Agilent 5977 시리즈 MSD

작동 설명서

Agilent Technologies

공지사항

© Agilent Technologies, Inc. 2013

미국 및 국제 저작권법에 의거하여 Agilent Technologies, Inc. 의 사전 서면 동의 없이는 어떠한 형식 또는 수단 (전자 저장 및 검색 또는 다른 언어로 번역 포함) 으로도 이 설명서의 전부 또는 일부를 복제할 수 없습니다 .

설명서 부품 번호

G3870-99003

판

제 2 판 , 2013 년 5 월

제 1 판 , 2013 년 2 월

미국에서 인쇄

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

보증

이 문서에 포함된 자료는 " 있는 그대로 " 제공되며 추후 개정판에서 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다 . 또한 **Agilent** 는 관련 법률이 허용하는 범위에서 묵시적인 상품성 보증 및 특정 목적에 대한 적합성을 포함하되 이에 제한되지 않고 이 설명서와 여기에 포함된 모든 정보에 관한 명시적 또는 묵시적인 모든 보증을 부인합니다 . **Agilent** 는 이 설명서 또는 이 설명서에 포함된 정보의 제공 , 사용 또는 적용과 관련된 오류나 부수적이고 결과적인 손해에 대해 책임지지 않습니다 . 만약 이 문서 내의 약관과 충돌하는 내용이 포함된 보증 조건에 대해 **Agilent** 와 사용자가 별도의 서면 동의서를 가지고 있다면 별도의 동의서에 있는 보증 조건이 적용됩니다 .

안전 고지

주 의

주의 표시는 위험을 나타냅니다 . 이는 올바로 이행하거나 지키지 않을 경우 제품이 손상되거나 중요 데이터가 손실될 수 있는 작동 절차나 사용 방식 등에 대한 주의를 환기시키는 표시입니다 . 주의 내용을 완전히 이해하지 못하거나 조건이 만족되지 않을 경우 작업을 진행하지 마십시오 .

경 고

경고 표시는 위험을 나타냅니다 . 이는 올바로 이행하거나 지키지 않을 경우 신체 상해나 사망에 이를 수 있는 작동 절차나 사용 방식 등에 대한 주의를 환기시키는 표시입니다 . 경고 내용을 완전히 이해하지 못하거나 조건이 만족되지 않을 경우 작업을 진행하지 마십시오 .

이 설명서에 관하여

이 설명서에는 Agilent 5977 시리즈 질량 분석기 (MSD) 시스템의 작동 및 유지보수에 관한 정보가 들어있습니다 .

1 **" 소개 "**

1 장은 하드웨어 설명 , 일반 안전 경고 및 수소 안전 정보와 같은 5977 시리즈 MSD 에 대한 일반적인 정보를 설명합니다 .

2 **"GC 컬럼 설치 "**

2 장은 MSD 와 함께 사용할 캐필러리 컬럼을 준비하고 GC 오븐에 설치한 다음 GC/MSD 인터페이스를 사용하여 MSD 에 연결하는 방법을 보여줍니다 .

3 **"EI(Electron Ionization) 모드로 작동 "**

3 장은 온도 설정 , 압력 모니터링 , 튜닝 , 배출 및 펌프 다운과 같은 기본 작업을 설명합니다 . 이 장의 많은 정보는 CI 작동에도 적용됩니다 .

4 **"CI(Chemical Ionization) 모드에서 작동 "**

4 장은 IC 모드로 작동하는 데 필요한 추가 작업을 설명합니다 .

5 **" 일반 유지보수 "**

5 장은 EI 와 CI 기기에 공통적인 유지보수 절차를 설명합니다 .

6 **"CI 유지보수 "**

6 장은 CI MSD 에 고유한 유지보수 절차를 설명합니다 .

온라인 사용자 정보

이제 Agilent 기기 설명서가 하나로 통합되어 손쉽게 바로 이용할 수 있습니다 .

기기와 함께 제공되는 소프트웨어 DVD 는 **7890B GC**, **7820 GC**, **5977** 시리즈 **MSD** 및 **7693B ALS** 용 포괄적인 온라인 도움말 , 비디오 및 책 모음을 제공합니다 . 다음과 같이 여러분에게 가장 필요한 정보를 현지화된 버전으로 제공합니다 .

- 살펴보기 설명서
- 안전 및 규제 안내서
- 설치 정보
- 작동 안내서
- 유지보수 정보
- 자세한 문제 해결 방법

목차

1 소개

5977 시리즈 MSD 버전 10
사용된 약어 11
5977 시리즈 MSD 13
MSD 하드웨어 설명 15
중요한 안전 지침 17
수소 안전 19
GC 예방 조치 19
안전 및 규제 인증 24
제품 청소 / 재활용 27
액체 흘림 27
MSD 이동 또는 보관 27
기본 퓨즈를 교체하려면 28

2 **GC** 컬럼 설치

컬럼 32
분할 / 비분할 주입구에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 34
캐필러리 컬럼을 컨디셔닝하려면 37
GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 38

3 **EI(Electron Ionization)** 모드로 작동

데이터 시스템에서 MSD 작동 42
LCP 에서 MSD 작동 42
작동 모드 42
LCP 상태 메시지 44
시작 중에 시스템 상태를 보려면 45

LCP 메뉴 45
EI GC/MSD 인터페이스 50
MSD 를 켜기 전에 52
펌프 다운 53
온도 제어 53
컬럼 유량 조절 53
MSD 배출 54
수동 튠에서 MSD 온도 및 진공을 보려면 55
MSD 온도 및 진공 상태에 대해 모니터를 설정하려면 56
Instrument Control View(기기 제어 보기) 에서 분석기 온도를 설정하려면 58
MassHunter 에서 GC/MSD 인터페이스 온도를 설정하려면 60
고진공 압력을 모니터링하려면 61
컬럼 유량 선속도를 검량하려면 63
MSD 를 EI 모드에서 튜닝하려면 66
시스템 성능을 확인하려면 68
고질량 테스트 (5977 시리즈 MSD) 를 실행하려면 69
MSD 덮개를 열려면 72
MSD 를 배출하려면 73
분석실을 열려면 76
분석실을 닫으려면 78
MSD 를 EI 모드에서 펌프 다운하려면 82
MSD 를 이동하거나 보관하려면 85

4 CI(Chemical Ionization) 모드에서 작동

일반 지침 88

CI GC/MSD 인터페이스 89

CI 오토튠 91

CI MSD 를 작동하려면 93

표준 또는 불활성 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면 94

추출기 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면 95

MSD 를 CI 모드에서 펌프 다운하려면 96

CI 작동을 위해 소프트웨어를 설정하려면 97

시약 기체 유량 제어 모듈을 작동하려면 99

메탄 시약 기체 유량을 설정하려면 102

기타 시약 기체를 사용하려면 105

CI 소스에서 표준 또는 불활성 EI 소스로 전환하려면 108

CI 소스에서 추출기 EI 소스로 전환하려면 109

PCI 오토튠 (메탄 전용) 을 실행하려면 110

NCI 오토튠 (메탄 시약 기체) 을 실행하려면 112

PCI 성능을 확인하려면 114

NCI 성능을 확인하려면 115

CI 모드 고진공 압력을 모니터링하려면 116

5 일반 유지보수

시작하기 전에 120

진공 시스템 유지보수 125

분석기 유지보수 126

EI 이온 소스를 제거하려면 128

표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 분해하려면 131

추출기 IE 이온 소스를 분해하려면 134
EI 이온 소스를 청소하려면 137
표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 조립하려면 142
추출기 EI 이온 소스를 조립하려면 145
EI 소스에서 필라멘트를 교체하려면 148
EI 이온 소스를 설치하려면 150
전자 증배관을 교체하려면 151

6 CI 유지보수

일반 정보 154
CI 작동을 위해 MSD 를 설정하려면 154
CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 155
CI 이온 소스를 제거하려면 157
CI 이온 소스를 분해하려면 159
CI 이온 소스를 청소하려면 162
CI 이온 소스를 조립하려면 164
CI 이온 소스를 설치하려면 167
CI 소스에서 필라멘트를 교체하려면 168

1 소개

5977 시리즈 MSD 버전 10
사용된 약어 11
5977 시리즈 MSD 13
MSD 하드웨어 설명 15
중요한 안전 지침 17
수소 안전 19
안전 및 규제 인증 24
제품 청소 / 재활용 27
액체 흘림 27
MSD 이동 또는 보관 27
기본 퓨즈를 교체하려면 28

이 장은 하드웨어 설명 , 일반 안전 경고 및 수소 안전 정보와 같은 5977 시리즈 MSD 에 대한 일반적인 정보를 설명합니다 .

5977 시리즈 MSD 버전

5977 시리즈 MSD 에는 고성능 터보 분자 (터보) 펌프 또는 디퓨전 펌프 , 그리고 3 개의 포어라인 펌프 중 하나가 장착되어 있습니다 . 또한 2 가지 유형의 분석기 (스테인레스 스틸 또는 불활성) 및 4 가지 유형의 이온 소스가 있습니다 . 일련 번호 라벨은 어떤 종류의 MSD 인지를 나타내는 제품 번호 (표 1) 를 표시합니다 .

표 **1** 사용 가능한 고진공 펌프

모델명	제품명	설명	이온화 모드
7820 GC 용 5977E MSD 디퓨전 펌프	G7035A	디퓨전 펌프	EI(Electron ionization)
7820 GC 용 5977E MSD 터보 펌프	G7036A	성능 터보 펌프	EI(Electron ionization)
5977A VL 불활성 MSD 7890 GC 용 EI 디퓨전 펌프	G7037A	디퓨전 펌프 MSD	EI(Electron ionization) - 표준 , 불활성
7890 GC 용 5977A 불활성 MSD EI 터보	G7038A	성능 터보 펌프 MSD	EI(Electron ionization) - 표준 , 불활성
7890 GC 용 5977A 추출기 MSD EI 성능 터보	G7039A	성능 터보 펌프 MSD	EI(Electron ionization)
7890 GC 용 5977A EI/CI MSD	G7040A	성능 터보 펌프 MSD	EI(Electron ionization) - 추출기 , 표준 화학 이온화 (PCI, NCI)

사용된 약어

표 2 내의 약어는 이 제품에 대해 설명하는 데 사용됩니다 . 편의를 위해 이곳에 정리해 두었습니다 .

표 **2** 약어

약어	정의
AC	Alternating current(교류)
ALS	Automatic liquid sampler(자동 액체 시료 채취기)
BFB	Bromofluorobenzene(검량 가능)
CI	Chemical ionization(화학 이온화)
DC	Direct current(직류)
DFTPP	Decafluorotriphenylphosphine(검량 가능)
DIP	Direct insertion probe(직접 주입 분석)
DP	Diffusion pump(디퓨전 펌프)
EI	Electron impact ionization(전자 충격 이온화)
EM	Electron multiplier(전자 증배관)(검출기)
EMV	Electron multiplier voltage(전자 증배관 전압)
EPC	Electronic pneumatic control(전자 공기 제어)
eV	Electron volt(전자 볼트)
GC	Gas chromatograph(기체 크로마토그래프)
HED	High-energy dynode(고에너지 다이노드)(검출기 및 해당 전력 공급기 참조)
id	Inside diameter(내경)
LAN	Local Area Network(근거리 통신망)
LCP	Local control panel(로컬 제어판)(MSD)
m/z	Mass to charge ratio(전하 대 질량비)
MFC	Mass flow controller(질량 유량 제어기)

표 **2** 약어 (계속)

약어	정의
MSD	Mass selective detector(질량 분석기)
NCI	Negative CI(음 CI)
OFN	Octafluoronaphthalene(검량 가능)
PCI	Positive CI(양 CI)
PFDTD	Perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxydodecane(검량 가능)
PFHT	2,4,6-tris(perfluoroheptyl)-1,3,5-triazine(검량 가능)
PFTBA	Perfluorotributylamine(검량 가능)
Quad	사중극자 질량 필터
RF	Radio frequency(무선 주파수)
RFPA	Radio frequency power amplifier(무선 주파수 전력 증폭기)
Torr	압력 단위 , 1mmHg
터보	터보 분자 (펌프)

5977 시리즈 MSD

5977 시리즈 MSD 는 Agilent 시리즈 기체 크로마토그래프 (표 3) 에 사용하는 독립형 캐필러리 검출기입니다 . MSD 기능은 다음과 같습니다 .

- MSD 로컬 모니터링 및 작동을 위한 로컬 제어판 (LCP)
- 고진공 펌프 2 개 중 1 개
- 포어라인 펌프 4 개 중 1 개
- 3 가지 유형의 독립적인 MSD 가열 EI(Electron-ionization) 소스 사용 가능 : 표준 (스테인레스), 불활성 및 추출
- 독립적인 MSD 가열 쌍곡선 사중극자 질량 필터
- HED(High-energy dynode) 전자 증배관 검출기
- 독립적인 GC 가열 GC/MSD 인터페이스
- CI(chemical-ionization) 소스 , 시약 기체 유량 제어기 및 배관 , 그리고 CI 튜닝 검량을 추가하는 선택 화학 이온화 (PCI/NCI) 모드가 제공됩니다 .

물리적 설명

5977 시리즈 MSD 하우징은 대략 높이가 41cm, 너비가 30cm, 깊이가 54cm 입니다. 무게는 디퓨전 펌프 모델은 39kg, 표준 EI 성능 터보 펌프 메인프레임은 44kg, EI/CI 성능 터보 펌프 메인프레임은 49kg 입니다 . 포어라인 (러핑) 펌프는 11kg (표준 펌프) 이 더 나가며 , 보통 MSD 뒤의 바닥에 위치합니다 .

기기의 기본 구성요소는 다음과 같습니다 . 프레임 / 덮개 어셈블리 , 로컬 제어판 , 진공 시스템 , GC 인터페이스 , 전자 장치 및 분석기 .

로컬 제어판

로컬 제어판에서 MSD 를 로컬로 모니터링하고 작동할 수 있습니다 . MSD 를 튜닝하고 방법이나 시퀀스를 실행하며 기기의 상태를 모니터링할 수 있습니다 .

진공 게이지

5977 시리즈 MSD 에는 이온 진공 게이지가 장착되어 있을 수 있습니다 . MassHunter 데이터 수집 소프트웨어를 사용하여 진공 매니폴드에서 압력 (고진공) 을 읽을 수 있습니다 . 게이지 제어기의 작동 방법은 이 설명서에 설명되어 있습니다 .

게이지는 CI(Chemical Ionization) 작동에 필요합니다 .

표 **3** 5977 시리즈 MSD 모델 및 기능

	모델					
기능	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
고진공 펌프	디퓨전	성능 터보	디퓨전	성능 터보	성능 터보	성능 터보
최적의 헬륨 컬럼 유량 mL/min	1	1~2	1	1~2	1~2	1~2
최대 권장 기체 유량 mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
최대 기체 유량 , mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
최대 컬럼 id	0.25mm (30m)	0.53mm (30m)	0.25mm (30m)	0.53mm (30m)	0.53mm (30m)	0.53mm (30m)
CI 기능	아니요	아니요	아니요	아니요	아니요	예
불활성 물질	아니요	아니요	예	예	아니요	아니요
GC 호환성	7820	7820	7890	7890	7890	7890
개별 인터페이스 끝 밀봉	아니요	아니요	아니요	아니요	예	예
포어라인 펌프 사용 가능	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55, IDP3-C
DIP‡ 기능 (타사)	예	예	예	예	예	예

* MSD 로의 총 기체 유량 : 컬럼 유량 + 시약 기체 유량 (적용되는 경우)

† 스펙트럼 성능 및 감도 저하 예상

‡ DIP(Direct insertion probe)

MSD 하드웨어 설명

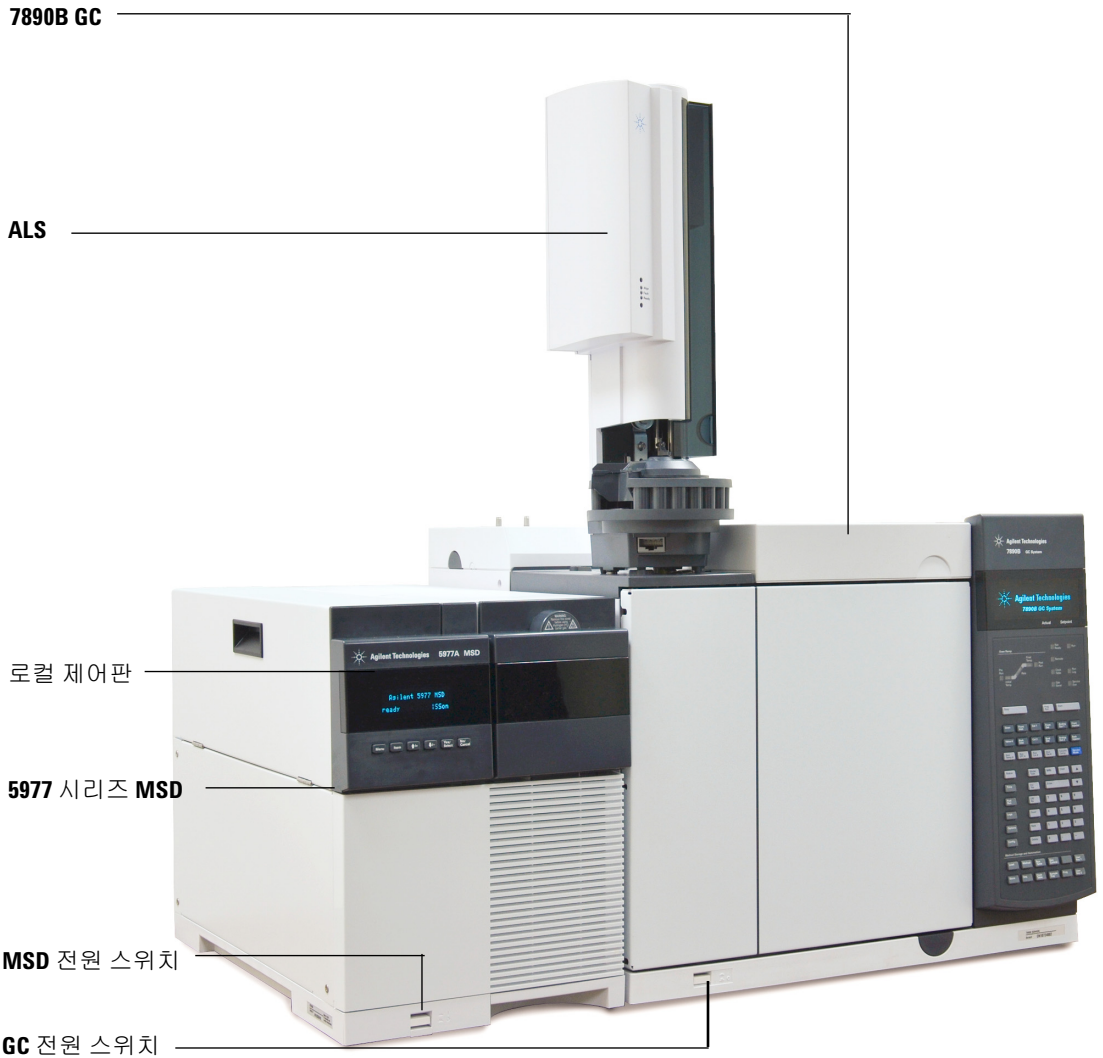


그림 **1** 5977 시리즈 GC/MSD 시스템 , Agilent 7890B GC 와 함께 표시됨

CI 하드웨어를 통해 5977 시리즈 MSD는 분자 부가 이온이 포함된 고품질의 기본 CI 스펙트럼을 생성할 수 있습니다. 다양한 시약 기체를 사용할 수 있습니다.

이 설명서에서 "CI MSD" 는 G7038A 및 G7040A MSD 및 업그레이드된 G7039A MSD 를 의미합니다. 또한 달리 지정되지 않으면 이들 기기에 대한 유량 모듈에도 적용됩니다.

5977 시리즈 CI 시스템은 5977 시리즈 MSD 에 추가됩니다.

- EI/CI GC/MSD 인터페이스
- 인터페이스 끝이 밀봉된 CI 이온 소스는 추출기 EI 소스와 함께 사용할 수도 있습니다.
- 시약 기체 유량 제어 모듈
- PCI 및 NCI 작동용 양극성 HED 전원 공급기

메탄 / 이소부탄 기체 정화기가 제공되며 필요합니다. 산소, 물, 탄화수소 및 황 화합물을 제거합니다.

고진공 게이지 제어기 (G3397B) 가 CI MSD 에는 필수이며 EI 에도 권장됩니다.

사중극자 및 검출기에서 고진공을 유지하는 동시에 CI 에 필요한 상대적으로 높은 CI 소스 압력을 얻을 수 있도록 MSD CI 시스템이 최적화되었습니다. 시약 기체가 흐르는 경로를 따라 설치된 특수 밀봉 장치와 이온 소스의 초소형 구멍이 적절한 반응이 발생할 때까지 소스 기체가 이온화 부피에 오랫동안 머무르게 해줍니다.

CI 인터페이스는 시약 기체에 대해 특수한 배관을 가지고 있습니다. 용수철 방식의 단열 밀봉 장치가 GC/MSD 인터페이스의 끝에 맞습니다.

CI 와 EI 소스 사이를 전환하는 작업은 1 시간 안에 가능하지만, 시약 기체 배관을 퍼지하고 물과 기타 오염 물질을 베이크 아웃하는 데는 1~2 시간이 필요합니다. PCI 에서 NCI 로 전환하려면 이온 소스가 냉각하는 데 약 2 시간이 필요합니다.

중요한 안전 지침

MSD 를 사용할 때는 몇 가지 중요한 안전 지침을 지켜야 합니다 .

MSD 의 많은 내부 부품에는 위험한 전압이 흐르고 있습니다 .

MSD 가 전력 공급기에 연결되어 있다면 전원 스위치가 꺼져 있어도 다음과 같은 부분에 위험한 전압이 흐르고 있을 수 있습니다 .

- MSD 전원 코드와 AC 전력 공급기 사이의 배선 , AC 전력 공급기 자체 , AC 전력 공급기와 전원 스위치 사이의 배선

전원 스위치가 켜져 있으면 다음과 같은 부분에 위험한 전압이 흐르고 있을 수 있습니다 .

- 기기 내 모든 전자 기판
- 이들 기판에 연결된 내부 전선 및 케이블
- 모든 가열기의 전선 (오븐 , 검출기 , 주입구 또는 밸브 상자)

경고 이 모든 부품은 덮개로 덮혀 있습니다 . 덮개가 제자리에 덮혀 있으면 실수로 위험한 전압에 노출될 가능성이 적습니다 . 특별한 지침이 없다면 검출기 , 주입구 또는 오븐이 꺼져 있지 않는 한 덮개를 제거하지 마십시오 .

경고 전원 코드 단열재가 해어졌거나 닳았다면 코드를 교체해야 합니다 . **Agilent** 서비스 담당자에게 연락하십시오 .

MSD 전자 장치에 정전 방전은 위협적입니다 .

정전 방전은 MSD 내의 인쇄 회로 기판을 손상시킬 수 있습니다 . 반드시 필요한 경우가 아니라면 어떤 기판도 만지지 마십시오 . 반드시 접지된 손목끈을 착용한 상태로 기판을 취급하고 기타 정전기 예방 조치를 취해야 합니다 .

많은 부품이 위험한 수준으로 뜨겁습니다 .

많은 GC/MSD 부품이 심각한 화상을 입힐 수 있는 고온으로 작동합니다 . 이러한 부품은 다음이 포함되지만 이에 국한되지 않습니다 .

- GC 주입구

- GC 오븐 및 구성물 (컬럼을 GC 주입구 , GC/MS 인터페이스 또는 GC 검출기에 부착하는 컬럼 너트 포함)
- GC 검출기
- GC 밸브 상자
- 포어라인 펌프
- 가열된 MSD 이온 소스 , 인터페이스 및 사중극자

시스템을 만지기 전에 항상 이 부분을 실온으로 냉각하십시오 . 먼저 가열된 영역의 온도를 실온으로 설정하면 더 빨리 냉각됩니다 . 설정한 온도에 도달하면 가열된 영역을 끄십시오 . 뜨거운 부품을 꼭 보수해야 한다면 렌치를 사용하고 장갑을 끼십시오 . 가능하다면 기기를 보수하기 전에 기기의 부품을 냉각하십시오 .

경 고 기기의 뒤에서 작업할 때는 조심하십시오 . 냉각 과정에서 **GC** 는 화상을 입힐 수도 있는 뜨거운 공기를 배출합니다 .

경 고 **GC** 주입구 , 검출기 , 밸브 상자 및 단열컵 주변의 단열재는 내화성 세라믹 섬유로 만들어졌습니다 . 섬유 입자를 흡입하지 않도록 다음 안전 지침을 따르는 것이 좋습니다 . 작업 공간 환기 , 긴팔 , 장갑 , 보호 안경 및 일회용 방진 마스크 착용 , 밀봉된 비닐 봉지에 단열재 폐기 , 단열재 취급 후에는 순한 비누와 냉수로 손 씻기

표준 포어라인 펌프 아래의 오일 팬은 화재의 위험이 있습니다 .

기름기가 있는 행주 , 종이 수건 및 오일 팬 안의 흡수성 높은 물질은 펌프와 기타 MSD 부품을 점화하거나 손상시킬 위험이 있습니다 .

경 고 포어라인 (러핑) 펌프 아래 , 위 또는 주변에 가연 물질 (또는 인화성 / 비인화성 심지 재료) 을 놓으면 화재의 위험이 있습니다 . 오일 팬을 깨끗하게 보관하고 안에 종이 수건과 같이 흡수력이 좋은 물건을 놓지 마십시오 .

수소 안전

경고 **GC** 운반 기체로 수소를 사용하면 위험할 수 있습니다 .

경고 운반 기체나 또는 연료 기체로 수소 **(H_2)** 를 사용할 경우 , 수소 기체가 **GC** 오븐으로 들어가서 폭발할 위험성도 있으니 유의하십시오 . 따라서 수소 기체를 기기에 공급할 때는 모든 연결이 완료될 때까지 공급기가 꺼져 있는지 확인하고 , 주입구와 검출기 컬럼 피팅이 항상 컬럼에 연결되어 있거나 뚜껑으로 덮여져 있는지 확인하십시오 .

수소는 인화성 기체입니다 . 폐쇄된 공간에서 누출이 발생하면 화재나 폭발의 위험이 있습니다 . 수소를 어디에 사용하든지 기기를 작동시키기 전에 모든 연결 , 라인 , 밸브를 확인하여 누출이 없는지 테스트하십시오 . 기기를 작동하기 전에 항상 수소 공급기를 끄십시오 .

수소는 일반적으로 사용되는 GC 운반 기체입니다 . 수소는 잠재적으로 폭발성이 있으며 다음과 같은 위험성이 있습니다 .

- 수소는 광범위한 농도에서 가연성이 있습니다 . 대기압에서 수소는 4% 에서 74.2% 까지 용량의 농도에서 가연성이 있습니다 .
- 수소는 모든 기체 중에서 연소 속도가 가장 빠릅니다 .
- 수소는 점화 에너지가 매우 낮습니다 .
- 고압에서 빠르게 확산 가능한 수소는 자기 점화가 가능합니다 .
- 수소는 밝은 빛 아래에서는 안 보일 수도 있는 불휘염입니다 .

GC 예방 조치

수소를 운반 기체로 사용할 때는 GC 왼쪽 패널에 있는 MSD 전송 라인의 크고 둥근 플라스틱 덮개를 제거하십시오 . 만일 폭발이 일어나는 경우에는 이 덮개가 벗겨질 수도 있습니다 .

GC/MSD 작동에 고유한 위험성

수소는 여러 가지 위험성을 동반합니다 . 일반적인 위험성도 있고 GC 또는 GC/MSD 작동에 고유한 위험성도 있습니다 . 이러한 위험성은 다음이 포함되지만 이에 국한되지는 않습니다 .

- 누출된 수소의 연소
- 고압 실린더에서 수소의 빠른 팽창으로 인한 연소
- GC 오븐에서 수소의 누적 및 이후의 연소 (GC 설명서 및 GC 오븐 문의 상단 가장자리에 있는 레이블 참조)
- MSD 내의 수소 누적 및 이후의 연소

MSD 의 수소 누적

경 고

MSD 는 주입구 및 / 또는 검출기 기체 흐름의 누출을 감지할 수 없습니다 . 따라서 항상 컬럼 피팅을 컬럼에 연결하거나 피팅에 뚜껑이나 플러그를 설치해야 합니다 .

모든 사용자는 수소 누적 메커니즘 (표 4) 을 인식하고 , 수소 누적을 인지하거나 수소 누적이 의심스러울 경우 취해야 할 조치를 숙지해야 합니다 . 이러한 메커니즘은 MSD 를 포함하여 모든 질량 분석계에 적용됩니다 .

표 **4** 수소 누적 메커니즘

메커니즘	결과
질량 분석계가 꺼져 있음	질량 분석계는 고의로 끌 수 있습니다 . 또한 , 내부 또는 외부 장애로 인해 뜻하지 않게 꺼질 수도 있습니다 . MSD 포어라인 펌프가 꺼졌을 경우 운반 기체의 흐름을 차단하는 안전 기능이 있습니다 . 하지만 이 기능이 고장나면 수소가 질량 분석계 안에 서서히 누적될 수 있습니다 .
질량 분석계의 자동 차단 밸브가 닫힘	일부 질량 분석계에는 자동 디퓨전 펌프 차단 밸브가 장착되어 있습니다 . 이러한 기기에서 고의적인 작동자 조치 또는 여러 가지 고장으로 인해 차단 밸브가 닫힐 수 있습니다 . 차단 밸브로 인해 운반 기체의 흐름이 차단되지는 않습니다 . 결과적으로 질량 분석계에 수소가 천천히 누적될 수 있습니다 .
질량 분석계 수동 차단 밸브 닫힘	일부 질량 분석계에는 수동 디퓨전 펌프 차단 밸브가 장착되어 있습니다 . 이러한 기기에서 작동자가 차단 밸브를 닫을 수 있습니다 . 차단 밸브를 닫아도 운반 기체의 흐름이 차단되지는 않습니다 . 결과적으로 질량 분석계에 수소가 천천히 누적될 수 있습니다 .
GC 꺼짐	GC 는 고의로 끌 수 있습니다 . 또한 , 내부 또는 외부 장애로 인해 뜻하지 않게 꺼질 수도 있습니다 . 서로 다른 GC 는 다른 방식으로 반응합니다 . EPC(Electronic Pressure Control) 가 장착된 7890 GC 가 꺼지면 EPC 가 운반 기체의 흐름을 중단합니다 . GC 의 운반 흐름이 EPC 에 의해 제어되지 않는다면 유량이 최대치까지 높아집니다 . 이 유량은 일부 질량 분석계가 펌프질로 내보낼 수 있는 양보다 많기 때문에 결과적으로 수소가 질량 분석계에 누적됩니다 . 질량 분석계의 전원이 동시에 꺼지면 상당히 빠르게 누적될 수 있습니다 .
전원 오류	전원에 오류가 발생하면 GC 와 질량 분석계가 모두 정지됩니다 . 하지만 운반 기체를 차단할 필요는 없습니다 . 앞서 설명했듯이 일부 GC 에서는 전원 오류로 인해 운반 기체의 유량이 최대로 설정될 수도 있습니다 . 결과적으로 질량 분석계에 수소가 누적될 수 있습니다 .

경고 질량 분석계에 수소가 누적되면 수소를 제거할 때 극도로 주의해야 합니다 . 수소로 가득 찬 질량 분석계를 잘못 시작하면 폭발할 수 있습니다 .

경고 전원 오류 후에 질량 분석계는 저절로 시작되고 펌프 다운 프로세스를 시작할 수 있습니다 . 이것이 시스템에서 모든 수소가 제거되었거나 폭발 위험성이 제거되었음을 보장하지는 않습니다 .

예방 조치

수소 운반 기체로 GC/MSD 시스템을 작동할 때 다음 예방 조치를 취하십시오 .

장비 예방 조치

반드시 앞쪽 측면의 나비 나사를 손으로 단단히 조여야 합니다 . 나비 나사를 과도하게 조이면 공기가 누출될 수 있습니다 .

경고 앞서 설명한 대로 **MSD** 를 고정하지 않으면 폭발 시 부상 위험성이 크게 높아집니다 .

5977 MSD 앞쪽의 유리창에서 플라스틱 덮개를 제거해야 합니다 . 만일 폭발이 일어나는 경우에는 이 덮개가 벗겨질 수도 있습니다 .

일반적인 실험실 예방 조치

- 운반 기체 라인의 누출을 방지하십시오 . 누출 점검 장비를 사용하여 수소가 누출되지 않는지 정기적으로 점검해야 합니다 .
- 실험실에서 점화원 (불꽃 , 불꽃을 일으킬 수 있는 장치 , 정전기의 원인 등) 을 최대한 제거하십시오 .
- 고압 실린더의 수소가 대기로 직접 분출되지 않도록 주의하십시오 (자기 점화 위험).
- 병에 담긴 수소 대신에 수소 생성기를 사용하십시오 .

작동 예방 조치

- GC 나 MSD 를 끌 때마다 소스에서 수소를 끄십시오 .
- MSD 를 배출할 때마다 소스에서 수소를 끕니다 .(운반 기체 흐름 없이 캐필러리 컬럼을 가열하지 마십시오 .)
- MSD 의 차단 밸브를 닫을 때마다 소스에서 수소를 끕니다 .(운반 기체 흐름 없이 캐필러리 컬럼을 가열하지 마십시오 .)
- 전원 오류가 발생하면 소스에서 수소를 차단하십시오 .
- GC/MSD 시스템이 저절로 재시작되었더라도 시스템이 무인 상태에서 전원 오류가 발생할 경우 ,
  1. 해당 소스에서 수소를 즉시 차단하십시오 .
  2. GC 를 끄십시오 .
  3. MSD 를 끄고 1 시간 동안 냉각시키십시오 .
  4. 실내의 모든 잠재적 점화원을 제거하십시오 .
  5. MSD 의 진공 매니폴드를 대기로 방출하십시오 .
  6. 수소가 사라질 때까지 최소한 10 분을 기다리십시오 .
  7. GC 및 MSD 를 정상적으로 시작하십시오 .

수소 기체를 사용할 때 , 현지의 환경 보건 및 안전 (EHS) 요구사항을 기반으로 화재 및 폭발 위험 가능성을 방지하기 위해 시스템의 누출을 확인하십시오 . 탱크를 교체하거나 기체 라인을 점검한 후에는 항상 누출을 확인하십시오 . 배출 라인이 퓨움 배출 후드로 환기되었는지 항상 확인하십시오 .

안전 및 규제 인증

5977 시리즈 MSD 는 다음 안전 표준을 준수합니다 .

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

5977 MSD 는 다음 EMC(Electromagnetic Compatibility) 및 RFI(Radio Frequency Interference) 규정을 준수합니다 .

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

이 ISM 장치는 Canadian ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB–001 du Canada 를 준수합니다 .

CE

5977 시리즈 MSD 는 ISO 9001 에 등록된 품질 시스템 하에 설계 및 제조되었습니다 .

정보

Agilent Technologies 5977 시리즈 MSD 는 다음 IEC(International Electro-technical Commission) 분류에 적합합니다 : Equipment Class I, Laboratory Equipment, Installation Category II, Pollution Degree 2.

이 장치는 인정된 안전 표준에 따라 설계 및 테스트되었으며 실내용으로 설계되었습니다 . 기기를 제조업체에서 지정한 방식으로 사용하지 않으면 기기에서 제공되는 보호 기능이 손상될 수 있습니다 . MSD 안전 기능이 손상되면 장치의 모든 전원 공급을 중단하고 의도하지 않은 작동으로부터 장치를 보호하십시오 .

반드시 인증된 서비스 전문가가 기기를 취급해야 합니다 . 부품을 교체하거나 기기에 인증받지 않는 개조를 하면 안전이 위험해질 수 있습니다 .

기호

이 기기의 작동 , 서비스 및 수리의 모든 단계에서 반드시 이 설명서나 기기상의 경고 표시를 숙지해야 합니다 . 예방 조치를 따르지 않으면 설계 안전 표준 및 기기의 원래 용도를 위반하는 것입니다 . Agilent Technologies 는 고객이 이 요구 사항을 따르지 않는 것에 대해 책임지지 않습니다 .

추가 정보는 함께 제공되는 지침에서 참조하십시오 .

뜨거운 표면을 의미합니다 .

위험한 전압을 의미합니다 .

접지 단자를 의미합니다 .

폭발 위험성을 의미합니다 .

방사능 위험을 의미합니다 .

정전 방전 위험을 의미합니다 .

이 전기 / 전자 제품을 생활 폐기물로 폐기해서는 안 된다는 것을 의미합니다 .

전자기식 호환성

이 장치는 CISPR 11 요구사항을 준수합니다 . 다음 두 가지 조건에 맞게 장치를 작동해야 합니다 .

- 이 장치는 해로운 전파 방해를 일으키지 않을 수 있습니다 .
- 이 장치는 원하지 않는 작동을 일으킬 수 있는 전파 방해를 포함한 모든 전파 방해를 수용해야 합니다 .

이 장비가 라디오 또는 TV 수신에 해로운 전파 방해를 일으킨다면 (장비를 껐다 켜서 판단 가능), 다음 중 하나 이상을 시도하는 것이 좋습니다 .

1 라디오나 안테나의 위치를 변경합니다 .
2 장치를 라디오나 TV 에서 멀리 이동합니다 .
3 라디오 또는 TV가 별도의 전기 회로에 연결되도록 장치를 다른 전기 플러그에 꽂습니다 .
4 모든 주변 장치가 승인되었는지 확인합니다 .
5 적절한 케이블을 사용하여 장치를 주변 기기에 연결했는지 확인합니다 .
6 도움이 필요하다면 장비 판매업체 , Agilent Technologies 또는 숙련된 기술자에게 연락하십시오 .
7 기기에 Agilent Technologies에서 명확히 승인하지 않는 변경이나 개조를 가하면 장비를 작동시킬 수 있는 사용자의 권한을 취소할 수 있습니다 .

소리 방출 신고

음압

음압 Lp <EN 27779:1991 에 따르면 70dB.

Schalldruckpegel

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

제품 청소 / 재활용

장치를 청소하려면 전원을 분리하고 보푸라기가 없는 젖은 천으로 닦으십시오 . 재활용에 대해서는 지역 담당 Agilent 판매점에 문의하십시오 .

액체 흘림

MSD 에 액체를 쏟지 마십시오 .

MSD 이동 또는 보관

MSD 기능을 최적의 상태로 유지하려면 운반 기체 흐름과 함께 펌프 다운하고 뜨겁게 유지하는 것입니다 . MSD 를 이동하거나 보관할 예정이라면 몇 가지 추가 예방 조치를 따르십시오 . MSD 는 항상 수직으로 똑바르게 세워 두어야 하며 , 특히 기기를 이동할 때 주의해야 합니다 . 배출을 위해 MSD 를 장시간 공기에 노출시키지 마십시오 .

기본 퓨즈를 교체하려면

필요한 재료

- 퓨즈 , T12.5A, 250V(2110-1398) – 2 개 필요
- 나사 드라이버 , 플랫 블레이드 (8730-0002)

기본 퓨즈의 가장 큰 장애 원인은 포어라인 펌프 문제입니다 . MSD 의 기본 퓨즈에 문제가 발생하면 포어라인 펌프를 확인합니다 .

절차

1 MSD 를 환기하고 전원 콘센트에서 전원 코드를 뽑습니다 .

기본 퓨즈 중 하나에 문제가 발생하면 MSD 는 이미 꺼졌겠지만 안전을 위해 MSD 스위치를 끄고 전원 코드를 뽑아야 합니다 . 분석실에 공기를 들여 보낼 필요는 없습니다 .

경고 **MSD** 가 전원에 연결되어 있는 중에는 기본 퓨즈를 교체하지 마십시오 .

경고 **GC** 운반 기체로 수소를 사용할 경우 , 전력 장애로 인해 수소가 분석실에 누적될 수 있습니다 . 이 경우 추가 예방 조치가 필요합니다 . " 수소 안전 " 을 참조하십시오 .

2 퓨즈 홀더 중 하나를 (그림 2) 튀어나올 때까지 반시계 방향으로 돌리십시오 . 퓨즈 홀더는 스프링 방식입니다 .

3 퓨즈 홀더에서 오래된 퓨즈를 제거합니다 .

4 퓨즈 홀더에 새로운 퓨즈를 설치합니다 .

5 퓨즈 홀더를 다시 설치합니다 .

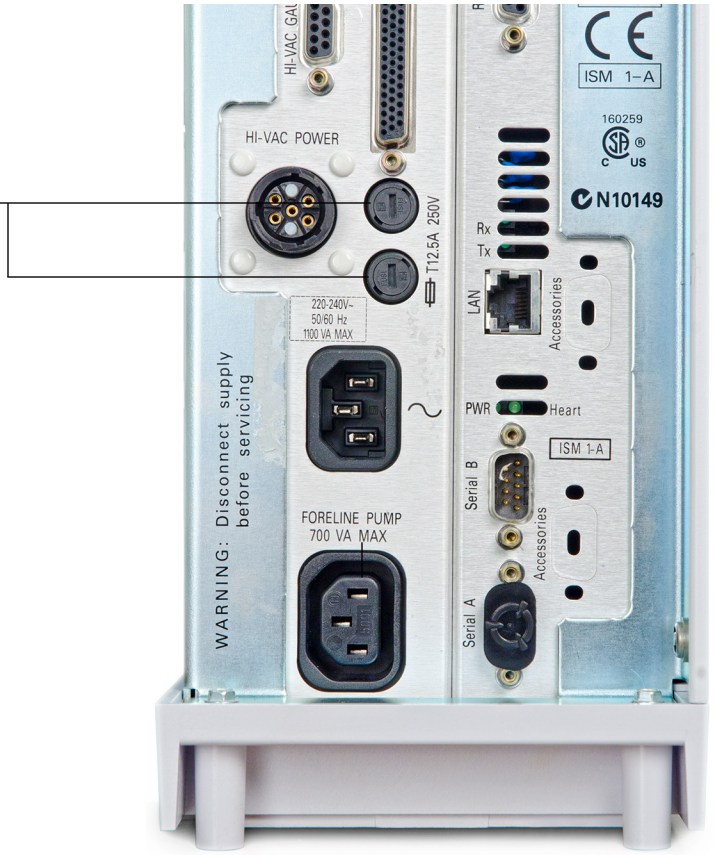


그림 **2** 기본 퓨즈

6 다른 퓨즈에 대해 3 부터 5 단계를 반복합니다 . 항상 두 개 퓨즈를 모두 교체합니다 .

7 전기 콘센트에 MSD 전원 코드를 다시 연결합니다 .

8 MSD 를 펌프 다운합니다 .

2
GC 컬럼 설치

컬럼 32
분할 / 비분할 주입구에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 34
캐필러리 컬럼을 컨디셔닝하려면 37
GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 38

GC/MSD 시스템을 작동하기 전에 GC 컬럼을 선택, 설치 및 컨디셔닝해야 합니다. 이 장에서는 컬럼의 설치 및 컨디셔닝 방법을 안내합니다. 올바른 컬럼 및 유량 선택을 위해서는 사용 중인 MSD 의 진공 시스템 유형이 무엇인지 알고 있어야 합니다. 왼쪽 패널의 앞쪽 아래에 있는 일련 번호 태그에 모델 번호가 있습니다.

컬럼

많은 유형의 GC 컬럼을 MSD 와 사용할 수 있지만 몇 가지 제한이 있습니다 .

튜닝 또는 데이터 수집 중에는 MSD 로 들어가는 컬럼 유량이 최대 권장 유량을 초과해서는 안 됩니다 . 따라서 , 컬럼 길이와 유량에 제한이 있습니다 . 권장 유량을 초과하면 질량 스펙트럼 및 감도 성능이 저하됩니다 .

컬럼 유량은 오븐의 온도에 따라 크게 달라짐을 기억하십시오 . 컬럼 내의 실제 유량을 측정하는 방법은 " 컬럼 유량 선속도를 검량하려면 "(63 페이지) 에서 참조하십시오 . 유량 계산 소프트웨어 및 표 5 를 사용하면 특정 컬럼이 실제 헤드 압력과 함께 허용되는 유량을 제공하는지 파악할 수 있습니다 .

표 **5** 기체 유량

	모델					
기능	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
고진공 펌프	디퓨전	성능 터보	디퓨전	성능 터보	성능 터보	성능 터보
최적의 헬륨 컬럼 유량 mL/min	1	1~2	1	1~2	1~2	1~2
최대 권장 기체 유량 mL/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
최대 기체 유량 , mL/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
최대 컬럼 id	0.25mm (30m)	0.53mm (30m)	0.25mm (30m)	0.53mm (30m)	0.53mm (30m)	0.53mm (30m)
CI 기능	아니요	아니요	아니요	아니요	아니요	예
GC 호환성	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* MSD 로의 총 기체 유량 : 컬럼 유량 + 시약 기체 유량 (적용되는 경우)

† 스펙트럼 성능 및 감도 저하 예상

컬럼 컨디셔닝

GC/MSD 인터페이스에 연결하기 전 컬럼 컨디셔닝은 필수입니다. “ 캐필러리 컬럼을 컨디셔닝하려면 ”(37 페이지) 을 참조하십시오.

캐필러리 컬럼 정지상의 작은 부분이 종종 운반 기체에 의해 운반됩니다. 이것을 컬럼 블리드라고 부릅니다. 컬럼 블리드는 MSD 이온 소스에 정지상의 흔적을 남깁니다. 이렇게 되면 MSD 감도가 저하되고 반드시 이온 소스를 청소해야 합니다.

컬럼 블리드는 새롭게 또는 부적절하게 교차 연결된 컬럼에 가장 흔하게 발생합니다. 컬럼이 가열될 때 운반 기체 내에 산소의 흔적이 있으면 훨씬 더 심각합니다. 컬럼 블리드를 최소화하려면 캐필러리 컬럼을 GC/MSD 인터페이스에 설치하기 전에 컨디셔닝해야 합니다.

페룰 **(ferrule)** 컨디셔닝

페룰을 설치하기 전에 최대 예상 작동 온도로 몇 차례 가열하면 페룰에서 화학 블리드를 줄일 수 있습니다.

팁 및 힌트

- 5977 시리즈 MSD 의 컬럼 설치 절차는 이전 MSD 와 다를 수 있습니다. 다른 기기용 절차를 사용하면 작동하지 않을 수도 있으며 컬럼이나 MSD 가 손상될 수 있습니다.
- 일반적인 푸시핀으로 컬럼 너트에서 오래된 페룰을 제거할 수 있습니다.
- 항상 순도가 최소 99.9995% 인 운반 기체를 사용하십시오.
- 열 팽창으로 인해 몇 차례 가열했다 냉각하면 새 페룰이 느슨해질 수 있습니다. 두 세 번 가열한 후 꽉 조이는지 점검하십시오.
- 컬럼을 취급할 때는, 특히 GC/MSD 인터페이스에 삽입될 끝 부분을 취급할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하십시오.

경고 수소를 운반 기체로 사용할 때는 컬럼이 **MSD** 에 설치되고 **MSD** 가 펌프 다운될 때까지 운반 기체 흐름을 시작하지 마십시오. 진공 펌프가 꺼져 있으면 수소가 **MSD** 에 누적되고 폭발이 일어날 수 있습니다. “ 수소 안전 ” 을 참조하십시오.

경고 캐필러리 컬럼을 취급할 때는 항상 보호 안경을 착용하십시오. 컬럼의 끝을 만질 때는 피부를 찌르지 않도록 조심하십시오.

분할 / 비분할 주입구에 캐필러리 컬럼을 설치하려면

필요한 재료

- 깨끗한 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 계량자
- 양입 렌치 , 6.35mm 및 7.94mm(8710-0510)
- 캐필러리 컬럼
- 컬럼 커터 , 세라믹 (5181-8836) 또는 다이아몬드 (5183-4620)
- 페룰
  - 0.27mm id, 0.10mm id 컬럼용 (5062-3518)
  - 0.37mm id, 0.20mm id 컬럼용 (5062-3516)
  - 0.40mm id, 0.25mm id 컬럼용 (5181-3323)
  - 0.5mm id, 0.32mm id 컬럼용 (5062-3514)
  - 0.8mm id, 0.53mm id 컬럼용 (5062-3512)
- 주입구 컬럼 너트 (Agilent 7890 시리즈 및 7820 용 5181-8830)
- 확대경
- 격막 (오래된 중고 주입구 격막 가능)

다른 유형의 주입구에 컬럼을 설치하려면 기체 크로마토그래프 사용자 정보를 참조하십시오 .

경고

GC 는 고온에서 작동합니다 . 화상을 예방하려면 확실히 식을 때까지 어떤 **GC** 부품도 만지지 마십시오 .

경고

캐필러리 컬럼을 취급할 때는 항상 보호 안경을 착용하십시오 . 컬럼의 끝을 만질 때는 피부를 찌르지 않도록 조심하십시오 .

주의 GC 또는 분석실에 들어가는 모든 부품을 취급할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하십시오 .

절차

1 오븐을 실온으로 냉각하십시오 .

2 깨끗한 장갑을 끼고 격막, 컬럼 너트 및 컨디셔닝된 페룰을 컬럼의 열린 끝으로 살짝 밀어 넣습니다 (그림 3). 페룰의 얇은 끝이 컬럼 너트를 향하지 않게 하십시오 .

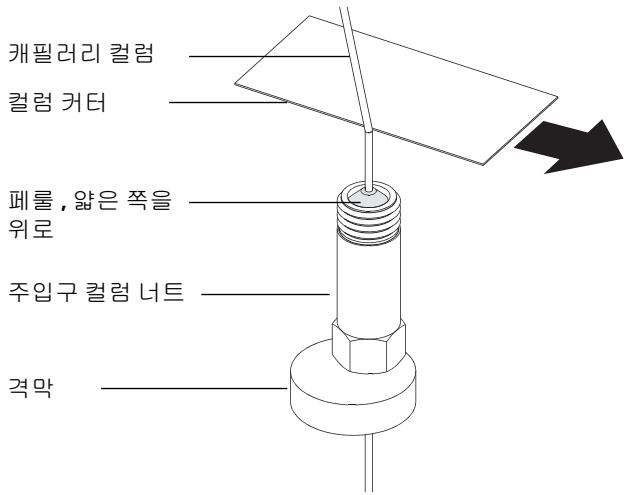


그림 3 캐필러리 컬럼 설치 준비

3 컬럼 커터를 사용하여 컬럼 끝에서 2cm 지점에 금을 긋습니다 .

4 엄지 손가락으로 컬럼 커터를 컬럼에 맞대어 잡은 상태로 컬럼을 컬럼 커터의 모서리에 대고 부러뜨립니다 .

5 끝이 울퉁불퉁하거나 거칠지 않은지 확인합니다 . 컬럼이 깨끗하고 고르게 부러지지 않았다면 3 단계와 4 단계를 반복합니다 .

6 메탄올을 적신 보푸라기가 없는 천으로 컬럼의 열린 끝의 외부를 닦습니다 .

7 페룰의 끝에서 4~6mm 지난 지점에 컬럼을 놓습니다 (그림 4).

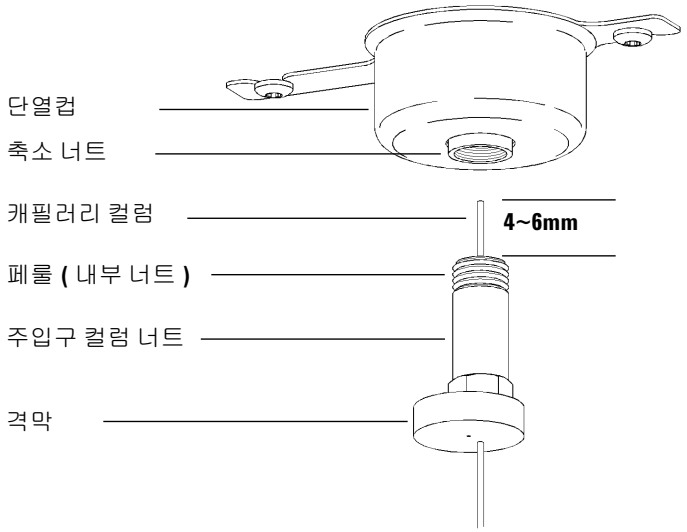


그림 **4** 분할 / 비분할 주입구에 캐필러리 컬럼 설치

8 격막을 살짝 밀어서 너트와 페룰을 올바른 위치에 놓습니다 .

9 컬럼을 주입구에 삽입합니다 .

10 너트를 컬럼의 주입구 받침까지 밀어 넣고 너트를 손으로 조입니다 .

11 격막이 컬럼 너트의 바닥과 같은 높이가 되도록 컬럼의 위치를 조절합니다 .

12 컬럼 너트를 1/4에서 1/2까지 더 돌려 조입니다. 컬럼을 살짝 당겨서 움직이지 않는지 확인합니다 .

13 운반 기체 흐름을 시작합니다 .

14 컬럼의 열린 끝을 이소프로판올에 담궈서 흐름을 확인합니다 . 거품이 있는지 확인합니다 .

관련 항목

캐필러리 컬럼 설치에 관한 추가 정보는 ***Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis(*** 고성능 ***MS*** 분석을 위해 ***GC*** 의 비분할 주입 최적화 ***)***, Agilent Technologies 발행 번호 5988-9944EN 를 참조하십시오 .

캐필러리 컬럼을 컨디셔닝하려면

필요한 재료

- 운반 기체 (99.9995% 이상의 순도)
- 양입 렌치 , 6.35mm 및 7.94mm(8710-0510)

경고

캐필러리 컬럼을 수소로 컨디셔닝하지 마십시오 . **GC** 오븐에 수소가 누적되면 폭발 위험성이 있습니다 . 수소를 운반 기체로 사용하려면 먼저 헬륨 , 질소 또는 아르곤과 같은 초고순도의 **(99.999%** 이상 **)** 불활성 기체로 컬럼을 컨디셔닝하십시오 .

경고

GC 는 고온에서 작동합니다 . 화상을 피하려면 열이 식었는지 확실치 않은 경우 **GC** 부품을 만지지 마십시오 .

절차

1 컬럼을 GC 주입구에 설치합니다. (“분할/비분할 주입구에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 ”(34 페이지) 을 참조하십시오 .)

2 최저 속도를 30cm/s 또는 컬럼 제조업체의 권장 속도로 설정합니다. 실온에서 15 분 ~30 분 동안 컬럼에 기체가 흐르게 하여 공기를 제거합니다 .

3 해당 컬럼에 대해 오븐을 실온에서부터 최고 온도로 프로그램합니다 .

4 온도를 10~15°C/min 의 속도로 증가시킵니다 .

5 30 분 동안 최고 온도를 유지시킵니다 .

주의

GC/MS 인터페이스 , GC 오븐 또는 주입구 내부가 최고 컬럼 온도를 초과해서는 안 됩니다 .

6 GC 오븐 온도를 30°C 로 설정하고 GC 가 준비될 때까지 기다립니다 .

7 컬럼을 GC 인터페이스에 부착합니다 . (“GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 ”(38 페이지) 을 참조하십시오 .)

GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면

이 절차는 캐필러리 컬럼을 컬럼 너트로 전송 라인에 직접 설치하기 위한 것입니다 .

Agilent 7890 시리즈 GC

필요한 재료

- 컬럼 커터 , 세라믹 (5181-8836) 또는 다이아몬드 (5183-4620)
- 페룰
  - 0.3 mm id, 0.10 mm id 컬럼용 (5062-3507)
  - 0.4 mm id, 0.20 및 0.25 mm id 컬럼용 (5062-3508)
  - 0.5 mm id, 0.32 mm id 컬럼용 (5062-3506)
  - 0.8 mm id, 0.53 mm id 컬럼용 (5062-3512)
- 손전등
- 확대경
- 깨끗한 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 인터페이스 컬럼 너트 (05988-20066)
- 보호 안경
- 양입 렌치 , 6.35mm 및 7.94mm(8710-0510)
- 컬럼 측정 도구

주 의

GC 또는 분석실에 들어가는 모든 부품을 취급할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하십시오 .

절차

1 컬럼을 컨디셔닝합니다. (“캐필러리 컬럼을 컨디셔닝하려면”(37페이지) 을 참조하십시오.)

경고 분석실의 분석기, **GC/MS** 인터페이스 및 기타 구성품은 고온에서 작동합니다. 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오.

경고 분석실 내부에는 치명적인 부상을 입힐 수 있는 위험한 전압이 흐르고 있습니다. 어떤 이유로든 분석실의 문을 열지 마십시오. 꼭 접근해야 할 일이 있다면 먼저 숙련된 서비스 전문가가 기기의 전원 공급을 차단해야 합니다.

2 Quick Swap(빠른 교환)을 사용하지 않는다면 MS을 배출합니다. MS를 배출하려면 “MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지) 을 참조하십시오.

경고 **GC** 는 고온에서 작동합니다. 화상을 피하려면 열이 식었는지 확실치 않은 경우 **GC** 부품을 만지지 마십시오.

3 인터페이스 너트 및 컨디셔닝된 페룰을 GC 컬럼의 열린 끝으로 살짝 밀어 넣으십시오. 페룰의 얇은 끝이 너트를 향해야 합니다.

4 컬럼 커터를 사용하여 컬럼 끝에서 2cm 지점에 금을 긋습니다.

5 엄지 손가락으로 컬럼 커터를 컬럼에 맞대어 잡은 상태로 컬럼을 컬럼 커터의 모서리에 대고 부러뜨립니다.

6 끝이 울퉁불퉁하거나 거칠지 않은지 확인합니다. 컬럼이 깨끗하고 고르게 부러지지 않았다면 4 단계와 5 단계를 반복합니다.

7 끝을 알코올로 닦습니다.

8 컬럼을 컬럼 측정 도구에 삽입합니다.

9 컬럼을 밀어 넣어서 컬럼의 끝이 도구 끝에서 1–2mm 지난 지점까지 돌출되게 합니다.

10 피팅을 손으로 조입니다.

11 1/4 에서 1/2 까지 돌려 조여서 페룰을 컬럼에 고정시킵니다.

12 컬럼을 GC/MS 인터페이스로 살짝 밀어 넣습니다 .
13 너트를 손으로 조입니다 . 너트를 조이면서 컬럼의 위치가 바뀌면 안 됩니다 .
14 GC 오븐을 점검하여 컬럼이 오븐의 벽에 닿지 않게 합니다 .
15 너트를 1/4 에서 1/2 까지 돌려 조입니다 .
16 1~2 번의 열 순환 후 너트의 조임 상태를 점검하고 적절하게 다시 조입니다 .

3
EI(Electron Ionization) 모드로 작동

데이터 시스템에서 MSD 작동 42
LCP 에서 MSD 작동 42
EI GC/MSD 인터페이스 50
MSD 를 켜기 전에 52
펌프 다운 53
온도 제어 53
컬럼 유량 조절 53
MSD 배출 54
수동 튠에서 MSD 온도 및 진공을 보려면 55
MSD 온도 및 진공 상태에 대해 모니터를 설정하려면 56
Instrument Control View(기기 제어 보기) 에서 분석기 온도를 설정하려면 58
MassHunter 에서 GC/MSD 인터페이스 온도를 설정하려면 60
고진공 압력을 모니터링하려면 61
컬럼 유량 선속도를 검량하려면 63
MSD 를 EI 모드에서 튜닝하려면 66
시스템 성능을 확인하려면 68
고질량 테스트 (5977 시리즈 MSD) 를 실행하려면 69
MSD 덮개를 열려면 72
MSD 를 배출하려면 73
분석실을 열려면 76
분석실을 닫으려면 78
MSD 를 EI 모드에서 펌프 다운하려면 82
MSD 를 이동하거나 보관하려면 85

이 장은 전자 충격 이온화를 사용하여 Agilent 5977 GC/MSD 의 일부 기본 작동 절차를 수행하는 방법에 대해 설명합니다 .

데이터 시스템에서 **MSD** 작동

Agilent MassHunter 데이터 수집 워크스테이션은 펌프 다운 , 이온 소스 제거 , 모니터링 설정 , 온도 설정 , 튜닝 및 MSD 배출과 같은 작업을 자동화합니다 . 이 장에서는 이들 작업을 설명합니다 . 추가 정보는 MassHunter 워크스테이션 소프트웨어와 함께 제공되는 설명서와 온라인 도움말에 있습니다 .

주의

소프트웨어와 펌웨어는 정기적으로 수정됩니다 . 이들 절차의 단계가 사용 중인 MassHunter 워크스테이션 소프트웨어와 일치하지 않는다면 , 소프트웨어와 함께 제공된 온라인 도움말과 매뉴얼에서 추가 정보를 확인하십시오 .

LCP 에서 **MSD** 작동

LCP(Local Control Panel) 에서 Agilent MassHunter 데이터 수집 소프트웨어를 사용하지 않고 MSD 에서 작업을 시작하거나 MSD 상태를 표시합니다 .

Agilent MassHunter 데이터 수집 소프트웨어가 LAN(Local Area Network) 상의 어딘가에 위치해있으므로 , 데이터 수집 소프트웨어가 기기 자체에 가까이 있지 않을 수 있습니다 . 그리고 LCP 가 LAN 을 통해 데이터 수집 소프트웨어와 통신하므로 , 튜닝과 실행 시작과 같은 데이터 수집 소프트웨어 기능을 MSD 에서 바로 액세스할 수 있습니다 . LCP 에서는 특정 기능만 사용할 수 있습니다 . 데이터 수집 소프트웨어는 대부분의 기기 제어 작동에 대해 완벽한 기능의 제어기입니다 .

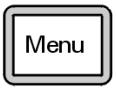
작동 모드

LCP 는 다음 2 가지 작동 모드가 있습니다 . Status(상태) 및 Menu(메뉴).

Status(상태 ***)*** 모드는 상호 작용이 필요 없으며 , MSD 기기 또는 다양한 통신 연결의 현재 상태만 표시합니다 . [**Menu(** 메뉴 **)**] 를 선택하고 [**No/Cancel(** 아니요 / 취소 **)**] 을 선택하면 Status(상태) 모드로 돌아갑니다 .

Menu(메뉴 ***)*** 모드에서는 GC/MSD 의 다양한 측면에 대해 쿼리하고 , 방법 또는 시퀀스 실행이나 시스템 배출 준비와 같은 일부 작업을 시작할 수 있습니다 .

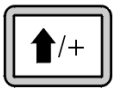
특정 메뉴 옵션에 접근하려면 다음과 같이 하십시오 .



[**Menu(** 메뉴 **)**] 를 원하는 메뉴가 나타날 때까지 누릅니다 .

[**Item(** 항목 **)**] 을 원하는 메뉴가 나타날 때까지 누릅니다 .

다음 키들 중에서 한 개 이상을 적절하게 사용하여 프롬프트에 응답하거나 옵션을 선택하십시오 .



[**Up(** 위로 **)**] 을 사용하여 표시된 값을 높이거나 위로 스크롤합니다 (메시지 목록에서처럼).

[**Down(** 아래로 **)**] 을 사용하여 표시된 값을 줄이거나 아래로 스크롤합니다 (메시지 목록에서처럼).

[**Yes/Select(** 예 / 선택 **)**] 를 사용하여 현재 값을 적용합니다 .

[**No/Cancel(** 아니요 / 취소 **)**] 을 사용하여 Status(상태) 모드로 돌아갑니다 .

선택을 끝낸 후 또는 사용 가능한 모든 메뉴를 모두 보게 되면 , 화면이 자동으로 Status(상태) 모드로 돌아갑니다 .

[**Menu(** 메뉴 **)**] 를 선택한 다음 [**No/Cancel(** 아니요 / 취소 **)**] 을 누르면 항상 Status(상태) 모드가 표시됩니다 .

[**No/Cancel(** 아니요 / 취소 **)**] 를 두 번 누르면 항상 Status(상태) 모드로 돌아갑니다 .

LCP 상태 메시지

MSD 시스템의 상태를 알려주는 다음 메시지가 LCP 에 표시될 수 있습니다 . LCP 가 현재 Menu(메뉴) 모드라면 메뉴들을 한 번 순환해서 Status(상태) 모드로 돌아가십시오 . 온라인 기기 세션이 현재 MassHunter 데이터 수집 모드로 실행 중이 아니라면 아무 메시지도 표시되지 않습니다 .

ChemStation Loading < 타임 스탬프 >

Agilent MassHunter 데이터 수집 소프트웨어가 시작 중입니다 .

Executing < 유형 >tune

튜닝 절차가 진행 중입니다 (유형 = QuickTune(퀵튠) 또는 Autotune(오토튠)).

Instrument Available < 타임 스탬프 >

Agilent MassHunter 데이터 수집 소프트웨어가 실행 중이 아닙니다 .

Loading Method < 방법 이름 >

방법 파라미터가 MSD 에 전송되는 중입니다 .

Loading MSD Firmware

MSD 의 펌웨어가 초기화 중입니다 .

MSD 가 부팅 시퀀스를 올바르게 완료하지 않으면 LCP 에 다음 메시지가 번갈아 나타납니다 .

Server not Found(서버를 찾을 수 없습니다)
Check LAN Connection(LAN 연결을 점검하십시오)

Seeking Server(서버를 찾는 중입니다)
Bootp Query xxx(Bootp 쿼리 xxx)

이들 메시지는 MSD 가 Windows 서비스로부터 고유한 IP 주소를 받지 못했음을 나타냅니다 . MassHunter 데이터 수집 프로그램에서 자신의 계정으로 로그인한 후에 이들 메시지가 지속된다면 , 소프트웨어 설치 설명서의 문제 해결 부분을 참조하십시오 .

Loading OS

기기 제어기의 운영 체제가 초기화 중입니다 .

< 방법 > Complete < 타임 스탬프 >

실행 및 후속 데이터 처리가 완료되었습니다 . 실행이 예정보다 일찍 종료되어도 동일한 메시지가 나타납니다 .

Method Loaded < 방법 이름 >

방법 파라미터가 MSD 에 전송되었습니다 .

MS locked by < 컴퓨터 이름 >

MS 파라미터는 MassHunter 데이터 수집에서만 변경할 수 있습니다 .

Press Sideplate

시작 중에 MSD 측판을 눌러서 진공 밀봉을 확실히 하라는 알림입니다 .

Run: < 방법 > Acquiring < 데이터 파일 >

실행이 진행 중이며 , 지정된 데이터 파일에 데이터가 입수되는 중입니다 .

시작 중에 시스템 상태를 보려면

1 시작 중에 LCP 화면에 다음 메시지가 표시됩니다 .
   - **Press Sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press Sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**

2 MSD 의 측판을 누른 상태로 **MSD Ready(** 준비 **)** 메시지가 나타날 때까지 기다리십시오 . 이렇게 하면 기기에서 보다 빠른 펌프 다운이 가능해집니다 .

LCP 메뉴

특정 메뉴 옵션에 접근하려면 [**Menu(** 메뉴 **)**] 를 누른 상태로 원하는 메뉴가 나타날 때까지 기다린 다음 , [**Item(** 항목 **)**] 을 누른 상태로 원하는 메뉴가 나타날 때까지 기다리십시오 . 6 에서 11 는 메뉴와 선택 항목을 나열합니다 .

참 고

기기가 데이터를 입수하는 동안에 메뉴 항목은 , 특히 ChemStation, MS 파라미터 및 유지보수 메뉴에 있는 항목들은 영향이 없습니다 .

표 6 ChemStation 메뉴

동작	설명
Run Method(실행 방법)	현재 방법 이름을 표시하고 분석을 시작합니다 .
Run Sequence(실행 시퀀스)	현재 시퀀스를 표시하고 시퀀스를 시작합니다 .
Run Current Tune(현재 튠 실행)	현재 튠 파일을 표시하고 오토튠을 시작합니다 (EI 모드만 해당 , CI 튠은 MassHunter 데이터 수집에서 시작해야 함).
# of Messages(메시지 개수)	메시지 개수 및 가장 최근 메시지의 텍스트를 표시합니다 . 화살표 키를 사용하여 이전 메시지들을 살펴볼 수 있습니다 (최대 20 개).
Release ChemStation (ChemStation 분리)	MSD 에서 MassHunter 데이터 수집을 분리합니다 .
Connection Status (연결 상태)	MSD 의 LAN 연결 상태를 표시합니다 . Remote(원격) = MassHunter 데이터 수집 온라인 세션에 연결됨 Local(로컬) = MassHunter 데이터 수집 온라인 세션에 연결되지 않음
Name of Instrument (기기 이름)	MassHunter 데이터 수집 온라인 세션에 연결되어 있다면 기기 이름을 표시합니다 . 기기의 이름은 MassHunter 데이터 수집 구성 대화 상자에 의해 MSD 에 부여된 이름입니다 .

표 **7** 유지보수 메뉴

동작	설명
Prepare to vent(배출 준비)	GC 를 꺼야함을 알려주고 **[Yes/Select(** 예 / 선택 **)]** 를 누르면 기기의 배출을 준비합니다 .
Pumpdown(펌프 다운)	펌프 다운 시퀀스를 시작합니다 .
Hi Vac Soft Start(고 진공 소프트 스타트)	

표 **8** MS 파라미터 메뉴

동작	설명
High Vacuum Pressure (고진공 압력)	마이크로 이온 진공 게이지가 설치된 경우에만
Turbo Pump Speed(터보 펌프 속도)	터보 펌프 속도를 표시합니다 .
MSD Fault Status(MSD 장애 상태)	가능한 모든 장애 조합이 포함된 요약 장애 상태 코드 (숫자) 를 'dec(10 진법) 및 'hex'(16 진법) 형식으로 보고합니다 .
Ion Source Temp(이온 소스 온도), °C	이온 소스 온도를 표시하고 설정합니다 .
Quadrupole Temp(사중극자 온도), °C	사중극자 온도를 표시하고 설정합니다 .
CI Reagent(CI 시약)	CI 시약 기체와 유속을 표시합니다 (설치된 경우).

참 고

온라인 MassHunter 데이터 수집 세션이 MSD 에 연결되어 있는 동안에는 LCP 에서 MS 파라미터를 설정할 수 없습니다 .

표 **9** 네트워크 메뉴

동작	설명
MSD IP via keyboard(키보드를 통한 MSD IP)	MSD 의 IP 주소를 표시하고 MassHunter 데이터 수집을 통해 프로그래밍됩니다 .
Gateway IP Address(게이트웨이 IP 주소)	MSD 의 게이트웨이 IP 주소를 표시합니다 .

표 9 네트워크 메뉴 (계속)

동작	설명
Subnet Mask(서브넷 마스크)	MSD 의 서브넷 마스크를 표시합니다 .
GC Comm IP Address(GC Comm IP 주소)	IP 주소를 표시합니다 .
ChemStation IP	MassHunter 데이터 수집용 IP 주소를 표시합니다 .
GC IP Address(GC IP 주소)	GC 용 IP 주소를 표시합니다 .
Ping gateway (게이트웨이 ping)	게이트웨이와의 통신을 점검합니다 .
Ping ChemStation	MassHunter 데이터 수집과의 통신을 점검합니다 .
Ping GC	GC 와의 통신을 점검합니다 .
MAC Address(MAC 주소)	MSD 내 스마트카드의 MAC 주소를 표시합니다 .
Reboot with new network settings(새로운 네트워크 설정으로 재부팅)	시스템을 재부팅하고 새로운 네트워크 설정을 저장합니다 .

표 10 버전 메뉴

동작	설명
Control firmware(제어 펌웨어)	MSD 펌웨어 버전을 표시합니다 .
Operating system(운영 체제)	MassHunter 데이터 수집 운영 체제 버전을 표시합니다 .
Front panel(앞쪽 패널)	LCP 의 버전을 표시합니다 .
Log amplifier(대수 증폭기)	버전 정보를 표시합니다 .
Sideboard(사이드보드)	사이드보드 유형을 표시합니다 .
Mainboard(메인보드)	메인보드 유형을 표시합니다 .
Serial number(일련 번호)	MassHunter 데이터 수집 구성 대화 상자에서 MSD 에 부여합니다 .

표 **11** 제어기 메뉴

동작	설명
Reboot controller(제어기 재부팅)	LAN/MS 제어 카드를 시작합니다 .
Test LCP?(LCP 테스트 ?)	2 라인 디스플레이의 진단 테스트를 시작합니다 .
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?(C/MSD ChemStation 에 대한 HTTP 링크 테스트 ?)	HTTP 서버의 상태를 점검합니다 .

EI GC/MSD 인터페이스

GC/MSD 인터페이스 (그림 5(51 페이지)) 는 MSD 에서 캐필러리 컬럼에 연결되는 가열된 도관입니다 . 이것은 분석실의 오른쪽에 오링 (O-ring) 씰과 함께 볼트로 접합되어 있습니다 . 보호 덮개는 항상 제자리에 있어야 합니다 .

GC/MSD 인터페이스의 한쪽 끝은 기체 크로마토그래프의 측면을 통과하여 GC 오븐까지 이어집니다 . 이 끝에는 나사산이 있어서 너트 및 페룰로 컬럼과 연결할 수 있습니다 . 이 인터페이스의 다른 쪽 끝은 이온 소스와 들어맞습니다 . 캐필러리 컬럼의 마지막 1~2mm 는 안내관의 끝을 지나 이온화실까지 이어집니다 .

GC/MSD 인터페이스는 전기 카트리지 가열기에 의해 가열됩니다 . 일반적으로 이 가열기는 GC 의 Thermal Aux #2 가열 영역에서 구동 및 제어됩니다 . 인터페이스 온도는 MassHunter 데이터 수집 또는 기체 크로마토그래프에서 설정할 수 있습니다 . 인터페이스 안의 센서 (열전대) 가 온도를 모니터링합니다 .

GC/MSD 인터페이스를 250° 에서 350°C 범위 내에서 작동해야 합니다 . 제한 규정에 따라 인터페이스 온도는 최대 GC 오븐 온도보다 약간 높아야 하지만 절대로 최대 컬럼 온도보다 높아서는 안 됩니다 .

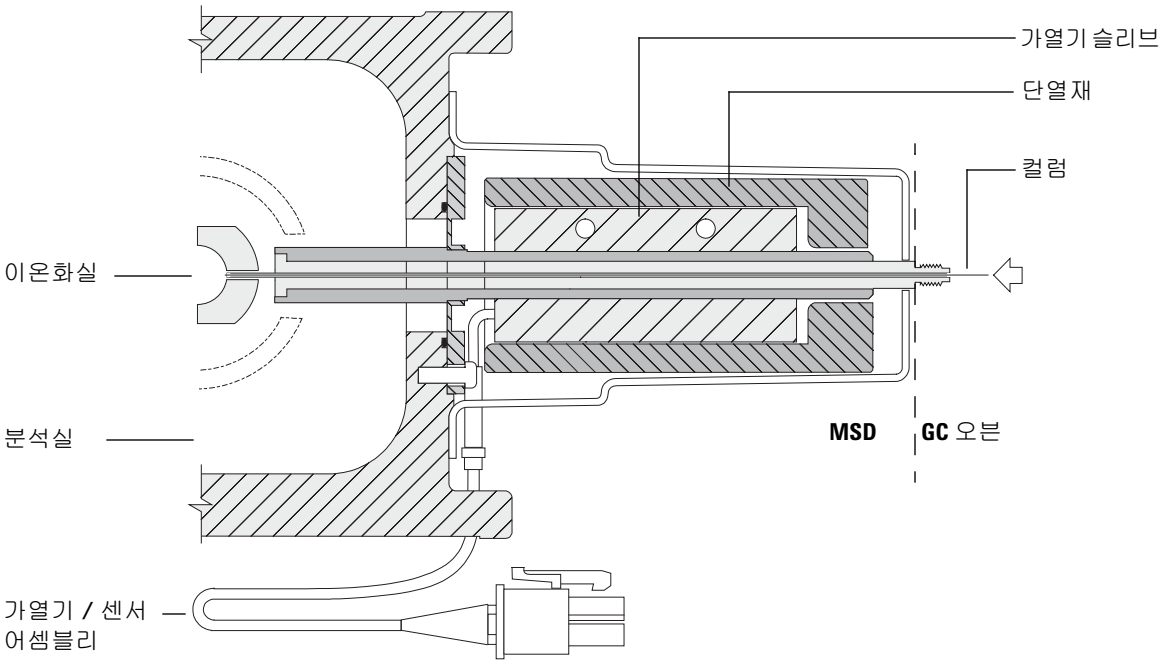
EI GC/MSD 인터페이스는 EI 이온 소스와 함께만 사용할 수 있습니다 . EI 소스와 사용 가능한 끝 밀봉은 두 가지 유형이 있습니다 . 표준 / 불활성 EI 소스는 끝 밀봉이 필요 없습니다 . EI 시스템의 배출기 소스만 끝 밀봉 (G3870-20542) 을 사용합니다 . EI/CI 시스템의 배출기 소스 및 CI 소스는 CI 끝 밀봉 (G1999-60412) 을 사용합니다 .

관련 항목

"GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 "(38 페이지) .

경고

GC/MSD 인터페이스는 고온에서 작동합니다 . 뜨거울 때 만지면 화상을 입게 됩니다 .



컬럼 끝이 이온화실 안으로 **1~2mm** 정도 돌출됩니다 .

그림 **5** EI GC/MSD 인터페이스

MSD 를 켜기 전에

MSD 를 켜거나 작동시키기 전에 다음을 확인하십시오 .

- 배출 밸브가 닫혀 있어야 합니다 (손잡이를 시계 방향으로 끝까지 돌려야 함).
- 모든 다른 진공 밀봉과 피팅이 제자리에 올바르게 고정되어 있어야 합니다 . (위험한 운반 기체 또는 시약 기체를 사용 중이 아니라면 앞쪽 측판 나사를 꽉 조여서는 안 됩니다 .)
- MSD 가 접지된 전원 공급기에 연결되어 있어야 합니다 .
- GC/MSD 인터페이스가 GC 오븐 안으로 이어져야 합니다 .
- 컨디셔닝된 캐필러리 컬럼이 GC 주입구 및 GC/MSD 인터페이스에 설치되어 있어야 합니다 .
- GC 는 켜져 있고 GC/MSD 인터페이스의 가열 영역 , GC 주입구 및 오븐은 꺼져 있어야 합니다 .
- 최소 99.9995% 순도의 운반 기체가 권장되는 트랩으로 GC 까지 연결되어 있어야 합니다 .
- 수소를 운반 기체로 사용한다면 , 운반 기체 흐름이 꺼져 있고 앞쪽 측판의 나비 나사가 느슨하게 조여져 있어야 합니다 .
- 포어라인 펌프 배기가 적절하게 배출되어야 합니다 .

경고

포어라인 펌프의 배기에는 분석 중인 용매와 화학물질이 들어 있습니다 . 표준 포어라인 펌프를 사용한다면 펌프 오일의 흔적도 들어 있습니다 . 유독성 용매를 사용하거나 유독성 화학물질을 분석한다면 , 오일 트랩 (표준 펌프) 을 제거하고 호스 **(11mm id)** 를 설치하여 포어라인 펌프 배기를 외부 또는 퓨움 배출 (배기) 후드로 배출하십시오 . 반드시 현지 규정을 준수하십시오 . 표준 펌프와 함께 제공되는 오일 트랩은 펌프 오일만 차단합니다 . 유독성 화학물질은 차단하거나 여과하지 못합니다 .

경고

수소를 운반 기체로 사용한다면 **MSD** 가 펌프 다운될 때까지 운반 기체 흐름을 시작하지 마십시오 . 진공 펌프가 꺼져 있으면 수소가 **MSD** 에 누적되고 폭발이 일어날 수 있습니다 . 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동하기 전에 " 수소 안전 " 을 읽으십시오 .

펌프 다운

데이터 시스템 또는 로컬 제어판에서 MSD 의 펌프 다운을 지원합니다 . 이 과정은 대부분 자동화되어 있습니다 . 배출 밸브를 닫고 메인 전원 스위치를 켜면 (측판을 누른 상태로) MSD 가 자동으로 펌프 다운됩니다 . 데이터 시스템 소프트웨어는 펌프 다운 중에 시스템 상태를 모니터링하고 표시합니다 . 압력이 충분히 낮아지면 프로그램이 이온 소스 및 질량 필터 가열기를 켜고 GC/MSD 인터페이스 가열기를 켤 것을 요청합니다 . 올바르게 펌프 다운할 수 없으면 MSD 가 꺼집니다 .

메뉴나 MS 모니터를 사용하여 데이터 시스템에서 다음을 표시할 수 있습니다 .

- 터보 펌프 MSD 용 모터 속도 (퍼센트 회전 속도)
- 디퓨전 펌프 MSD 용 포어라인 압력
- 옵션인 G3397B 마이크로 이온 게이지 제어기가 있는 MSD 용 분석실 압력 (진공)

LCP 도 이들 데이터를 표시할 수 있습니다 .

온도 제어

MSD 온도는 데이터 시스템을 통해 제어됩니다 . MSD 에는 이온 소스와 사중극자 질량 필터용으로 독립된 가열기와 온도 센서가 있습니다 . 데이터 시스템이나 로컬 제어판에서 설정점을 조절하고 이들 온도를 볼 수 있습니다 .

일반적으로 GC/MSD 인터페이스 가열기는 GC 의 Thermal Aux #2 가열 영역에서 구동 및 제어됩니다 . 7820 시리즈 GC 의 경우 가열기가 단일 주입구 모델은 후방 주입구 열 영역에 , 이중 주입구 모델은 수동 밸브 열 영역에 연결되어 있습니다 . GC/MSD 인터페이스 온도는 데이터 시스템 또는 GC 에서 설정 및 모니터링할 수 있습니다 .

컬럼 유량 조절

운반 기체 유량은 GC 의 주입구 압력에 의해 조절됩니다 . 주어진 주입구 압력에 대해 GC 오븐 온도가 올라가면 컬럼 유량은 줄어듭니다 . EPC(Electronic Pneumatic Control) 및 컬럼 모드가 일정 유량으로 설정되어 있으면 온도에 상관없이 일정한 컬럼 유량이 유지됩니다 .

MSD 를 사용하여 실제 컬럼 유량을 측정할 수 있습니다 . 적은 양의 공기나 기타 함유되지 않은 화학물질을 주입하고 MSD 에 도달할 때까지 시간이 얼마나 걸리는지 측정합니다 . 측정된 시간을 가지고 컬럼 유량을 계산할 수 있습니다 . “ 컬럼 유량 선속도를 검량하려면 ”(63 페이지) 을 참조하십시오 .

MSD 배출

데이터 시스템의 프로그램이 배출 과정을 안내합니다 . GC 및 MSD 가열기 , 그리고 디퓨전 펌프 가열기 또는 터보 펌프를 적시에 끕니다 . 또한 MSD 내의 온도를 모니터링해주고 언제 MSD 를 배출해야 하는지 표시합니다 .

MSD 를 잘못 배출하면 손상됩니다 . 디퓨전 펌프가 완전히 식기 전에 MSD 를 배출하면 디퓨전 펌프가 증발된 펌프 액체를 분석기로 역류시킵니다 . 일반 작동 속도의 50% 이상으로 회전되는 동안 배출시키면 터보 펌프가 손상됩니다 .

경고

MSD 를 배출하기 전에 **GC/MSD** 인터페이스 및 분석기 영역의 열을 식히십시오 **(100°C** 이하로 **). 100°C** 도는 화상을 입힐수 있을 만큼 고온입니다 **.** 분석기의 부품을 취급할 때는 항상 천 장갑을 착용하십시오 **.**

경고

수소를 운반 기체로 사용한다면 **MSD** 전원을 끄기 전에 운반 기체 흐름을 꺼야 합니다 **.** 포어라인 펌프가 꺼져 있으면 수소가 **MSD** 에 누적되고 폭발이 일어날 수 있습니다 **.** 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동하기 전에 **“** 수소 안전 **”** 을 읽으십시오 **.**

주의

절대로 포어라인 호스의 양끝으로 공기를 들여보내서 MSD 를 배출하지 마십시오 . 배출 밸브를 사용하거나 컬럼 너트 및 컬럼을 제거하십시오 .

터보 펌프가 50% 이상으로 회전하는 동안에는 배출하지 마십시오 .

권장되는 최고 총 기체 유량을 초과하면 안 됩니다 . “5977 시리즈 MSD 모델 및 기능 ” 을 참조하십시오 .

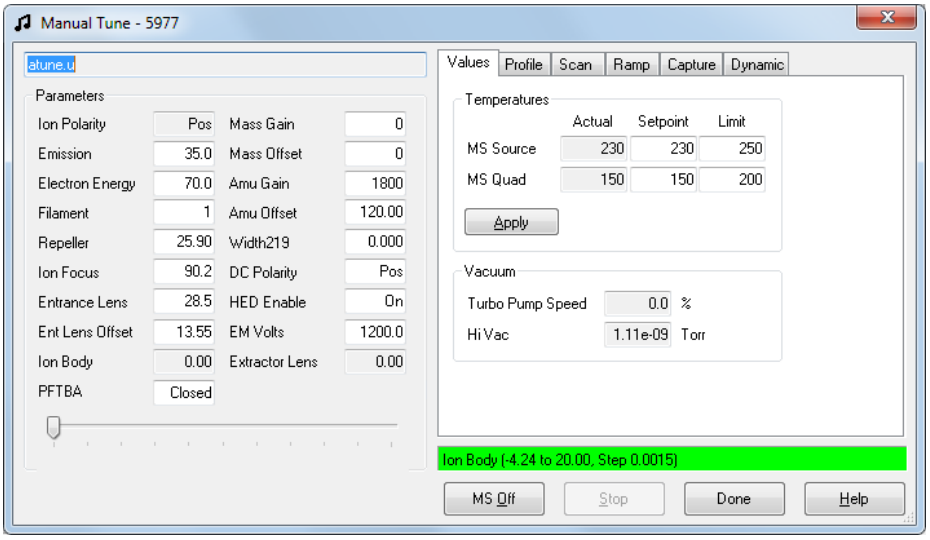
수동 튠에서 MSD 온도 및 진공을 보려면

또한 로컬 제어판을 사용하여 이 작업을 수행할 수도 있습니다 . “LCP 에서 MSD 작동 ”(42 페이지) 을 참조하십시오 .

절차

1 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 기기 메뉴에 있는 **Edit Tune Parameters(** 튠 파라미터 편집 **)** 을 선택하여 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자를 표시합니다 .

2 **Values(** 값 **)** 탭을 클릭하면 MSD 온도와 진공이 표시됩니다 .



3 온도 **Setpoint(**설정점**)** 또는 **Limit(**제한**)**을 변경하려면, 새로운 파라미터를 입력하고 **Apply(** 적용 **)** 를 클릭합니다 .

방금 펌프 다운 과정이 시작된 경우를 제외하고 , 포어라인 압력이 300mTorr 미만이어야 하며 또는 터보 펌프가 최소 80% 의 속도로 실행되어야 합니다 . MSD 가열기는 디퓨전 펌프가 식었거나 터보 펌프가 80% 미만으로 작동되는 한 꺼진 상태로 유지됩니다 . 일반적으로 포어라인 압력이 100mTorr 미만이 되거나 터보 펌프 속도가 100% 가 됩니다 .

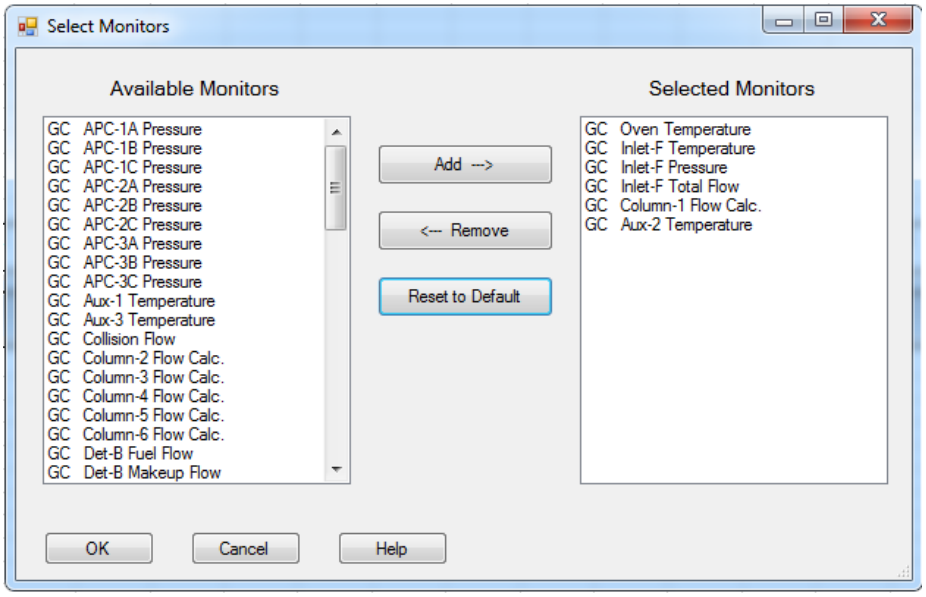
MSD 가열기는 펌프 다운 주기의 끝에 켜지며 배출 주기 초반에 꺼집니다 . 보고된 설정점은 MSD 영역이 둘 다 꺼져 있어도 배출 또는 펌프 다운 중에는 변하지 않습니다 .

MSD 온도 및 진공 상태에 대해 모니터를 설정하려면

모니터는 단일 기기 파라미터의 현재 값을 표시합니다. 이들을 표준 기기 제어창에 추가할 수 있습니다. 실제 파라미터가 설정점에서부터 사용자가 결정한 제한 이상으로 다양하다면 색상을 변경하도록 모니터를 설정할 수 있습니다.

절차

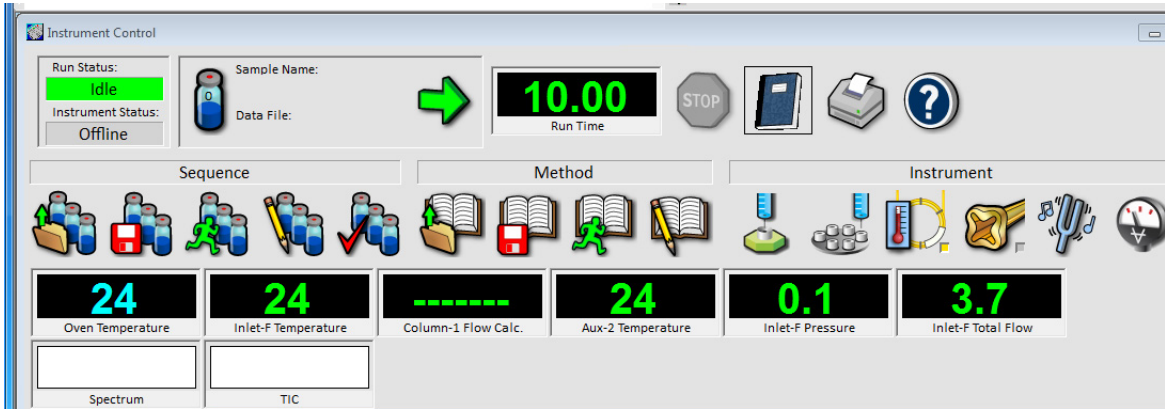
4 **Instrument Control(** 기기 제어 **)** 보기에서 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴의 **Edit Monitors (** 모니터 편집 **)** 을 선택하여 **Select Monitors(** 모니터 선택 **)** 대화 상자를 표시합니다.



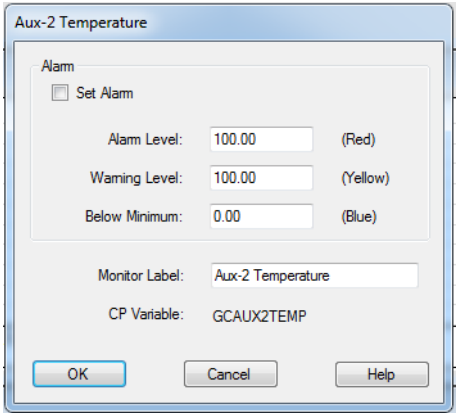
5 **Available Monitors(**사용 가능한 모니터**)** 열에서 모니터 하나를 선택하고 **Add(**추가 **)** 버튼을 클릭하여 선택 항목을 **Selected Monitors(** 선택한 모니터 **)** 열로 이동합니다. 이것을 추가 모니터에 대해 반복합니다.

6 **OK(** 확인 **)** 를 클릭합니다. 그러면 새로운 모니터들이 **Instrument Control(** 기기 제어 **)** 창의 오른쪽 아래 구석에 층층이 표시됩니다.

7 **Window(** 창 **) > Arrange Monitors(** 모니터 정렬 **)** 을 선택하거나, 각 모니터를 클릭한 다음 원하는 위치로 드래그하십시오.



8 모니터의 알람을 설정하려면 Instrument Control(기기 제어) 보기에 표시된 모니터를 더블 클릭하여 알람을 설정할 수 있는 해당 모니터의 대화 상자를 엽니다 .



a **Set Alarm(** 알람 설정 **)** 확인란을 선택합니다 .

b **Warning Level(**경고 수준**)**, **Alarm Level(**알람 수준**)** 및 **Below Minimum(**최대값 이하 **)** 을 적절한 값으로 설정합니다 .

c 기본 레이블이 적절하지 않다면 **Monitor Label(** 모니터 레이블 **)** 필드에 설명 텍스트를 입력합니다 .

d 모니터의 알람 구성을 완료하려면 **OK(** 확인 **)** 를 클릭합니다 .

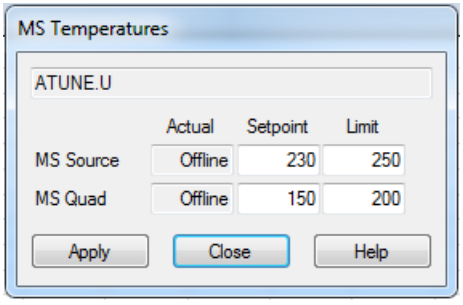
9 새로운 설정을 방법의 일부로 만드려면 방법을 저장합니다 .

Instrument Control View(기기 제어 보기) 에서 분석기 온도를 설정하려면

MSD 이온 소스와 질량 필터 (사중극자) 온도의 설정값이 현재 튠 (*.u) 파일에 저장됩니다 . 방법이 로드되면 튠 파일 내에 해당 방법과 관련된 설정점이 자동으로 다운로드됩니다 .

절차

1 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에 있는 **MS Temperatures(MS** 온도 **)** 를 선택합니다 .



2 **Setpoint(** 설정점 **)** 및 **Limit(** 제한 **)** 필드에 **MS Source(MS** 소스 **)** 및 **MS Quad (MS 4** 극 **)(** 질량 필터 **)** 온도를 입력합니다 .

표 **12** 권장되는 온도 설정

	EI 작동	**PCI** 작동	**NCI** 작동
MS 소스	230	250	150
MS 4 극	150	150	150

GC/MSD 인터페이스 , 이온 소스 및 사중극자 가열 영역은 상호 작용합니다 . 분석기 가열기는 가열 영역 한 곳에 대한 설정점이 근접 장치의 값과 차이가 많이 날 경우에는 온도를 정확하게 제어하지 못할 수 있습니다 .

주의 사중극자의 경우에는 200°C, 소스의 경우에는 350°C 를 넘으면 안 됩니다 .

3 새로운 온도 파라미터를 현재 로드된 튠 파일에 보내고 이들 파라미터를 MSD 로 다운로드하려면 **Apply(** 적용 **)** 를 클릭합니다 .

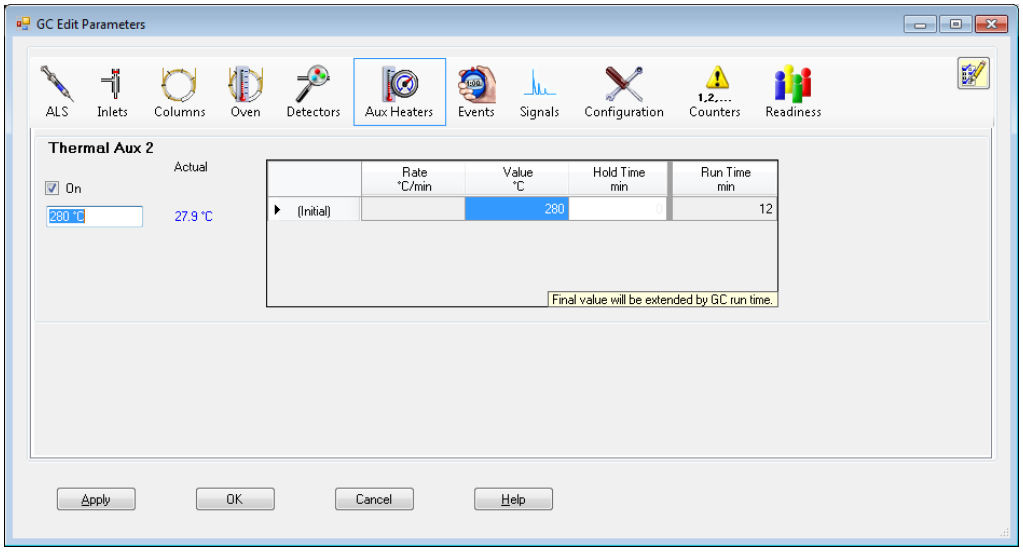
4 대화 상자를 종료하려면 **Close(**닫기**)**를 클릭합니다. 변경된 파라미터가 있으면 **Save MS Tune File(MS** 튠 파일 저장 **)** 대화 상자가 나타납니다 . **OK(** 확인 **)** 를 클릭하여 변경 사항을 동일한 파일에 저장하거나 , 새로운 파일 이름을 입력하고 **OK(** 확인 **)** 를 클릭합니다 . 파라미터의 변경 사항을 취소하려면 **Cancel(** 취소 **)** 을 클릭합니다 .

MassHunter 에서 GC/MSD 인터페이스 온도를 설정하려면

절차

1 **Instrument Control(** 기기 제어 **)** 보기에서 **Instrument(** 기기 **)>GC Edit Parameters (GC** 편집 파라미터 **)** 를 선택합니다 .

2 **Aux Heater(Aux** 가열기 **)** 아이콘을 클릭하여 인터페이스 온도를 편집합니다 .



3 **On(**켜기**)**을 선택하여 가열기를 켜고, **Value °C(**값 **°C)** 열에 설정점을 입력합니다.

일반적인 설정점은 280°C 입니다 . 제한은 0°C 와 350°C 입니다 . 주변 온도 이하의 설정점은 인터페이스 가열기를 끕니다 .

주 의

GC/MS 인터페이스나 GC 오븐을 가열하기 전에 운반 기체가 켜져 있고 컬럼이 공기를 퍼지했는지 확인합니다 .

GC/MS 인터페이스 온도 설정 시 컬럼에 대한 최대값을 넘어서는 안 됩니다 .

4 **Apply(**적용**)**를 클릭하면 설정점이 다운로드되고, **OK(**확인**)**를 클릭하면 설정점이 다운로드되고 창이 닫힙니다 .

5 새로운 설정을 방법의 일부로 만드려면 방법 메뉴에서 **Save(**저장**)**를 선택합니다.

고진공 압력을 모니터링하려면

압력 모니터링은 옵션인 G3397B 마이크로 이온 진공 게이지가 필요합니다 .

경고

수소를 운반 기체로 사용하는 경우 , 수소가 분석실에 누적되었을 가능성이 있다면 마이크로 이온 진공 게이지를 켜지 마십시오 . 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동하기 전에 " 수소 안전 " 을 읽으십시오 .

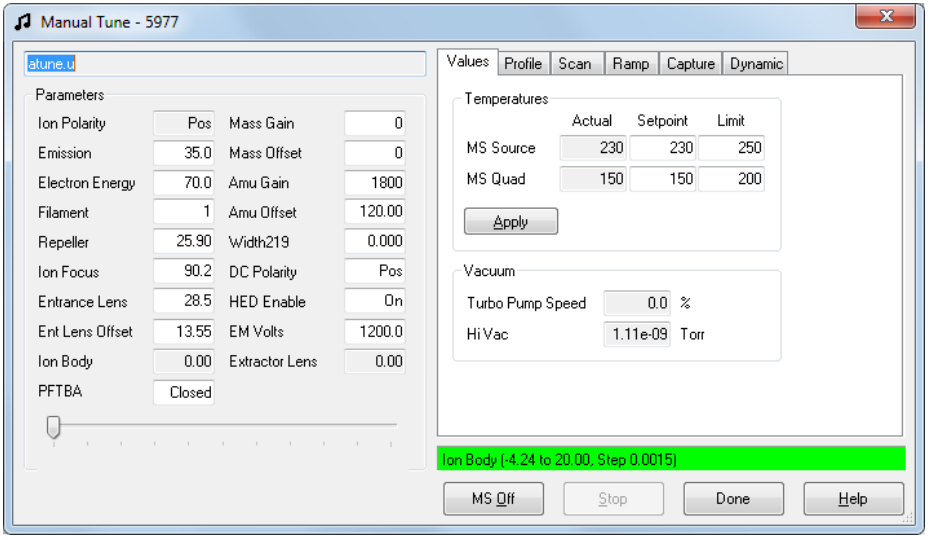
절차

1 MSD를 시작하고 펌프 다운합니다("MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면"(82페이지)).

2 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 **Vacuum(진공)** 메뉴에 있는 **Turn Vacuum Gauge on/off(** 진공 게이지 켜기 / 끄기 **)** 를 선택합니다 .

3 **Parameters(**파라미터**)** 메뉴에서 **Manual Tune(**수동 튠**)**을 선택하여 수동 튠 대화상자를 표시합니다 .

4 **Values(** 값 **)** 탭을 선택하여 HiVac 판독값을 봅니다 .



EI 모드에서 작동 압력에 가장 큰 영향을 주는 요소는 운반 기체 (컬럼) 유량입니다 . 13 은 다양한 헬륨 운반 기체 유량에 대한 일반적인 압력을 나열한 것입니다 . 이들 압력은 대략적이며 기기별로 30% 까지 다를 수 있습니다 .

표 **13** 이온 진공 게이지 읽기

컬럼 유속 , **mL/min**	옵션 게이지 판독 , **Torr** 성능 터보 펌프	게이지 판독 , **Torr** 디퓨전 펌프	포어라인 판독 , **Torr** 디퓨전 펌프
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		

만약 압력이 표에 있는 수치들보다 지속적으로 높다면 , MassHunter 데이터 수집 소프트웨어 내의 온라인 도움말에서 공기 누출 및 기타 진공 문제에 대한 해결 방법을 참조하십시오 .

Instrument Control(기기 제어) 보기에서 MS 모니터를 이 진공 판독값을 표시하도록 설정할 수 있습니다 . 또한 LCP 나 수동 튠 화면에서도 진공을 읽을 수 있습니다 .

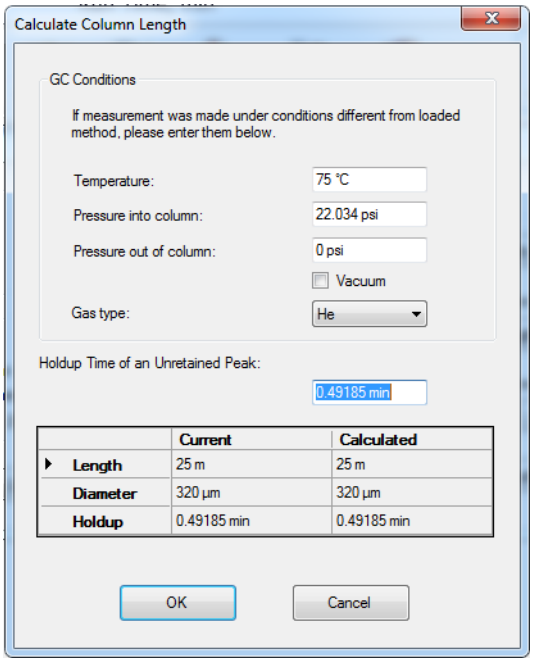
컬럼 유량 선속도를 검량하려면

캐필러리 컬럼은 MS 와 함께 사용하기 전에 검량해야 합니다 .

절차

1 비분할 수동 주입용으로 데이터 수집을 설정하고 실시간 플롯을 ***m/z*** 28 을 모니터링하도록 설정합니다 .
2 GC 키패드에서 **[Prep Run(** 사전 실행 **)]** 을 누릅니다 .
3 GC 주입구에 1µL 의 공기를 주입하고 **[Start Run(** 실행 시작 **)]** 을 누릅니다 .
4 피크가 ***m/z*** 28 에서 추출될 때까지 기다립니다 . 머무름 시간을 참고합니다 .
5 **Instrument Control(** 기기 제어 **)** 보기에 있는 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에서 **GC Parameter(GC** 파라미터 **)** 를 선택합니다 .
6 **Configuration(** 구성 **)** 탭을 선택하고 **Columns(** 컬럼 **)** 탭을 선택합니다 .
7 표에서 설치된 컬럼을 선택합니다 .
8 **Calibrate(**검량**)** 버튼을 클릭하여 **Calibrate Column(**컬럼 검량**)** 대화 상자를 표시합니다 .

9 **If unretained peak holdup time is known(** 유지되지 않은 피크 정체 시간이 알려진 경우 **)** 부분에서 **Calc Length(** 길이 계산 **)** 버튼을 클릭하여 **Calculate Column Length(** 컬럼 길이 계산 **)** 대화 상자를 표시합니다 .



10 나열된 파라미터(온도, 주입구 및 배출구 압력 및 기체 유형)들이 정체 시간을 결정하는 방법에 사용되는지 확인합니다 . 해당 방법에 사용되는 파라미터와 다른 파라미터들은 변경합니다 .

11 **Holdup Time(**정체 시간**)** 필드에 기록된 머무름 시간을 입력합니다. 커서를 다른 파라미터의 필드로 움직이면 검량된 컬럼 길이가 나타납니다 .

12 **OK(** 확인 **)** 를 클릭하면 변경 사항이 저장되고 대화 상자가 종료됩니다 .

13 **Calibrate Columns(**컬럼 검량**)** 대화 상자에서 **OK(**확인**)**를 클릭하면 검량 내용이 저장됩니다 .

MSD 와 함께 사용되는 것과 같은 캐필러리 컬럼의 경우에는 보통 체적 유속보다 선속도가 측정됩니다 .

평균 선속도 계산

$$\text{평균 선속도 } (cm/s) = \frac{100\ L}{t}$$

여기서 :

L = 컬럼의 길이 (미터)

t = 머무름 시간 (초)

체적 유속 계산

체적 유속 ***(mL/min)*** = $\frac{0.785\ D^2\ L}{t}$

여기서 :

D = 컬럼 내경 (밀리미터)

L = 컬럼 길이 (미터)

t = 머무름 시간 (분)

MSD 를 EI 모드에서 튜닝하려면

로컬 제어판을 사용하여 현재 MassHunter 에 로드된 오토튠을 실행할 수도 있습니다 . “LCP 에서 MSD 작동 ”(42 페이지) 을 참조하십시오 .

절차

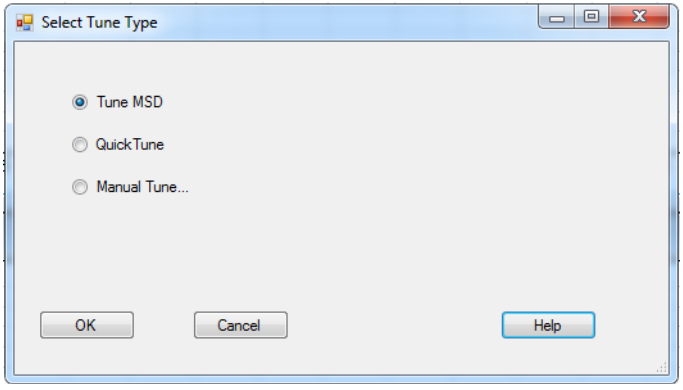
1 데이터 수집에 사용할 방법을 로드합니다 .

2 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 타일 바에 올바른 튠 파일이 표시되는지 확인합니다 . 대부분의 응용 프로그램의 경우 ATUNE.U(오토튠) 가 좋은 결과를 제공합니다 . STUNE.U(표준 튠) 는 감도를 줄일 수 있으므로 권장되지 않습니다 .

3 다른 튠 파일을 선택하려면 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에서 **MS Tune File(MS** 튠 파일 **)** 을 선택하여 **Select Tune File(** 튠 파일 선택 **)** 대화 상자를 표시합니다 . **Settings (** 설정 **)** 영역은 선택한 튠 파일에 대한 중요한 파라미터들을 표시합니다 .

튠 파일은 분석기 내 이온 소스 유형과 일치해야 합니다 . EI 이온 소스를 사용한다면 EI 이온 소스용으로 생성된 튠 파일을 선택하십시오 .

4 **MS Tune(MS** 튠 **)** 아이콘을 클릭하여 **Select Tune Type(** 튠 유형 선택 **)** 대화 상자를 표시합니다 .



5 **Tune MSD(MSD** 튠 **)** 를 선택하여 완전한 오토튠을 수행하거나 , **Quick Tune(** 빠른 튠 **)** 을 선택하여 이온 비율을 변경하지 않고 피크 너비 , 질량 할당 및 존재비를 조절합니다 .

6 **OK(** 확인 **)** 를 클릭하여 이 대화 상자를 닫고 튠을 시작합니다. MSD 온도가 안정적이지 않다면 기다리거나 **Override(** 무시 **)** 를 클릭하여 대기를 무시할 수 있습니다 .

7 튠이 완료되고 보고서를 생성할 때까지 기다리십시오 .

8 튠 결과를 평가하려면 **Checkout(** 확인 **)** 메뉴에서 **Evaluate Tune(** 튠 평가 **)** 을 선택합니다 .

튠 결과 내역을 보려면 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 **Checkout (확인)>View Previous Tunes...(** 이전 튠 보기 **)** 를 선택합니다 .

MSD 를 수동으로 튠하거나 특수 오토튠을 실행하려면 **View(** 보기 **)** 메뉴에서 **Tune and Vacuum Control(** 튠 및 진공 제어 **)** 보기를 선택합니다 . 튜닝에 대한 추가 정보는 MassHunter 데이터 수집 소프트웨어와 함께 제공된 설명서와 온라인 도움말에서 볼 수 있습니다 .

시스템 성능을 확인하려면

필요한 재료

- 1pg/µL(0.001ppm) OFN 시료 (5188-5348)

튠 성능 확인

1 시스템이 최소 60 분 동안 펌프 다운하고 있는지 확인합니다 .

2 GC 오븐 온도를 150°C, 컬럼 유량을 1.0mL/min 로 설정합니다 .

3 Instrument Control(기기 제어) 보기에 있는 확인 메뉴에서 **Checkout Tune (튠 확인)** 을 선택합니다 . 소프트웨어에서 오토튠을 실행하고 보고서를 인쇄합니다 .

4 오토튠이 완료되면 방법을 저장하고 **Checkout(확인)** 메뉴에서 **Evaluate Tune (튠 평가)** 을 선택합니다 .

   소프트웨어는 마지막 오토튠을 평가하고 시스템 확인 - 튠 보고서를 인쇄합니다 .

감도 성능 확인

1 1µL 의 OFN 을 ALS 또는 수동으로 주입하도록 설정합니다 .

2 Instrument Control(기기 제어) 보기에 있는 **Checkout(확인)** 메뉴에서 **Sensitivity Check(감도 확인)** 메뉴를 선택합니다 . 그러면 시스템에서 **Alert(경고)** 대화 상자를 표시하여 , ALS 가 구성되어 있을 때 OFN_SN 방법을 해결하고 바이알 1 에 OFN 시료를 놓는 방법에 대해 알립니다 .

3 필요하다면 이 방법으로 하드웨어를 해결하고 바이알 1 위치에 시료를 놓으십시오 .

4 **OK(확인)** 를 클릭하면 방법이 실행됩니다 .

   방법이 완료되면 평가 보고서가 인쇄됩니다 .

   rms 신호 대 노이즈 비율이 발행된 사양에 맞는지 확인합니다 . 사양은 Agilent 웹 사이트인 www.agilent.com/chem 에서 볼 수 있습니다 .

고질량 테스트 (5977 시리즈 MSD) 를 실행하려면

필요한 재료

- FHT 검량 시료 (5188-5357)

절차

1 튠 파일 ATUNE.U를 로드하고 MSD를 오토튠합니다. “MSD를 EI 모드에서 튜닝하려면 ”(66 페이지) 을 참조하십시오 .

2 x\5977\PFHT.M에서 PFHT.M 방법을 해결합니다. 여기서 X는 사용되는 기기 번호입니다 .

3 방법을 업데이트하고 저장합니다 .

4 FHT 검량 시료를 바이알에 로드하고 위치 2 에 놓습니다 .

5 Instrument Control(기기 제어) 보기에 있는 **Checkout(** 확인 **)** 메뉴에서 **High Mass Check(** 고질량 확인 **)** 메뉴를 선택합니다 .

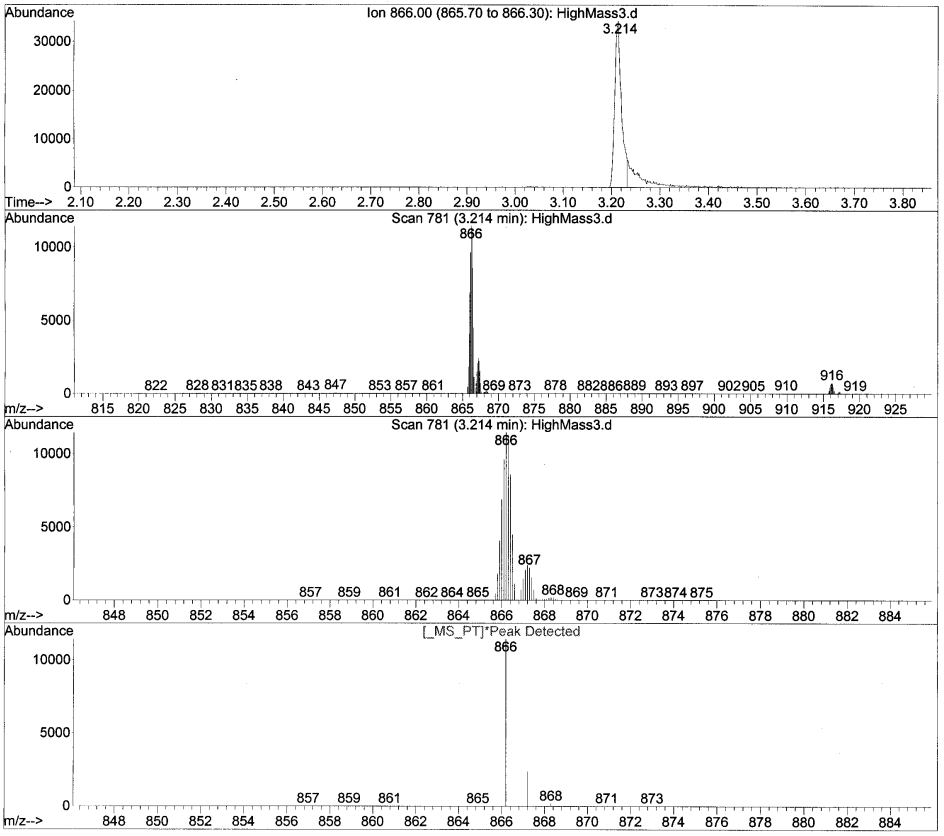
6 화면의 지침을 따릅니다 .

7 실행이 완료되고 결과가 5초 안에 인쇄됩니다. “PFHT 고질량 보고서”(70페이지) 를 참조하십시오 .

결과

*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

그림 **6** PFHT 고질량 보고서

결과에서 고질량용으로 AMU 오프셋을 조절하기 위한 권장량을 표시합니다 . 결과가 목표한 양의 5 단위 이내라면 조절할 필요가 없습니다 .

조절

1 ATUNE.U 가 로드되었는지 확인합니다 .

2 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에 있는 **Edit Tune Parameters(** 튠 파라미터 편집 **)** 을 선택하여 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자를 표시합니다 .

3 **Dynamic(** 동적 **)** 탭을 클릭하고 **Amu Offset(Amu** 오프셋 **)** 하위 탭을 클릭합니다 .

4 **Enable This Lens(** 이 렌즈 활성화 **)** 확인란을 선택합니다 .

5 권장되는 동적 오프셋 **Voltage (V)(** 전압 **(V))** 을 입력하고 **OK(** 확인 **)** 를 클릭합니다.

6 **Save(** 저장 **)** 를 클릭하고 이 동적 **Amu Offset(Amu** 오프셋 **)** 을 고질량용으로 저장합니다 .

   기존 ATUNE.U 를 무시하고 고질량 조절을 포함하거나 , 이 파일을 예를 들어 ATUNEHIGH.U 와 같은 새로운 이름으로 저장합니다 .

   ATUNE.U 가 실행될 때마다 입력된 이 동적 **Amu Offset(Amu** 오프셋 **)** 이 덮어쓰기됩니다 . 이것이 튠의 이름을 변경해야 하는 이유입니다 .

7 **Done(** 완료 **)** 을 클릭하여 Manual Tune(수동 튠) 대화 상자를 닫습니다 .

8 PFHT.M 을 로드하고 저장된 튠 파일을 로드한 다음 , 방법을 저장합니다 .

9 테스트 혼합물을 다시 실행합니다(고질량 확인 반복). 수정 내역이 5 단위 이내라면 더 이상 조절할 필요가 없습니다 .

MSD 덮개를 열려면

MSD 덮개를 열어야 한다면 다음 절차를 따르십시오 .

분석기 창 덮개를 제거하려면

창 위의 둥근 영역을 아래로 누르고 창을 살짝 앞으로 기울여서 MSD 위로 들어 올립니다 .

주 의 과도한 힘을 가하지 마십시오 . 그렇지 않으면 덮개를 메인프레임에 고정하는 플라스틱 탭이 부러질 수 있습니다 .

분석기 덮개를 열려면

MSD 의 옆쪽에 있는 손잡이를 왼쪽 아래로 잡아 당겨 자성이 있는 걸쇠를 풀고 덮개를 엽니다 . 이 덮개는 경첩에 의해 제자리에 고정되어 있습니다 .

경 고 다른 덮개는 제거하지 마십시오 . 다른 덮개는 위험한 전압이 흐르고 있습니다 .

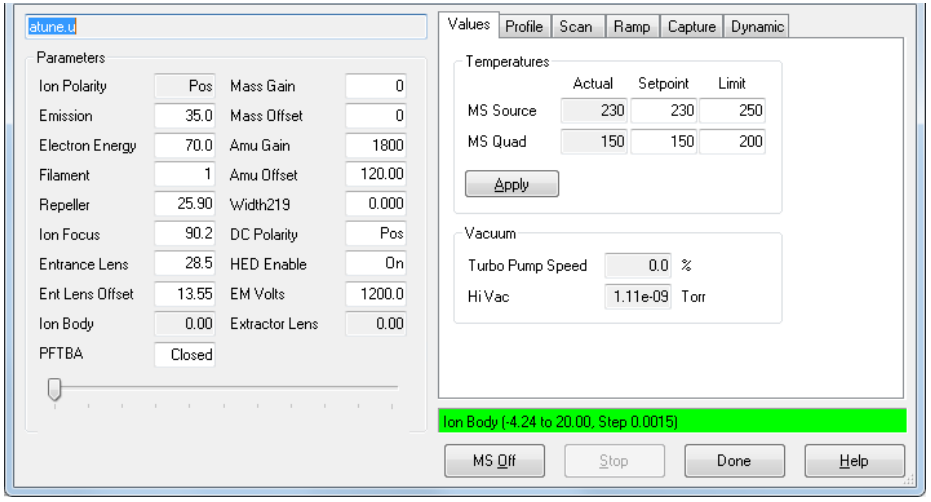
MSD 를 배출하려면

절차

1 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 기기 메뉴에 있는 **GC Parameters(GC** 파라미터 **)** 를 선택하여 **GC Edit Parameters(GC** 편집 파라미터 **)** 대화 상자를 표시합니다 . **Oven(** 오븐 **)** 을 선택하고 오븐 온도를 실온으로 설정합니다 . 또한 **Aux Heaters (MSD Transfer line) and Inlets(Aux** 가열기 **(MSD** 전송 라인 **)** 및 주입구 **)** 를 선택하고 이들 온도를 실온으로 설정합니다 . **OK(** 확인 **)** 를 클릭하여 대화 상자를 닫고 이 온도를 GC 로 보냅니다 .

2 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에 있는 **Edit Tune Parameters(** 튠 파라미터 편집 **)** 을 선택하여 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자를 표시합니다 .

3 **Values(** 값 **)** 탭을 선택하고 MS Source(MS 소스) 및 MS Quad(MS 4 극) 온도를 주변 (실온) 온도로 설정한 다음 , **Apply(** 적용 **)** 를 클릭하여 이들 설정을 MSD 로 다운로드합니다 .

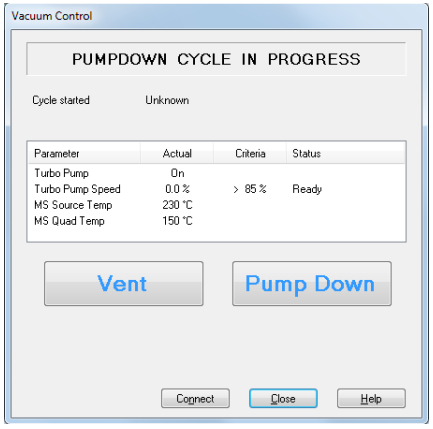


경 고

수소를 운반 기체로 사용한다면 **MSD** 전원을 끄기 전에 운반 기체 흐름을 꺼야 합니다 . 포어라인 펌프가 꺼져 있으면 수소가 **MSD** 에 누적되고 폭발이 일어날 수 있습니다 . 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동하기 전에 **"** 수소 안전 **"** 을 읽으십시오 .

주의 운반 기체 흐름을 끄기 전에 반드시 GC 오븐 및 GC/MSD 인터페이스의 열이 식었는지 확인하여 컬럼의 손상을 방지하십시오 .

4 Instrument Control(기기 제어) 보기 , **Instrument menu(** 기기 메뉴 **)** 에서 MS Vacuum Control(MS 진공 제어) 탭을 선택하여 **Vacuum Control(** 진공 제어 **)** 대화상자를 표시합니다 .



5 분석기 창 덮개 제거 (“MSD 덮개를 열려면 ”(72 페이지) 참조)

6 **Vent(**배출**)**를 클릭하여 MSD의 자동화된 종료 절차를 시작합니다. 표시되는 지침을 따릅니다 .

7 메시지가 나타나면 배출 밸브 손잡이를 반시계 방향으로 3/4만 돌리거나, 공기가 분석실에 들어가는 쉿하는 소리가 들릴 때까지 돌리십시오 .

손잡이를 너무 많이 돌리지 마십시오 . 그렇지 않으면 오링 (O-ring) 이 홈에서 빠질 수 있습니다 . 펌프 다운하기 전에 배출 밸브가 닫혔는지 확인합니다 .

분석실을 열려면

필요한 재료

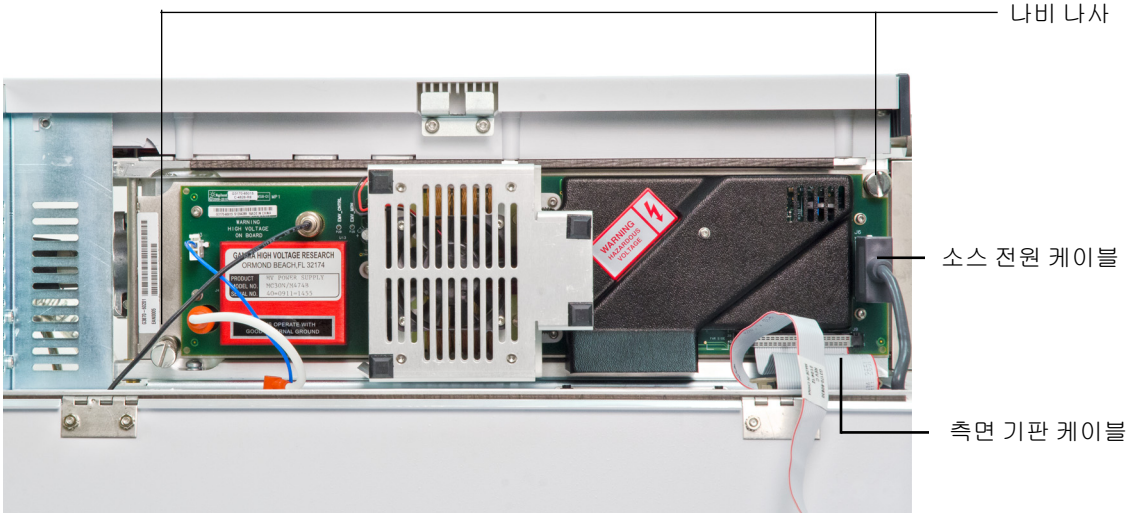
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 정전기 방지 손목 밴드
  - 소형 (9300-0969)
  - 중형 (9300-1257)
  - 대형 (9300-0970)

주의 민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 분석실을 열기 전에 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 기타 정전기 예방 조치 (페이지 123) 를 취하십시오 .

절차

1 MSD 를 배출합니다 (“MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지) 을 참조하십시오).

2 측면 기판에서 전원 케이블과 측면 조절 케이블을 분리합니다 .



3 측판 나비 나사가 조여져 있다면 푸십시오 .

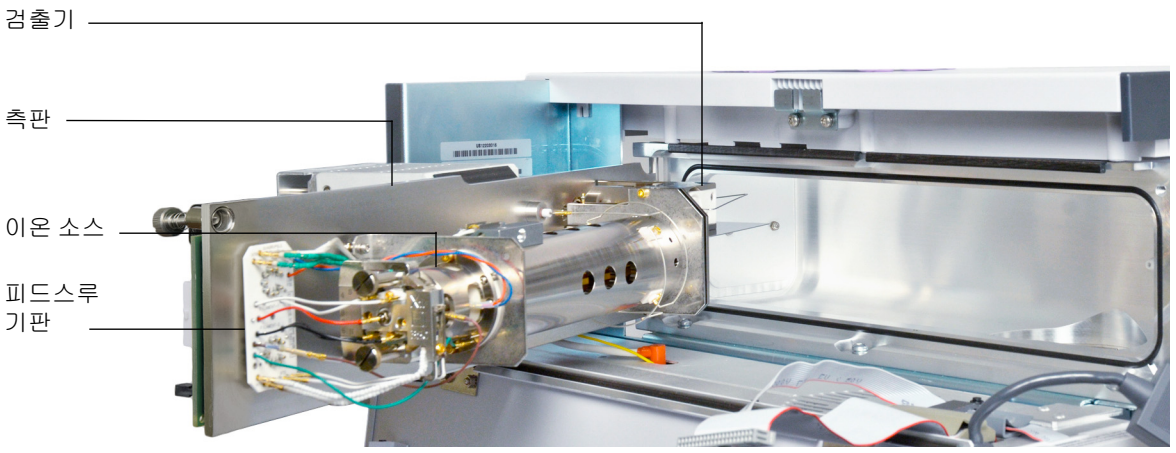
정상적인 사용 중에는 뒤쪽 측판의 나비 나사가 조여져 있으면 안 됩니다 . 배송 중에만 조여져 있어야 합니다 . 앞쪽 측판의 나비 나사는 CI 작동 중일 때나 수소 또는 기타 인화성이나 유독성 물질을 운반 기체로 사용하는 경우에만 조여져 있어야 합니다 .

주의 다음 단계에서 저항이 느껴진다면 중단하십시오 . 측판을 무리해서 열려고 하지 마십시오 . MSD 가 배출되었는지 확인하십시오 . 앞쪽 및 뒤쪽의 측판 나사가 모두 완전히 풀렸는지 확인하십시오 .

경고 분석실의 분석기 , **GC/MSD** 인터페이스 및 기타 구성품은 고온에서 작동합니다 . 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오 .

주의 분석실 안에서 작업할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하여 오염을 예방해야 합니다 .

4 측판을 살짝 돌려 빼냅니다 .



분석실을 닫으려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)

절차

1 내부의 모든 분석기 전선이 올바르게 부착되어 있는지 확인합니다 . 배선은 표준 EI 와 CI 소스 모두에 동일합니다 . 추출기 EI 소스에는 추출기 렌즈로 연결되는 추가 전선이 있습니다 .

배선은 표 14 에 설명되어 있고 그림 7(79 페이지) 및 그림 8(80 페이지) 에 그림으로 표시되어 있습니다 . 표에 있는 " 기판 " 이라는 용어는 이온 소스 옆에 있는 피드스루 기판을 의미합니다 .

표 **14** 분석기 배선

전선 설명	부착 대상	연결 대상
초록색 비드 (2)	쿼드 가열기	기판 , 상단 왼쪽 (HTR)
브레이드 덮개 , 흰색 (2)	쿼드 센서	기판 , 상단 (RTD)
흰색 (2)	기판 , 중앙 (FILAMENT-1)	필라멘트 1(상단)
빨간색 (1)	기판 , 중앙 왼쪽 (REP)	반사 전극
검은색 (2)	기판 , 중앙 (FILAMENT-2)	필라멘트 2(하단)
주황색 (1)	기판 , 상단 오른쪽 (ION FOC)	이온 초점 렌즈
파란색 (1)	기판 , 상단 오른쪽 (ENT LENS)	입구 렌즈
흰색 비드 (2)	이온 소스 가열기	기판 , 하단 왼쪽 (HTR)
흰색 (2)	이온 소스 센서	기판 , 하단 (RTD)
갈색 (1)	추출기 렌즈 (Xtr EI 소스만)	기판 , 중간 왼쪽

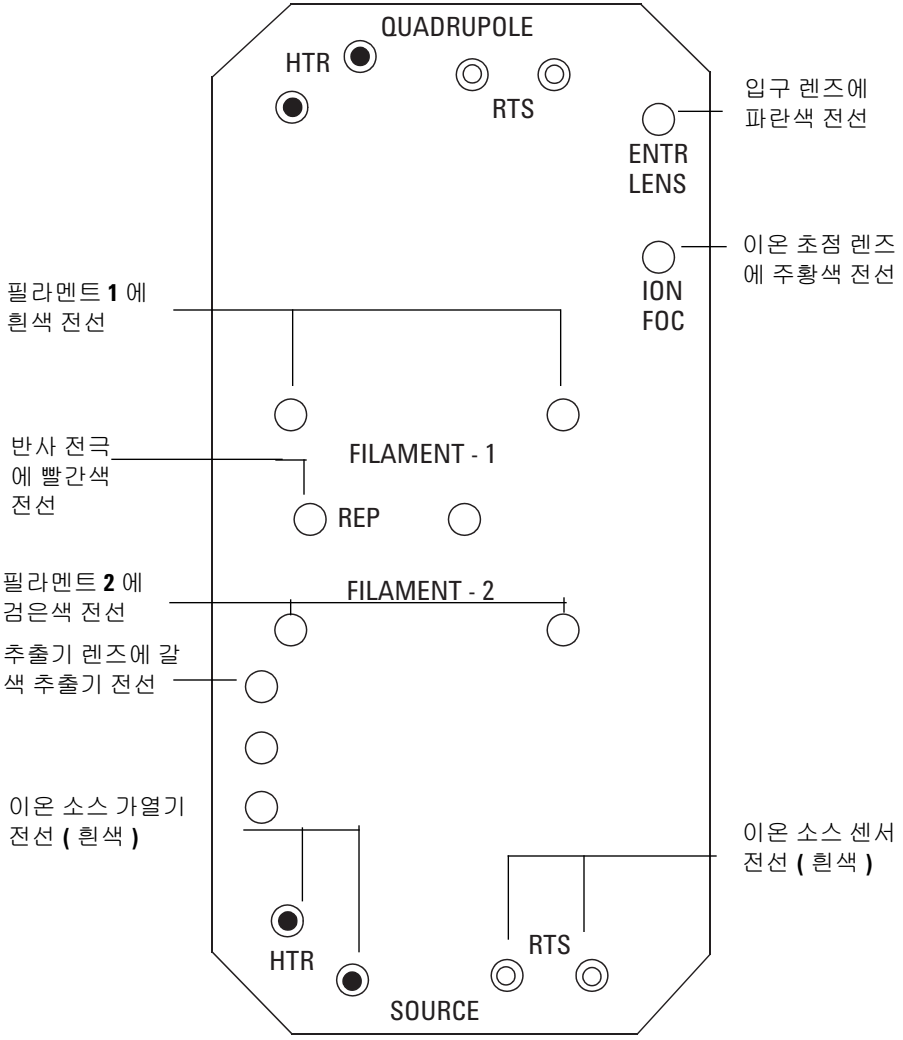


그림 7 피드스루 기판 배선

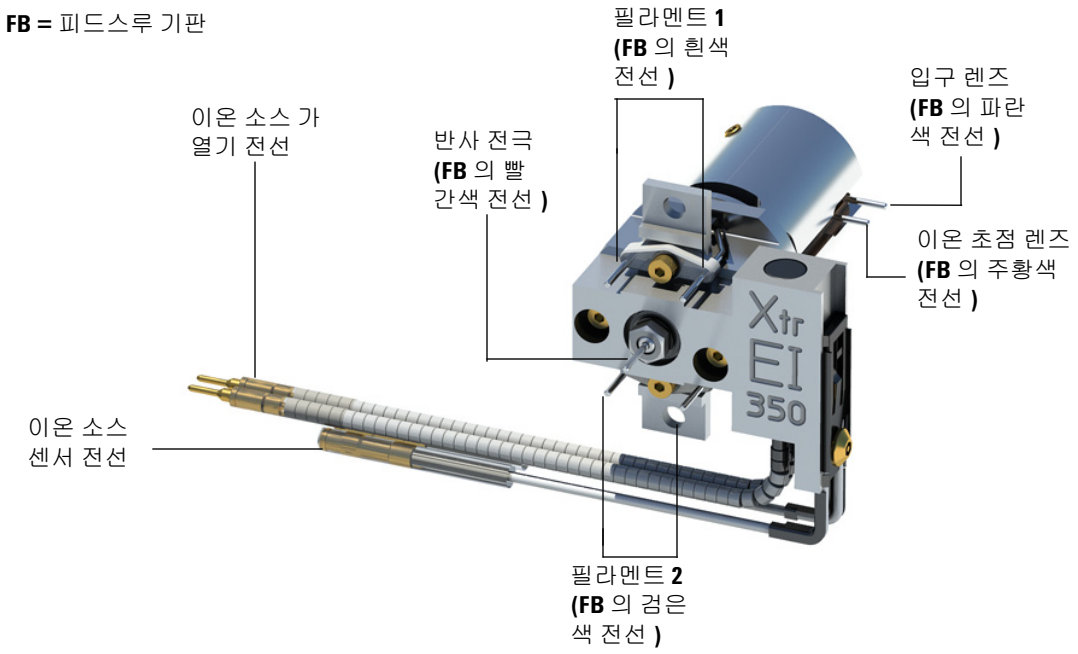


그림 **8** 이온 소스 배선

측판 오링 (O-ring) 을 점검합니다 . 오링이 Apiezon L 고진공 윤활유로 매우 연하게 코팅되어 있어야 합니다 . 오링이 너무 건조하면 밀봉 성능이 떨어질 수도 있습니다 . 오링이 너무 반짝거리면 윤활유를 너무 많이 바른 것입니다 . 윤활유 칠에 대한 지침은 5977 시리즈 MSD 문제 해결 및 유지보수 설명서를 참조하십시오 .

2 측판을 닫습니다 .

3 측면 기판 제어 케이블을 다시 연결합니다 .

4 배출 밸브가 닫혀있는지 확인합니다 .

5 MSD를 펌프 다운합니다. “MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면”(82페이지) 을 참조하십시오 .

6 CI 모드로 작동 중이거나 운반 기체로 수소 또는 기타 인화성이나 유독성 물질을 사용 중이라면 , 앞면 측판의 나비 나사를 손으로 살짝 조이십시오 .

경고 **CI** 작동 중일 때나 수소 **(** 또는 기타 위험한 기체 **)** 를 운반 기체로 사용 중이라면 앞면의 나비 나사가 반드시 조여져 있어야 합니다 **.** 그래야 혹시 폭발이 일어나더라도 측판이 열리지 않습니다 **.**

주의 나비 나사를 과도하게 조이면 공기가 누출되거나 펌프 다운에 방해가 됩니다 . 나사 드라이버를 사용하여 나비 나사를 조이지 마십시오 .

7 Instrument Control(기기 제어) 보기 , Instrument menu(기기 메뉴) 에서 MS Vacuum Control(MS 진공 제어) 탭을 선택하여 Vacuum Control(진공 제어) 대화 상자를 표시합니다 . Vacuum Control(진공 제어) 대화 상자에서 Pump Down(펌프 다운) 을 클릭하고 시스템 안내 메시지를 따릅니다 .

MSD 를 EI 모드에서 펌프 다운하려면

또한 로컬 제어판을 사용하여 이 작업을 수행할 수도 있습니다 . “LCP 에서 MSD 작동 ”(42 페이지) 을 참조하십시오 .

경고

MSD 를 시작하고 펌프 다운하기 전에 , 반드시 **MSD** 가 이 장의 **(** 페이지 **50)** 소개 부분에 나열된 모든 조건을 충족하는지 확인하십시오 . 모든 조건이 충족되지 않으면 부상을 입을 수도 있습니다 .

경고

수소를 운반 기체로 사용한다면 **MSD** 가 펌프 다운될 때까지 운반 기체 흐름을 시작하지 마십시오 . 진공 펌프가 꺼져 있으면 수소가 **MSD** 에 누적되고 폭발이 일어날 수 있습니다 . 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동하기 전에 “ 수소 안전 ” 을 읽으십시오 .

절차

1 분석기 창 덮개 제거 (“MSD 덮개를 열려면 ”(72 페이지) 참조)

2 손잡이를 시계 방향으로 돌려 배출 밸브를 닫습니다 .

3 MSD 전원 코드를 꽂습니다 .

4 MSD 의 앞면에 있는 Power on(전원 켜기) 버튼을 누릅니다 .

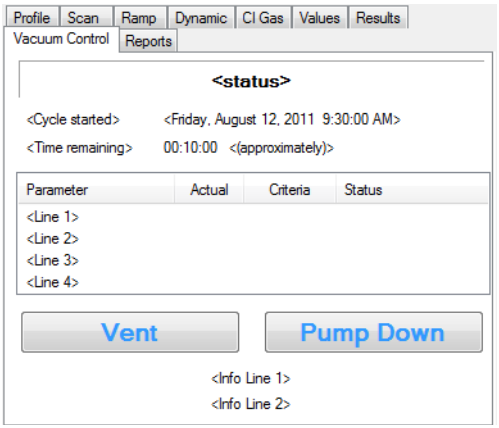
5 측면 기판을 살짝 눌러서 밀봉을 확실하게 고정합니다. 측면 기판 위에 있는 금속 상자를 누릅니다.

그러면 포어라인 펌프에서 콸콸 소리가 납니다. 이 소리는 1 분 내에 멈춰야 합니다. 이 소리가 멈추지 않는다면 시스템의 측면 기판의 밀봉, 인터페이스 컬럼 너트 또는 배출 밸브에서 다량의 공기가 새고 있는 것입니다.

6 MassHunter 데이터 분석 프로그램을 시작합니다.

7 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 **Instrument(** 기기 **)** 메뉴에 있는 **Edit Tune Parameters(** 튠 파라미터 편집 **)** 을 선택하여 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자를 표시합니다.

8 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자에서 **Vacuum Control(** 진공 제어 **)** 탭을 선택합니다.



9 **Vaccum(** 진공 **)** 탭에서 **Pump Down(** 펌프 다운 **)** 을 선택하고 표시되는 메시지를 따릅니다.

주 의

운반 기체 흐름이 켜질 때까지 GC 가열 영역을 켜지 마십시오. 운반 기체 흐름이 없을 때 컬럼을 가열하면 컬럼이 손상됩니다.

10 메시지가 나타나면 GC/MSD 인터페이스 가열기 및 GC 오븐을 켭니다. 지침대로 완료했으면 **OK(** 확인 **)** 를 누릅니다.

그러면 소프트웨어에서 이온 소스 및 질량 필터 (사중극자) 가열기를 켭니다. 온도 설정값이 현재 오토튠 (*.u) 파일에 저장되어 있습니다.

11 **Okay to run(** 실행하려면 확인 **)** 메시지가 나타나면 MSD 가 열 평형에 도달할 때까지 2 시간을 기다리십시오 . MSD 가 열 평형에 도달하기 전에 수집된 데이터는 재생산이 불가능할 수 있습니다 .

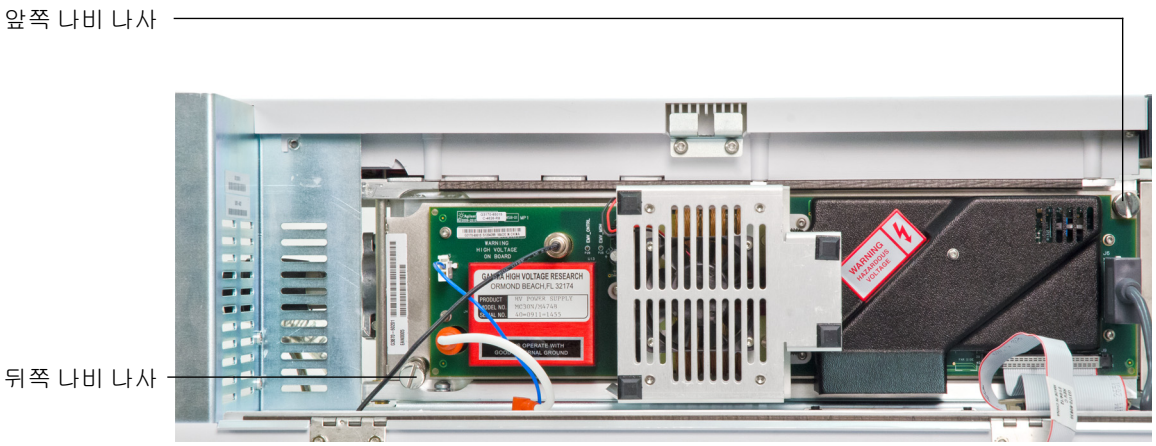
MSD 를 이동하거나 보관하려면

필요한 재료

- 빈 페룰 (5181-3308)
- 인터페이스 컬럼 너트 (05988-20066)
- 양입 렌치 , 6.35mm × 7.94mm(8710-0510)

절차

1 MSD 를 배출합니다 (“MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지)).
2 컬럼을 제거하고 빈 페룰과 인터페이스 너트를 설치합니다 .
3 배출 밸브를 조입니다 .
4 MSD 를 GC 에서 먼 곳으로 움직입니다 (5977 시리즈 MSD 문제 해결 및 유지보수 설명서 참조).
5 GC 에서 GC/MSD 인터페이스 가열기 케이블의 플러그를 뽑습니다 .
6 분석기 덮개를 엽니다 (“MSD 덮개를 열려면 ”(72 페이지)).
7 측판의 나비 나사를 손으로 조입니다 .



주의

측판 나비 나사를 과도하게 조이지 마십시오 . 과도하게 조이면 분석실의 나사산이 벗겨질 수 있습니다 . 또한 측판이 휘어지거나 누출이 발생할 수 있습니다 .

8 MSD 전원 코드를 꽂습니다 .

9 MSD 의 스위치를 켜서 러프 진공을 형성합니다 . 터보 펌프 속도가 50% 이상이거나 포어라인 압력이 ~1Torr 인지 확인합니다 .

10 MSD 의 스위치를 끕니다 .

11 분석기의 덮개를 닫습니다 .

12 LAN, 원격 케이블 및 전원 케이블을 분리합니다 .

이제 MSD 를 보관 및 이동할 수 있습니다 . 포어라인 펌프는 분리할 수 없으며 MSD 와 함께 이동해야 합니다 . MSD 는 반드시 수직으로 똑바로 세워야 하며 옆으로 기울여지거나 아래 위를 뒤집어서는 안 됩니다 .

주 의

MSD 는 반드시 항상 똑바로 서 있는 상태여야 합니다 . MSD 를 다른 지역으로 배송해야 한다면 , 현지 Agilent Technologies 서비스 전문가에게 연락하여 포장 및 배송에 관한 정보를 얻으십시오 .

4
CI(Chemical Ionization) 모드에서 작동

일반 지침 88
CI GC/MSD 인터페이스 89
CI 오토튠 91
CI MSD 를 작동하려면 93
표준 또는 불활성 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면 94
추출기 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면 95
MSD 를 CI 모드에서 펌프 다운하려면 96
CI 작동을 위해 소프트웨어를 설정하려면 97
시약 기체 유량 제어 모듈을 작동하려면 99
메탄 시약 기체 유량을 설정하려면 102
기타 시약 기체를 사용하려면 105
CI 소스에서 표준 또는 불활성 EI 소스로 전환하려면 108
CI 소스에서 추출기 EI 소스로 전환하려면 109
PCI 오토튠 (메탄 전용) 을 실행하려면 110
NCI 오토튠 (메탄 시약 기체) 을 실행하려면 112
PCI 성능을 확인하려면 114
NCI 성능을 확인하려면 115
CI 모드 고진공 압력을 모니터링하려면 116

이 장에서는 5977 시리즈 CI MSD 를 CI(Chemical Ionization) 모드에서 작동하기 위한 정보 및 지침을 제공합니다 . 이전 장에 있는 대부분의 정보도 이와 관련이 있습니다 .

대부분의 자료는 메탄 화학 이온화와 관련이 있지만 , 한 부분에서는 다른 시약 기체의 사용에 관해 설명합니다 .

소프트웨어에는 시약 기체 유량을 설정하고 CI 오토튠을 실행하기 위한 지침이 들어 있습니다 . 오토튠은 메탄 시약 기체가 사용되는 PCI(Positive CI) 와 그 외 시약 기체가 사용되는 NCI(Negative CI) 용으로 제공됩니다 .

일반 지침

- 항상 최고 순도의 메탄 (해당되는 경우에는 다른 시약 기체도 가능) 을 사용하십시오 . 메탄은 최소 순도가 99.9995% 이어야 합니다 .
- CI 로 전환하기 전에 항상 MSD 가 EI 모드에서 제대로 작동하고 있는지 확인하십시오 . “ 시스템 성능을 확인하려면 ”(68 페이지) 을 참조하십시오 .
- CI 이온 소스와 GC/MSD 인터페이스 끝 밀봉이 설치되어 있는지 확인하십시오 .
- 시약 기체 배관에 공기가 새지 않는지 확인하십시오 . 이것은 PCI 모드에서 메탄을 프리튜한 후에 ***m/z*** 32 를 확인하여 판단할 수 있습니다 .
- 시약 기체 주입 라인에 기체 정화기가 장착되어 있는지 확인하십시오 (암모니아용으로는 부적절).

CI GC/MSD 인터페이스

CI GC/MSD 인터페이스 (그림 9) 는 MSD 에서 캐필러리 컬럼에 연결되는 가열된 도관입니다 . 이것은 분석실의 오른쪽에 보호 덮개와 오링 (O-ring) 씰과 함께 볼트로 접합되어 있습니다 . 보호 덮개는 항상 제자리에 있어야 합니다 .

인터페이스의 한 쪽 끝이 GC 의 측면을 통과하여 오븐까지 이어집니다 . 이 끝에는 나사산이 있어서 너트와 페룰로 컬럼과 연결할 수 있습니다 . 이 인터페이스의 다른 쪽 끝은 이온 소스와 들어맞습니다 . 캐필러리 컬럼의 마지막 1~2mm 는 안내관의 끝을 지나 이온화실까지 이어집니다 .

시약 기체가 인터페이스 내부로 연결됩니다 . 인터페이스 어셈블리의 끝은 이온화실 내부로 이어집니다 . 용수철 방식의 밀봉이 CI 소스의 끝에서 시약 기체가 새지 않도록 방지합니다 . 시약 기체가 인터페이스의 본체로 들어가서 이온 소스 내의 시료가 운반 기체와 혼합됩니다 .

GC/MSD 인터페이스는 전기 카트리지 가열기에 의해 가열됩니다 . 일반적으로 이 가열기는 GC 의 Thermal Aux #2 가열 영역에서 구동 및 제어됩니다 . 인터페이스 온도는 MassHunter 데이터 수집 또는 기체 크로마토그래프에서 설정할 수 있습니다 . 인터페이스 안의 센서 (열전대) 가 온도를 모니터링합니다 .

이 인터페이스는 CI MSD 의 EI 작동에도 사용됩니다 . CI 작동에 필요한 CI 끝 밀봉은 EI 추출기 소스가 사용 중일 때 제자리에 머무를 수 있습니다 . 이것은 표준 또는 불활성 EI 소스용으로 쉽게 교체할 수 있습니다 .

이 인터페이스는 250°~350°C 범위 내에서 작동해야 합니다 . 제한 규정에 따라 인터페이스 온도는 최대 GC 오븐 온도보다 약간 높아야 하지만 절대로 최대 컬럼 온도보다 높아서는 안 됩니다 .

주의 GC/MSD 인터페이스 , GC 오븐 또는 주입구 내부가 최고 컬럼 온도를 초과해서는 안 됩니다 .

경고 **GC/MSD** 인터페이스는 고온에서 작동합니다 . 뜨거울 때 만지면 화상을 입게 됩니다 .

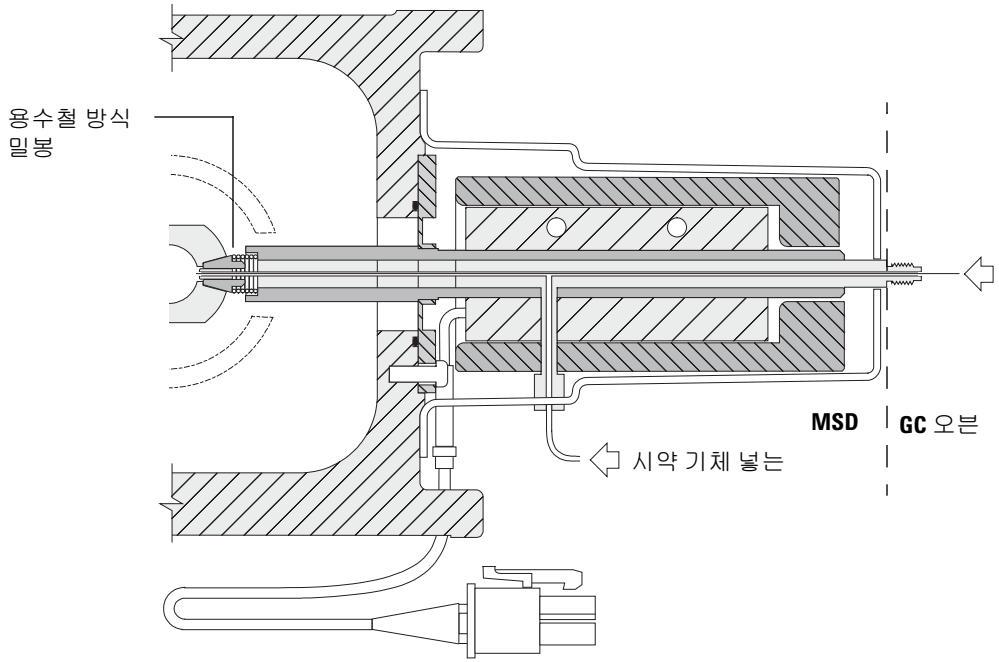


그림 **9** CI GC/MSD 인터페이스

다음을 참조

"GC/MS 인터페이스에 캐필러리 컬럼을 설치하려면 "(38 페이지) .

CI 오토튠

시약 기체의 유량을 조절한 후에 MSD 의 렌즈와 전자 장치를 튜닝해야 합니다 . “ 시약 기체 설정 ”(92 페이지) 을 참조하십시오 .
PFDTD(Perfluoro-5,8-dimethyl-3,6,9-trioxidodecane) 가 검량에 사용됩니다 . 전체 진공실을 넘치게 하는 대신 , 기체 유량 제어 모듈을 사용하여 PFDTD 를 GC/MSD 인터페이스를 통해 이온화실에 직접 주입하십시오 .

주의

소스가 EI 에서 CI 로 변경되거나 어떤 이유로든 소스가 배출된 후에는 , 먼저 MSD 를 퍼지하고 최소 2 시간 동안 베이크아웃한 다음에 튜닝해야 합니다 . 최적의 감도가 필요한 시료를 사용하기 전에는 오랫동안 베이크아웃하는 것이 좋습니다 .

양의 모드에서는 다른 기체에 의해 생성되는 PFDTD 이온이 없으므로 메탄용 PCI 오토튠만 있습니다 . PFDTD 이온은 NCI 에서 시료 기체에 대해 보입니다 . 분석에 어떤 모드나 어떤 시약 기체를 사용하든 상관 없이 언제나 먼저 메탄 PCI 용으로 튜닝하십시오 .

튠 성능 기준은 없습니다 . CI 오토튠이 완료되면 통과된 것입니다 .

하지만 2600V 이상의 EMVolts(electron multiplier voltage) 는 문제가 있음을 의미합니다 . 해당 방법이 +400 에서 EMVolts 설정을 필요로 한다면 데이터 수집에 있어서 적절한 감도가 아닐 수 있습니다 .

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 . “ 시스템 성능을 확인하려면 ”(68 페이지) 을 참조하십시오 . NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

표 **15** 시약 기체 설정

시약 기체	메탄		이소부탄		암모니아		**EI**
이온 극성	양극	음극	양극	음극	양극	음극	N/A
방출	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
전자 에너지	150eV	150eV	150eV	150eV	150eV	150eV	70eV
필라멘트	1	1	1	1	1	1	1 또는 2
반사 전극	3V	3V	3V	3V	3V	3V	30V
이온 초점	130V	130V	130V	130V	130V	130V	90V
입구 렌즈 오프셋	20V	20V	20V	20V	20V	20V	25V
EM 볼트	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
차단 밸브	열림	열림	열림	열림	열림	열림	닫힘
기체 선택	A	A	B	B	B	B	없음
권장 유량	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
소스 온도	250°C	150°C	250°C	150°C	250°C	150°C	230°C
쿼드 온도	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
인터페이스 온도	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C
오토튠	예	예	아니요	예	아니요	예	예

N/A 해당 없음

CI MSD 를 작동하려면

MSD 를 CI 모드로 작동하는 것은 EI 모드로 작동하는 것보다 약간 더 복잡합니다. 튜닝 후에 튜닝 , 기체 유량 , 소스 온도 (표 16) 및 전자 에너지를 각 분석 물질에 맞게 최적화해야 할 수 있습니다 .

표 **16** CI 작동 온도

	이온 소스	사중극자	**GC/MSD** 인터페이스
PCI	250°C	150°C	280°C
NCI	150°C	150°C	280°C

PCI 모드에서 시스템 시작

시스템을 먼저 PCI 모드로 시작함으로써 다음이 가능해집니다 .

- 다른 시약 기체를 사용할 예정이라고 해도 MSD 를 먼저 메탄으로 설정합니다 .
- ***m/z*** 28 에서 27 비율을 살펴보면서 (메탄 유량 조절 패널에서) 인터페이스 끝 밀봉을 점검합니다 .
- 이온을 ***m/z*** 19(양자를 가한 물) 및 32 에서 모니터링하면서 중대한 공기 누출이 있는지 확인합니다 .
- MS 에서 단지 배경 소음이 아닌 " 실제 " 이온을 발생시키는지 확인합니다 .

NCI 에서는 시스템에서 진단을 수행하기가 거의 불가능합니다 . NCI 에서는 모니터링할 시약 기체 이온이 없습니다 . 공기 누출을 진단하기 힘들며 인터페이스와 이온 볼륨 사이에서 양호한 밀봉이 생성되는지 확인하기 힘듭니다 .

적용 항목에 따라 시스템 시동 중에 다음 시약 기체 유속을 사용하십시오 .

- PCI 모드는 시약 기체 유량을 20(1mL/min) 으로 설정
- NCI 모드는 시약 기체 유량을 40(2mL/min) 으로 설정

표준 또는 불활성 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 .

NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

절차

1 MSD 를 배출합니다 . “MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지) 을 참조하십시오 .

2 분석기를 엽니다 . “ 분석실을 열려면 ”(76 페이지) 을 참조하십시오 .

3 EI 이온 소스를 제거합니다. “EI 이온 소스를 제거하려면”(128페이지) 을 참조하십시오 .

주의

민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용합니다 . “ 정전 방전 ” 을 참조하십시오 . 분석실을 열기 전에 정전기 예방 조치를 실시하십시오 .

4 CI 이온 소스를 설치합니다 . “CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 ”(155 페이지) 을 참조하십시오 .

5 CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉 (p/n G1999-60412) 을 설치합니다 . “CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 ”(155 페이지) 을 참조하십시오 .

6 분석기를 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

7 MSD를 펌프 다운합니다. “MSD를 CI 모드에서 펌프 다운하려면”(96페이지) 을 참조하십시오 .

추출기 EI 소스에서 CI 소스로 전환하려면

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 .

NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

주의

민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용합니다 . " 정전 방전 "(123 페이지) 을 참조하십시오 . 분석실을 열기 전에 정전기 예방 조치를 실시하십시오 .

절차

1 MSD 를 배출합니다 . "MSD 를 배출하려면 "(73 페이지) 을 참조하십시오 .

2 분석기를 엽니다 . " 분석실을 열려면 "(76 페이지) 을 참조하십시오 .

3 추출기 EI 이온 소스를 제거합니다. "EI 이온 소스를 제거하려면"(128페이지) 을 참조하십시오 .

4 피드스루 기판에서 갈색 추출기 전선을 제거하고 EI 추출기 소스에 보관합니다 . 그림 7(79 페이지) 를 참조하십시오 .

5 CI 이온 소스를 설치합니다 . "CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 "(155 페이지) 을 참조하십시오 .

6 분석기를 닫습니다 . " 분석실을 닫으려면 "(78 페이지) 을 참조하십시오 .

7 MSD를 펌프 다운합니다. "MSD를 CI 모드에서 펌프 다운하려면"(96페이지) 을 참조하십시오 .

MSD 를 CI 모드에서 펌프 다운하려면

이 절차는 시스템이 안정되면 기기가 메탄을 사용하여 결국 PCI 튜닝되는 것으로 가정합니다 .

절차

1 EI MSD 용 지침을 따르십시오 . "MSD 를 EI 모드에서 펌프 다운하려면 "(82 페이지) 을 참조하십시오 .

   소프트웨어에서 인터페이스 가열기와 GC 오븐을 켜라는 메시지가 나오면 다음 단계를 수행합니다 .

2 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자에서 **Values(** 값 **)** 탭을 클릭하여 압력이 줄어드는지 모니터링합니다 (고진공 게이지 옵션 설치됨).

3 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자에서 **CI Gas(CI** 기체 **)** 탭을 클릭한 다음 , **Valve Settings(** 밸브 설정 **)** 영역에서 **Gas Valve A(** 기체 밸브 **A)** 와 **Gas Valve B(** 기체 밸브 **B)**, 그리고 **ShutOff Valve(** 차단 밸브 **)** 를 닫습니다 .

4 **PCICH4.U**가 로드되어 있는지 확인하고(**Manual Tune(**수동 튠**)** 대화 상자 안의 상단 왼쪽) **Values(** 값 **)** 탭을 클릭하여 온도의 설정점을 적용합니다 .

   NCI 로 전환하기 전에 항상 PCI 에서 시작한 후 시스템 성능을 확인합니다 .

5 GC/MSD 인터페이스를 280°C 로 설정합니다 .

6 **Gas A(methane)(** 기체 **A(** 메탄 **))** 를 20% 로 설정합니다 .

7 시스템이 최소 2시간 동안 베이크아웃 및 퍼지되게 합니다. NCI를 실행할 예정이라면 최고의 감도를 위해 MSD 를 밤새 베이크아웃하십시오 .

CI 작동을 위해 소프트웨어를 설정하려면

주의 CI 작동으로 전환하기 전에 항상 GC/MS 성능을 확인하십시오 .

절차

1 **Tune and Vacuum Control(** 튠 및 진공 제어 **)** 보기에 있는 **File(** 파일 **)** 메뉴에서 **Load Tune Parameters(** 튠 파라미터 로드 **)** 를 선택하고 **PCICH4.U** 튠 파일을 로드합니다 .

2 이 튠 파일에 대해 CI 오토튠을 실행한 적이 없다면 소프트웨어가 일련의 대화 상자를 표시합니다 . 특별히 변경해야 할 이유가 있지 않는 한 기본 값을 적용합니다 .

튠 값들은 MSD 성능에 큰 영향을 줍니다 . 처음 CI 용으로 설정할 때는 항상 기본 값으로 시작한 다음 , 특정 상황에 맞게 조절하십시오 . Tune Control Limits(튠 제어 제한) 상자의 기본 값은 표 17 에서 볼 수 있습니다 . 이들 제한은 오토튠에서만 사용됩니다 . 이들을 MS 파라미터 편집에서 설정된 파라미터들이나 튠 보고서에 나타나는 파라미터들과 혼동하면 안 됩니다 .

표 **17** CI 오토튠에서만 사용되는 기본 튠 제어 제한

시약 기체	메탄		이소부탄		암모니아	
이온 극성	양극	음극	양극	음극	양극	음극
존재비 목표	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
피크 폭 목표	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
최대 반사 전극	4	4	N/A	4	N/A	4
최대 방출 전류 , µA	240	50	N/A	50	N/A	50
최대 전자 에너지 , eV	240	240	N/A	240	N/A	240

표 **17** 용 주석 :

- **N/A** 해당 없음 . 메탄 외의 시료 기체로는 PFDTD 이온이 PCI 에 형성되지 않기 때문에 CI 오토튠은 이들 구성으로는 사용할 수 없습니다 .
- 이온 극성 항상 메탄으로 먼저 PCI 내부를 설정한 다음 , 원하는 이온 극성 및 시료 기체로 전환합니다 .

- 존재비 목표 원하는 신호 수준을 얻기 위해 높거나 낮게 조절합니다 . 신호 존재비가 높을 수록 노이즈도 높아집니다 . 이것은 해당 방법에서 EMV 를 설정하여 데이터 수집에 맞게 조절됩니다 .
- 피크 폭 목표 피크 폭 값이 높을수록 감도가 높아지며 , 값이 낮을수록 분리능이 좋아집니다 .
- 최고 방출 전류 NCI 에 대한 최적의 방출 전류 최대값은 각 화합물에 대해 매우 고유하기 때문에 경험적으로 선택해야 합니다 . 예를 들어 농약에 대한 최적의 방출 전류는 대략 200µA 입니다 .

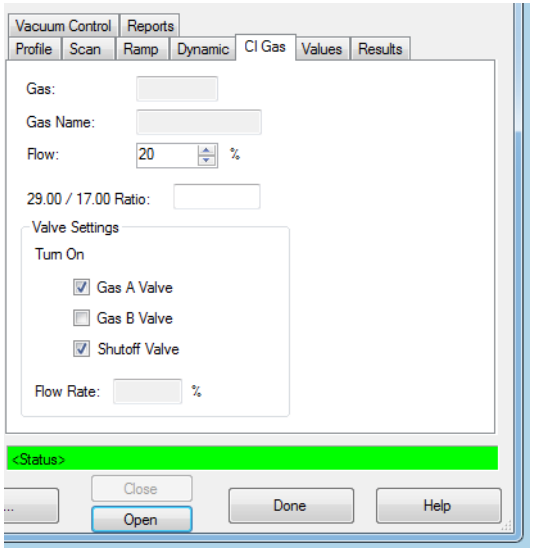
시약 기체 유량 제어 모듈을 작동하려면

주의 시스템이 EI 에서 CI 모드로 전환되었거나 어떤 이유로든 배출된 후에는 MS 를 최소 2 시간 동안 베이크아웃한 다음에 튜닝해야 합니다 .

주의 MS 에서 공기가 누출되거나 다량의 물이 있는데 CI 오토튠을 지속하면 이온 소스가 심각하게 오염될 수 있습니다 . 이런 일이 발생하면 ***MS*** 를 배출하고 이온 소스를 청소해야 합니다 .

절차

1 **Manual Tune(** 수동 튠 **)** 대화 상자에서 **CI Gas(CI** 기체 **)** 탭을 클릭하여 CI 기체 유량을 제어할 수 있는 파라미터 설정에 접근합니다 .



2 **Valve Settings(** 밸브 설정 **)** 영역에서 현재 튠 파일에 대한 시약 기체를 선택합니다 . **Gas A Valve(** 기체 **A** 밸브 **)** 또는 **Gas B Valve(** 기체 **B** 밸브 **)** 를 선택하면 **Gas (** 기체 **)** 필드에 기체 밸브 **A** 또는 **B** 가 , **Gas Name(** 기체 이름 **)** 필드에는 기체 이름이 표시됩니다 .

그러면 시스템이 기체 라인을 6 분 동안 비운 후에 선택한 기체 (A 또는 B) 를 켭니다 . 이것은 라인 내에서 기체의 교차 혼합을 줄이기 위한 것입니다 .

3 **Flow(** 유량 **)** 필드에 시약 기체 유량의 설정점을 입력합니다 . 이 값은 최고 유속의 퍼센트로 입력됩니다 . 권장되는 유량은 PCI 소스는 20%, NCI 소스는 40% 입니다 .

유량 제어 하드웨어는 각 기체에 대한 유량 설정을 기억합니다 . 기체가 선택되면 제어판이 자동으로 마지막으로 해당 기체에 대해 사용했던 유량을 설정합니다 .

4 시약 기체 흐름을 시작하려면 **Shutoff Valve(** 차단 밸브 **)** 를 선택합니다 .

그러면 시스템이 차단 밸브 (그림 10) 를 연 상태에서 현재 기체 흐름을 끕니다 . 이것은 라인에 남아있는 기체를 제거하기 위한 것입니다 . 일반적인 제거 시간은 6 분이며 그 후에 차단 밸브가 닫힙니다 .

유량 제어 모듈

CI 시약 기체 유량 제어 모듈은 CI GC/MSD 인터페이스로 들어가는 시약 기체의 유량을 조절합니다 . 유량 모듈은 MFC(Mass Flow Controller), 기체 선택 밸브 , CI 검량 밸브 , 차단 밸브 , 제어 전자 장치 및 배관으로 구성되어 있습니다 . 페이지 103 의 그림 10 및 표 18 을 참조하십시오 .

뒷면은 메탄 (**CH4**) 및 다른 시약 기체 하나에 대한 스웨즈락 (Swagelok) 주입구 피팅을 제공합니다 . 소프트웨어는 이들을 각각 **Gas A(** 기체 **A)** 및 **Gas B(** 기체 **B)** 로 나타냅니다 . 두 번째 시약 기체를 사용하지 않는다면 다른 피팅으로 덮어서 실수로 공기가 분석기로 들어가지 않게 방지하십시오 . 시약 기체를 25~30psi(170~205 kPa) 로 공급합니다 .

차단 밸브는 MSD 가 배출되는 동안 공기에 의해 또는 EI 작동 중에 PFTBA 에 의해 유량 제어 모듈의 오염을 방지합니다 .

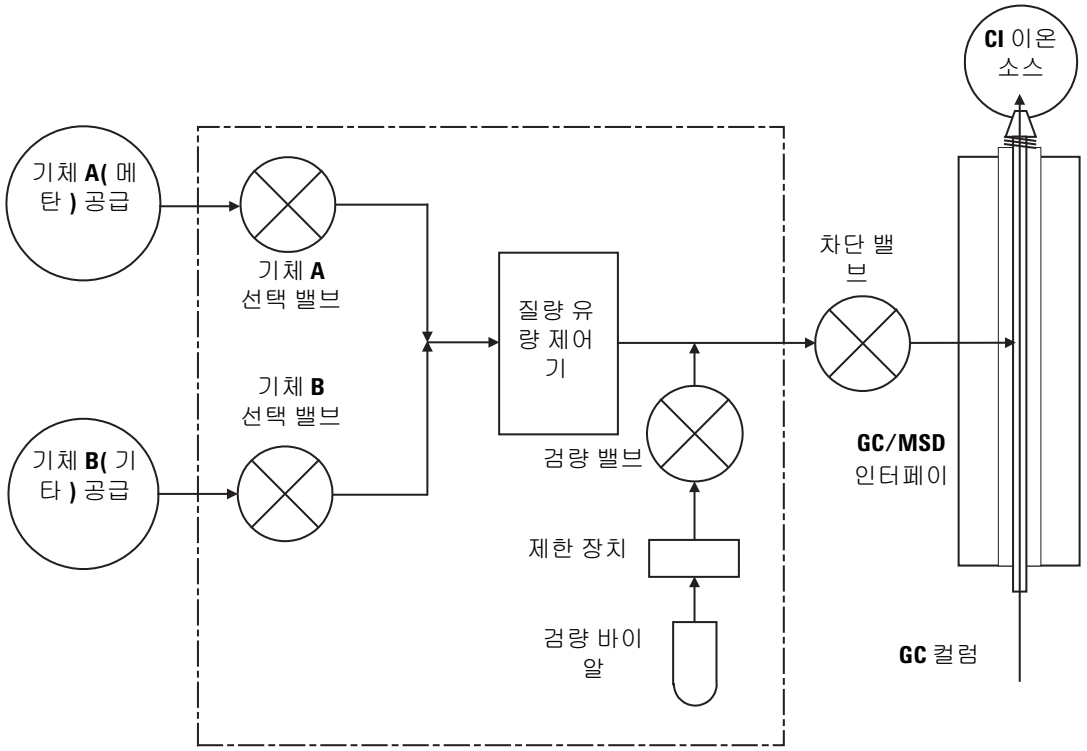


그림 **10** 시약 기체 유량 제어 모듈 도식

표 **18** 유량 제어 모듈 상태 다이어그램

결과	기체 **A** 유량	기체 **B** 유량	기체 **A** 로 퍼지	기체 **B** 로 퍼지	펌프 아웃 유량 모듈	대기 , 배출됨 또는 **EI** 모드
기체 A	열림	닫힘	열림	닫힘	닫힘	닫힘
기체 B	닫힘	열림	닫힘	열림	닫힘	닫힘
MFC	켜짐 → 설정점	켜짐 → 설정점	켜짐 → 100%	켜짐 → 100%	켜짐 → 100%	꺼짐 →0%
차단 밸브	열림	열림	열림	열림	열림	닫힘

Open(열림 **)** 및 **Closed(** 닫힘 **)** 상태가 모니터에 각각 **1** 및 **0** 으로 표시됩니다 .

메탄 시약 기체 유량을 설정하려면

CI 시스템을 튜닝하기 전에 최고의 안정성을 위해 시약 기체 유량을 조절해야 합니다 . PCI(Positive Chemical ionization) 모드에서 메탄으로 초기 설정을 진행합니다 . 음의 시약 이온은 형성되지 않으므로 NCI 에 대해서는 유량 조절 절차가 없습니다 .

메탄 시약 기체 유량 조절은 다음 3 단계로 구성되어 있습니다 . 유량 제어 설정 , 시약 기체 이온 프리튜닝 및 메탄 , ***m/z*** 28/27 용으로 안정적인 시약 이온 비율을 위한 유량 조절

데이터 시스템에서 유량 조절 절차를 안내합니다 .

절차

1 EI 소스를 사용하여 표준 오토튠을 실행하고 보고서를 저장하며 보고된 압력을 참조합니다 . "MSD 를 EI 모드에서 튜닝하려면 "(66 페이지) 을 참조하십시오 .

2 시스템을 배출시킵니다 . "MSD 배출 "(54 페이지) 을 참조하십시오 .

3 CI 소스를 설치합니다. "CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면"(155페이지) .

4 시스템을 펌프 아웃합니다. "MSD를 CI 모드에서 펌프 다운하려면"(96페이지) 을 참조하십시오 .

5 압력이 EI 오토튠에 대해 이전에 기록된 압력에 가까워질 때까지 기다립니다. "CI 모드 고진공 압력을 모니터링하려면 "(116 페이지) 을 참조하십시오 .

6 Manual Tune(수동 튠) 보기에서 **Bake out MSD(MSD** 베이크아웃 **)** 를 선택하고 **Execute(** 실행 **)** 메뉴를 선택하여 **Specify Bake Out parameters(** 베이크아웃 파라미터 지정 **)** 대화 상자를 표시합니다 . 최소 2 시간을 설정하고 다른 파라미터들을 조절한 다음 , **OK(** 확인 **)** 를 클릭하여 베이크아웃을 시작합니다 .

주의

시스템이 EI 에서 CI 모드로 전환되었거나 어떤 이유로든 배출된 후에는 MSD 를 최소 2 시간 동안 베이크아웃한 다음에 튜닝해야 합니다 .

MSD 에서 공기가 누출되거나 다량의 물이 있는데 CI 오토튠을 지속하면 이온 소스가 심각하게 오염될 수 있습니다 . 이런 일이 발생하면 ***MSD*** 를 배출하고 이온 소스를 세척해야 합니다 .

7 Setup(설정) 메뉴에서 **Methane Pretune(** 메탄 프리튠 **)** 을 선택하고 시스템의 안내를 따르십시오 . 추가 정보는 MassHunter 온라인 도움말을 참조하십시오 .

메탄 프리튠은 메탄 시약 이온 ***m/z*** 28/27 의 비율을 최적으로 모니터링하기 위해 기기를 튜닝합니다 .

8 시약 이온의 표시된 프로파일 스캔을 잘 살펴보십시오 .

- ***m/z*** 32 에서 눈에 보이는 피크가 없어야 합니다 . 여기에 피크가 있으면 공기 누출이 있음을 의미합니다 . 계속하기 전에 누출을 수리하십시오 . 공기가 누출된 상태로 CI 모드로 작동하면 이온 소스가 빠르게 오염됩니다 .
- ***m/z*** 19(양자를 가한 물) 에서의 피크는 ***m/z*** 17 에서 피크의 50% 보다 적습니다 .

9 메시지가 나타나면 **OK(** 확인 **)** 를 클릭하여 메탄 유량 조절을 실행하십시오 .

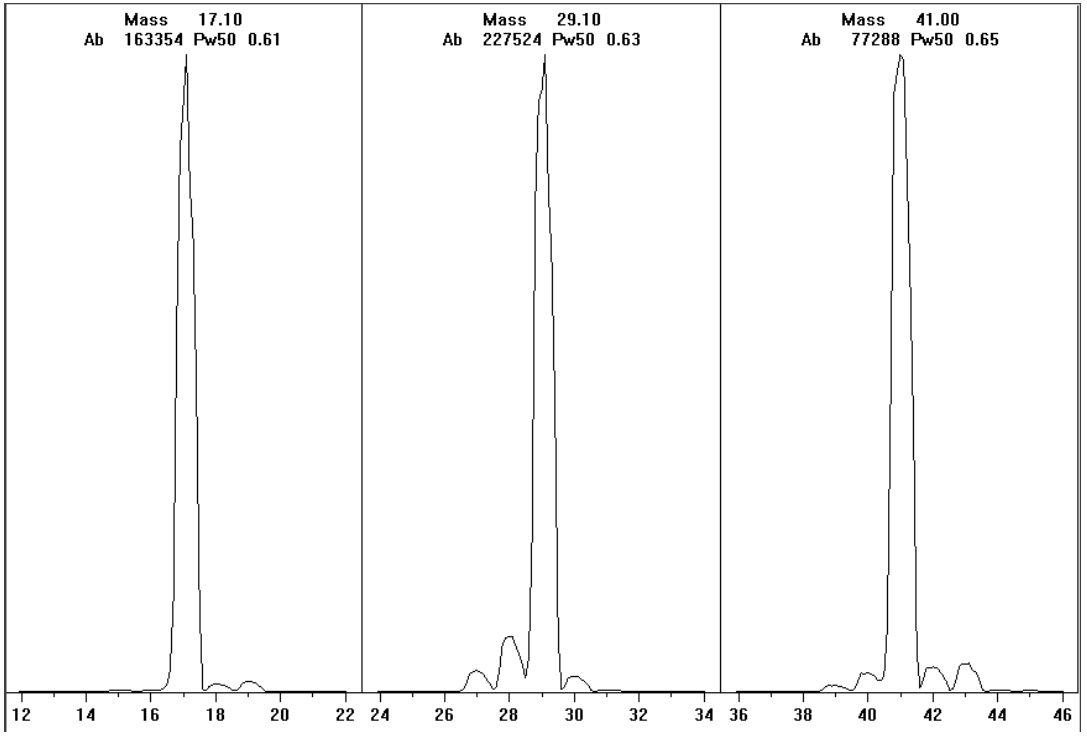


그림 **11** 매우 긴 베이크아웃 후의 시약 이온 스캔

하루 이상 베이크아웃 후 메탄 프리튠

m/z 19 의 낮은 존재비 및 ***m/z*** 32 에서 보이는 피크가 없는 것에 주목하십시오 . MSD 가 먼저 추가 물을 표시할 수도 있지만 , ***m/z*** 19 의 존재비는 여전히 ***m/z*** 17 의 50% 보다 낮아야 합니다 .

기타 시약 기체를 사용하려면

이 부분에서는 이소부탄 또는 암모니아를 시약 기체로 사용하는 방법에 대해 설명합니다 . 다른 시약 기체의 사용을 시도하기 전에 CI 가 장착된 5977 시리즈 MSD 를 메탄 시약 기체와 함께 작동하는 방법에 익숙해져야 합니다 .

주 의

아산화질소를 시약 기체로 사용하지 마십시오 . 필라멘트의 수명이 급속히 짧아집니다 .

시약 기체를 메탄에서 이소부탄이나 암모니아로 변경하면 이온화 과정의 화학 반응이 변경되고 다른 이온이 생성됩니다 . 발생되는 주요한 화학적 이온화 반응은 5977 개념 설명서에 일반적으로 설명되어 있습니다 . 화학적 이온화에 대한 경험이 없다면 진행하기 전에 이 자료를 살펴보는 것이 좋습니다 .

주 의

모든 설정 동작을 모든 시약 기체와 함께 모든 모드에서 실행할 수 있는 것은 아닙니다 . 자세한 내용은 표 19 에서 참조하십시오 .

표 **19** 시약 기체

시약 기체 / 모드	시약 이온 질량	**PFDTD** 검량 이온	유량 조절 이온 : 비율 EI/PCI/NCI MSD 성능 터보 펌프 권장 유량 : 20% PCI 40% NCI
메탄 /PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
메탄 /NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
이소부탄 /PCI	39, 43, 57	N/A	57/43: 5.0 – 30.0
이소부탄 /NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
암모니아 /PCI	18, 35, 52	N/A	35/18: 0.1 – 1.0
암모니아 /NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* 메탄 이외의 시약 기체로는 PFDTD 이온이 형성되지 않습니다 . 메탄으로 튜닝하고 다른 기체에 대해서 동일한 파라미터를 사용하십시오 .

† 형성되는 음의 시약 기체 이온이 없습니다 . 음의 모드에서 프리튜닝하려면 배경 이온을 사용하십시오 . 17 (OH-), 35 (Cl-) 및 235 (ReO3-). 이들 이온은 시약 기체 유량 조절에 사용할 수 없습니다 . NCI 의 경우 유량을 40% 로 설정하고 용도에 맞는 결과를 얻도록 필요한 대로 조절하십시오 .

이소부탄 CI

화학 이온화 스펙트럼에서 적은 분열을 원할 때는 일반적으로 이소부탄 (C_4H_{10})이 화학 이온화에 사용됩니다. 이것은 이소부탄의 양자 친화력이 메탄의 양자 친화력보다 높기 때문이며, 따라서 이온화 반응에 전달되는 에너지가 적습니다.

추가 및 양자 전달이 이소부탄과 가장 흔히 연관된 이온화 방식입니다. 시료 자체가 어떤 방식이 우세한지에 영향을 줍니다.

암모니아 CI

화학 이온화 스펙트럼에서 적은 분열을 원할 때는 일반적으로 암모니아 (NH_3)가 화학 이온화에 사용됩니다. 이것은 암모니아의 양자 친화력이 메탄의 양자 친화력보다 높기 때문이며, 따라서 이온화 반응에 전달되는 에너지가 적습니다.

많은 대상 화합물이 불충분한 친화력을 가지고 있으므로 종종 NH_4^+를 추가하면 암모니아 화학 이온화 스펙트럼이 발생합니다. 일부 경우에는 그 후의 물의 유실로 인해 이런 스펙트럼이 발생하기도 합니다. 암모니아 시약 이온 스펙트럼은 ***m/z*** 18, 35 및 52 에서 주요 이온을 가지고 있으며, 이것은 NH_4^+, $NH_4(NH_3)^+$ 및 $NH_4(NH_3)_2^+$에 상응합니다.

MSD 를 이소부탄 또는 암모니아 화학 이온화용으로 조절하려면 다음 절차를 사용하십시오.

절차

1 메탄과 PFDTD로 표준 양의 CI 오토튠을 실행합니다. "PCI 오토튠(메탄 전용)을 실행하려면 "(110 페이지)을 참조하십시오.

2 **Tune(** 튠 **)** 메뉴에 있는 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 **Tune Wizard(** 튠 마법사 **)** 를 클릭하고 메시지가 표시되면 **Isobutane(** 이소부탄 **)** 또는 **Ammonia(** 암모니아 **)** 를 선택합니다. 그러면 선택한 기체를 사용하고 적절한 기본 튠 파라미터를 선택할 수 있도록 메뉴가 변경됩니다.

3 메시지가 나타나면 **Gas B(** 기체 **B)** 를 선택합니다. (이소부탄 또는 암모니아가 배관으로 연결되는 포트) 계속해서 Tune Wizard(튠 마법사) 에 나타나는 안내 메시지를 따르고 기체 유량을 20% 로 설정합니다.

   기존의 튠 파일을 사용하는 경우 기존 값을 덮어쓰지 않으려면 반드시 새로운 이름으로 저장하십시오. 기본 온도 및 기타 설정을 적용합니다.

4 **Execute(** 실행 **)** 메뉴에서 **Isobutane(** 이소부탄 **)(** 또는 **Ammonia(** 암모니아 **)) Flow Adjust(** 유량 조절 **)** 를 클릭합니다.

PCI 에는 이소부탄 또는 암모니아용 CI 오토튠이 없습니다.

NCI 를 이소부탄이나 암모니아와 함께 실행하고 싶다면 특정 기체에 대해 **NCICH4.U** 또는 기존 NCI 튠 파일을 로드하십시오 . 암모니아를 사용한 CI 작동에 대한 추가 정보는 "Agilent 5977 시리즈 MSD 에서 화학 이온화에 암모니아 시약 기체 실행 " Agilent 어플리케이션 노트를 참조하십시오 (5989-5170EN).

주의

암모니아의 사용은 MSD 의 유지보수 요구사항에 영향을 줍니다 . 추가 정보는 "CI 유지보수 " 에서 확인하십시오 .

주의

암모니아의 공급 압력은 5psig 이하여야 합니다 . 이보다 압력이 높으면 기체가 액체로 응축될 수 있습니다 .

암모니아 탱크는 항상 유량 모듈보다 낮은 위치에 똑바로 세워 두십시오 . 튜브의 주변을 캔이나 병으로 싸서 암모니아 공급 튜브를 몇 개의 수직 루프로 감으십시오 . 이렇게 하면 액체 암모니아를 유량 모듈 밖에 보관할 수 있습니다 .

암모니아는 진공 펌프 액체 및 밀봉을 고장내는 성질이 있습니다 . 암모니아 CI 를 사용하면 진공 시스템을 보다 자주 유지보수해야 합니다 . (***5977*** 시리즈 ***MSD*** 문제 해결 및 유지보수 설명서를 참조하십시오 .)

흔히 5% 의 암모니아와 95% 의 헬륨 또는 5% 의 암모니아와 95% 의 메탄이 CI 시약 기체로 사용됩니다 . 이것은 부작용은 최소화하면서 좋은 화학 이온화를 얻는데 충분한 암모니아입니다 .

이산화탄소 CI

이산화탄소는 종종 CI 용 시약 기체로 사용됩니다 . 이것은 가용성과 안정성에서 분명한 이점이 있습니다 .

CI 소스에서 표준 또는 불활성 EI 소스로 전환하려면

절차

주의 분석기를 만질 때나 분석실에 들어가는 모든 부품을 취급할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하십시오 .

주의 민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 분석실을 열기 전에 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 기타 정전기 예방 조치를 취하십시오 .
" 정전 방전 "(123 페이지) 을 참조하십시오 .

1 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 MSD 를 배출합니다 . "MSD 를 배출하려면 "(73 페이지) 을 참조하십시오 . 그러면 소프트웨어에서 적합한 작업들을 안내합니다 .

2 분석기를 엽니다 . " 분석실을 열려면 "(76 페이지) 을 참조하십시오 .

3 CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 제거합니다. "CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 "(155 페이지) 을 참조하십시오 .

4 EI 이온 소스를 설치합니다. "EI 이온 소스를 설치하려면"(150페이지) 을 참조하십시오 .

5 이온 소스 보관 상자에 CI 이온 소스와 인터페이스 끝 밀봉을 넣습니다 .

6 MSD를 펌프 다운합니다. "MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면"(82페이지) 을 참조하십시오 .

7 EI 튠 파일을 로드합니다 .

CI 소스에서 추출기 EI 소스로 전환하려면

주의 분석기를 만질 때나 분석실에 들어가는 모든 부품을 취급할 때는 항상 깨끗한 장갑을 착용하십시오 .

주의 민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 분석실을 열기 전에 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 기타 정전기 예방 조치를 취하십시오 .
" 정전 방전 " 을 참조하십시오 .

절차

1 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 MSD 를 배출합니다 . "MSD 를 배출하려면 "(73 페이지) 을 참조하십시오 . 그러면 소프트웨어에서 적합한 작업들을 안내합니다 .

2 분석기를 엽니다 . " 분석실을 열려면 "(76 페이지) 을 참조하십시오 .

3 CI 이온 소스를 제거합니다. "CI 이온 소스를 제거하려면"(157페이지) 을 참조하십시오 . 표준 또는 불활성 EI 소스에서처럼 끝 밀봉을 제거할 필요는 없습니다 . CI 인터페이스 끝 밀봉은 추출기 EI 소스에 맞습니다 .

4 EI Xtr 소스를 설치합니다 . "EI 이온 소스를 설치하려면 "(150 페이지) 을 참조하십시오 .

5 보관 상자에서 갈색 추출기 전선을 찾아서 추출기 렌즈와 소스 기판에 연결합니다 .

6 CI 이온 소스를 이온 소스 보관 상자에 넣습니다 .

7 MSD를 펌프 다운합니다. "MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면"(82페이지) 을 참조하십시오 .

8 EI 튠 파일을 로드합니다 .

PCI 오토튠 (메탄 전용) 을 실행하려면

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 . NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

PFDTD 암 소음 (background noise) 을 최소화하고 이온 소스의 오염을 방지하려면 필요 이상으로 자주 튜닝하지 마십시오 .

절차

1 MSD 가 먼저 EI 모드에서 올바르게 작동하는지 확인합니다 . “ 시스템 성능을 확인하려면 ”(68 페이지) 을 참조하십시오 .

2 사용 중인 시약 기체에 대한 기존의 튠 파일이나 **PCICH4.U** 튠 파일을 로드합니다 .

   기존의 튠 파일을 사용하는 경우 기존 값을 덮어쓰지 않으려면 반드시 새로운 이름으로 저장하십시오 .

3 기본 설정을 적용합니다 .

4 메탄 설정을 실행합니다. “메탄 시약 기체 유량을 설정하려면”(102페이지) 을 참조하십시오 .

5 **Tune(튠)** 메뉴 아래에 있는 **CI Autotune(CI 오토튠)** 을 클릭합니다 .

튠 성능 기준은 없습니다 . 오토튠이 완료되면 통과된 것입니다 (그림 12). 튠이 EMVolts(electron multiplier voltage) 를 2600V 이상으로 설정한 경우 , 해당 방식이 EMVolts 를 “+400” 이상으로 설정한다면 데이터를 성공적으로 수집하지 못할 수도 있습니다 .

오토튠 보고서에는 시스템의 공기와 물에 대한 정보가 포함되어 있습니다 . “PCI 오토튠 보고서 ”(111 페이지) 를 참조하십시오 .

19/29 비율은 물의 존재비를 나타냅니다 .

32/29 비율은 산소의 존재비를 나타냅니다 .

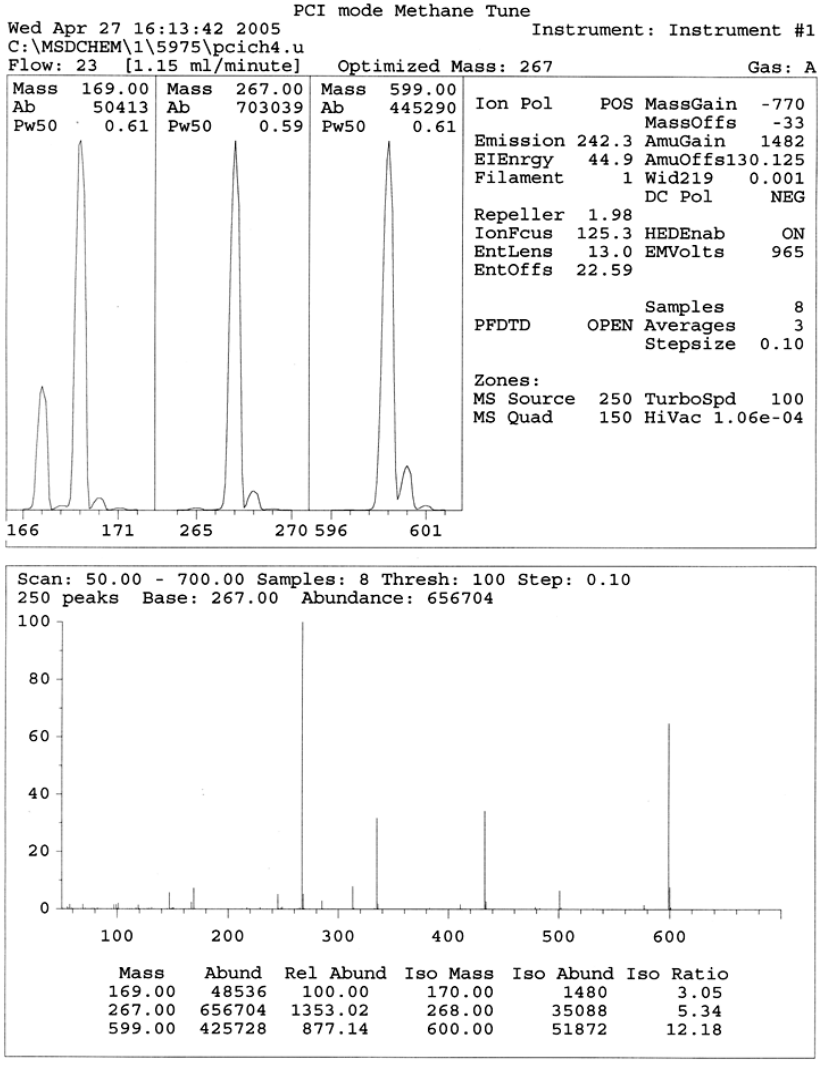


그림 **12** PCI 오토튠 보고서

NCI 오토튠 (메탄 시약 기체) 을 실행하려면

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 . " 시스템 성능을 확인하려면 "(68 페이지) 을 참조하십시오 . 다른 시약 기체를 사용하거나 NCI 를 실행할 예정이어도 항상 먼저 메탄과 함께 PCI 에서 CI MSD 를 시약 기체로 설정하십시오 .

절차

1 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 **NCICH4.U**(또는 사용 중인 시약 기체에 대한 기존 튠 파일) 를 로드합니다 .

2 설정 메뉴에서 **CI Tune Wizard(CI** 튠 마법사 **)** 를 선택하고 시스템의 안내 메시지를 따르십시오 .

   기본 온도 및 기타 설정을 적용합니다 .

   기존의 튠 파일을 사용하는 경우 기존 값을 덮어쓰지 않으려면 반드시 새로운 이름으로 저장하십시오 .

3 Tune(튠) 메뉴 아래에 있는 **CI Autotune(CI** 오토튠 **)** 을 클릭합니다 .

주의

PFDTD 암 소음 (background noise) 을 최소화하고 이온 소스의 오염을 방지하려면 반드시 필요한 경우가 아니면 튜닝하지 마십시오 .

튠 성능 기준은 없습니다 . 오토튠이 완료되면 통과된 것입니다 (그림 13). 튠이 EMVolts(electron multiplier voltage) 를 2600V 이상으로 설정한 경우 , 해당 방식이 EMVolts 를 "+400" 이상으로 설정한다면 데이터를 성공적으로 수집하지 못할 수도 있습니다 .

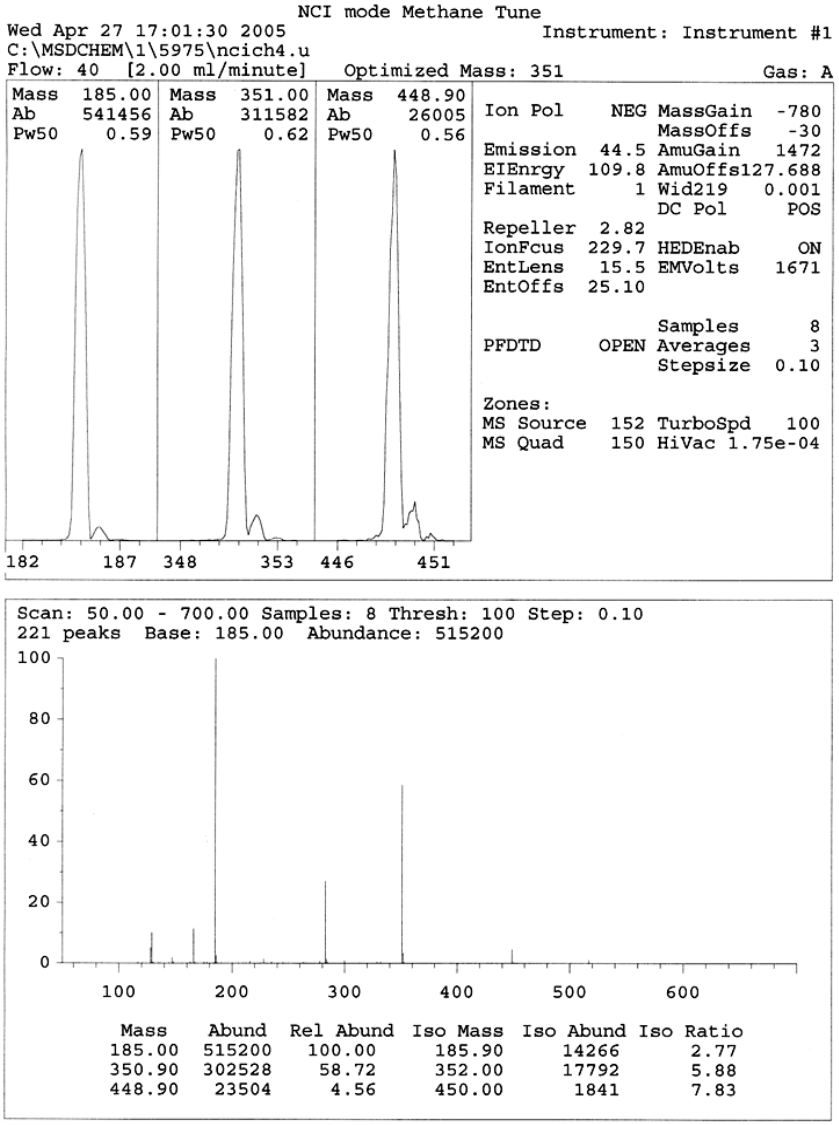

NCI mode Methane Tune
Wed Apr 27 17:01:30 2005
Instrument: Instrument #1
C:\MSDCHEM\1\5975\ncich4.u
Flow: 40 [2.00 ml/minute] Optimized Mass: 351
Gas: A
Mass 185.00
Ab 541456
Pw50 0.59
Mass 351.00
Ab 311582
Pw50 0.62
Mass 448.90
Ab 26005
Pw50 0.56
Ion Pol NEG
Emission 44.5
EIEnrgy 109.8
Filament 1
Repeller 2.82
IonFcus 229.7
EntLens 15.5
EntOffs 25.10
PFDTD OPEN
Zones:
MS Source 152
MS Quad 150
MassGain -780
MassOffs -30
AmuGain 1472
AmuOffs127.688
Wid219 0.001
DC Pol POS
HEDEnab ON
EMVolts 1671
Samples 8
Averages 3
Stepsize 0.10
TurboSpd 100
HiVac 1.75e-04
182
187
348
353
446
451
Scan: 50.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
221 peaks Base: 185.00 Abundance: 515200
100
80
60
40
20
0
100
200
300
400
500
600
Mass Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio
185.00 515200 100.00 185.90 14266 2.77
350.90 302528 58.72 352.00 17792 5.88
448.90 23504 4.56 450.00 1841 7.83

그림 **13** NCI 오토튠

PCI 성능을 확인하려면

필요한 재료

- 벤조페논 , 100pg/µL(8500-5440)

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 . 페이지 68 을 참조하십시오 . NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

절차

1 MSD 가 EI 모드에서 올바르게 작동하는지 확인합니다 .
2 **PCICH4.U** 튠 파일이 로드되었는지 확인합니다 .
3 **Gas A(** 기체 **A)** 를 선택하고 유량을 20% 로 설정합니다 .
4 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 CI 설정을 실행합니다. “CI 소스에서 추출기 EI 소스로 전환하려면 ”(109 페이지) 을 참조하십시오 .
5 CI 오토튠을 실행합니다 . “CI 오토튠 ”(91 페이지) 을 참조하십시오 .
6 1µL의 100pg/µL 벤조페논을 사용하여 PCI 감도 방법 **BENZ_PCI.M** 을 실행합니다.
7 시스템이 발행된 감도 사양을 준수하는지 확인합니다 . 사양은 Agilent 웹 사이트 www.agilent.com/chem 에서 볼 수 있습니다 .

NCI 성능을 확인하려면

이 절차는 EI/PCI/NCI MSD 전용입니다 .

필요한 재료

- OFN(Octafluoronaphthalene), 100fg/µL(5188-5347)

주의

CI 작동으로 전환하기 전에 항상 MSD 성능을 확인하십시오 . " 시스템 성능을 확인하려면 " 을 참조하십시오 . NCI 를 실행할 예정이라고 해도 항상 CI MSD 를 먼저 PCI 로 설정하십시오 .

절차

1 MSD 가 EI 모드에서 올바르게 작동하는지 확인합니다 .
2 **NCICH4.U** 튠 파일을 로드하고 온도 설정점을 적용합니다 .
3 **Gas A(** 기체 **A)** 를 선택하고 유량을 40% 로 설정합니다 .
4 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 CI 오토튠을 실행합니다 . "NCI 오토튠 (메탄 시약 기체) 을 실행하려면 " 을 참조하십시오 .

   CI 에서는 오토튠 " 통과 " 에 대한 기준이 없음을 기억하십시오 . 오토튠이 완료되면 통과하는 것입니다 .
5 NCI 감도 방식을 실행합니다 . 2µL 의 100fg/µL OFN 을 사용한 OFN_NCI.M
6 시스템이 발행된 감도 사양을 준수하는지 확인합니다 . 사양은 Agilent 웹 사이트 www.agilent.com/chem 에서 볼 수 있습니다 .

CI 모드 고진공 압력을 모니터링하려면

경고 수소를 운반 기체로 사용하는 경우 , 수소가 매니폴드에 누적되었을 가능성이 있다면 마이크로 이온 진공 게이지를 켜지 마십시오 . 수소 운반 기체로 **MSD** 를 작동시키 전에 " 수소 안전 " 을 읽으십시오 .

절차

1 MSD를 시동하고 펌프 다운합니다. "MSD를 CI 모드에서 펌프 다운하려면"(96 페이지) 을 참조하십시오 .

2 Tune and Vacuum Control(튠 및 진공 제어) 보기에서 **Vacuum(** 진공 **)** 메뉴에 있는 **Turn Vacuum Gauge on/off(** 진공 게이지 켜기 / 끄기 **)** 를 선택합니다 .

3 Instrument Control(기기 제어) 보기에서 판독을 위해 MS 모니터를 설정할 수 있습니다 . 또한 LCP 나 수동 튠 화면에서도 진공을 판독할 수 있습니다 .

MSD 내의 압력이 대략 8×10^{-3}Torr 이상이라면 게이지 제어기가 켜지지 않습니다 . 게이지 제어기는 질소용으로 검량되지만 이 설명서에 나열된 모든 압력은 헬륨용입니다 .

작동 압력에 가장 큰 영향을 주는 요소는 운반 기체 (컬럼) 유량입니다 . 표 20(117 페이지) 은 다양한 헬륨 운반 기체 유량에 대한 일반적인 압력을 나열한 것입니다 . 이들 압력은 대략적인 것이며 기기에 따라 다양합니다 .

일반 압력 판독

G3397B 마이크로 이온 진공 게이지를 사용하십시오 . 질량 유량 제어기는 메탄용으로 검량되고 진공 게이지는 질소용으로 검량되므로 이들 측정값은 정확하지 않지만 일반적인 판독을 위한 안내의 목적으로 제공됨을 유의하십시오 (표 20(117 페이지)). 이들은 다음 조건으로 측정되었습니다 . 다음은 일반적인 PCI 온도입니다 .

소스 온도	250°C
쿼드 온도	150°C
인터페이스 온도	280°C
헬륨 운반 기체 유량	1mL/min

표 **20** 질량 유량 제어기 설정 및 일반적인 압력 판독

MFC	압력 **(Torr)**	
(%)	메탄	암모니아
	EI/PCI/NCI MSD(성능 터보 펌프)	EI/PCI/NCI MSD(성능 터보 펌프)
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}

작동 조건 하에서 해당 시스템의 측정값에 익숙해지도록 하고 , 진공 또는 기체 유량 문제를 나타낼 수 있는 변화에 유의하십시오 . 측정값은 MSD 및 게이지 제어기별로 30% 까지 차이날 수 있습니다 .

5
일반 유지보수

시작하기 전에 120
진공 시스템 유지보수 125
분석기 유지보수 126
EI 이온 소스를 제거하려면 128
표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 분해하려면 131
추출기 IE 이온 소스를 분해하려면 134
EI 이온 소스를 청소하려면 137
표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 조립하려면 142
추출기 EI 이온 소스를 조립하려면 145
EI 소스에서 필라멘트를 교체하려면 148
EI 이온 소스를 설치하려면 150
전자 증배관을 교체하려면 151

시작하기 전에

MSD 에 필요한 유지보수의 많은 부분을 직접 수행할 수 있습니다 . 안전을 위해서 유지보수 작업을 시작하기 전에 이 부분에 있는 모든 정보를 읽으십시오 .

표 **21** 유지보수 일정

작업	매주	**6** 개월마다	매년	필요할 때마다
MSD 튜닝				X
포어라인 펌프 오일양 점검	X			
검량 바이알 점검		X		
포어라인 펌프 오일 교체*		X		
디퓨전 펌프 액체 교체			X	
건식 포어라인 펌프 점검				X
건식 포어라인 펌프 끝 밀봉 교체			X	
포어라인 펌프 배출 필터 교체				X
DS42 포어라인 펌프 파란색 미스트 필터 교체				X
이온 소스 청소				X
GC 및 MSD 의 운반 기체 트랩 점검				X
낡은 부품 교체				X
측판에 윤활유 바르기 또는 밸브 오링 (O-ring) 배출†				X
CI 시약 기체 공급 교체				X
GC 기체 공급 교체				X

* 암모니아 시약 기체를 사용하는 CI MSD 는 3 개월마다

† 측판 오링 (O-ring) 및 배출 밸브 오링 (O-ring) 이외의 진공 밀봉에는 윤활유를 바를 필요가 없습니다 . 다른 밀봉에 윤활유를 바르면 올바른 작동을 방해할 수 있습니다 .

일정에 따른 유지보수

일반적인 유지보수 작업이 표 21 에 나열되어 있습니다 . 일정에 따라 이들 작업을 수행하면 작동상의 문제를 줄이고 시스템 수명을 연장하며 전반적인 운영비를 줄일 수 있습니다 .

시스템 성능 (튜닝 보고서) 및 수행한 유지보수 작업을 기록하십시오 . 그러면 손쉽게 정상적인 작동과 구별되는 상황을 파악하고 올바른 조치를 취할 수 있습니다 .

도구 , 예비 부품 및 비품

일부 필수 도구 , 예비 부품 및 비품은 GC 배송 키트 , MSD 배송 키트 또는 MSD 도구 키트에 포함되어 있습니다 . 그 밖의 물품은 직접 구해야 합니다 . 각 유지보수 절차에는 해당 절차에 필요한 재료 목록이 포함되어 있습니다 .

고전압 예방 조치

MSD 의 전원 플러그가 꽂혀 있을 때는 전원 스위치가 꺼져 있어도 잠재적인 위험성이 있는 전압 (120VAC 또는 200/240VAC) 이 다음에 흐르고 있습니다 .

- 전원 코드가 기기와 만나는 부위와 전원 스위치와 만나는 부분 사이의 전선과 퓨즈

전원 스위치가 켜져 있으면 다음과 같은 부분에 위험한 전압이 흐르고 있을 수 있습니다 .

- 전자 회로 기판
- 원형 (Toroidal) 변압기
- 이들 기판 사이의 전선과 케이블
- 이들 기판과 MSD 의 뒷면 커넥터 사이의 전선과 케이블
- 뒷면의 일부 커넥터 (예를 들어 , 포어라인 전원 소켓)

일반적으로 이들 모든 부품은 안전 덮개로 가려져 있습니다 . 안전 덮개가 제자리에 덮혀 있다면 실수로 위험한 전압에 노출될 가능성은 적습니다 .

주의 이 장에서 설명하는 절차상 특별한 지침이 없다면 , **MSD** 가 켜져 있거나 전원에 꽂혀 있을 때는 유지보수를 수행하지 마십시오 .

이 장에 나와있는 일부 절차 상, 전원 스위치가 켜져 있는 상태에서 MSD 의 내부에 접근해야 할 때도 있습니다. 이런 절차를 수행할 때는 절대로 전자 안전 덮개를 제거하지 마십시오. 감전의 위험을 줄이려면 주의 깊게 절차를 따라야 합니다.

위험한 온도

많은 MSD 부품이 심각한 화상을 입힐 수 있는 고온에서 작동하거나, 위험한 온도까지 올라갈 수 있습니다. 이러한 부품은 다음이 포함되지만 이에 국한되지 않습니다.

- GC/MSD 인터페이스
- 분석기 부품
- 진공 펌프

주의 **MSD** 가 켜져 있을 때는 절대로 이들 부품에 손대지 마십시오. **MSD** 가 꺼진 후에는 부품이 식을 때까지 충분히 기다렸다가 만지십시오.

주의 **GC/MSD** 인터페이스 가열기는 **GC** 의 열 영역에 의해 구동됩니다. **MSD** 가 꺼져 있어도 인터페이스 가열기가 켜질 수 있으며 위험한 수준까지 온도가 올라갈 수 있습니다. **GC/MSD** 인터페이스는 단열 처리가 잘 되어 있습니다. 꺼진 후에도 열이 매우 느리게 식습니다.

주의 포어라인 펌프가 작동되고 있을 때 만지면 화상을 입을 수 있습니다. 따라서 사용자가 만지지 못하도록 안전 덮개가 있습니다.

GC 주입구 및 GC 오븐도 매우 높은 온도에서 작동합니다. 이들 부품 주변에서도 동일한 주의 사항을 적용하십시오. 추가 정보는 GC 와 함께 제공되는 설명서를 참조하십시오.

화학 잔여물

시료의 작은 부분만 이온 소스에 의해 이온화됩니다. 모든 시료의 대부분은 이온화되지 않고 이온 소스를 통과합니다. 진공 시스템의 펌프에 의해 배출됩니다. 결과적으로 포어라인 펌프에서 나오는 배기가 운반 기체 및 시료의 흔적이 들어 있습니다. 표준 포어라인 펌프에서 나오는 배기에는 포어라인 펌프 오일의 작은 방울도 들어 있습니다.

표준 포어라인 펌프는 오일 트랩과 함께 제공됩니다. 이 트랩은 펌프 오일 방울만 차단합니다. 다른 화학 물질은 차단하지 못합니다. 유독성 용매를 사용하거나 유독성 화학물질을 분석한다면 이 오일 트랩을 사용하지 마십시오. 모든 포어라인 펌프의 경우, 호스를 설치하여 포어라인 펌프 안의 배기를 실외 또는 실외로 연결된 퓨움 배출 후드로 배출하십시오. 표준 포어라인 펌프의 경우에는 오일 트랩을 제거해야 합니다. 반드시 현지 대기 환경 규정을 따르십시오.

주의 표준 포어라인 펌프와 함께 제공되는 오일 트랩은 포어라인 펌프 오일만 차단합니다. 유독성 화학물질은 차단하거나 여과하지 못합니다. 유독성 용매를 사용하거나 유독성 화학물질을 분석한다면 이 오일 트랩을 제거하십시오. **CI MSD** 에서는 이 트랩을 사용하지 마십시오. 호스를 설치하여 포어라인 펌프의 배기를 외부 또는 퓨움 배출 후드로 배출하십시오.

디퓨전 펌프 및 표준 포어라인 펌프의 액체는 분석되는 시료의 흔적도 수집합니다. 사용한 모든 펌프 액체는 위험한 것으로 간주하여 조심해서 취급해야 합니다. 사용한 액체는 현지 해당 규정에 따라 폐기하십시오.

주의 펌프 액체를 교체할 때는 적절한 내화학성 장갑 및 보호 안경을 착용하십시오. 액체와의 직접적인 접촉을 피하십시오.

정전 방전

MSD 내의 모든 인쇄 회로 기판에는 ESD(Electrostatic Discharge: 정전 방전) 에 의해 손상될 수 있는 구성품이 들어 있습니다. 반드시 필요한 경우가 아니면 이들 기판을 만지거나 취급하지 마십시오. 또한 전선, 접촉부 및 케이블은 연결되는 전자 기판에 ESD 를 전도할 수 있습니다. 이것은 특히, ESD 를 측면 기판의 민감한 구성품에 전달할 수 있는 질량 필터 (사중극자) 접촉선에 적용됩니다. ESD 손상은 즉각적인 장애를 일으키지는 않아도 MSD 의 성능과 안정성을 서서히 저하시킵니다.

인쇄 회로 기판 위 또는 가까이에서 작업하거나 인쇄 회로 기판에 연결된 전선, 접촉부 또는 케이블을 취급한다면, 항상 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 기타 정전기 방지 예방 조치를 취하십시오. 손목 밴드는 유명하고 좋은 접지에 연결해야 합니다. 이것이 불가능하다면 작업 중인 어셈블리의 전도성 있는 (금속) 부분에 연결해야 하지만, 전자 부품, 노출된 전선이나 부위 또는 커넥터 핀에 연결해서는 안 됩니다.

MSD 에서 제거한 구성품이나 어셈블리를 취급해야 할 때는 접지된 정전기 방지 매트를 사용하는 등 특별히 주의를 기울여야 합니다. 여기에는 분석기가 포함됩니다.

주의

정전기 방지 손목 밴드가 효과를 발휘하려면 손목에 편안하게 맞아야 합니다 (꽉 조이지 않아야 함). 헐거우면 효과가 거의 없거나 전혀 없습니다.

정전기 방지 조치가 100% 효과적인 것은 아닙니다. 전자 회로판은 가능한 만지지 않는 것이 좋으며, 만져야 할 때는 가장자리만 잡으십시오. 구성품, 노출된 부위 또는 커넥너 및 케이블의 핀은 절대로 건드리지 마십시오.

진공 시스템 유지보수

정기적인 유지보수

앞서 표 21 에서 나열했듯이 진공 시스템은 정기적으로 유지보수해야 합니다 . 여기에는 다음이 포함됩니다 .

- 포어라인 펌프 액체 점검 (매주)
- 검량 바이알 점검 (6 개월마다)
- 포어라인 펌프 밸러스팅 (MSD 에 암모니아 시약 기체를 사용하여 매일)
- 포어라인 펌프 오일 교체 (6 개월마다 , CI MSD 는 암모니아 시약 기체를 사용하여 3 개월마다)
- 포어라인 펌프 오일 상자 나사 조이기 (설치 후 먼저 오일 교체)
- 디퓨전 펌프 액체 교체 (1 년에 한 번)

이들 작업을 일정대로 실시하지 않으면 기기 성능이 저하될 수 있습니다 . 또한 기기가 손상될 수도 있습니다 .

기타 절차

포어라인 진공 게이지나 마이크로 이온 진공 게이지 교체와 같은 작업은 필요할 때만 실시해야 합니다 . 이런 유형의 유지보수가 필요한 증상에 대해 알아보려면 ***5977*** 시리즈 ***MSD*** 문제 해결 및 유지보수 설명서 및 MassHunter 데이터 수집 소프트웨어의 온라인 도움말을 참조하십시오 .

추가 이용 가능 정보

진공 시스템 구성품의 기능이나 위치에 대한 추가 정보를 알아보려면 ***5977*** 시리즈 ***MSD*** 문제 해결 및 유지보수 설명서를 참조하십시오 .

이 장에 나온 대부분의 절차는 Agilent GC/GCMSD 하드웨어 사용자 정보 및 기기 유틸리티, 5977 시리즈 MSD 사용자 정보 디스크에 비디오 클립과 함께 설명되어 있습니다 .

분석기 유지보수

일정 계획

분석기의 모든 구성품은 정기적인 유지보수가 필요하지 않습니다. 하지만 MSD가 이상 증상을 보이면 일부 유지보수를 실시해야 합니다. 이들 유지보수에는 다음이 포함됩니다.

- 이온 소스 청소
- 필라멘트 교체
- 전자 증배관 교체

문제 해결 및 유지보수 설명서는 분석기에 유지보수가 필요함을 나타내는 이상 증상에 관한 정보를 제공합니다. MassHunter 소프트웨어 내 온라인 도움말의 문제 해결 자료는 보다 광범위한 정보를 제공합니다.

예방 조치

청결

분석기를 유지보수하는 동안에는 구성품을 깨끗하게 유지하십시오. 분석기를 유지보수하려면 분석실을 열고 분석기에서 부품을 제거해야 할 수도 있습니다. 분석기의 유지보수를 실시하는 동안에 분석기나 분석실 내부가 오염되지 않도록 주의하십시오. 모든 분석기 유지보수 절차 중에는 깨끗한 장갑을 착용하십시오. 부품 청소 후에는 철저하게 베이크아웃한 후 다시 설치해야 합니다. 분석기의 부품은 청소 후에 깨끗하고 보푸라기 없는 천 위에 놓아야 합니다.

주의 유지보수를 올바르게 실시하지 않으면 MSD 내부를 오염시킬 수 있습니다.

주의 분석기는 고온에서 작동합니다. 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오.

일부 부품은 정전 방전에 의해 손상될 수 있습니다 .

분석기 구성품에 연결된 전선 , 접촉부 및 케이블은 연결되는 전자 기판에 ESD(Electrostatic Discharge) 를 전도할 수 있습니다 . 이것은 특히 , ESD 를 측면 기판의 민감한 구성품에 전달할 수 있는 질량 필터 (사중극자) 접촉선에 적용됩니다 . ESD 손상은 즉각적인 장애를 일으키지는 않아도 성능과 안정성을 서서히 저하시킵니다 . 추가 정보는 페이지 123 에서 확인하십시오 .

주의

민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다 . 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 (페이지 123 참조) 분석실을 열기 전에 기타 정전기 예방 조치를 실시하십시오 .

일부 분석기 부품은 건드려서는 안 됩니다 .

질량 필터 (사중극자) 는 정기적인 유지보수가 필요 없습니다 . 일반적으로 질량 필터는 건드려서는 안 됩니다 . 심하게 오염이 되었을 경우에는 청소할 수도 있지만 , 반드시 숙련된 Agilent Technologies 서비스 전문가가 청소해야 합니다 . HED 세라믹 절연체도 건드리지 마십시오 .

주의

질량 필터를 잘못 취급하거나 청소하면 손상될 수도 있고 , 기기의 성능에 심각한 악영향을 가져올 수 있습니다 . HED 세라믹 절연체는 만지지 마십시오 .

추가 이용 가능 정보

분석기 구성품의 기능이나 위치에 대한 추가 정보를 알아보려면 ***Agilent 5977*** 문제 해결 및 유지보수 설명서를 참조하십시오 .

이 장에 있는 많은 절차들이 비디오 클립과 함께 설명되어 있습니다 .

EI 이온 소스를 제거하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 롱 노우즈 플라이어 (8710-1094)

절차

1 MSD 를 배출합니다 . “MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지) 을 참조하십시오 .

2 분석실을 엽니다 . “ 분석실을 열려면 ”(76 페이지) 을 참조하십시오 .

반드시 정전기 방지 손목 밴드를 사용하고 분석기 구성품을 만지기 전에 기타 정전기 예방 조치를 취하십시오 .

3 표준 EI 소스를 사용한다면 이온 소스에서 7 개의 전선을 분리하십시오 . 전선을 필요 이상으로 구부리지 마십시오 (그림 14(130 페이지) 및 표 22).

표 22 표준 EI 이온 소스 전선

전선 색상	연결 대상	리드의 개수
파란색	입구 렌즈	1
주황색	이온 초점	1
흰색	필라멘트 1(상단 필라멘트)	2
빨간색	반사 전극	1
검은색	필라멘트 2(하단 필라멘트)	2

주의 전선이 아닌 커넥터를 잡아 당겨야 합니다 .

4 추출기 EI 소스를 사용한다면 이온 소스에서 8 개의 전선을 분리하십시오 . 전선을 필요 이상으로 구부리지 마십시오 (그림 14(130 페이지) 및 표 23).

표 **23** 추출기 EI 이온 소스 전선

전선 색상	연결 대상	리드의 개수
파란색	입구 렌즈	1
주황색	이온 초점	1
흰색	필라멘트 1(상단 필라멘트)	2
빨간색	반사 전극	1
검은색	필라멘트 2(하단 필라멘트)	2
갈색	추출기 렌즈	1

5 이온 소스 가열기 및 온도 센서의 전선을 피드스루 기판까지 따라갑니다. 거기서 전선을 분리합니다 .

6 이온 소스를 고정하고 있는 나비 나사를 제거합니다 .

7 이온 소스를 소스 라디에이터 밖으로 당깁니다 .

주 의

분석기는 고온에서 작동합니다 . 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오 .

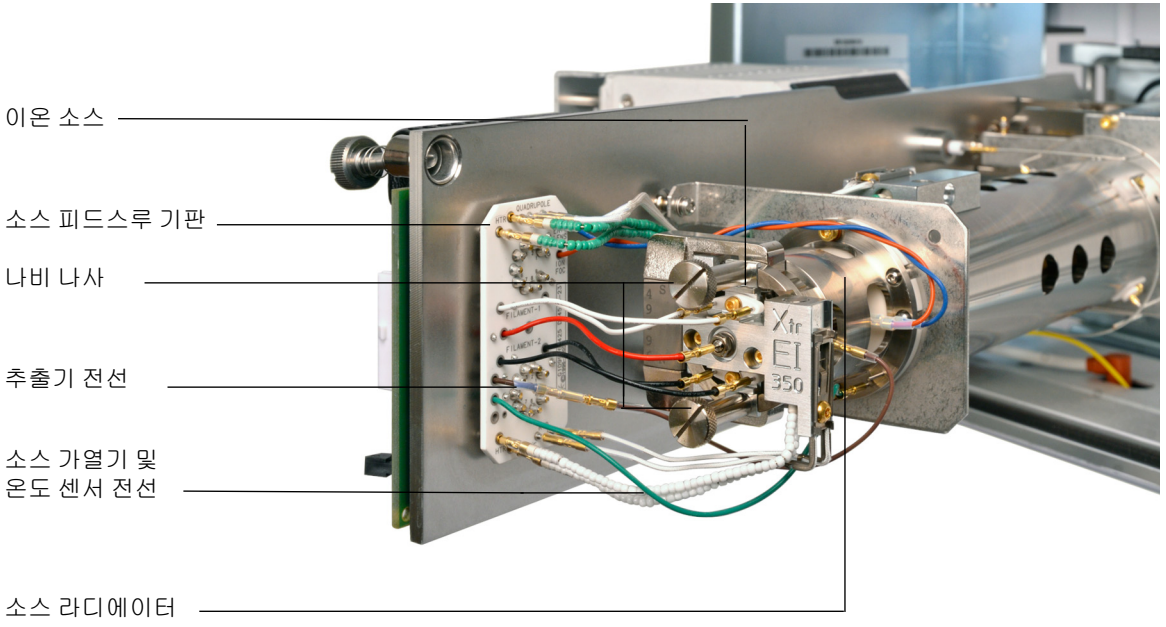


그림 **14** EI 이온 소스 제거

표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 분해하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1 이온 소스를 제거합니다. “EI 이온 소스를 제거하려면”(128페이지) 을 참조하십시오 .

2 필라멘트에서 도금된 나사 2개를 제거하고 소스에서 필라멘트를 제거합니다. 그림 15(132 페이지) 을 참조하십시오 .

3 소스 가열기 블록 어셈블리에서 도금된 나사 2 개를 풀고 소스 본체에서 반사 전극 어셈블리를 분리합니다 . 반사 전극 어셈블리에는 소스 가열기 블록 어셈블리 , 반사 전극 및 관련 부품이 포함됩니다 .

4 반사 전극 너트와 와셔를 제거하고 소스 가열기 블록 어셈블리에서 반사 전극을 제거합니다 .

5 소스 가열기 블록 어셈블리에서 반사 전극 절연체와 반사 전극 블록 삽입물을 제거합니다 .

6 소스 본체의 옆면에 있는 도금된 고정 나사를 제거합니다 .

7 드로아웃 판을 눌러서 소스 본체의 다른 끝으로부터 입구 렌즈 , 이온 초점 렌즈 , 드로아웃 실린더 및 드로아웃 판을 제거합니다 .

8 인터페이스 소켓을 풉니다 . 10mm 양입 렌치가 인터페이스 소켓의 평평한 부분에 맞습니다 .

9 렌즈 절연체에서 입구 렌즈 및 이온 초점 렌즈를 제거합니다 .

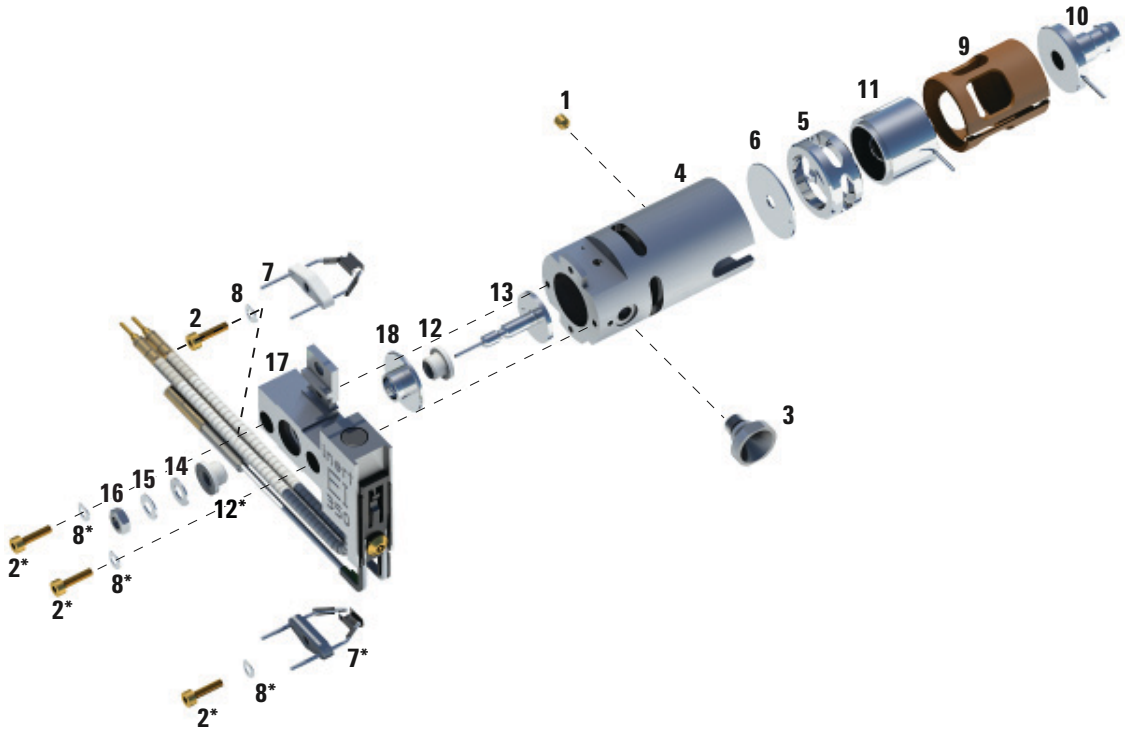


그림 **15** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 분해

표 **24** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 부품 목록 (그림 15)

항목 번호	항목 설명
1	도금 고정 나사
2	도금 나사
3	인터페이스 소켓
4	소스 본체
5	드로아웃 실린더
6	드로아웃 판

표 **24** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 부품 목록 (그림 15) (계속)

항목 번호	항목 설명
7	4 회전 필라멘트
8	스프링 와셔
9	렌즈 절연체
10	입구 렌즈
11	이온 초점 렌즈
12	반사 전극 절연체
13	반사 전극
14	평 와셔
15	접시 스프링 와셔
16	반사 전극 너트
17	소스 가열기 블록 어셈블리
18	반사 전극 블록 삽입물

추출기 IE 이온 소스를 분해하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1 이온 소스를 제거합니다. 128페이지의 "EI 이온 소스를 제거하려면"을 참조하십시오 . 을 참조하십시오 .

2 도금된 나사 2 개를 제거하고 소스에서 필라멘트를 분리하여 필라멘트를 제거합니다 . 그림 16(135 페이지) 을 참조하십시오 .

3 소스 가열기 블록 어셈블리에서 도금된 나사 2 개를 풀고 소스 본체에서 반사 전극 어셈블리를 분리합니다 . 반사 전극 어셈블리에는 소스 가열기 블록 어셈블리 , 반사 전극 및 관련 부품이 포함됩니다 .

4 소스 본체의 옆면에 있는 도금된 고정 나사를 제거합니다 .

5 소스 본체에서 입구 렌즈 및 이온 초점 렌즈를 잡아당겨 제거합니다 .

6 추출기 렌즈 및 절연체를 제거합니다 .

7 렌즈 절연체에서 입구 렌즈 및 이온 초점 렌즈를 분리합니다 .

8 소스 가열기 블록 어셈블리에서 반사 전극 너트 , 와셔 및 절연체를 제거하고 반사 전극을 제거합니다 .

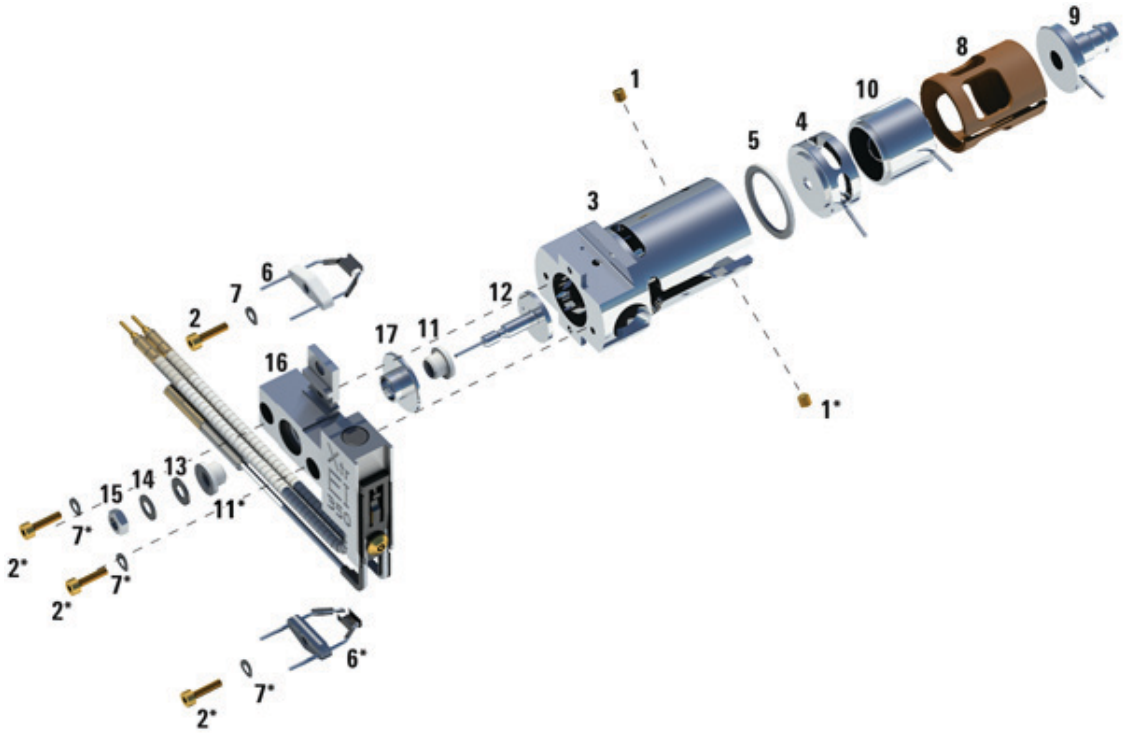


그림 **16** 추출기 EI 소스 분해

표 **25** 추출기 이온 소스 부품 목록 그림 16

항목 번호	항목 설명
1	고정 나사
2	나사
3	소스 본체
4	추출기 렌즈
5	추출기 렌즈 절연체
6	필라멘트

표 **25** 추출기 이온 소스 부품 목록 (계속) 그림 16

항목 번호	항목 설명
7	스프링 와셔
8	렌즈 절연체
9	입구 렌즈
10	이온 초점 렌즈
11	반사 전극 절연체
12	반사 전극
13	평 와셔
14	접시 스프링 와셔
15	반사 전극 너트
16	소스 가열기 블록 어셈블리
17	절연체

EI 이온 소스를 청소하려면

필요한 재료

- 연마지 (5061-5896)
- 알루미나 연마분 (8660-0791)
- 깨끗한 알루미늄 호일
- 깨끗한 천 (05980-60051)
- 면봉 (5080-5400)
- 유리 비커 , 500mL
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 용매
  - 아세톤 , 시약 등급
  - 메탄올 , 시약 등급
  - 염화메틸렌 , 시약 등급
- 초음파 세척기

사전 준비

1 이온 소스를 분해합니다. “표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 분해하려면”(131 페이지) 또는 “ 추출기 IE 이온 소스를 분해하려면 ”(134 페이지) 을 참조하십시오 .

2 표준 또는 불활성 EI 소스의 청소할 다음 부품들을 수집합니다 . (그림 17(139 페이지))
  - 반사 전극
  - 인터페이스 소켓
  - 소스 본체
  - 드로아웃 판
  - 드로아웃 실린더
  - 이온 초점 렌즈
  - 입구 렌즈

3 추출기 EI 소스에 대해 청소할 다음 부품들을 수집합니다. (그림 17(139 페이지))

- 반사 전극
- 절연체
- 소스 본체
- 추출기 렌즈
- 이온 초점 렌즈
- 입구 렌즈

이들은 시료 또는 이온 살에 접해 있는 부품입니다 . 다른 부품들은 일반적으로 청소가 필요 없습니다 .

주 의

절연체가 더럽다면 시약 등급의 메탄올에 적신 면봉으로 닦으십시오 . 그래도 절연체가 깨끗해지지 않는다면 교체하십시오 . 절연체를 연마하거나 초음파로 청소하지 마십시오 .

그림 **17** 청소할 소스 부품

절차

주의 필라멘트 , 소스 가열기 어셈블리 및 절연체는 초음파로 청소할 수 없습니다 . 심하게 오염이 된다면 이들 부품을 교체하십시오 .

1 오일이 분석기로 역류하는 등 , 오염이 심각하다면 오염된 부품을 교체하는 것이 좋습니다 .

2 시료 또는 이온 살에 닿는 표면은 연마재로 청소하십시오 .

면봉에 시약 등급의 메탄올과 알루미나 분말의 연마 슬러리를 사용하십시오 . 충분한 힘을 가해서 모든 변색 부분을 제거하십시오 . 부품을 윤나게 닦을 필요는 없습니다 . 작은 상처는 성능에 영향을 주지 않습니다 . 또한 필라멘트 안의 전자가 소스 본체로 들어오는 변색 부분을 연마재로 닦으십시오 .

3 시약 등급의 메탄올로 모든 연마 잔여물을 헹궈 내십시오 .

반드시 초음파 청소 전에 모든 연마 잔여물을 헹궈야 합니다 . 메탄올이 탁하게 되거나 눈에 보이는 입자가 생긴다면 3 번 헹구십시오 .

4 연마재로 청소한 부품과 연마재로 청소하지 않은 부품을 분리하십시오 .

5 부품을(그룹별로) 15분 동안 초음파로 청소하십시오. 더러워진 부품은 다음에 표시한 순서대로 3 개의 용매를 모두 사용하여 각각 15 분씩 청소하십시오 .

- 염화메틸렌 (시약 등급)
- 아세톤 (시약 등급)
- 메탄올 (시약 등급)

라우팅 청소는 메탄올로 충분합니다 .

주의 이들 모든 용매는 유해합니다 . 퓨움 배출 후드 안에서 작업하고 적절한 모든 예방 조치를 취하십시오 .

6 부품을 깨끗한 비커 안에 넣습니다 . 비커를 깨끗한 알루미늄 호일로 느슨하게 덮습니다 (윤기 없는 면을 아래로)

7 청소한 부품을 오븐에서 100 °C 로 5~6 분 건조합니다 .

주 의

부품을 만지기 전에 식히십시오 .

참 고

청소하고 건조한 부품을 다시 오염시키지 않도록 주의하십시오 . 이들 부품을 취급하기 전에 새로 산 깨끗한 장갑을 끼십시오 . 더러운 곳에 청소한 부품을 놓지 마십시오 . 깨끗하고 보푸라기 없는 천 위에만 놓으십시오 .

표준 또는 불활성 EI 이온 소스를 조립하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1 반사 전극 어셈블리를 조립합니다 .
   a 반사 전극 블록 삽입물을 소스 가열기 블록 어셈블리 안에 설치합니다 . 그림 18(143 페이지) 을 참조하십시오 .
   b 반사 전극 절연체를 소스 가열기 블록 어셈블리 및 반사 전극 블록 삽입물 안에 설치합니다 .
   c 반사 전극 절연체를 통해 반사 전극을 설치하고 반사 전극 샤프트 끝에 평 와셔 , 접시 스프링 와셔를 설치한 다음 , 반사 전극 너트를 손으로 조여 고정합니다 .
2 드로아웃 판과 드로아웃 실린더를 소스 본체에 삽입합니다 . 그림 18(143 페이지) 을 참조하십시오 .
3 이온 초점 렌즈 , 입구 렌즈 및 랜즈 절연체를 조립합니다 .
4 조립한 부품들을 소스 본체에 밀어 넣습니다 .
5 렌즈를 제자리에 고정하는 나사를 설치합니다 .

주 의

반사 전극 너트를 과도하게 조이지 마십시오 . 과도하게 조일 경우 소스의 온도가 높아지면 세라믹 반사 전극 절연체가 파손됩니다 . 너트는 손으로만 조여야 합니다 .

6 인터페이스 소켓을 설치합니다 .
7 도금 나사 2 개와 스프링 와셔를 사용하여 반사 전극 어셈블리를 소스 본체에 부착합니다 .
8 도금 나사 2 개와 스프링 와셔를 사용하여 필라멘트를 설치합니다 .

주의 인터페이스 소켓을 과도하게 조이지 마십시오 . 과도하게 조이면 나사산이 벗겨질 수 있습니다 .

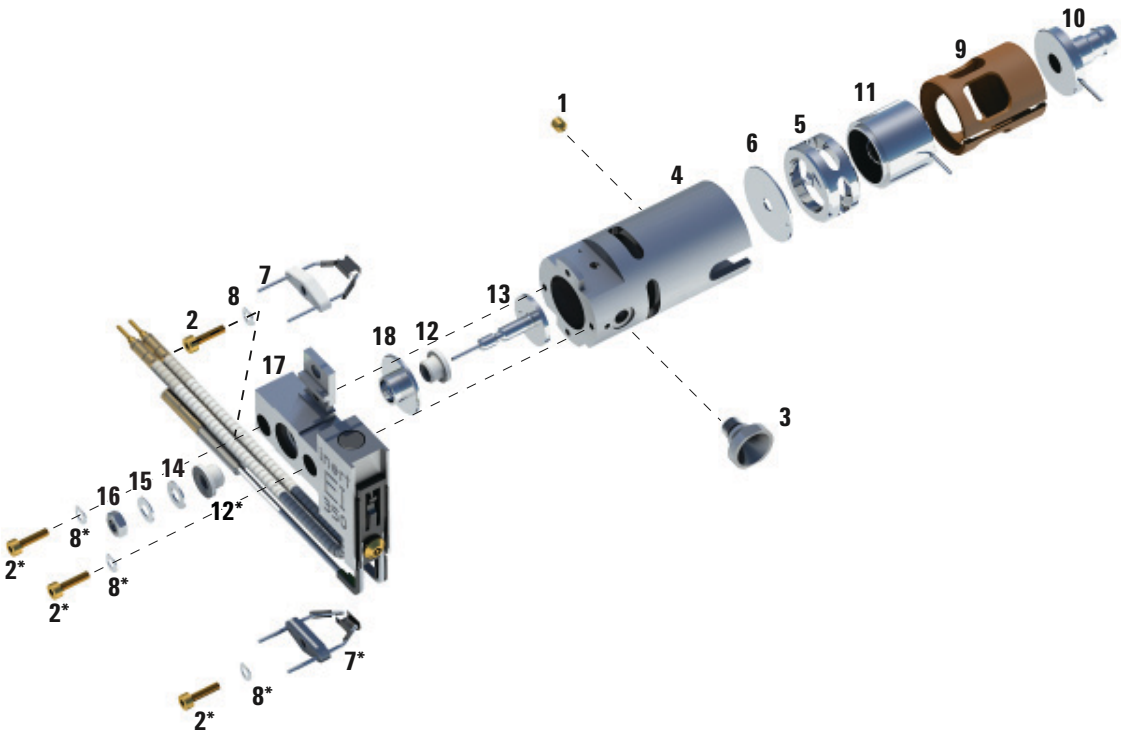


그림 **18** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 조립

표 **26** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 부품 목록 (그림 18)

항목 번호	항목 설명
1	고정 나사
2	고정 나사
3	인터페이스 소켓

표 **26** 표준 또는 불활성 EI 이온 소스 부품 목록 (그림 18)

항목 번호	항목 설명
4	소스 본체
5	드로아웃 실린더
6	드로아웃 판
7	4 회전 필라멘트
8	스프링 와셔
9	렌즈 절연체
10	입구 렌즈
11	이온 초점 렌즈
12	반사 전극 절연체
13	반사 전극
14	접시 스프링 와셔
15	평 와셔
16	반사 전극 너트
17	소스 가열기 블록
18	반사 전극 블록 삽입물

추출기 EI 이온 소스를 조립하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1 세라믹 와셔를 소스 본체에 밀어 넣습니다 .
2 추출기 렌즈의 평평한 면을 먼저 소스 본체에 삽입합니다 (그림 19).
3 (그림 24) 의 순서대로 입구 렌즈와 이온 초점 렌즈를 절연체에 삽입합니다 .
4 이온 초점 렌즈를 추출기 렌즈와 맞댄 상태로 , 이온 초점이 포함된 절연체와 입구 렌즈를 소스 본체에 밀어 넣습니다 (그림 19).
5 렌즈를 제자리에 고정하는 도금 나사 2 개를 설치합니다 .
6 반사 전극 어셈블리를 조립합니다 .
   a 반사 전극 블록 삽입물을 소스 가열기 블록 어셈블리 안에 설치합니다 . 그림 18(143 페이지) 을 참조하십시오 .
   b 반사 전극 절연체를 소스 가열기 블록 어셈블리 및 반사 전극 블록 삽입물 안에 설치합니다 .
   c 반사 전극 절연체를 통해 반사 전극을 설치하고 반사 전극 샤프트 끝에 평와셔 , 접시 스프링 와셔를 설치한 다음 , 반사 전극 너트를 손으로 조여 고정합니다 .

주의

반사 전극 너트를 과도하게 조이지 마십시오 . 과도하게 조일 경우 소스의 온도가 높아지면 세라믹 반사 전극 절연체가 파손됩니다 . 너트는 손으로만 조여야 합니다 .

7 도금 나사 2 개와 스프링 와셔를 사용하여 반사 전극 어셈블리를 소스 본체에 부착합니다 .

8 도금 나사 2 개와 스프링 와셔를 사용하여 필라멘트를 설치합니다 .

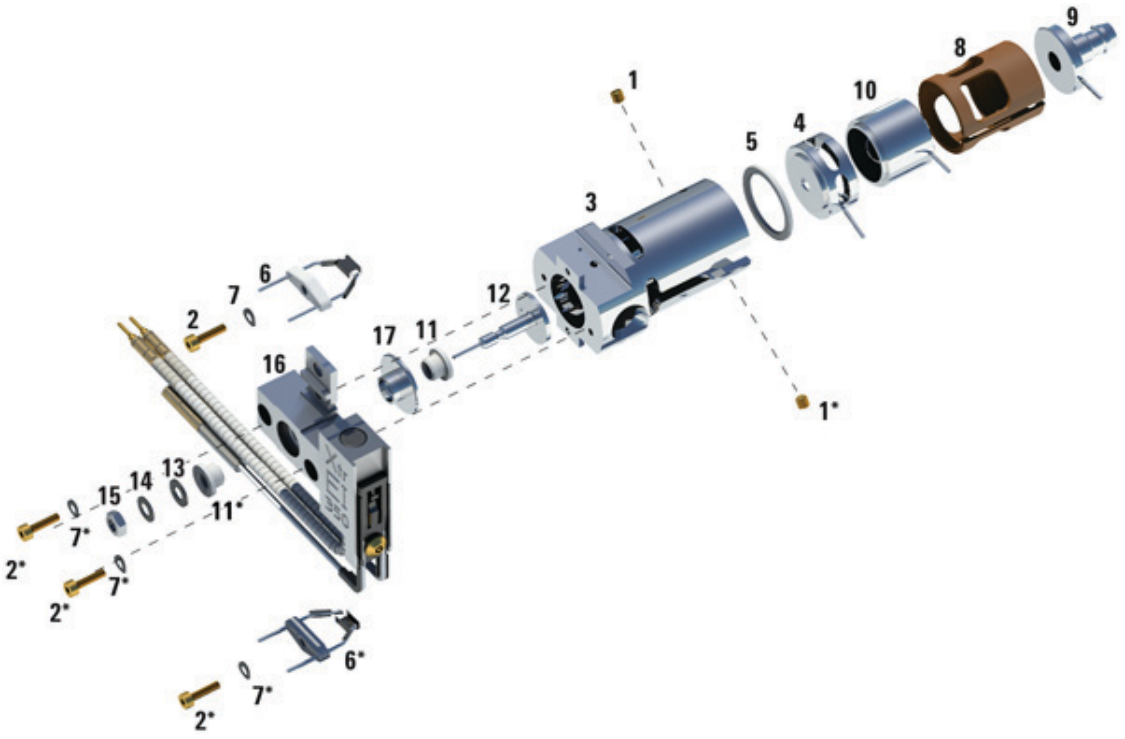


그림 **19** 추출기 EI 소스 조립

표 **27** 이온 소스 부품 목록 (그림 19)

항목 번호	항목 설명
1	고정 나사
2	나사
3	소스 본체
4	추출기 렌즈

표 **27** 이온 소스 부품 목록 (그림 19) (계속)

항목 번호	항목 설명
5	추출기 렌즈 절연체
6	필라멘트
7	스프링 와셔
8	렌즈 절연체
9	입구 렌즈
10	이온 초점 렌즈
11	반사 전극 절연체
12	반사 전극
13	평 와셔
14	접시 스프링 와셔
15	반사 전극 너트
16	소스 가열기 블록 어셈블리
17	반사 전극 블록 삽입물

EI 소스에서 필라멘트를 교체하려면

필요한 재료

- 필라멘트 어셈블리 (G2590-60053)
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)

절차

1 MSD 를 배출합니다 . 54 페이지의 “MSD 배출 ” 을 참조하십시오 .

주의

분석기는 고온에서 작동합니다 . 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오 .

2 분석실을 엽니다 . 76 페이지의 “ 분석실을 열려면 ” 을 참조하십시오 .

3 이온 소스를 제거합니다. 128페이지의 “EI 이온 소스를 제거하려면”을 참조하십시오 .

4 필라멘트용 와셔 및 도금 나사를 제거합니다 .

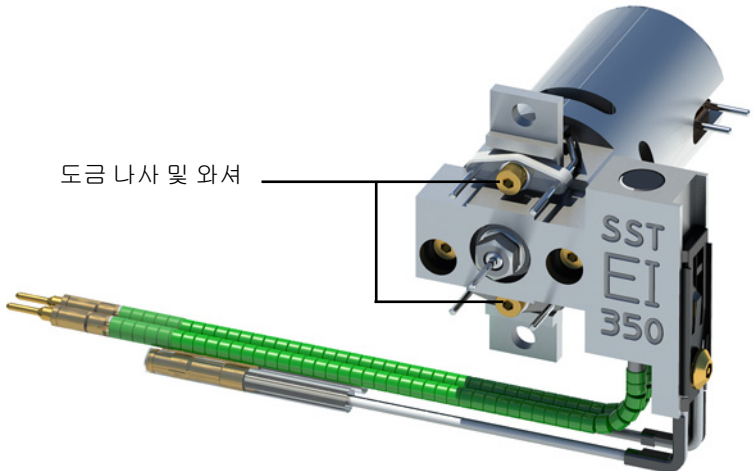


그림 **20** 필라멘트 변경

5 새로운 필라멘트를 도금 나사와 와셔로 고정합니다 .

6 필라멘트를 설치한 후에 소스 본체에 접지되어 있지 않은지 확인합니다 .

7 이온 소스를 설치합니다. “EI 이온 소스를 설치하려면”(150페이지) 을 참조하십시오 .

8 분석실을 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

9 MSD를 펌프 다운합니다. “MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면”(82페이지) 을 참조하십시오 .

10 MSD를 오토튜닝합니다. “MSD 를 EI 모드에서 튜닝하려면 ”(66 페이지) 을 참조하십시오 .

11 Manual Tune(수동 튠) 대화 상자에서 **Filament(**필라멘트**)** 파라미터는 해당 필라멘트 숫자에 **1** 또는 **2** 를 입력할 수 있습니다 . 이전 오토튜닝 중에 어떤 숫자가 있었는지 상관 없이 다른 필라멘트 숫자를 입력합니다 .

12 MSD 를 다시 오토튜닝합니다 .

13 최상의 결과를 낳는 필라멘트 숫자를 입력합니다 .

첫 번째 필라멘트 숫자를 사용하기로 결정했다면 , 오토튠을 다시 실행하여 튠 파라미터들이 해당 필라멘트와 호환되는지 확인하십시오 .

14 **File(** 파일 **)** 메뉴에서 **Save Tune Parameters(** 튠 파라미터 저장 **)** 을 선택합니다 .

EI 이온 소스를 설치하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 롱 노우즈 플라이어 (8710-1094)

절차

1 이온 소스를 소스 라디에이터 안으로 밀어 넣습니다 .

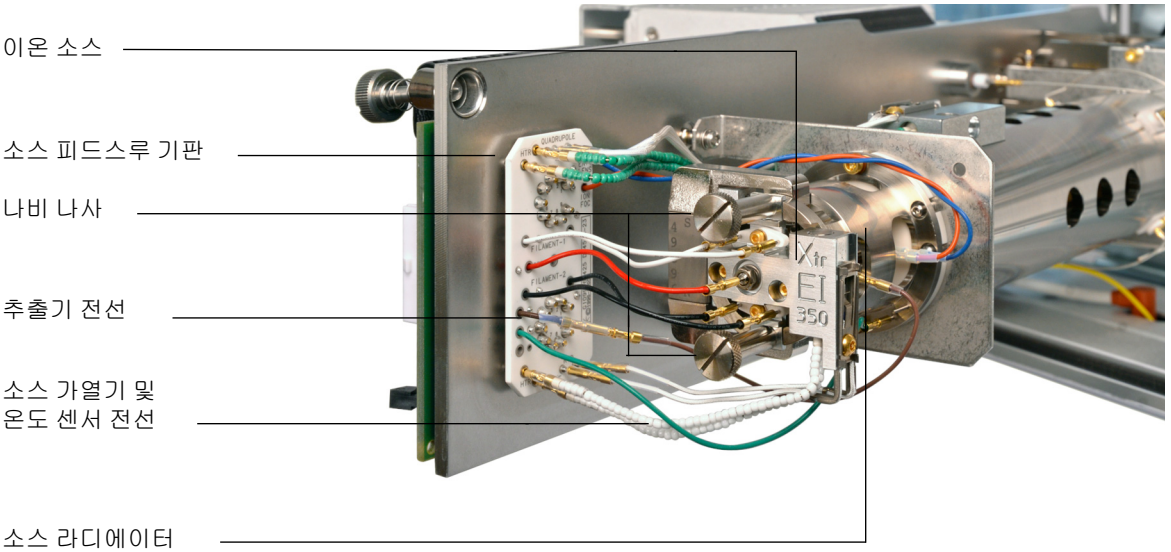


그림 21 EI 이온 소스 설치

2 소스 나비 나사를 설치하고 손으로 조입니다. 나비 나사를 과도하게 조이지 마십시오 .

3 그림 8(80 페이지) 에서와 같이 이온 소스 전선을 연결합니다 .

4 분석실을 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

전자 증배관을 교체하려면

필요한 재료

- 전자 증배관 (G3170-80103)
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)

절차

1 MSD 를 배출합니다 . 73 페이지의 “MSD 를 배출하려면 ” 을 참조하십시오 .

2 분석실을 엽니다 . “ 분석실을 열려면 ”(76 페이지) 을 참조하십시오 .

3 고정 클립을 엽니다 . 클립의 암을 위로 올린 다음 , 클립을 빙 돌려 전자 증배관에서 분리합니다 .

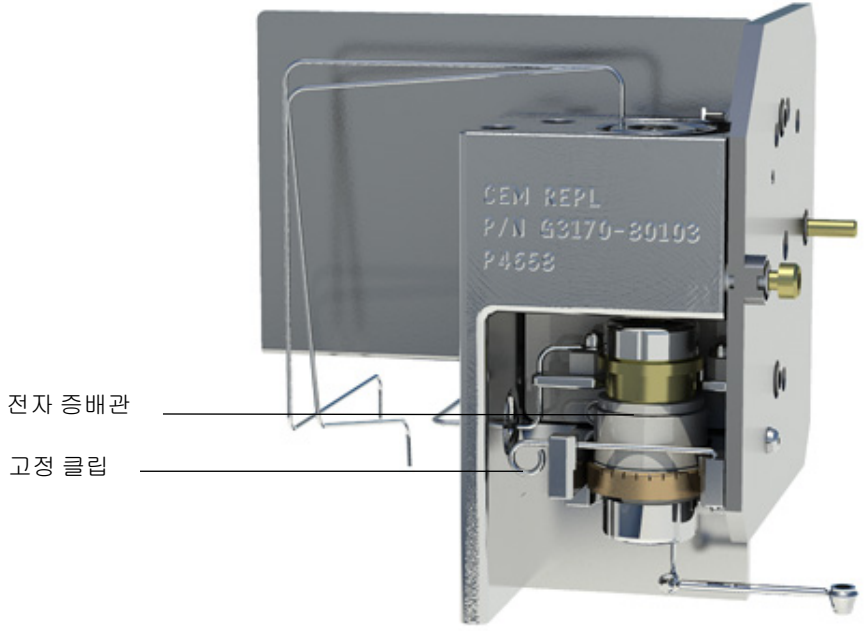


그림 **22** EI 이온 소스 설치

4 전자 증배관을 제거합니다 .

5 새로운 전자 증배관을 설치합니다 .

6 고정 클립을 닫습니다 .

증배관의 신호 핀은 접촉끈 안에서 루프의 외부에 있어야 합니다 . 신호 핀을 접촉끈 안의 루프 내부에 넣지 마십시오 . 잘못 설치하면 감도가 낮아지거나 신호가 없어질 수 있습니다 .

7 분석실을 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

8 MSD를 펌프 다운합니다. “MSD를 EI 모드에서 펌프 다운하려면”(82페이지) 을 참조하십시오 .

6
CI 유지보수

일반 정보 154
CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 155
CI 이온 소스를 제거하려면 157
CI 이온 소스를 분해하려면 159
CI 이온 소스를 청소하려면 162
CI 이온 소스를 조립하려면 164
CI 이온 소스를 설치하려면 167
CI 소스에서 필라멘트를 교체하려면 168

이 장은 화학 이온화 하드웨어가 장착된 5977 시리즈 MSD 에 고유한 유지보수 절차 및 요구사항에 대해 설명합니다 .

일반 정보

이온 소스 청소

MSD 를 CI 모드로 작동할 때 주된 영향은 이온 소스를 보다 자주 청소해야 한다는 점입니다 . CI 작동 시에는 CI 에 더 높은 소스 압력이 필요하기 때문에 EI 작동 시보다 이온 소스실이 빨리 오염됩니다 .

경고 위험한 용제를 사용한 유지보수 절차는 항상 퓨움 배출 후드 아래에서 수행하십시오 . **MSD** 를 반드시 통풍이 잘 되는 곳에서 작동하십시오 .

암모니아

시약 기체로 사용되는 암모니아는 포어라인 펌프를 유지보수해야 하는 필요성을 높입니다 . 암모니아는 포어라인 펌프 오일이 더 빨리 소모되게 합니다 . 따라서 표준 포어라인 진공 펌프 안의 오일을 보다 자주 점검하고 교체해야 합니다 .

암모니아를 사용한 후에는 항상 MSD 를 메탄으로 퍼지하십시오 .

반드시 탱크가 수직으로 똑바로 서있는 상태가 되도록 암모니아를 설치하십시오 . 이렇게 해야 액체 암모니아가 유량 모듈로 흘러들어가는 것이 방지됩니다 .

CI 작동을 위해 MSD 를 설정하려면

MSD 를 CI 모드 작동을 위해 설정할 때는 오염과 공기 누출을 피하기 위해 특별히 유의해야 합니다 .

지침

- CI 소스의 설치를 위해 EI 모드에서 배출하기 전에 GC/MSD 시스템이 올바르게 작동하는지 확인하십시오 . “ 시스템 성능을 확인하려면 ”(68 페이지) 을 참조하십시오 .
- 시약 기체 주입 라인에 기체 정화기가 장착되어 있는지 확인하십시오 (암모니아용으로는 부적절).
- 초고순도의 시약 기체를 사용하십시오 . 메탄은 99.99% 이상 , 기타 시약 기체도 비슷한 순도가 권장됩니다 .

CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면

필요한 재료

- 인터페이스 끝 밀봉 (G1999-60412)

  인터페이스 끝 밀봉이 CI 소스 및 추출 소스에 대해 올바른 위치에 있어야 합니다.

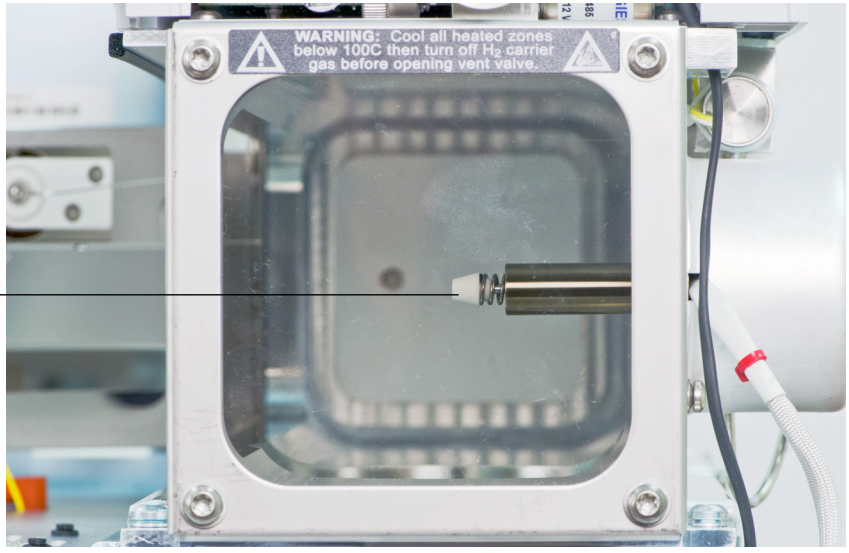
주의

민감한 구성품을 손상시킬 수 있는 측면 기판에 분석기 구성품에 대한 정전 방전이 전도됩니다. 접지된 정전기 방지 손목 밴드를 착용하고 분석실을 열기 전에기타 정전기 예방 조치를 실시하십시오.

절차

1 EI Etr 소스나 CI 소스가 설치되어 있는지 확인합니다. 표준 EI SST 소스나 EI 불활성 소스가 설치되어 있을때는 끝 밀봉을 설치하면 안 됩니다.

2 이온 소스 보관 상자에서 CI/Xtr 끝 밀봉을 제거하고 인터페이스의 끝 위에 놓습니다.



3 분석기와 인터페이스의 정렬을 조심스럽게 확인합니다.

분석기가 올바르게 정렬되어 있다면 , 인터페이스 끝 밀봉의 스프링 장력을 제외하고는 어떤 저항도 없이 분석기를 완전히 닫을 수 있습니다 .

주 의

이들 부품이 어긋난 상태인데 분석기를 무리해서 닫으면 밀봉이나 인터페이스 또는 이온 소스가 손상되거나 측판이 밀봉되지 않습니다 .

4 측판의 경첩을 살짝 움직여 분석기와 인터페이스를 정렬할 수 있습니다 . 그래도 분석기가 닫히지 않는다면 Agilent Technologies 서비스 담당자에게 연락하십시오 .

CI 이온 소스를 제거하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 롱 노우즈 플라이어 (8710-1094)

절차

1 MSD 를 배출합니다 . “MSD 를 배출하려면 ”(73 페이지) 을 참조하십시오 .

2 분석실을 엽니다 . “ 분석실을 열려면 ”(76 페이지) 을 참조하십시오 .

반드시 정전기 방지 손목 밴드를 사용하고 분석기 구성품을 만지기 전에 기타 정전기 예방 조치를 취하십시오 .

3 이온 소스에서 7 개의 전선을 분리합니다 . 펜치를 사용하여 소스에서 금속 커넥터를 당겨 뺍니다 . 전선을 필요 이상으로 구부리지 마십시오 . 전선의 색상 코딩은 표 28 에서 참조하십시오 .

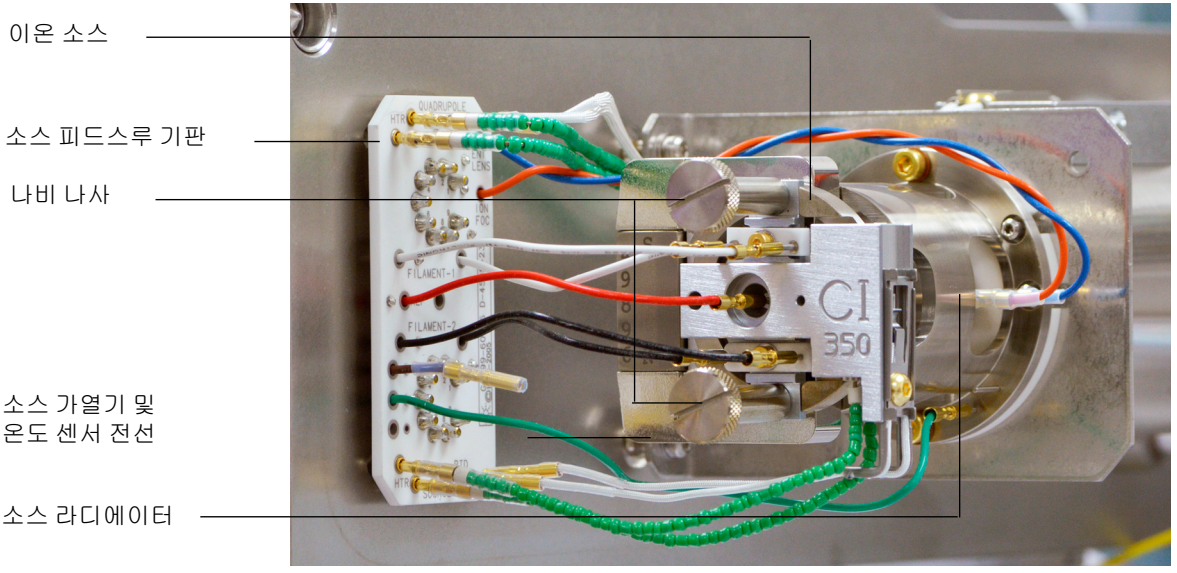


표 28 표준 CI 이온 소스 전선

전선 색상	연결 대상	리드의 개수
파란색	입구 렌즈	1
주황색	이온 초점	1
흰색	필라멘트 1(상단 필라멘트)	2
빨간색	반사 전극	1
검은색	필라멘트 2(하단 필라멘트)	2

4 이온 소스 가열기 및 온도 센서의 전선을 피드스루 기판까지 따라갑니다. 플라이어로 금속 커넥터를 당겨서 피드스루 기판 연결 부위에서 4 개의 전선을 분리합니다 .

주 의

전선이 아닌 커넥터를 잡아 당겨야 합니다 .

5 이온 소스를 고정하고 있는 나비 나사를 제거합니다 .

6 이온 소스를 소스 라디에이터 밖으로 당깁니다 .

경 고

분석기는 고온에서 작동합니다 . 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오 .

CI 이온 소스를 분해하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1. 이온 소스를 제거합니다. “CI 이온 소스를 제거하려면”(157페이지) 을 참조하십시오 .
2. 필라멘트를 제거합니다 . 그림 23(160 페이지) 를 참조하십시오 .
3. 소스의 본체에서 반사 전극 어셈블리를 분리합니다 . 반사 전극 어셈블리에는 소스 가열기 블록 어셈블리 , 반사 전극 및 관련 부품이 포함됩니다 .
4. 반사 전극 및 세라믹 절연체를 제거하여 분리합니다 .
5. 렌즈의 고정 나사를 제거합니다 .
6. 렌즈 어셈블리를 소스 본체 밖으로 당깁니다 .
7. 소스 본체에서 드로아웃 (drawout) 실린더 및 드로아웃 판을 제거합니다 .
8. 이온 초점 렌즈 , 입구 렌즈 및 절연체를 분리합니다 .

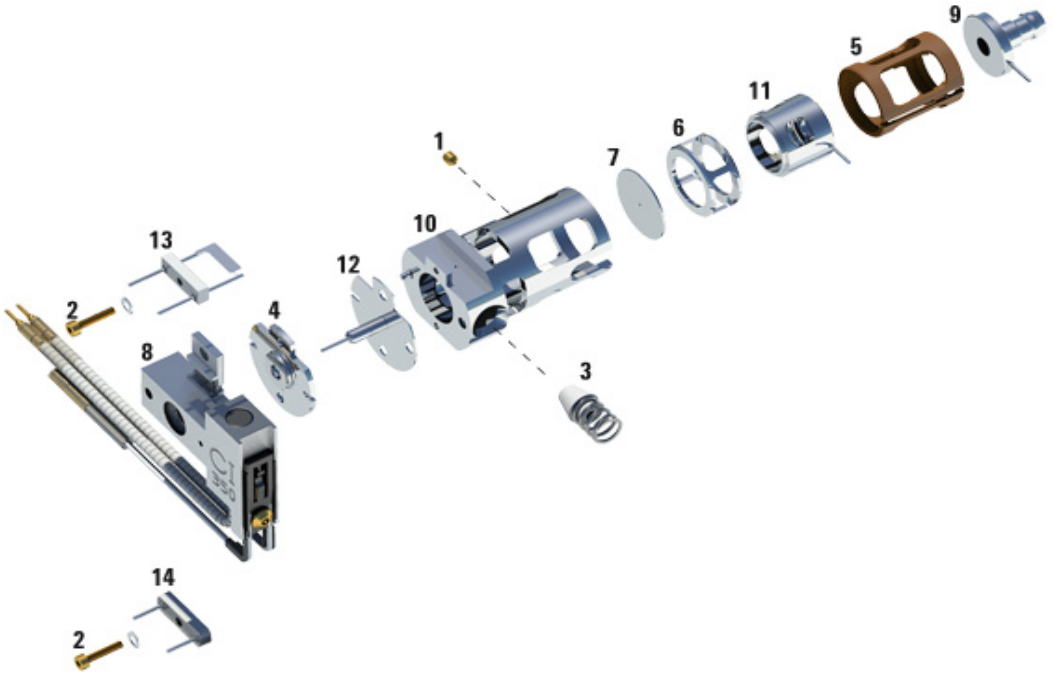


그림 **23** CI 이온 소스 분해

표 **29** CI 이온 소스 부품 목록 (그림 23)

항목 번호	항목 설명
1	고정 나사
2	필라멘트 나사
3	CI 인터페이스 끝 밀봉
4	CI 반사 전극 절연체

표 29 CI 이온 소스 부품 목록 (그림 23)

항목 번호	항목 설명
5	CI 렌즈 절연체
6	CI 드로아웃 실린더
7	CI 드로아웃 판
8	CI 소스 가열기 블록 어셈블리
9	입구 렌즈
10	CI 소스 본체
11	CI 이온 초점 렌즈
12	CI 반사 전극
13	CI 필라멘트
14	모조 필라멘트

CI 이온 소스를 청소하려면

필요한 재료

- 연마지 (5061-5896)
- 알루미나 연마분 (8660-0791)
- 깨끗한 알루미늄 호일
- 깨끗한 천 (05980-60051)
- 면봉 (5080-5400)
- 유리 비커 , 500mL
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 용매
  - 아세톤 , 시약 등급
  - 메탄올 , 시약 등급
  - 염화메틸렌 , 시약 등급
- 초음파 세척기

사전 준비

1 이온 소스를 분해합니다. “CI 이온 소스를 분해하려면”(159페이지) 을 참조하십시오 .

2 CI 소스의 청소할 다음 부품들을 수집합니다 . (그림 24(163 페이지))
   - 반사 전극
   - 소스 본체
   - 드로아웃 판
   - 드로아웃 실린더
   - 이온 초점 렌즈
   - 입구 렌즈

이들은 시료 또는 이온 살에 접해 있는 부품입니다 . 다른 부품들은 일반적으로 청소가 필요 없습니다 .

3 “EI 이온 소스를 청소하려면 ”(137 페이지) 에서 설명하는 대로 부품을 청소합니다 .

주의

절연체가 더럽다면 시약 등급의 메탄올에 적신 면봉으로 닦으십시오 . 그래도 절연체가 깨끗해지지 않는다면 교체하십시오 . 절연체를 연마하거나 초음파로 청소하지 마십시오 .

그림 **24** 청소할 CI 소스 부품

CI 이온 소스를 조립하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 2.0mm(8710-1804)
- 양입 렌치 , 10mm(8710-2353)

절차

1 이온 초점 렌즈 , 입구 렌즈 및 렌즈 절연체를 조립합니다 .
2 드로아웃 판과 드로아웃 실린더를 소스 본체에 밀어 넣습니다(그림 25(165페이지)).
3 조립한 렌즈 부품을 소스 본체에 밀어 넣습니다 .
4 렌즈를 제자리에 고정하는 나사를 설치합니다 .
5 반사 전극 , 반사 전극 절연체 , 와셔 , 반사 전극 너트 및 소스 가열기 블록을 소스 본체에 설치합니다 .

주 의

반사 전극 너트를 과도하게 조이지 마십시오 . 과도하게 조일 경우 소스의 온도가 높아지면 세라믹 반사 전극 절연체가 파손됩니다 . 너트는 손으로만 조여야 합니다 .

6 도금 나사와 스프링 와셔를 사용하여 필라멘트를 다시 설치합니다 .

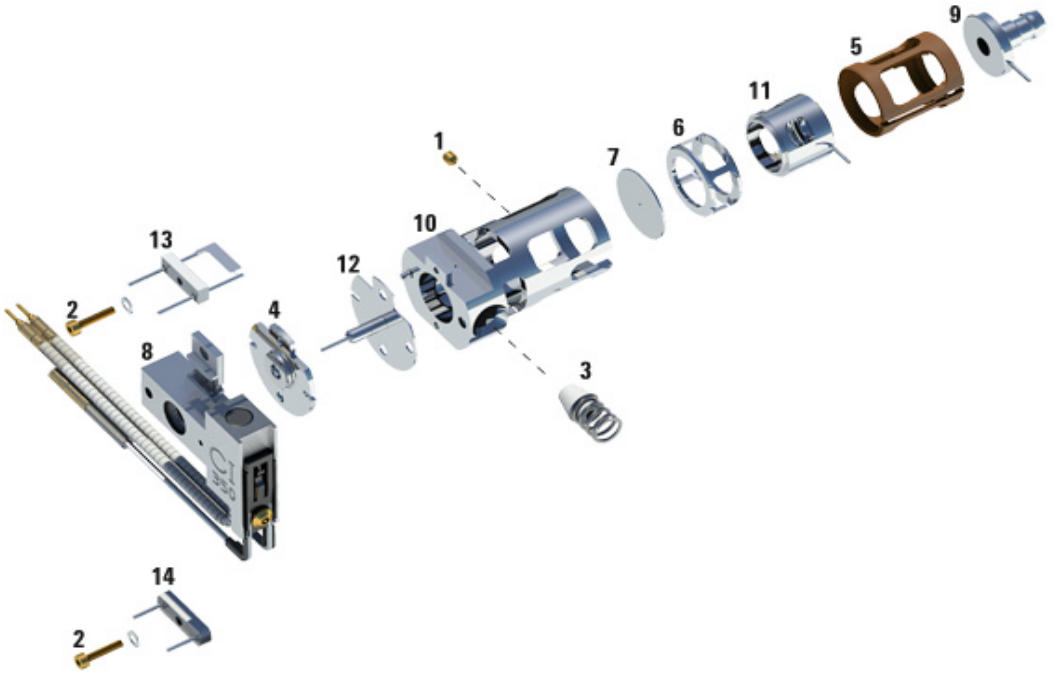


그림 **25** CI 이온 소스 조립

표 **30** CI 이온 소스 부품 목록 (그림 25)

항목 번호	항목 설명
1	고정 나사
2	필라멘트 나사
3	CI 인터페이스 끝 밀봉
4	CI 반사 전극 절연체

표 30 CI 이온 소스 부품 목록 (그림 25)

항목 번호	항목 설명
5	CI 렌즈 절연체
6	CI 드로아웃 실린더
7	CI 드로아웃 판
8	CI 소스 가열기 블록 어셈블리
9	입구 렌즈
10	CI 소스 본체
11	CI 이온 초점 렌즈
12	CI 반사 전극
13	CI 필라멘트
14	모조 필라멘트

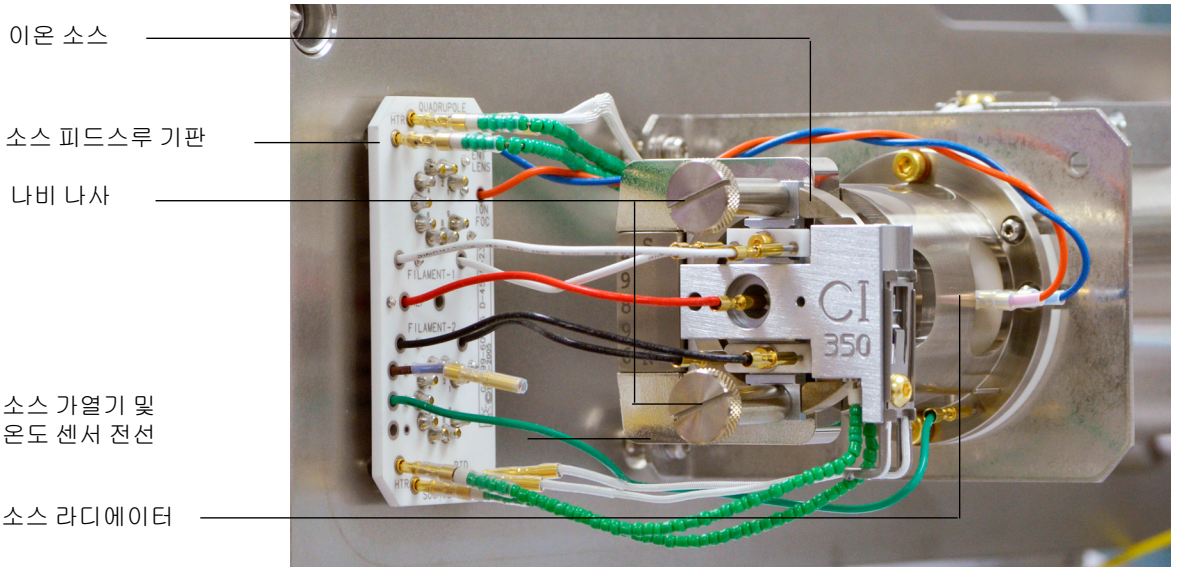
CI 이온 소스를 설치하려면

필요한 재료

- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 롱 노우즈 플라이어 (8710-1094)

절차

7 이온 소스를 소스 라디에이터 안으로 밀어 넣습니다 .



1 소스 나비 나사를 설치하고 손으로 조입니다 . 나비 나사를 과도하게 조이지 마십시오 .

2 “분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 에서와 같이 이온 소스 전선을 연결합니다 .

3 분석실을 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

CI 소스에서 필라멘트를 교체하려면

필요한 재료

- 필라멘트 어셈블리 (G2590-60053)
- 깨끗하고 보푸라기 없는 장갑
  - 대형 (8650-0030)
  - 소형 (8650-0029)
- 헥스 볼 (Hex ball) 드라이버 , 1.5mm(8710-1570)

절차

1 MSD 를 배출합니다 . 54 페이지의 “MSD 배출 ” 을 참조하십시오 .

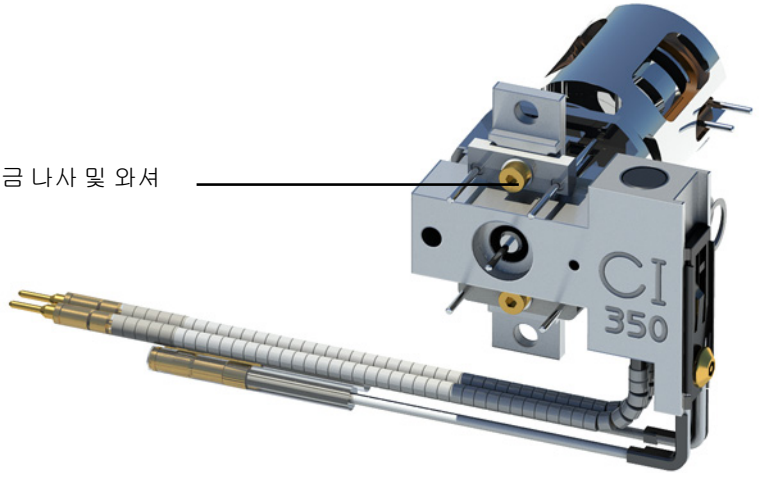
경고

분석기는 고온에서 작동합니다 . 열이 식었는지 확실치 않다면 어떤 부품도 만지지 마십시오 .

2 분석실을 엽니다 . 76 페이지의 “ 분석실을 열려면 ” 을 참조하십시오 .

3 이온 소스를 제거합니다. 157페이지의 “CI 이온 소스를 제거하려면”을 참조하십시오 .

4 필라멘트용 와셔 및 도금 나사를 제거합니다 .



5 새로운 필라멘트를 도금 나사와 와셔로 고정합니다 .

6 필라멘트를 설치한 후에 소스 본체에 접지되어 있지 않은지 확인합니다 .

7 이온 소스를 설치합니다 . “CI/Xtr 인터페이스 끝 밀봉을 설치하려면 ”(155 페이지) 을 참조하십시오 .

8 분석실을 닫습니다 . “ 분석실을 닫으려면 ”(78 페이지) 을 참조하십시오 .

9 MSD를 펌프 다운합니다. “MSD를 CI 모드에서 펌프 다운하려면”(96페이지) 을 참조하십시오 .

10 메탄으로 PCI 오토튠을 실행합니다 . “PCI 오토튠 (메탄 전용) 을 실행하려면 ”(110 페이지) 을 참조하십시오 .

11 **File(** 파일 **)** 메뉴에서 **Save Tune Parameters(** 튠 파라미터 저장 **)** 을 선택합니다 .

Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

미국에서 인쇄 , 2013 년 5 월

G3870-99003