

条件のセットアップ

1 PFHT 5188-5357

2 ATUNE.U MSD

3 x\5975\PFHT.M x PFHT.M

4

高質量チェックアウト

1 2

2 **[チェックアウト]** **[高質量のチェック]**

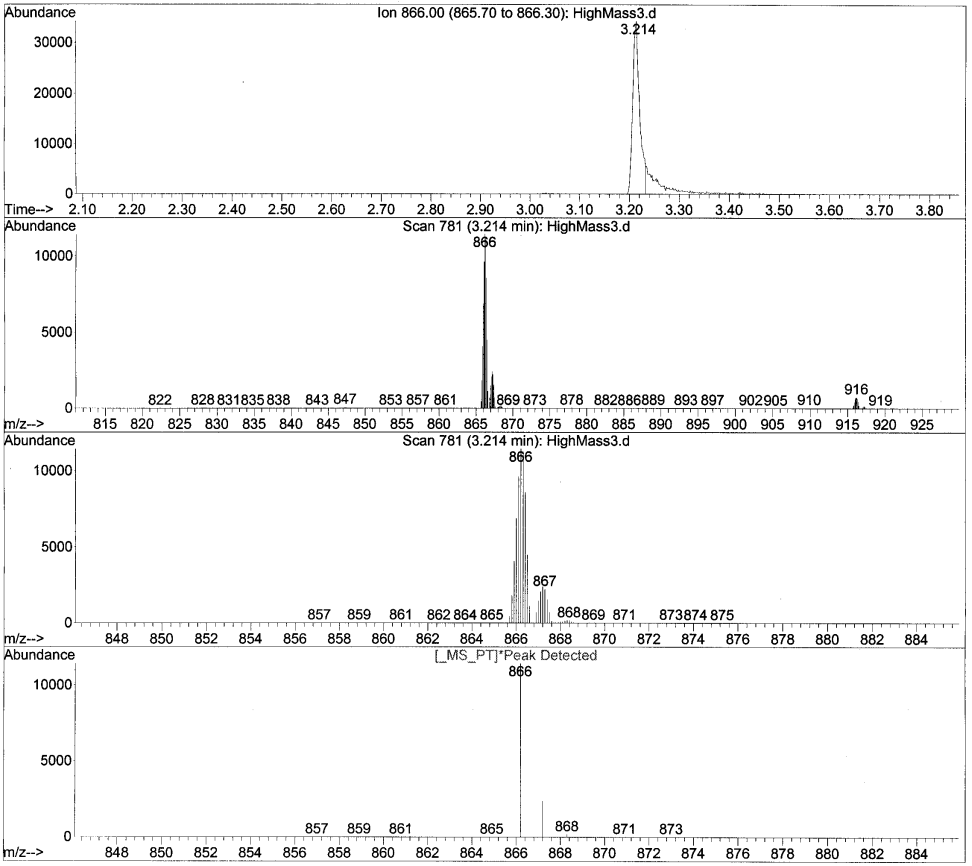
3

4 5

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

AMU
5 unit

調整

1 ATUNE.U

2 [　　] [　　] **[チューニングパラメータ編集]**

3 **[その他のパラメータ]** **[ダイナミックランプパラメータ ...]**

a AMU

b **[このレンズに対してダイナミックランプを有効にする]**

c **[OK]**

4 [　　] **[OK]** [MS
]

ATUNE.U ATUNEHIGH.U

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

6
5 unit

MSD カバーを取り外す

準備するもの

- Torx T-15 8710-1622

MSD 19

アナライザの上部カバーを取り外すには



5

アナライザの窓カバーを取り外すには



1

2 MSD

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。**

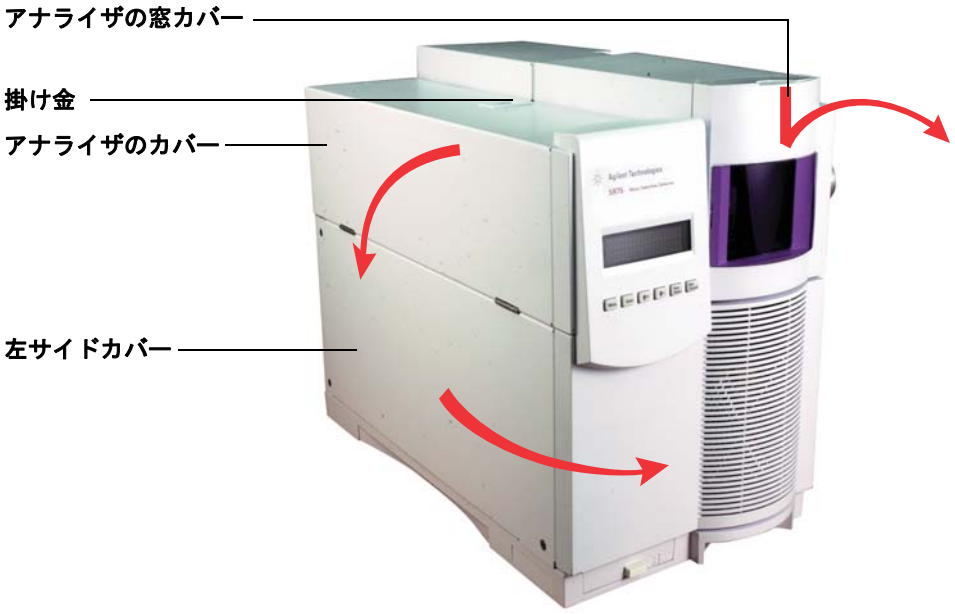


図 19　カバーの取り外し

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

手順

1 [ ] **[ベント]**

2 GC/MSD GC ( )

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。" 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。**

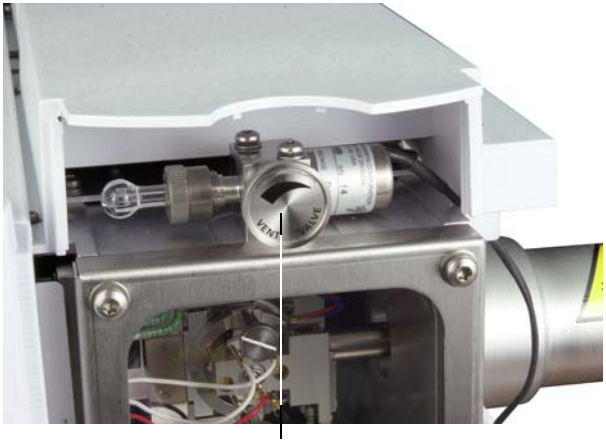
注意 GC オーブンおよび GC/MSD インターフェイスが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

3 MSD

4 MSD

警告 **MSD がベントの場合、ChemStation を [機器コントロール] 画面にしないでください。インターフェイスヒーターのスイッチが入り温度が上がってしまいます。**

5　　78



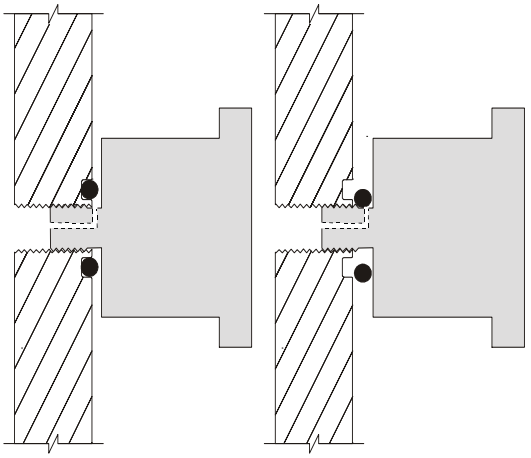


図 20　MSD を大気開放する

6　　20　　3/4

O-

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] 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

準備するもの

-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
-
  - 9300-0969
  - 9300-1257
  - 9300-0970

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（129 ページを参照してください）アナライザを開けます。

手順



1 MSD 80

2

3 21

CI

注意

次のステップで抵抗を感じたら、**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。

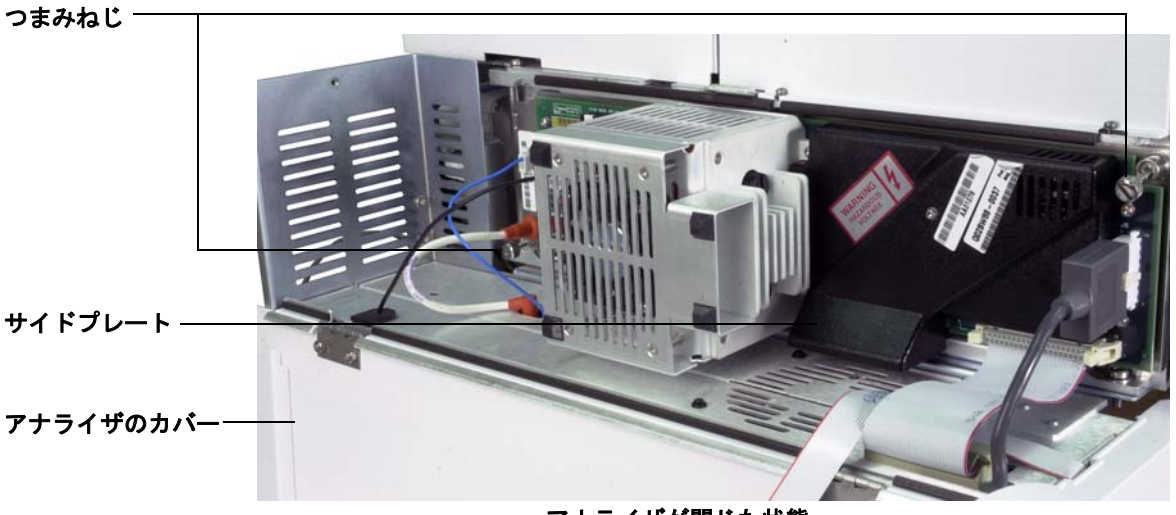
4

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

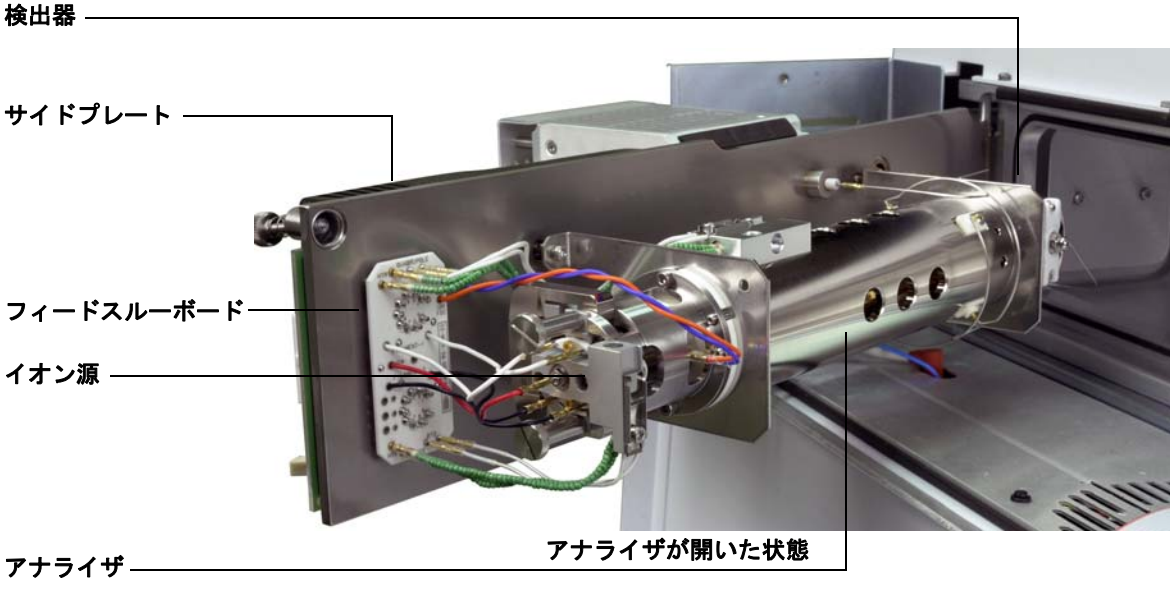

検出器
サイドプレート
フィードスルーボード
イオン源
アナライザ
アナライザが開いた状態

図 21 アナライザ

アナライザを閉める

準備するもの

-
  - 8650-0030
  - 8650-0029

手順

1 EI

CI

14 22 23

表 14　アナライザの配線

ワイヤーの種類	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）

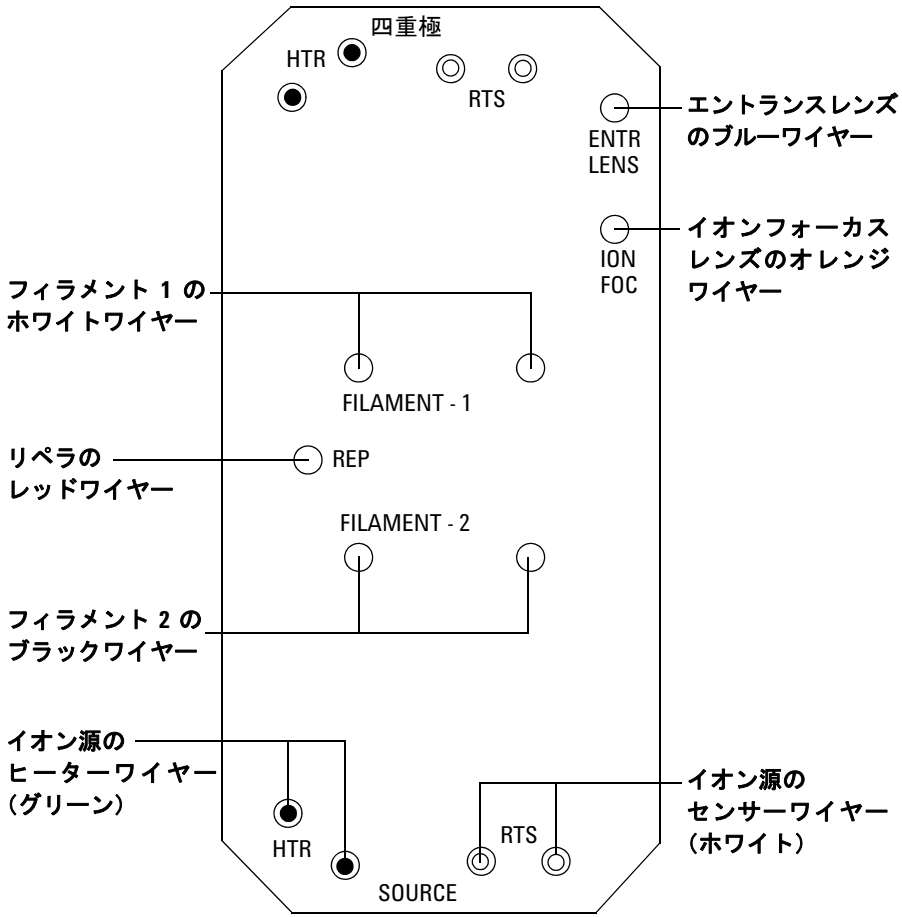


図 22 フィードスルーボード配線

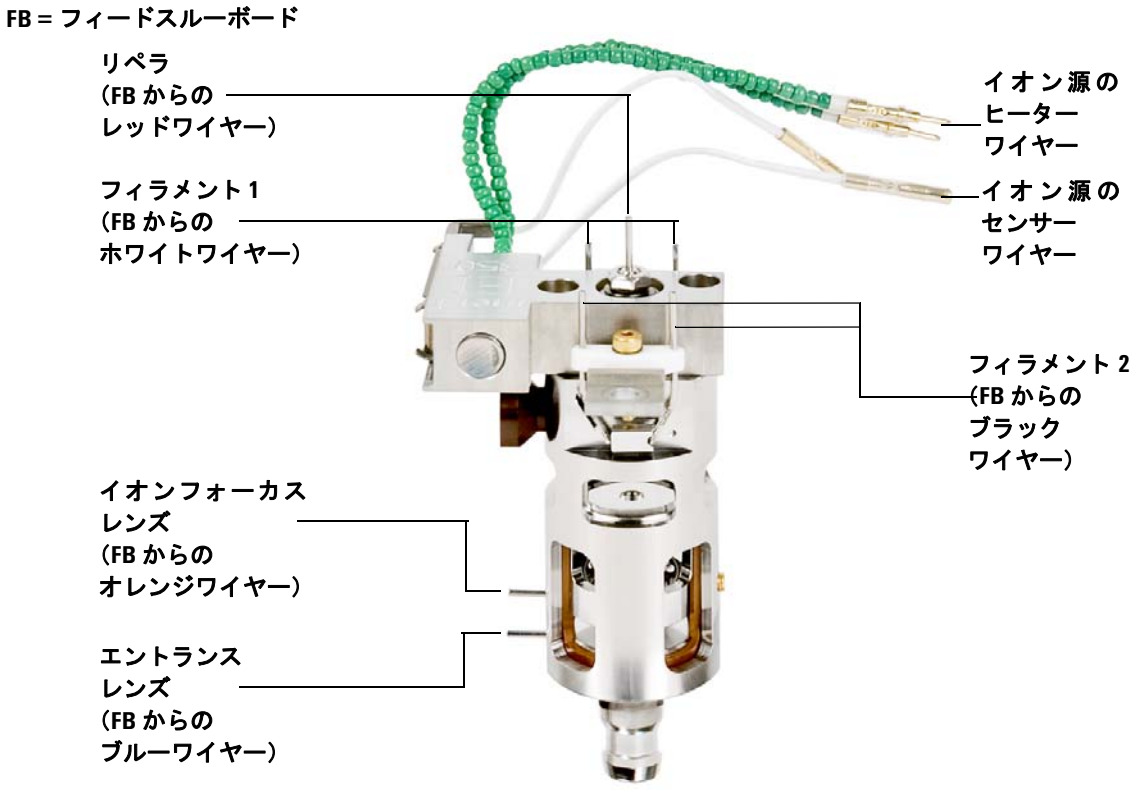


図 23　イオン源の配線

2　　O-

O-　　L

O-

O-

5975　　MSD

3

4

5

6 MSD (89)

7 CI

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、サイドプレートが開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

MSD を真空排気する

“LCP
MSD ”

警告　お使いの MSD が本章の導入部（56 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。“ 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
2 MSD
3 [　　]　　[チューニングと真空制御]
　[　　]　　[真空排気]
4　　MSD
5

1

6 PC **[OK]**

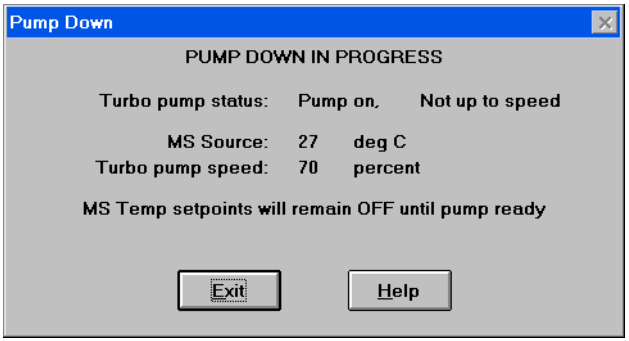


図 24 真空排気

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 GC/MSD GC
[**OK**]

(*.u)

注意

キャリアガスを流すまで、全ての GC 加熱部分を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 「実行できます」 MSD 2
MSD

MSD を移設または保管する

準備するもの

- 5181-3308
- 05988-20066
- 1/4- ×5/16- 8710-0510

手順

1 MSD 80

2

3

4 GC MSD 5975 MSD
)

5 GC/MSD GC

6

7 78

8 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

10 MSD 50%
~1 Torr

11 MSD

12

13 LAN

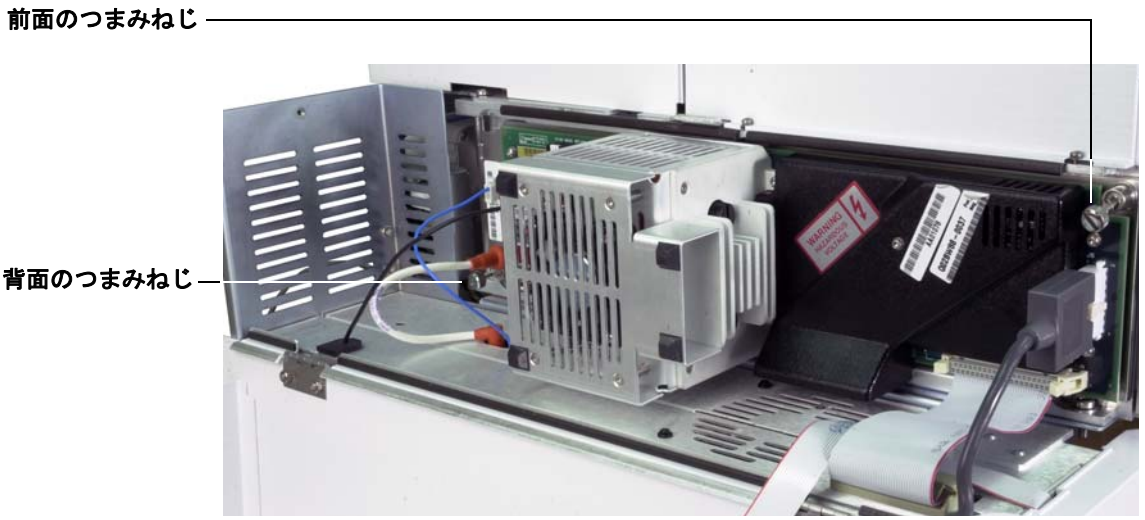


図 25 サイドプレートのつまみねじ

MSD MSD

MSD

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

GC Agilent 7890A
6890 Aux #2 6850
Thermal Aux GC

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。

[ ] **[保存]**

GC

3 電子イオン化（EI）モードの操作

実習 4
化学イオン化（CI）モードで操作する

一般的なガイドライン 96
CI GC/MSD インターフェイス 97
CI MSD を操作する 99
EI イオン源から CI イオン源に切り換える 100
CI MSD を真空排気する 101
CI モード操作で使用するソフトウェアを設定する 102
試薬ガス流量制御モジュールを動作させる 104
メタン試薬ガス流量を設定する 107
他の試薬ガスを使用する 109
EI イオン源から CI イオン源に切り換える 113
CI オートチューニング 114
PCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガスのみ） 116
NCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガス） 118
PCI 性能を検証する 120
NCI 性能を検証する 121
高真空圧をモニタする 122

CI 5975 CI MSD

CI

CI PCI

CI NCI

一般的なガイドライン

- 99.9995%
- CI MSD EI “ ”
- CI GC/MSD
- PCI *m/z* 32

CI GC/MSD インターフェイス

CI GC/MSD　　26　　MSD
O-

GC

1　2 mm

GC/MSD
GC　　Thermal Aux #2　　6850
GC　　Aux　　MSD
ChemStation

CI　　EI

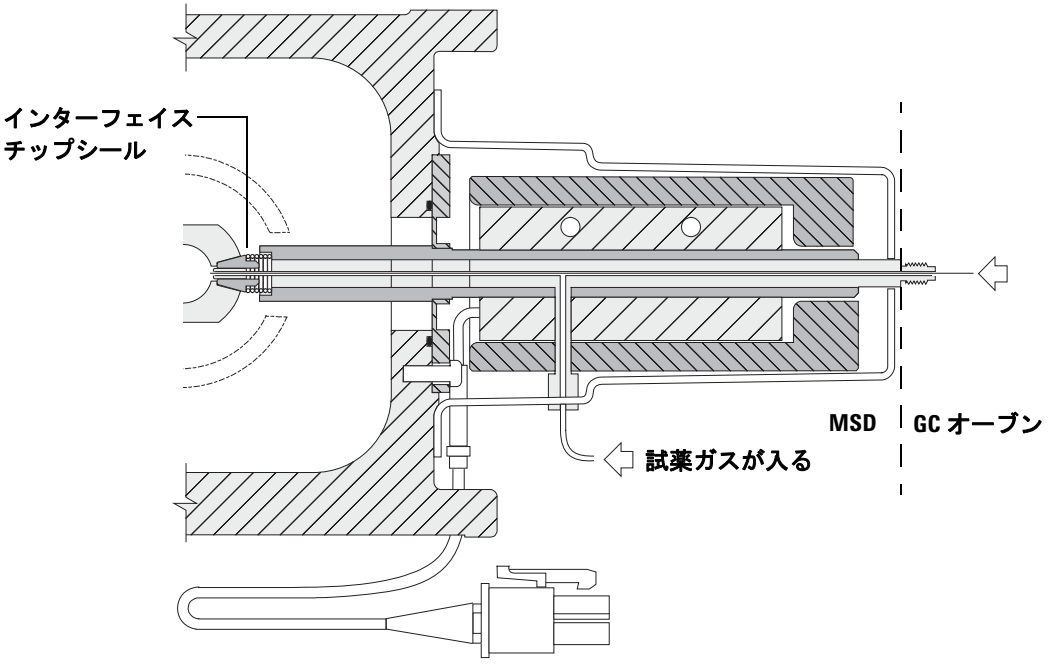
250　　350
GC

関連項目

“GC/MSD　　”

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、カラム温度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。



カラムの端は、ガイドチューブから 1、2 mm 程度、イオン化室に長く出ています。

図 26 CI GC/MSD インターフェイス

CI MSD を操作する

MSD　CI　EI
15

表 15　CI モード時の温度

	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

PCI

- MSD
- *m/z* 28　27
- *m/z* 19　32
- MSD

NCI　NCI

EI イオン源から CI イオン源に切り換える

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 80

2

3 EI 132

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。" 静電放電 " を参照してください。静電防止の予防措置を「**講じてから**」アナライザを開けます。

4 CI 140

5 141

6

7 MSD 101

CI MSD を真空排気する

“LCP
MSD ”

手順

1 EI “MSD ”
GC

2 Micro
3 **[シャットオフバルブ]**
4 **PCICH4.U**
PCI NCI
5 GC/MSD 280
6 **ガス A** 20%
7 2 NCI

CI モード操作で使用するソフトウェアを設定する

手順

1 [ ]

2 [ ] **[チューニングパラメータ読み込み]**

3 **PCICH4.U**

4 CI

MSD CI

[ ] 16

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 パラメータの編集] 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 16　デフォルトチューニングの制御制限、CI オートチューニング専用

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア	
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス	プラス	マイナス
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
最大放出電流、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

16 :

- **N/A** PCI PFDTD CI
- PCI
- EMV
- NCI 200 µA

試薬ガス流量制御モジュールを動作させる

27

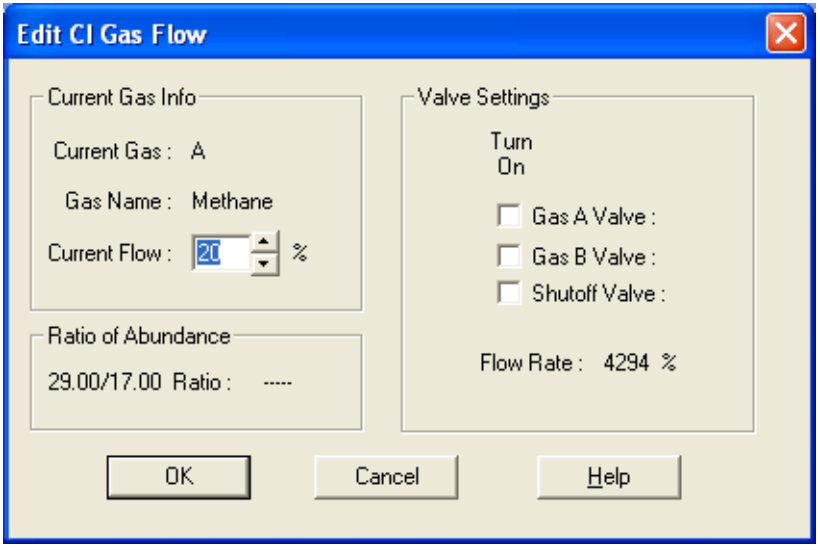


図 27 CI フローコントロール

ガス A（または B）バルブ

6 A B

シャットオフバルブ

28

6

フローコントロールモジュール

CI　28　17　CI GC/MSD

MFC　CI

CH4　1　**他の**　Swagelok

ガス A　**ガス B**

2　**他の**

25　30 psi　170　205 kPa

MSD　EI　PFTBA

MSD　**オン**

1　**オフ**　**0**　17

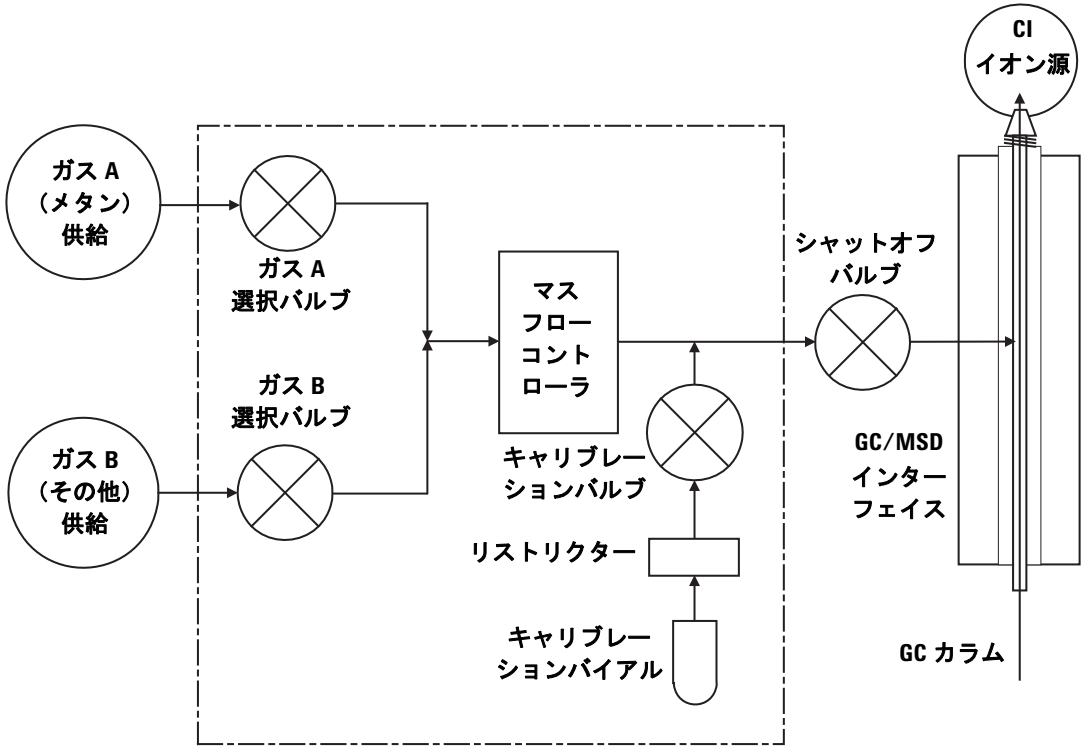


図 28　試薬ガスフローコントロールモジュール図

表 17 フローコントロールモジュールの状態

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	パージ ガス A	パージ ガス B	排出フロー モジュール	スタンバイ、ベント、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

開 閉 1 0

メタン試薬ガス流量を設定する

CI
CI　　PCI
CI　　NCI

3

m/z 28/27　　3

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]**

2 PCI/NCI MSD　　20%

3　　122

4 [　　]　　**[メタンプレチューニング]**

m/z 28/27

5　　29

- *m/z* 32

CI

- *m/z* 19　　*m/z* 17　　50%

6

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。

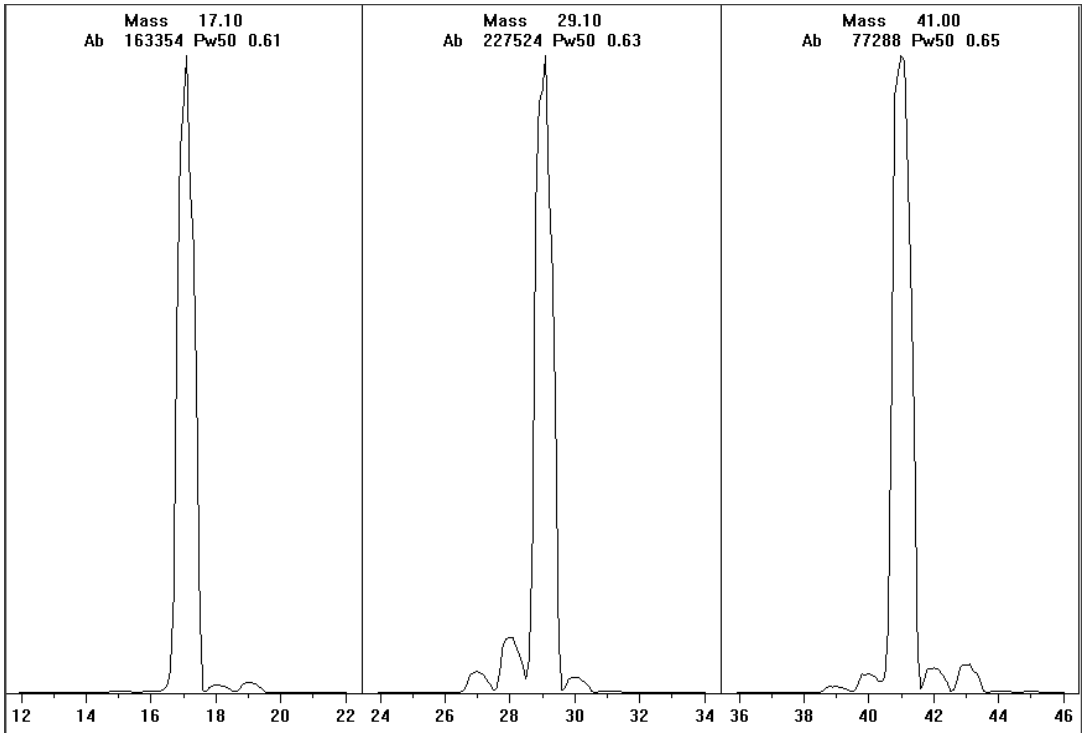


図 29 試薬イオンスキャン

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 *m/z* 32

MSD *m/z* 19

m/z 17 50%

他の試薬ガスを使用する

CI　　5975　　MSD

注意　試薬ガスには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急激に短縮します。

A

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 18 を参照してください。

表 18 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 : 比率 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

C_4H_{10}

アンモニア CI

NH_3

NH_4^+

NH_4^+　NH_4　NH_3　$^+$　　NH_4　NH_3　$_2^+$

m/z 18　35　52

MSD

手順

1 [　　] PFDTD
CI

2 [　　] **[CI チューニングウィザード]**
[イソブタン]　　**[アンモニア]**

3 **[ガス B]**
20%

4 [　　] **[イソブタン　　アンモニア　流量調整]**

PCI　　CI

NCI　　**NCICH4.U**
NCI

注記　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)』を必ずお読み下さい。

注意 アンモニアの使用は、MSD のメンテナンス要件に影響します。詳細は、“CI メンテナンス ” を参照してください。

注意 アンモニア供給の圧力は 5 psig 未満にする必要があります。これを上回る圧力はアンモニアを気体から液体に凝縮します。

アンモニアタンクは常に縦に置き、フローモジュールレベル未満にします。アンモニア供給配管は、配管を缶またはボトルに巻き付けて何周かの縦の輪状に巻きます。これで液体アンモニアがフローモジュールに入らないようにします。

CI
(5975 MSD
)

注意 1 日に 5 時間以上アンモニアを使用して分析すると、フォアラインポンプを 1 日に 1 時間以上バラスト（空気でフラッシュ）してポンプシールへの損傷を最小にする必要があります。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。

CI 5% 95% 5% 95%

二酸化炭素 CI

CI

EI イオン源から CI イオン源に切り換える

手順

1 [ ] MSD 80

2

3 CI 141

4 CI 140

5 EI 134

6 CI

7 MSD 89

8 EI

注意　アナライザまたは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。

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**」アナライザを開けます。129 ページを参照してください。

CI オートチューニング

MSD
19 -5,8- -3,6,9- PFDTD
PFDTD
GC/MSD

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。最適な感度が必要なサンプルを分析する前には、これより長く焼き出しを行うことを推奨します。

PFDTD PCI
NCI PFDTD
PCI

CI

2600 V EMVolts
EMVolts +400

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。74 ページを参照してください。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。

表 19　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	プラス	マイナス	プラス	マイナス	プラス	マイナス	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
ガスの選択	A	A	B	B	B	B	なし
推奨流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
イオン源温度	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	Yes	Yes	No	Yes	No	Yes	Yes

N/A　使用不可

PCI オートチューニングを実行する（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。74 ページを参照してください。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 EI 74

2 **PCICH4.U**

3

4 107

5 [ ] **[CI オートチューニング]**

注意 絶対に必要な場合以外は、頻繁なチューニングは避けてください。これは PFDTD バックグラウンドノイズを最小化し、イオン源の汚染を防止するためです。

30 EM 2600 V
+400 EM

19/29

32/29

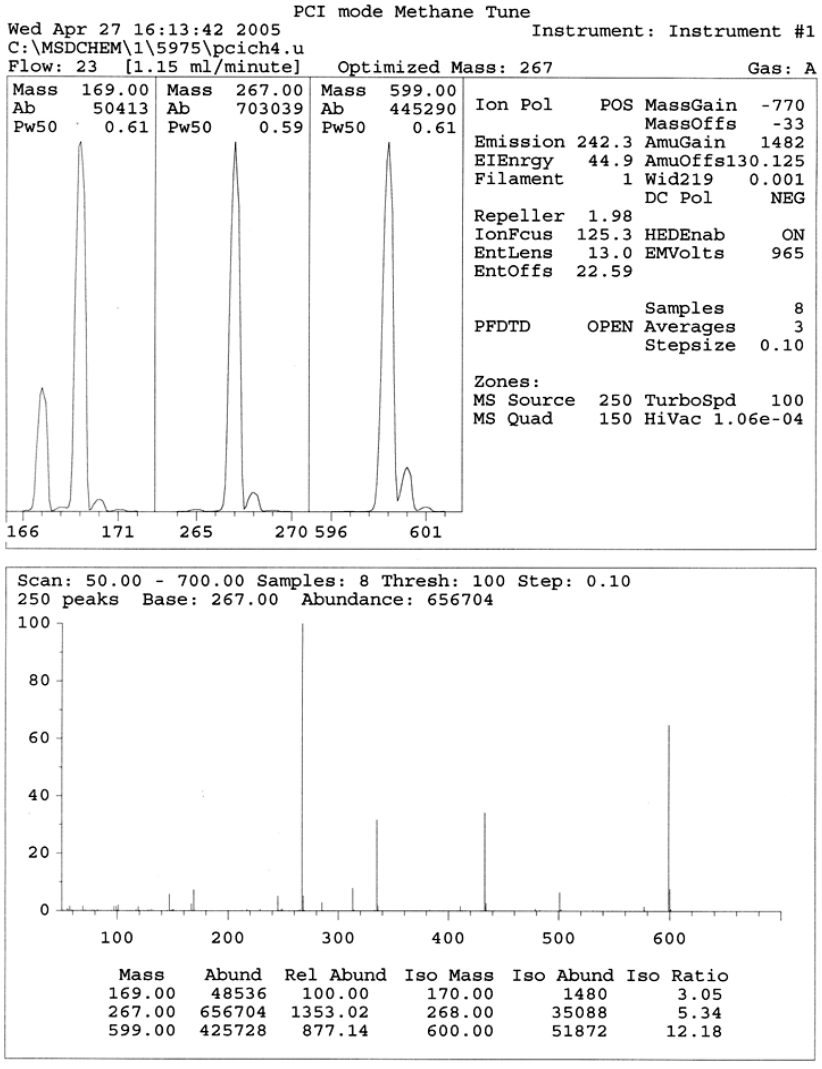


図 30　PCI オートチューニング

NCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガス）

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。74 ページを参照してください。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 [ ] **NCICH4.U**

2 [ ] **[CI チューニングウィザード]**

3 [ ] **[CI オートチューニング]**

注意

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 のバックグラウンドノイズを最小化し、イオン源の汚染を防ぐことができます。

CI

31 EM 2600 V

+400 EM

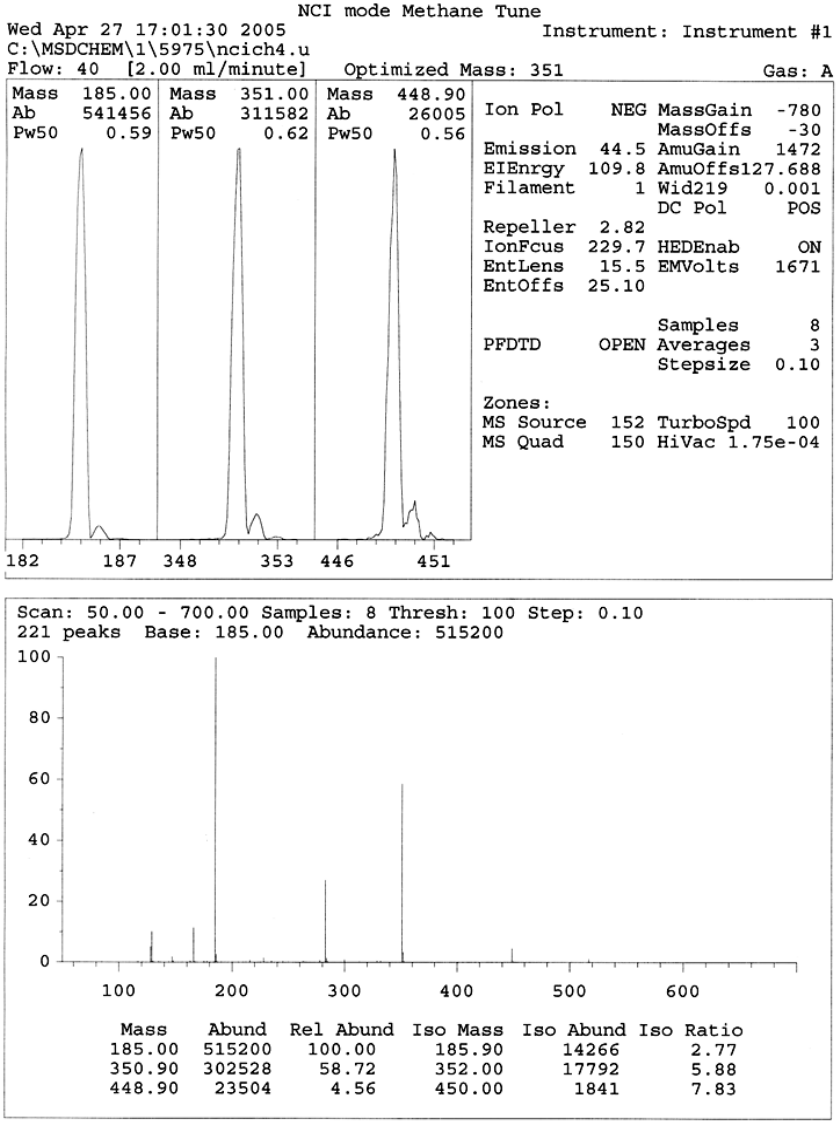


図 31　NCI オートチューニング

PCI 性能を検証する

準備するもの

- 100 pg/µL 8500-5440

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。74 ページを参照してください。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 EI

2 **PCICH4.U**

3 **[ガス A]** 20%

4 [ ] CI 114

5 CI 114

6 100 pg/µL 1 µL PCI **BENZ_PCI.M**

7 Web

www.agilent.com/chem

NCI 性能を検証する

EI/PCI/NCI MSD

準備するもの

- 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。74 ページを参照してください。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　EI

2 **NCICH4.U**

3 **[ガス A]**　40%

4 [　]　CI　118

CI

5 100 fg/µL OFN　2 µL　NCI　OFN_NCI.M

6 Web

www.agilent.com/chem

高真空圧をモニタする

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。"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 101

2 [ ] [ ] **[真空ゲージのオン / オフ]**

3 [ ] MS LCP [ ]

MSD 8×10^{-3} Torr Micro

20

代表的な真空度

G3397A Micro

Micro

20

PCI

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/min

表 20　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}

MSD　　Micro

30%



実習 5
通常のメンテナンス

始める前に 126
真空システムをメンテナンスする 131

始める前に

MSD

メンテナンススケジュール

21

表 21 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を確認	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を交換*		X		
ディフュージョンポンプのオイルを交換			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 のキャリアガストラップを確認				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- リングへのグリースアップ†				X
CI 試薬ガス配管を交換				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には、グリースアップする必要はありません。他のシール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。

工具および消耗品

GC　　MSD

MSD

高電圧への注意

MSD

AC120 V　　AC200/240 V

-
-
-
-
- MSD
-

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。**

MSD

高温部分への注意

MSD

- GC/MSD
-
-

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 により制御されています。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

GC

化学物質の残留

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。

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保護めがねを着用してください。決してオイルに触れないようにしてください。

静電放電

MSD ESD

ESD

ESD ESD
MSD

MSD

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% 効果的という訳ではありません。電子回路基板になるべく触れないようにし、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。

真空システムをメンテナンスする

定期的なメンテナンス

21

-
- 6
- MSD
- 6
  CI MSD　3
-
- 1
- 3

その他の作業

Micro

5975
MSD　MSD
ChemStation

その他の情報

5975
MSD

Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument
Utilities　5975 Series MSD User Information

EI イオン源を取り外す

準備するもの

-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
- 8710-1094

手順



1 MSD 80

2 82

3 7
32 22

表 22 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
ブルー	エントランスレンズ	1
オレンジ	イオンフォーカス	1
ホワイト	フィラメント 1 （上部側のフィラメント）	2
レッド	リペラ	1
ブラック	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

5

6

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。

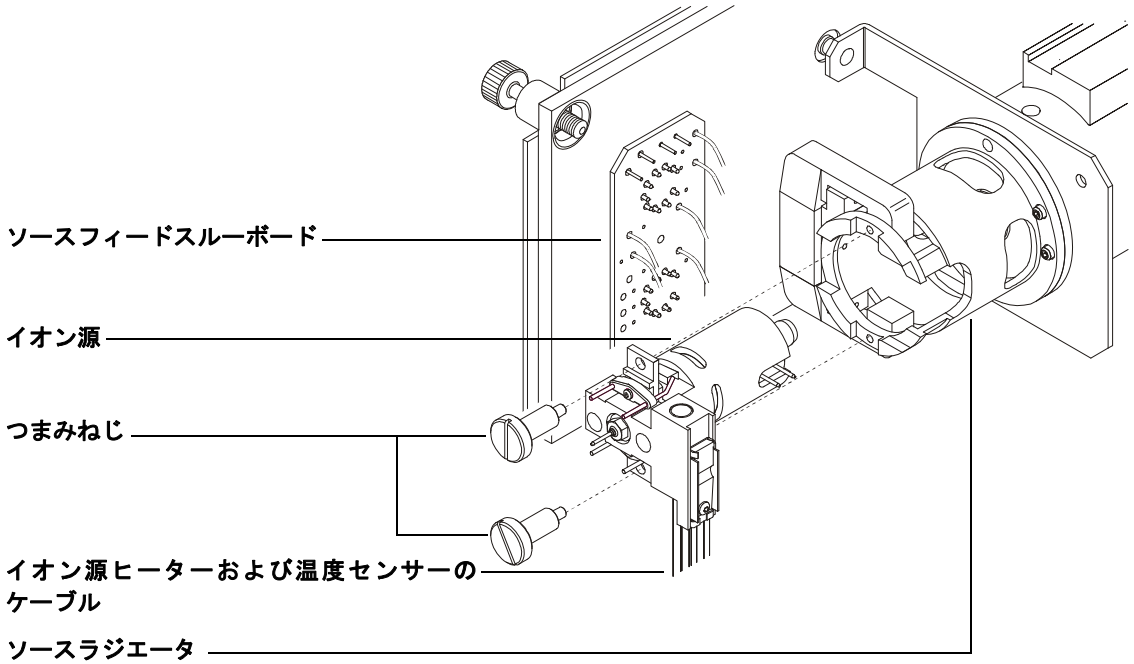


図 32　イオン源の取り外し

EI イオン源を再び取り付ける

準備するもの

-
  - 8650-0030
  - 8650-0029
- 8710-1094

手順



1 33

2

3 “ ”

4 MSD　　89

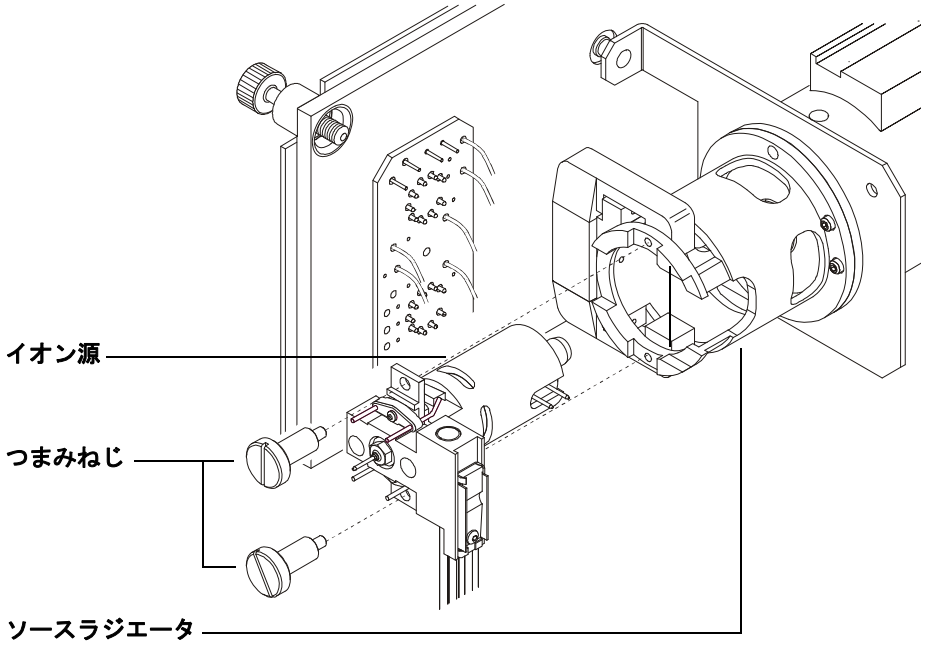


図 33　EI イオン源の取り付け

5 通常のメンテナンス

実習 6
CI メンテナンス

一般情報 138
イオン源の洗浄 138
アンモニア 138
CI モード操作用に MSD を設定する 139
ガイドライン 139
CI イオン源を取り付ける 140
CI インターフェイスチップシールを取り付ける 141

5975 MSD

一般情報

イオン源の洗浄

CI EI
CI CI EI

警告 **危険な溶媒を使用するメンテナンス手順は、常に換気ドラフトの下で行ってください。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

MSD

CI モード操作用に MSD を設定する

CI MSD

ガイドライン

- EI GC/MSD
  “ ”
-
- 99.99%

CI イオン源を取り付ける

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 「**講じてから**」アナライザを開けてください。

手順

1 MSD 82

2 EI 132

3 CI

4 34

5 “ ”

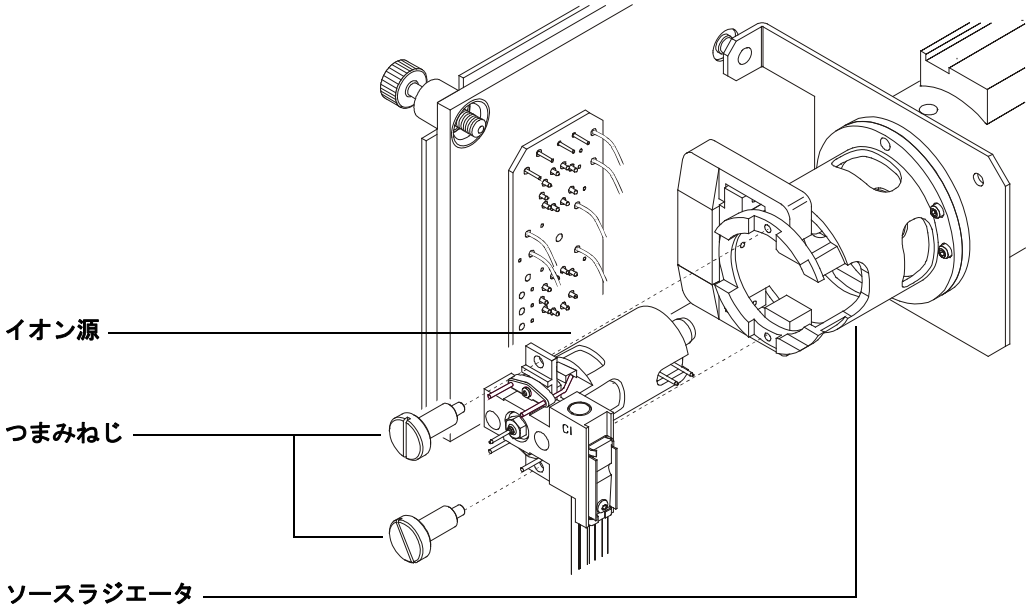


図 34 CI イオン源の取り付け

CI インターフェイスチップシールを取り付ける

準備するもの

- G1099-60412

CI

CI

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「**講じてから**」アナライザを開けてください。

手順

1

2 CI



3

4

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

6 CI メンテナンス

実習 A
化学イオン化の理論

化学イオン化の概要 144
ポジティブ CI の理論 146
ネガティブ CI の理論 153

化学イオン化の概要

CI CI
EI

EI 70 eV

EI

CI

CI
CI
CI
CI

CI

CI

警告 **アンモニアは有毒で腐食性があります。アンモニアを使用する場合は、特別なメンテナンスと安全対策が必要です。**

CI CI *m/z* 19 H_3O^+

化学イオン化のレファレンス

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

W. B. Knighton, L. J. Sears, E. P. Grimsrud, “High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry”, *Mass Spectrometry Reviews* (1996), **14**, 327-343.

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

ポジティブ CI の理論

CI PCI EI PCI

PCI

PCI

PCI

0.8 2.0 Torr

4

-
-
-
-

4 1

EI PCI PCI 35

$[MH]^+$ 2

PFDTD

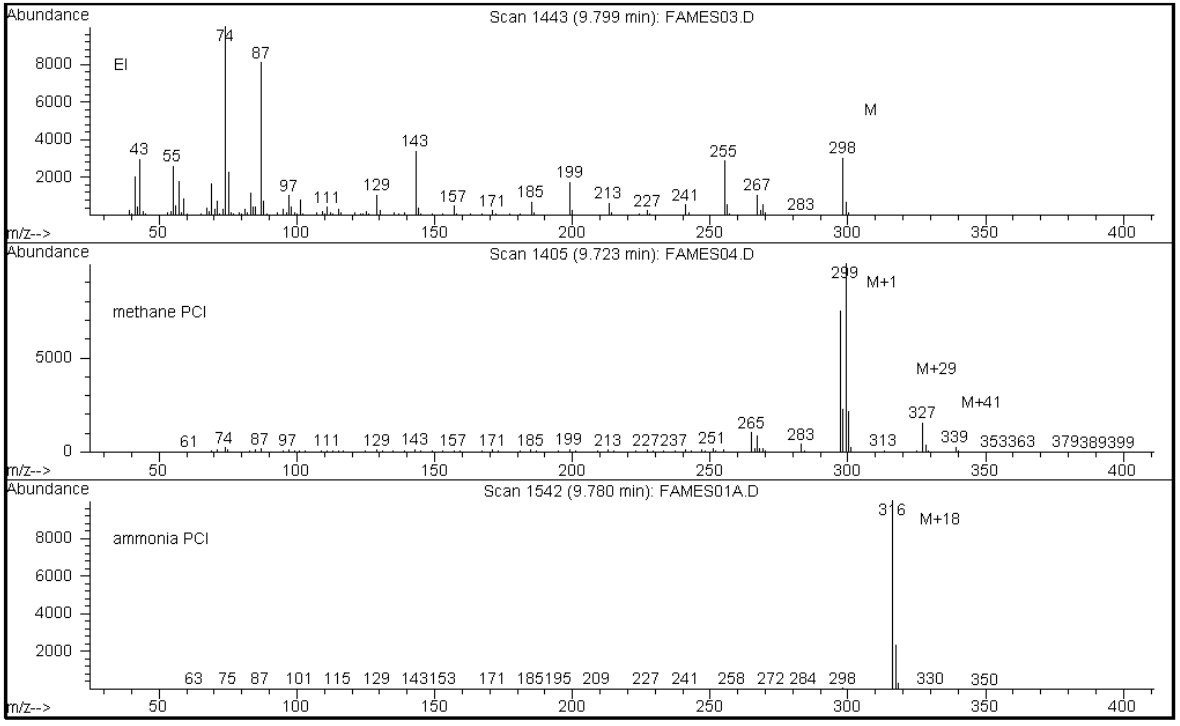


図 35　ステアリン酸メチル（MW = 298）：EI、メタン PCI、アンモニア PCI

陽子移動

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

B M

CH_5^+

MH^+

CH_4

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

kcal/mole

127 kcal/mole 23 24

195 kcal/mole

207 kcal/mole

表 23　試薬ガスのプロトン親和力

種	プロトン親和力 kcal/mole	形成される 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	H_4^+ (*m/z* 18)

表 24　PCI での選択された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	アセトニトリル	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	l80
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	酢酸 n- プロピル	207
ギ酸エチル	198	プロピレン	179
ギ酸	175	トルエン	187
臭化水素酸	140	*trans*-2- ブテン	180
塩酸	141	トリフルオロ酢酸	167

表 24 PCI での選択された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		

水素化物抽出

(H⁻)

H⁻

CI　　CH_5^+　$C_2H_5^+$

H⁻

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

R^+　CH_5^+　$C_2H_5^+$　M　　CH_5^+

$[M-H]^+ + CH_4 + H_2$　　H⁻

M–1 *m/z*　　$[M-H]^+$

CI

PCI　　*m/z* 299　　MH^+

m/z 297　　$[M-1]^+$

付加

M+29　M+41 *m/z*

$[M+C_2H_5]^+$　　$[M+C_3H_5]^+$

CI　　NH_3

CI

NH_4^+　$[NH_4NH_3]^+$　$[NH_4(NH_3)_2]^+$

NH_4^+　　M+18 *m/z*　　$[M+NH_4]^+$

18 *m/z*　　17 *m/z*

H_2O　　NH_3

電荷交換

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

X^+ M

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

ネガティブ CI の理論

NCI
NCI
NCI 4

-
-
-
-

PCI
NCI

$$+ e^{-} \xrightarrow{230eV} + e^{-}$$

36

$$CH_4 + e^{-} \xrightarrow{230eV} CH_4^{+} + 2e^{-}$$

PCI
NCI NCI MSD

NCI

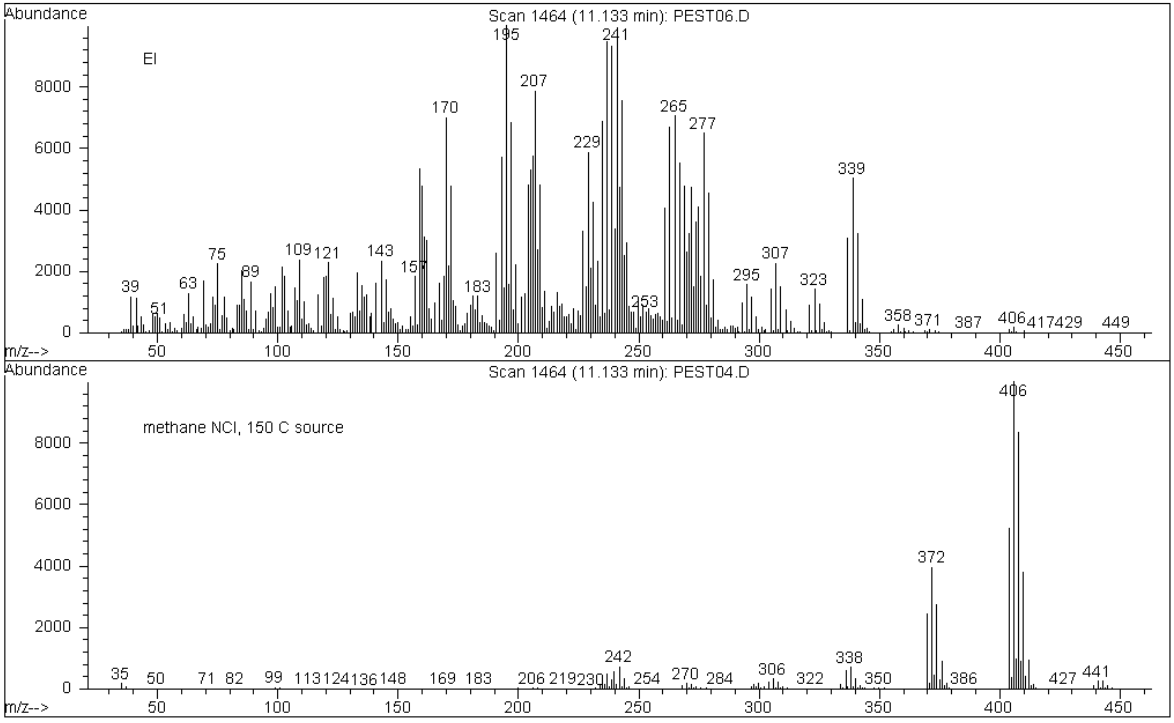


図 36 エンドスルファン（MW = 404）：EI およびメタン NCI

電子捕獲

NCI
HPECMS NCI
10 1000

CI NCI

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

MX

MX^-

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

解離電子捕獲

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

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

イオン対形成

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

イオン分子反応

CI

2　4

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

X^-

A 化学イオン化の理論



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 2010 2

G3170-96036