

Agilent 5975 シリーズ MSD

MassHunter 操作マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2013

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

G3170-96056

エディション

第 1 版、2013 年 2 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

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

本マニュアルには、Agilent 5975 シリーズガスクロマトグラフ / 質量選択検出器（GC/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 「電子イオン化（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）モードで操作する」

第 4 章では、CI モードで操作する必要のある追加タスクについて説明します。

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 「化学イオン化の理論」

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　12

使用する略語　13

5975 シリーズ MSD　15

CI MSD ハードウェアの説明　17

重要な安全上の警告　19

水素使用時の注意事項　21

GC に関する注意事項　21

安全および規制に関する認証　26

製品のクリーニング / リサイクル　29

液体の流入　29

MSD の移設と保管　29

実習 2　GC カラムの取り付け

カラム　32

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　34

キャピラリカラムの取り付け準備をする　39

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　41

キャピラリカラムをコンディショニングする　43

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　44

Agilent 7890A および 7820A、ならびに 6890 GC　44

6850 GC　46

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　51

LCP から MSD を操作する　51

操作モード　51

LCP ステータスメッセージ　53

ChemStation Loading <timestamp>　53

Executing <type>tune　53

Instrument Available <timestamp>　53

Loading Method <method name>　53

Loading MSD Firmware　53

Loading OS　54

<method> Complete <timestamp>　54

Method Loaded <method name>　54

MS locked by <computer name>　54

Press Sideplate　54

Run: <method> Acquiring <datafile>　54

スタートアップ時にシステムステータスを確認する　54

LCP メニュー　55

EI GC/MSD インターフェイス　58

MSD のスイッチを入れる前に　60

真空排気する　61

温度を制御する　61

カラム流量を制御する　62

MSD を大気開放する　63

マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには　64

MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには　65

機器コントロール (Instrument Control)] 画面からアナライザ温度を設定するには　68

MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 70

高真空圧をモニタするには 72

カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには 74

MSD を EI モードでチューニングするには 76

システム性能を検証するには 78

高質量テストを実行するには（5975 シリーズ MSD） 79

MSD カバーを取り外す 82

MSD を大気開放するには 84

アナライザを開ける 87

アナライザを閉める 90

MSD を EI モードで真空排気するには 94

MSD を移設または保管する 97

GC からインターフェイスの温度を設定する 99

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 102

CI GC/MSD インターフェイス 103

CI MSD を操作する 105

EI イオン源から CI イオン源に切り換える 106

MSD を CI モードで真空排気するには 107

CI モード操作で使用するためにソフトウェアを設定するには 108

薬ガス流量制御モジュールを動作させるには 110

メタン試薬ガス流量を設定するには 114

他の試薬ガスを使用する 117

EI イオン源から CI イオン源に切り換える 121
CI オートチューニング 122
PCIオートチューニングを実行する(メタン試薬ガスのみ) 124
NCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガス） 126
PCI 性能を検証する 128
NCI 性能を検証する 129
高真空圧をモニタする 130

実習 5 通常のメンテナンス

始める前に 134
真空システムをメンテナンスする 139
プライマリヒューズを交換するには 140
EI イオン源を取り外す 142
標準または不活性 EI イオン源を分解するには 144
EI イオン源を洗浄するには 146
標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには 149
EI イオン源のフィラメントを交換するには 151
EI イオン源を再び取り付ける 154
エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーンを交換するには 156

実習 6 CI メンテナンス

一般情報 160
CI モード操作用に MSD を設定する 161
CI イオン源を取り付ける 162
CI インターフェイスチップシールを取り付ける 163
CI イオン源を取り外すには 164

CI イオン源を分解するには 166
CI イオン源を洗浄するには 168
CI イオン源を組み立てるには 170
CI イオン源のフィラメントを交換するには 172

実習 A 化学イオン化の理論

化学イオン化の概要 174
ポジティブ CI の理論 176
ネガティブ CI の理論 183

実習 1
はじめに

5975 シリーズ MSD 12
使用する略語 13
5975 シリーズ MSD 15
CI MSD ハードウェアの説明 17
重要な安全上の警告 19
MSD 内部で高電圧がかかる部品 19
静電気による MSD の損傷 19
非常に高温となる部品 20
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 20
水素使用時の注意事項 21
GC/MSD 操作に特有な危険性 22
MSD 内の水素の蓄積 22
メンテナンス時のトラブル防止 24
安全および規制に関する認証 26
情報 26
警告ラベル 27
電磁環境両立性（EMC） 28
放射音圧レベル 28
製品のクリーニング / リサイクル 29
液体の流入 29
MSD の移設と保管 29

本マニュアルには、Agilent Technologies 5975 シリーズ 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

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
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

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 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 シリーズ MSD はスタンドアロン型のキャピラリ 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
- High Energy Dynode（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

外観説明

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。

イオンゲージコントローラ

5975 シリーズ MSD には、イオン真空ゲージを装備することができます。MassHunter データ測定ソフトウェアを使用して、真空マニフォールドの圧力（高真空）を読み取ることができます。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

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

図 1 は、代表的な 5975 GC/MSD システムの外観です。

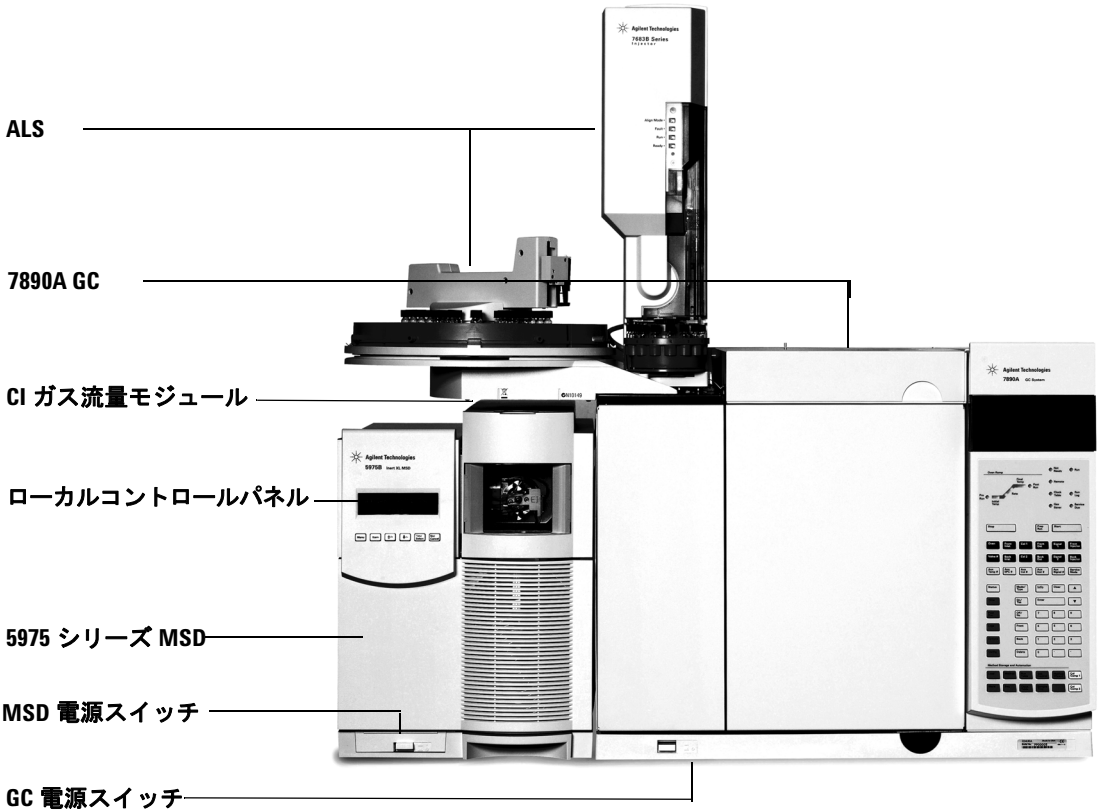


図 1 5975 シリーズ GC/MSD システム

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、これらの機器のフローモジュールにもあてはまります。

5975 シリーズ CI システムは、以下の 5975 シリーズ MSD を構成します。

- 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
- 試薬ガスフローコントロールモジュール
- PCI および NCI 操作用の二極式 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。この清浄器は酸素、水、炭化水素、硫黄の化合物を除去します。

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 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ります

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。

水素使用時の注意事項

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。

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 に関する注意事項

水素をキャリアガスとして使用する場合、GC 左側パネルにある MSD トランスファラインの大きな円形のプラスチック製カバーを取り外します。万一爆発が起った場合、このカバーが外れる可能性があります。

GC/MSD 操作に特有な危険性

水素を使用する場合は、危険性が伴います。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、水素が蓄積するメカニズム（表 4）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

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 前面のガラス窓からプラスチックのカバーを取り除く必要があります。万一爆発が起った場合、このカバーが外れる可能性があります。

設置場所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。
- 設置場所から発火源（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（自然発火の危険あり）。
- 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、必ず水素の元栓を締めてください。
- MSD の大気開放を行うときは、必ず水素の元栓を締めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリ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締めるときは、必ず水素の元栓を締めてください (キャリアガスを流さずにキャピラリ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 を通常通り開始します。

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

5975MSD は、次の電磁環境両立性（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.

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。

本機器は、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。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・爆発の危険性を表します。



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.

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 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

実習 2
GC カラムの取り付け

カラム　32
　カラムのコンディショニング　32
　フェラルのコンディショニング　33
　ヒント　33
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　34
キャピラリカラムの取り付け準備をする　39
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　41
キャピラリカラムをコンディショニングする　43
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　44

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 へのカラム流量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、「カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには」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 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



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。「水素使用時の注意事項」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 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。

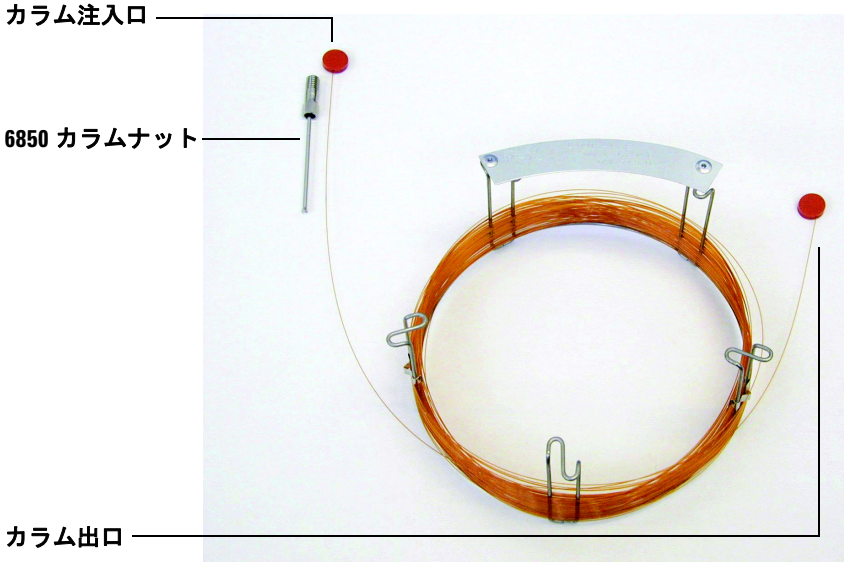


図 2 カラム

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。

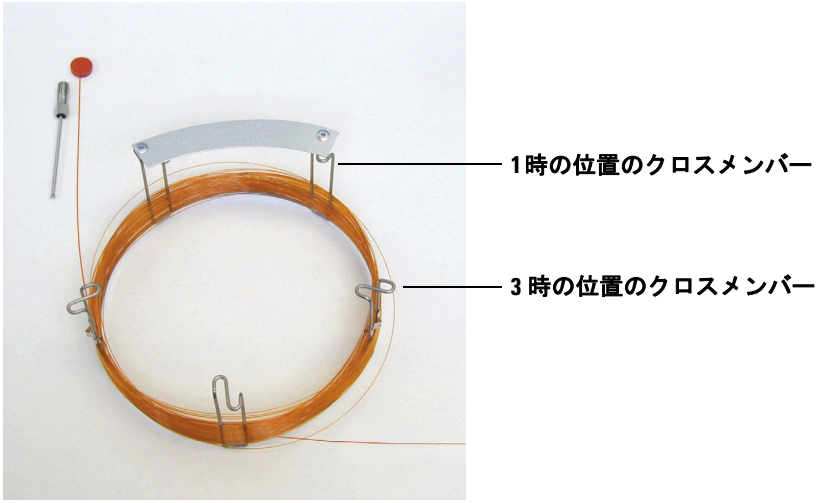


図 3　両端のループ出口側を 2 周分伸ばした状態のカラム

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前にクリップを 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。

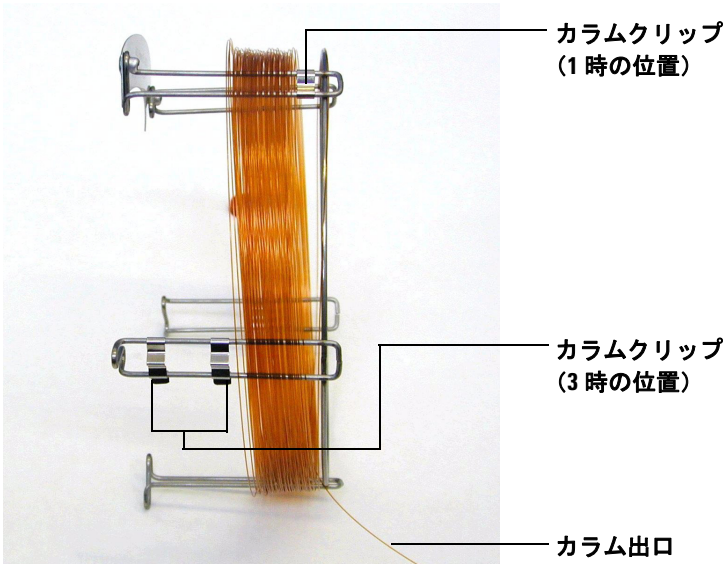


図 4 クリップを取り付けた状態のカラム

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。

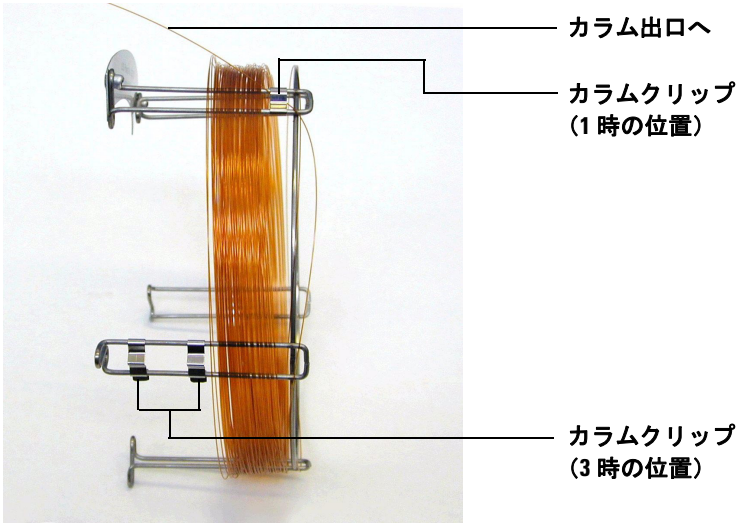


図 5　1 時の位置から通したカラム

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。

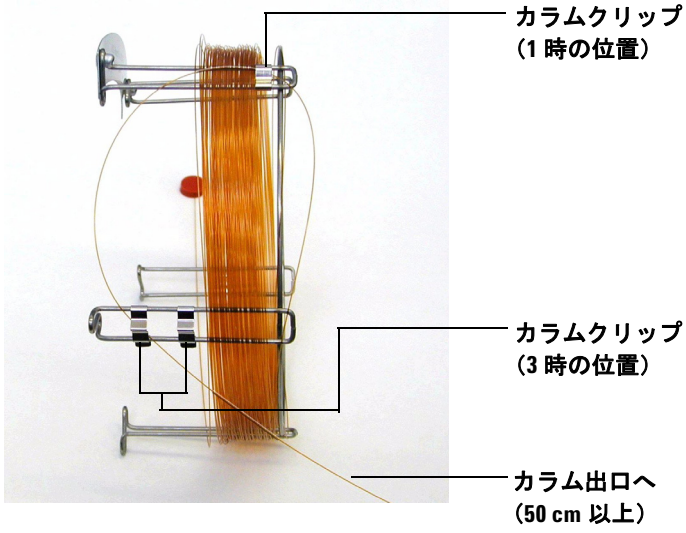


図 6 3 時の位置から通したカラム

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

準備するもの

- キャピラリカラム
- 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
  - 0.27-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）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 注入口カラムナット（7890A、7820A、および 6890 用 5181-8830、または 6850 用 5183-4732）
- 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側を上に向けて通します。

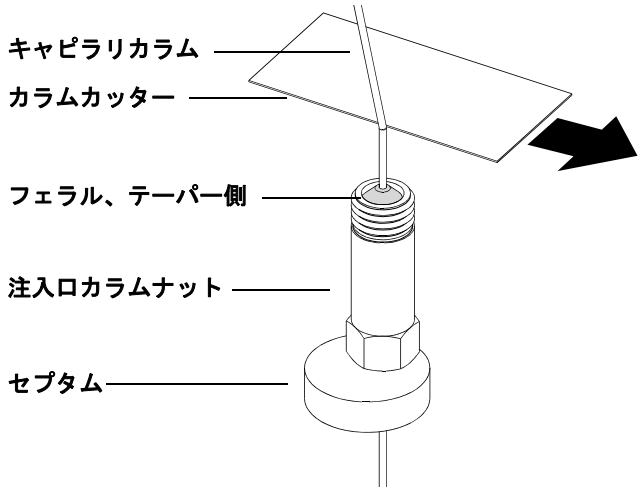


図 7　キャピラリカラムの取り付け準備

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

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、ステップ 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

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 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（39 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 ）。

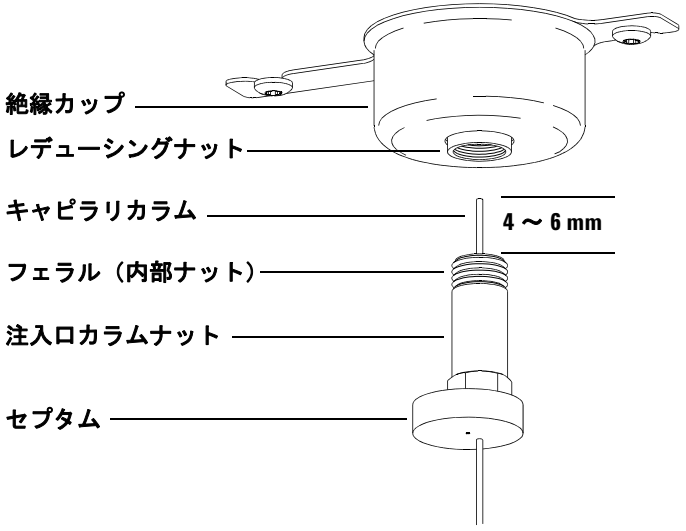


図 8　スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

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 キャリアガスをオンにします。

9 カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

キャピラリカラムをコンディショニングする

準備するもの

- 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（41 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 ℃ /min 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、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。

参照項目

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

Agilent 7890A および 7820A、ならびに 6890 GC

準備するもの

- 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（拡大鏡）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インターフェイスカラムナット（05988-20066）
- 保護めがね
- 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（43 ページ）。

2 MSD のベント（84 ページ）を行い、アナライザを開きます（86 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 カラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。

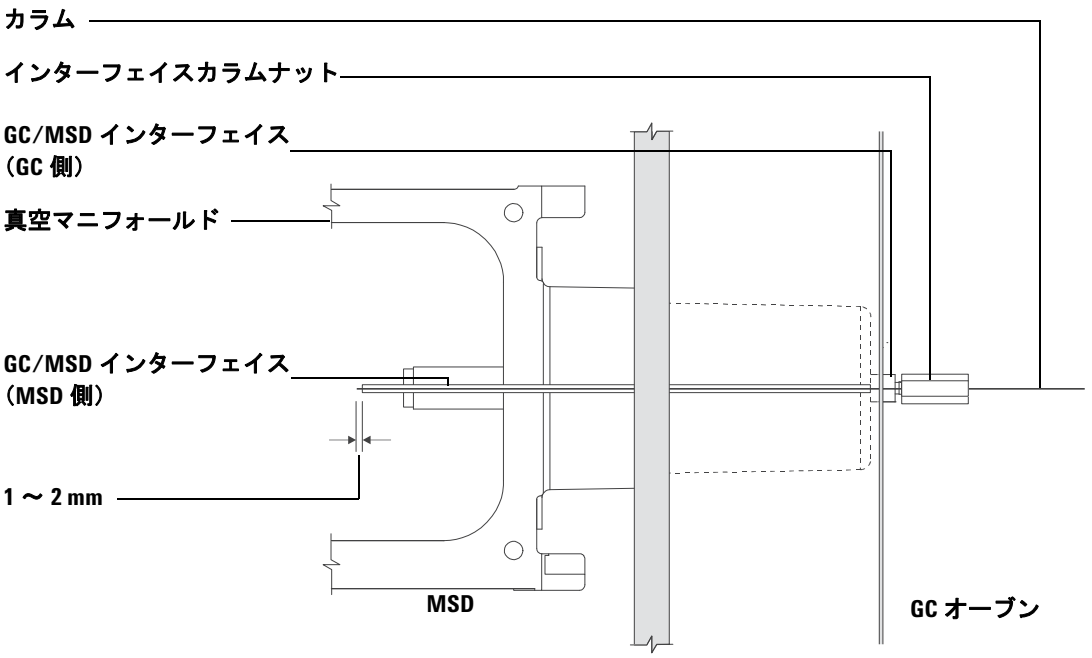


図 9　GC/MSD インターフェイスへのキャピラリカラムの取り付け

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（34 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**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ずれないように注意します。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 オーブン内で、カラムがオーブンの壁に触れていないことを確認します。

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をナットの方向に向けます。

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。

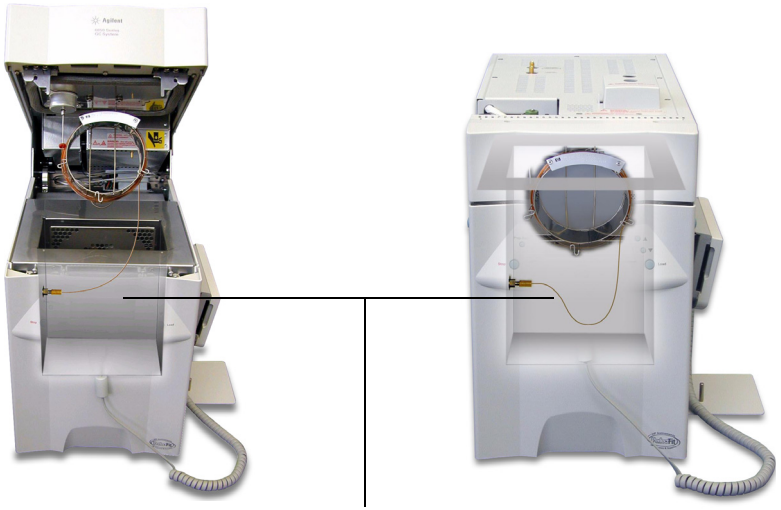


図 10　オーブンドアが開いている状態と閉じている状態

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/MSD 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。

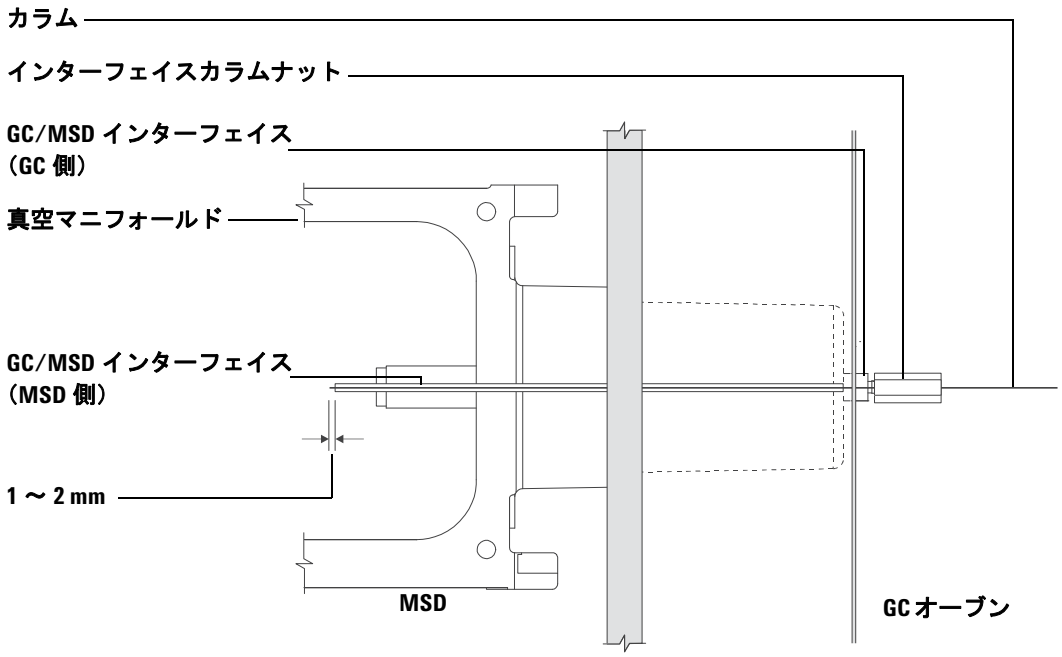


図 11 MSD - GC カラムの接続

11 手順 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 1/4 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。

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 51
LCP ステータスメッセージ 53
LCP ステータスメッセージ 53
LCP メニュー 55
EI GC/MSD インターフェイス 58
MSD のスイッチを入れる前に 60
真空排気する 61
温度を制御する 61
カラム流量を制御する 62
MSD を大気開放する 63
マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには 64
MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには 65
機器コントロール (Instrument Control)] 画面からアナライザ温度を設定するには 68
MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 70
高真空圧をモニタするには 72
カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには 74
MSD を EI モードでチューニングするには 76
システム性能を検証するには 78
高質量テストを実行するには（5975 シリーズ MSD） 79
MSD カバーを取り外す 82
MSD を大気開放するには 84
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。真空排気の前に、必ずつまみを締め直してください。 86
アナライザを閉める 90
MSD を EI モードで真空排気するには 94
MSD を移設または保管する 97
GC からインターフェイスの温度を設定する 99

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

Agilent MassHunter データ測定ワークステーションは、真空排気、イオン源の取り外し、設定の監視、温度の設定、チューニング、MSD の大気開放といった作業を自動化します。これらの作業は本章で説明します。詳細な説明は、MassHunter ワークステーションソフトウェアに付属するマニュアルとオンラインヘルプに記載されています。

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 MassHunter データ測定ソフトウェアを使用せずに MSD のコントロールが可能です。

Agilent MassHunter データ測定ソフトウェアは、ローカルエリアネットワーク（LAN）上の任意の場所に配置できるため、データ測定ソフトウェアが機器自体の近くにない場合もあります。また、LCP は LAN を介してデータ測定ソフトウェアと通信するため、MSD から直接、チューニングや実行の開始などのデータ測定ソフトウェアの機能を利用できます。LCP から利用できるのは一部の機能だけです。データ測定ソフトウェアは、機器のほとんどの制御操作を実行できるフル機能のコントローラです。

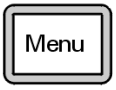
操作モード

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*モードは対話を要求せず、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のみを表示します。[**メニュー**] を選択して [**いいえ / キャンセル**] 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：

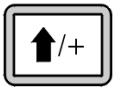


必要なメニューが表示されるまで [**メニュー**] を押します。

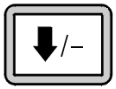


必要なメニュー項目が表示されるまで [**項目**] を押します。

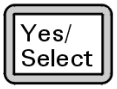
プロンプトに対応したり、オプションを選択するには次のキーを使用します。



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。

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**] を押し、次に [**いいえ / キャンセル**] を押すと、ステータスモードが常に表示されます。

[**いいえ / キャンセル**] を 2 回押すと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。オンライン機器セッションが現在 MassHunter データ測定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 MassHunter データ測定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 MassHunter データ測定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 Windows Service から固有の 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、MassHunter データ測定プログラム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、MassHunter データ測定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

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

特定のメニュー項目にアクセスするには、特定のメニューが表示されるまで [**メニュー**] を押し、特定のメニュー項目が表示されるまで [**項目**] を押します。表 6 から表 11 にメニューと選択肢を示します。

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 MassHunter データ測定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）	MassHunter データ測定を 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 ＝ MassHunter データ測定オンラインセッションに接続しています Local ＝ MassHunter データ測定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）	MassHunter データ測定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、MassHunter データ測定の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 MassHunter データ測定セッションが 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	MassHunter データ測定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）	MassHunter データ測定のオペレーティングシステム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	MassHunter データ測定の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 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。この端の部分はねじ山状になっていて、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ています。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 の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御します。6850 シリーズ GC では、ヒーターは Aux 加熱部に接続します。7820A シリーズ GC では、ヒーターはバック注入口加熱部（単一注入口モデルの場合）、またはマニュアルバルブ加熱部（デュアル注入口モデルの場合）に接続します。インターフェイス温度は MassHunter データ測定またはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェースのセンサー（熱電対）が常に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。この条件下では、インターフェイス温度が GC の最高オーブン温度より若干高温であることが必要ですが、「**絶対に**」カラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

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。

関連項目

「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」.

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。**

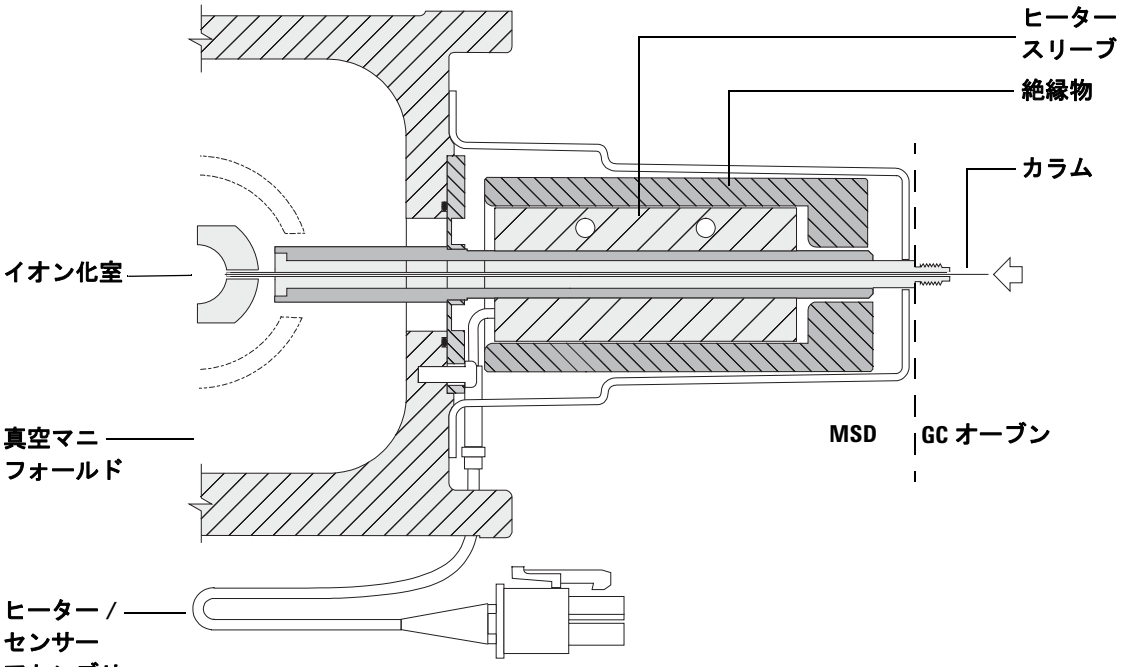


図 12　EI GC/MSD インターフェイス

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（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 (危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用している場合を除き、サイドプレートの前側のネジは締めない)。
- 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。
- 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。「水素使用時の注意事項」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

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、Thermal Aux #2 から電源が供給され、制御されます。6850 シリーズ GC では、ヒーターは Aux 加熱部に接続します。7820 シリーズ GC では、ヒーターはバック注入口加熱部（単一注入口モデルの場合）、またはマニュアルバルブ加熱部（デュアル注入口モデルの場合）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**] 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。74 ページを参照してください。

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。「水素使用時の注意事項」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。

マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには

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。51 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 (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)**] を選択して、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログを表示します。

2 [**値 (Values)**] タブをクリックして、MSD 温度と真空度を表示します。



3 温度の [**設定 (Setpoint)**] または [**リミット (Limit)**] を変更するには、新しいパラメータを入力して [**適用 (Apply)**] をクリックします。

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。

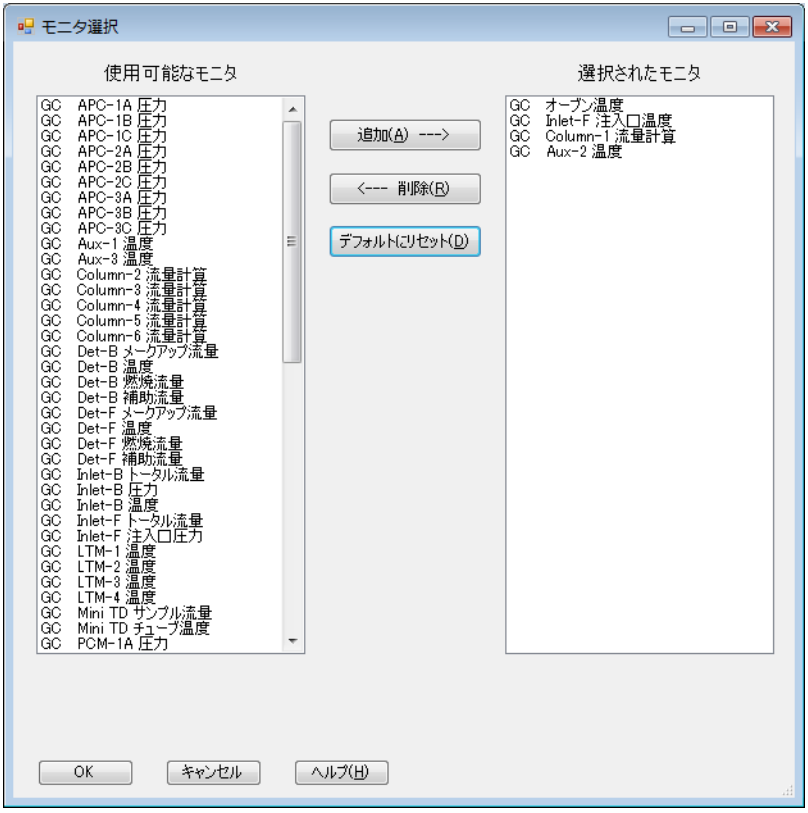
MSD ヒーターは、真空排気サイクルの終了時にオンとなり、ベントサイクルの開始時にオフになります。両方の MSD ゾーンがオフであっても、大気開放または真空排気中は、報告される設定値は変化しません。

MSD の温度と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で追加できます。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 [**機器コントロール (Instrument Control)**] **画面**で、[**機器 (Instrument)**] メニューから [**モニタの編集 (Edit Monitors)**] を選択して、[**モニタ選択 (Select Monitors)**] ダイアログを表示します。

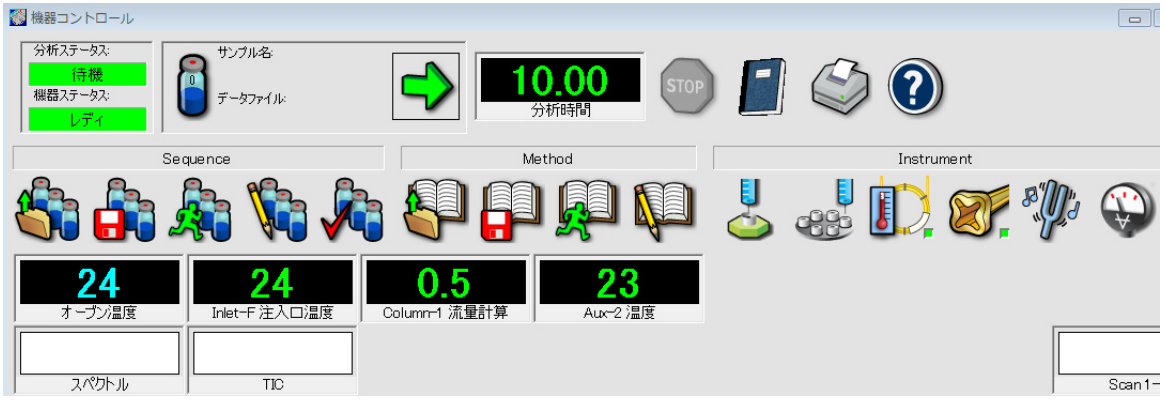


2 [**使用可能なモニタ (Available Monitors)**] 列で、モニタを選択し、[**追加 (Add)**] ボタンをクリックして、選択したモニタを [**選択されたモニタ (Selected**

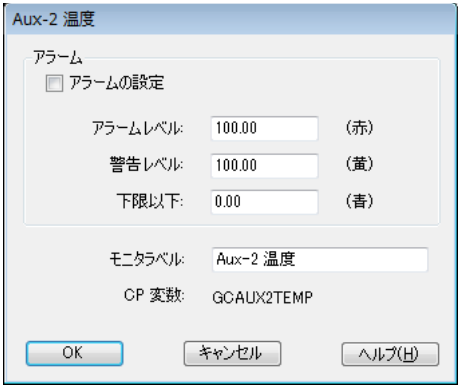
Monitors)] 列に移動します。追加する他のモニタに対して上の手順を繰り返します。

3 **[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。

4 **[ウィンドウ (Window)] > [モニタの整列 (Arrange Monitors)]** を選択するか、各モニタをクリックして目的の位置までドラッグします。



5 モニタのアラームを設定するには、[機器コントロール (Instrument Control)] 画面に表示されているモニタをダブルクリックして、そのモニタのアラーム設定ダイアログを開きます。



a [**アラームの設定 (Set Alarm)**] チェックボックスをオンにします。

b [**警告レベル (Warning Level)**]、[**アラームレベル (Alarm Level)**]、[**最小値未満 (Below Minimum)**] を適切な値に設定します。

c デフォルトのラベルが適切でない場合は、[**モニタラベル (Monitor Label)**] フィールドに説明のテキストを入力します。

d [**OK**] をクリックして、モニタのアラーム設定を終了します。

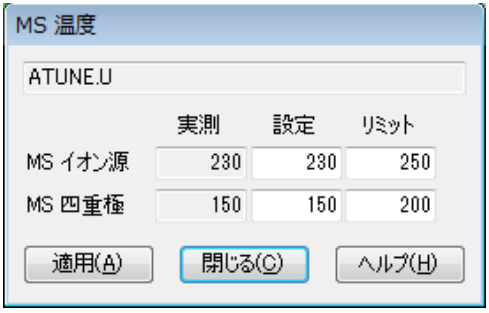
6 新しい設定をメソッドの一部とするために、メソッドを保存します。

機器コントロール (Instrument Control)] 画面からアナライザ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。メソッドがロードされると、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 [**MS 温度 (MS Temperatures)**] を選択します。



2 [**設定 (Setpoint)**] フィールドと [**リミット (Limit)**] フィールドに [**MS イオン源 (MS Source)**] と [**MS 四重極 (MS Quad)**] (マスフィルタ) の温度を入力します。

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

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。

注意　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。

3 新しい温度パラメータを現在読み込まれているチューニングファイルに送信し、これらのパラメータを MSD にダウンロードするには、[**適用 (Apply)**] をクリックします。

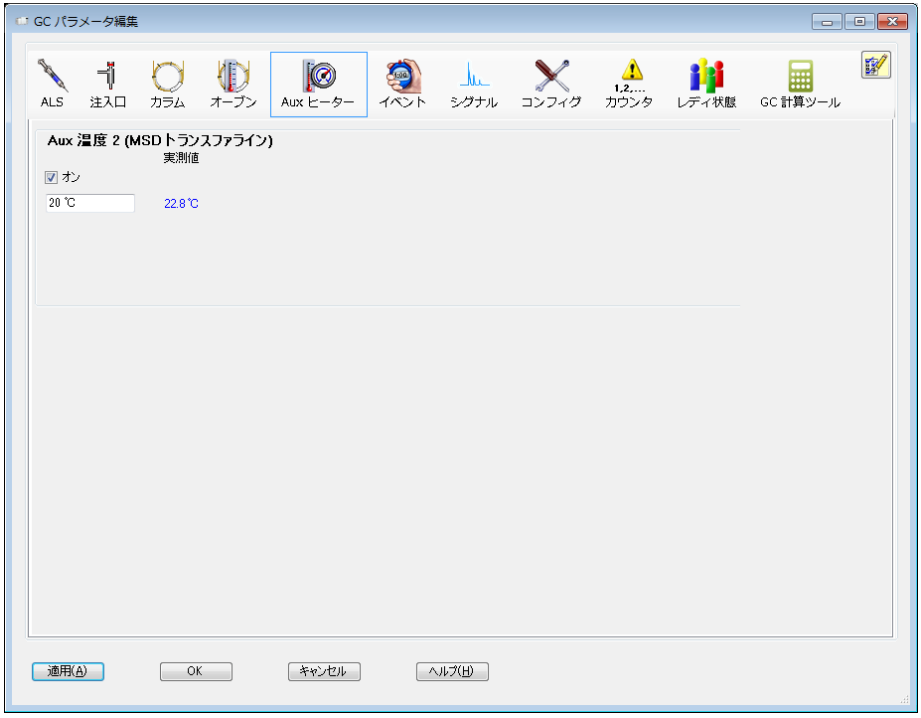
4 [**閉じる (Close)**] をクリックしてダイアログを終了します。パラメータが変更されている場合は、[**MS チューニングファイル保存 (Save MS Tune File)**] ダイアログが表示されます。[**OK**] をクリックして変更を同じファイルに保存するか、新しいファイル名を入力して [**OK**] をクリックします。すべてのパラメータに対する編集を破棄するには、[**キャンセル (Cancel)**] をクリックします。

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

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 [**Aux ヒーター (Aux Heater)**] アイコンをクリックしてインターフェイスの温度を編集します。



3 [**ON (On)**] を選択してヒーターをオンにし、[**値℃ (Value °C)**] 列に設定を入力します。

代表的な設定は 280 ℃です。リミットは 0 ℃と 350 ℃です。室温より低い設定を入力すると、インターフェイスヒーターがオフになります。

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 インターフェイスまたは GC オーブンを加熱してください。

GC/MSD インターフェイスの温度を設定する際には、カラムの最大温度を決して超えないようにしてください。

4 **[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。

5 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。

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G3397B Microイオン真空ゲージが必要です。

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。水素キャリアガスでMSDを作動させる前に、「水素使用時の注意事項」をお読みください。

手順

1 MSD を開始し、真空排気します（94 ページの「MSD を EI モードで真空排気するには」）。

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 [**パラメータ (Parameters)**] メニューから [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] を選択して、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを表示します。

4 [**値 (Values)**] タブを選択して、高真空値を表示します。



EI モードでの動作圧力に最も影響が大きいのは、キャリアガス（カラム）流量です。表 13 に、ヘリウムキャリアガス流量のさまざまな値に対応する代表的な圧力を示します。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　イオン真空ゲージ値

カラム流量（mL/分）	オプションゲージ値（Torr）拡張ターボポンプ	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	2.18E–05	34.7
0.7	4.42E–06	2.59E–05	39.4
1	6.26E–06	3.66E–05	52.86
1.2	7.33E–06	4.46E–05	60.866
2	1.24E–05	7.33E–05	91.784
3	1.86E–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、MassHunter データ測定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。

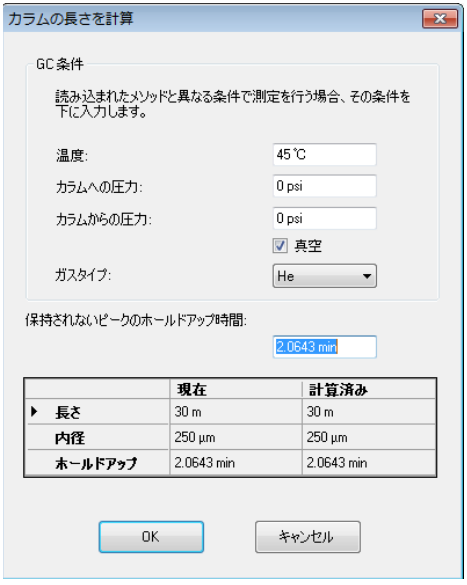
[機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、この真空値を表示するように MS モニタをセットアップできます。真空の状態についても、LCP または [マニュアルチューニング] 画面で読み取ることができます。

カラム流量/線速度をキャリブレーションするには

キャピラリカラムを MS で使用する前に、キャリブレーションを行う必要があります。

手順

1. データ測定をスプリットレスマニュアル注入に設定し、*m/z* 28 をモニタするリアルタイムプロットをセットアップします。
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記録します。
5. [**機器コントロール (Instrument Control)**] 画面で、[**機器 (Instrument)**] メニューから [**GC パラメータ (GC Parameters)**] を選択します。
6. [**コンフィグレーション (Configuration)**] タブを選択し、[**カラム (Columns)**] タブを選択します。
7. 取り付けられているカラムをテーブルから選択します。
8. [**キャリブレーション (Calibrate)**] ボタンをクリックして、[**カラムのキャリブレーション (Calibrate Column)**] ダイアログを表示します。
9. [**保持されていないピークのホールドアップ時間が既知の場合 (If unretained peak holdup time is known)**] セクションで [**長さの計算 (Calc Length)**] ボタンをクリックして、[**カラム長さの計算 (Calculate Column Length)**] ダイアログを表示します。



10 表示されているパラメータ（温度、注入口および出口圧力、ガスタイプ）が、ホールドアップ時間を求めるメソッドで使用されているものであることを確認します。メソッドで使用されているパラメータと異なるものがあれば、変更します。

11 記録したリテンションタイムを［**ホールドアップ時間 (Holdup Time)**］フィールドに入力します。カーソルを別のパラメータのフィールドに移動すると、キャリブレーションされたカラム長さが表示されます。

12 ［**OK**］をクリックして変更を保存し、ダイアログを終了します。

13 ［**カラムのキャリブレーション (Calibrate Columns)**］ダイアログで［**OK**］をクリックして、キャリブレーションを保存します。

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。

平均線速度の計算

$$\text{平均線速度（cm/s）} = \frac{100\ L}{t}$$

各変数の値は以下のとおりです。

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）

流量の計算

$$\text{流量（mL/分）} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

各変数の値は以下のとおりです。

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）

MSD を EI モードで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、MassHunter 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。51 ページの「LCPからMSDを操作する」を参照してください。

手順

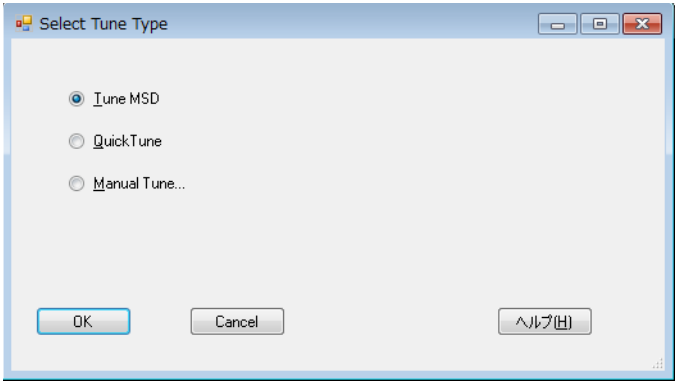
1 データ測定に使用するメソッドを読み込みます。

2 [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タイトルバーに表示されていることを確認します。多くの場合、**オートチューニング**（ATUNE.U）で最良の結果が得られます。**標準チューニング**（STUNE.U）は感度が低下する可能性があるのでお勧めしません。

3 別のチューニングファイルを選択するには、[**機器 (Instrument)**] メニューで [**MS チューニングファイル (MS Tune File)**] を選択して、[**チューニングファイル選択 (Select Tune File)**] ダイアログを表示します。[**設定 (Settings)**] 領域に、選択したチューニングファイルの重要なパラメータが表示されます。

   チューニングファイルは、アナライザのイオン源のタイプと一致する必要があります。EI イオン源を使用する場合、EI イオン源用に作成されたチューニングファイルを選択します。

4 [**MS チューニング (MS Tune)**] アイコンをクリックして、[**チューニングタイプ選択 (Select Tune Type)**] ダイアログを表示します。



5 [**MSDのチューニング (Tune MSD)**] を選択して、オート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。

6 [**OK**] をクリックしてこのダイアログを閉じ、チューニングを開始します。MSD の温度が安定していない場合、お待ちくださいというメッセージが表示されますが、無視する場合は [**無視 (Override)**] をクリックします。

7 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。

8 チューニング結果を評価するには、[**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。

チューニング結果の履歴を表示するには、[機器コントロール (Instrument Control)] 画面で **[チェックアウト (Checkout)] > [前のチューニングの表示 ...(View Previous Tunes...)]** をクリックします。

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、[**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。チューニングに関するさらに詳しい情報については、MassHunter データ測定ソフトウェアに添付のマニュアルと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/min 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 (Evaluation Tune)**] を選択します。

ソフトウェアが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」 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。[**アラート (Alert)**] ダイアログが表示され、OFN_SN メソッドを変換することと、ALS のコンフィグレーション時にバイアル 1 に OFN サンプルを置くことについて注意を促します。

3 必要な場合、お使いのハードウェアでこのメソッドを変換し、バイアル 1 位置にサンプルを置きます。

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。

高質量テストを実行するには（5975 シリーズ MSD）

必要な材料

- PFHT キャリブレーションサンプル（5188-5357）

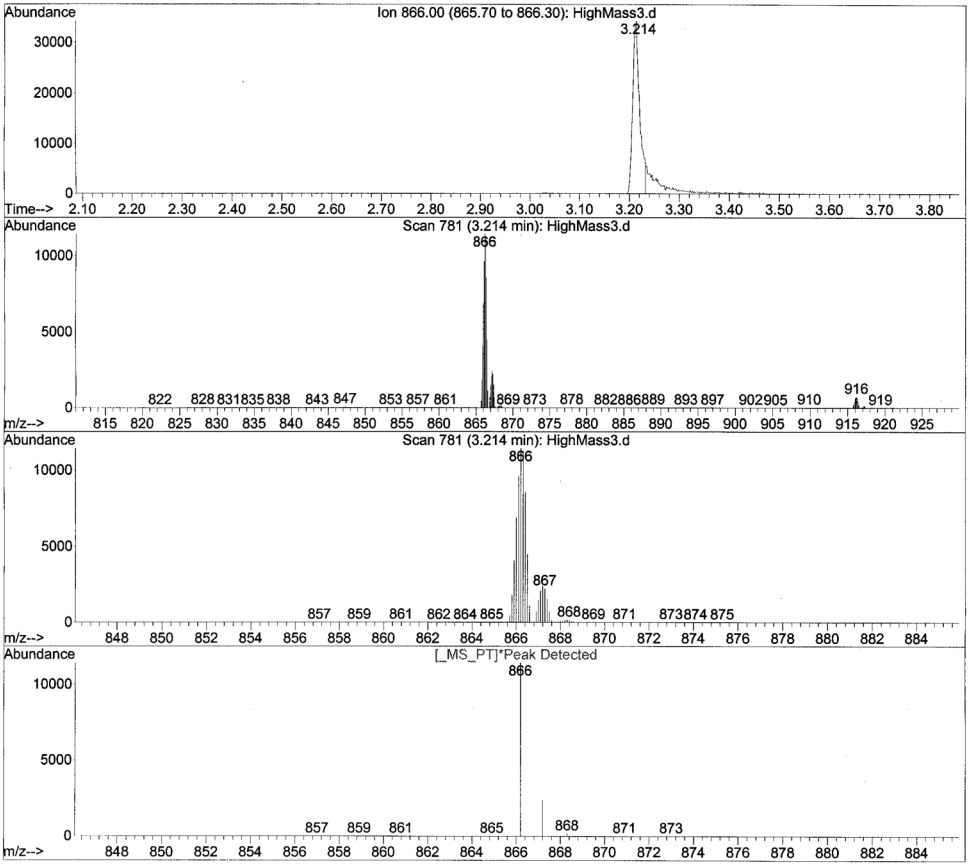
手順

1. チューニングファイルATUNE.Uをロードし、MSDをオートチューニングします。76 ページの「MSD を EI モードでチューニングするには」を参照してください。
2. 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。
3. メソッドを更新して保存します。
4. バイアルに PFHT キャリブレーションサンプルを充填して、位置 2 に置きます。
5. [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 [**高質量チェック (High Mass Check)**] を選択します。
6. 画面上の指示に従います。
7. 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 13 PFHT 高質量レポート

結果は、高質量に対して AMU オフセットを調整するための推奨される量を表します。結果と目標量の差が 5 単位以内ならば、調整を行う必要はありません。

調整

1 ATUNE.Uがロードさ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)**] を選択して、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログを表示します。

3 [**ダイナミック (Dynamic)**] タブをクリックし、[**AMU オフセット (Amu Offset)**] サブタブをクリックします。

4 [**このレンズを有効にする (Enable This Lens)**] チェックボックスをオンにします。

5 推奨されるダイナミックオフセット [**電圧（V) (Voltage (V))**] を入力し、[**OK**] をクリックします。

6 [**保存 (Save)**] をクリックして、この高質量用のダイナミック [**AMU オフセット (Amu Offset)**] を保存します。

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。

ATUNE.U が実行されると常に、入力されたダイナミック [**AMU オフセット (Amu Offset)**] が上書きされます。このため、チューニングの名前を変更して保存して下さい。

7 [**終了 (Done)**] をクリックして、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを閉じます。

8 PFHT.M を読み込み、保存したチューニングファイルを読み込み、メソッドを保存します。

9 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ありません。

MSD カバーを取り外す

準備するもの

- ドライバ、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 14 ）。

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。**

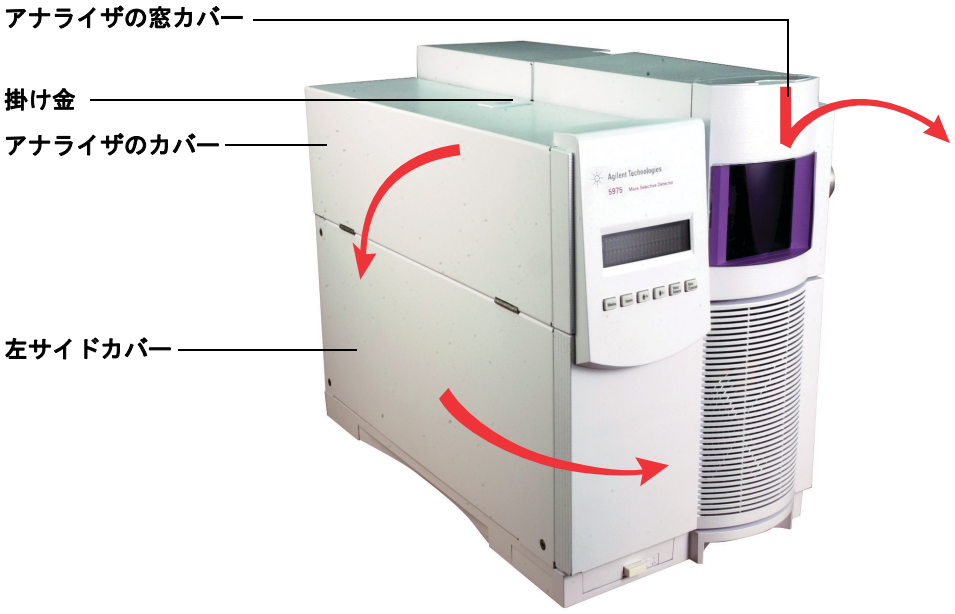


図 14　カバーの取り外し

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 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[**機器 (Instrument)**] メニューから [**GC パラメータ (GC Parameters)**] を選択して、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログを表示します。[**オーブン (Oven)**] を選択し、オーブン温度を室温に設定します。さらに、[**オーブン、Thermal Aux（MSD トランスファライン）、注入口 (Oven, Thermal Aux (MSD Transfer line, and Inlet)**] を選択して、これらの温度を室温に設定します。[**OK**] をクリックしてダイアログを閉じ、この温度を GC に送信します。

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)**] を選択して、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログを表示します。

3 [**値 (Values)**] タブを選択し、MS イオン源と MS 四重極の温度を室温に設定し、[**適用 (Apply)**] をクリックしてこれらの設定を MSD にダウンロードします。



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。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、「水素使用時の注意事項」をお読みください。**

注意　カラムの損傷を防ぐため、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。

4 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログで、[**真空制御 (Vacuum Control)**] タブを選択します。



5 アナライザのウィンドウカバーを取り外します（82 ページの「MSDカバーを取り外す」を参照してください）。

6 [**ベント (Vent)**] をクリックして、MSD の自動シャットダウンを開始します。表示された指示に従います。

7 指示が表示されてから、ベントバルブつまみを 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。

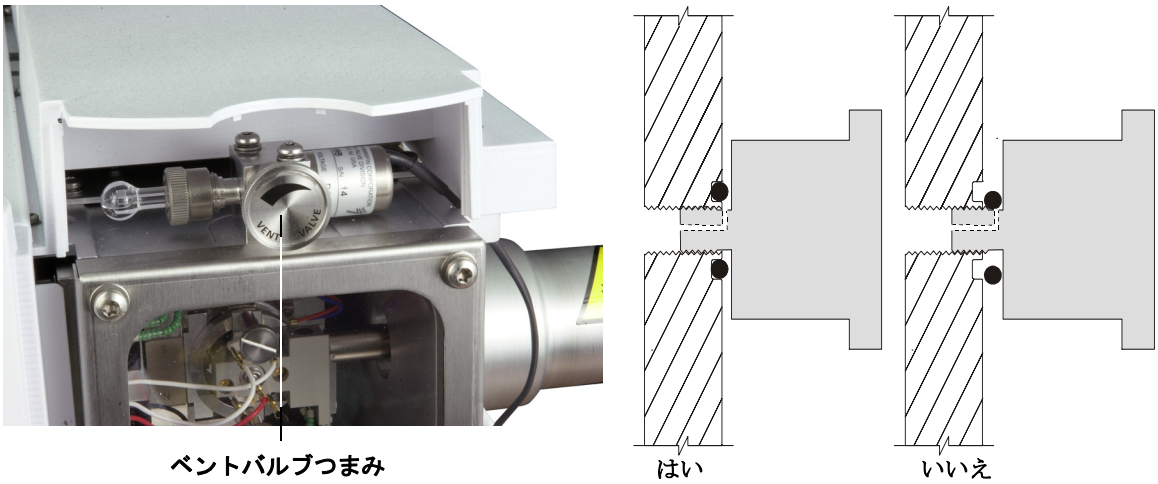


図 15 MSD を大気開放する

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。真空排気の前に、必ずつまみを締め直してください。

アナライザを開ける

準備するもの

- 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（9300-0970）

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（137 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 を大気開放します（84 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 16 ）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

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 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。

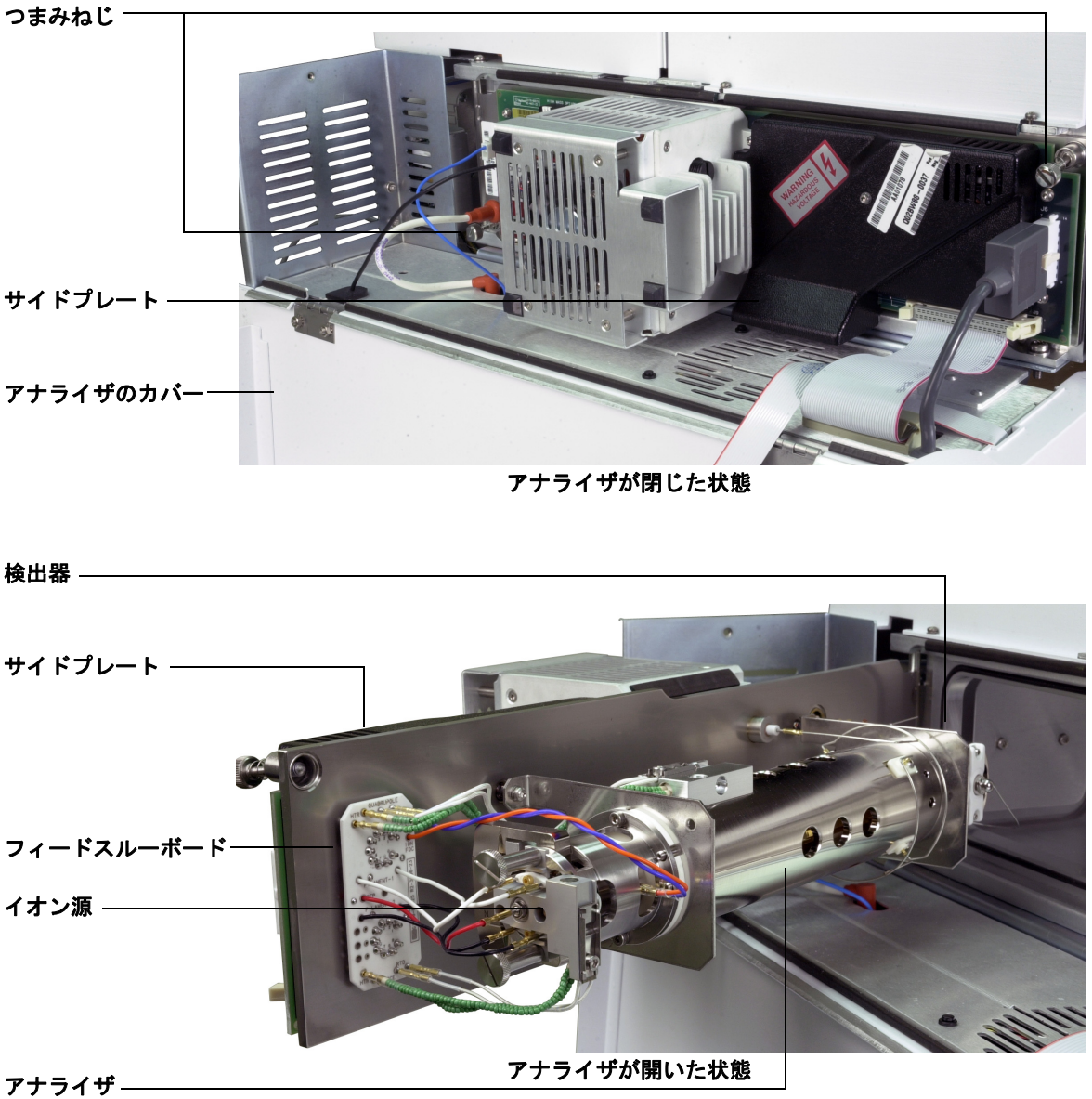

つまみねじ
サイドプレート
アナライザのカバー
アナライザが閉じた状態
検出器
サイドプレート
フィードスルーボード
イオン源
アナライザ
アナライザが開いた状態

図 16 アナライザ

アナライザを閉める

準備するもの

- 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機器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 17 と図 18 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

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）

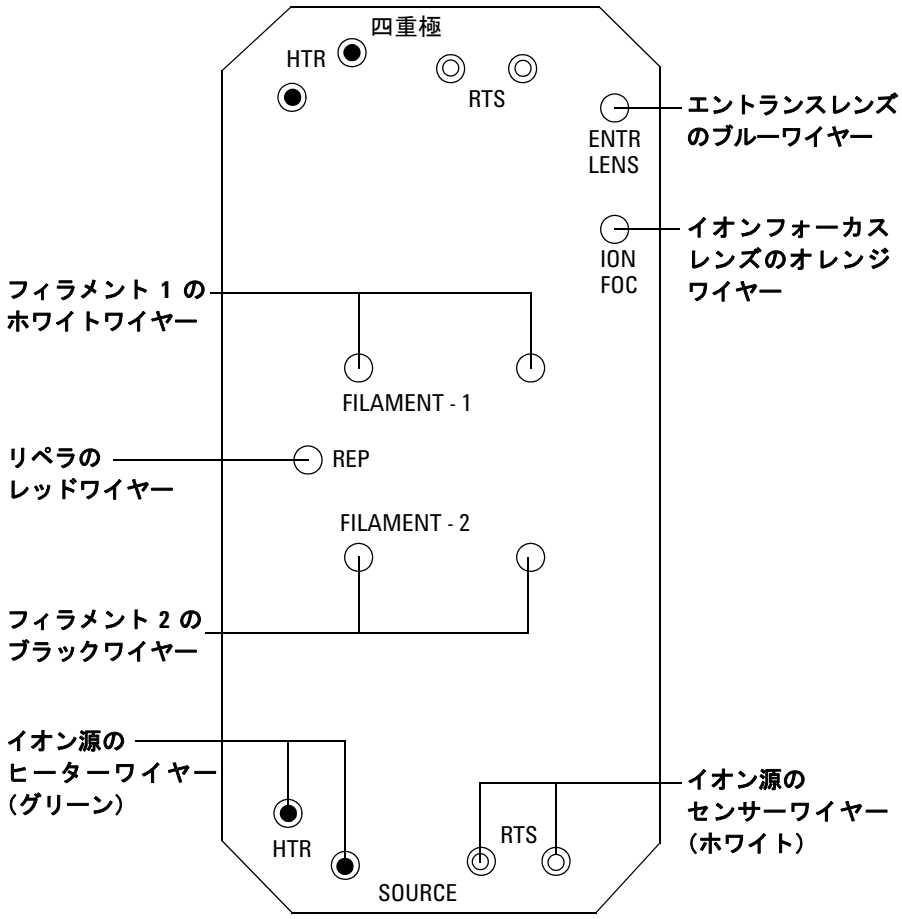


図 17　フィードスルーボード配線

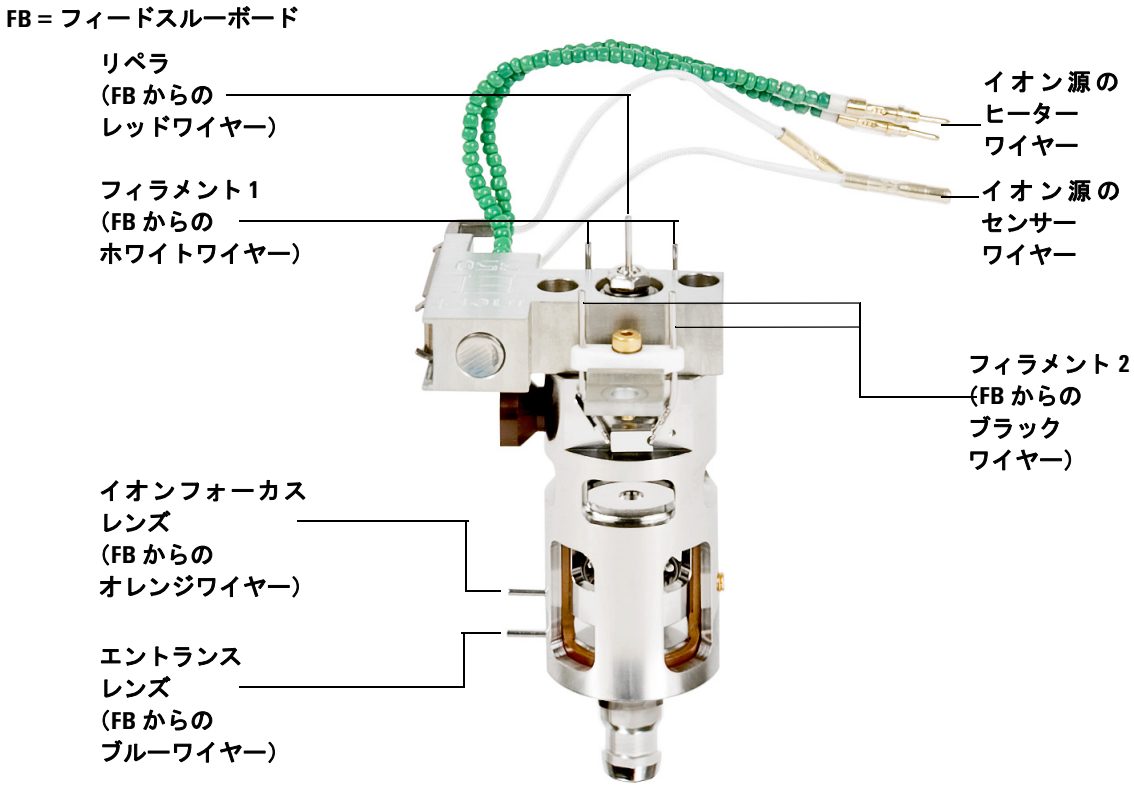


図 18 イオン源の配線

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 高真空グリースが「**ごく薄く**」塗布されてい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 シリーズ MSD トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』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 (94 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 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 EI モードで真空排気するには

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。51 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、この章の導入部（58 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。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、「水素使用時の注意事項」をお読みください。

手順

1 アナライザのウィンドウカバーを取り外します（82 ページの「MSDカバーを取り外す」を参照してください）。



2 ベントバルブのつまみを時計回りに回してベントバルブを閉じます。

3 MSD電源コードを差し込みます。

4 MSD の前面にある電源オンボタンを押します。

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**の空気漏れがあります。

6 MassHunter データ測定プログラムを開始します。

7 [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)**] を選択して、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログを表示します。

8 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログで、[**真空制御 (Vacuum Control)**] タブを選択します。



9 [**真空 (Vacuum)**] タブで [**真空排気 (Pump Down)**] を選択し、システムのプロンプトに従います。

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。

10 指示が表示されてから、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。

イオン源およびマスフィルタ（四重極）ヒーターがオンになります。温度設定は現在のオートチューニングファイル (*.u) に保存されます。

11 **「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

準備するもの

- 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（84 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 シリーズ MSD トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』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（82 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 19）。

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 程度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。

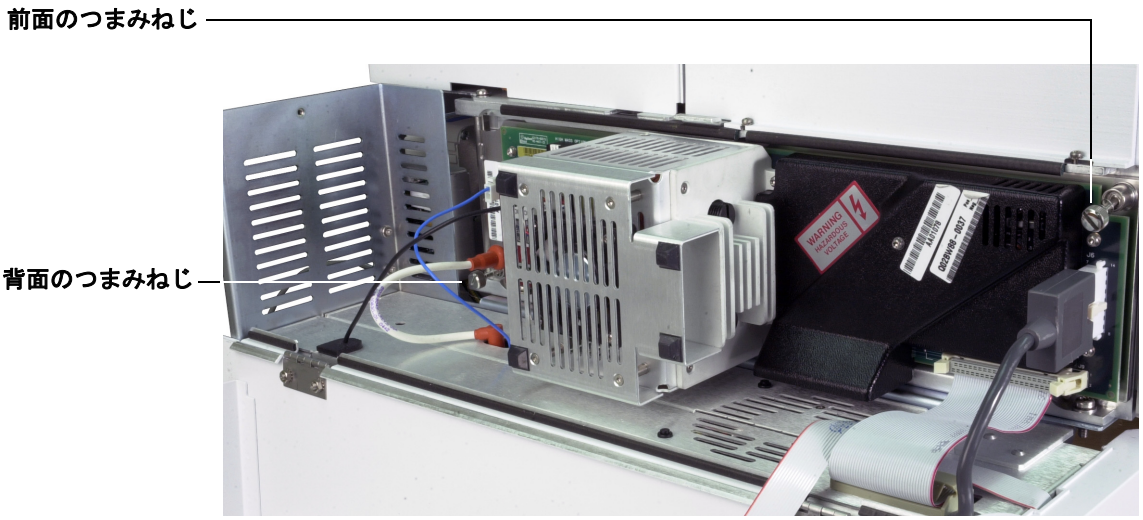


図 19 サイドプレートのつまみねじ

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

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、Thermal 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] メニューの **[保存]** 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。

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　102
CI GC/MSD インターフェイス　103
CI MSD を操作する　105
EI イオン源から CI イオン源に切り換える　106
MSD を CI モードで真空排気するには　107
CI モード操作で使用するためにソフトウェアを設定するには　108
薬ガス流量制御モジュールを動作させるには　110
メタン試薬ガス流量を設定するには　114
他の試薬ガスを使用する　117
EI イオン源から CI イオン源に切り換える　121
CI オートチューニング　122
PCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガスのみ）　124
NCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガス）　126
PCI 性能を検証する　128
NCI 性能を検証する　129
高真空圧をモニタする　130

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フローの設定方法と CI オートチューニングの実行の手順が含まれています。オートチューニングはメタン試薬ガスを使用するポジティブ CI（PCI）と任意の試薬ガスを使用するネガティブ CI（NCI）があります。

一般的なガイドライン

- 常に最高純度のメタン（該当する場合はその他の試薬ガスも）を使用する。メタンの純度は少なくとも 99.9995% である必要があります。
- 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。「システム性能を検証するには」を参照してください。
- 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 20）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ボルトで固定され、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 の側面からオーブンに達します。この部分はねじ山状になっていて、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ています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ～ 2 mm 出た状態でイオン化室に達しています。

試薬ガスはインターフェイスに配管されています。インターフェイスアセンブリの先端はイオン化室に達しています。インターフェイスチップシールは、試薬ガスが先端から漏れないようにするものです。試薬ガスはインターフェイス本体に入り、イオン源のキャリアガスとサンプルに混合されます。

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、制御されます。インターフェイス温度は MassHunter データ測定ソフトウェア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）が常に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 ℃～ 350 ℃の範囲内で動作させています。この条件下では、インターフェイス温度が GC の最高オーブン温度より若干高温であることが必要ですが、「**絶対に**」カラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

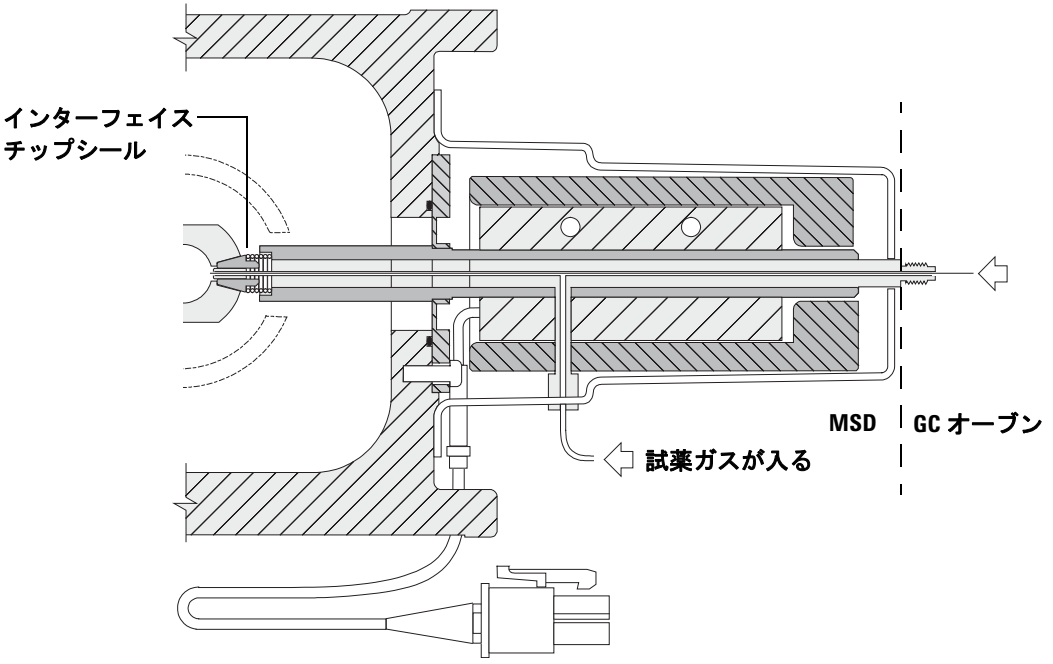
関連項目

「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」

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 20 CI GC/MSD インターフェイス

CI MSD を操作する

MSD を CI モードで動作させるのは、EI モードより複雑です。チューニング後、ガスフロー、イオン源温度（表 15）、および電子エネルギーを特定の対象化合物に合わせて最適化する必要がある場合があります。

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

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

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。84 ページを参照してください。

2 アナライザを開きます。

3 EI イオン源を取り外します。142 ページを参照してください。

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 イオン源を取り付けます。162 ページを参照してください。

5 インターフェイスチップシールを取り付けます。163 ページを参照してください。

6 アナライザを閉じます。

7 MSD を真空排気します。107 ページを参照してください。

MSD を CI モードで真空排気するには

この手順では、システムが安定した後で最終的にメタンを使用して PCI チューニングすることを前提としています。

手順

1 EIモードの説明に従います。94 ページの「MSD を EI モードで真空排気するには」を参照してください。

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 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログボックスで、[**値 (Values)**] タブをクリックして、圧力が減少していることをモニタします（高真空ゲージオプションがインストールされている場合）。

3 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログボックスで、[**CI ガス (CI Gas)**] タブをクリックし、[**バルブ設定 (Valve Settings)**] 領域で、[**ガスバルブ A (Gas Valve A)**]、[**ガスバルブ B (Gas Valve B)**]、[**シャットオフバルブ (ShutOff Valve)**] を閉じます。

4 **PCICH4.U** が読み込まれていることを（[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログの左上で）確認し、[**値 (Values)**] タブをクリックして温度設定を確定します。

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 ℃ に設定します。

6 **ガス A（メタン）**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ためにソフトウェアを設定するには

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

手順

1 [**チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)**] 画面で、[**ファイル (File)**] メニューから [**チューニングパラメータの読み込み (Load Tune Parameters)**] を選択して、チューニングファイル **PCICH4.U** を読み込みます。

2 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 16 を参照してください。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 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

表 16 への注記：

- **N/A** 使用不可。メタン以外の試薬ガスでは、PCI モード 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。

- **アバンダンスターゲット** 必要なシグナルアバンダンスを得るために高低を調整します。シグナルアバンダンスを高くすると、ノイズアバンダンスも高くなります。これは、メソッドで EMV を設定してデータ測定に合わせて調整されます。
- **ピーク幅ターゲット** ピーク幅値を高くすると感度が高くなり、値を低くすると分解能が向上します。
- **最大放出電流** NCI の最適な最大放出電流は化合物によって大きく左右され、実験的に選択する必要があります。たとえば、農薬に最適な放出電流は約 200 µA になります。

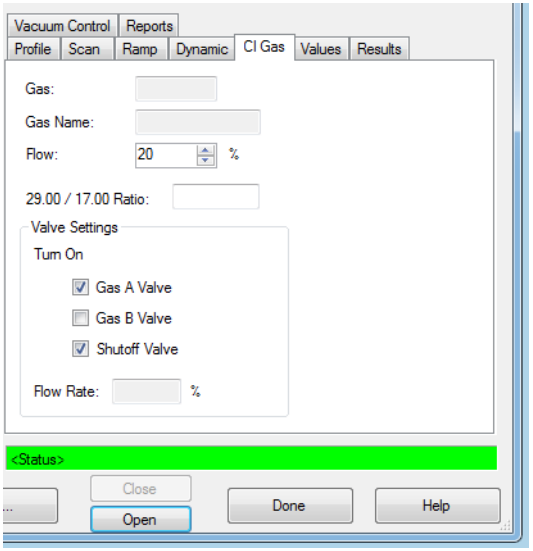
薬ガス流量制御モジュールを動作させるには

注意 システムを EI モードから CI モードに切り替えた後、または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、MS を少なくとも 2 時間は焼き出しする必要があります。

注意 MS に空気漏れや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**著しく**汚染されます。その場合、**MS を大気開放し、イオン源をクリーニングする**必要があります。

手順

1 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログで、[**CI ガス (CI Gas)**] タブをクリックして、CI ガス流量制御のためのパラメータ設定にアクセスします。



2 [**バルブ設定 (Valve Settings)**] 領域で、現在のチューニングファイルで使用する**試薬ガス**を選択します。[**ガス A バルブ (Gas A Valve)**] または [**ガス B バルブ (Gas B Valve)**] を選択すると、ガスバルブ **A** または **B** が [**ガス (Gas)**] フィールドに表示され、ガス名が [**ガスの名前 (Gas Name)**] フィールドに表示されます。

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。

3 試薬ガス流量の設定を [**流量 (Flow)**] フィールドに入力します。この値は、最大流量に対するパーセントで入力します。推奨される流量は、PCI モードの場合 20 %、NCI モードの場合 40 % です。

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。

4 試薬ガスの流入を開始するには、[**シャットオフバルブ (Shutoff Valve)**] を選択します。

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（図 21 ）を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。

フローコントロールモジュール

CI 試薬ガスフローコントロールモジュール（図 21 および表 17 ）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。フローモジュールは、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、制御電子機器、配管で構成されます。

バックパネルには、メタン（**CH4**）ともう 1 つの**他の**試薬ガスの Swagelok 注入口フィッティングがあります。ソフトウェアではこれらをそれぞれ、**ガス A** および**ガス B** と呼びます。2 つめの試薬ガスを使用しない場合、**他の**フィッティングに蓋をしてアナライザに間違って空気が入らないようにします。試薬ガスは 25 ～ 30 psi（170 ～ 205 kPa）で供給します。

シャットオフバルブは、MSD のベント中に大気によって、または EI 操作時に PFTBA によってフローコントロールモジュールが汚染されるのを防ぎます。MSD モニタでは**オン**を **1**、**オフ**を **0**（表 17 を参照）として示します。

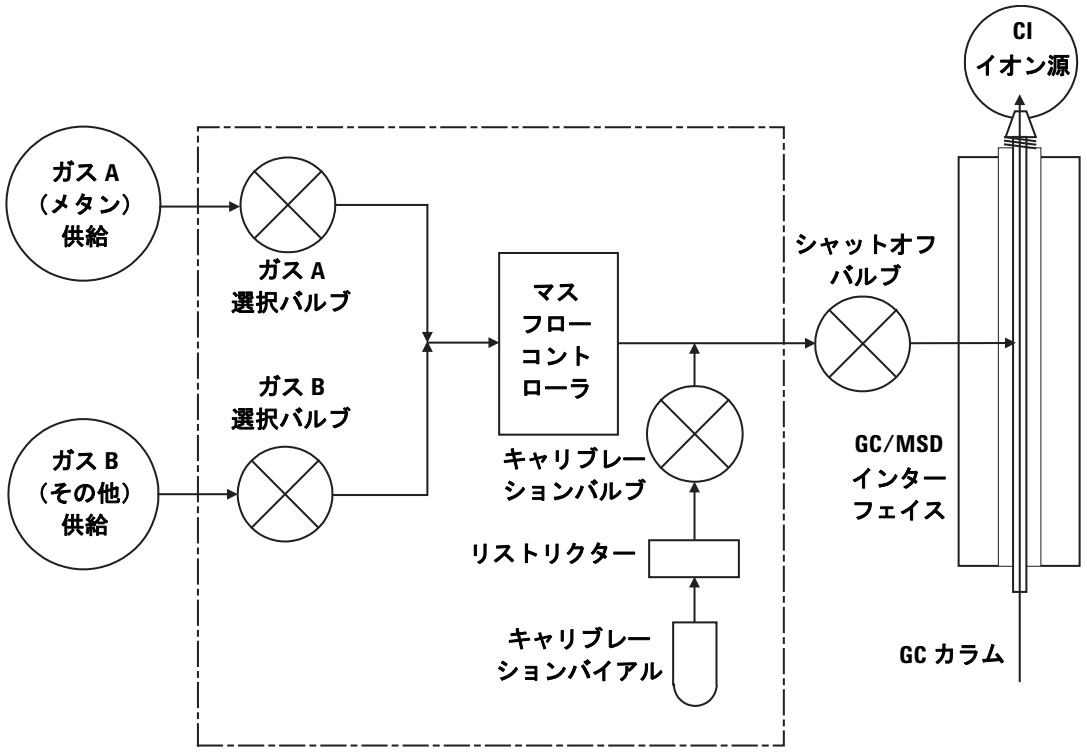


図 21 試薬ガスフローコントロールモジュール図

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

開と**閉**の状態は、それぞれ **1** および **0** としてモニタに示されます。

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、流量制御を設定する、試薬ガスイオンをプレチューニングする、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 段階で行われます。

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。

手順

1 EI イオン源を使用して、標準オートチューニングを実行し、レポートを保存し、レポートされた圧力を記録します。76 ページの「MSD を EI モードでチューニングするには」を参照してください。

2 システムを大気開放します。63 ページの「MSDを大気開放する」を参照してください。

3 CI イオン源を取り付けます。162 ページの「CIイオン源を取り付ける」を参照してください。

4 システムを真空排気します。107 ページの「MSD を CI モードで真空排気するには」を参照してください。

5 圧力が EI オートチューニングの前に記録した値に近づくまで待ちます。130 ページの「高真空圧をモニタする」を参照してください。

6 [マニュアルチューニング (Manual Tune)] 画面の [**実行 (Execute)**] メニューから [**MSD の焼きだし (Bake out MSD)**] を選択して、[**焼きだしパラメータの設定 (Specify Bake Out parameters)**] ダイアログを表示します。最小時間を 2 時間に設定し、その他のパラメータを調整し、[**OK**] をクリックして焼き出しを開始します。

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。

MSD に空気漏れや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、イオン源が著しく汚染されます。その場合、MSD を大気開放し、イオン源をクリーニングする必要があります。

7 [設定 (Setup)] メニューで [**メタンプレチューニング (Methane Pretune)**] を選択し、システムのプロンプトに従います。詳細については、MassHunter オンラインヘルプを参照してください。

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 のモニタに最適となるように機器をチューニングします。

8 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。

- *m/z* 32 に確認できるピークが存在しないことが必要です。ここにピークがある場合、空気漏れが起きています。漏れを解決してから先に進んでください。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）のピークが *m/z* 17 のピークの 50 % 未満であることを確認します。

9 指示が表示されてから、[**OK**] をクリックして、メタン流量調整を実行します。

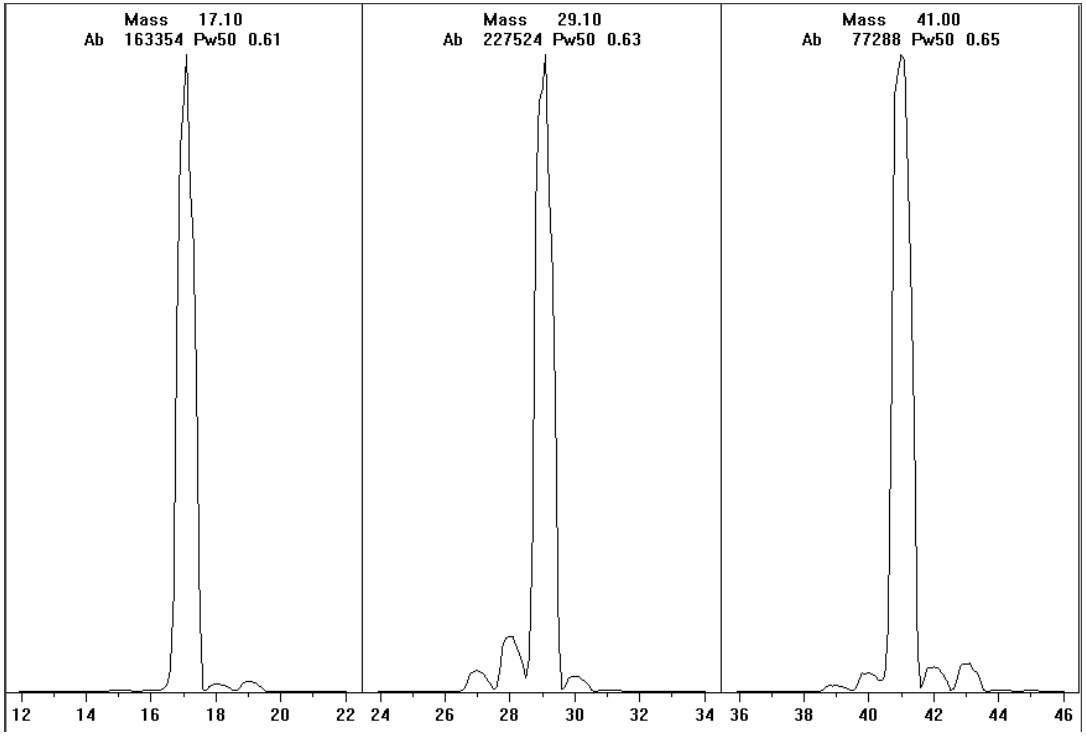


図 22　試薬イオンスキャン

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

このセクションでは、試薬ガスとしてのイソブタンまたはアンモニアの使用について説明します。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。

試薬ガスをメタンからイソブタンまたはアンモニアに変えると、イオン化プロセスの化学的性質を変え、異なるイオンを生成します。発生する主な化学イオン化反応については、Appendix A, “ 化学イオン化の理論に概要を説明します。化学イオン化の操作経験がない場合、開始する前にこの箇所を確認することを推奨します。

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 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

イソブタン（C_4H_{10}）は、化学イオン化スペクトルでフラグメンテーションを少なくする必要がある場合の化学イオン化に一般的に使用されます。これは、イソブタンのプロトン親和力がメタンのプロトン親和力より高いので、イオン化反応でのエネルギー移動が小さいためです。

付加と陽子移動は、イソブタンに通常付随するイオン化メカニズムです。サンプル自体が優位となるメカニズムを左右します。

アンモニア CI

アンモニア（NH_3）は、化学イオン化スペクトルでフラグメンテーションを少なくする必要がある場合の化学イオン化に一般的に使用されます。これは、アンモニアのプロトン親和力がメタンのプロトン親和力より高いので、イオン化反応でのエネルギー移動が小さいためです。

多数の対象化合物には十分なプロトン親和力がないため、NH_4^+ の付加からアンモニア化学イオン化スペクトルが発生し、場合によってはその後水を失うことがあります。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 $NH_4(NH_3)_2^+$ に対応する *m/z* 18、35、52 の主要イオンを持ちます。

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] 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] メニューで、**[CI チューニングウィザード]** を選択し、プロンプトが表示されたら **[イソブタン]** または **[アンモニア]** 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]** 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場合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] メニューの **[イソブタン**（または**アンモニア**）**流量調整]** 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ロードします。

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。

アンモニアは真空ポンプ液とシールを破損する傾向にあります。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 シリーズ MSD トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』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 試薬ガスとしては、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% のメタンの混合物がよく使用されます。この混合物内のアンモニアは、悪影響を最小に止めながら、良好な化学イオン化を得るのに十分な量です。

二酸化炭素 CI

二酸化炭素は CI の試薬ガスとして頻繁に使用されます。二酸化炭素には入手可能性と安全性という明らかな利点があります。

EI イオン源から CI イオン源に切り換える

手順

1 [チューニングと真空制御] 画面から、MSD をベントします。84 ページを参照してください。ソフトウェアから適切な操作を行うための指示が表示されます。

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。163 ページを参照してください。

4 CI イオン源を取り外します。162 ページを参照してください。

5 EI イオン源を取り付けます。144 ページを参照してください。

6 イオン源の収納箱に CI イオン源とインターフェイスチップシールを置きます。

7 MSD を真空排気します。94 ページを参照してください。

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。137 ページを参照してください。

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 19 ）。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）がキャリブラントとして使用されます。真空室全体をあふれさせるのではなく、PFDTD はガスフローコントロールモジュールを使用して GC/MSD インターフェイスから直接イオン化室に流入されます。

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。

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。

チューニングには実行条件はありません。CI オートチューニングが完了する場合、問題は生じません。

ただし、2600 V 以上での EMVolts（エレクトロンマルチプライア電圧）では問題が示されます。メソッドで EMVolts を +400 に設定する必要がある場合は、データ測定に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。78 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。78 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 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。78 ページを参照してください。

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）をロードします。

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。114 ページを参照してください。

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

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。

チューニングには実行条件はありません。オートチューニングが完了すると、合格です（図 23 ）。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。

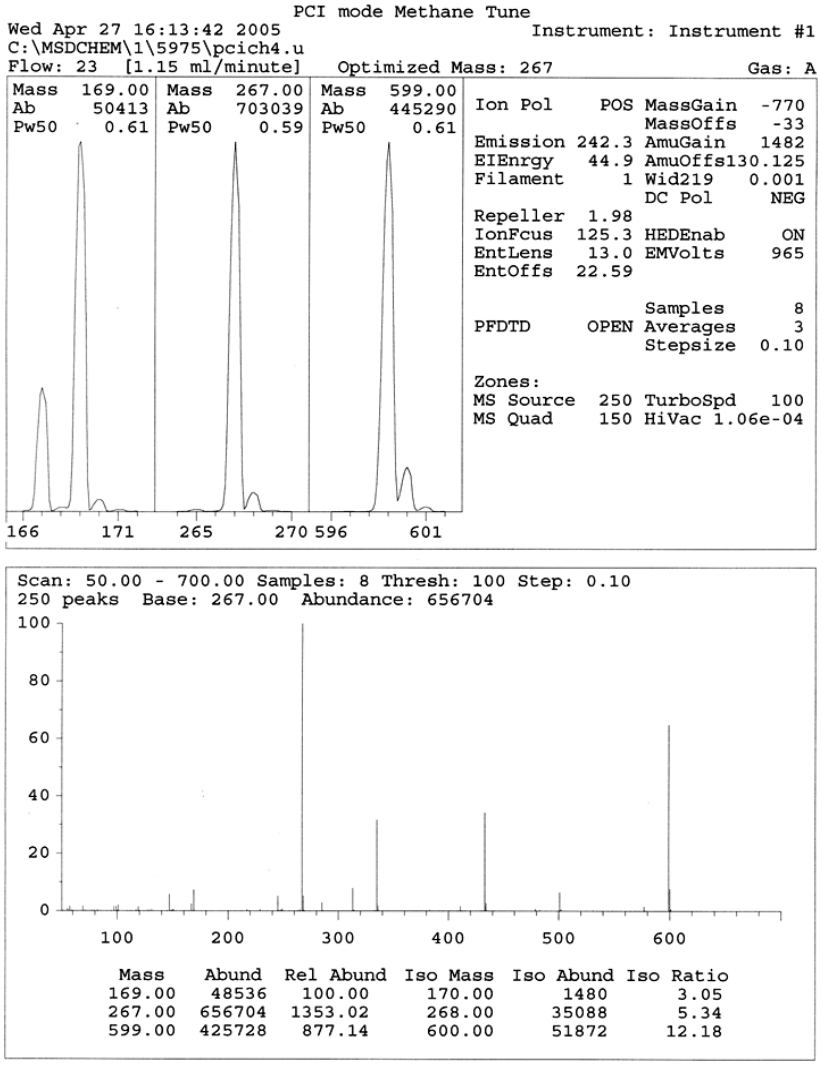


図 23　PCI オートチューニング

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。78 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 [チューニングと真空制御] 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）をロードします。

2 [設定] メニューから、**[CI チューニングウィザード]** 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] メニューで、**[CI オートチューニング]** をクリックします。

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 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が完了すると、合格です（図 24 ）。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。

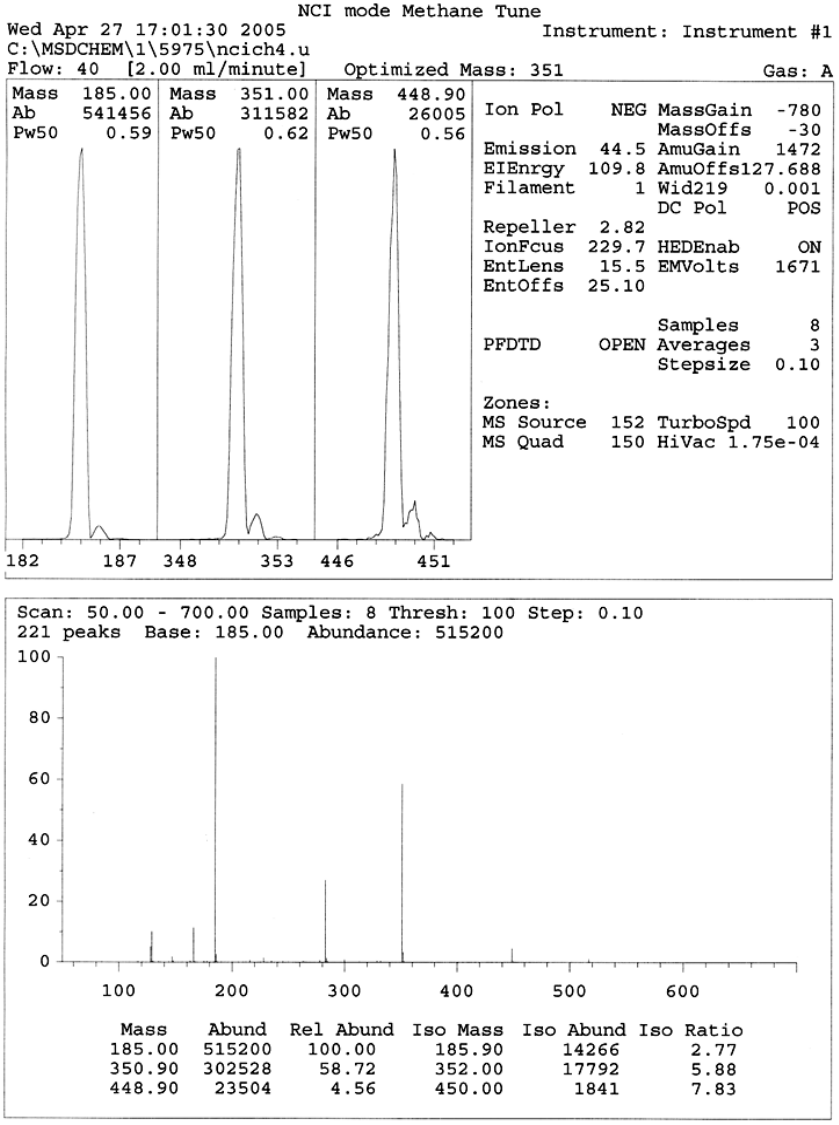


図 24　NCI オートチューニング

PCI 性能を検証する

準備するもの

- ベンゾフェノン、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。78 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 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ロードされていることを確認します。
3. **[ガス 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] 画面で CI 設定を実行してください。122 ページを参照してください。
5. CI オートチューニングを実行してください。122 ページを参照してください。
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

この手順は EI/PCI/NCI MSD のみに有効です。

準備するもの

- 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。78 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 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ロードし、温度設定値を受け入れます。
3. **[ガス 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] 画面で CI オートチューニングを実行します。126 ページを参照してください。

   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 2 µL 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

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。「水素使用時の注意事項」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。107 ページを参照してください。

2 [チューニングと真空制御] 画面で、[真空制御] メニューから **[真空ゲージのオン / オフ]** を選択します。

3 [機器コントロール] 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] 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 20 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 20 ）。この測定は次の条件で実行されています。値は典型的なPCI 温度を示します。

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/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}

異なる操作状態での「**ご使用の**」システムの測定に慣れ、真空またはガス流量の問題を示す可能性のある「**変化**」を監視してください。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。

4 化学イオン化（CI）モードで操作する

実習 5
通常のメンテナンス

始める前に　134
真空システムをメンテナンスする　139
EI イオン源を取り外す　142
標準または不活性 EI イオン源を分解するには　144
EI イオン源を洗浄するには　146
標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには　149
EI イオン源のフィラメントを交換するには　151
EI イオン源を再び取り付ける　154
エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーンを交換するには　156

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。

メンテナンススケジュール

通常のメンテナンス作業は、表 21 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。

システムのパフォーマンス（チューニングレポート）と、施したメンテナンス作業を記録してください。それにより、不具合発生時の対応が容易になります。

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

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、お客様にてご用意ください。メンテナンスの各手順には、その手順に必要な用具の一覧が書かれています。

高電圧への注意

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。

- 電子回路基板
- 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 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 付属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、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、キャリア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。標準のフォアラインポンプでは、オイルトラップを外す必要があります。地域の大気汚染に関する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 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、こうした基板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板に 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

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 21 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 か月ごと）
- 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 シリーズ MSD トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』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 シリーズ MSD メンテナンスおよびトラブルシューティングマニュアル』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』ディスクのビデオクリップで説明されています。

プライマリヒューズを交換するには

必要な材料

- ヒューズ、T12.5A、250 V（2110-1398）– 2 個必要
- ドライバー、マイナス（8730-0002）

プライマリヒューズの不具合の最も考えられる原因は、フォアラインポンプに関する問題です。MSD のプライマリヒューズに不具合が生じた場合、フォアラインポンプを確認してください。

手順

1 MSD をベントし、コンセントから電源コードを抜きます。

どちらかのプライマリヒューズに不具合が生じると、MSD がオフになりますが、安全のため、MSD の電源を切り、電源コードを抜いてください。アナライザに空気を送る必要はありません。

警告 **MSD が電源に接続されているあいだはプライマリヒューズを交換しないでください。**

警告 **GC キャリアガスとして水素を使用している場合、電源オフによりアナライザに水素が蓄積するおそれがあります。この場合、さらなる予防措置が必要です。21 ページの「水素使用時の注意事項」を参照してください。**

2 どちらかのヒューズホルダ（141 ページの図 25 ）を、ホルダが飛び出すまで反時計回りに回します。ヒューズホルダはばねで留められています。

3 ヒューズホルダから古いヒューズを取り外します。

4 ヒューズホルダに新しいヒューズを取り付けます。

5 ヒューズホルダを元どおりに取り付けます。

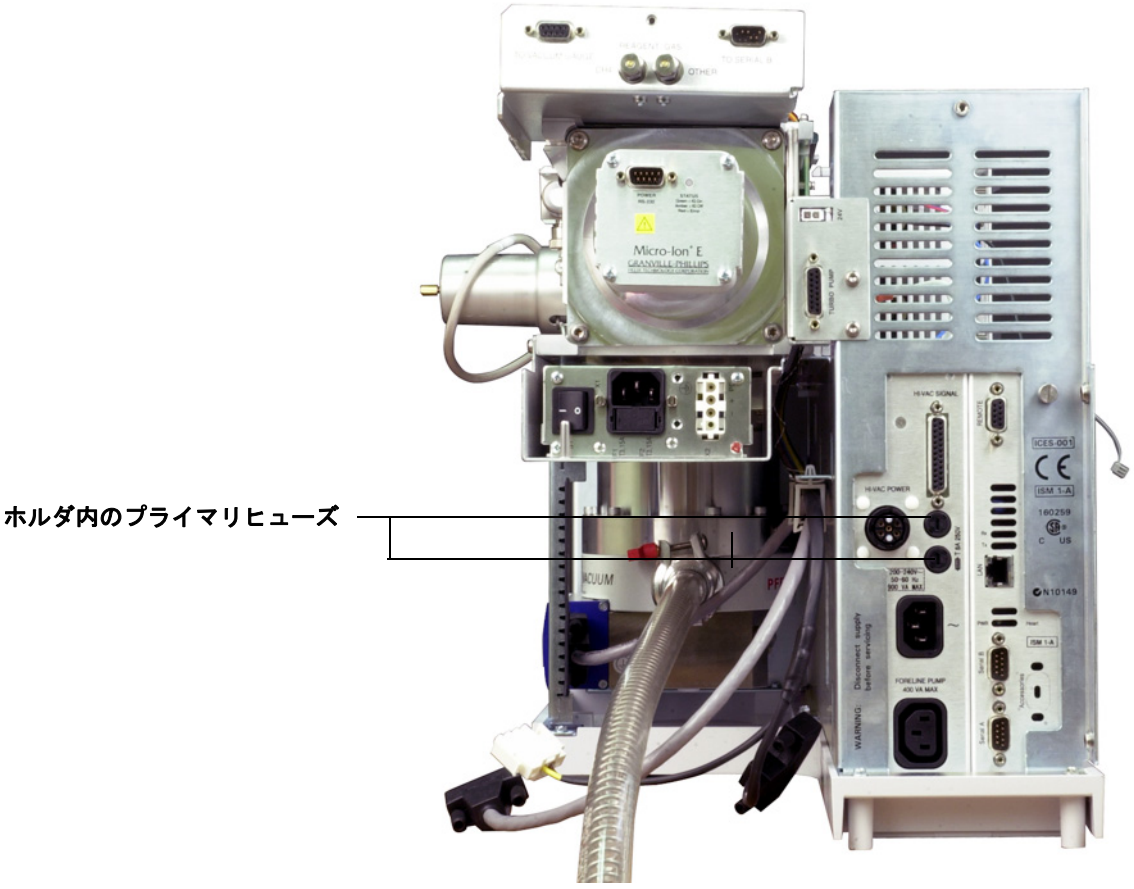


図 25 プライマリヒューズを交換するには

6 もう 1 つのヒューズに対して手順 3 ～ 5 を繰り返します。必ず両方のヒューズを交換してください。

7 MSD の電源コードをコンセントに再び接続します。

8 MSD を真空排気します。

EI イオン源を取り外す

準備するもの

- 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。84 ページを参照してください。

2 アナライザのサイドプレートを開けます。86 ページを参照してください。

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 26 、表 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 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。**

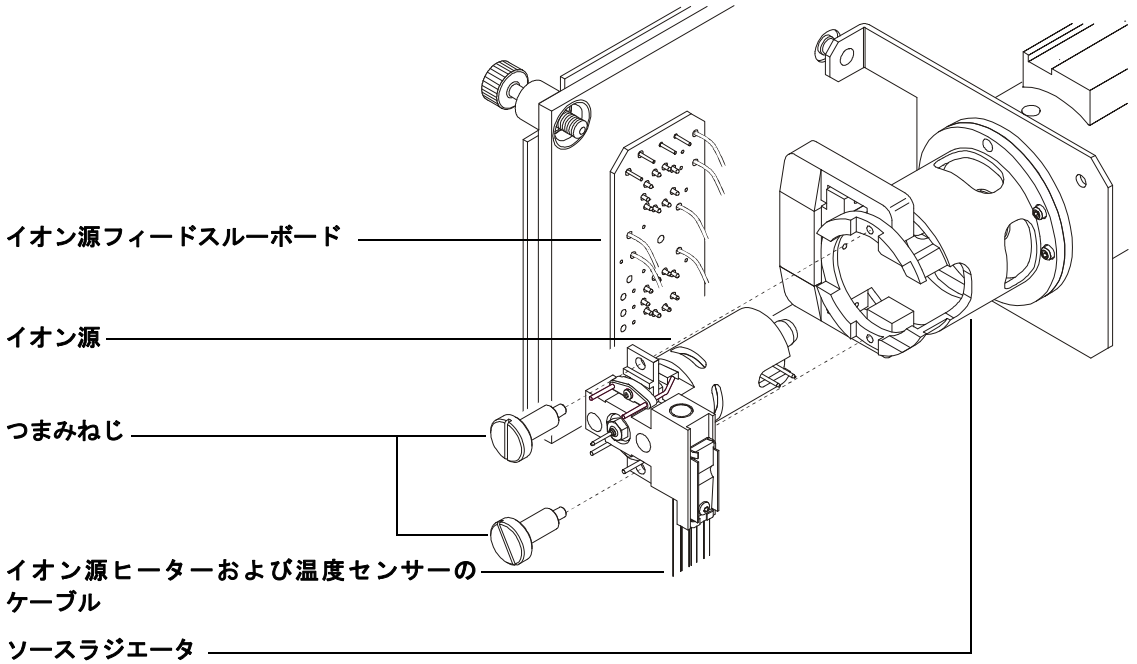


図 26　イオン源の取り外し

標準または不活性 EI イオン源を分解するには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

1 イオン源を取り外します。142 ページの「EI イオン源を取り外す」を参照してください。

2 フィラメントから 2 個の金メッキしたねじを取り外し、フィラメントをイオン源から取り外します。145 ページの図 27 を参照してください。



3 イオン源ヒーターブロックアセンブリの 2 個の金メッキしたねじを緩め、リペラアセンブリをイオン源本体から分離します。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターブロックアセンブリ、リペラ、および関連部品が含まれます。

4 リペラのナットとワッシャを取り外し、リペラをイオン源ヒーターブロックアセンブリから取り外します。

5 リペラインシュレータとリペラブロックインサートをイオン源ヒーターブロックアセンブリから取り外します。

6 イオン源本体の側面から金メッキした止めねじを取り外します。

7 ドローアウトプレートを押して、エントランスレンズ、イオンフォーカスレンズ、ドローアウトシリンダ、ドローアウトプレートを、イオン源本体の反対側の端から取り外します。レンズインシュレータを取り外します。

8 インターフェイスソケットのねじを外します。10 mmのスパナがインターフェイスソケットの面に適合します。

9 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズをレンズインシュレータから取り外します。

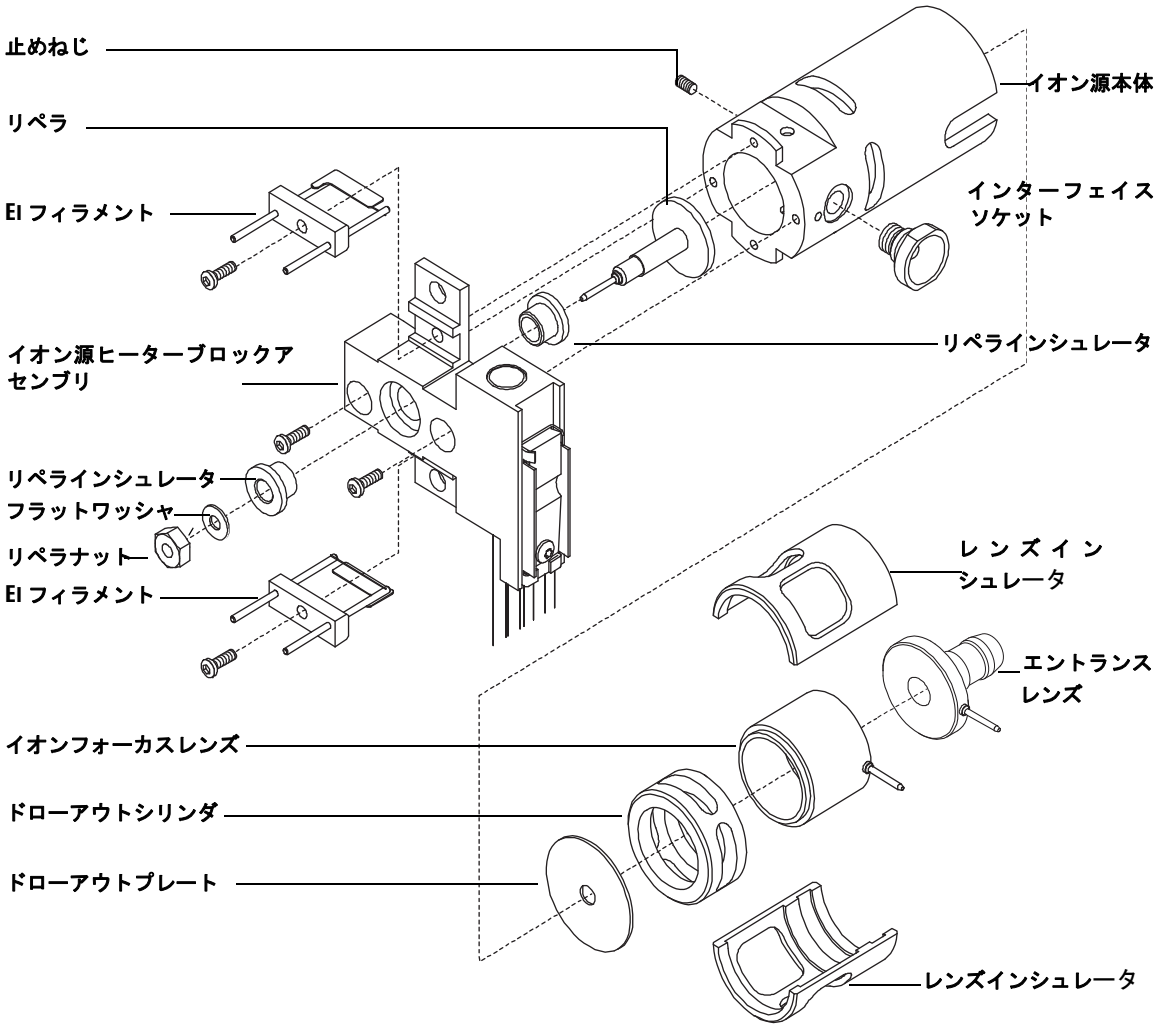


図 27　　標準または不活性 EI イオン源を分解するには

EI イオン源を洗浄するには

必要な器材

- 研磨紙（5061-5896）
- アルミナ研磨剤（8660-0791）
- 清浄なアルミホイル
- リントフリークロス（05980-60051）
- 綿棒（5080-5400）
- ガラスビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 溶剤
  - アセトン、試薬グレード
  - メタノール、試薬グレード
  - 塩化メチレン、試薬グレード
- 超音波洗浄器

準備

1 イオン源を取り外します。144 ページの「標準または不活性 EI イオン源を分解するには」を参照してください。



2 標準または不活性 EI イオン源の次の部品を洗浄のために集めます。
   - リペラ
   - インターフェイスソケット
   - イオン源本体
   - ドローアウトプレート
   - ドローアウトシリンダ
   - イオンフォーカスレンズ
   - エントランスレンズ

注意　インシュレータが汚れている場合、試薬グレードのメタノールに浸した綿棒で洗浄します。それでも汚れが落ちない場合は、インシュレータを交換します。インシュレータには研磨洗浄や超音波洗浄は行わないでください。

手順

注意　フィラメント、イオン源ヒーターアセンブリ、インシュレータは超音波洗浄できません。これらの部品の汚染がひどい場合は、交換してください。

1. アナライザ内部にオイルが逆流した場合など、深刻な汚染がある場合は、汚染された部品の交換を真剣に検討してください。
2. サンプルまたはイオンビームに接触する部品の表面を研磨洗浄します。

   アルミナ粉末の研磨用スラリーと、試薬グレードのメタノールを綿棒に含ませて使用します。変色をすべて除去するのに十分な力を加えます。部品全体の研磨は不要です。小さい傷が性能に悪影響を与えることはありません。さらに、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る場所の変色を研磨洗浄します。
3. 残留している研磨材を試薬グレードのメタノールできれいにすすぎ落とします。

   必ず研磨材を完全にすすぎ落としてから超音波洗浄を行ってください。メタノールが濁ったり目に見える粒子が含まれたりしている場合は、あと 3 回はすすぎます。
4. 研磨洗浄した部品は、研磨洗浄していない部品と分けておきます。
5. 部品を（各グループ別々に）15 分間超音波洗浄します。汚れている部品に対しては、3 つの溶剤を記載順に使用して、それぞれの溶剤で 15 分間洗浄します。
   - 塩化メチレン（試薬グレード）
   - アセトン（試薬グレード）
   - メタノール（試薬グレード）

   日常の洗浄には、メタノールだけで十分です。

警告 **これら３種類の溶剤はすべて危険です。換気ドラフト内で作業し、すべての注意事項を守ってください。**

6 部品を清潔なビーカー内に入れます。ビーカーを清潔なアルミホイル（曇った側が下）で**緩く**覆います。洗浄した部品をオーブンに入れ、100 ℃で５～６分間乾燥させます。

警告 **部品は冷却してから取り扱ってください。**

注記 洗浄、乾燥した部品を汚さないように注意してください。部品を取り扱う前に、新しい清潔な手袋を着用してください。洗浄した部品を汚れた場所に置かないでください。必ず清潔なリントフリークロスの上に置いてください。

標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- スパナ、10 mm（8710-2353）

手順



1 リペラアセンブリを組み立てます。

   a リペラブロックインサートをイオン源ヒーターブロックアセンブリに取り付けます。150 ページの図 28 を参照してください。

   b リペラインシュレータをイオン源ヒーターブロックアセンブリとリペラブロックインサートに取り付けます。

   c リペラをリペラインシュレータに通し、フラットワッシャ、皿ばねスプリングワッシャの順にリペラシャフトの端に取り付けて、リペラナットを指で止まるまで締め付けます。

2 ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体に差し込みます。150 ページの図 28 を参照してください。

3 イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、レンズインシュレータを組み立てます。

4 組み立てた部品をイオン源本体に差し込みます。

5 レンズを保持する止めねじを取り付けます。

注意

リペラナットは強く締めすぎないようにしてください。イオン源を加熱したときにセラミックリペラインシュレータが破損するおそれがあります。ナットは指で止まるまで締めてください。

6 インターフェイスソケットを取り付けます。

7 リペラアセンブリをイオン源本体に、２個の金メッキしたねじとスプリングワッシャで取り付けます。

8 ２個の金メッキしたねじとスプリングワッシャでフィラメントを取り付けます。

注意 インターフェイスソケットは強く締めすぎないでください。強く締めすぎるとねじ山がつぶれるおそれがあります。

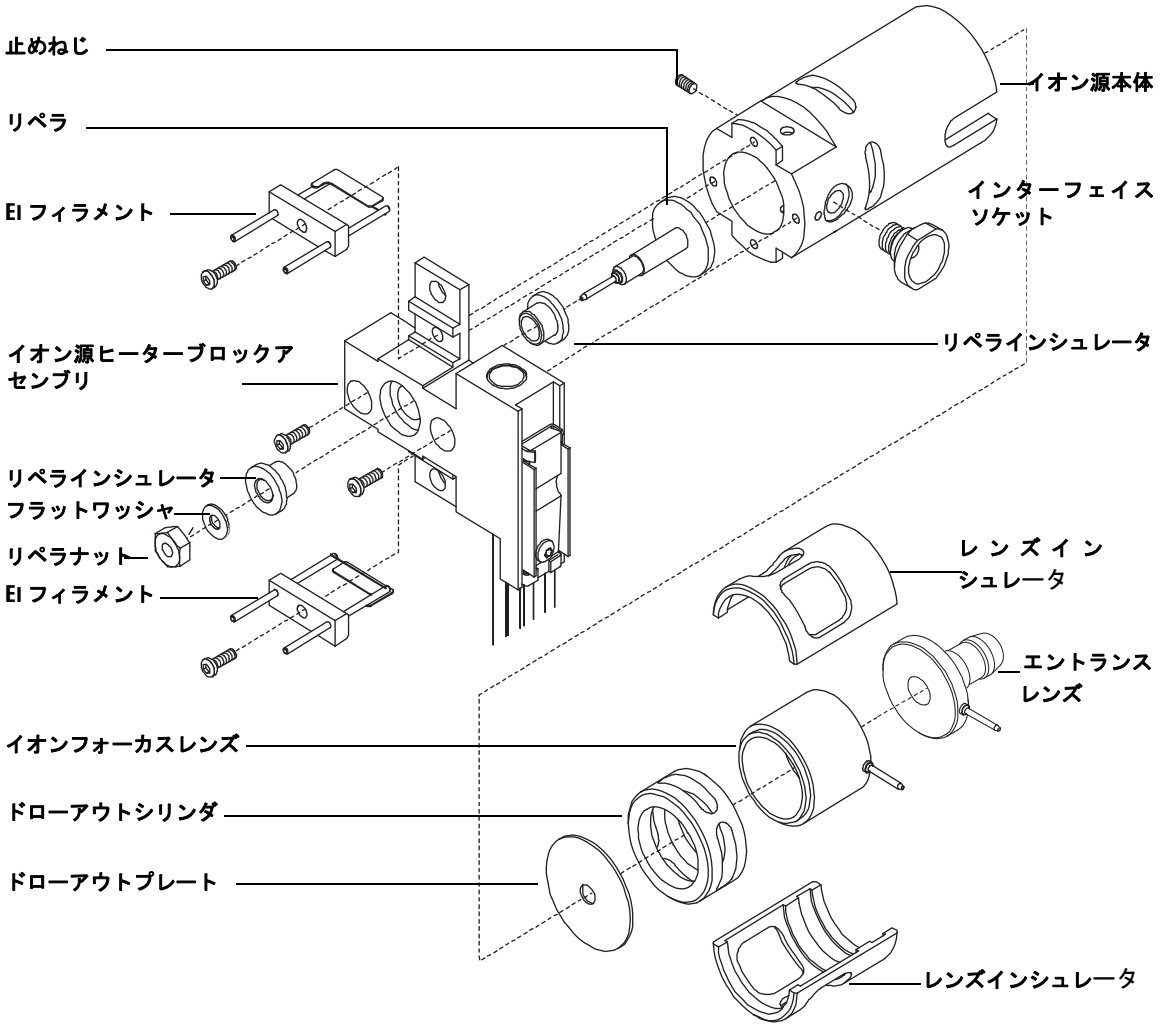


図 28 標準または不活性 EI イオン源を分解するには

EI イオン源のフィラメントを交換するには

必要な材料

- EI フィラメントアセンブリ（G2590-60053）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）

手順

1 MSD を大気開放します。

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。

2 アナライザのサイドプレートを開けます。

3 イオン源を取り外します。See “EIイオン源を取り外す” on page 142.

4 フィラメントの金メッキしたねじとワッシャを取り外します。

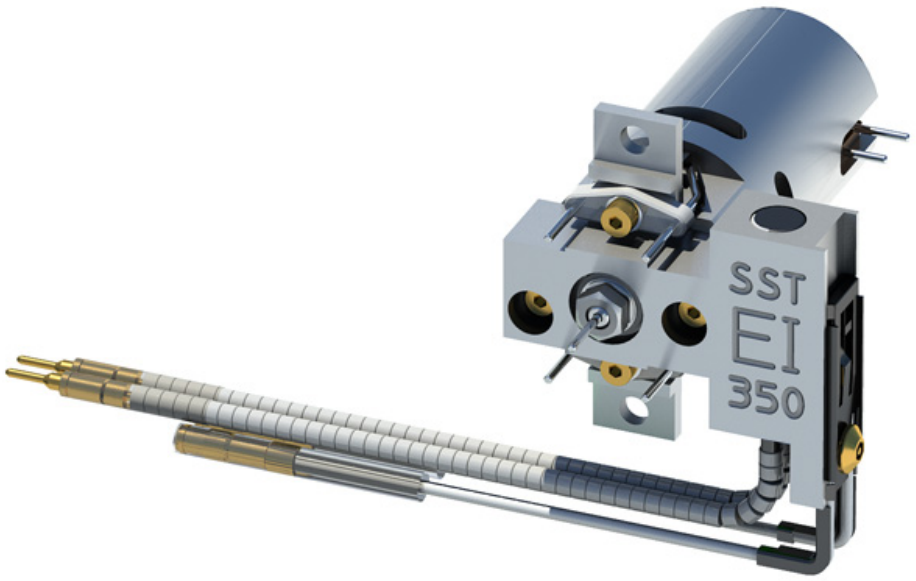


図 29 フィラメントの交換

5 新しいフィラメントを金メッキしたねじとワッシャで固定します。

6 フィラメントを取り付けたら、セラミック部分以外はイオン源本体に接触していないことを確認します。

7 イオン源をソースラジエータに取り付けます。

8 アナライザのサイドプレートを閉じます。90 ページの「アナライザを閉める」を参照してください。

9 MSD を真空排気します。94 ページの「MSD を EI モードで真空排気するには」を参照してください。

10 MSD をオートチューニングします。76 ページの「MSD を EI モードでチューニングするには」を参照してください。

11 [マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログでは、[**フィラメント (Filament)**] パラメータにフィラメント番号として **1** または **2** を入力できます。前回のオートチューニング時に使用されていた時と異なるフィラメント番号を入力します。

12 MSD をもう一度オートチューニングします。

13 結果がよかった方のフィラメント番号を入力します。

１回目のフィラメント番号を使用する場合は、他のパラメータが選択したフィラメントでの値となるように、オートチューニングをもう一度実行します。

14 [**ファイル (File)**] メニューから [**チューニングパラメータの保存** (Save Tune Parameters)] を選択します。

EI イオン源を再び取り付ける

準備するもの

- 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、ソースラジエータの中へ入れます（図 30 ）。

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 「アナライザを閉める」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。89 ページを参照してください。

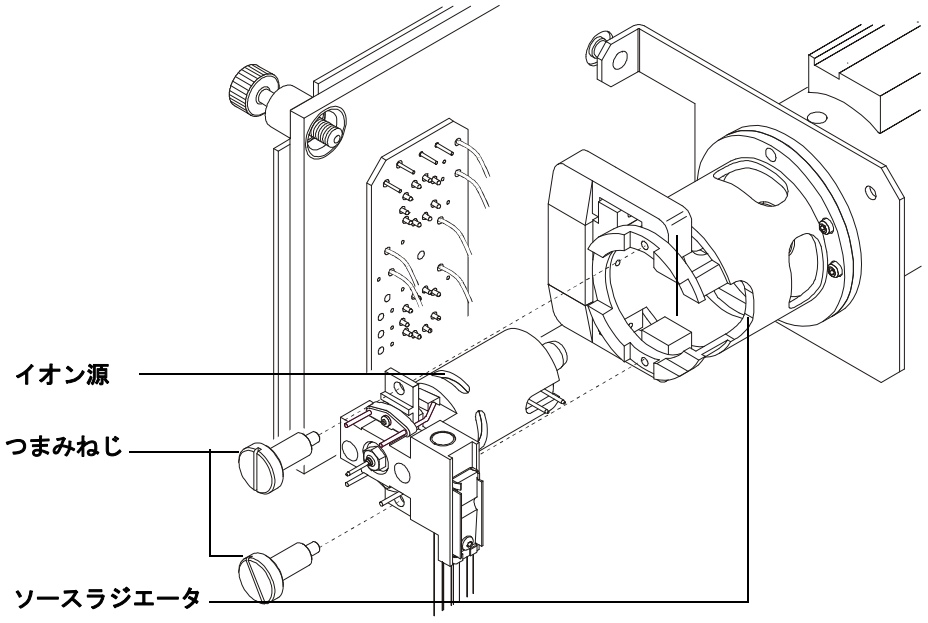


図 30　EI イオン源の取り付け

エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーンを交換するには

必要な材料

- エレクトロンマルチプライア（EM）ホーン（G3170-80103）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）

手順

1 MSD を大気開放します。See “MSD を大気開放するには” on page 84.

2 アナライザのサイドプレートを開けます。87 ページの「アナライザを開ける」を参照してください。

3 保持クリップを開きます。クリップのアームを持ち上げ、クリップをエレクトロンマルチプライア（EM）ホーンから外します。

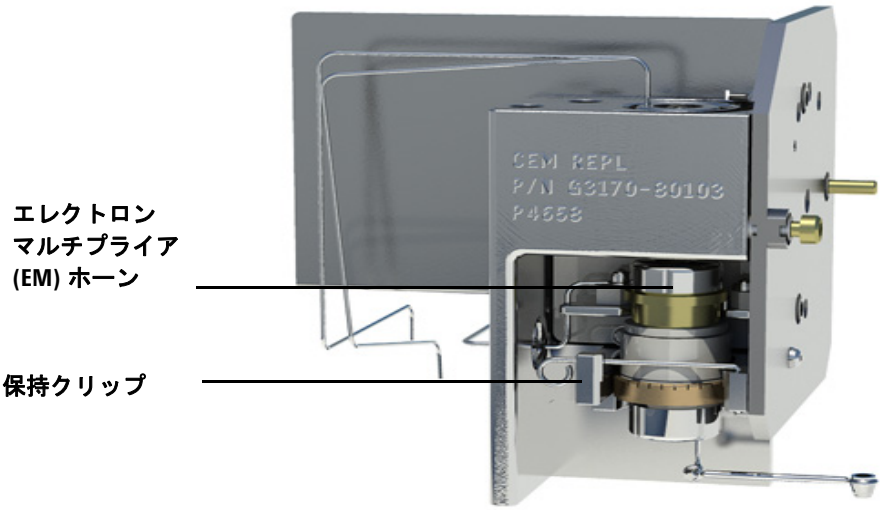


図 31 エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーン

4 エレクトロンマルチプライア（EM）ホーンを取り外します。

5 新しいエレクトロンマルチプライア（EM）ホーンを取り付けます。

6 保持クリップを閉じます。

ホーンのシグナルピンが、接点ストリップのループの**外側**にある必要があります。シグナルピンを接点ストリップのループの内側に入れないでください。取り付けが不適切だと、感度が低下したり、シグナルが得られなかったりする場合があります。

7 アナライザのサイドプレートを閉じます。90 ページの「アナライザを閉める」を参照してください。

8 MSD を真空排気します。94 ページの「MSD を EI モードで真空排気するには」を参照してください。

5 通常のメンテナンス

実習 6
CI メンテナンス

一般情報 160
CI モード操作用に MSD を設定する 161
CI イオン源を取り付ける 162
CI インターフェイスチップシールを取り付ける 163
CI イオン源を取り外すには 164
CI イオン源を分解するには 166
CI イオン源を洗浄するには 168
CI イオン源を組み立てるには 170
CI イオン源のフィラメントを交換するには 172

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。CI にはより高いイオン源圧が必要であるために、CI モードではイオン源室が EI 操作より早く汚染されます。

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

試薬ガスとしてアンモニアを使用する場合は、フォアラインポンプのメンテナンスの必要性が増します。アンモニアを使用すると、フォアラインポンプのオイルが化学変化しやすくなります。そのため、標準のフォアライン真空ポンプのオイルをより頻繁に確認し、交換する必要が出てきます。

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。

アンモニアのタンクは縦に置いて取り付けてください。液体アンモニアがフローモジュールに入るのを防ぎます。

CI モード操作用に MSD を設定する

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。「システム性能を検証するには」を参照してください。
- 試薬ガス注入口ラインにガス清浄器が装備されていることを確認する（アンモニアには必要ありません）。
- 超高純度の試薬ガスを使用してください（メタンで 99.99% 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 を大気開放し、アナライザを開けます。86 ページを参照してください。

2 EI イオン源を取り外します。142 ページを参照してください。

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 32 ）。

5 「アナライザを閉める」の説明に従って配線を接続します。

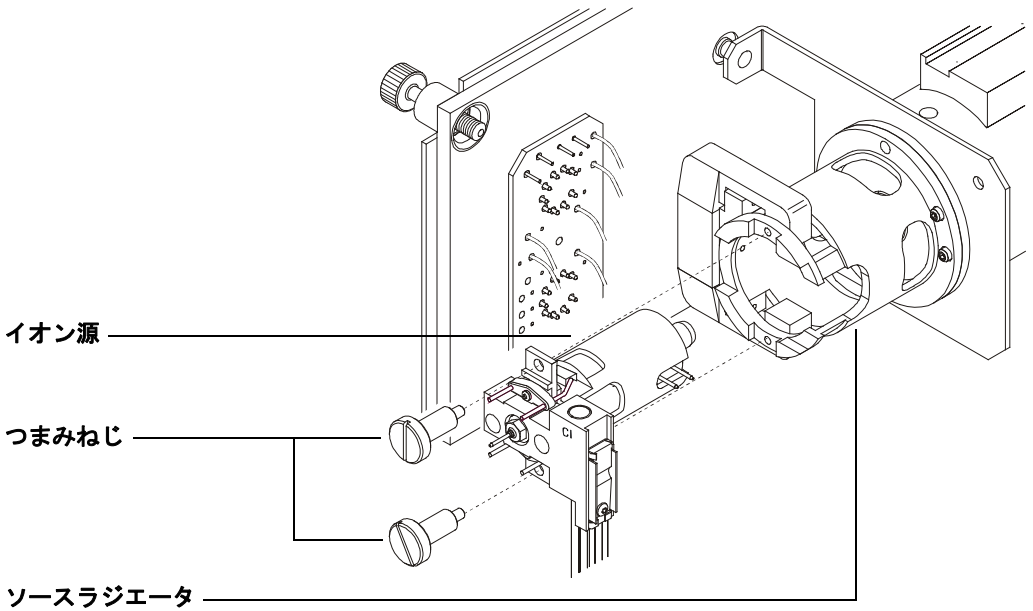


図 32 CI イオン源の取り付け

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

- 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が取り付けられている必要があります。これは、CI に十分なイオン源圧力を得るために必要です。

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、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 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、上の手順を逆に行います。

4 アナライザとインターフェイスの配置を「**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は、弊社カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

CI イオン源を取り外すには

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。84 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。

2 アナライザのサイドプレートを開けます。87 ページの「アナライザを開ける」を参照してください。

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。ラジオペンチでイオン源側の金属コネクタをつかんで引き抜きます。ケーブルを必要以上に曲げないでください。ケーブルの色については表 23 を参照してください。

表 23 標準 CI 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	イオンフォーカスレンズ	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

4 イオン源ヒーターと温度センサーからフィードスルーボードまでケーブルをたどります。ラジオペンチで金属コネクタをつかんで、4 本のケーブルをフィードスルーボードのコネクタから引き抜きます。

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。

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。**

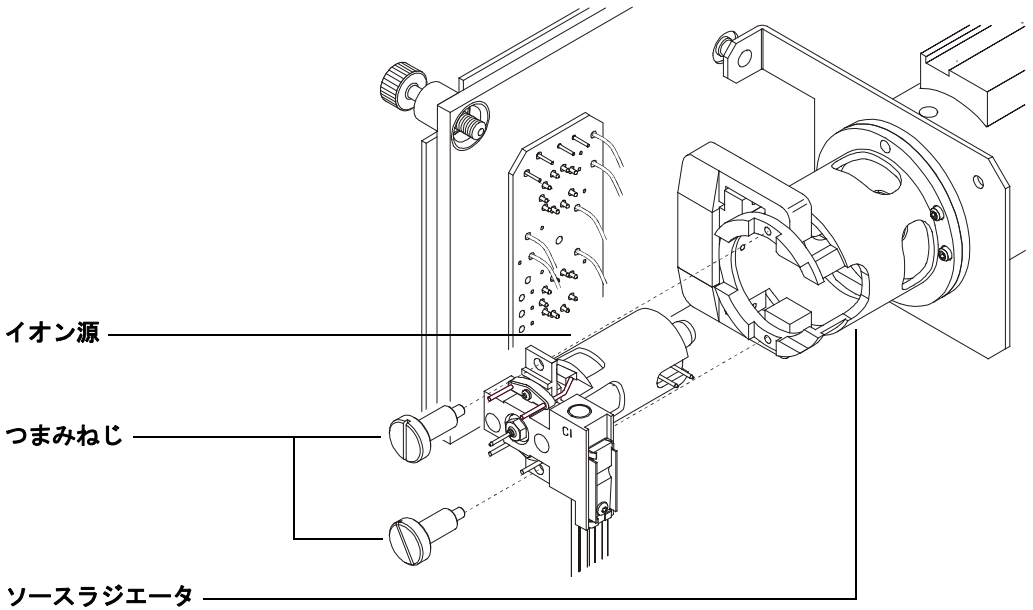


図 33　CI イオン源を取り外すには

CI イオン源を分解するには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- スパナ、10 mm（8710-2353）

手順



1 イオン源を取り外します。164 ページの「CI イオン源を取り外すには」を参照してください。

2 フィラメントを取り外します。167 ページの図 34 を参照してください。

3 リペラアセンブリをイオン源本体から外します。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターブロックアセンブリ、リペラ、および関連部品が含まれます。

4 リペラとセラミックインシュレータを取り外し、それぞれを分離します。

5 レンズの止めねじを取り外します。

6 レンズアセンブリをイオン源本体から外します。

7 ドローアウトシリンダとドローアウトプレートをイオン源本体から取り外します。

8 イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、インシュレータを分離します。

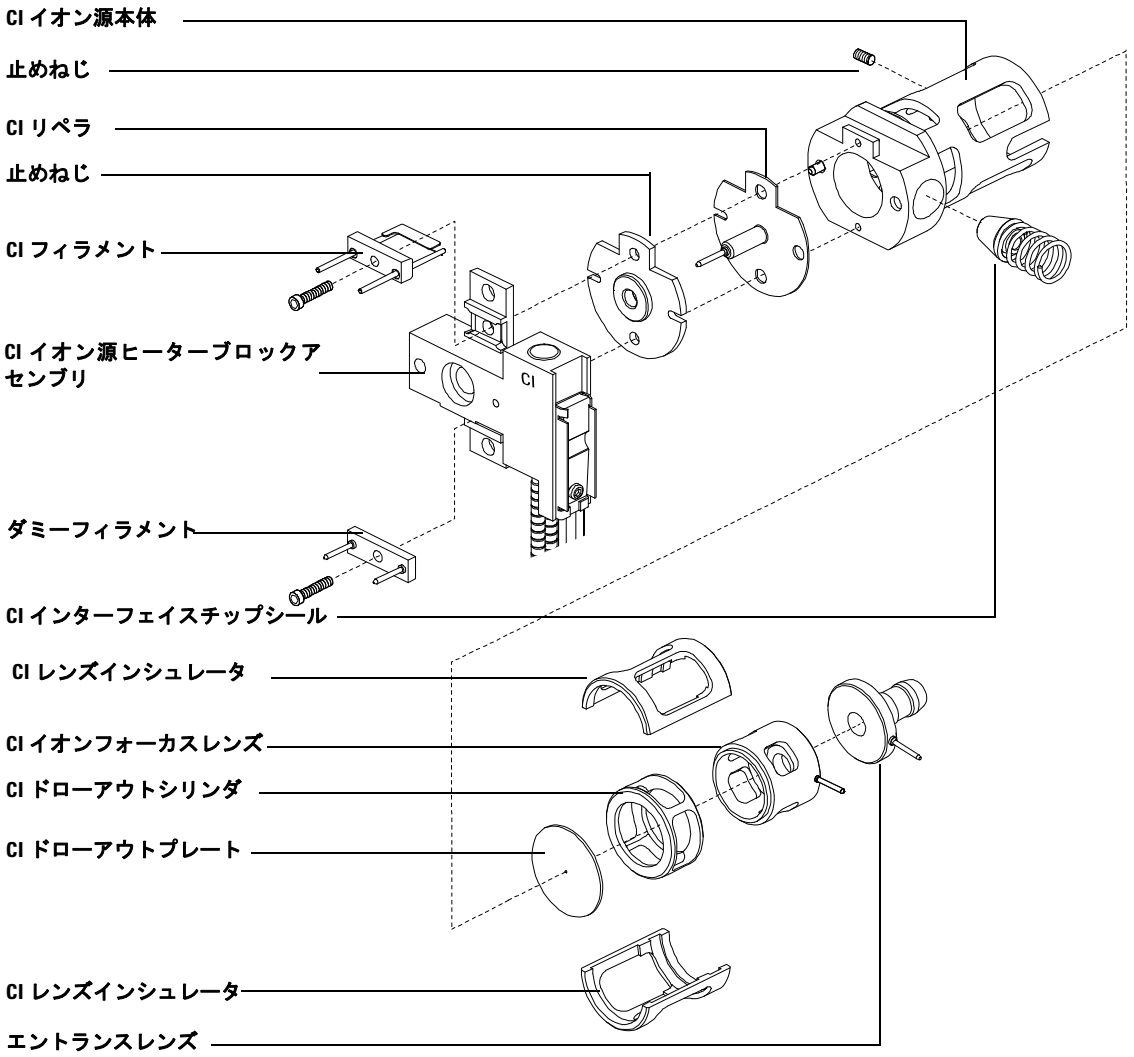


図 34　　CI イオン源を分解するには

CI イオン源を洗浄するには

必要な材料

- 研磨紙（5061-5896）
- アルミナ研磨剤（8660-0791）
- 清浄なアルミホイル
- 清浄な布（05980-60051）
- 綿棒（5080-5400）
- ガラスビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 溶剤
  - アセトン、試薬グレード
  - メタノール、試薬グレード
  - 塩化メチレン、試薬グレード
- 超音波洗浄器

準備

1 イオン源を取り外します。166 ページの「CI イオン源を分解するには」を参照してください。



2 CI イオン源の次の部品を洗浄のために集めます。（図 32 ）
  - リペラ
  - イオン源本体
  - ドローアウトプレート
  - ドローアウトシリンダ
  - イオンフォーカスレンズ
  - エントランスレンズ

これらはサンプルまたはイオンビームに接触する部品です。その他の部品は、通常は洗浄する必要はありません。

3 146 ページの「EI イオン源を洗浄するには」の説明に従って、部品を洗浄します。

注意

インシュレータが汚れている場合、試薬グレードのメタノールに浸した綿棒で洗浄します。それでも汚れが落ちない場合は、インシュレータを交換します。インシュレータには研磨洗浄や超音波洗浄は行わないでください。

CI イオン源を組み立てるには

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- スパナ、10 mm（8710-2353）

手順



1. イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、レンズインシュレータを組み立てます。
2. ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体に差し込みます（142 ページの図　）。
3. 組み立てたレンズ部品をイオン源本体に差し込みます。
4. レンズを保持する止めねじを取り付けます。
5. リペラ、リペラインシュレータ、ワッシャ、リペラナット、イオン源ヒーターブロックをイオン源本体に取り付けます。

注意

リペラナットは強く締めすぎないようにしてください。イオン源を加熱したときにセラミックリペラインシュレータが破損するおそれがあります。ナットは指で止まるまで締めてください。

6. 金メッキしたねじとスプリングワッシャでフィラメントを取り付けます。

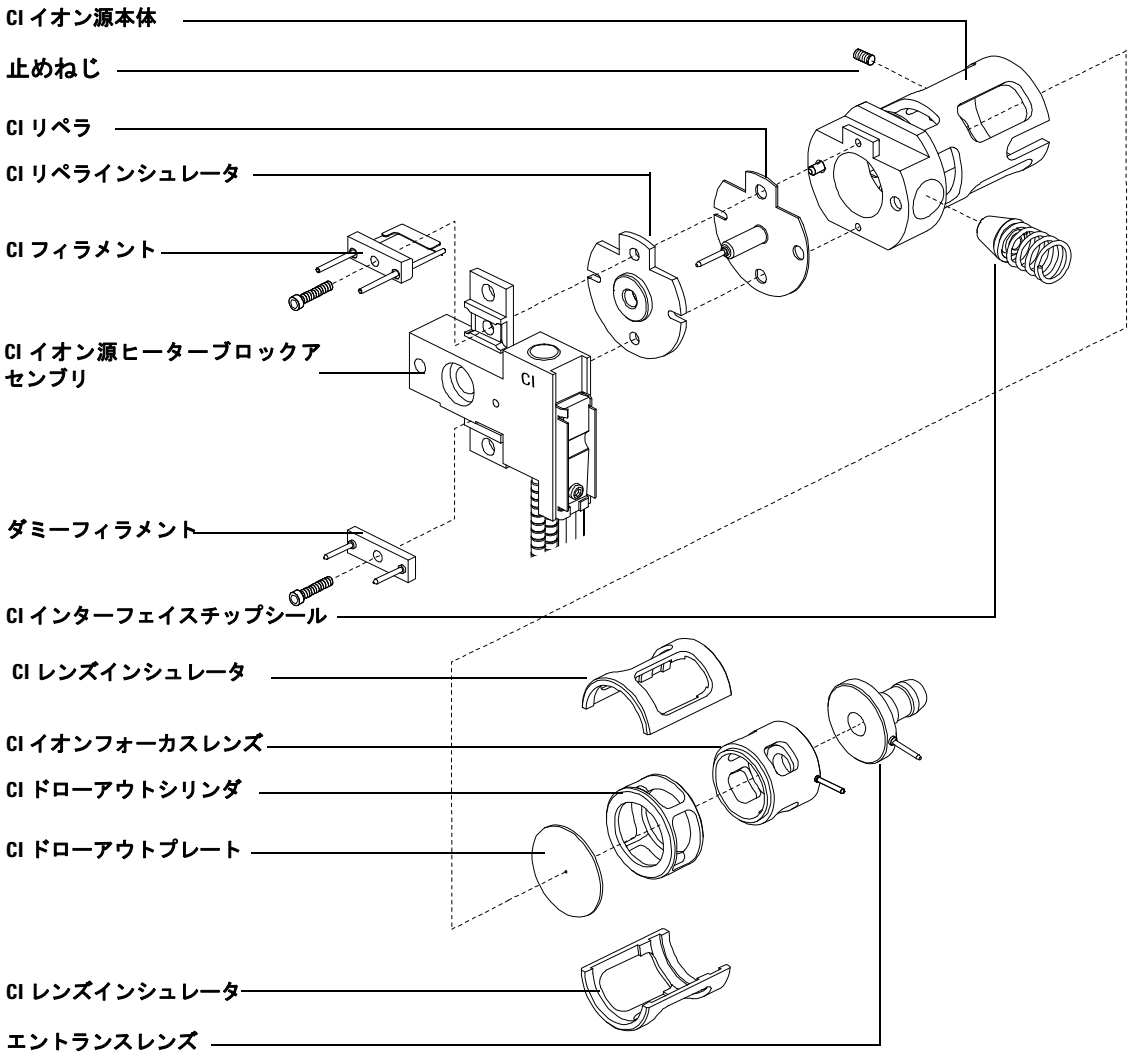


図 35　　CI イオン源を分解するには

CI イオン源のフィラメントを交換するには

必要な材料

- フィラメントアセンブリ（G2590-60053）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）

手順

1 MSD を大気開放します。See “MSD を大気開放するには” on page 84.

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。**

2 アナライザのサイドプレートを開けます。 See “アナライザを開ける” on page 87.

3 イオン源を取り外します。See “CI イオン源を取り外すには” on page 164.

4 フィラメントの金メッキしたねじとワッシャを取り外します。

5 新しいフィラメントを金メッキしたねじとワッシャで固定します。

6 フィラメントを取り付けたら、イオン源本体に接触していないことを確認します。

7 イオン源を取り付けます。

8 162 ページの「CIイオン源を取り付ける」を参照してください。

9 アナライザのサイドプレートを閉じます。90 ページの「アナライザを閉める」を参照してください。

10 MSD を真空排気します。107 ページの「MSD を CI モードで真空排気するには」を参照してください。

11 PCI オートチューニングをメタンを使用して実行します。124 ページの「PCI オートチューニングを実行する（メタン試薬ガスのみ）」を参照してください。

12 [**ファイル (File)**] メニューから [**チューニングパラメータの保存** (Save Tune Parameters)] を選択します。

実習 A
化学イオン化の理論

化学イオン化の概要 174
ポジティブ CI の理論 176
ネガティブ CI の理論 183

化学イオン化の概要

化学イオン化（CI）は、質量分光分析に使用するイオン生成テクニックです。CI と電子イオン化（EI）には、大きな違いがあります。このセクションでは、もっとも一般的な化学イオン化メカニズムについて説明します。

EI では、比較的高いエネルギーの電子（70 eV）が、分析されるサンプルの分子と衝突します。この衝突で（主に）正イオンが生成されます。イオン化では、特定の物質の分子が比較的予測可能なパターンでフラグメンテーションされます。EI は直接的なプロセスで、エネルギーは衝突によって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他に、多量の試薬ガスがイオン化室に流入されます。サンプルより多くの試薬ガスがあるため、放射された電子のほとんどは試薬ガスの分子と衝突し、試薬イオンを形成します。この試薬ガスイオンは、一次反応プロセスおよび二次反応プロセスで相互に反応し、平衡状態を確立します。また、サンプル分子ともさまざまに反応してサンプルイオンを形成します。CI イオン形成ではこれよりずっと小さなエネルギーが関わり、電子イオン化より大幅に「穏やか」なプロセスです。CI では発生するフラグメンテーションが非常に少ないので、通常 CI スペクトルでは分子イオンの高アバンダンスが示されます。そのため、CI はサンプル化合物の分子量の判断に使用されることがよくあります。

メタンはもっとも一般的な CI 試薬ガスです。特定の特徴を持つイオン化パターンを生成します。他の試薬ガスでは、異なるパターンを生成し、一部のサンプルでは感度が向上する場合があります。一般的な代替試薬ガスはイソブタンとアンモニアです。二酸化炭素はネガティブ CI に頻繁に使用されます。あまり一般的でない試薬ガスには、二酸化炭素、水素、フロン、トリメチルシラン、酸化窒素、メチルアミンがあります。使用する試薬ガスによって、異なるイオン化反応が起こります。

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。**

試薬ガス内の水の汚染はCIの感度を大きく劣化させます。ポジティブCIのm/z 19（H_3O^+）での大きなピークは水の汚染を示す診断症状です。十分な濃度がある場合、特にキャリブラントと組み合わされる場合、水の汚染によってイオン源に重大な汚染が起こります。水の汚染は、新しい試薬ガス配管または試薬ガスシリンダを接続した直後に起こることが一般的です。ほとんどの場合、試薬ガスを数時間流してシステムをパージすることで、この汚染を減少できます。

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

ポジティブ CI（PCI）は、EI と同じアナライザ電圧極性で発生します。PCI では、試薬ガスは放射される電子との衝突によってイオン化されます。試薬ガスイオンはサンプル分子（陽子供与対として）と化学反応しサンプルイオンを形成します。PCI イオン形成は電子イオン化より「穏やか」で、より少ないフラグメンテーションが起こります。この反応は高アバンダンスの分子イオンを発生させるので、サンプル分子量の判断に使用されることがよくあります。

もっとも一般的な試薬ガスはメタンです。メタン PCI はほとんどすべて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はより選択的で、さらに少ないフラグメンテーションが起こります。試薬ガスイオンからの高バックグラウンドのため、PCI はそれほど敏感ではなく、通常検出限界は高くなります。

0.8～2.0 Torr の範囲のイオン源圧力でのポジティブ化学イオン化で発生する基本的なイオン化プロセスは、次の 4 つです。

- 陽子移動
- 水素化物抽出
- 付加
- 電荷交換

使用する試薬ガスに応じてこれらの 4 つのプロセスの 1 つ以上を使用することで、発生する質量スペクトルに見られるイオン化プロダクトを説明できます。

ステアリン酸メチルの EI、メタン PCI、アンモニア PCI スペクトルを図 36 に示します。単純なフラグメンテーションパターン、$[MH]^+$ イオンの多量アバンダンス、2 つの付加イオンの存在が、試薬ガスにメタンを使用するポジティブ化学イオン化の特徴です。

システム中、特に PFDTD キャリブラント中に空気または水がある場合、イオン源が早く汚染されます。

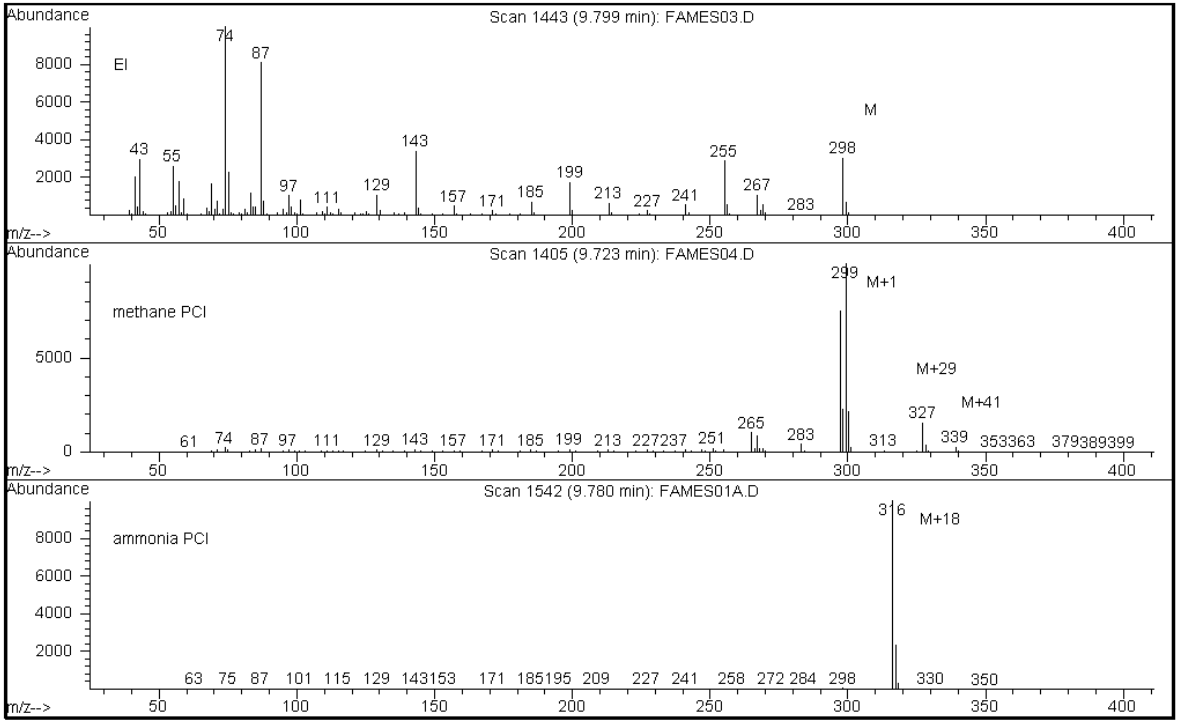


図 36　ステアリン酸メチル（MW = 298）：EI、メタン PCI、アンモニア PCI

陽子移動

陽子移動は次のように表されます。

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

ここでは、試薬ガス B がイオン化し、プロトン化されます。対象化合物（サンプル）M のプロトン親和力が試薬ガスのプロトン親和力より大きい場合、プロトン化された試薬ガスがその陽子を対象化合物に移動し、正に荷電した対象化合物イオンを形成します。

もっとも一般的に使用される例は、CH_5^+ から分子対象化合物への陽子移動で、プロトン化された分子イオン MH^+ が形成されます。

試薬ガスと対象化合物の相対プロトン親和力が、陽子移動反応を左右します。対象化合物に試薬ガスより大きいプロトン親和力がある場合、陽子移動が発生します。メタン（CH_4）は、プロトン親和力が非常に小さいため、もっとも一般的に使用される試薬ガスです。

プロトン親和力は、次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 で表されます。メタンのプロトン親和力は 127 kcal/mole です。表 24 と 25 に、いくつかの使用可能な試薬ガスのプロトン親和力と、異なる官能基を持つ微量有機化合物のプロトン親和力を示します。

陽子移動反応によって発生したマススペクトルは、いくつかの条件によって異なります。プロトン親和力の相違が大きい（メタンの場合など）場合、大きな過剰エネルギーがプロトン化された分子イオンに存在する可能性があります。この場合はフラグメンテーションが起こることがあります。そのため、一部の分析ではプロトン親和力が 195 kcal/mole のイソブタンがメタンより適している場合があります。アンモニアのプロトン親和力は 207 kcal/mole なので、ほとんどの対象化合物においてプロトン化する可能性が小さくなります。通常陽子移動化学イオン化は「ソフト」イオン化とみなされますが、ソフトさの程度は対象化合物と試薬ガス両方のプロトン親和力に加え、イオン源温度などの他の要因によって異なります。

表 24　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 25　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 25 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

試薬イオンの形成では、高い水素化物イオン (H^-) 親和力を持つさまざまな反応イオンが形成されます。反応イオンの水素化物イオン親和力が、対象化合物の H^- の損失によって形成されるイオンの水素化物イオン親和力より高い場合、この化学イオン化プロセスは熱力学的に有利です。この例には、メタン化学イオン化でのアルカンの水素化物抽出などがあります。メタン CI では、CH_5^+ と $C_2H_5^+$ の両方で水素化物抽出が可能です。一般的な反応では、これらの種は高い水素化物イオン親和力を持つため、長鎖アルカンの H^- を失います。

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

メタンの場合、R^+ は CH_5^+ と $C_2H_5^+$ で、M は長鎖アルカンです。CH_5^+ の場合、反応によって $[M-H]^+ + CH_4 + H_2$ が形成されます。水素化物抽出によるスペクトルは、H^- の損失によって M–1 *m/z* のピークを示します。この反応は発熱するので、$[M-H]^+$ イオンのフラグメンテーションが頻繁に見られます。

水素化物抽出と陽子移動イオン化の両方がサンプルスペクトルに見られることがよくあります。この例には、長鎖メチルエステルのメタン CI スペクトルがあり、炭化水素鎖からの水素化物抽出とエステル官能基への陽子移動の両方が起こります。たとえば、ステアリン酸メチルのメタン PCI スペクトルでは、*m/z* 299 での MH^+ のピークが陽子移動によって作られ、*m/z* 297 での $[M-1]^+$ のピークが水素化物抽出によって作られます。

付加

多くの対象化合物において、陽子移動と水素化物抽出の化学イオン化反応は熱力学的に有利ではありません。この場合、試薬ガスイオンは、凝縮または会合（付加反応）による対象化合物分子との結合に十分な反応性を持つことがよくあります。このように形成されるイオンは付加イオンと呼ばれます。付加イオンは、M+29 と M+41 *m/z* の質量ピークを生む、$[M+C_2H_5]^+$ イオンと $[M+C_3H_5]^+$ イオンの存在によってメタン化学イオン化に示されます。

付加反応はアンモニア CI では特に重要です。NH_3 はプロトン親和力が高いので、アンモニア試薬ガスでの有機化合物の陽子移動はほとんど発生しません。アンモニア CI では、一連のイオン分子反応が起こり、NH_4^+、$[NH_4NH_3]^+$、$[NH_4(NH_3)_2]^+$ が形成されます。特に、アンモニウムイオン、NH_4^+ は、凝縮または会合によって M+18 *m/z* で強度の $[M+NH_4]^+$ イオンを発生させます。この形成されるイオンが不安定な場合、その後フラグメンテーションが見られることがあります。18 *m/z* または 17 *m/z* の後続的な損失によって観察される、H_2O または NH_3 のニュートラルロスも一般的です。

電荷交換

電荷交換イオン化は次の反応で説明されます。

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

ここで、X^{+} はイオン化された試薬ガスで、M は対象化合物です。電荷交換イオン化に使用される試薬ガスの例には、希ガス（ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、ラドン）、窒素、二酸化炭素、一酸化炭素、水素、対象化合物と「化学的に」反応しないその他のガスなどがあります。これらの各試薬ガスがイオン化されると、次で表される再結合エネルギーを持ちます。

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

または、中性種を形成する電子とのイオン化された試薬の再結合になります。このエネルギーが対象化合物から電子を除去するのに必要なエネルギーを上回る場合、上の最初の反応は発熱し、熱力学的に許容されます。

電荷交換化学イオン化は一般的な分析には広く使用されていません。ただし、他の化学イオン化プロセスが熱力学的に有利ではない一部のプロセスでは使用が可能です。

ネガティブ CI の理論

ネガティブ化学イオン化（NCI）は、負イオンを選択するためにアナライザ電圧極性を逆にして実行されます。NCI には化学メカニズムがいくつかあります。メカニズムには、NCIに頻繁に見られる大幅な感度の向上がないものもあります。4つのもっとも一般的なメカニズム（反応）を次に示します。

- 電子捕獲
- 解離電子捕獲
- イオン対形成
- イオン分子反応

イオン分子反応を除くすべてのケースで、試薬ガスは PCI の場合とは異なる役割を果たします。NCI での試薬ガスはバッファガスと呼ばれることがよくあります。試薬ガスにフィラメントから高エネルギーの電子が多量に発射されると、次の反応が起こります。

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

試薬ガスがメタンの場合（図 37 ）、反応は次になります。

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

熱電子は、フィラメントからの電子より低いエネルギーレベルを持ちます。サンプル分子と反応するのはこの熱電子です。

負試薬ガスイオンは形成されません。そのため、PCI モードで見られるようなバックグラウンドは回避され、検出限界は NCI より大幅に低くなります。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。この操作モードは、すべてのアナライザ電圧極性を逆にします。

二酸化炭素は NCI のバッファガスとして使用されることがよくあり、コスト、入手可能性、安全性の面で他のガスより明らかに優れています。

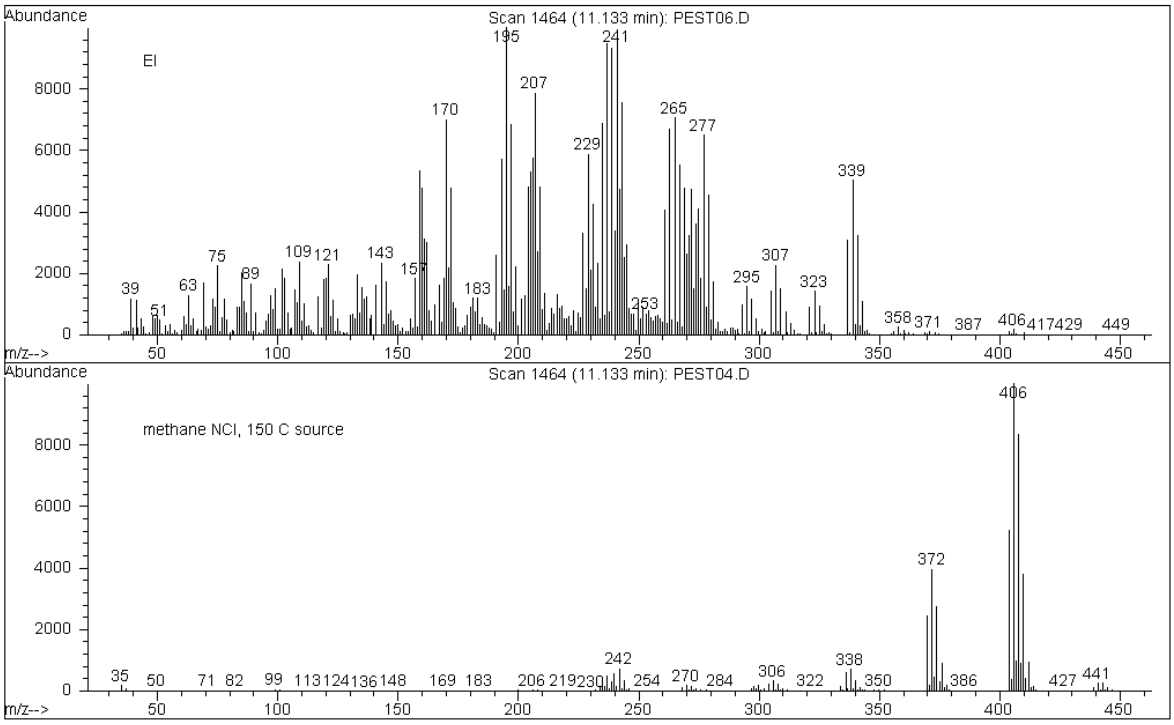


図 37 エンドスルファン（MW = 404）：EI およびメタン NCI

電子捕獲

電子捕獲は NCI で行われる主なメカニズムです。電子捕獲（高圧電子捕獲質量分析、HPECMS と呼ばれる）では、NCI の特徴である高感度が得られます。理想的な状態にある一部のサンプルでは、電子捕獲はポジティブイオン化の 10 ～ 1000 倍の感度になる場合があります。

ポジティブ CI に付随するすべての反応は NCI モードでも発生しますが、通常は汚染が伴います。形成された正イオンは、レンズ電圧が逆であるためにイオン源から分離せず、その存在により電子捕獲反応が消滅されます。

電子捕獲反応は次で表されます。

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

ここで、MX はサンプル分子で、電子は高エネルギー電子と試薬ガス間の相互作用により生成された熱（低速）電子です。

場合によっては、MX^{-} ラジカルアニオンが適さないことがあります。その場合は、次の逆反応が起こります。

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

逆反応は自動脱離と呼ばれることがあります。この逆反応は通常非常にすばやく起こります。そのため、不安定なアニオンを衝突やその他の反応によって安定化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はもっとも有利です。たとえば、次のように設定します。窒素、酸素、リン、硫黄、シリコンがあり、特にハロゲンでは、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素があります。

酸素、水、その他のほとんどの汚染物質は、電子付着反応を干渉します。汚染があると、低速のイオン分子反応によって負イオンが形成されます。通常これによって感度が低下します。特に酸素（空気）と水の汚染源を含むすべての潜在的な汚染源を最小にする必要があります。

解離電子捕獲

解離電子捕獲は、解離共鳴捕獲とも呼ばれます。これは、電子捕獲と同様のプロセスです。違いは、反応中にサンプル分子がフラグメンテーションまたは解離されることです。成果物は、通常アニオンで、中性ラジカルです。解離電子捕獲は次の反応方程式で表されます。

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

この反応では、電子捕獲と同じ感度にはなりませんが、生成される質量スペクトルでの分子イオンのアバンダンスは通常低くなります。

電子捕獲では、解離電子捕獲の生成物が安定していない場合があります。また逆反応が起こる場合もあります。この逆反応は会合性脱離反応と呼ばれることがあります。逆反応は次の式で表されます。

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

イオン対形成

イオン対形成は表面的には解離電子捕獲と類似しています。イオン対形成反応は次の式で表されます。

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

解離電子捕獲では、サンプル分子がフラグメンテーションされます。ただし、解離電子捕獲とは異なり、電子はフラグメンテーションによって捕獲されません。その代わり、サンプル分子はフラグメンテーションされ、電子が不均等に分配され、正と負のイオンが生成されます。

イオン分子反応

イオン分子反応は酸素、水、その他の汚染物質が CI イオン源にある場合に起こります。イオン分子反応は電子付着反応より 2 ～ 4 倍遅く、電子捕獲反応での高感度は得られません。イオン分子反応は次の一般的な式によって表現されます。

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

ここで、通常 X^- は、フィラメントからの電子による汚染のイオン化によって作成されたハロゲン基または水酸基です。イオン分子反応は電子捕獲反応と競合します。発生するイオン分子反応が多いほど、電子捕獲反応の発生は少なくなります。

A 化学イオン化の理論



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 2013 年 2 月



G3170-96056