

Agilent 5977 シリーズ MSD

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

G3870-96003

エディション

第2版 2013年5月

第 1 版 2013年2月

Printed in USA

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

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく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 5977 シリーズ質量選択検出器（MSD）システムの操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 「はじめに」

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の取扱いの情報など、5977 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）モードの操作」

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。

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。



機器に付属のソフトウェア DVD には、Agilent **7890B GC**、**7820 GC**、**5977 シリーズ MSD**、および **7693B ALS** に関するオンラインヘルプ、ビデオ、マニュアルが数多く収録されています。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
- 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

1 はじめに

5977 シリーズ MSD の種類 10
使用する略語 11
5977 シリーズ MSD 13
MSD ハードウェアの説明 15
重要な安全上の警告 17
水素使用時の注意事項 19
GCに関する注意事項 19
安全および規制に関する認証 24
製品のクリーニング/リサイクル 27
液体の流入 27
MSD の移設と保管 27
プライマリヒューズを交換するには 28

2 GC カラムの取り付け

カラム 32
スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには 34
キャピラリカラムをコンディショニングするには 37
GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには 38
カラムの端を CFT フィッティング用に準備するには 41

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 46
LCP から MSD を操作する 46
操作モード 46
LCP ステータスメッセージ 48

スタートアップ時にシステムステータスを確認する 49
LCP メニュー 49
EI GC/MSD インターフェイス 54
MSD のスイッチを入れる前に 56
真空排気 57
温度を制御する 57
カラム流量を制御する 57
MSD を大気開放する 58
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 59
MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには 60
[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 62
MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 64
高真空圧をモニタするには 65
カラム流量/線速度をキャリブレーションするには 67
MSD を EI モードでチューニングするには 69
システム性能を検証するには 71
高質量テストを実行するには（5977 シリーズ MSD） 72
MSD カバーを開けるには 75
MSD を大気開放するには 76
アナライザを開けるには 78
アナライザを閉めるには 80
MSD を EI モードで真空排気するには 84
MSD を移設または保管するには 86

4 化学イオン化（CI）モードの操作

一般的なガイドライン 90
CI GC/MSD インターフェイス 91
CI オートチューニング 93
CI MSD を操作するには 95
標準または不活性 EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには 96
エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには 97
MSD を CI モードで真空排気するには 98
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 99
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには 101
メタン試薬ガス流量を設定するには 104
他の試薬ガスを使用するには 107
CI イオン源から標準または不活性 EI イオン源に切り換えるには 110
CI イオン源からエクストラクタ EI イオン源に切り換えるには 111
PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ） 112
NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス） 114
PCI 性能を検証するには 116
NCI 性能を検証するには 117
CI モードの高真空圧をモニタするには 118

5 通常のメンテナンス

始める前に 122
真空システムのメンテナンス 127
アナライザのメンテナンス 128

EI イオン源を取り外すには 130
標準または不活性 EI イオン源を分解するには 133
エクストラクタ EI イオン源を分解するには 136
EI イオン源を洗浄するには 139
標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには 144
エクストラクタ EI イオン源を組み立てるには 147
EI イオン源のフィラメントを交換するには 150
EI イオン源を取り付けるには 153
エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーンを交換するには 154

6 CI メンテナンス

概要 158
CIモードでの動作用にMSDをセットアップするには 158
CI/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り付けるには 159
CI イオン源を取り外すには 161
CI イオン源を分解するには 163
CI イオン源を洗浄するには 166
CI イオン源を組み立てるには 168
CI イオン源を取り付けるには 171
CI イオン源のフィラメントを交換するには 172

1 はじめに

5977 シリーズ MSD の種類 10
使用する略語 11
5977 シリーズ MSD 13
MSD ハードウェアの説明 15
重要な安全上の警告 17
水素使用時の注意事項 19
安全および規制に関する認証 24
製品のクリーニング/リサイクル 27
液体の流入 27
MSD の移設と保管 27

この章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素使用時の注意事項の情報など、5977 シリーズ MSD に関する一般的な情報を記載します。

5977 シリーズ MSD の種類

5977 シリーズ MSD は、高性能のターボ分子（ターボ）ポンプまたはディフュージョンポンプと、3 種類から選択可能なフォアラインポンプを備えています。これに加えて、2 種類のアナライザ（ステンレスまたは不活性）と、4 種類のイオン源が用意されています。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
5977E MSD ディフュージョンポンプ 7820 GC 用	G7035A	ディフュージョンポンプ	電子イオン化（EI）/ ステンレス
5977E MSD ターボポンプ 7820 GC 用	G7036A	拡張ターボポンプ	電子イオン化（EI）/ ステンレス
5977A VL 不活性 MSD EI ディフュージョンポンプ 7890 GC 用	G7037A	ディフュージョンポンプ MSD	電子イオン化（EI）/ 不活性
5977A 不活性 MSD EI ターボ 7890 GC 用	G7038A	拡張ターボポンプ MSD	電子イオン化（EI）/ 不活性
5977A エクストラクタ MSD EI 拡張ターボ 7890 GC 用	G7039A	拡張ターボポンプ MSD	電子イオン化（EI）/ エクストラクタ
5977A EI/CI MSD 7890 GC 用	G7040A	拡張ターボポンプ MSD	電子イオン化（EI）/ エクストラクタ 化学イオン化/PCI、NCI

使用する略語

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

表 2 略語

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンプラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン（キャリブラント）
CI	化学イオン化
DC	直流
DFTPP	デカフルオロトリフェニルホスフィン（キャリブラント）
DIP	直接導入プローブ
DP	ディフュージョンポンプ
EI	電子イオン化
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）
m/z	質量電荷比
MFC	マスフローコントローラ
MSD	質量選択検出器

表 2 略語（続き）

略語	定義
NCI	ネガティブCI
OFN	オクタフルオロナフタレン（キャリブラント）
PCI	ポジティブCI
PFDTD	パーフルオロ-5,8-ジメチル-3,6,9-トリオキシドデカン（キャリブラント）
PFHT	2,4,6-トリス（パーフルオロヘプチル）-1,3,5-トリアジン（キャリブラント）
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン（キャリブラント）
二次項	四重極マスフィルタ
RF	高周波
RFPA	高周波電圧増幅器
Torr	圧力単位、1 mm Hg
Turbo	ターボモレキュラー（ポンプ）

5977 シリーズ MSD

5977 シリーズ MSD はスタンドアロン型のキャピラリー GC 検出器で、Agilent シリーズガスクロマトグラフと共に使用します（表 3 ）。MSDの特長は以下のとおりです。

- MSD をその場で監視、操作できるローカルコントロールパネル（LCP）
- ２種類の高真空ポンプから選択可能
- ４種類のフォアラインポンプから選択可能
- 独立したヒーターを持つ３種類の電子イオン化（EI）イオン源が使用可能：標準（ステンレス）、不活性、エクストラクタ
- 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
- オプションで化学イオン化（PCI/NCI）モードが使用可能：化学イオン化（CI）イオン源、試薬ガス流量コントローラおよび配管、および CI チューニングキャリブレーションを追加

外観説明

5977 シリーズ MSD の筐体サイズは、約 41 cm（高さ）× 30 cm（幅）×54 cm（奥行き）です。重量はディフュージョンポンプモデルで 39 kg、標準 EI 拡張ターボポンプの筐体で 44 kg、EI/CI 拡張ターボポンプの筐体で 49 kg です。フォアライン（粗引き）ポンプは追加重量 11 kg（標準ポンプ）で、通常は MSD の後ろの床に置かれます。

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

5977 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 5977 シリーズ MSD モデルとその機構

	モデル					
機構	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
高真空ポンプ	ディフュージョン	拡張ターボ	ディフュージョン	拡張ターボ	拡張ターボ	拡張ターボ
最適He流量mL/min	1	1～2	1	1～2	1～2	1～2
最大推奨ガス流量 mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
最大ガス流量、mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
最大使用可能カラムid	0.25 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.25 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）
CI機能	なし	なし	なし	なし	なし	あり
不活性材料	なし	なし	あり	あり	なし	なし
GC 互換性	7820	7820	7890	7890	7890	7890
独立のインターフェイスチップシール	なし	なし	なし	なし	あり	あり
使用可能なフォアラインポンプ	DS42、MVP55	DS42、MVP55	DS42、MVP55	DS42、DS42i、MVP55、IDP3-C	DS42i、MVP55、IDP3-C	DS42i、MVP55、IDP3-C
DIP‡ 機能（サードパーティ製）	あり	あり	あり	あり	あり	あり

* MSD へのトータルガス流量：カラム流量＋試薬ガス流量（該当する場合）

† スペクトル性能および感度の低下が予測されます。

‡ 直接導入プローブ。

MSD ハードウェアの説明

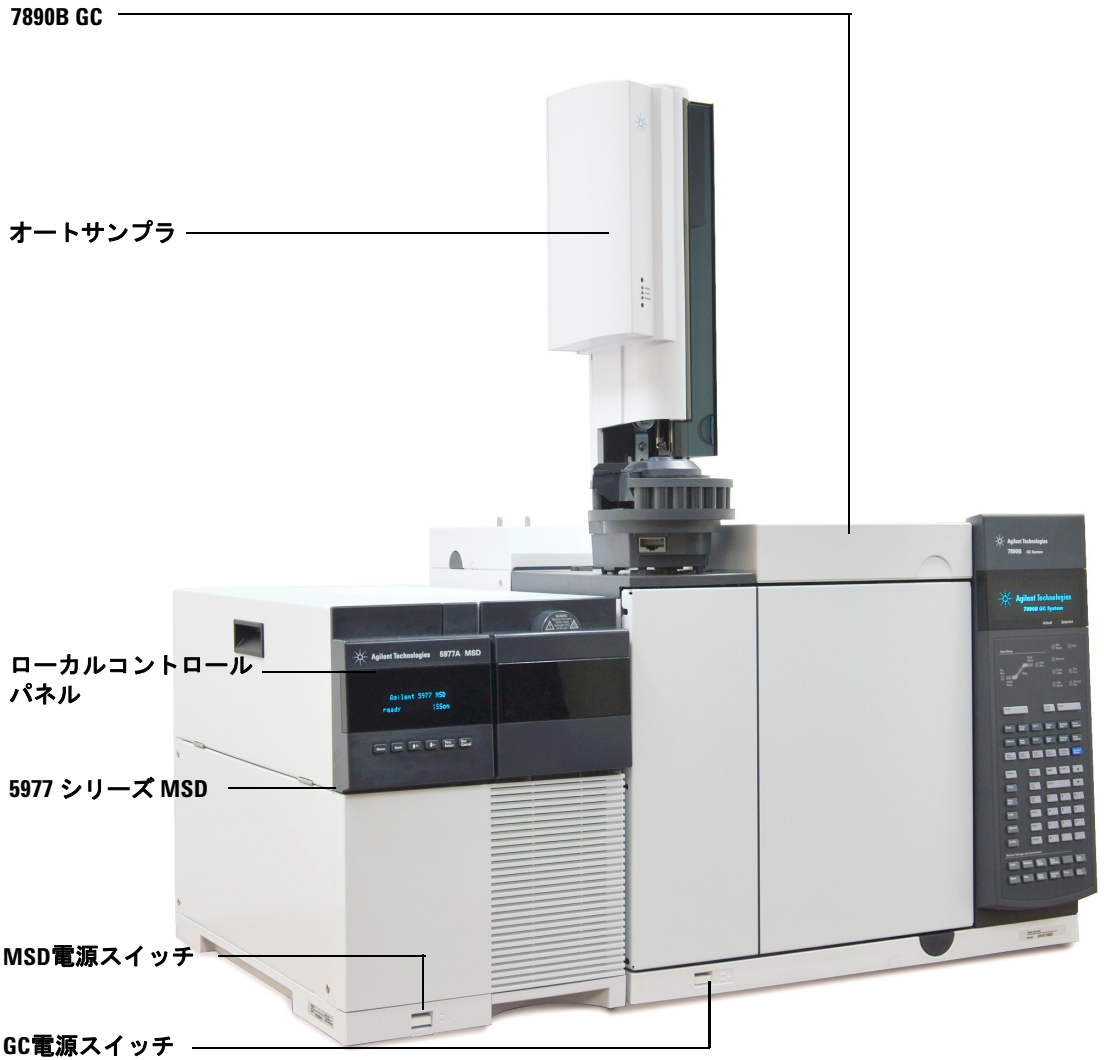


図 1 5977 シリーズ GC/MSD システムと Agilent 7890B GC

CI ハードウェアによって、5977 シリーズ MSD は、分子付加イオンを含む、高品質で典型的な CI スペクトルを得ることができます。またさまざまな試薬ガスを使用することができます。

このマニュアルでは、「CI MSD」という用語は、G7040A MSD およびアップグレードした G7038A/G7039A MSD を示します。特に明記されない限り、これらの機器の流量モジュールにもあてはまります。

5977 シリーズ CI システムは、5977 シリーズ MSD に次のものを追加しています。

- EI/CI GC/MSD インターフェイス
- CI イオン源（エクストラクタ EI イオン源にも使用可能なインターフェイスチップシール付き）
- 試薬ガス流量制御モジュール
- PCIおよびNCI操作用のバイポラー HED電源

メタン/イソブタンガストラップが標準装備されています。これは CI では**必須**となっています。この精製器は酸素、水、炭化水素、硫黄の化合物を除去します。

イオンゲージコントローラ（G3397B）は、CI MSD には**必須**であり、EI にも推奨されます。

CI MSD システムは、CI に必要な比較的高い CI イオン源圧力を実現する一方で、四重極および検出器で高真空を維持するように設計されています。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、イオン化室に試薬ガスを、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。GC/MSD インターフェイスの末端には、バネ付きの絶縁シールが装着されます。

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、電圧が以下の箇所に掛かっている可能性があります。

- MSD電源コードと MSD 内 AC パワーサプライ間の配線、AC パワーサプライ本体、および AC パワーサプライと電源スイッチ間の配線。

電源のスイッチがオンの場合、以下の箇所に電圧が掛かっ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、静電気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、プリント基板には触らないでください。プリント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。

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。

- GC 注入口
- GC オーブンとその内容物(カラムを GC 注入口に取り付けているカラムナット、GC/MSD インターフェイス、または GC 検出器)
- GC 検出器
- GC バルブボックス
- フォアラインポンプ
- 加熱された MSD イオン源、インターフェイス、および四重極

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 オーブン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 **GC 注入口、検出器、バルブボックスの周囲、および断熱カップの断熱材には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子の吸入を防ぐため、次の安全手順の遵守を推奨します。1. 作業場所の換気　2. 長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクの着用　3. 断熱材はビニール袋に封をして処理すること　4. 断熱材を扱ったら、刺激のない石鹸と冷水で手を洗うこと。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある

オイルパン内に油布、紙タオルなどの吸収性のある素材があると、引火してポンプや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焼ガスに水素（H_2）を使用する場合、水素ガスがGC オーブンに流入して爆発の危険があることに注意してください。したがって、すべての接続が完了するまでは供給をオフにしてください。また水素ガスが機器に供給される時には、必ずGC注入口および検出器にカラムが正しく取り付けられていること、または密栓されていることを確認してください。**

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

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

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

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。これがすべてではありませんが、次のような危険性があります。

- 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に注意を払い（表 4）、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	質量分析計は操作によって停止できます。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。MSD フォアラインポンプが停止した場合には、キャリアガスの流入を停止する安全機能があります。しかし、この機能が動作しなかった場合、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、オペレータの操作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。
質量分析計の手動シャットオフバルブが閉じている	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は操作によって停止できます。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 仕様の 7890 GC が停止すると、EPC がキャリアガスの流入を止めます。GC のキャリアガスが EPC によって制御されて**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、水素を除去するには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。**

注意事項

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。ただし、つまみねじは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。**

5977 MSD のフロントのガラス窓を覆っているプラスチック製のカバーを取り外す必要があります。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）。
- 高圧ボンベの水素を使用せず、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（ただし、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（ただし、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ボンベ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

5977 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

5977 シリーズ MSD は、次の電磁環境適合性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に関する規制に適合しています。

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

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

CE

5977 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 5977 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

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 の要件に適合します。動作は次の 2 つの条件に従います。

- 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。

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。19 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（29 ページの図 2）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。

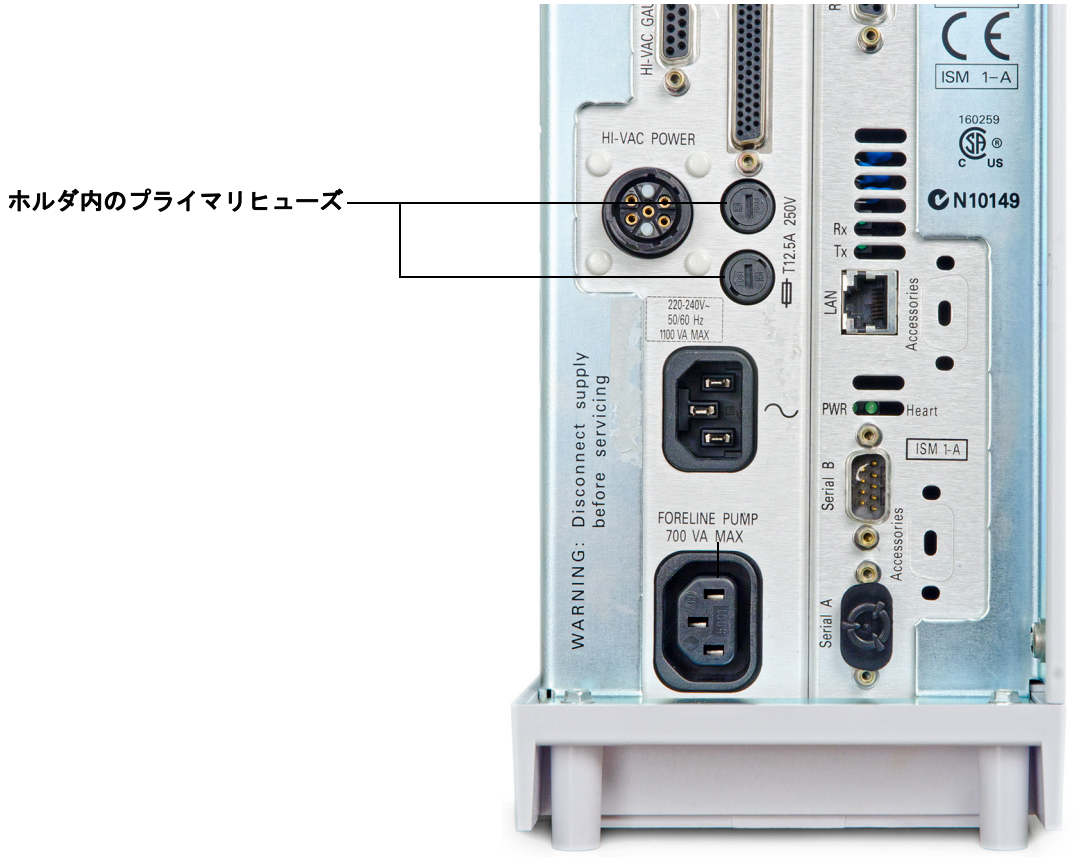


図 2 プライマリヒューズ

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。

1 はじめに

2
GC カラムの取り付け

カラム　32
スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには　34
キャピラリカラムをコンディショニングするには　37
GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには　38

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

カラム

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

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

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。カラム中の実際の流量の測定方法については、63 ページの「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、カラムが現実的な注入口圧で適切な流量を実現可能かどうか判断できます。

表 5　ガス流量

	モデル					
機構	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
高真空ポンプ	ディフュージョン	拡張ターボ	ディフュージョン	拡張ターボ	拡張ターボ	拡張ターボ
最適 He カラム流量 mL/min	1	1～2	1	1～2	1～2	1～2
推奨最大ガス流量 mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
最大ガス流量、mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
最大使用可能カラム id	0.25 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.25 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）	0.53 mm（30 m）
CI 機能	なし	なし	なし	なし	なし	あり
GC 互換性	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* 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低下が予測されます。

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。37 ページの「キャピラリカラムをコンディショニングするには」を参照してください。

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。カラムブリードが多いと、付着したブリードによりMSDの感度が落ちるため、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

- 5977 シリーズ MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なる場合があります。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メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには

必要な材料

- きれいな手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 定規
- スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- 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）
- 注入口カラムナット（5181-8830、Agilent 7890 シリーズおよび 7820 用）
- 拡大ルーペ
- セプタム（使用されて古くなった注入口セプタムでも可）

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。

警告 **GC は高温で稼働します。火傷を防ぐため、GC が十分に冷えたことを確認するまで GC のどの部分にも触れないでください。**

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

注意　GC 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。

手順

1 オーブン温度を室温に下げます。

2 清潔な手袋を着用して、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 3）。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。

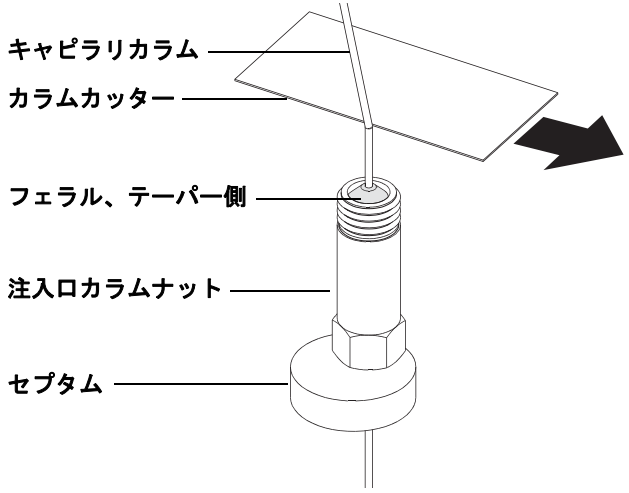


図 3　キャピラリカラムの取り付け準備

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

4 親指でカラムをカラムカッターに押しつけて、カラムカッターの刃でカラムを切断します。

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

6 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。

7 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 4）。

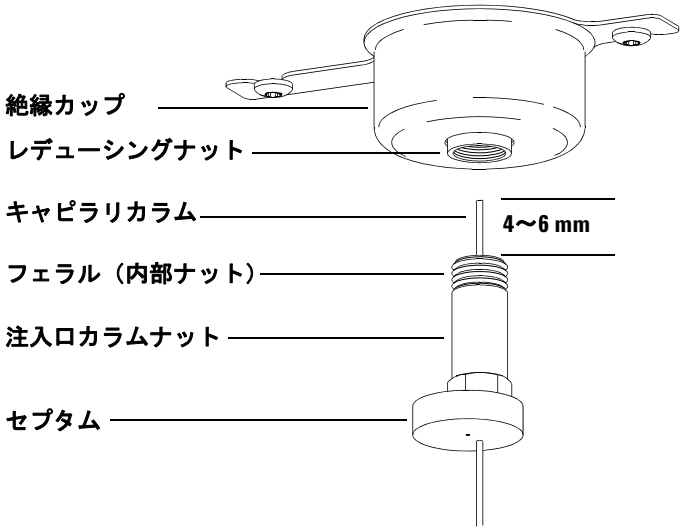


図 4　スプリット/スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

8 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。

9 カラムを注入口に挿入します。

10 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。

11 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。

12 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。

13 キャリアガスをオンにします。

14 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。

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、『Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis』（Agilent Technologies 文書番号 5988-9944EN）を参照してください。

キャピラリカラムをコンディショニングするには

必要な材料

- キャリアガス（純度99.9995%以上）
- 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。

警告

GC は高温で稼働します。火傷を防ぐため、十分に冷えたことを確認するまで GC のどの部分にも触れないでください。

手順

1 カラムを GC 注入口に取り付けます（34 ページの「スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付けるには」を参照してください）。

2 最低限の線速度である 30 cm/s またはカラム製造元の推奨値を設定します。室温で 15 ～ 30 分カラム内にガスを流して、空気を排出させます。

3 室温からカラムの最高使用温度までのオーブンプログラムを作成します。

4 10 ～ 15 ℃/min の速さで温度を上げます。

5 最大温度を 30 分維持します。

注意

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

6 GC オーブン温度を 30 ℃に設定し、GC の準備ができるまで待ちます。

7 カラムを GC インターフェイスに取り付けます（38 ページの「GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには」を参照してください）。

GC/MSD インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには



この手順は、キャピラリカラムをトランスファラインにカラムナットで直接取り付けるためのものです。

Agilent 7890 シリーズ GC

必要な材料

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3 mm id、0.10 mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4 mm id、0.20 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
- 拡大ルーペ
- きれいな手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インターフェースカラムナット（05988-20066）
- 保護めがね
- スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- カラム取り付けツール

注意 GC 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。

手順

1 カラムをコンディショニングします (37 ページの「キャピラリカラムをコンディショニングするには」を参照してください)。

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。**

警告 **アナライザの内側には高電圧が存在し、致命的な怪我につながるおそれがあります。いかなる理由であってもアナライザのドアを開けないでください。どうしても内部に触れる必要がある場合は、訓練されたサービス担当者が機器を建物の電源から切り離してから行う必要があります。**

2 Quick Swap を使用しない場合は、MS を大気開放します。MS を大気開放する手順については、72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。

警告 **GC は高温で稼働します。火傷を防ぐため、十分に冷えたことを確認するまで GC のどの部分にも触れないでください。**

3 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。

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

5 親指でカラムをカラムカッターに押しつけて、カラムカッターの刃でカラムを切断します。

6 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、手順 4 および 5 を繰り返します。

7 端をメタノールで拭きます。

8 カラムをカラム取り付けツールに挿入し、カラムの端がツールの端から 10 ～ 15 mm 突き出すようにします。

9 カラムをツールの端から 1 ～ 2 mm 出るようにスライドさせます。

10 フィッティングを手で締めます。

11 1/4 から 1/2 回転締めて、フェラルをカラムに固定します。

12 カラムをツールから取り外し、GC/MSD インターフェイスに挿入します。

13 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。

14 ナットを1/4から1/2回転締めます。

15 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。

16 １～２加熱サイクル後にナットの締まり具合を確認し、必要ならもう一度締め付けます。

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 42
LCP から MSD を操作する 42
EI GC/MSD インターフェイス 50
MSD のスイッチを入れる前に 52
真空排気 53
温度を制御する 53
カラム流量を制御する 53
MSD を大気開放する 54
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 55
MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには 56
[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 58
MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 60
高真空圧をモニタするには 61
カラム流量/線速度をキャリブレーションするには 63
MSD を EI モードでチューニングするには 65
システム性能を検証するには 67
高質量テストを実行するには（5977 シリーズ MSD） 68
MSD カバーを開けるには 71
MSD を大気開放するには 72
アナライザを開けるには 75
アナライザを閉めるには 77
MSD を EI モードで真空排気するには 81
MSD を移設または保管するには 84

この章では、Agilent 5977 GC/MSD で電子イオン化を使用するための基本的な操作手順を説明します。

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。

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 MassHunter **ワークステーションソフトウェア**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。

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、ステータスおよびメニューの2つの操作モードがあります。

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

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

特定のメニューオプションにアクセスするには:

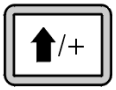


必要なメニューが表示されるまで [**メニュー (Menu)**] を押します。



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

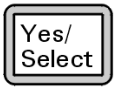
プロンプトに対応したり、オプションを選択するには次のキーを使用します。



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



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



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



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

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

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

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

LCP ステータスメッセージ

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

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

注記

多数のメニュー項目、特に ChemStation、MS パラメータ、およびメンテナンスの各メニューの項目は、機器がデータを取り込み中のときには無効です。

表 6 ChemStation メニュー

処置	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

処置	説明
ベントの準備	[**はい / 選択 (Yes/Select)**] が押されたときに、GC のシャットダウンを促し、次に、機器のベントに備えて準備します。
ポンプダウン（Pumpdown）	真空排気シーケンスを開始します。
高真空ソフトスタート (Hi Vac Soft Start)	高真空ポンプのソフトスタート機能を使用するかどうかを選択できます。この機能を使用すると、ターボポンプのスピードがゆっくり上昇します。ポンプが長い間アイドル状態にあった後は、ポンプの摩耗を最小限にするために、この機能をお使いになることをおすすめします。

表 8　MS パラメータ (MS Parameters) メニュー

処置	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表示されます。
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。
MSD フォールトステータス（MSD Fault Status）	考えられるすべてのフォールトの組み合わせを示す、Fault ステータスコード（数字）を「dec」（10 進）および「hex」（16進）形式で報告します。
イオン源温度、℃（Ion Source Temp, °C）	イオン源温度を表示して設定します。
四重極温度、℃（Quadrupole Temp, °C）	四重極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 (Network) メニュー

処置	説明
キーボード経由の MSD IP (MSD IP via keyboard)	MSD の IP アドレスを表示します。MassHunter データ測定を通じてプログラムされます。
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。
GC COMM IP アドレス	IP アドレスを表示します。
ChemStation IP	MassHunter データ測定用パソコンの IP アドレスを表示します。
GC IPアドレス（GC IP Address）	GCのIPアドレスを表示します。
Pingゲートウェイ（Ping gateway）	ゲートウェイとの通信をチェックします。
Ping ChemStation	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。
MAC アドレス（MAC Address）	MSDのスマートカードのMACアドレスを表示します。
新しいネットワーク設定でリブート（Reboot with new network settings）	システムをリブートし、新しいネットワーク設定を保存します。

表 10 バージョン (Version) メニュー

処置	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。

表 10　バージョン (Version) メニュー（続き）

処置	説明
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 (Controller) メニュー

処置	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（51 ページの図 5 ）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。インターフェー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1～2 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、制御されます。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。インターフェイス温度は、この制限温度範囲内で GC オーブン最高温度よりわずかに高くしますが、決してカラムの最高使用温度を超えないように注意してください。

EI GC/MSD インターフェイスは EI イオン源との組み合わせでのみ使用できます。EI イオン源で使用できるチップシールは 2 種類あります。標準/不活性 EI イオン源にはチップシールは不要です。EI のみのシステムのエクストラクタイオン源にはチップシール（G3870-20542）を使用します。EI/CI システムのエクストラクタイオン源と CI イオン源には CI チップシール（G1999-60412）を使用します。

参照項目

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

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

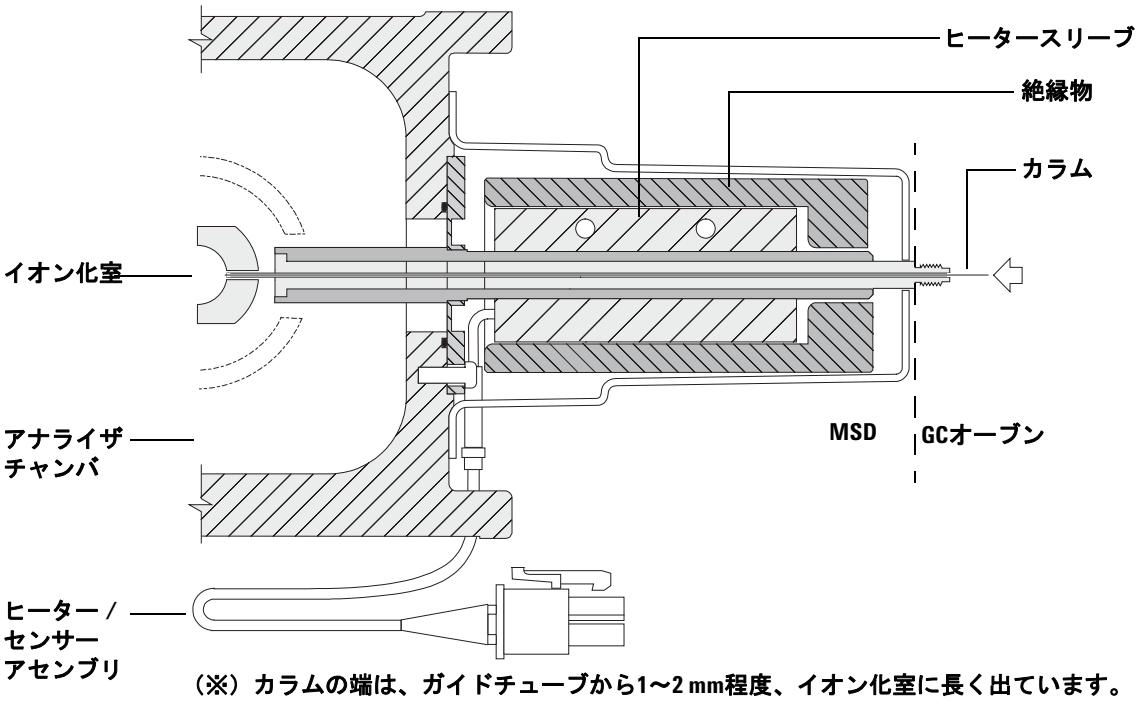


図 5　EI GC/MSD インターフェイス

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。**

真空排気

MSD の真空排気は、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行えます。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 G3397B 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、イオン源および四重極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。7820 シリーズ GC の場合、ヒーターは、シングル注入口モデルではバック注入口加熱部、デュアル注入口モデルでは手動バルブ加熱部に接続されます。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 の注入口圧力で制御されます。注入口圧力が一定の場合、GC のオーブン温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが [**コンスタントフロー (Constant Flow)**] に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

実際のカラム流量は MSD を使用して測定できます。**少量**の空気または他の保持され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。63 ページの「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。

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が大気開放されると、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 ℃ は火傷のおそれがある温度であり、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

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。「5977 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。42 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

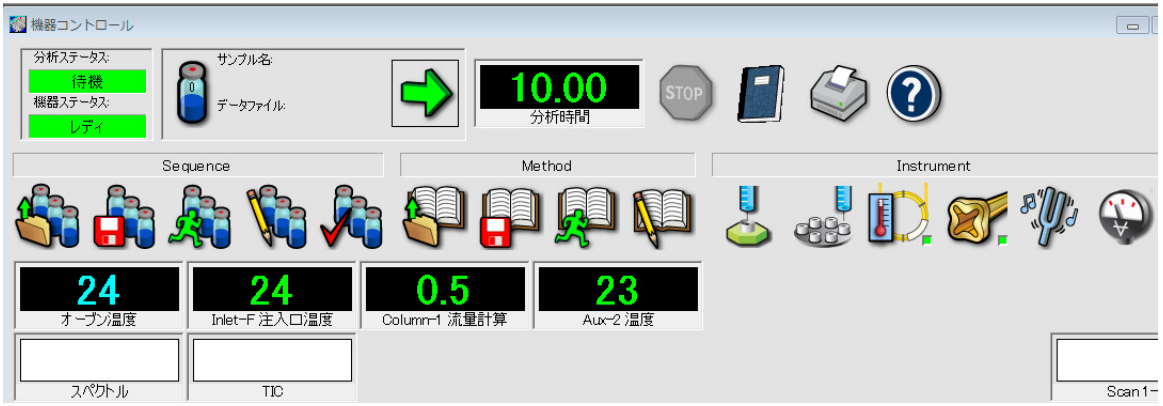
1 [**機器コントロール (Instrument Control)**] **画面**で、[**機器 (Instrument)**] メニューから [**モニタの編集 (Edit Monitors)**] を選択して、[**モニタ選択 (Select Monitors)**] ダイアログを表示します。



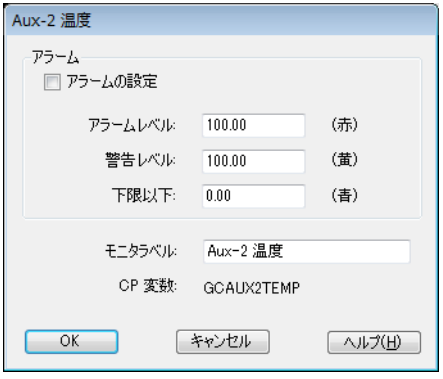
2 [**使用可能なモニタ (Available Monitors)**] 列で、モニタを選択し、[**追加 (Add)**] ボタンをクリックして、選択したモニタを [**選択されたモニタ (Selected Monitors)**] 列に移動します。追加する他のモニタに対して上の手順を繰り返します。

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。

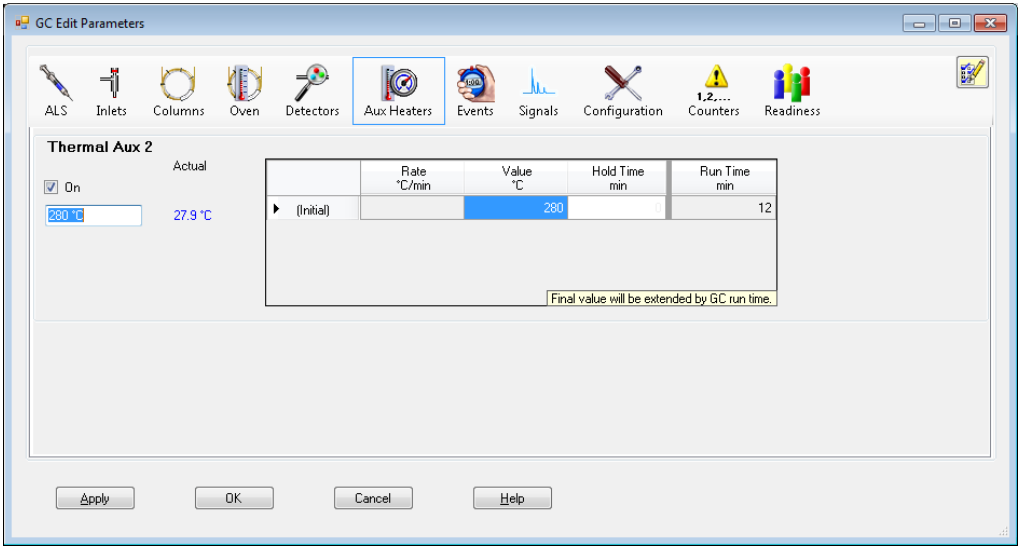
4 [**閉じる (Close)**] をクリックしてダイアログを終了します。パラメータが変更されている場合は、[**MS チューニングファイル保存 (Save MS Tune File)**] ダイアログが表示されます。[**OK**] をクリックして変更を同じファイルに保存するか、新しいファイル名を入力して [**OK**] をクリックします。すべてのパラメータに対する編集を破棄するには、[**キャンセル (Cancel)**] をクリックします。

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（81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。

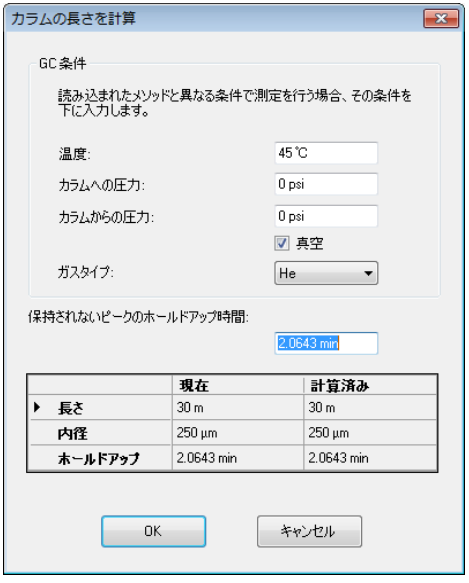
[機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、この真空値を表示するように MS モニタをセットアップできます。真空の状態についても、LCPまたは [マニュアルチューニング] 画面で読み取ることができます。

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）

t＝リテンションタイム（分単位）

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。42 ページの「LCP から MSD を操作する」を参照してください。

手順

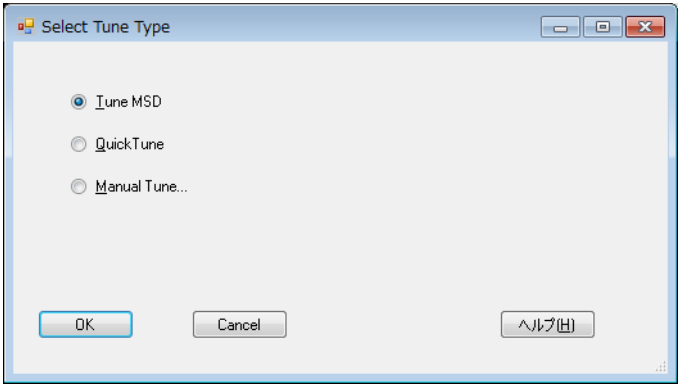
1 データ測定に使用するメソッドを読み込みます。

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 [**MS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（5977 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）

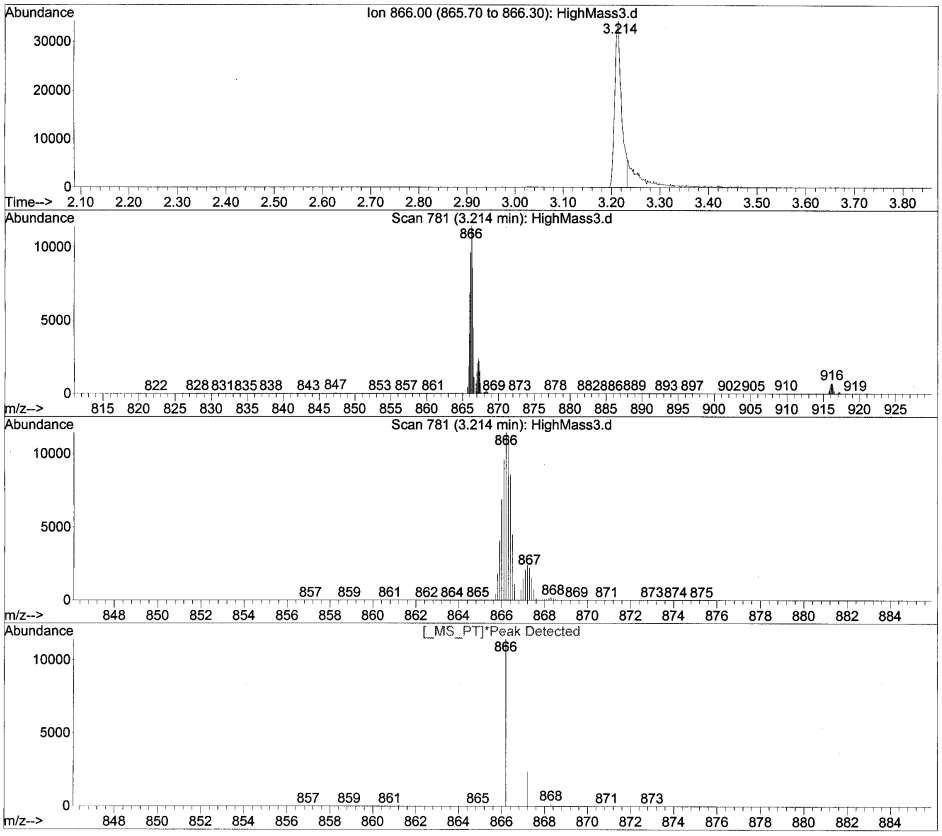
手順

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。65 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\5977\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。69 ページの「PFHT 高質量レポート」を参照してください。

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 6　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。

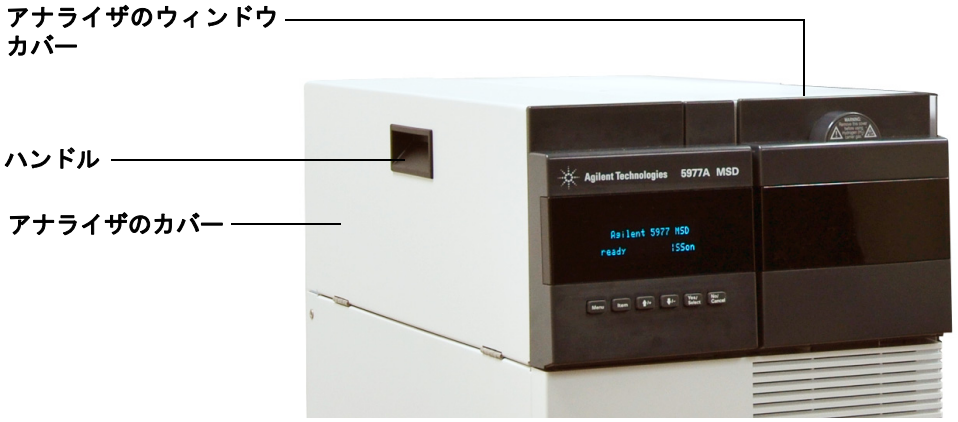
MSD カバーを開けるには

MSD のカバーを開ける場合、以下の手順に従ってください。

アナライザのウィンドウカバーを取り外すには

窓の上部の丸みのある部分を押し込み、窓を少し前方に傾けてから、MSD から持ち上げます。

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。



アナライザのカバーを開けるには

MSD の側面にあるハンドルを左下方向に引っぱって磁気ラッチを外し、カバーを開けます。カバーは蝶番で保持されています。

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。**

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。

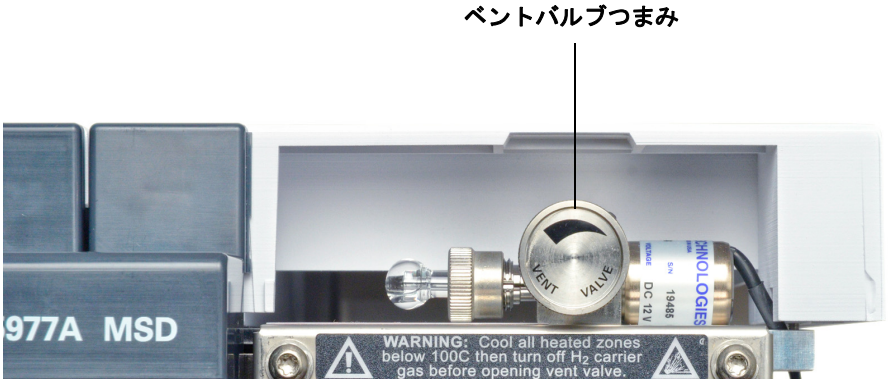
4 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログで、[**真空制御 (Vacuum Control)**] タブを選択します。



5 アナライザのウィンドウカバーを取り外します（71 ページの「MSD カバーを開けるには」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。



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には

必要な材料

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- リストストラップ、帯電防止
  - 小（9300-0969）
  - 中（9300-1257）
  - 大（9300-0970）

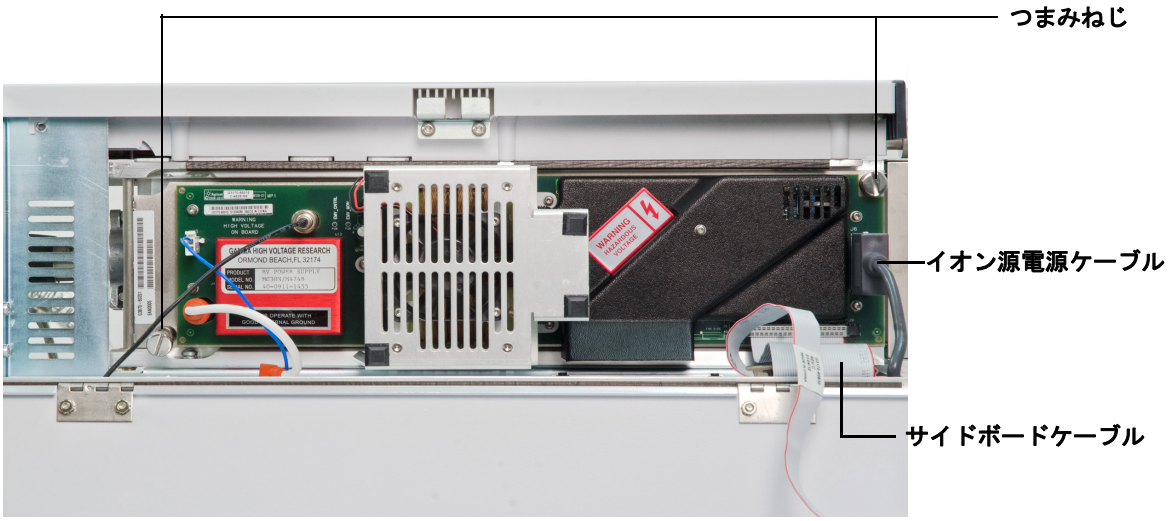
注意

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（123 ページ参照）アナライザを開けます。

手順

1 MSD を大気開放します（72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください）。

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がきつく締まっている場合、緩めます。

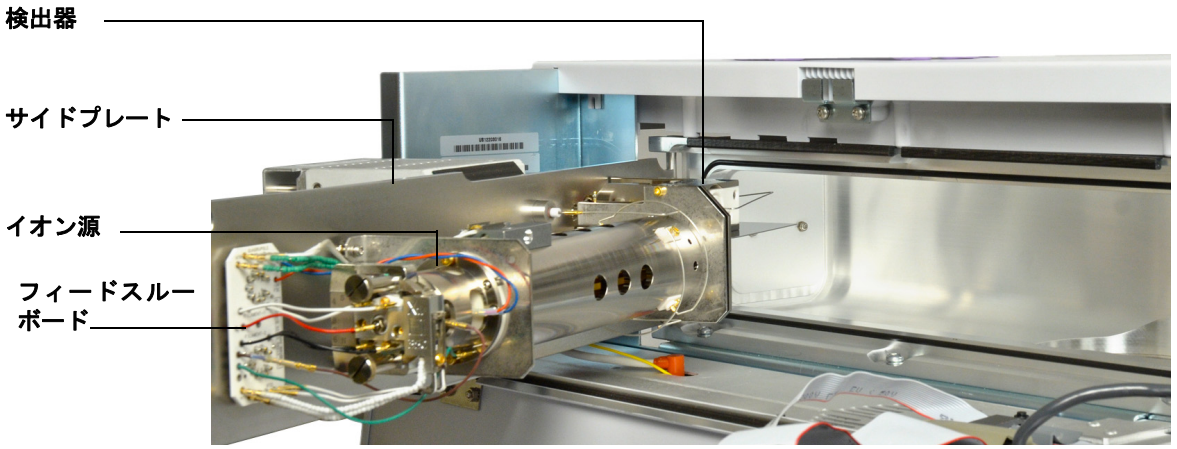
普通に使用する場合、サイドプレートの後ろ側のつまみねじは緩めておいてください。輸送の間だけ締めます。サイドプレートの前側のつまみねじは CI 動作、あるいは水素または他の引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用する場合にのみ固く締める必要があります。

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

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。

4 静かに サイドプレートを外します。



アナライザを閉めるには



必要な材料

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

手順

1 分析機器の内部配線機器がすべて正しく取り付けられているか確認します。配線は標準 EI と CI のどちらのイオン源でも同じです。エクストラクタ EI イオン源には、エクストラクタレンズ用の配線があります。

配線は表 14 、および78 ページの図 7 と79 ページの図 8 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）
ブラウン（1）	エクストラクタレンズ（エクストラクタイオン源のみ）	ボード、中央左

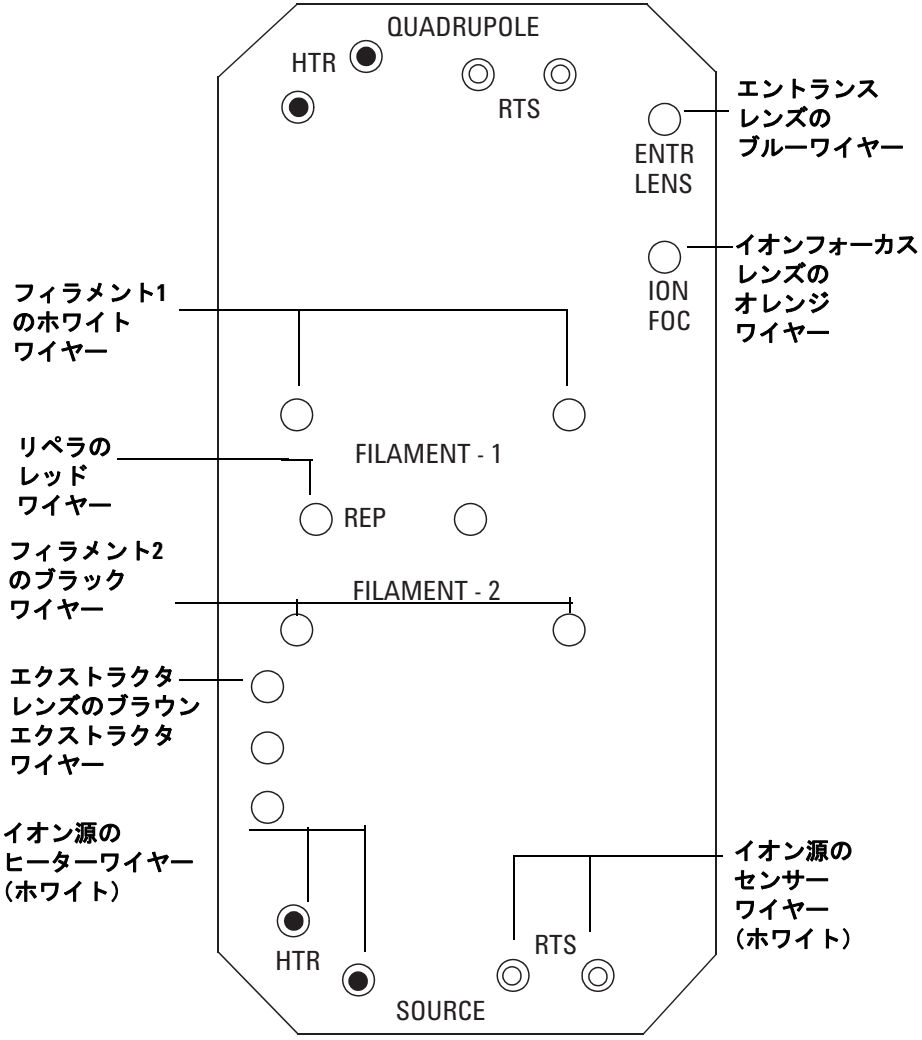


図 7 フィードスルーボード配線

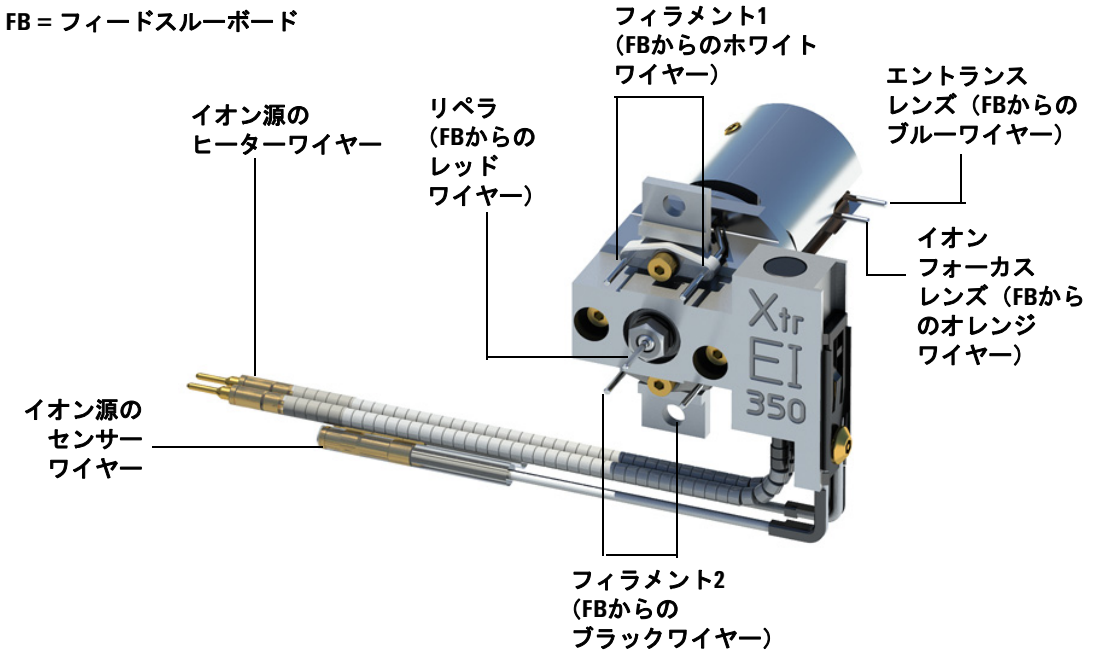


図 8　イオン源の配線

サイドプレートのO-リングを確認します。O-リングにアピエゾン L 高真空グリースのとても薄い皮膜があることを確認してください。O-リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O-リングが光って見える場合、グリースが多すぎますグリースアップの方法については、『5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください。

2. サイドプレートを閉じてください。
3. サイドボードのコントロールケーブルを再接続します。
4. ベントバルブが閉まっているか確認してください。
5. MSD を真空排気します。81 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。
6. 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。

7 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。42 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（50 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。

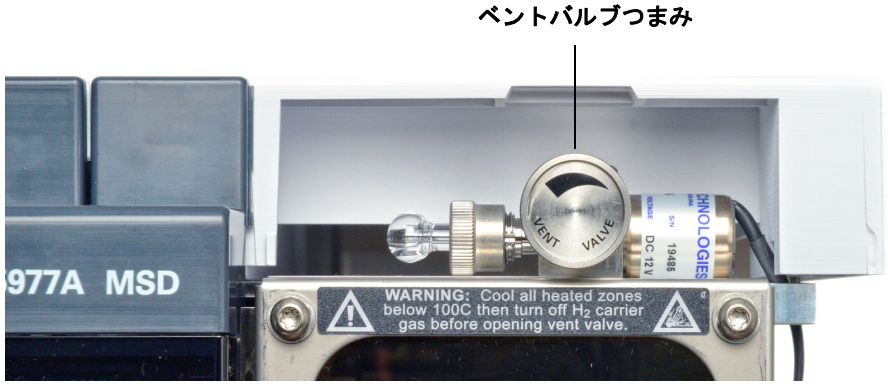
警告

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（71 ページの「MSD カバーを開けるには」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。

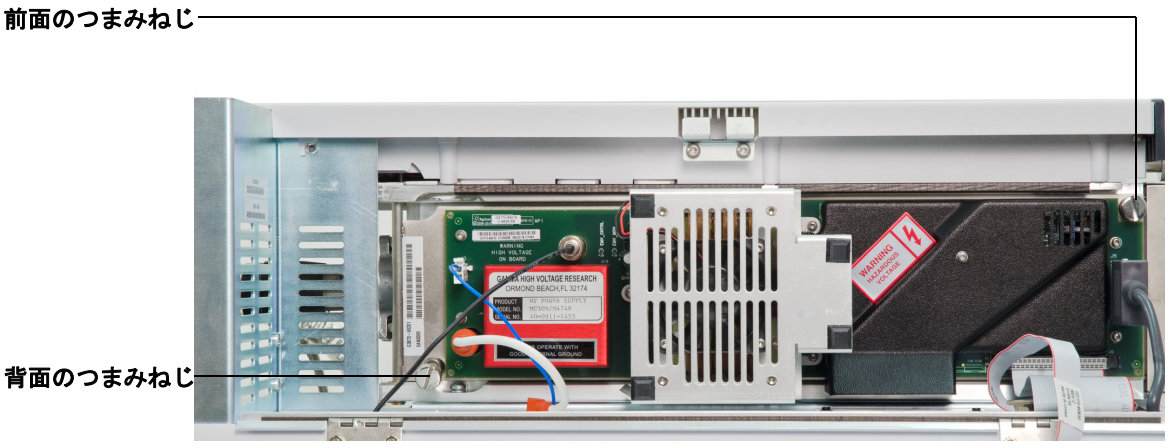
MSD を移設または保管するには

必要な材料

- フェラル、ブランク（5181-3308）
- インターフェースカラムナット（05988-20066）
- 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（72 ページの「MSD を大気開放するには」）。
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（『5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください）。
5. GC/MSD インターフェイスのヒーターケーブルをGCから引き抜きます。
6. アナライザのカバーを開きます(71 ページの「MSD カバーを開けるには」)。
7. サイドプレートのつまみねじを指で締めます。



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。

8 MSD電源コードを差し込みます。

9 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約 1 Torr であることを確認します。

10 MSDのスイッチを切ります。

11 アナライザのカバーを閉じます。

12 LAN、リモート、および電源の各ケーブルを切り離します。

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。

3 電子イオン化（EI）モードの操作

4 化学イオン化（CI）モードの操作

一般的なガイドライン 88
CI GC/MSD インターフェイス 89
CI オートチューニング 91
CI MSD を操作するには 93
標準または不活性 EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには 94
エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには 95
MSD を CI モードで真空排気するには 96
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 97
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには 99
メタン試薬ガス流量を設定するには 102
他の試薬ガスを使用するには 105
CI イオン源から標準または不活性 EI イオン源に切り換えるには 108
CI イオン源からエクストラクタ EI イオン源に切り換えるには 109
PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ） 110
NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス） 112
PCI 性能を検証するには 114
NCI 性能を検証するには 115
CI モードの高真空圧をモニタするには 116

この章では化学イオン化（CI）モードでの 5977 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。67 ページの「システム性能を検証するには」を参照してください。
- 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。これを判定するには、PCI モードで、メタンのプレチューニング後に *m/z* 32 を確認します。
- 試薬ガス注入ラインに、（アンモニア対応ではない）ガストラップが備え付けられていることを確認してください。

CI GC/MSD インターフェイス

CI GC/MSD インターフェイス（図 9）は、MSD 内部にキャピラリカラムを通すための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に、O-リングを使ってねじで固定されており、保護カバーがついています。

インターフェイスの一方の端は、GCの側面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。キャピラリカラムの端の 1 ～ 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。

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、CI イオン源の先端から試薬ガスが漏れるのを防ぎます。試薬ガスはインターフェイス本体に入り、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。CI チップシールは CI の動作に必須であり、EI エクストラクタイオン源を使用する際にも取り付けておくことができます。これは標準または不活性 EI イオン源に容易に交換できます。

インターフェイスは 250 ℃ から 350 ℃ の範囲で設定できます。インターフェイス温度は、この制限温度範囲内で GC オーブン最高温度よりわずかに高くしますが、決してカラムの最高使用温度を超えないように注意してください。

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。**

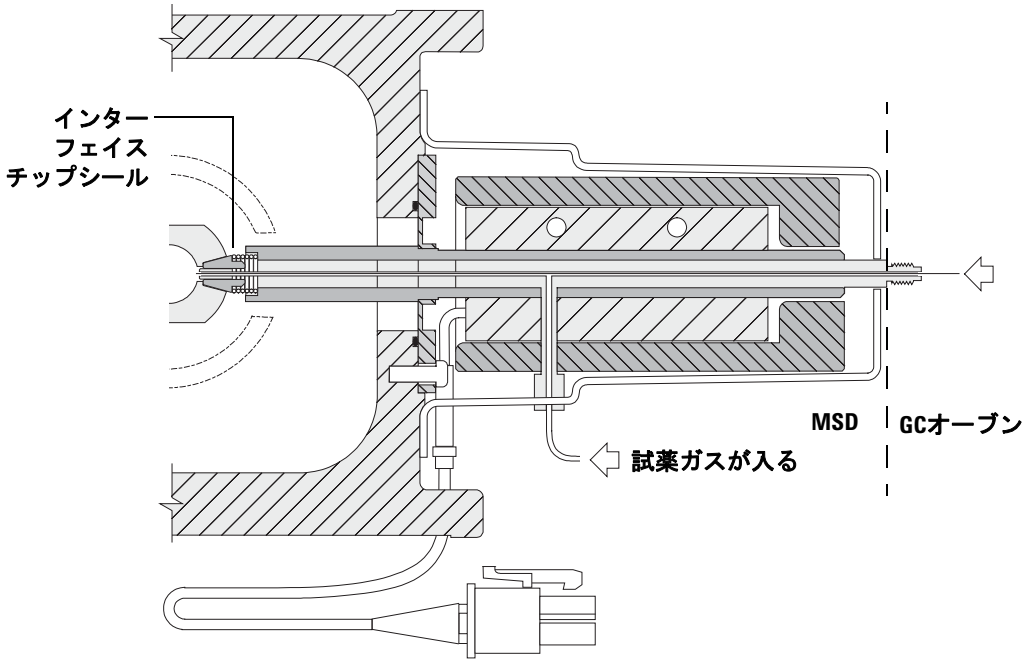


図 9 CI GC/MSD インターフェイス

関連項目

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

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。92 ページの「試薬ガス設定」を参照してください。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。真空チャンバ全体をあふれさせるのではなく、PFDTD はガス流量制御モジュールを使用して CI 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、EM 電圧（エレクトロンマルチプライア電圧）が 2600 V 以上になった場合は、問題が存在する可能性があります。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。67 ページの「システム性能を検証するには」を参照してください。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 15 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	ポジティブ	ネガティブ	ポジティブ	ネガティブ	ポジティブ	ネガティブ	N/A
エミッション	150µA	50µA	150µA	50µA	150µA	50µA	35µA
電子エネルギー	150eV	150eV	150eV	150eV	150eV	150eV	70 eV
フィラメント	1	1	1	1	1	1	1または2
リペラ	3V	3V	3V	3V	3V	3V	30 V
イオンフォーカス	130V	130V	130V	130V	130V	130V	90 V
エントランスレンズオフセット	20V	20V	20V	20V	20V	20V	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	あり	あり	なし	あり	なし	あり	あり

N/A 使用不可。

CI MSD を操作するには

MSD を CI モードで動作させるのは、EI モードより複雑です。CI モードでは、チューニング後に特定の検体を使用して、ガス流量、イオン源温度（表 16）、および電子エネルギーの最適化が必要となる場合があります。

表 16　CI モードでの設定温度

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

PCI モードでの立ち上げ

最初にPCIモードでシステムを立ち上げて、以下の確認を行います。

- 別の試薬ガスを使用する場合でも、最初はメタンでMSDをセットアップしてください。
- *m/z* 28 と 27 の比率（メタン流量調整パネル）を見てインターフェイスチップシールが正しくついていることを確認します。
- *m/z* 19（プロトン付加した水）および 32 のイオンをモニタすると、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、どの試薬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。

アプリケーションに応じて、システムのスタートアップ時に次の試薬ガス流量を使用します。

- PCI モードでは、試薬ガス流量を 20（1 mL/min）に設定
- NCI モードでは、試薬ガス流量を 40（2 mL/min）に設定

標準または不活性 EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには

注意

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

手順

1. MSD を大気開放します。72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。
2. アナライザを開きます。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。
3. EIイオン源を取り外します。128 ページの「EI イオン源を取り外すには」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。「静電気」を参照してください。静電防止の予防措置を取ってから アナライザを開けます。

4. CI イオン源を取り付けます。169 ページの「CI イオン源を取り付けるには」を参照してください。
5. CI/エクストラクタインターフェイスチップシール（部品番号G1999-60412）を取り付けます。157 ページの「CI/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り付けるには」を参照してください。
6. サイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。
7. MSD を真空排気します。96 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。

エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには

注意

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

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。123 ページの「静電気」を参照してください。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。

手順

1. MSD を大気開放します。72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。
2. アナライザを開きます。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。
3. エクストラクタ EI イオン源を取り外します。128 ページの「EI イオン源を取り外すには」を参照してください。
4. ブラウンのエクストラクタワイヤーをフィードスルーボードから取り外し、EI エクストラクタイオン源とともに保管しておきます。78 ページの図 7 を参照してください。
5. CI イオン源を取り付けます。169 ページの「CI イオン源を取り付けるには」を参照してください。
6. サイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。
7. MSD を真空排気します。96 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。

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。81 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 17 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 17　デフォルトのチューニングリミット設定（CI オートチューニングでのみ使用）

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア	
イオン極性	ポジティブ	ネガティブ	ポジティブ	ネガティブ	ポジティブ	ネガティブ
アバンダンスターゲット	1×10^6	1×10^6	N/A	1×10^6	N/A	1×10^6
ピーク幅ターゲット	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
最大リペラ	4	4	N/A	4	N/A	4
最大エミッション電流、µA	240	50	N/A	50	N/A	50
最大電子エネルギー、eV	240	240	N/A	240	N/A	240

表 17 の注記：

- **N/A** は使用不可の意味です。メタン以外の試薬ガスでは、PCIモードPFDTDのイオンを形成することはできません。このため、CIオートチューニングはこれらの構成では使用できません。

- **イオン極性**：最初は必ずメタンを使用して PCI モードで開始し、その後、必要なイオン極性および試薬ガスに切り換えてください。
- **ターゲットアバンダンス**：必要なシグナルアバンダンスを得るためアバンダンス値を調整します。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。
- **ターゲットピーク幅**：ピーク幅値を大きくすると、高い感度が得られ、ピーク幅を小さくすると質量分解能が向上します。
- **最大エミッション電流**：NCI のエミッション電流の最大値は化合物によって大きく変わるため、経験的に選択する必要があります。たとえば、農薬分析に最適な放出電流は約200 µAになります。

試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 10 ）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。

流量制御モジュール

CI 試薬ガス流量制御モジュールは CI GC/MSD インターフェイスへの試薬ガスの流入を調整します。流量モジュールは、マスフローコントローラ（MFC）、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、シャットオフバルブ、制御電子機器、配管で構成されます。103 ページの図 10 と表 18 を参照してください。

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

シャットオフバルブは、MSD の大気開放時の空気、または EI 動作時の PFTBA による流量制御モジュールの汚染を防ぎます。

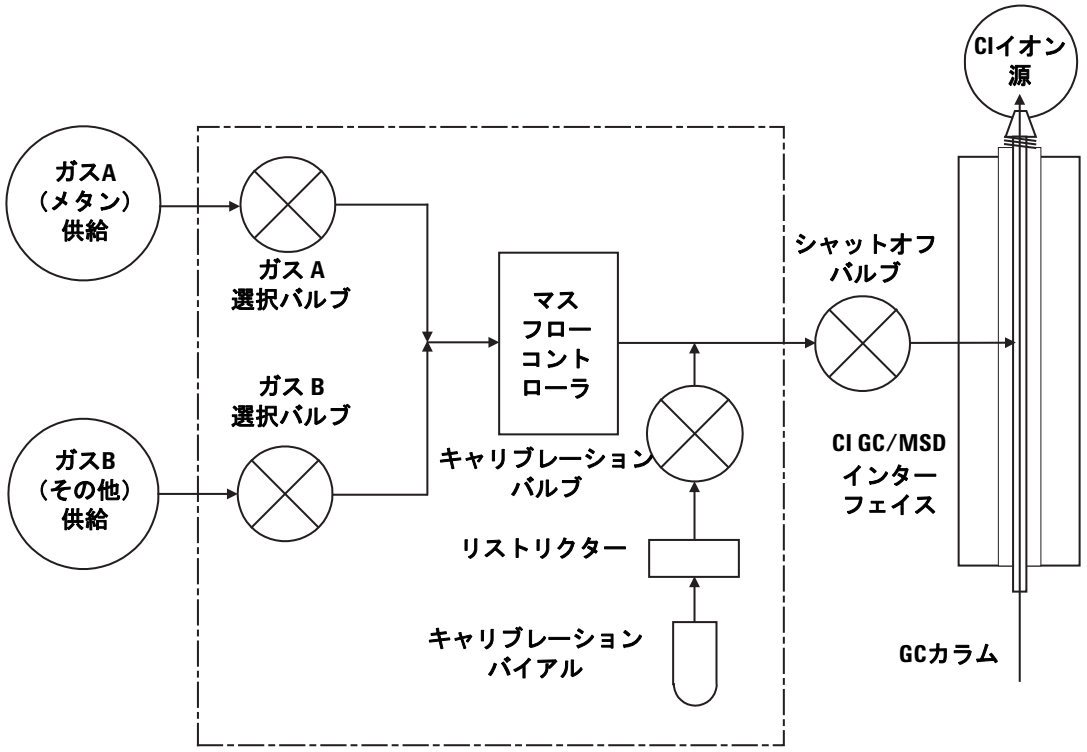


図 10　試薬ガス流量制御モジュール図

表 18　流量制御モジュール状態図

結果	ガスA流量	ガスB流量	パージ（ガス A を使用）	パージ（ガス B を使用）	排出流量モジュール	スタンバイ、大気開放、または EI モード
ガス A	開	閉	開	閉	閉	閉
ガス B	閉	開	閉	開	閉	閉
MFC	オン→設定値	オン→設定値	オン→ 100%	オン→ 100%	オン→ 100%	オフ→ 0%
シャットオフバルブ	開	開	開	開	開	閉

モニターでは**開**は **1**、**閉**は **0** で表示されます。

メタン試薬ガス流量を設定するには

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

メタン試薬ガス流量の調整は、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。65 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。54 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。169 ページの「CI イオン源を取り付けるには」を参照してください。

4 システムを真空排気します。96 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。116 ページの「CI モードの高真空圧をモニタするには」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。

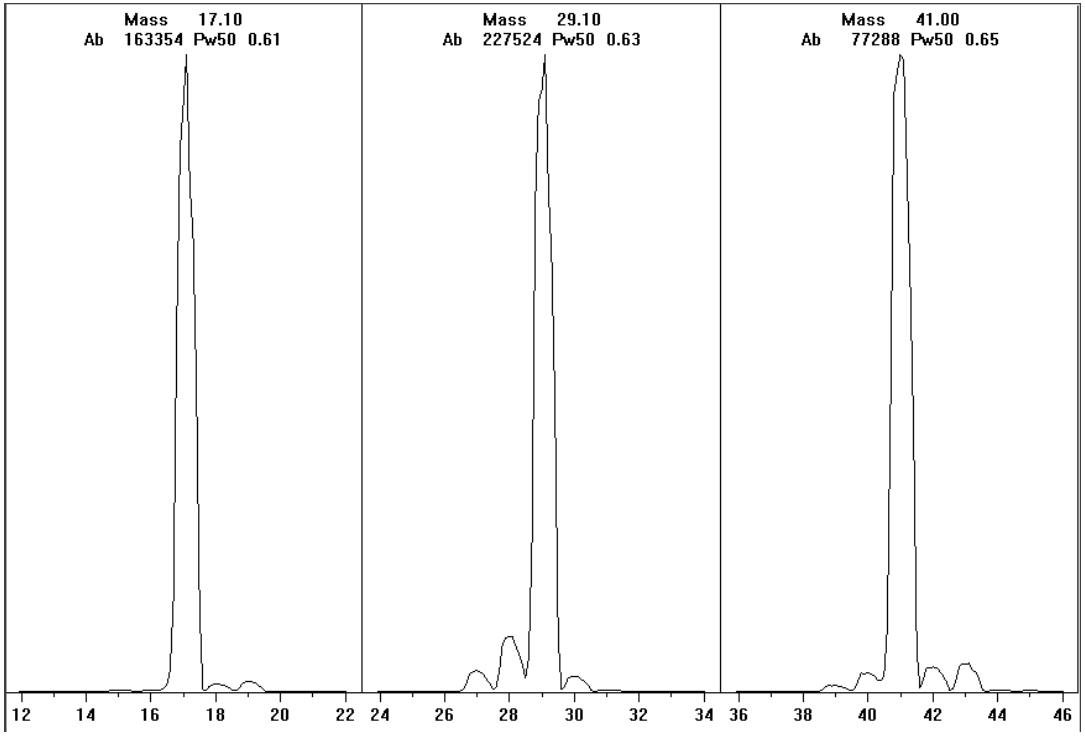


図 11　長時間の焼き出しの後の試薬イオンスキャン

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 のアバンダンスが小さく、*m/z* 32 のピークが確認できないことに注目してください。お使いの MSD では最初はもっと多くの水が示されるかもしれませんが、*m/z* 19 のアバンダンスは *m/z* 17 の 50 % 未満であるはずです。

他の試薬ガスを使用するには

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 5977 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の概要については、『5977 Concepts Guide』で説明しています。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 19 を参照してください。

表 19　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、化学イオン化であまりフラグメント化していないスペクトルが望ましい場合に多く使用されます。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。

付加反応およびプロトン転移は、イソブタンに最もよく起こ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、化学イオン化であまりフラグメント化していないスペクトルが望ましい場合に多く使用されます。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。

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

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

手順

1 メタンと PFDTD を使用して標準ポジティブ CI オートチューニングを実行します。110 ページの「PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ）」を参照してください。

2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面の [**チューニング (Tune)**] メニューで、[**チューニングウィザード (Tune Wizard)**] をクリックし、指示が表示されてから、[**イソブタン (Isobutane)**] または [**アンモニア (Ammonia)**] を選択します。選択すると選択したガスを使用するためにメニューに変わり、該当するデフォルトのチューニングパラメータを選択します。

3 指示が表示されてから、[**ガス B (Gas B)**] を選択します（イソブタンまたはアンモニアが配管されるポート）。チューニングウィザードからの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 [**実行 (Execute)**] メニューの [**イソブタン** (または **アンモニア**) **流量調整 (Isobutane Flow Adjust または Ammonia Flow Adjust)**] をクリックします。

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

イソブタンまたはアンモニアを使って NCI を実行したいときは、**NCICH4.U** または特定ガス用の既存 NCI チューニングファイルを読み込みます。アンモニアを使用した CI 操作の詳細については、Agilent アプリケーションノート『Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs』（5989-5170EN）を参照してください。

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。詳細については、「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、流量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流量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(『5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください)。

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。

CI イオン源から標準または不活性 EI イオン源に切り換えるには

手順

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

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

1. [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面から、MSD をベントします。72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。ソフトウェアにより指示が表示されてから指示に従います。
2. アナライザを開きます。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。
3. CI/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り外します。157 ページの「CI/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り付けるには」を参照してください。
4. EI イオン源を取り付けます。151 ページの「EI イオン源を取り付けるには」を参照してください。
5. 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。
6. MSD を真空排気します。81 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。
7. EI チューニングファイルを読み込みます。

CI イオン源からエクストラクタ EI イオン源に切り換えるには

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

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

手順

1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面から、MSD をベントします。72 ページの「MSD を大気開放するには」を参照してください。ソフトウェアにより指示が表示されてから指示に従います。

2 アナライザを開きます。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。

3 CIイオン源を取り外します。159 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。標準または不活性 EI イオン源の場合と異なり、チップシールを取り外す必要はありません。CI インターフェイスチップシールは、エクストラクタ EI イオン源にも適合します。

4 EI エクストラクタイオン源を取り付けます。151 ページの「EI イオン源を取り付けるには」を参照してください。

5 保管してあるブラウンのエクストラクタワイヤーを取り出して、エクストラクタレンズとイオン源ボードに接続します。

6 CI イオン源をイオン源収納箱に保管します。

7 MSD を真空排気します。81 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。

8 EI チューニングファイルを読み込みます。

PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ）

注意

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

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。

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。67 ページの「システム性能を検証するには」を参照してください。

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

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

3 デフォルトの設定値を受け入れます。

4 メタンの設定を行います。102 ページの「メタン試薬ガス流量を設定するには」を参照してください。

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

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の完了で、合格です（図 12 ）。オートチューニングの結果で EM 電圧（エレクトロンマルチプライア電圧）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。111 ページの「PCI オートチューニングレポート」を参照してください。

19/29比は水のアバンダンスを示します。

32/29比は酸素のアバンダンスを示します。

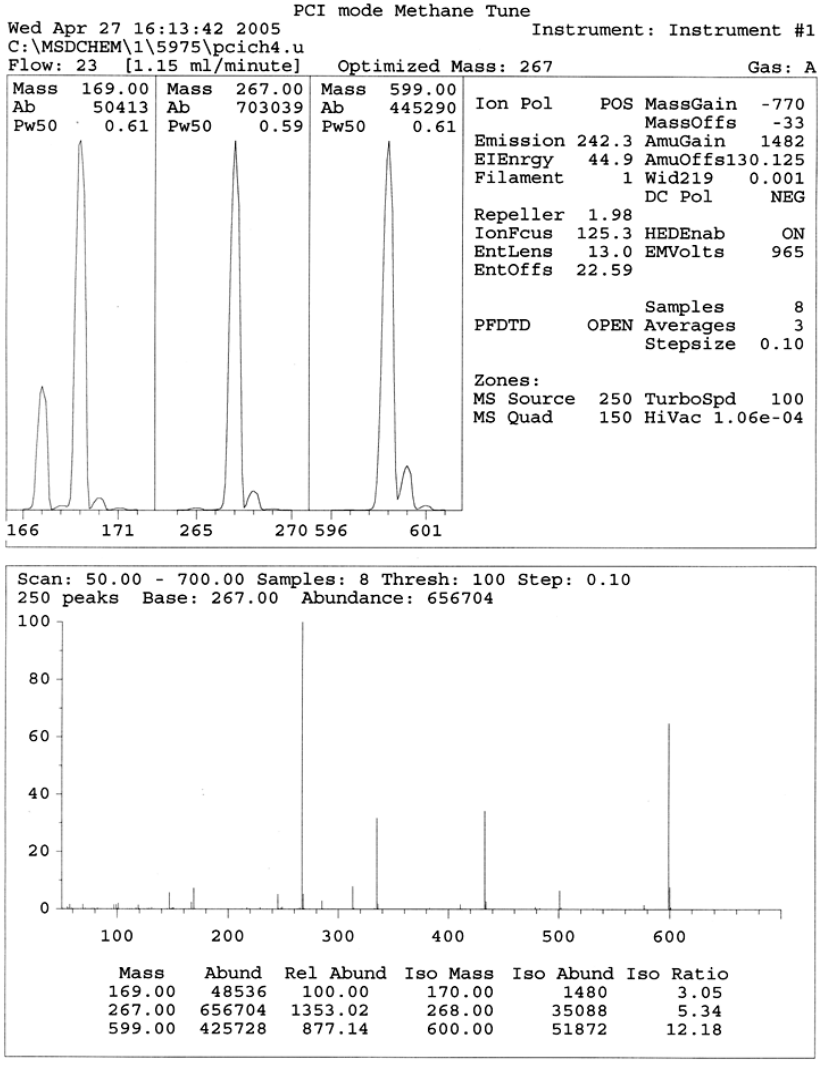


図 12　PCI オートチューニングレポート

NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス）

注意 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。67 ページの「システム性能を検証するには」を参照してください。別の試薬ガスを使用する、あるいはNCIを実行する予定であっても、最初は必ず試薬ガスとしてメタンを使用して、PCIモードでCI MSDを設定してください。

手順

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

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

デフォルト温度および他の設定値を受け入れます。

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

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

注意 絶対に必要な場合以外は、チューニングを行わないでください。チューニング回数を抑えることで、PFDTDのバックグランドノイズを最小化し、イオン源の汚染を防ぐことができます。

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の完了で、合格です（図 13 ）。オートチューニングの結果で EM 電圧（エレクトロンマルチプライア電圧）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。

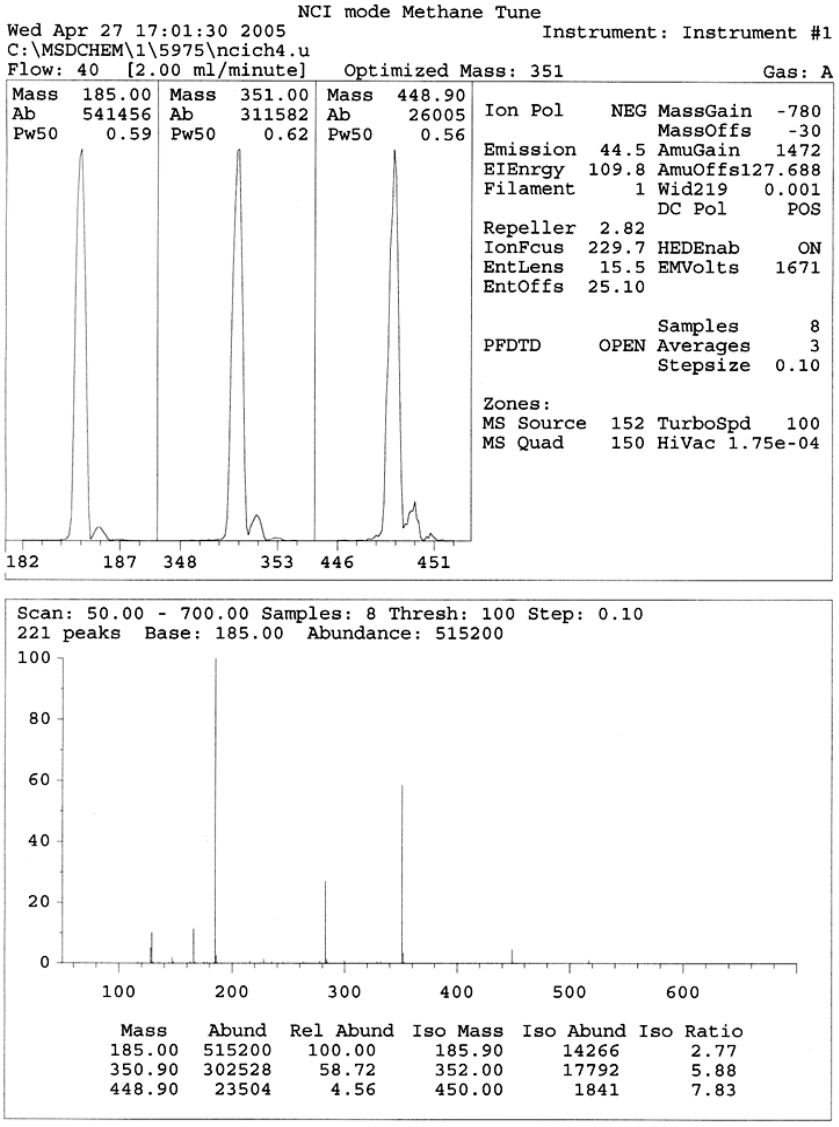


図 13　NCI オートチューニング

PCI 性能を検証するには

必要な材料

- ベンゾフェノン、100 pg/µL（8500-5440）

注意

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。67 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読み込まれていることを確認します。

3 [**ガス A (Gas A)**] を選択して流量を 20 % に設定します。

4 [チューニングと真空制御] 画面でCI設定を実行してください。109 ページの「CI イオン源からエクストラクタ EI イオン源に切り換えるには」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。91 ページの「CI オートチューニング」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 性能を検証するには

この手順は EI/PCI/NCI MSD のみに有効です。

必要な材料

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

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。「システム性能を検証するには」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読み込み、温度設定値を受け入れます。
3. [**ガス A (Gas A)**] を選択して流量 を 40 % に設定します。
4. [チューニングと真空制御] 画面でCIオートチューニングを実行します。「NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス）」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。

CI モードの高真空圧をモニタするには

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性がある間は、Micro イオンゲージコントローラをオンにしないでください。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を立ち上げ、真空排気します。96 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。

2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面で、[**真空制御 (Vacuum)**] メニューから [**真空ゲージのオン / オフ (Tune Vacuum Gauge On/Off)**] を選択します。

3 [機器コントロール] 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 以上である場合、ゲージコントローラはオンになりません。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。

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。117 ページの表 20 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。これらの圧力は概算値で、機器によって変わります。

代表的な圧力値

G3397B 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（117 ページの表 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　マスフローコントローラ設定と代表的な圧力値

MFC	圧力（Torr）	
（%）	メタン	アンモニア
	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}

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

4 化学イオン化（CI）モードの操作

5 通常のメンテナンス

始める前に 120
真空システムのメンテナンス 125
アナライザのメンテナンス 126
EI イオン源を取り外すには 128
標準または不活性 EI イオン源を分解するには 131
エクストラクタ EI イオン源を分解するには 134
EI イオン源を洗浄するには 137
標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには 142
エクストラクタ EI イオン源を組み立てるには 145
EI イオン源のフィラメントを交換するには 148
EI イオン源を取り付けるには 151
エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーンを交換するには 152

始める前に

MSD で必要なメンテナンスの大半はお客様にて実行できます。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。

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
ドライフォアラインポンプのチップシールを交換			X	
ドライフォアラインポンプの排気フィルタを交換				X
DS42 フォアラインポンプの青いミストフィルタを交換				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-リングにグリースアップする†				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では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。

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れば、稼働上の問題を減らし、システムの寿命を延ばし、全体の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、行ったメンテナンス作業を記録しておくと、不具合発生時に対応が容易になります。

工具、予備の部品、支給品

必要な工具、予備の部品、支給品の一部は、GC のシッピングキット、MSD のシッピングキット、MSD のツールキットに入っています。その他のものは、お客様にてご用意願います。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。

高電圧への予防

MSD がコンセントにつながれている時は、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
- 基板間のケーブル
- 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の電源が入っていたり、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 では多くの部分が、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。高温の主な部分には以下のものがあります。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。このため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、高い温度になる場合があります。GC/MSD インターフェイスは断熱材で覆われ、ヒーターがオフになった後も、冷却されるまでに時間がかかります。**

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あります。**

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

化学物質の残留

MSのイオン化においては、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排気されます。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できません。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。

静電気

MSD にあるプリント回路基盤の部品はすべて、静電気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静電気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静電気をもたらす可能性があります。静電気による損傷は、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は**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。しかしストラップがゆる過ぎる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、基盤の縁にだけ触れてください。部品、絶縁されていない回路、コネクタ上のピンやケーブルには決して触らないでください。

真空システムのメンテナンス

定期的なメンテナンス

真空システムのメンテナンスには、定期的に行う必要のあるものがあります（表 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のシールを交換する（年 1 回）

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、また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、『5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance』マニュアルおよび MassHunter データ測定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、『5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance』マニュアルを参照してください。

この章の手順の大半は、「Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities」および「5977 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。

アナライザのメンテナンス

スケジュール

アナライザの部品には、定期的なメンテナンスを必要とするものはありません。ただし、いくつかの作業は、MSD の動作に特定の兆候が現れたときに実施する必要があります。それには以下のものがあります。

- イオン源の洗浄
- フィラメントの交換
- エレクトロンマルチプライア（EM）ホーンの交換

『Troubleshooting and Maintenance』マニュアルには、アナライザのメンテナンスを必要とする症状が記載されています。MassHunter ソフトウェアのオンラインヘルプのトラブルシューティングに関する項目には、より詳細な情報が記されています。

メンテナンス時のトラブル防止

汚染の防止

アナライザのメンテナンス中に部品が汚れないように注意してください。アナライザのメンテナンスには、アナライザを開け、部品を取り出す作業が含まれます。アナライザのメンテナンス手順の実行中には、アナライザやその内部を汚染しないように注意する必要があります。アナライザのメンテナンス手順を実行する際には、常に清潔な手袋を着用してください。洗浄が終わったら、部品を取り付ける前に十分に焼き出しを行ってください。洗浄した部品は、必ず清潔なリントフリー布の上に置いてください。

注意

アナライザのメンテナンス手順を不適切に行った場合、MSD が汚染されるおそれがあります。

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。

いくつかの部品は、静電気によって損傷するおそれがあります。

アナライザ部品に接続されたワイヤー、接点、ケーブルから、接続先の電子基板に静電気が伝わる可能性があります。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静電気をもたらす可能性があります。静電気による損傷は、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、性能と安定性を低下させます。詳細については、123 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（123 ページを参照）、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。

触れてはいけないアナライザ部品

マスフィルタ（四重極）は定期的なメンテナンスを必要としません。一般的に、マスフィルタには触れないようにしてください。特に汚染がひどい場合は洗浄することもできますが、洗浄作業は訓練された Agilent Technologies サービス担当者だけが行うことができます。HED セラミックインシュレータには決して触れないでください。

注意

マスフィルタの取り扱いや洗浄が不適切だと、損傷が生じたり、機器の性能に重大な悪影響を与えたりするおそれがあります。HED セラミックインシュレータには触れないでください。

その他の情報

アナライザ部品の位置や機能に関して更に詳しく知りたい場合は、『Agilent 5977 Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください。

この章の多くの手順が、ビデオクリップで説明されています。

EI イオン源を取り外すには

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。72 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。75 ページの「アナライザを開けるには」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 標準 EI イオン源を使用している場合、イオン源から 7 本のケーブルを取り外します。ケーブルは必要以上に曲げないでください（130 ページの図 14 、表 22 ）。

表 22　標準 EI 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

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 エクストラクタ EI イオン源を使用している場合、イオン源から 8 本のケーブルを取り外します。ケーブルは必要以上に曲げないでください（130 ページの図 14 、表 23 ）。

表 23　エクストラクタ EI 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
ブラウン	エクストラクタレンズ	1

5 フィードスルーボードからイオン源ヒーターと温度センサーケーブルを抜きます。

6 イオン源を留めているつまみねじを外します。

7 イオン源をソース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。

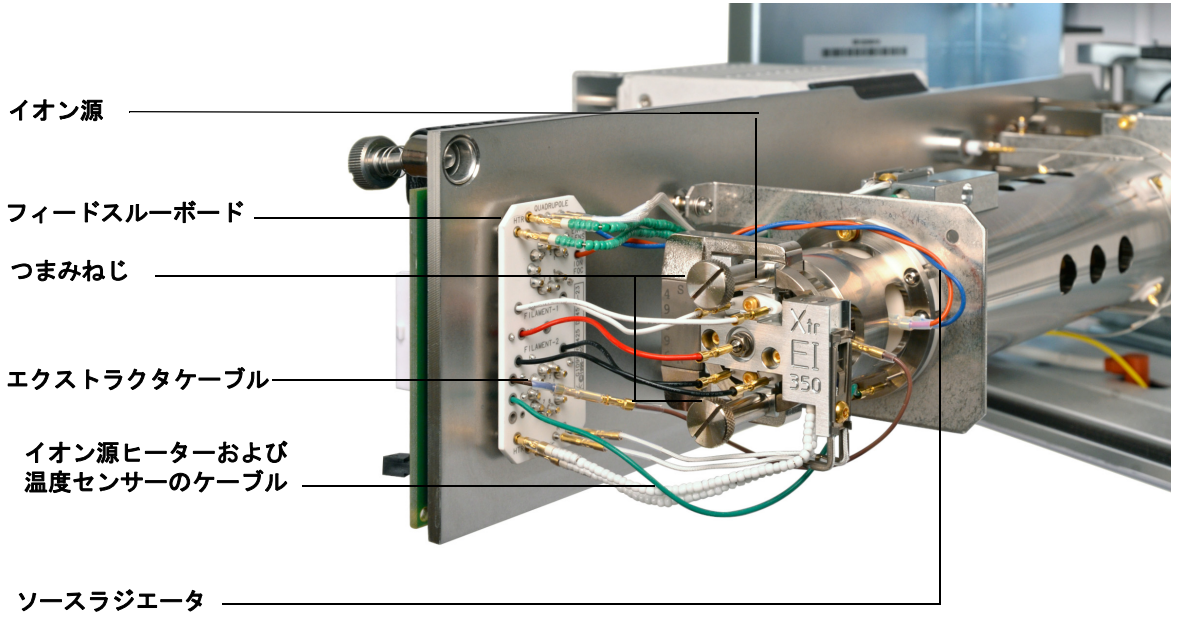


図 14 EI イオン源の取り外し

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。128 ページの「EI 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。132 ページの図 15 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。

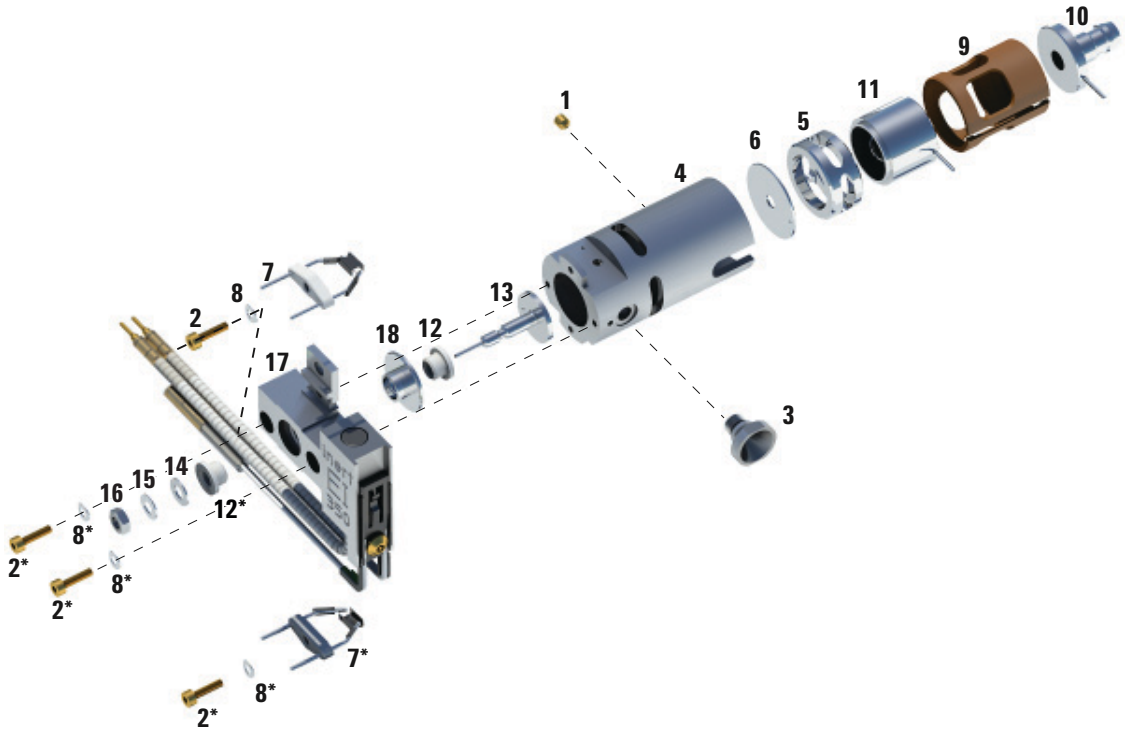


図 15 標準または不活性 EI イオン源の分解

表 24 標準または不活性 EI イオン源の部品リスト（図 15）

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	金メッキしたねじ
3	インターフェイスソケット
4	イオン源本体
5	ドローアウトシリンダ
6	ドローアウトプレート

表 24　標準または不活性 EI イオン源の部品リスト（図 15）（続き）

項目番号	項目説明
7	EI フィラメント
8	スプリングワッシャ
9	レンズインシュレータ
10	エントランスレンズ
11	イオンフォーカスレンズ
12	リペラインシュレータ
13	リペラ
14	フラットワッシャ
15	皿ばねスプリングワッシャ
16	リペラナット
17	イオン源ヒーターブロックアセンブリ
18	リペラブロックインサート

エクストラクタ 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。128ページの「EI イオン源を取り外すには」を参照してください。

2 フィラメントの２個の金メッキしたねじを外し、フィラメントをイオン源から分離して、フィラメントを取り外します。135 ページの図 16 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 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。

5 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズをイオン源本体から引き抜きます。

6 エクストラクタレンズインシュレータを取り外します。

7 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分離します。

8 リペラナット、ワッシャ、インシュレータ、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、リペラを取り外します。

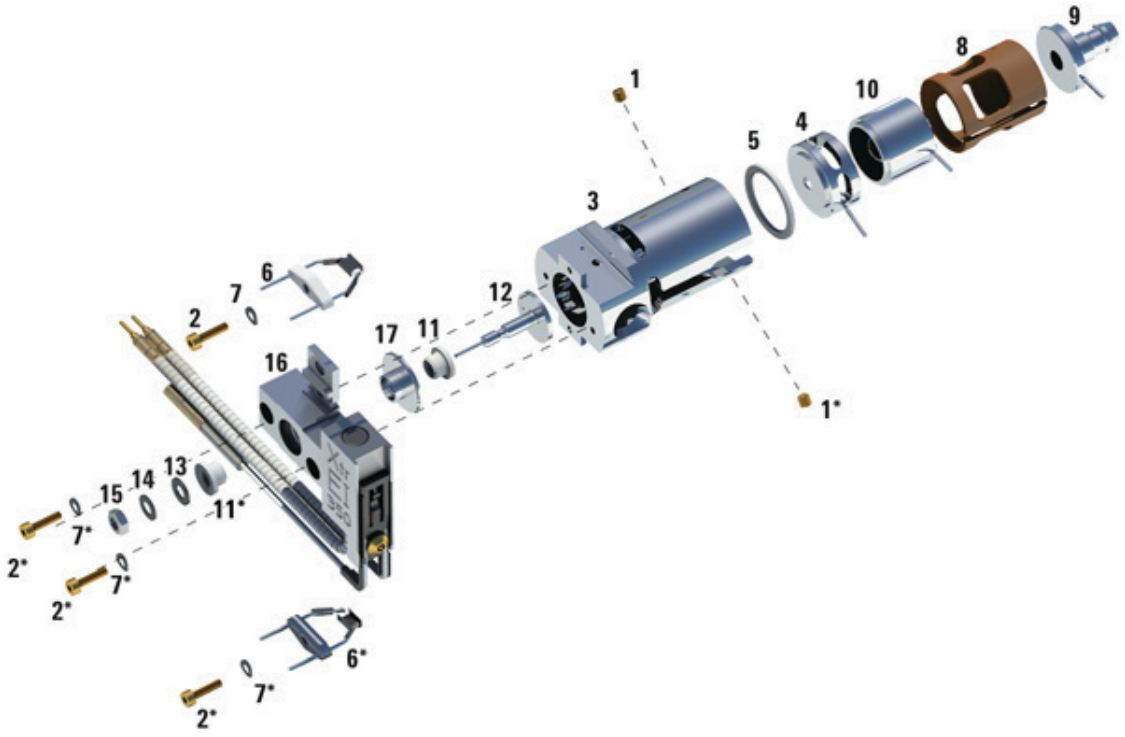


図 16　エクストラクタ EI イオン源の分解

表 25　エクストラクタイオン源の部品リスト 図 16

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	金メッキしたねじ
3	イオン源本体
4	エクストラクタレンズ
5	エクストラクタレンズインシュレータ
6	EI フィラメント

表 25 エクストラクタイオン源の部品リスト（続き）図 16

項目番号	項目説明
7	スプリングワッシャ
8	レンズインシュレータ
9	エントランスレンズ
10	イオンフォーカスレンズ
11	リペラインシュレータ
12	リペラ
13	フラットワッシャ
14	皿ばねスプリングワッシャ
15	リペラナット
16	イオン源ヒーターブロックアセンブリ
17	リペラブロックインサート

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。131 ページの「標準または不活性 EI イオン源を分解するには」または 134 ページの「エクストラクタ 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。（139 ページの図 17 ）
  - 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

3 エクストラクタ EI イオン源の次の部品を洗浄のために集めます。（139 ページの図 17 ）
- リペラ
- エクストラクタレンズインシュレータ
- イオン源本体
- エクストラクタレンズ
- 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。

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。



図 17　洗浄するイオン源部品

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。

7 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。143 ページの図 18 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。143 ページの図 18 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。

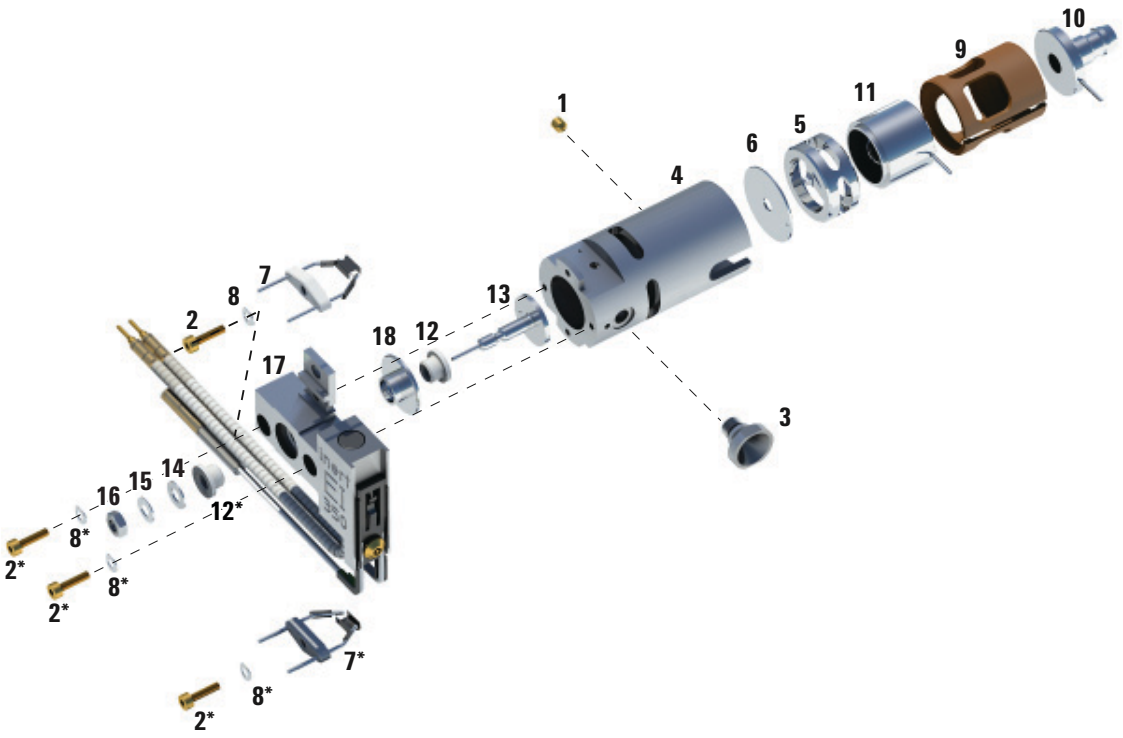


図 18　標準または不活性 EI イオン源の組み立て

表 26　標準または不活性 EI イオン源の部品リスト（図 18）

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	金メッキしたねじ
3	インターフェイスソケット

表 26 標準または不活性 EI イオン源の部品リスト（図 18）

項目番号	項目説明
4	イオン源本体
5	ドローアウトシリンダ
6	ドローアウトプレート
7	EI フィラメント
8	スプリングワッシャ
9	レンズインシュレータ
10	エントランスレンズ
11	イオンフォーカスレンズ
12	リペラインシュレータ
13	リペラ
14	皿ばねスプリングワッシャ
15	フラットワッシャ
16	リペラナット
17	イオン源ヒーターブロック
18	リペラブロックインサート

エクストラクタ 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 エクストラクタレンズインシュレータをエクストラクタレンズに組み付けます。

2 エクストラクタレンズを、平らな側を先頭にイオン源本体に差し込みます（図 19 ）。

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

4 イオンフォーカスレンズとエントランスレンズを含むレンズインシュレータを、イオンフォーカスレンズがエクストラクタレンズの方を向くようにして、イオン源本体に差し込みます（図 19 ）。

5 レンズを保持する 2 個の金メッキした止めねじを取り付けます。

6 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。146 ページの図 19 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。

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。

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。

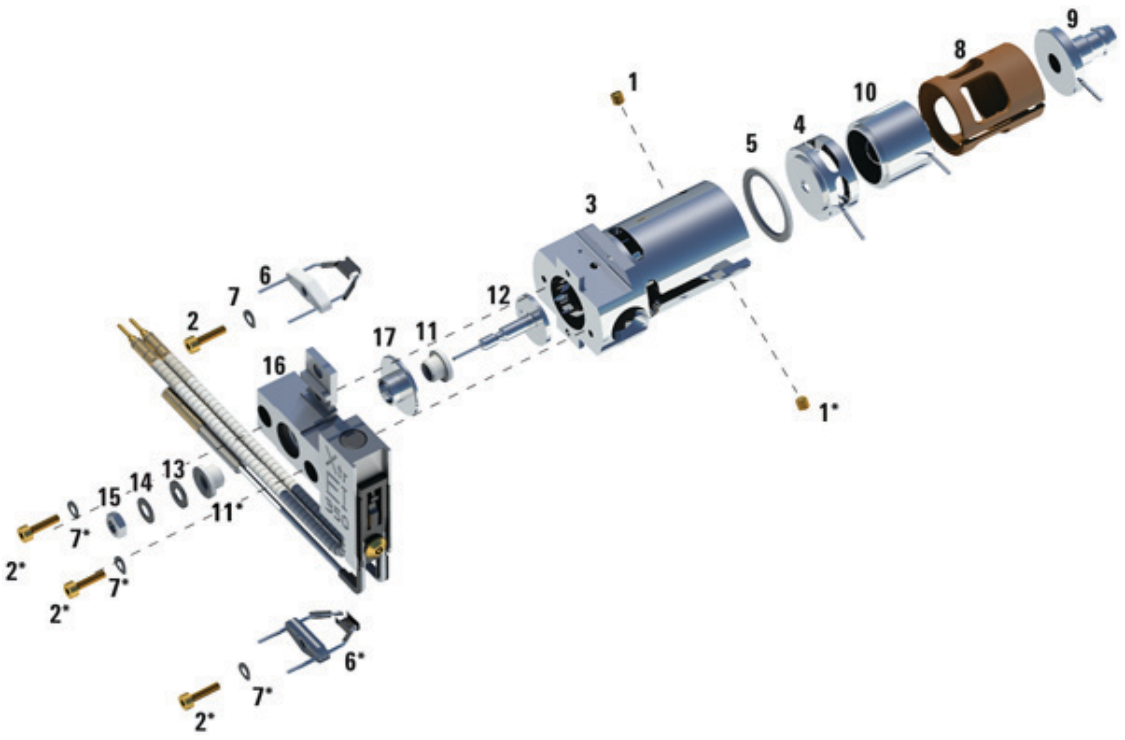


図 19 エクストラクタ EI イオン源の組み立て

表 27 イオン源の部品リスト（図 19 ）

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	金メッキしたねじ
3	イオン源本体

表 27　イオン源の部品リスト（図 19）（続き）

項目番号	項目説明
4	エクストラクタレンズ
5	エクストラクタレンズインシュレータ
6	EI フィラメント
7	スプリングワッシャ
8	レンズインシュレータ
9	エントランスレンズ
10	イオンフォーカスレンズ
11	リペラインシュレータ
12	リペラ
13	フラットワッシャ
14	皿ばねスプリングワッシャ
15	リペラナット
16	イオン源ヒーターブロックアセンブリ
17	リペラブロックインサート

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。54 ページの「MSD を大気開放する」を参照してください。

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。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。

3 イオン源を取り外します。128 ページの「EI イオン源を取り外すには」を参照してください。

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

。

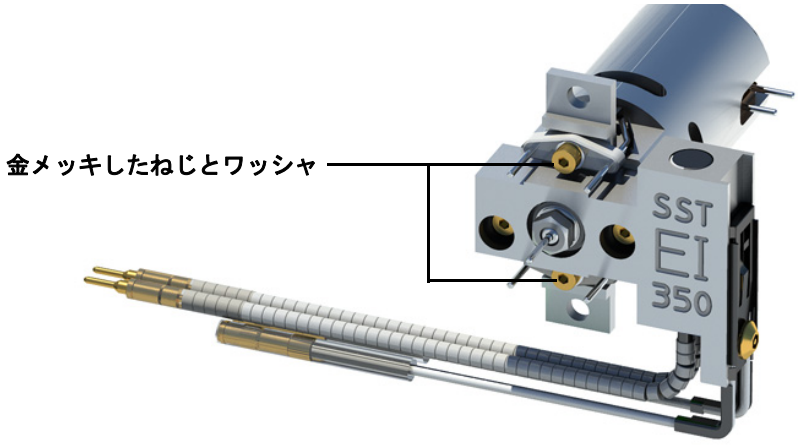


図 20　フィラメントの交換

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。151 ページの「EI イオン源を取り付けるには」を参照してください。

8 アナライザのサイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。

9 MSD を真空排気します。81 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。65 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 イオン源を取り付けるには

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 イオン源を、ソースラジエータの中へ入れます。

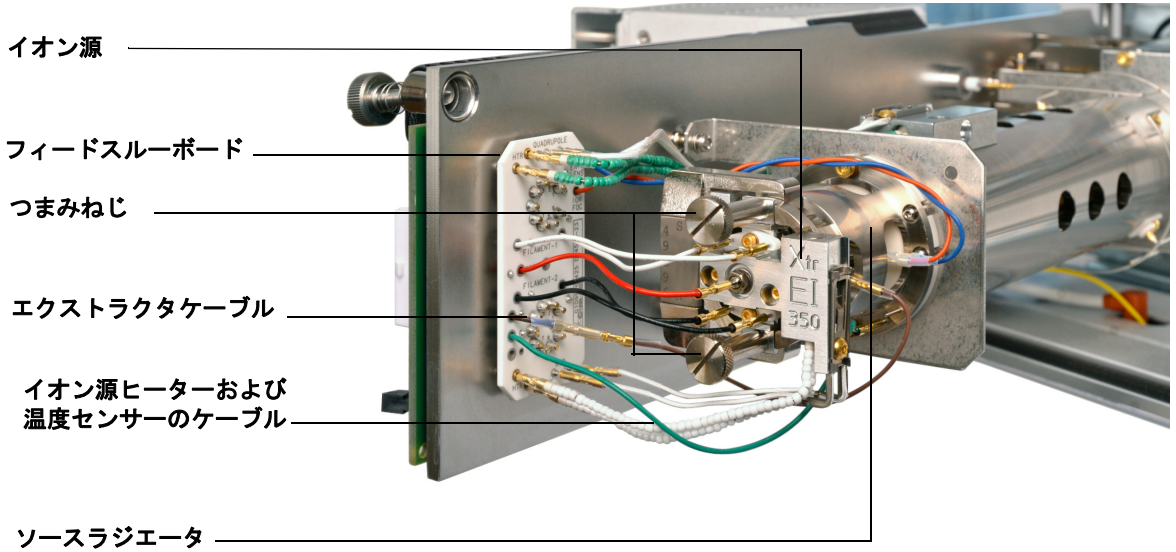


図 21　EI イオン源の取り付け

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 79 ページの図 8 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。

4 アナライザのサイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。

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。72 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。75 ページの「アナライザを開けるには」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。

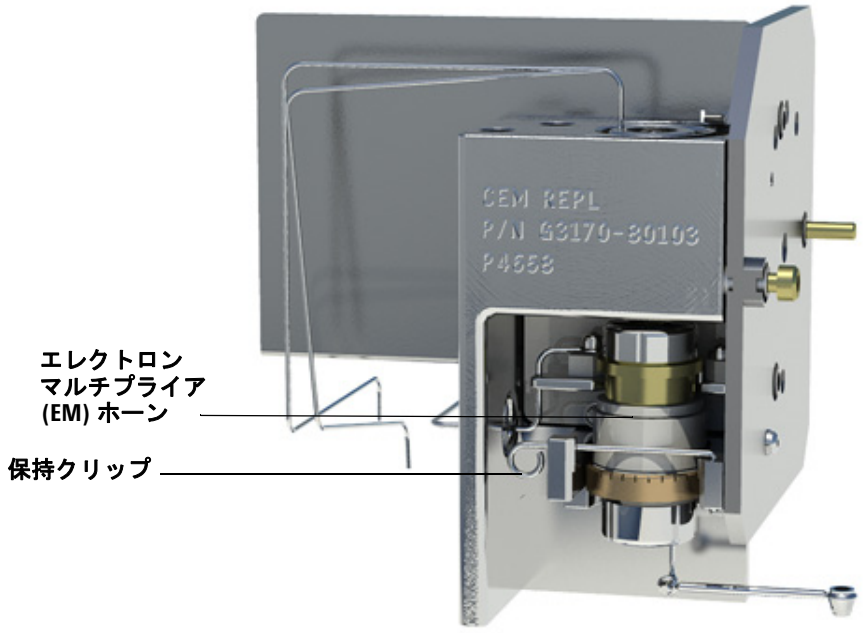


図 22　エレクトロンマルチプライヤ（EM）ホーン

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。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。

8 MSD を真空排気します。81 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

6
CI メンテナンス

概要　156
CIモードでの動作用にMSDをセットアップするには　156
CI/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り付けるには　157
CI イオン源を取り外すには　159
CI イオン源を分解するには　161
CI イオン源を洗浄するには　164
CI イオン源を組み立てるには　166
CI イオン源を取り付けるには　169
CI イオン源のフィラメントを交換するには　170

この章では、化学イオン化ハードウェアを装備した 5977 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。

概要

イオン源の洗浄

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

警告 **危険な溶媒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

アンモニアを試薬ガスとして使用すると、フォアラインポンプ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。液体アンモニアが流量モジュールに入るのを防ぎます。

CIモードでの動作用にMSDをセットアップするには

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

- CI イオン源の取り付けのために 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。67 ページの「システム性能を検証するには」を参照してください。
- 試薬ガス注入口ラインにガス清浄器が装備されていることを確認してください（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/エクストラクタインターフェイスチップシールを取り付けるには

必要な材料

- インターフェイスチップシール（G1999-60412）

  CI イオン源とエクストラクタイオン源を使用するには、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。

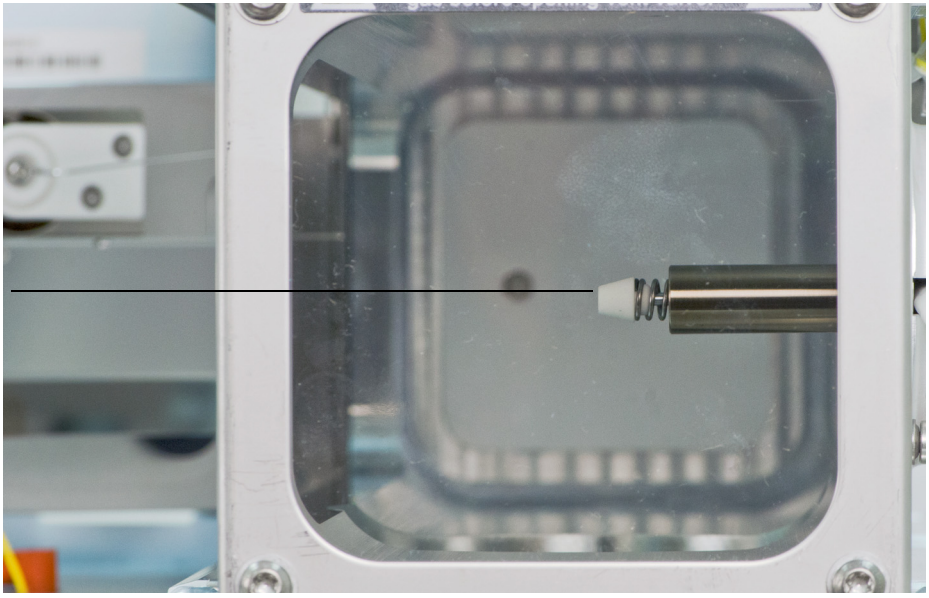
注意

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。

手順

1 EI エクストラクタイオン源または CI イオン源が取り付けられていることを確認します。標準 EI SST イオン源または EI 不活性イオン源が取り付けられている場合、チップシールを取り付けないでください。

2 CI/エクストラクタチップシールをイオン源収納箱から取り出して、インターフェイスの端に取り付けます。



3 アナライザとインターフェイスの位置を**注意して**確認します。

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

注意

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

4 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。72 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。75 ページの「アナライザを開けるには」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 28 を参照してください。

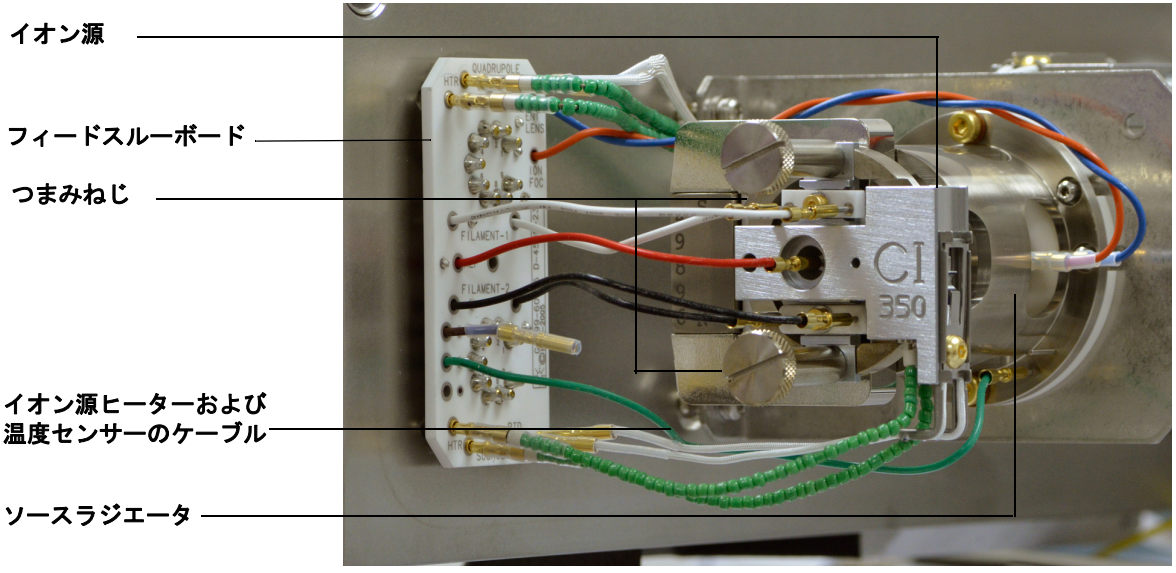


表 28 標準 CI イオン源のケーブル

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。

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。159 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。162 ページの図 23 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。

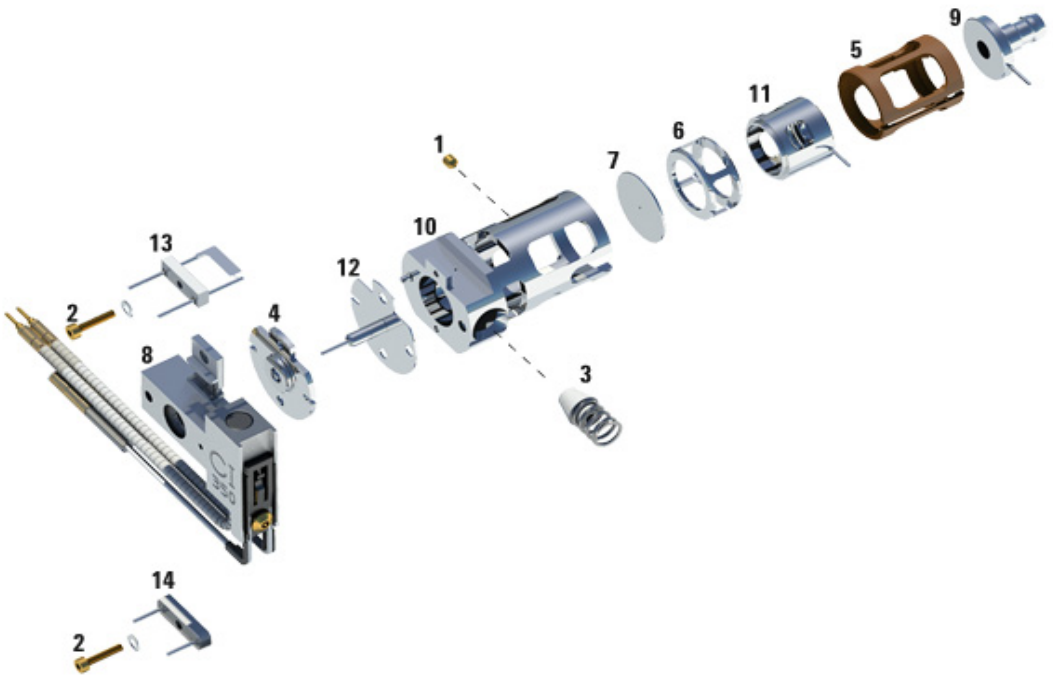


図 23 CI イオン源の分解

表 29 CI イオン源の部品リスト（図 23）

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	フィラメントねじ
3	CI インターフェイスチップシール
4	CI リペラインシュレータ
5	CI レンズインシュレータ
6	CI ドローアウトシリンダ

表 29　CI イオン源の部品リスト（図 23）

項目番号	項目説明
7	CI ドローアウトプレート
8	CI イオン源ヒーターブロックアセンブリ
9	エントランスレンズ
10	CI イオン源本体
11	CI イオンフォーカスレンズ
12	CI リペラ
13	CI フィラメント
14	ダミーフィラメント

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。161 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。（165 ページの図 24 ）
  - 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。

3　137 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。



図 24　洗浄する CI イオン源部品

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（167 ページの図 25 ）。

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。

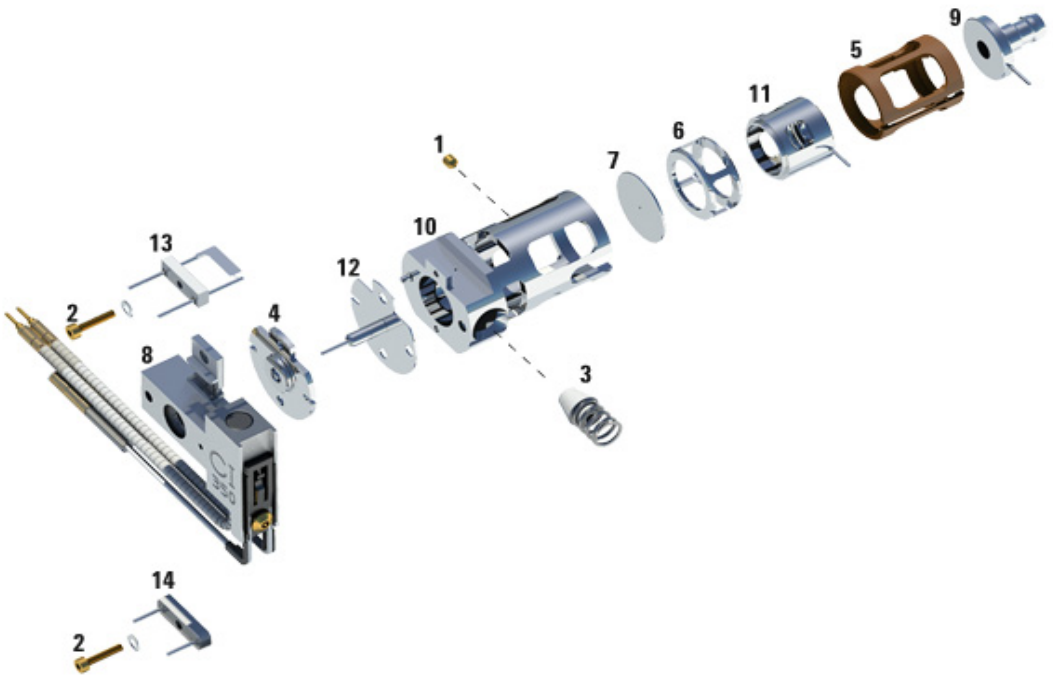


図 25　CI イオン源の組み立て

表 30　CI イオン源の部品リスト（図 25）

項目番号	項目説明
1	金メッキした止めねじ
2	フィラメントねじ
3	CI インターフェイスチップシール
4	CI リペラインシュレータ

表 30 CI イオン源の部品リスト（図 25）

項目番号	項目説明
5	CI レンズインシュレータ
6	CI ドローアウトシリンダ
7	CI ドローアウトプレート
8	CI イオン源ヒーターブロックアセンブリ
9	エントランスレンズ
10	CI イオン源本体
11	CI イオンフォーカスレンズ
12	CI リペラ
13	CI フィラメント
14	ダミーフィラメント

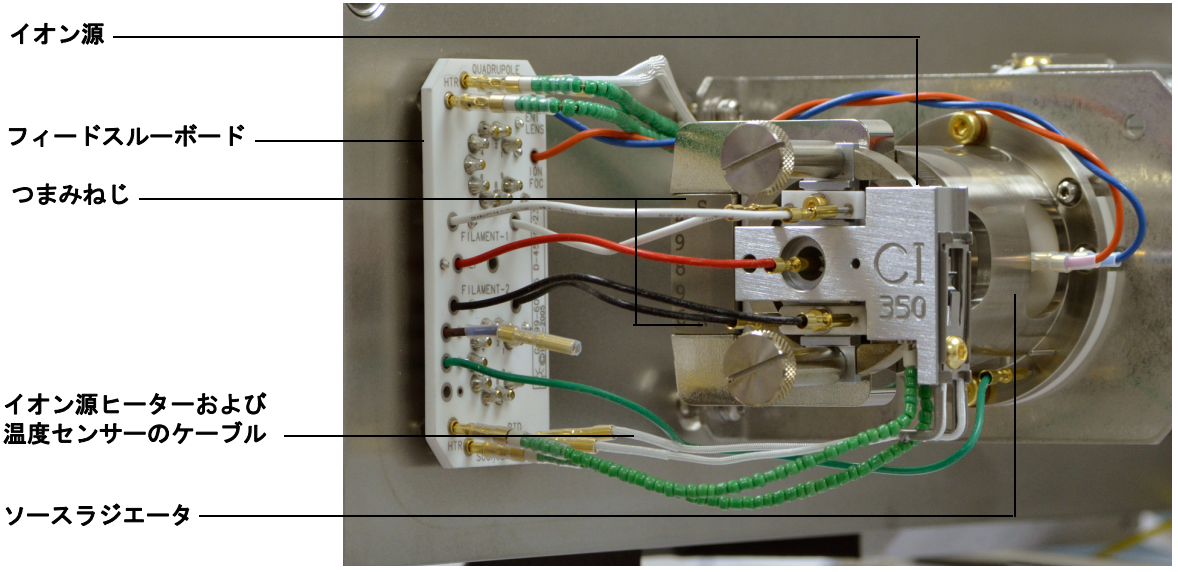
CI イオン源を取り付けるには

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 イオン源を、ソースラジエータの中へ入れます。



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 77 ページの「アナライザを閉めるには」で示されているように、イオン源のケーブルを接続します。

4 アナライザのサイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。

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。54 ページの「MSD を大気開放する」を参照してください。

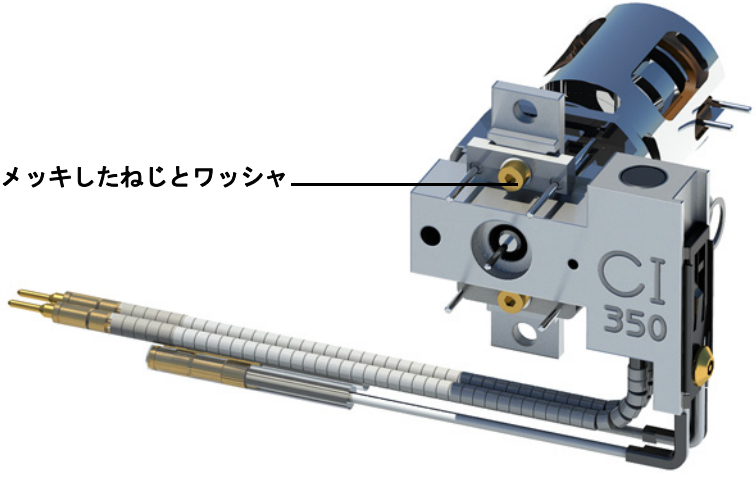
警告

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。75 ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。

3 イオン源を取り外します。159 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。

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。169 ページの「CI イオン源を取り付けるには」を参照してください。

8 アナライザのサイドプレートを閉じます。77 ページの「アナライザを閉めるには」を参照してください。

9 MSD を真空排気します。96 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。

10 PCI オートチューニングをメタンを使用して実行します。110 ページの「PCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガスのみ）」を参照してください。

11 [**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。

6 CI メンテナンス



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 2013年5月

G3870-96003