

Agilent 5977B シリーズ MSD

操作マニュアル



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2015

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

マニュアル番号

G7077-96003

エディション

第 1 版、2015 年 8 月

Printed in Ireland

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

保証

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

安全にご使用いただくために

注意

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

警告

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

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 5977B シリーズ質量選択検出器 (MSD) の操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 “はじめに”

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の取り扱いの情報など、5977B シリーズ MSD に関する一般的な情報を記載します。

2 “GC カラムの取り付け”

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

3 “電子イオン化 (EI) モードの操作”

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

4 “化学イオン化 (CI) モードの操作”

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

5 “通常のメンテナンス”

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

6 “CI メンテナンス”

第 6 章では、CI MSD に固有なメンテナンス手順を説明します。

ハードウェアユーザー情報

ハードウェアとソフトウェアには、マニュアル、ビデオ、ユーザーアプリケーション、メソッド開発ツールが付属します。次のメディアに収録されています。

- 「Agilent GC、GC/MS のマニュアル、ツール」 DVD セット (G4600-64006)
- 「Agilent GC/MS ソフトウェア情報、マニュアル」 メモリスティック (G1701-60175)

本 USB および DVD に掲載されているドキュメントの検索およびインストールに関する情報については、「**MassHunter - Agilent 5977B のコントロール クイックスタートドキュメント**」(G7077-96105) を参照してください。

目次

1 はじめに

5977B シリーズ MSD の種類	12
使用する略語	13
5977B シリーズ MSD	15
MSD ハードウェアの説明	17
重要な安全上の警告	19
水素使用時の注意事項	21
GC に関する注意事項	21
トラブル防止措置	24
安全および規制に関する認証	26
製品のクリーニング / リサイクル	29
液体の流入	29
MSD の移設と保管	29
プライマリヒューズを交換するには	30

2 GC カラムの取り付け

カラム	34
スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリ カラムを取り付ける	37
キャピラリカラムのコンディショニング	40
セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付 ける	41
標準のカラムナットを使用して GC/MS インター フェイスにキャピラリカラムを取り付 ける	46

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

データシステムから MSD を操作する	50
GC コントロールパネルから MSD を操作する	51
Web ユーザーインターフェイス (WUI) で MSD を設定する	55
MSD のネットワーク設定を変更する	55
eModule ミニディスプレイ表示	59
フロントパネルの機器ステータス LED	59
GC/MSD インターフェイス	60
MSD のスイッチを入れる前に	62
真空排気	63
温度を制御する	63
カラム流量を制御する	64
MSD を大気開放する	64
マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには	66
MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには	68
[機器コントロール (Instrument Control)] 画面からアナライザ温度を設定するには	70
MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには	72
高真空圧をモニタするには	74
カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには	76
MSD を EI モードでチューニングするには	79

オプションの Self-Cleaning イオン源システムを コンフィグレーションする	81
オプションの Self-Cleaning イオン源システムを コンディショニングする	82
Self-Cleaning イオン源の洗浄モードを使用するため メソッドを編集する	85
Self-Cleaning イオン源の洗浄モードをオフにするた めメソッドを編集する	87
システム性能を検証するには	88
高質量テストを実行するには (5977B シリーズ MSD)	89
MSD カバーを開けるには	92
MSD を大気開放するには	93
MSD を真空排気する	96
MSD を移設または保管するには	99

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

一般的なガイドライン	102
CI GC/MSD インターフェイス	103
CI オートチューニング	105
CI MSD を操作するには	107
MSD を CI モードで真空排気するには	108
CI モード操作で使用するためにソフトウェアを設 定するには	109
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるに は	111
メタン試薬ガス流量を設定するには	114
他の試薬ガスを使用するには	117

PCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガスのみ) 121

NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス) 123

PCI 性能を検証するには 125

NCI 性能を検証するには 126

CI モードの高真空圧をモニタするには 127

5 通常のメンテナンス

始める前に 130

真空システムのメンテナンス 135

アナライザのメンテナンス 136

アナライザを開けるには 138

EI イオン源を取り外すには 141

標準または不活性 EI イオン源を分解するには 144

エクストラクタ搭載 EI イオン源を分解するには 147

EI イオン源を洗浄する 150

標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには 155

エクストラクタ搭載 EI イオン源を組み立てるには 158

EI イオン源のフィラメントを交換するには 161

EI イオン源を取り付けるには 163

イオン源からフィードスルーボードへの配線を取り付ける 164

エレクトロンマルチプライアホーンを交換する 167

アナライザを閉めるには	170
標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには	172
CI イオン源から標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源に切り換えるには	173

6 CI メンテナンス

概要	176
CI モードでのオペレーション用に MSD をセットアップ する	176
CI/ エクストラクタ インターフェイスチップシール を取り付けるには	177
CI イオン源を取り外す	179
CI イオン源を分解する	183
CI イオン源を洗浄するには	186
CI イオン源を組み立てる	189
CI イオン源を取り付けるには	192
CI イオン源フィラメントを取り外す	194
CI イオン源フィラメントを取り付ける	196



1 はじめに

5977B シリーズ MSD の種類	12
使用する略語	13
5977B シリーズ MSD	15
MSD ハードウェアの説明	17
重要な安全上の警告	19
水素使用時の注意事項	21
安全および規制に関する認証	26
製品のクリーニング / リサイクル	29
液体の流入	29
MSD の移設と保管	29
プライマリヒューズを交換するには	30

この章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の使用上の注意など、MSD に関する一般的な情報を記載します。



5977B シリーズ MSD の種類

5977B シリーズの MSD には、ターボ分子ポンプと 4 種類から選択可能なフォアラインポンプ、または Pfeiffer DUO 2.5 フォアラインポンプとペアになった拡散ポンプを備えています。EI イオン源には、標準的なステンレス製の EI イオン源と、イナートプラス MSD モデルで利用可能なエクストラクタ搭載 EI イオン源の 2 種類があります。CI イオン源には、試薬フローのコントロールシステム、CI キャリブレーションシステム、その他の必要なハードウェア機能が備え付けられています。シリアル番号ラベルには、お使いの MSD のタイプを示す製品番号 (表 1) が表示されます。

表 1 使用可能な高真空ポンプ

モジュール名	製品番号	説明	イオン化モード / タイプ
5977B MSD 拡散ポンプ	G7080B	拡散ポンプ	電子イオン化 (EI)/ ステンレス製
5977B MSD ターボポンプ	G7081B	ターボポンプ	電子イオン化 (EI)/ ステンレス製
5977B イナートプラス MSD EI ターボ	G7077B	ターボポンプ MSD	電子イオン化 (EI)/ エクストラクタ
5977B EI/CI MSD	G7078B	ターボポンプ MSD	電子イオン化 (EI)/ エクストラクタ 化学イオン化 /PCI、NCI

使用する略語

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

表 2 略語

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンブラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン（キャリブラント）
CI	化学イオン化
DC	直流
DFTPP	デカフルオロトリフェニルホスフィン（キャリブラント）
DIP	直接導入プローブ (DIP)
DS	データシステム
EI	電子イオン化
EM	エレクトロンマルチプライア（検出器）
EMV	エレクトロンマルチプライア電圧
EPC	Electronic pneumatic control（エレクトロニックニューマティクスコントロール）
eV	エレクトロンボルト
GC	ガスクロマトグラフ
HED	High Energy Dynode（高エネルギーダイノード）（検出器とその電源を示す）
Inert	不活性材料で構築された標準 EI イオン源
Inert+	不活性材料で構築されたエクストラクタ搭載 EI イオン源
id	内径
LAN	ローカルエリアネットワーク
m/z	質量電荷比

表 2 略語 (続き)

略語	定義
MFC	マスフローコントローラ
MSD	質量選択検出器
NCI	ネガティブ CI
OFN	オクタフルオロナフタレン (キャリブ rant)
PCI	ポジティブ CI
PFDTD	パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン (キャリブ rant)
PFHT	2,4,6- トリス (パーフルオロヘプチル) -1,3,5- トリアジン (キャリブ rant)
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン (キャリブ rant)
Quad	四重極マスフィルタ
RF	高周波
RFPA	高周波電圧増幅器
Torr	圧力単位、1 mm Hg
Turbo	ターボ分子 (ポンプ)

5977B シリーズ MSD

5977B シリーズ MSD はスタンドアロン型のキャピラリー GC 検出器で、Agilent 7890B シリーズまたは Agilent 7820 ガスクロマトグラフとともに使用します (表 3)。MSD の特長は以下のとおりです。

- MSD をその場でモニター、操作できる WEB ユーザーインターフェイス (WUI)
- 4 種類のフォアラインポンプのうちの 1 つを備えたターボ真空ポンプ
- Pfeiffer DUO 2.5 フォアラインポンプと使用する拡散真空ポンプ
- 独立したヒーターを持つ 3 種類の MSD 電子イオン化 (EI) イオン源が使用可能: 標準イオン源 (ステンレス製)、標準 (不活性)、エクストラクタ搭載イオン源。
- 化学イオン化 (PCI/NCI) モードに後からアップグレードが可能です: 化学イオン化 (CI) イオン源、試薬ガス流量コントローラおよび配管、および CI チューニングキャリブレーションを追加します
- 独立した MSD ヒーターを持つ双曲線型四重極マスフィルタ
- 高エネルギーダイノード (HED) 付き EM 検出器
- 独立したヒーターを持つ GC/MSD インターフェイス

外観説明

5977B シリーズ MSD の筐体サイズは、約 41 cm (高さ) × 30 cm (幅) × 54 cm (奥行き) です。重量はディフュージョンポンプモデルで 39 kg、標準 EI ターボポンプの筐体で 44 kg、EI/CI ターボポンプの筐体で 46 kg です。フォアライン (粗引き) ポンプは追加重量 11 kg (標準ポンプ) で、通常は MSD の後ろの床に置かれます。

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

Micro イオンゲージコントローラ

MSD にはイオン真空ゲージを装備することができます (または注文してください)。MassHunter GCMS 測定ソフトウェアを使用して、真空マニフォールドの圧力 (高真空) を読み取ることができます。イオンゲージコントローラの操作方法は本マニュアルに記載されています。
このゲージは化学イオン化 (CI) 操作には**必須**です。

表 3 5977B シリーズ MSD の機能

特徴		
高真空ポンプ	ディフュージョン	Turbo
最適 He カラム流量 mL/min	1	1 ~ 2
最大推奨 ガス流量 mL/min*	1.5	4
最大ガス流量、mL/min†	2	6.5
最大カラム id	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
CI 機能‡	なし	あり
不活性イオン源	あり	あり
GC 互換性	7890 シリーズ	7890 シリーズ
独立のインターフェイス チップシール	なし	なし
使用可能なフォアライン ポンプ	Pfeiffer Duo 2.5	Pfeiffer Duo 2.5、 MVP-070-3、MVP-070-3C、 IDP3 24V
DIP** 機能 (サードパーティ製)	あり	あり

* MSD へのトータルガス流量: カラム流量 + 試薬ガス流量 (該当する場合) ヘリウムガスの使用に基づく。他のガスでは、最大流量は変化します。

† スペクトル性能および感度の低下が予測されます。

‡ ターボポンプモデルは CI に後からアップグレード可能です。

** 直接導入プローブ。

MSD ハードウェアの説明

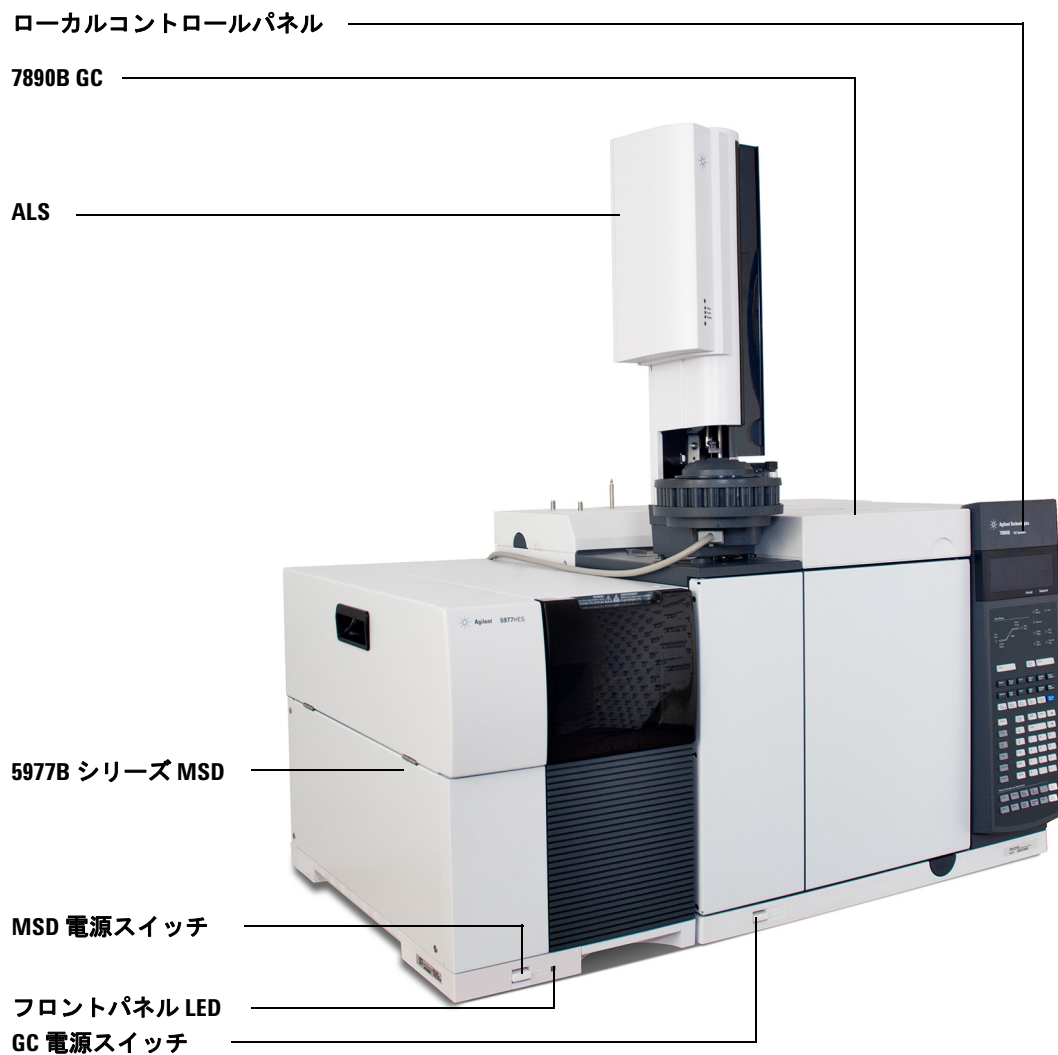


図 1 Agilent 7890B GC と 5977B シリーズ GC/MSD システム

本マニュアルの「CI MSD」という用語は CI オペレーション用にアップグレード可能な G7078B と G7077B MSD を指します。特に明記されない限り、これらの機器のフローモジュールにもあてはまります。

CI ハードウェアへのアップグレードによって、MSD は、分子付加イオンを含む、高品質で典型的な CI スペクトルを得ることができます。さまざまな試薬ガスを使用することができます。詳細については、Chapter 4, “化学イオン化 (CI) モードの操作を参照してください。

5977B シリーズ CI システムのアップグレードでは、5977B シリーズ MSD に次のものを追加します。

- EI/CI GC/MSD インターフェイス
- CI イオン源 (エクストラクタ搭載 EI イオン源でも使用可能な新しい共通インターフェイスチップシール付き)
- 試薬ガスフローコントロールモジュール
- PCI および NCI オペレーションで使用する二極式 HED 電源

メタン/イソブタンガストラップが搭載され標準装備されています。これは CI では**必須**となっています。このガスピュリファイアは酸素、水、炭化水素、硫黄の化合物を除去します。

高真空ゲージコントローラ (G3397B) は、システムに統合されています。これは、CI MSD には**必要**であり、EI でも使用することが推奨されています。

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

CI インターフェイスには試薬ガス用に特別な配管があります。GC/MSD インターフェイスの末端には、バネ付きの絶縁シールが装着されます。

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

重要な安全上の警告

MSD を使用する際に忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

MSD 内部で高電圧がかかる部品

MSD が電源に接続されている場合、電源スイッチが切れていても、電圧が以下の箇所に掛かっている可能性があります。

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

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

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

警告

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

警告

電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの交換をお願いします。不明な点は弊社コールセンターにお問い合わせください。

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

警告

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

静電気による MSD の損傷

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

非常に高温となる部品

GC/MSD の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

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

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

警告

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

警告

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

標準のフォアラインポンプの下のおイルパンは引火する恐れがあります

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

警告

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

水素使用時の注意事項

警告

GC キャリアガスに水素を使用すると、危険な場合があります。

警告

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

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

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

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

GC に関する注意事項

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

GC/MSD 操作に特有な危険性

水素を使用する場合は、危険性が伴います。一般的な危険もありますが、GC あるいは GC/MSD 特有の危険もあります。次のような危険性がありますが、これがすべてではありません。

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

MSD 内の水素の蓄積

警告

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

すべてのユーザーは、水素が蓄積するメカニズムに注意を払い (22 ページ表 4)、水素が蓄積したと疑われる場合に取りべき措置を知っておく必要があります。これらのメカニズムは、MSD をはじめ、すべての質量分析計に適用されることに注意してください。

表 4 水素蓄積メカニズム

メカニズム	結果
質量分析計がオフ	質量分析計は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。MSD フォアラインポンプが停止した場合には、キャリアガスの流入を停止する安全機能があります。しかし、この機能が動作しなかった場合、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。

表 4 水素蓄積メカニズム（続き）

メカニズム	結果
質量分析計のシャットオフバルブの自動閉鎖	質量分析計の中にはディフュージョンポンプの自動シャットオフバルブを備えているものがあります。これらの機器では、オペレータの操作やさまざまな障害によりシャットオフバルブが閉じる場合があります。シャットオフバルブが閉じていても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。
質量分析計の手動シャットオフバルブが閉じている	質量分析計の中にはディフュージョンポンプの手動シャットオフバルブを備えているものがあります。これらの機器では、オペレータがシャットオフバルブを閉じることができます。シャットオフバルブが閉じていても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。
GC オフ	GC は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。GC が異なると違った反応を示します。EPC を備えた 7890 シリーズ GC が停止すると、EPC がキャリアガスの流入を止めます。GC のキャリアガスが EPC によって制御されていない場合、流量は最大値まで増大します。その流量が、複数の質量分析計が排出可能な量を超える流量であると、質量分析計内に水素が蓄積してしまいます。同時に質量分析計が停止した場合、急速に蓄積されます。
電源障害	電源に障害が発生すると、GC および質量分析計は停止します。しかし、キャリアガスは必ずしも停止しません。前に説明したように、一部の GC では、電源障害が発生するとキャリアガスの流量は最大になります。このため、水素が質量分析計内に蓄積する可能性があります。

警告

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

警告

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

トラブル防止措置

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

機器に関する注意

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

警告

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

5977B シリーズ MSD のフロントのガラス窓を覆っているプラスチック製のカバーを取り外す必要があります。万一爆発が起こった場合、このカバーが外れる可能性があります。

設置場所での一般的な注意事項

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

操作上の注意事項

- GC または MSD を停止するときは、必ず水素の元栓を締めてください。
- MSD の大気開放を行うときは、必ず水素の元栓を締めてください (キャリアガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください)。
- MSD のシャットオフバルブを締めるときは、必ず水素の元栓を締めてください (キャリアガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください)。
- 電源障害が発生した場合、水素の元栓を閉めてください。
- GC/MSD システムが無人運転されているあいだに電源異常が発生した場合は、システムが自動再開始していても、以下の処置をしてください。
 - 1 すぐに水素の元栓を閉めます。
 - 2 GC をオフにします。
 - 3 MSD をオフにし、1 時間そのままにして冷却します。
 - 4 室内にある発火源を **すべて** 取り除きます。
 - 5 MSD の真空マニフォールドを大気に向けて開きます。
 - 6 水素が拡散するまで少なくとも 10 分間待ちます。
 - 7 GC および MSD を通常通り開始します。


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

安全および規制に関する認証

5977B シリーズ MSD は、次の安全基準に適合しています。

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

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

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

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



5977B シリーズ MSD は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製造されています。

5977B シリーズ MSD は RoHS に準拠しています。

情報

Agilent Technologies 5977B シリーズ MSD は、次の IEC (国際電気標準会議) の規格を満たしています。安全クラス 1、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2

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

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

警告ラベル

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

詳細については、付随情報を参照してください。



高温部を表します。



危険電圧を表します。



アース（接地）ターミナルを表します。



火災・爆発の危険性を表します。



または



放射能の危険を表します。



静電気の危険を表します。



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



電磁環境両立性 (EMC)

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。動作は、次の 2 つの条件に従って行われます。

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

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

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

放射音圧レベル

音圧

音圧 (Lp) 70 dB 未満 (1991 年 EN 27779)

音圧 (Lp) 70 dB 未満 (1995 年 EN ISO 3744)

製品のクリーニング / リサイクル

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

液体の流入

MSD に液体をこぼさないでください。

MSD の移設と保管

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

プライマリヒューズを交換するには

準備するもの

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

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

手順

- 1 MSD をベントし、コンセントから電源コードを抜きます。

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

警告

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

警告

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

- 2 どちらかのヒューズホルダ (31 ページ [図 2](#)) を、ホルダが飛び出すまで反時計回りに回します。ヒューズホルダはバネで留められています。
- 3 ヒューズホルダから古いヒューズを取り外します。
- 4 ヒューズホルダに新しいヒューズを取り付けます。
- 5 ヒューズホルダを元どおりに取り付けます。

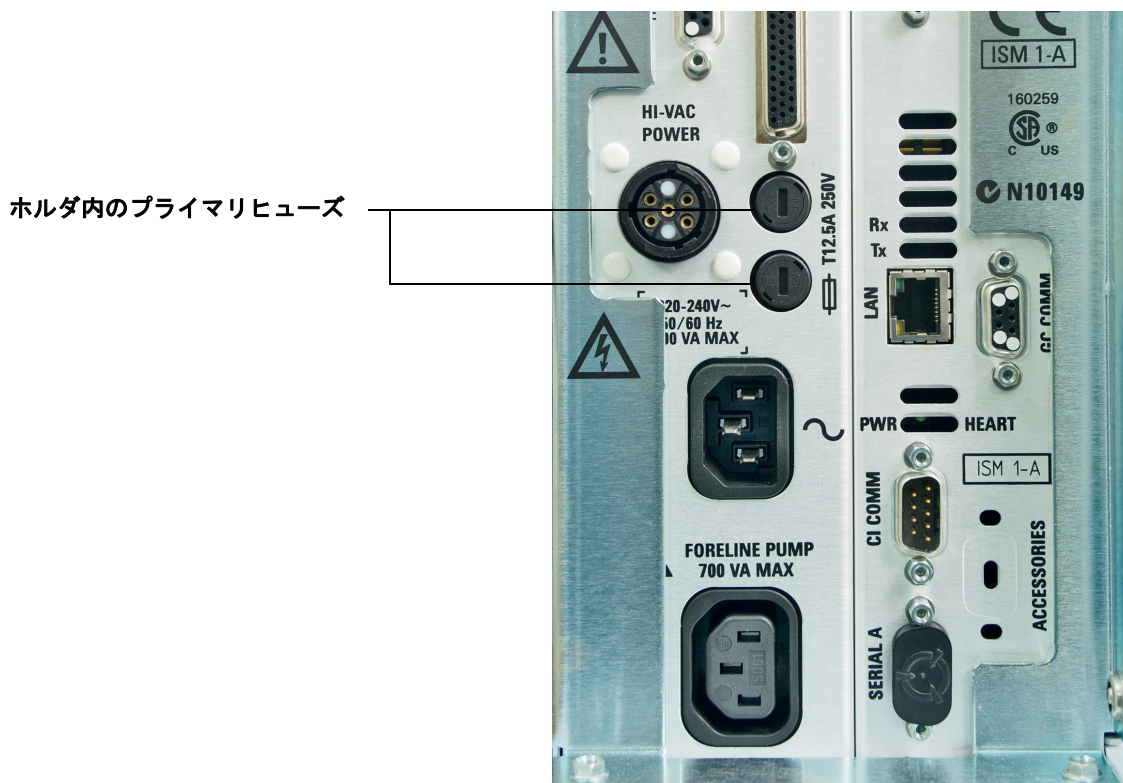


図2 プライマリヒューズ

- 6 もう1つのヒューズに対して手順3～5を繰り返します。必ず両方のヒューズを交換してください。
- 7 MSDの電源コードをコンセントに再び接続します。
- 8 MSDを真空排気します。

1 はじめに



2 GC カラムの取り付け

- カラム 34
- スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける 37
- キャピラリカラムのコンディショニング 40
- セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける 41
- 標準のカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける 46

お使いの GC/MSD システムを稼働させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。正しくカラムと流量を選択するには、使用する MSD の真空システムの種類を知ることが必要です。



カラム

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

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

カラム流量はオープン温度によって大きく変化することに留意してください。カラム中の実際の流量の測定方法については、76 ページ “[カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには](#)” を参照してください。流量計算ソフトウェアおよび表 5 を使用して、カラムが現実的な注入口圧で適切な流量を実現可能かどうか判断できます。

表 5 ガス流量

特徴		
高真空ポンプ	ディフュージョン	Turbo
最適 He カラム流量 mL/min	1	1 ~ 2
推奨最大ガス流量 mL/min*	1.5	4
最大ガス流量、mL/min†	2	6.5
最大カラム id	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
CI 機能	なし	あり

* MSD へのトータルガス流量 : カラム流量 + 試薬ガス流量 (該当する場合) ヘリウムガスの使用に基づく。他のガスでは、最大流量は変化します

† スペクトル性能および感度の低下が予測されます。

カラムのコンディショニング

カラムを GC/MSD インターフェイスに接続する前にコンディショニングが必要です。40 ページ“キャピラリカラムのコンディショニング”を参照してください。

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

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

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。アプリケーションを実行する前にフェラルを最高使用温度まで数回加熱すると、アセンブリからの漏れを減らすことができます。

ヒント

- 5977B シリーズ MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なる場合があります。他の機器の手順で取り付けを行うと、動作せず、カラムまたは MSD に損傷を与える場合があります。
- 99.9995 % 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。加熱サイクルを 2 ～ 3 回繰り返してから、締め具合を確認するか、またはセルフタイトカラムナットを使用します。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MSD インターフェイスにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD にカラムを取り付けて真空排気されるまでキャリアガスを流さないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。21 ページ“水素使用時の注意事項”を参照してください。

2 GC カラムの取り付け

警告

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

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける

準備するもの



- 清潔な手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 定規
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ (8710-0510)
- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック製 (5181-8836) またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- フェラル
 - 内径 0.27 mm、内径 0.10 mm カラム用 (5062-3518)
 - 内径 0.37 mm、内径 0.20 mm カラム用 (5062-3516)
 - 内径 0.40 mm、内径 0.25 mm カラム用 (5181-3323)
 - 内径 0.5 mm、内径 0.32 mm カラム用 (5062-3514)
 - 内径 0.8 mm、内径 0.53 mm カラム用 (5062-3512)
- 注入口カラムナット (5181-8830、Agilent 7890 シリーズおよび 7820 用)
- ルーペ
- セプタム (使用されて古くなった注入口セプタムでも可)

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

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC が冷却したことを確認するまでどの加熱部にも触れないでください。

警告

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

2 GC カラムの取り付け

注意

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

手順

- 1 オープンと注入口を室温まで冷却します。
- 2 清潔な手袋を着用して、カラムを押してセプタムに通します (少し力が必要です)。次に、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルをカラムの固定されていない方の端に突き通します (図 3)。フェラルのテーパ側を上に向けて通します。

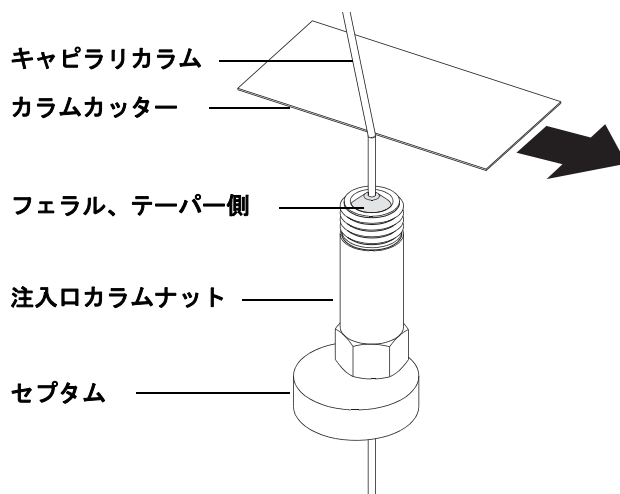


図 3 キャピラリカラムの取り付け準備

- 3 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm 以上のところに傷を付けます。
- 4 カラムを持ち、傷を付けたところでカラムを折ります。
- 5 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 3 および 4 を繰り返します。
- 6 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

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

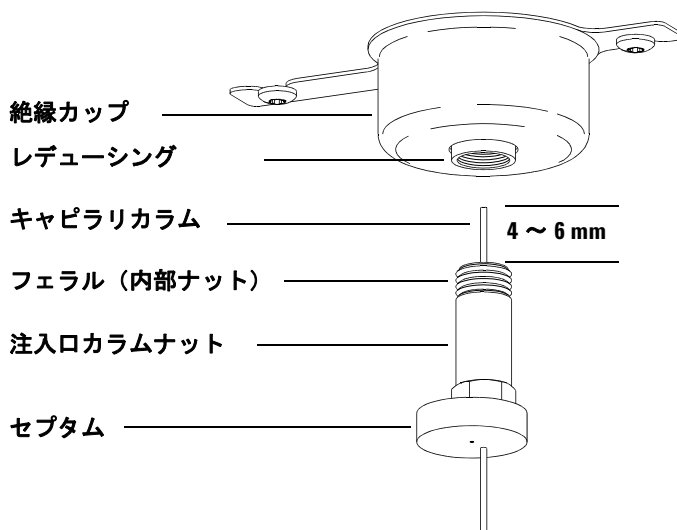


図4 スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

- 8 セプタムをナットの下までずらして、カラムを挿入する適切な長さに固定します。
- 9 カラムを注入口に挿入します。
- 10 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。
- 11 セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。
- 12 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。
- 13 キャリアガスをオンにします。
- 14 カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

参照項目

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

キャピラリカラムのコンディショニング



準備するもの

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

警告

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

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

手順

- 1 カラムを GC 注入口に取り付けます(37 ページ“スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける”を参照してください)。
- 2 ガスの流速を、30 cm/s またはカラム製造元の推奨速度に設定します。キャリアガスを 15 ～ 30 分間、室温でパージし、空気を除去します。
- 3 室温からカラムの最高使用温度までのオーブンプログラムを作成します。
- 4 10 ～ 15 °C /min の速度で温度を上げます。
- 5 最高温度を 30 分間維持します。

注意

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

- 6 GC オープン温度を 30 °C に設定し、GC の準備ができるまで待ちます。
- 7 カラムを GC インターフェイスに取り付けます (41 ページ“セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける”を参照してください)。

セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける

以下の手順は、推奨セルフタイトカラムナットを使用して、キャピラリカラムをアナライザに直接取り付ける方法です。

Agilent 7890 シリーズ GC

準備するもの



- CI トランスファラインが取り付けられている場合、EI イナートプラス および CI イオン源で利用できる共通インターフェイスチップシール (G3870-20542)([図 5](#) を参照してください)
- チップシールスプリング (G7005-20024)
- カラムカッター、セラミック製 (5181-8836) またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- 懐中電灯
- ルーペ
- 清潔な手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- セルフタイトカラムナット、GC/MS インターフェイス用 (5190-5233)
- フェラル、ベスペル
 - 内径 0.27 mm、内径 0.10 mm カラム用 (5062-3518)
 - 内径 0.37 mm、内径 0.20 mm カラム用 (5062-3516)
 - 内径 0.40 mm、内径 0.25 mm カラム用 (5181-3323)
 - 内径 0.5 mm、内径 0.32 mm カラム用 (5062-3514)
 - 内径 0.8 mm、内径 0.53 mm カラム用 (5062-3512)
- セプタム (使用されて古くなった注入口セプタムでも可)
- 保護めがね

注意

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

2 GC カラムの取り付け

手順

- 1 カラムをコンディショニングします (40 ページ “キャピラリカラムのコンディショニング” を参照してください)。

警告

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

警告

アナライザ内部には危険な電圧がかかっており、致命傷につながる恐れがあります。いかなる理由でもアナライザのドアを開けないでください。アクセスする必要がある場合は、トレーニングを受けたサービスエンジニアが最初に機器を建物の電源から切断する必要があります。

- 2 Quick Swap を使用しない場合は、MS を大気開放します。MS を大気開放するには、93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください。

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

- 3 インターフェイスナットおよびコンディショニングされたフェラルを GC カラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。
- 4 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。
- 5 親指でカラムをカラムカッターに押しつけて、カラムカッターの刃でカラムを切断します。
- 6 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 4 および 5 を繰り返します。
- 7 端をアルコールで拭きます。

- 8 GC/MS インターフェイスにカラムを挿入します。カラムがトランスファラインの端から以下の指定距離だけ出るように、カラムを調整します。

EI イオン源へ取り付ける場合 (図 5)、カラムを 1 ～ 3 mm 出します。

CI イオン源へ取り付ける場合、カラムを約 1 mm 出します。

アナライザの内側にあるカラムの端を見る場合、必要であれば懐中電灯と拡大ルーペを使用してください。指でカラムの先端を触って調べないでください。



図 5 EI イオン源の場合の、GC/MS インターフェイスへのキャピラリカラムの取り付け

- 9 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置がずれないように注意します。
- 10 ナットを時計回りに締めます。フェラルがカラムにしっかり固定されるまで締めてください。
- 11 GC オープン内で、カラムがオープンの壁に触れていないことを確認します。

2 GC カラムの取り付け



図 6 GC/MS インターフェイスへのキャピラリカラムの取り付け

注意

GC/MS インターフェイスの端にアイソレーションチップを取り付けるときは、カラムを損傷しないように注意してください。

- 12 GC/MS インターフェイスの端にアイソレーションチップを取り付けます。エクストラクタ搭載 EI イオン源を持つ EI GC/MS インターフェイスおよび CI GC/MS インターフェイス (図 5) では、チップシールスプリングを取り付けた後、ギザギザの付いたナットに位置を合わせながらチップをゆっくりスライドさせ、そのナットをインターフェイスの端に配置します。標準または不活性 EI の EI GC/MS インターフェイスについては、チップシールは不要です。

- 13 イオン源とインターフェイスチップシールの配置を**注意**して確認します。

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

注意

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

- 14 サイドプレートを蝶番のところで揺することで、イオン源とインターフェイスチップシールの位置を調整することができます。それでもドアが閉じない場合は、弊社カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。
- 15 アナライザの内部のドアを閉じます(171 ページ “アナライザを閉めるには” を参照してください)。

標準のカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける

以下の手順は、キャピラリカラムをアナライザに直接取り付けする方法です。GC/MS インターフェイスには、2 つのタイプのカラムナットを使用できます。標準のカラムナットについてはこのセクションで説明し、セルフタイトカラムナットについては次のセクションで説明します。

準備するもの



- CI トランスファラインが取り付けられている場合、EI HES および CI イオン源で利用できる共通インターフェイスチップシール (G3870-20542) (図 5 を参照してください)
- チップシールスプリング (G7005-20024)
- カラムカッター、セラミック製 (5181-8836) またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- 懐中電灯
- ルーペ
- 清潔な手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- インターフェイスカラムナット (05988-20066)
- フェラル
 - 内径 0.3 mm、内径 0.10 mm カラム用 (5062-3507)
 - 内径 0.4 mm、内径 0.20 および 0.25 mm カラム用 (5062-3508)
 - 内径 0.5 mm、内径 0.32 mm カラム用 (5062-3506)
 - 内径 0.8 mm、内径 0.53 mm カラム用 (5062-3512)
- セプタム (使用されて古くなった注入口セプタムでも可)
- 保護めがね
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ (8710-0510)

手順

注意

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

警告

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

- 1 カラムをコンディショニングします (40 ページ “キャピラリカラムのコンディショニング” を参照してください)。
- 2 MS のベント (93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください) を行い、アナライザを開きます (138 ページ “アナライザを開けるには” を参照してください)。GC/MS インターフェイスの端が見えることを確認してください。

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

- 3 GC/MS インターフェイスの端からアイソレーションチップを取り外します。CI GC/MS インターフェイス (43 ページ 図 5) の場合、チップとチップのスプリングをスライドさせて、インターフェイスの端から外します。EI GC/MS インターフェイスでは、チップシールをチップシールフォルダから緩め、取り外します (43 ページ 図 5)。
- 4 インターフェイスナットおよびコンディショニングされたフェラルを GC カラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。
- 5 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。
- 6 カラムカッターに対して親指でカラムを押さえながら、カラムカッターの端でカラムを折ります。
- 7 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 5 および 6 を繰り返します。
- 8 GC/MS インターフェイスにカラムを挿入します。カラムがトランスファラインの端から以下の指定距離だけ出るように、カラムを調整します。

EI イオン源へ取り付ける場合 (図 5)、カラムを 1 ~ 3 mm 出します。

CI イオン源へ取り付ける場合、カラムを約 1 mm 出します。

2 GC カラムの取り付け

アナライザの内側にあるカラムの端を見る場合、必要であれば懐中電灯と拡大ルーペを使用してください。指でカラムの先端を触って調べないでください。

- 9 ナットを手で締めます。ナットを締めたとき、カラムの位置がずれないように注意します。ナットを締め付けすぎないようにします。
- 10 GC オープン内で、カラムがオープンの壁に触れていないことを確認します。
- 11 ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。
- 12 1、2 回加熱を繰り返した後、ナットが緩んでいないことを確認し、必要に応じて再度締め直します。

注意

GC/MS インターフェイスの端にアイソレーションチップを取り付けるときは、カラムを損傷しないように注意してください。

- 13 GC/MS インターフェイスの端にアイソレーションチップを取り付けます。エクストラクタ搭載 EI イオン源を持つ EI GC/MS インターフェイスおよび CI GC/MS インターフェイス (図 5) では、チップシールスプリングを取り付けた後、ギザギザの付いたナットに位置を合わせながらチップをゆっくりスライドさせ、そのナットをインターフェイスの端に配置します。標準または不活性 EI の EI GC/MS インターフェイスについては、チップシールは不要です。

- 14 イオン源とインターフェイスチップシールの配置を **注意**して確認します。

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

注意

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

- 15 サイドプレートを蝶番のところで揺することで、イオン源とインターフェイスチップシールの位置を調整することができます。それでもドアが閉じない場合は、弊社カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。
- 16 アナライザの内部のドアを閉じます(171 ページ“アナライザを閉めるには”を参照してください)。

3

電子イオン化 (EI) モードの操作

データシステムから MSD を操作する	50
GC コントロールパネルから MSD を操作する	51
Web ユーザーインターフェイス (WUI) で MSD を設定する	55
eModule ミニディスプレイ表示	59
フロントパネルの機器ステータス LED	59
GC/MSD インターフェイス	60
MSD のスイッチを入れる前に	62
真空排気	63
温度を制御する	63
カラム流量を制御する	64
MSD を大気開放する	64
マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには	66
MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには	68
[機器コントロール (Instrument Control)] 画面から アナライザ温度を設定するには	70
MassHunter から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには	72
高真空圧をモニタするには	74
カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには	76
MSD を EI モードでチューニングするには	79
オプションの Self-Cleaning イオン源システムをコンフィグレーションする	81
オプションの Self-Cleaning イオン源システムをコンディショニングする	82
Self-Cleaning イオン源の洗浄モードを使用するためメソッドを編集する	85
Self-Cleaning イオン源の洗浄モードをオフにするためメソッドを編集する	87



3 電子イオン化 (EI) モードの操作

システム性能を検証するには	88
高質量テストを実行するには (5977B シリーズ MSD)	89
MSD カバーを開けるには	92
MSD を大気開放するには	93
MSD を真空排気する	96
MSD を移設または保管するには	99

この章では、電子イオン化を使用して Agilent 5977B シリーズ GC/MSD で基本的な操作を実行するための手順を説明します。

データシステムから MSD を操作する

Agilent MassHunter GCMS 測定ワークステーションは、真空排気、イオン源の取り外し、設定の監視、温度の設定、チューニング、MSD の大気開放といった作業を自動化します。これらの作業は本章で説明します。さらに詳細な情報は、MassHunter ソフトウェアに付属のマニュアルおよびオンラインヘルプに説明されています。

注意

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

GC コントロールパネルから MSD を操作する

7890B GC コントロールパネルには MSD の実際の温度と圧力が表示されます。また Agilent MassHunter GCMS 測定ソフトウェアを使用せずに MSD のタスクを初期化できます。GC コントロールパネルから直接、ベントしたり、温度を設定することができます。GC コントロールパネルから利用できる機能は限られています。MassHunter 測定ソフトウェアは、機器のほとんどの制御操作を実行できるフル機能のコントローラです。

GC コントロールパネルの MSD キー

7890B GC コントロールパネルの **[MS/Aux Det]** キーから、MSD のコントロール、コンフィグレーションパラメータにアクセスできます。古い 7890 モデルをファームウェアを更新して使用している場合、**[Aux Det #]** とラベル付けされているキーがこれになります。このキーが、以下の説明での **[MS/Aux Det]** キーにあたります。



GC コントロールパネルから MSD の温度を操作する

- 1 **[MS/Aux Det]** を押して [5977B MSD] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して **[四重極温度 (Quad temp)]**、**[イオン源温度 (Source temp)]** または **[トランスファライン (Transfer line)]** までスクロールします。
- 3 GC キーパッドを使用して目的の温度を入力します。
- 4 **[Enter]** を押して、変更を適用します。

MSD の真空圧力とターボスピード / フォアライン圧力を GC コントロールパネルに表示する

- 1 [MS/Aux Det] を押して [5977B MSD] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して [高真空圧力 (HiVac Pressure)]、または [ターボスピード % (Turbo Speed % of full)] / [フォアライン圧力 (Foreline Pressure)] までスクロールします。

GC コントロールパネルから MSD をベントする

- 1 MSD が真空排気されているときに、[MS/Aux Det] を押して 5977B MSD メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、[MSD ベントを開始 (Start MSD Vent?)] までスクロールします ([オフ / いいえ (Off/No)] を押すと、ベントサイクルはキャンセルされます。MS は真空排気のままです)。
- 3 [オン / はい (ON/Yes)] を押して、ベントサイクルを開始します。
- 4 プロンプトが表示されたらベントバルブを開きます。

GC コントロールパネルから MSD を真空排気する

- 1 [MS/Aux Det] を押して [5977B MSD] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、[MSD 真空 排気を開始 (Start MSD Pumpdown?)] までスクロールします。
- 3 [オン / はい (ON/Yes)] を押して、排気サイクルを開始します。

GC コントロールパネルで MSD のファームウェアのバージョンを 表示する

- 1 [MS/Aux Det] を押して 5977B MSD メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、[ファームウェア (Firmware)] までスクロールします。

GC コントロールパネルで MSD のシリアル番号を表示する

- 1 [MS/Aux Det] を押して 5977B MSD メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、[シリアル番号 (Serial#)] までスクロールします。

GC コントロールパネルで MSD のネットワーク設定を コンフィグレーションする

- 1 [コンフィグレーション (Config)] を押してから [MS/Aux Det] を押して [MS 検出器のコンフィグレーション (CONFIGURE MS DETECTOR)] メニューを表示します。
- 2 [IP:] パラメータをコンフィグレーションするには、GC キーパッドを使用して MSD の新しい IP アドレスを入力し、[Enter] を押して入力を完了します。
- 3 GC が新しい IP アドレスを表示するのを待ちます。MSD を再起動するか、または下矢印ボタンを使用してゲートウェイアドレスまで進みます。
- 4 下矢印を押して [GW:] までスクロールし、GC キーパッドを使用して LAN の新しいゲートウェイアドレスを入力し、[Enter] を押して入力を完了します。
- 5 下矢印を押して [SW:] までスクロールし、GC キーパッドを使用して LAN の新しいサブネットマスクを入力し、[Enter] を押して入力を完了します。
- 6 MSD を再起動します。(下記参照)。

GC コントロールパネルから MSD を再起動する

- 1 [コンフィグレーション (Config)] を押してから [MS/Aux Det] を押して [MS 検出器のコンフィグレーション (CONFIGURE MS DETECTOR)] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、カーソルを [MSD 再起動のリクエスト (Request MSD Reboot?)] までスクロールします。
- 3 [オン / はい (On/Yes)] を押して MSD を再起動します。MSD に再接続するのは、MSD がこのサイクルを完了するまでお待ちください。

MSD の BOOTP の有効化 / 無効化

デフォルトでは、BOOTP は無効になっています。ご使用の LAN が BootP サーバーを使用している場合、BOOTP を有効にすると、サーバーから MSD に自動的に IP アドレスが割り当てられます。

- 1 [コンフィグレーション (Config)] を押してから [MS/Aux Det] を押して [MS 検出器のコンフィグレーション (CONFIGURE MS DETECTOR)] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、カーソルを **[MSD BOOTP]** までスクロールします。
- 3 BOOTP を有効にするには、[**オン / はい (On/Yes)**] を押します。
BOOTP を無効にするには [**オフ / いいえ (Off/No)**] を押します。
- 4 MSD が GC コントロールパネルの変更を確認するまで待ちます。
- 5 MSD を再起動します。上を参照してください。

MSD の LVDS の有効化 / 無効化

- 1 [**コンフィグレーション (Config)**] を押してから [**MS/Aux Det**] を押して [MS 検出器のコンフィグレーション (CONFIGURE MS DETECTOR)] メニューを表示します。
- 2 下矢印を押して、カーソルを [**LVDS コミュニケーション (Lvds communication)**] までスクロールします。
LVDS を有効にするには、[**オン / はい (On/Yes)**] を押します。
LVDS を無効にするには、[**オフ / いいえ (Off/No)**] を押します。
- 3 MSD が GC コントロールパネルの変更を確認するまで待ちます。

Web ユーザーインターフェイス (WUI) で MSD を設定する

ご使用の GC が Agilent GC との LVDS コミュニケーションをサポートしていない場合、WUI を使用して MSD ネットワーク設定を実行することができます。GC が GC コントロールパネルでの 5977B MSD ネットワーク設定をサポートしていない場合、以下のような理由が考えられます。

- GC と MSD 間に LVDS 通信ケーブルが存在しない。
- SmartCard の LVDS コミュニケーションが無効になっている。
- GC が適切なファームウェアをもつ Agilent 7890 モデルではない。

MSD のネットワーク設定を変更する

この手順では、MSD と パソコンは同じ LAN のサブネットにあると仮定しています。

- 1 アナライザの eModule ミニディスプレイ表示にアクセスするには、MSD 上部のヒンジ付きカバーを開きます。
- 2 MSD 開始 / 停止ボタン（電源ボタン）を押して機器を始動させます。機器のスタートアップの初期化が終了すると、ミニディスプレイ表示に現在の IP アドレスとそれを経由したサイクルが約 10 分間表示されます。
- 3 ミニディスプレイ表示から IP アドレス、ゲートウェイ、サブネットマスクを書き写します。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

- 4 パソコンで Web ブラウザを開き、URL の代わりに、書き取った IP アドレスを入力し、エンターキーを押します。すると、以下に示す Web ユーザーインターフェイス (WUI) ページが表示されます。

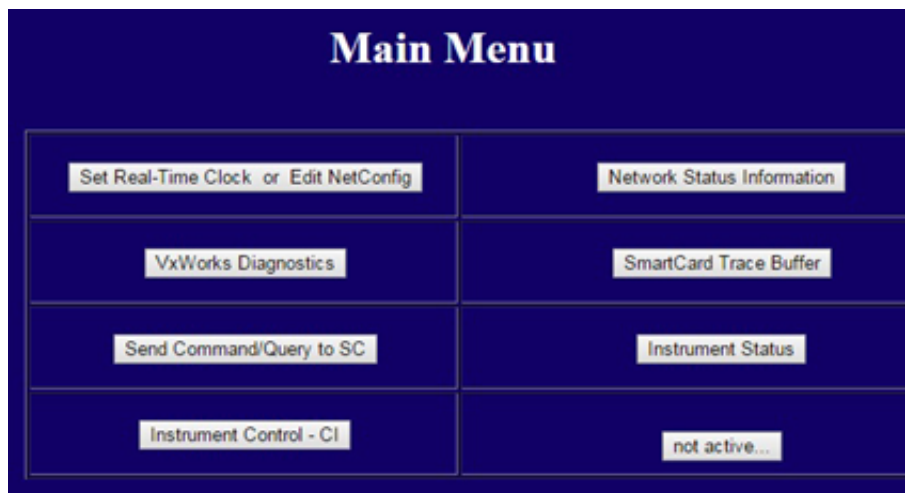


図 7 WEB ユーザーインターフェイス

- 5 **[Set Real-Time Clock or Edit NetConfig (リアルタイムクロックの設定 / NeConfig の編集)]** をクリックすると、**[Edit NetConfig (MSD network configuration) (NeConfig の編集 (MSD ネットワークのコンフィグレーション))]** 画面に移動します。

図 8 Web ユーザーインターフェイスの NetConfig 編集

- 6 **[BootP]** が **[OFF]** になっていることを確認します。LAN で BootP サーバーを使用して IP アドレスを割り当てている場合は、**[ON]** をクリックして次のステップを飛ばしてください。
- 7 **[MSD IP アドレス (MSD IP address)]**、**[ゲートウェイ IPA (Gateway IPA)]**、**[サブネットマスク (SubNet Mask)]** を更新するために新しい値を入力します。送信をクリックする前に **[メインメニューに戻る (Return to Main Menu)]** をクリックすると、前の設定に戻ることができます。
- 8 **[送信 (Submit)]** をクリックして、このネットコンフィギュレーションを MSD にアップロードします。

ダイアログが開くので、ネットワークのコンフィギュレーションプロセスが開始したことを確認します。

- 9 **[OK]** をクリックしてダイアログを閉じ、**[Manually reboot of the MSD/ SmartCard to activate the new Settings (MSD/SmartCard を手動でリブートして新しい設定を有効にする)]** というダイアログが表示されるのを待ちます。
- 10 MSD 開始 / 停止ボタン (電源ボタン) を使用して MSD SmartCard を再起動させます。

eModule ミニディスプレイ表示

eModule のミニディスプレイには、アナライザのドアカバーが開いてアクセスできます。IP アドレス、サブネットマスク、デフォルトゲートウェイ、MAC アドレスなど、機器の LAN コンフィグレーションが表示されます。この LAN コンフィグレーションは、GC コントロールパネル、または Web ブラウザの WUI (Web ユーザーインターフェイス) を使用して変更することができます。

フロントパネルの機器ステータス LED

機器の現在のステータスを、フロントパネルの機器ステータス LED のカラーコードと LED のオン / オフのタイミングで知ることができます。

表 6 フロントパネルの機器ステータス LED コード

機器ステータス	LED コード
レディ	緑の点灯
データ測定中	緑の点滅 (<2 秒)
ノットレディ	黄色の点灯
データシステムに未接続	黄色の点滅 (<2 秒)
レディだが、データシステムに接続していない	黄色の点灯が 3 秒間、その後、すばやく 2 回点滅
起動 (ファームウェアが読み込まれる前)	赤の点滅 (<2 秒)
エラー	赤の点灯

GC/MSD インターフェイス

GC/MSD インターフェイス (61 ページ図 9) は、MSD 内部にキャピラリカラムを導入するための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に、O リングシールを使ってボルトで固定されています。保護カバーがあり、所定の位置に取り付けておかなければなりません。

GC/MSD インターフェイスの一方の端は、ガスクロマトグラフの側面から GC オープンに達します。この端の部分はねじ山状になっていて、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ~ 2 mm 出た状態でイオン化室に達しています。

GC/MSD インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されます。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されます。インターフェイス温度は MassHunter GCMS 測定ソフトウェアまたはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェイスの熱電対センサーが温度をモニタします。

GC/MSD インターフェイスは、250 ~ 350 °C の範囲で使用する必要があります。インターフェイスの温度は GC オープンの最高温度よりやや高くする必要がありますが、決してカラムの最高温度を超えてはいけません。

GC/MSD インターフェイスは、EI および CI イオン源で使用できます。エクストラクタ搭載イオン源と CI イオン源にはチップシール (G3870-20542) が必要です。ステンレス製標準 EI イオン源、または不活性 EI イオン源にはチップシールは必要ありません。

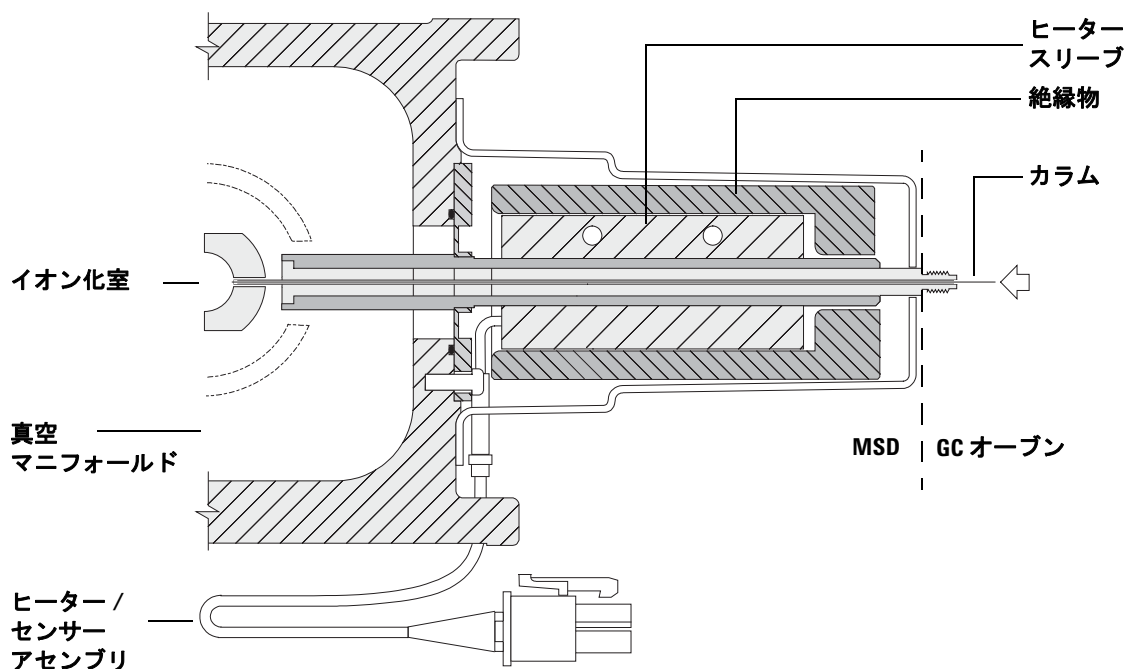
参照項目

41 ページ “セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける” も参照してください。

警告

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

3 電子イオン化 (EI) モードの操作



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

図 9 EI GC/MSD インターフェイス

MSD のスイッチを入れる前に

以下のことを検証してから MSD のスイッチを入れて運転を試みてください。

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

警告

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

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ “[水素使用時の注意事項](#)” をお読みください。

真空排気

MSD の真空排気は、データシステムまたは 7890B GC コントロールパネルから行えます。ほとんどの処理は自動です。ベントバルブを閉じ、メイン電源スイッチ (サイドパネルを押しながら) を入れるとすぐに、MSD は自動的に真空排気を開始します。データシステムのソフトウェアは真空排気中のシステムの状態をモニタ、表示します。圧力が十分に低くなると、データシステムはイオン源およびマスフィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MSD インターフェイスのヒーターを入れるように指示します。真空排気が正常に行われないと、MSD は停止します。

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

- ターボポンプ MSD のモーター速度 (回転速度のパーセント)
- ディフュージョンポンプ MSD のフォアライン圧力
- オプションの G3397B Micro イオンゲージコントローラを装備した MSD のアナライザ圧力 (真空)

これらのデータは、7890B GC コントロールパネルにも表示できます。

温度を制御する

MSD の温度はデータシステムから制御されます。MSD には、それぞれ独立したヒーターと、イオン源および四重極マスフィルタ用の温度センサーがあります。データシステムまたはローカルコントロールパネルから設定値の調整や温度の表示ができます。

GC/MSD インターフェイスのヒーターは、通常、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源が供給され、制御されます。GC/MSD インターフェイスの温度はデータシステムまたは 7890B GC コントロールパネルから設定やモニタができます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC の注入口圧力で制御されます。注入口の圧力が一定の場合、GC のオープン温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが **[コンスタントフロー]** に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

実際のカラム流量は MSD を使用して測定できます。**少量**の空気または他の保持されない化学物質を注入し、MSD に到達するまでの時間を測定します。この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。76 ページ **“ カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには ”** を参照してください。

MSD を大気開放する

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

MSD は誤ったベントによって損傷を受ける**場合があります**。拡散ポンプが完全に冷却される前に MSD をベントすると、拡散ポンプより揮発したポンプの液体がアナライザへと逆流します。ターボポンプは、標準運転速度の 50 % を超えて回転している間にベントされると損傷を受ける場合があります。

警告

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

警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、MSD の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ **“ 水素使用時の注意事項 ”** をお読みください。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

注意

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

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

推奨するトータルガス流量の最大値を超えないでください。16 ページ表 3 を参照してください。

マニュアルチューニングで MSD の温度と真空度を表示するには

これらの作業は [GC コントロール] パネルを使用しても実行できます。
51 ページ “GC コントロールパネルから MSD を操作する ” を参照してください。

手順

- 1 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] メニューから [チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)] を選択して、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを表示します。
- 2 [値 (Values)] タブをクリックして、MSD 温度と真空度を表示します。



図 10 マニュアルチューニング [値] タブ

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

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

温度の設定値、または制限値は、フォアライン圧力が **300 mTorr** 未満になるまで、またはターボポンプが **80 %** 以上の速度になるまで変更できません。ディフュージョンポンプが冷えている間、またはターボポンプが **80 %** より遅い速度で動作している間は、**MSD** ヒーターはオフのままです。通常、フォアライン圧力は **100 mTorr** 未満、ターボポンプの速度は **100 %** になります。

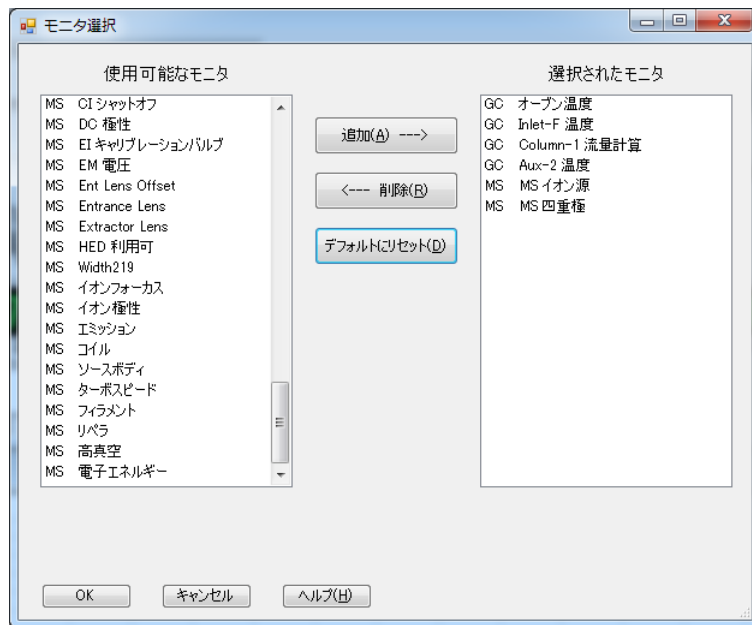
MSD ヒーターは、真空排気サイクルの終了時にオンとなり、ベントサイクルの開始時にオフになります。両方の **MSD** ゾーンがオフであっても、大気開放または真空排気中は、報告される設定値は変化しません。

MSD の温度と真空状態のモニタを設定するには

1 つのモニタに、1 台の機器パラメータの現在値が表示されます。標準の機器コントロールウィンドウで追加できます。実際のパラメータがユーザーが定めた制限値を超えた場合、モニタの色が変わるように設定できます。

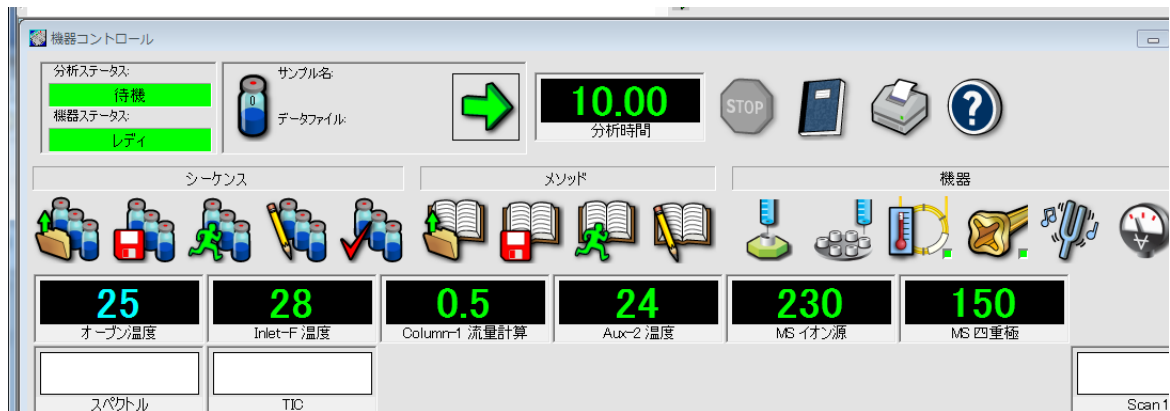
手順

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

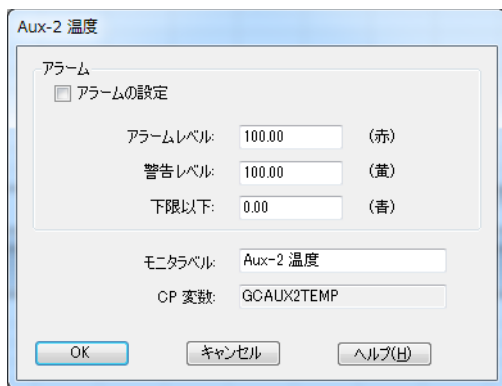


- 2 [使用可能なモニタ (Available Monitors)] 列で、モニタを選択し、[追加 (Add)] ボタンをクリックして、選択したモニタを [選択されたモニタ (Selected Monitors)] 列に移動します。追加する他のモニタに対して上の手順を繰り返します。
- 3 [OK] をクリックします。新しいモニタは [機器コントロール] ウィンドウの右下隅にあるウィンドウの上にスタックされます。
- 4 [ウィンドウ] > [モニタの整理] を選択するか、各モニタをクリックアンドドラッグして希望する位置に移動します。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作



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



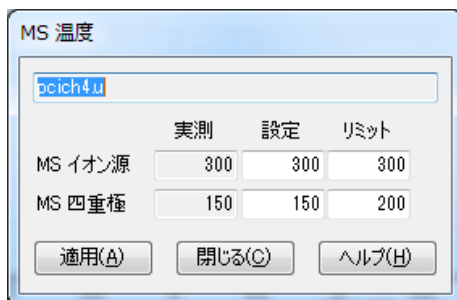
- a [**アラームの設定**] チェックボックスをオンにします。
 - b [**警告レベル (Warning Level)**]、[**アラームレベル (Alarm Level)**]、[**最小値未満 (Below Minimum)**] を適切な値に設定します。
 - c デフォルトのラベルが適切でない場合は、[**モニタラベル (Monitor Label)**] フィールドに説明のテキストを入力します。
 - d [**OK**] をクリックして、モニタのアラームコンフィグレーションを終了します。
- 6 新しい設定をメソッドの一部とするために、メソッドを保存します。

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

MSD イオン源および四重極マスフィルタの設定温度は最新のチューニング (*.u) ファイルに保存されています。メソッドが読み込まれると、そのメソッドに関連付けられたチューニングファイルの設定値が自動的にダウンロードされます。

手順

- 1 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] メニューから [MS 温度 (MS Temperatures)] を選択します。



- 2 [設定] フィールドと [リミット] フィールドに **MS イオン源**と **MS 四重極** (マスフィルタ) 温度を入力します。表 7 を参照してください。

表 7 推奨温度設定値

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

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

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

注意

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

- 3 新しい温度パラメータを現在読み込まれているチューニングファイルに送信し、これらのパラメータを MSD にダウンロードするには、[適用 (Apply)] をクリックします。
- 4 [閉じる (Close)] をクリックしてダイアログを終了します。パラメータが変更されている場合は、[MS チューニングファイル保存 (Save MS Tune File)] ダイアログが表示されます。[OK] をクリックして変更を同じファイルに保存するか、新しいファイル名を入力して [OK] をクリックします。すべてのパラメータに対する編集を破棄するには、[キャンセル (Cancel)] をクリックします。

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

手順

- 1 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] > [GC パラメータ編集 (GC Edit Parameters)] を選択します。
- 2 [Aux ヒーター (Aux Heater)] アイコンをクリックしてインターフェイスの温度を編集します。



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

設定値は通常 280 °C です。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

注意

キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MS インターフェイスあるいは GC オープンを加熱してください。GC/MS インターフェイス温度を設定する場合、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

- 4 [**適用 (Apply)**] をクリックして設定値をダウンロードするか、[**OK**] をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。
- 5 新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド (Method)**] メニューから [**メソッドの上書き保存 (Save)**] を選択します。

高真空圧をモニタするには

圧力のモニタにはオプションの G3397B マクロイオン真空ゲージが必要です。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性があるときは、Micro イオン真空ゲージコントローラのスイッチを入れないでください。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ “水素使用時の注意事項” をお読みください。

手順

- 1 MSD を開始し、真空排気します (96 ページ “MSD を真空排気する”)。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面で、[真空制御 (Vacuum)] メニューから [真空ゲージのオン / オフ (Tune Vacuum Gauge On/Off)] を選択します。
- 3 [パラメータ (Parameters)] メニューから [マニュアルチューニング (Manual Tune)] を選択して、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを表示します。
- 4 [値 (Values)] タブを選択して、高真空値を表示します。



3 電子イオン化 (EI) モードの操作

EI モードでの動作圧力に最も影響が大きいのは、キャリアガス (カラム) 流量です。75 ページ表 8 に、ヘリウムキャリアガス流量のさまざまな値に対応する代表的な圧力を示します。これらの圧力値は概算値で、個々の機器によって 30 % 程度変動します。

表 8 イオン真空ゲージ値

カラム流量 (mL/ 分)	オプションゲージ 値 (Torr) ターボポンプ	ゲージ値 (Torr) 拡散ポンプ	フォアライン値、 mTorr 拡散ポンプ
0.5	3.18E-06	2.18E-05	34.7
0.7	4.42E-06	2.59E-05	39.4
1	6.26E-06	3.66E-05	52.86
1.2	7.33E-06	4.46E-05	60.866
2	1.24E-05	7.33E-05	91.784
3	1.86E-05	1.13E-04	125.76
4	2.48E-05		
6	3.75E-05		

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

[機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、この真空値を表示するように MS モニタをセットアップできます。真空圧力は 7890B シリーズ GC コントロールパネル、または [Manual Tune] 画面からも読み取ることができます。

カラム流量 / 線速度をキャリブレーションするには

キャピラリカラムを MS で使用する前にキャリブレーションしておく必要があります。

手順

- 1 データ測定をスプリットレスマニユアル注入に設定し、 m/z 28 をモニターするようにリアルタイムプロットを設定します。
- 2 GC キーパッドの [プレラン] を押します。
- 3 1 μ L の空気を GC 注入口に注入し、[測定開始] を押します。
- 4 m/z 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。
- 5 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] メニューから [GC パラメータ (GC Parameters)] を選択します。
- 6 [コンフィグレーション (Configuration)] タブを選択し、[カラム (Columns)] タブを選択します。
- 7 取り付けられているカラムをテーブルから選択します。
- 8 [キャリブレーション (Calibrate)] ボタンをクリックして、[カラムのキャリブレーション (Calibrate Column)] ダイアログを表示します。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

- 9 [保持されないピークのホールドアップ時間がわかっている場合 (If unretained peak holdup time is known)] セクションで [長さの計算 (Calc Length)] ボタンをクリックして、[カラム長さの計算 (Calculate Column Length)] ダイアログを表示します。

カラムの長さを計算

GC 条件

読み込まれたメソッドと異なる条件で測定を行う場合、その条件を下に入力します。

温度: 75 °C

カラムへの圧力: 14.443 psi

カラムからの圧力: 0 psi

☒ 真空

ガスタイプ: He

保持されないピークのホールドアップ時間: 1.1069 min

	現在	計算済み
▶ 長さ	30 m	30 m
内径	250 µm	250 µm
ホールドアップ	1.1069 min	1.1069 min

OK キャンセル

- 10 表示されているパラメータ (温度、注入口および出口圧力、ガスタイプ) が、ホールドアップ時間を求めるメソッドで使用されているものであることを確認します。メソッドで使用されたものと異なるパラメータがあれば変更します。
- 11 記録したリテンションタイムを [ホールドアップ時間 (Holdup Time)] フィールドに入力します。カーソルを別のパラメータのフィールドに移動すると、キャリブレーションされたカラム長が表示されます。
- 12 [OK] をクリックして変更を保存し、ダイアログを終了します。
- 13 [カラムのキャリブレーション (Calibrate Columns)] ダイアログで [OK] をクリックして、キャリブレーションを保存します。

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

平均線速度の計算

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

各変数の値は以下のとおりです。

L = カラムの長さ (メートル単位)

t = リテンションタイム (秒単位)

流量の計算

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

各変数の値は以下のとおりです。

D = カラムの内径 (ミリメートル単位)

L = カラムの長さ (メートル単位)

t = リテンションタイム (分単位)

MSD を EI モードでチューニングするには

7890B GC コントロールパネルを使用しても、MassHunter に現在読み込まれているオートチューニングが実行できます。51 ページ [“GC コントロールパネルから MSD を操作する ”](#) を参照してください。

手順

- 1 データ測定に使用するメソッドを読み込みます。
- 2 **[機器コントロール (Checkout Tune)]** 画面で、正しいチューニングファイルがタイトルバーに表示されていることを確認します。多くの場合、**オートチューニング (ATUNE.U)** で最良の結果が得られます。Agilent 5977 シリーズ EI イオン源の選択ガイド (PN: 5991-2106EN)
- 3 別のチューニングファイルを選択するには、**[機器 (Instrument)]** メニューで **[MS チューニングファイル (MS Tune File)]** を選択して、**[チューニングファイル選択 (Select Tune File)]** ダイアログを表示します。**[設定 (Settings)]** 領域に、選択したチューニングファイルの重要なパラメータが表示されます。
チューニングファイルは、アナライザのイオン源のタイプと一致する必要があります。EI イオン源を使用している場合は、EI イオン源用に作成されたチューニングファイルを選択します。Agilent 5977 シリーズ EI イオン源の選択ガイド (PN: 5991-2106EN)
- 4 **[MS チューニング (MS Tune)]** アイコンをクリックして **[チューニングタイプ選択 (Select Tune Type)]** ダイアログを表示します。



- 5 **[MSD のチューニング (Tune MSD)]** を選択して、オートチューニングを完了します。または、イオン比率を変えずにピーク幅、質量指定、およびアバUNDANCEを調整する場合は、**[クイックチューニング (Quick Tune)]** を選択します。
- 6 **[OK]** をクリックしてこのダイアログを閉じ、チューニングを開始します。MSD の温度が安定していない場合、お待ちくださいというメッセージが表示されますが、無視する場合は **[無視 (Override)]** をクリックします。
- 7 チューニングが完了してレポートが作成されるまで待ちます。
- 8 チューニング結果を評価するには、**[機器コントロール (Checkout Tune)]** 画面の **[チェックアウト (Checkout)]** メニューから **[チューニングの評価 (Evaluate Tune)]** を選択します。

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

MSD をマニュアルでチューニングするか、特別なオートチューニングを実行するには、**[表示 (View)]** メニューから **[チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)]** を選択します。チューニングに関するさらに詳しい情報については、MassHunter GCMS 測定ソフトウェアに添付のマニュアルとオンラインヘルプを参照してください。

オプションの Self-Cleaning イオン源システムを コンフィグレーションする

- 1 [Instrument Control (機器コントロール)] 画面で [Instrument (機器)] > [GC Parameters (GC パラメータ)] を選択します。
- 2 [コンフィグレーション] アイコンをクリックし [モジュール] タブを選択して、画面を表示します。

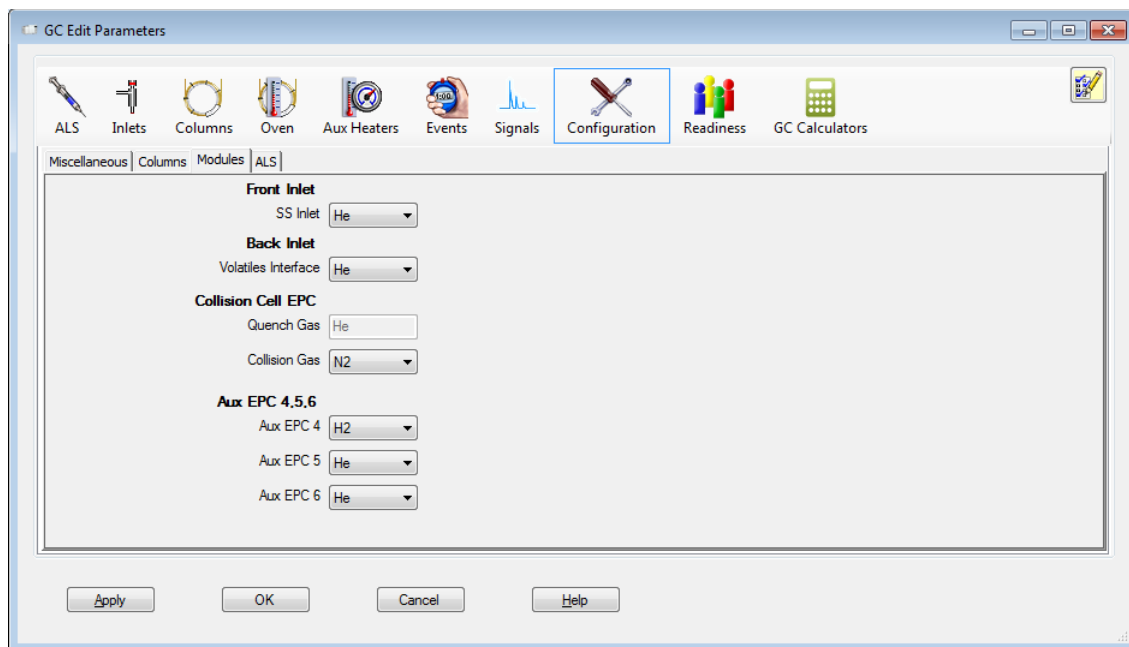


図 11 Self-Cleaning イオン源システムのガス、Aux EPC 4、5、6 のコンフィグレーション

- 3 [Aux EPC 4] は [H2] を、[Aux EPC 5] は [He] を、[Aux EPC 6] は [He] を選択します。
- 4 [OK] ボタンをクリックしてコンフィグレーションを保存します。

オプションの Self-Cleaning イオン源システムを コンディショニングする

取り付け後または長期間未使用の場合、以下で説明する温度と真空状態で、GC/MS システムとともに Self-Cleaning イオン源システムをコンディショニングしてください。

- 1 [MassHunter GCMS 測定**機器コントロール**] パネルで [機器] > [GC パラメータ] を選択します。
- 2 [カラム] アイコンをクリックし、カラムおよび Aux フローモジュールの制御パラメータ入力画面を表示します。

以下の例では、EPC # 4、5、6 のフローモジュール Aux EPC を使って、Self-Cleaning イオン源をコントロールするように配管されています。最も小さい番号の EPC # には **H₂** を配管し、中間の番号の EPC # には **He** を配管し、最も大きい番号の EPC # はパージベントにします。Aux EPC 1、2、3 あるいは Aux EPC 7、8、9 を使って、Aux EPC ユニットを Self-Cleaning イオン源用に配管することもできます。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

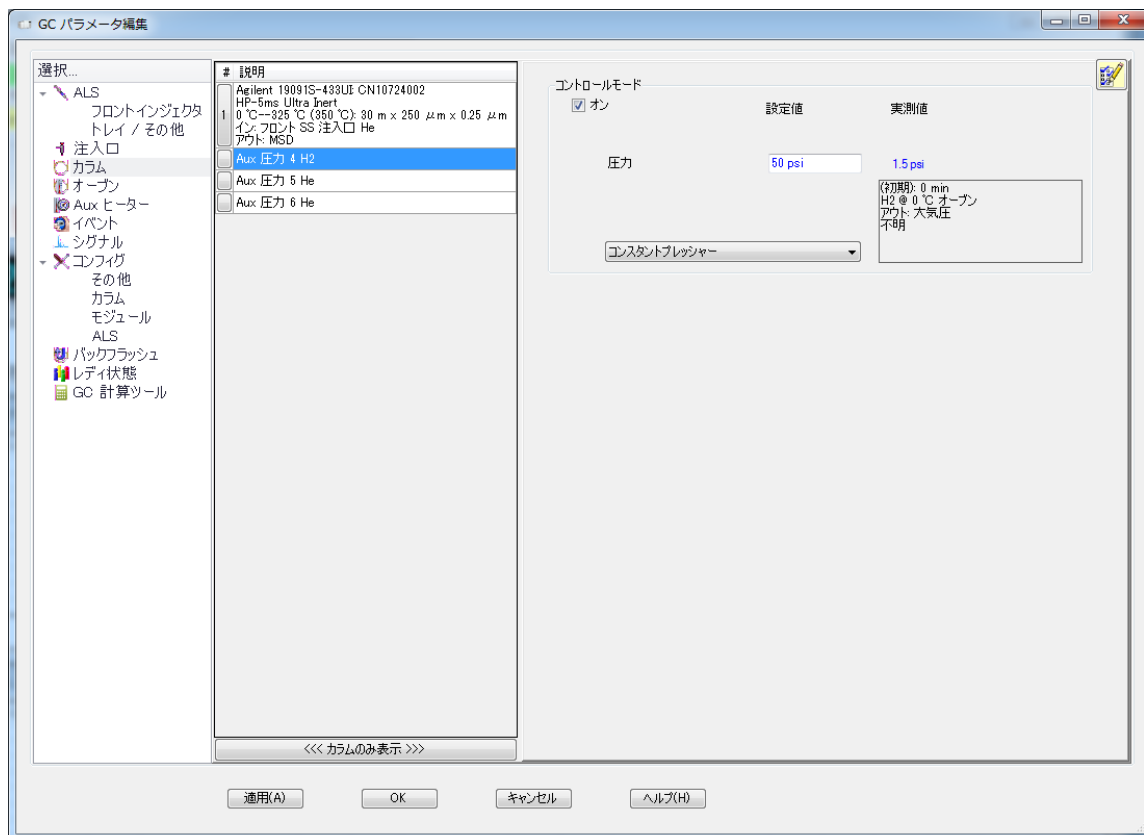


図 12 Self-Cleaning イオン源用ガス流量の設定

- 3 左側の [選択] エリアから、[Aux EPC 4 H2] を選択します。図 12 を参照してください。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 345 kPa (50 psi) に設定します。
- 4 [Aux EPC 5 He] を選択し、圧力をオフにします。
- 5 [Aux EPC 6 He] を選択します。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 21 kPa (3 psi) に設定します。
- 6 [Aux ヒーター] アイコンを選択し、MS トランスファラインヒーターをオンにし、250 °C に設定します。
- 7 MS イオン源動作温度を通常の分析値に設定します。

- 8 3つのターゲットマスのプロファイルします。
 - a [機器コントロール] から、[機器] > [MS チューニング] に移動します。
 - b [マニュアルチューニング] タブを選択します。
 - c [プロファイル] タブを選択します。
 - d 3つのマスを入力して、任意の3つのイオンをプロファイルします (イオンは何を選択しても問題ありません。目的は、プロファイル機能を使うことで、この初回のイオン源洗浄の間フィラメントを維持することです)。
 - e [MS オン (MS On)] をクリックします。
 - f [開始 (Start)] をクリックし、イオン源の洗浄を開始します。
- 9 ターゲットイオンのプロファイルを約3時間続けます。
- 10 3時間後、[停止 (Stop)] をクリックして、プロファイルを停止します。
- 11 サンプルを分析する前に、オートチューニングします。

Self-Cleaning イオン源の洗浄モードを使用するためメソッドを編集する

以下の GC 設定を使って、Self-Cleaning イオン源モードで動作する必要があるメソッドをすべて編集します。

- 1 [MassHunter GCMS 測定**機器コントロール**] パネルで [機器] > [GC パラメータ] を選択します。
- 2 [カラム] アイコンをクリックし、カラムおよび Aux フローモジュールの制御パラメータ入力画面を表示します。

以下の例では、EPC # 4、5、6 のフローモジュール Aux EPC を使って、Self-Cleaning イオン源をコントロールするように配管されています。最も小さい番号の EPC # には **H2** を配管し、中間の番号の EPC # には **He** を配管し、最も大きい番号の EPC # はパージベントにします。Aux EPC 1、2、3 あるいは Aux EPC 7、8、9 を使って、Aux EPC ユニットを Self-Cleaning イオン源用に設定することもできます。

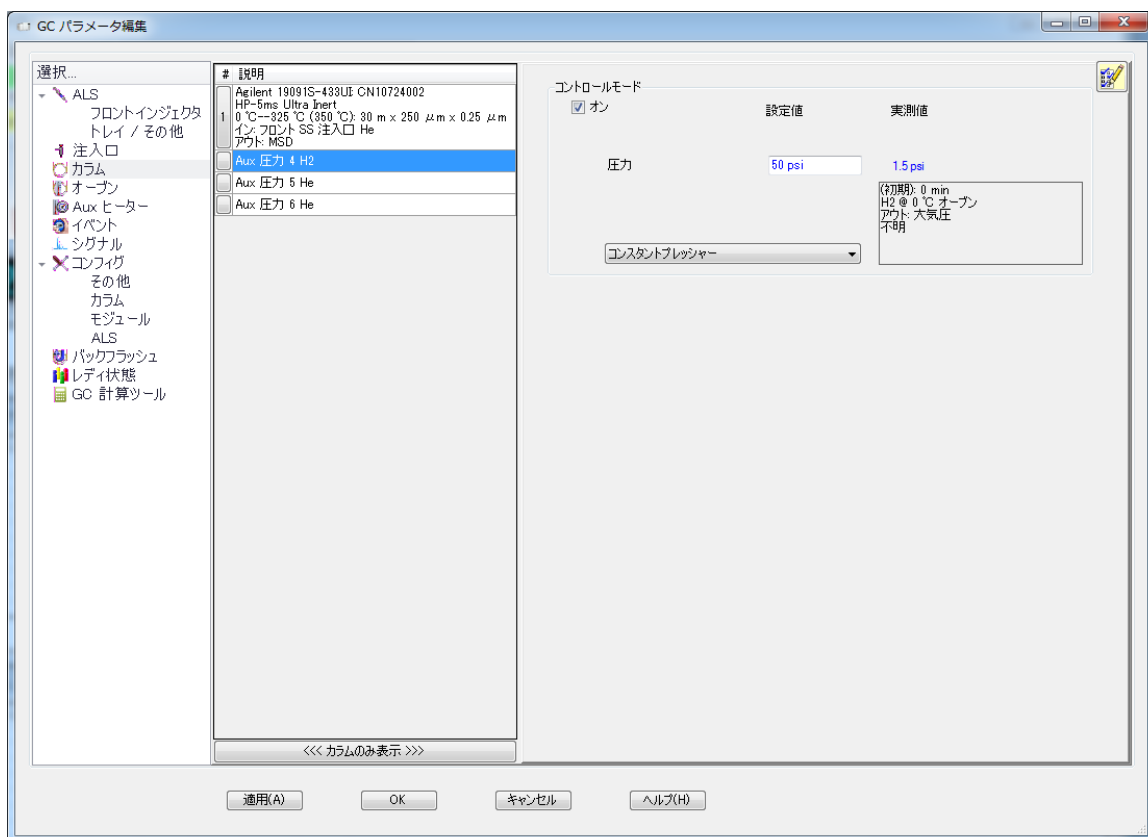


図 13 Self-Cleaning イオン源用ガス流量の設定

- 3 左側の [選択] エリアから、[Aux EPC 4 H2] を選択します。図 13 を参照してください。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 345 kPa (50 psi) に設定します。

洗浄とアプリケーションのパフォーマンスの組み合わせを最適にするには、水素圧力の調整が必要な場合もあります。


- 4 [Aux EPC 5 He] を選択し、圧力をオフにします。
- 5 [Aux EPC 6 He] を選択します。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 21 kPa (3 psi) に設定します。
- 6 メソッドを保存します。

Self-Cleaning イオン源の洗浄モードをオフにするためメソッドを編集する

以下の GC 設定を使って、Self-Cleaning イオン源モードを停止する必要があるメソッドをすべて編集します。

- 1 メソッドを読み込み、[MassHunter GCMS 測定機器コントロール] パネルで [機器] > [GC パラメータ] を選択します。
- 2 [カラム] アイコンをクリックし、カラムおよび Aux フローモジュールの制御パラメータ入力画面を表示します。

以下の例では、EPC # 4、5、6 のフローモジュール Aux EPC を使って、Self-Cleaning イオン源をコントロールするように配管されています。最も小さい番号の EPC # には **H2** を配管し、中間の番号の EPC # には **He** を配管し、最も大きい番号の EPC # はパージベントにします。Aux EPC 1、2、3 あるいは Aux EPC 7、8、9 を使って、Aux EPC ユニットを Self-Cleaning イオン源用に設定することもできます。

- 3 左側の [選択] エリアから、[Aux EPC 4 H2] を選択し、圧力をオフにします (86 ページ  13 を参照してください)。
- 4 [Aux EPC 5 He] を選択します。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 35 kPa (5 psi) に設定します。
- 5 [Aux EPC 6 He] を選択します。圧力をオンにし、[コンスタントプレッシャ] モードで 21 kPa (3 psi) に設定します。
- 6 メソッドを保存します。

システム性能を検証するには

準備するもの

- IDL チェックアウト (5188-5347) 用 100 fg/μL OFN NCI チェックアウトスタンダード
- S/N チェックアウト (5188-5348) 用 1 pg/μL OFN EI チェックアウトスタンダード

チューニング性能の検証

- 1 少なくとも 60 分間システムが真空排気していることを確認します。
- 2 GC オープン温度を 150 °C に、カラム流量を 1.0 mL/min に設定します。
- 3 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[チェックアウト (Checkout)] メニューから [**チェックアウトチューニング (Checkout Tune)**] を選択します。ソフトウェアはオートチューニングを実行し、レポートを出力します。
- 4 オートチューニングが完了したら、メソッドを保存し、[**チェックアウト (Checkout)**] メニューから [**チューニングの評価 (Evaluation Tune)**] を選択します。

ソフトウェアが最後のオートチューニングを評価し、「システム検証 - チューニング」レポートを出力します。

感度性能の検証

- 1 1 μL の OFN の注入を、ALS または手動で設定します。
- 2 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[**チェックアウト (Checkout)**] メニューから [**感度チェック (Sensitivity Check)**] を選択します。[**アラート (Alert)**] ダイアログが表示され、OFN_SN メソッドを変換することと、ALS のコンフィグレーション時にバイアル 1 に OFN サンプルを置くことについて注意を促します。
- 3 必要な場合、お使いのハードウェアでこのメソッドを変換し、バイアル 1 の位置にサンプルを置きます。
- 4 [OK] をクリックしてメソッドを実行します。

メソッドが完了すると、評価レポートが出力されます。


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

高質量テストを実行するには (5977B シリーズ MSD)

準備するもの

- PFHT キャリブレーションサンプル (5188-5357)

手順

- 1 チューニングファイル ATUNE.U をロードし、MSD をオートチューニングします。79 ページ **“MSD を EI モードでチューニングするには ”** を参照してください。
- 2 以下の PFHT.M メソッドを読み込んで、メソッド変換します。
MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M
ここで、x は使用されている機器番号です。
- 3 メソッドを更新して保存します。
- 4 バイアルに PFHT キャリブレーションサンプルを充填して、ポジション 2 に置きます。
- 5 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[**チェックアウト (Checkout)**] メニューから [**高質量チェック (High Mass Check)**] を選択します。
- 6 画面上の指示に従います。
- 7 5 分以内に実行が完了し、結果が出力されます。90 ページ  14 を参照してください。

結果

*PFHT HIGH MASS REPORT

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

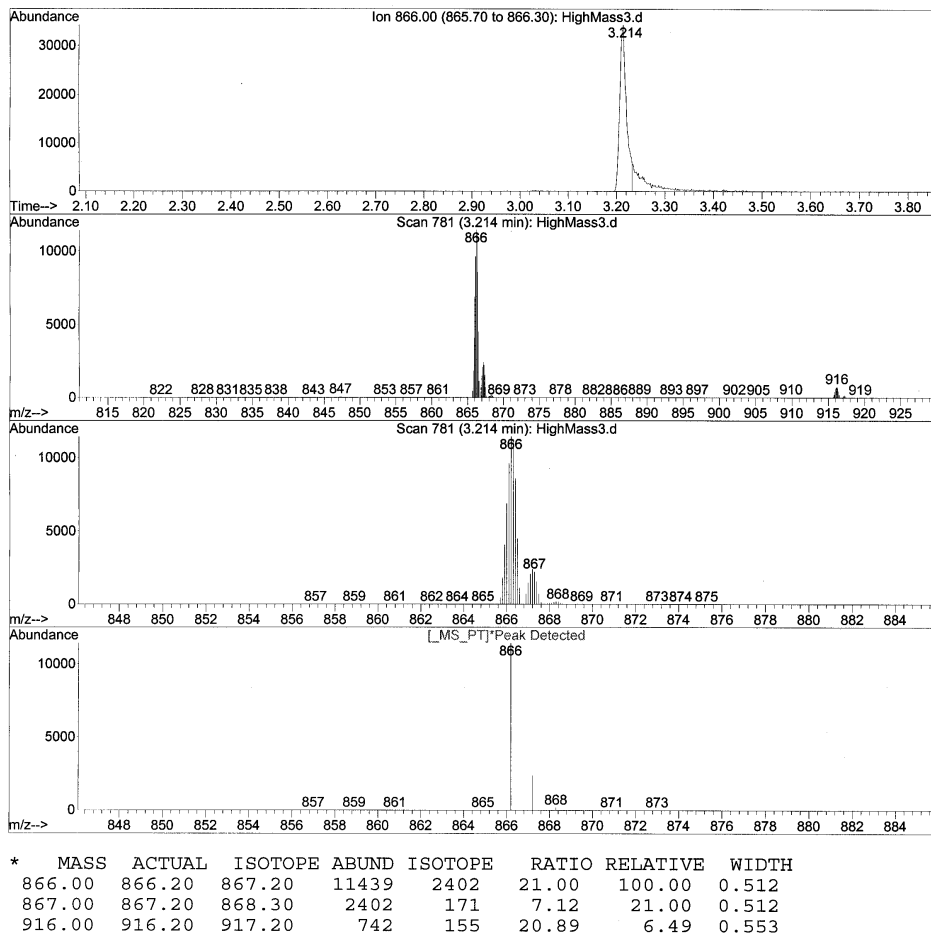


図 14 PFHT 高質量レポート

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

結果は、高質量に対して **AMU オフセット**調整を行うことを推奨するアマウントを示しています。結果とターゲットアマウントの差が 5 ユニット以内ならば、調整を行う必要はありません。

調整

- 1 ATUNE.U が読み込まれていることを確認します。
- 2 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] メニューから [チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)] を選択して、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを表示します。
- 3 [ダイナミック (Dynamic)] タブをクリックし、[AMU オフセット (Amu Offset)] サブタブをクリックします。
- 4 [このレンズを有効にする (Enable This Lens)] チェックボックスをオンにします。
- 5 推奨されるダイナミックオフセット [電圧 (V) (Voltage (V))] を入力し、[OK] をクリックします。
- 6 [保存 (Save)] をクリックして、この高質量用のダイナミック [AMU オフセット (Amu Offset)] を保存します。

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

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

- 7 [終了 (Done)] をクリックして、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを閉じます。
- 8 PFHT.M を読み込み、保存したチューニングファイルを読み込み、メソッドを保存します。
- 9 テスト用の再分析をします (高質量チェックアウトを繰り返します)。新しい結果が 5 unit 以内の場合、それ以上の調整は必要ありません。

MSD カバーを開けるには

MSD のカバーを開ける場合、以下の手順に従ってください。

アナライザのウィンドウカバーを取り外すには



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

注意

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

アナライザの

ハンドル

アナライザの
カバー



アナライザのカバーを開けるには



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

警告

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

MSD を大気開放するには



手順

Agilent では、ベントメソッド作成して保存することを推奨しています。そうすることにより、GCMS トランスファラインと MS に確実に安全な温度が適用されます。

- 1 GC と MS の間に LVDS または DCOMM コミュニケーションがない場合は、[機器 (Instrument)] メニューの [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で [GC パラメータ (GC Parameters)] を選択し、[GC パラメータの編集 (GC Edit Parameters)] ダイアログを表示します。[オープン (Oven)] を選択し、オープン温度を室温に設定します。さらに、[Aux ヒーター (MSD トランスファライン)] (Aux Heaters (MSD Transfer line))] と [注入口 (Inlets)] を選択して、これらの温度を室温に設定します。[OK] をクリックしてダイアログを閉じ、この温度を GC に送信します。

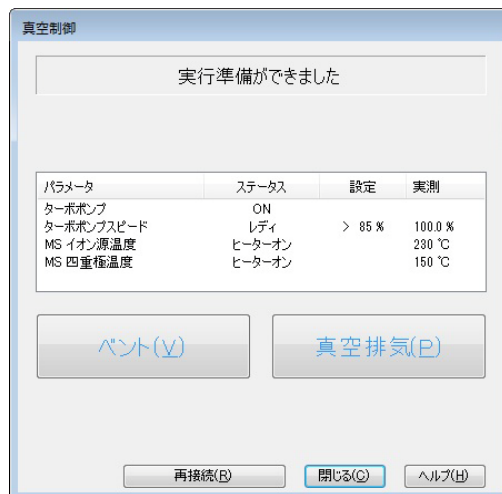
警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、MSD の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ “[水素使用時の注意事項](#)” をお読みください。

注意

カラムの損傷を防ぐため、GC オープンおよび GC/MSD インターフェイスが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

- 2 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[機器 (Instrument)] メニュー、[MS 真空制御 (MS Vacuum Control)] を選択して [真空制御 (Vacuum Control)] ダイアログを表示します。



- 3 アナライザの窓カバーを取り外します (92 ページ “MSD カバーを開けるには” を参照してください)。
- 4 [ベント (Vent)] をクリックして、MSD の自動シャットダウンを開始します。ベントメソッドが保存されている場合、MSD と GC の温度および流量はそのメソッドでコントロールされます。
- 5 画面の指示に従います。GC と MS との間に LVDS または DCOMM コミュニケーションがない場合、トランスファラインとオープンヒーターの電源を切るよう促すダイアログが表示されます。

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

- 6 指示が表示されてから、ベントバルブつまみを 3/4 回転**だけ**、あるいは空気がアナライザ内に流入するシューという音が聞こえるまで、反時計回りに回してください。

ベントバルブつまみ



つまみを必要以上に回さ**ない**でください。O-リングが溝からずれる可能性があります。真空排気の前に、必ずベントバルブを締め直してください。

MSD を真空排気する

これらの作業は [7890B GC] コントロールパネルを使用しても実行できます。51 ページ “GC コントロールパネルから MSD を操作する ” を参照してください。

警告

お使いの MSD が、この章の導入部 (60 ページ) で挙げたすべての条件に合うか確認してから、MSD を開始して真空排気をしてください。満たしていないと、怪我につながる恐れがあります。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ “水素使用時の注意事項 ” をお読みください。

注意

IDP3 ドライスクロールポンプを使用している場合、水素をキャリアガスとして使用することをアジレントは推奨しません。



手順

- 1 アナライザの窓カバーを取り外します (92 ページ “MSD カバーを開けるには ” を参照してください)。
- 2 ベントバルブのつまみを時計回りに回してベントバルブを閉じます。

ベントバルブつまみ

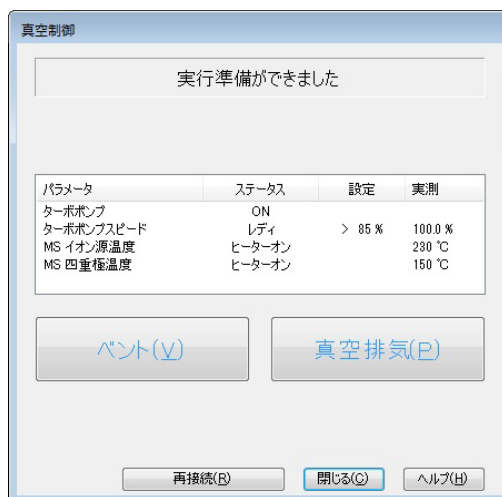


3 電子イオン化 (EI) モードの操作

- 3 MSD の電源コードを差し込みます。
- 4 MSD の前面にある**電源オン**ボタンを押します。
- 5 サイドボードを軽く押して、正しく密封されていることを確認します。サイドボードの金属ボックスを押します。

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

- 6 MassHunter GCMS 測定プログラムを開始します。
- 7 [機器 (Instrument)] メニューの [**機器コントロール (Instrument Control)**] 画面で、[**MS 真空制御 (MS Vacuum Control)**] を選択して [**真空制御 (Vacuum Control)**] ダイアログを表示します。
- 8 [**機器コントロール (Instrument Control)**] 画面で、[機器 (Instrument)] メニュー、[**MS 真空制御 (MS Vacuum Control)**] を選択して [**真空制御 (Vacuum Control)**] ダイアログを表示します。
- 9 [**真空制御 (Vacuum Control)**] ダイアログで [**真空排気 (Pump Down)**] をクリックし、システムのプロンプトに従います。



注意

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

- 10 プロンプトが表示されたら、GC/MSD インターフェイスヒーターと GC オーブンをオンにします。終了したら、[OK] をクリックします。

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

- 11 「**実行できます**」というメッセージが表示されたら、MSD が熱平衡化するまで 2 時間待ちます。MSD が熱平衡化する前に測定されたデータは再生できない場合があります。

MSD を移設または保管するには

準備するもの

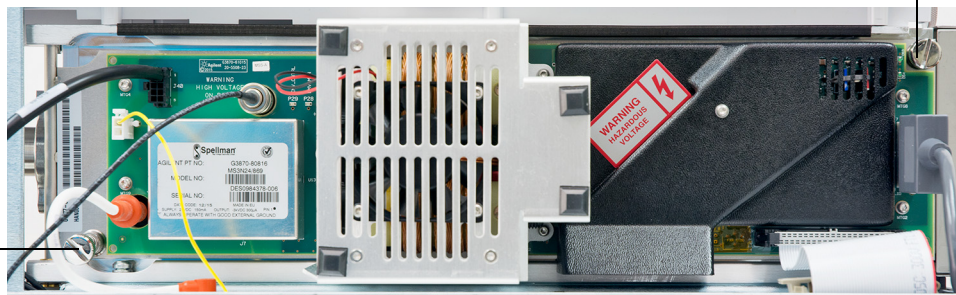
- フェラル、ブランク (5181-3308)
- インターフェイスカラムナット (05988-20066)
- スパナ、1/4- インチ × 5/16- インチ (8710-0510)

手順

- 1 MSD を大気開放します (93 ページ“MSD を大気開放するには”を参照してください)。
- 2 カラムを取り外してブランクのフェラルおよび接続ナットを取り付けます。
- 3 ベントバルブを締めます。
- 4 GC から MSD を離します (『5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください)。
- 5 GC/MSD インターフェイスのヒーターケーブルを GC から引き抜きます。
- 6 アナライザのカバーを開きます (92 ページ“MSD カバーを開けるには”を参照してください)。
- 7 サイドプレートをつまみねじを指で締めます。

前面のつまみねじ

背面のつまみねじ



注意

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

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

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

注意

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

3 電子イオン化 (EI) モードの操作

4

化学イオン化 (CI) モードの操作

一般的なガイドライン	102
CI GC/MSD インターフェイス	103
CI オートチューニング	105
CI MSD を操作するには	107
MSD を CI モードで真空排気するには	108
CI モード操作で使用するためにソフトウェアを設定するには	109
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには	111
メタン試薬ガス流量を設定するには	114
他の試薬ガスを使用するには	117
PCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガスのみ)	121
NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス)	123
PCI 性能を検証するには	125
NCI 性能を検証するには	126
CI モードの高真空圧をモニタするには	127

この章では化学イオン化 (CI) モードでの 5977B シリーズ CI MSD の操作に関する説明と情報を掲載しています。前章の情報の多くも関連しています。

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


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



一般的なガイドライン

- 常に最高純度のメタン (該当する場合はその他の試薬ガスも) を使用する。メタンの純度は少なくとも 99.9995 % である必要があります。
- CI モードに切り替える前に MSD が EI モードで正常に稼働することを確認する。88 ページ “システム性能を検証するには” を参照してください。
- CI イオン源および GC/MSD インターフェイスのチップシールが取り付けられていることを確認する。
- 試薬ガスの配管に空気漏れがないことを確認する。これは、PCI モードで判定され、メタンのプレチューニング後に m/z 32 を確認します。
- 試薬ガス注入口ラインにガスフィルターが装備されていることを確認する (アンモニアには必要ありません)。

CI GC/MSD インターフェイス

CI GC/MSD インターフェイス (104 ページ  15) は、MSD 内部にキャピラリーカラムを通すための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に、O-リングを使ってねじで固定されており、保護カバーがついています。

インターフェイスの一方の端は、GC の側面からオープンに達します。この部分はねじ山状になっていて、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ~ 2 mm 出た状態でイオン化室に達しています。

試薬ガスはインターフェイスに配管されています。インターフェイスアセンブリの先端はイオン化室に達しています。インターフェイスチップシールは、CI イオン源の先端から試薬ガスが漏れるのを防ぎます。試薬ガスはインターフェイス本体に入り、イオン源のキャリアガスとサンプルに混合されます。

GC/MSD インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されます。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されます。インターフェイス温度は MassHunter GCMS 測定ソフトウェアまたはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェイスのセンサー（熱電対）が常に温度をモニタします。

CI のインターフェイスは EI モードでそのまま使用できます。CI チップシールは CI の動作に必須であり、EI エクストラクタイオン源を使用する際にも取り付けておくことができます。これは標準または不活性 EI イオン源に容易に交換できます。

インターフェイスは 250 から 350 °C の範囲で設定できます。この条件下では、インターフェイス温度が GC の最高オープン温度より若干高温であることが必要ですが、**絶対**にカラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

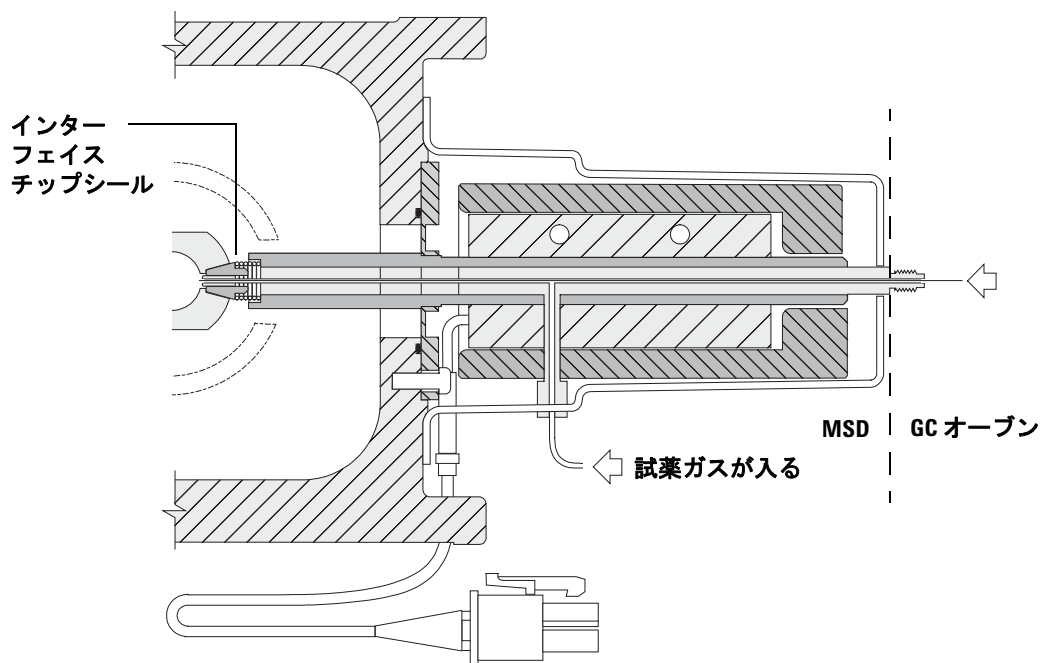
注意

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

警告

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

4 化学イオン化 (CI) モードの操作



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

図 15 CI GC/MSD インターフェイス

関連項目

- 37 ページ “ スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける ”
- 41 ページ “ セルフタイトカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける ”
- 46 ページ “ 標準のカラムナットを使用して GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける ”

CI オートチューニング

試薬ガス流量を調整した後、MSD のレンズおよびエレクトロニクスをチューニングする必要があります。106 ページ“[試薬ガス設定](#)”を参照してください。パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン (PFDTD) がキャリブレーションとして使用されます。真空チャンバ全体をあふれさせるのではなく、PFDTD はガス流量制御モジュールを使用して CI GC/MSD インターフェイスから直接イオン化室に流入されます。

注意

イオン源が EI モードから CI モードに切り替わった後、あるいは他の理由でベントされた後は、MSD はチューニング前に洗浄して、少なくとも 2 時間は焼き出しする必要があります。最適な感度が必要なサンプルを分析する前には、これより長く焼き出しを行うことを推奨します。

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

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

ただし、2600 V 以上での EMVolts (エレクトロンマルチプライア電圧) では問題が示されます。メソッドで EMVolts を +400 に設定する必要がある場合は、データ測定に十分な感度が得られない場合があります。

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。88 ページ“[システム性能を検証するには](#)”を参照してください。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

表 9 試薬ガス設定

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

N/A 使用不可

CI MSD を操作するには

MSD を CI モードで動作させるのは、EI モードより複雑です。チューニング後、ガス流量、イオン源温度 (表 10)、および電子エネルギーを特定の対象化合物に合わせて最適化する必要がある場合があります。

表 10 CI モード時の温度

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

PCI モードでの立ち上げ

最初に PCI モードでシステムを立ち上げて、以下の確認を行います。

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

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

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

- PCI モードには試薬ガス流量を 20 (1 mL/min) に設定
- NCI モードには試薬ガス流量を 40 (2 mL/min) に設定

MSD を CI モードで真空排気するには

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

手順

- 1 EI モードの説明に従います。96 ページ “**MSD を真空排気する**” を参照してください。

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

- 2 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログボックスで、[**値 (Values)**] タブをクリックして、圧力が減少していることをモニタします (高真空ゲージオプションがインストールされている場合)。
- 3 [**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログボックスで、[**CI ガス (CI Gas)**] タブをクリックし、[**バルブ設定 (Valve Settings)**] 領域で、[**ガスバルブ A (Gas Valve A)**]、[**ガスバルブ B (Gas Valve B)**]、および [**シャットオフバルブ (ShutOff Valve)**] を閉じます。
- 4 **PCICH4.U** が読み込まれていることを ([**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] ダイアログの左上で) 確認し、[**値 (Values)**] タブをクリックして温度設定を確定します。

必ず PCI モードで開始し、システム性能を確認してから NCI に切り換えます。
- 5 GC/MSD インターフェイスを 280 °C に設定します。
- 6 **ガス A (メタン)** を 20 % に設定します。
- 7 少なくとも 2 時間システムを焼き出ししてパージします。NCI を稼働させる場合、最も高い感度を得るため、一晩中焼き出ししてください。

CI モード操作で使用するためにソフトウェアを設定するには

注意

CI 操作に切り替える前に、常に EI で GC/MS 操作を確認します。

手順

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面で、[ファイル (File)] メニューから [チューニングパラメータの読み込み (Load Tune Parameters)] を選択して、チューニングファイル **PCICH4.U** を読み込みます。
- 2 CI オートチューニングがこのチューニングファイルでは実行されたことがない場合、ソフトウェアは一連のダイアログボックスを表示します。**特に変更する理由がない限り、デフォルト値を受け入れます。**

チューニングパラメータは MSD 性能に大きく影響します。最初に CI に設定したときは必ずデフォルト値で開始し、その後、それぞれの用途に合わせて調整します。[チューニングリミット設定 (Tune Control Limits)] ボックスのデフォルト値については、表 11 を参照してください。これらのチューニングリミット設定値はオートチューニングでのみ使用されます。[MS パラメータを設定します (Edit MS Parameters)] で設定されたパラメータ、あるいはチューニングレポートに表示されたパラメータと絶対に混同しないようご注意ください。

表 11 デフォルトチューニングの制御制限、CI オートチューニング専用

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア	
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス	プラス	マイナス
アバンダンスターゲット	1x10 ⁶	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶
ピーク幅ターゲット	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
最大リペラ	4	4	N/A	4	N/A	4
最大放出電流、 μ A	240	50	N/A	50	N/A	50
最大電子エネルギー、eV	240	240	N/A	240	N/A	240

表 11 への注記:

- **N/A 使用不可。**メタン以外の試薬ガスでは、PCI モード PFDTD のイオンを形成することはできません。このため、CI オートチューニングはこれらの構成では使用できません。
- **イオン極性:** 最初は必ずメタンを使用して PCI モードで開始し、その後、必要なイオン極性および試薬ガスに切り換えてください。
- **アバンダンスターゲット:** 必要なシグナルアバンダンスを得るためにアバンダンス値を調整します。シグナルアバンダンスを高くすると、ノイズアバンダンスも高くなります。これは、メソッドで **EMV** を設定してデータ測定に合わせて調整されます。
- **ピーク幅ターゲット** ピーク幅値を高くすると感度が高くなり、値を低くすると分解能が向上します。
- **最大放出電流** NCI の最適な最大放出電流は化合物によって大きく左右され、実験的に選択する必要があります。たとえば、農薬に最適な放出電流は約 200 μA になります。

試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには

注意

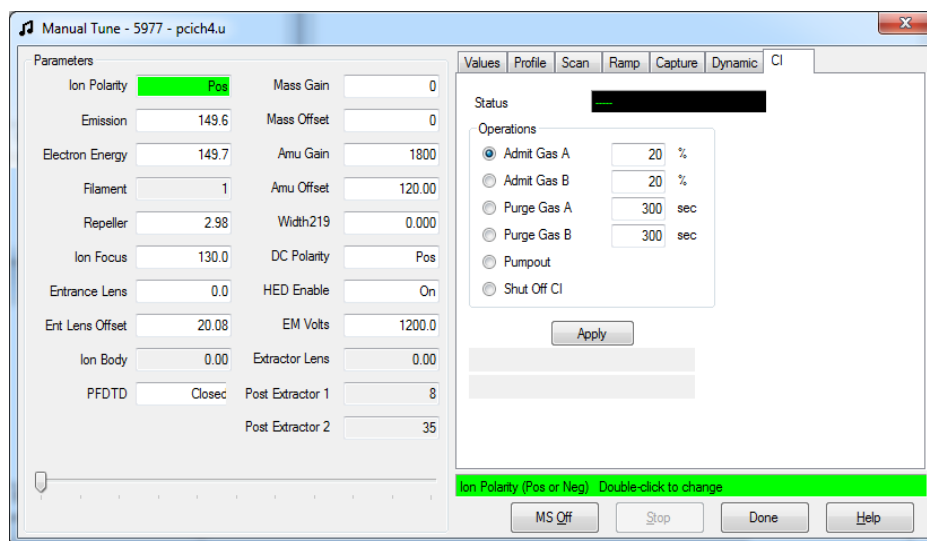
EI モードから CI モードにシステムを切替後、またはその他の理由でベントされた後、MS にはチューニング前に最低 2 時間焼き出しが必要です。

注意

MS に空気の漏れまたは大量の水がある場合に CI オートチューニングを継続すると、**重大なイオン源の汚染**が発生します。汚染が発生した場合、**MS をベントし、イオン源を洗浄**しなければなりません。

手順

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



4 化学イオン化 (CI) モードの操作

- 2 [オペレーション (Operations)] 領域で、現在のチューニングファイルで使用する**試薬ガス**を選択します。

システムはガスラインの排気を 6 分間行い、選択したガスをオンにします (A または B)。これにより、ラインでガスが相互に混合するのを最小限に抑えられます。

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

フローコントロールハードウェアは、各ガスの流量設定が記憶されています。どちらかのガスを選択すると、前回そのガスで使用したのと同じ流量をコントロールボードが自動的に設定します。

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

システムは現在のガス流量をオフにする一方で、シャットオフバルブ (113 ページの図 16) を開いたままにします。これは、ラインから残留ガスを排出するために行います。通常の排出時間は 6 分で、その後シャットオフバルブは閉じられます。

フローコントロールモジュール

CI 試薬ガスフローコントロールモジュールは CI GC/MSD インターフェイスへの試薬ガスの流入を調整します。フローモジュールは、マスフローコントローラ (MFC)、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、シャットオフバルブ、制御電子機器、配管で構成されます。113 ページの図 16 と表 12 を参照してください。

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

シャットオフバルブは、MSD のベント時の空気によって、または EI 操作時の PFTBA によって、フローコントロールモジュールが汚染されるのを防ぎます。

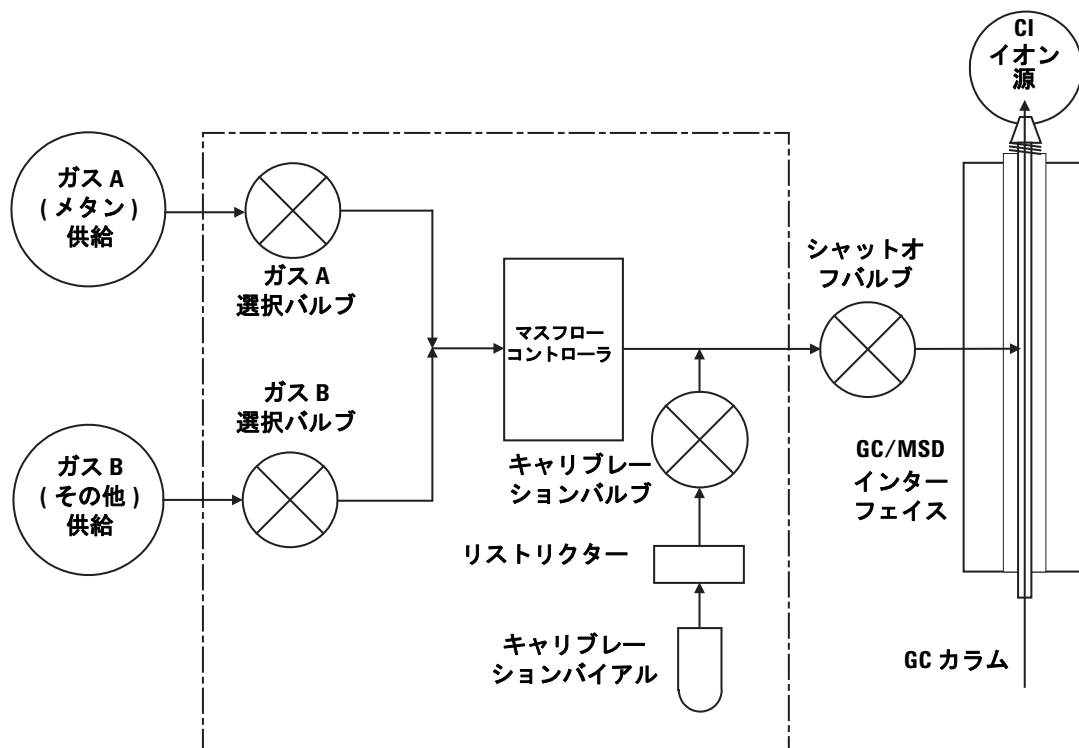


図 16 試薬ガスフローコントロールモジュール図

表 12 フローコントロールモジュールの状態

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	パージ ガス A	パージ ガス B	排出 フロー モジュール	スタンバイ、 大気開放、 または EI モード
ガス A	開	閉	開	閉	閉	閉
ガス B	閉	開	閉	開	閉	閉
MFC	オン → 設定 値	オン → 設定 値	オン → 100 %	オン → 100 %	オン → 100 %	オフ → 0 %
シャット オフバルブ	開	開	開	開	開	閉

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

メタン試薬ガス流量を設定するには

CI システムをチューニングする前に、安定性を最大限に確保するために試薬ガス流量を調整する必要があります。ポジティブ CI モード (PCI) でメタンを使用して**初期**設定してください。ネガティブ CI モードでは、試薬ガスがイオンを形成することがないため、NCI で流量調整の手順は利用できません。

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

データシステムがプロンプトを表示して流量調整手順の流れを指示します。

手順

- 1 EI イオン源を使用して、標準オートチューニングを実行し、レポートを保存し、レポートされた圧力を記録します。79 ページ **“MSD を EI モードでチューニングするには”** を参照してください。
- 2 システムを大気開放します。64 ページ **“MSD を大気開放する”** を参照してください。
- 3 CI イオン源を取り付けます。192 ページ **“CI イオン源を取り付けるには”** を参照してください。
- 4 システムを真空排気します。108 ページ **“MSD を CI モードで真空排気するには”** を参照してください。
- 5 圧力が EI オートチューニングの前に記録した値に近づくまで待ちます。127 ページ **“CI モードの高真空圧をモニタするには”** を参照してください。
- 6 [マニュアルチューニング (Manual Tune)] 画面の [**実行 (Execute)**] メニューから [**MSD の焼きだし (Bake out MSD)**] を選択して、[**焼きだしパラメータの設定 (Specify Bake Out parameters)**] ダイアログを表示します。最小時間を 2 時間に設定し、その他のパラメータを調整し、[**OK**] をクリックして焼き出しを開始します。

注意

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

MSD に空気の漏れまたは大量の水がある場合に CI オートチューニングを継続すると、**重大なイオン源の汚染**が発生します。汚染が発生した場合、**MSD をベントし、イオン源を洗浄**しなければなりません。

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

メタンプレチューニングは、メタン試薬イオン比 m/z 28/27 のモニタに最適となるように機器をチューニングします。

- 8 表示された試薬イオンのプロファイルスキャンを調べます。
 - m/z 32 に確認できるピークが存在しないことが必要です。ここにピークがある場合、空気漏れが起きています。漏れを解決してから先に進んでください。空気漏れのままで CI モードの操作をすると、イオン源の汚染が急速に進みます。
 - m/z 19 (プロトン化した水) のピークが m/z 17 のピークの 50 % 未満であることを確認します。
- 9 指示が表示されてから、[OK] をクリックして、メタン流量調整を実行します。

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

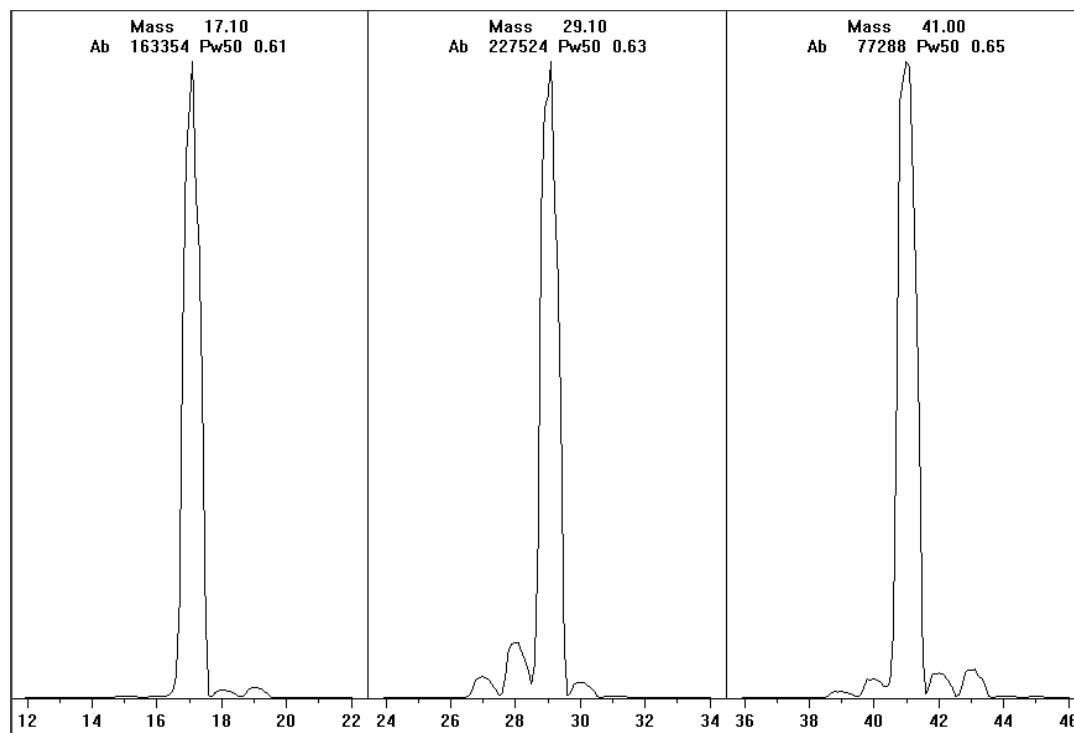


図 17 長時間の焼き出しの後の試薬イオンキャン

焼き出しを1日以上続けた後のメタンのプレチューニング

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

他の試薬ガスを使用するには

このセクションでは、試薬ガスとしてのイソブタンまたはアンモニアの使用について説明します。メタン試薬ガスを使用した CI 装備の 5977B シリーズ MSD の操作に慣れてから、他の試薬ガスの使用を試みるようにしてください。

注意

試薬ガスには亜酸化窒素を使用しないでください。フィラメントの寿命を急激に短縮します。

試薬ガスをメタンからイソブタンまたはアンモニアに変えると、イオン化プロセスの化学的性質を変え、異なるイオンを生成します。発生する主な化学イオン化反応の概要については、『5977B Series Concepts Guide』で説明しています。化学イオン化の操作経験がない場合、開始する前にこの箇所を確認することを推奨します。

注意

すべての試薬ガスを使って、すべてのモードですべての設定処理ができるわけではありません。詳細については、表 13 を参照してください。

表 13 試薬ガス

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

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

† ネガティブ試薬ガスイオンは形成されません。ネガティブモードでプレチューニングするには、バックグラウンドイオンを使用します。17 (OH-)、35 (Cl-)、235 (ReO3-)。これらのイオンは試薬ガス流量の調整には使用できません。NCI のフローを 40 % に設定し、必要に応じて調節して、アプリケーションで許容可能な結果を得ます。

イソブタン CI

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

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

アンモニア CI

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

多数の対象化合物には十分なプロトン親和力がないため、 NH_4^+ の付加からアンモニア化学イオン化スペクトルが発生し、場合によってはその後水を失うことがあります。アンモニア試薬イオンスペクトルは、 NH_4^+ 、 $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$ 、および $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$ に対応する m/z 18、35、52 の主要イオンを持ちます。

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

手順

- 1 メタンと PFDTD を使用して標準ポジティブ CI オートチューニングを実行します。121 ページ **“PCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガスのみ)”** を参照してください。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面の [**チューニング (Tune)**] メニューで、[**チューニングウィザード (Tune Wizard)**] をクリックし、指示が表示されてから、[**イソブタン (Isobutane)**] または [**アンモニア (Ammonia)**] を選択します。選択すると選択したガスを使用するためにメニューが変わり、該当するデフォルトのチューニングパラメータを選択します。

- 3 指示が表示されてから、[**ガス B (Gas B)**] を選択します (イソブタンまたはアンモニアが配管されるポート)。チューニングウィザードからのプロンプトに従って、ガス流量を 20 % に設定します。

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

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

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

イソブタンまたはアンモニアを使って NCI を実行したいときは、**NCICH4.U** または特定ガス用の既存 NCI チューニングファイルを読み込みます。アンモニアを使用した CI 操作の詳細については、Agilent アプリケーションノート『**Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5975 Series MSDs**』(5989-5170EN) を参照してください。

注意

アンモニアの使用は、MSD のメンテナンス要件に影響します。詳細は、175 ページ “**CI メンテナンス**” を参照してください。

注意

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

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

アンモニアは真空ポンプ液とシールを破損する傾向にあります。アンモニア CI では、頻繁に真空システムのメンテナンスを実施する必要があります (『**5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual**』を参照してください)。

CI 試薬ガスとしては、5 % のアンモニアと 95 % のヘリウムまたは 5 % のアンモニアと 95 % のメタンの混合物がよく使用されます。この混合物内のアンモニアは、悪影響を最小に止めながら、良好な化学イオン化を得るのに十分な量です。

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

二酸化炭素 CI

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

PCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガスのみ)

注意

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

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

手順

- 1 最初に MSD が EI モードで正しく動作することを確認します。88 ページ “[システム性能を検証するには](#)” を参照してください。
- 2 **PCICH4.U** チューニングファイル (または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル) を読み込みます。

既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくない場合は必ず新しい名前でファイルを保存します。
- 3 デフォルトの設定値を受け入れます。
- 4 メタンの設定を行います。114 ページ “[メタン試薬ガス流量を設定するには](#)” を参照してください。
- 5 **[チューニング (Tune)]** メニューで、**[CI オートチューニング (CI Autotune)]** をクリックします。

チューニングには実行条件はありません。オートチューニングの完了で、合格です (122 ページ [図 18](#) を参照してください)。オートチューニングの結果で **EM 電圧** (エレクトロンマルチプライア電圧) が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の **EM 電圧** に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

オートチューニングレポートにはシステムの空気と水に関する情報が含まれます。122 ページ “[PCI オートチューニングレポート](#)” を参照してください。

19/29 比は水のアバンダンスを示します。

32/29 比は酸素の割合を示します。

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

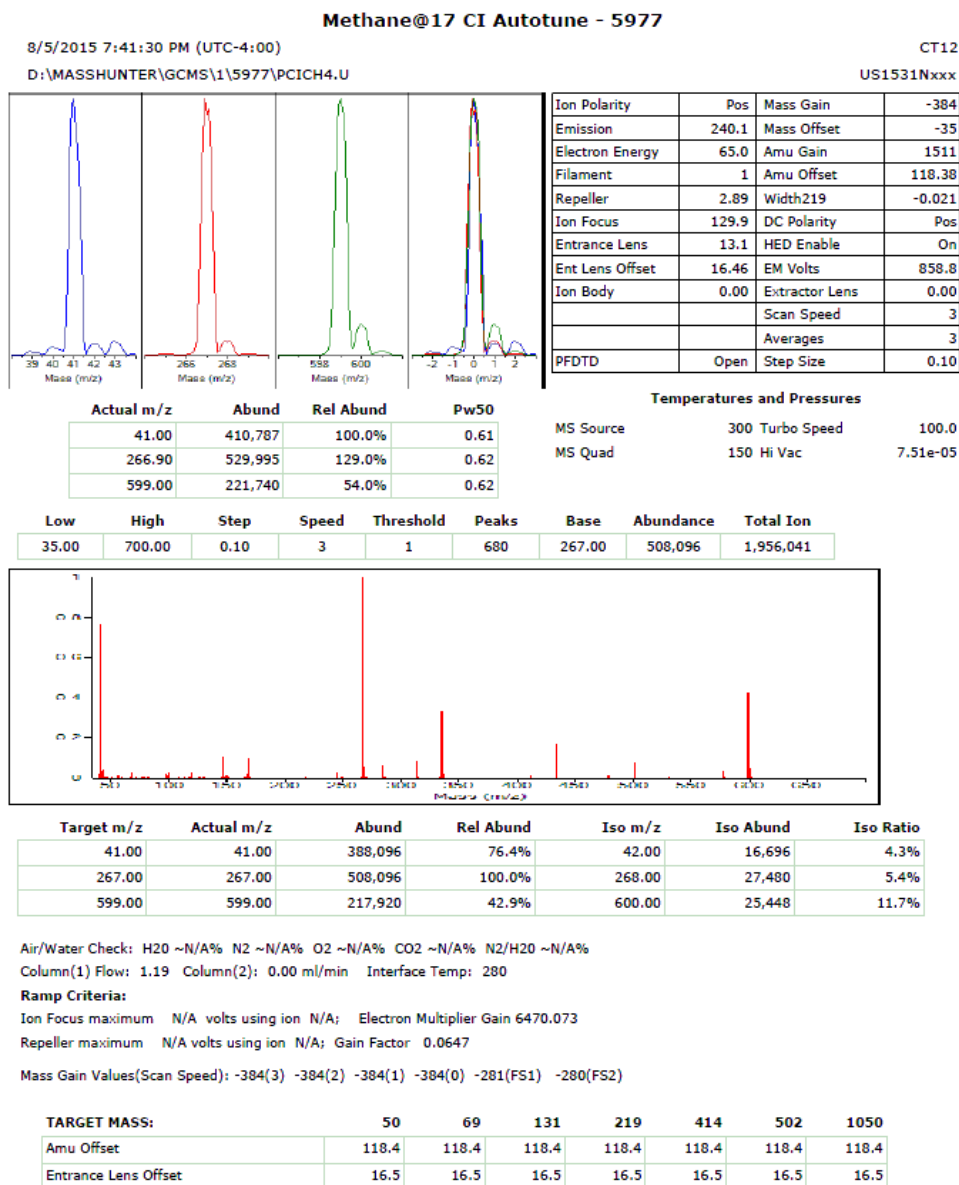


図 18 PCIオートチューニングレポート

NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス)

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。88 ページ “システム性能を検証するには” を参照してください。別の試薬ガスを使用する、あるいは NCI を実行する予定であっても、最初は必ず試薬ガスとしてメタンを使用して、PCI モードで CI MSD を設定してください。

手順

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面から、**NCICH4.U** (または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル) を読み込みます。
- 2 [設定 (Setup)] メニューから、**[CI チューニングウィザード (CI Tune Wizard)]** を選択し、システムプロンプトに従います。

デフォルト温度および他の設定値を受け入れます。

既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくない場合は必ず新しい名前でファイルを保存します。
- 3 [チューニング (Tune)] メニューで、**[CI オートチューニング (CI Autotune)]** をクリックします。

注意

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

チューニングには実行条件はありません。オートチューニングの完了で、合格です (124 ページ [図 19](#) を参照してください)。オートチューニングの結果で EM 電圧 (エレクトロンマルチプライア電圧) が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の EM 電圧に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

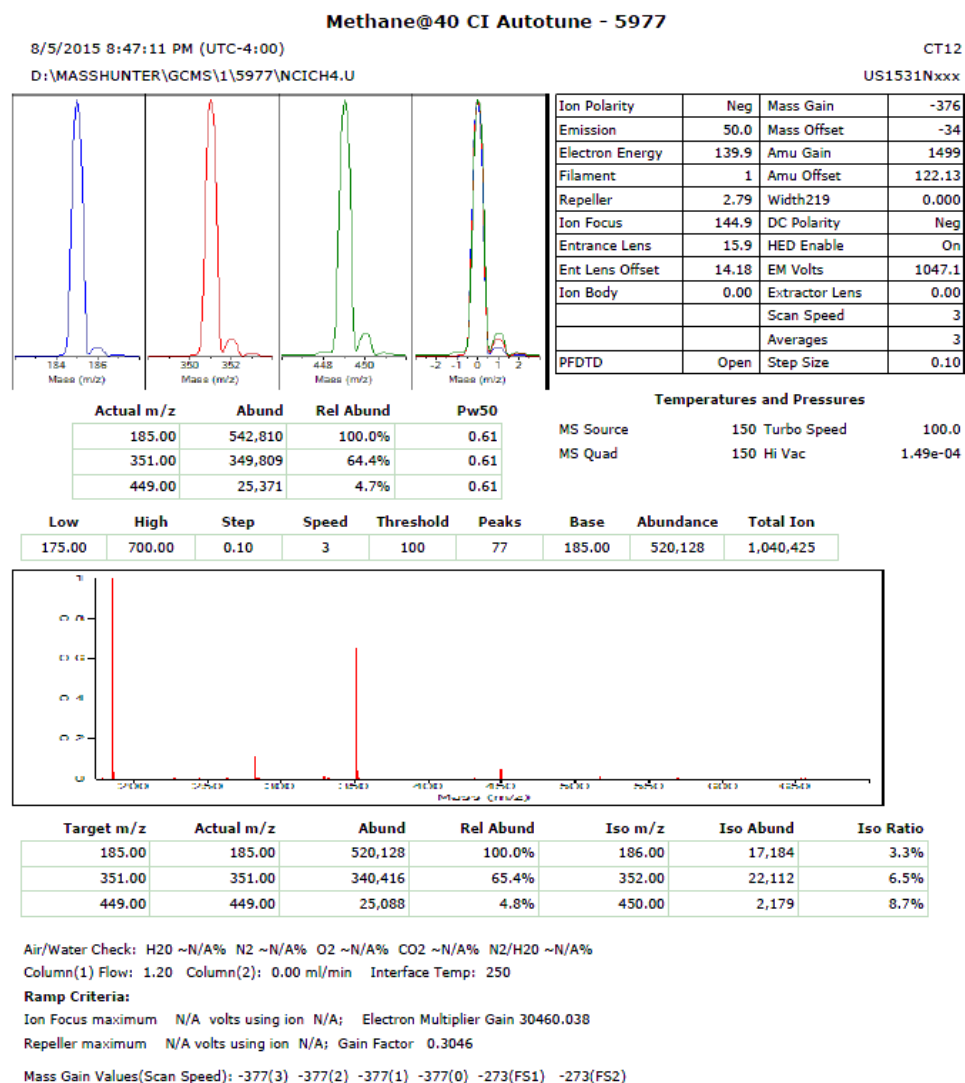


図 19 NCI オートチューニング

PCI 性能を検証するには

準備するもの

- ベンゾフェノン、100 pg/μL (8500-5440)

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。88 ページ “システム性能を検証するには” を参照してください。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

手順

- 1 MSD が EI モードで正しく動作することを確認します。
- 2 **PCICH4.U** チューニングファイルが読み込まれていることを確認します。
- 3 [**ガス A (Gas A)**] を選択して流量を 20 % に設定します。
- 4 [チューニングと真空制御] 画面で CI 設定を実行してください。121 ページ “**PCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガスのみ)**” を参照してください。
- 5 CI オートチューニングを実行してください。105 ページ “**CI オートチューニング**” を参照してください。
- 6 100 pg/μL ベンゾフェノンを 1 μL 使用して、PCI 感度メソッド **BENZ_PCI.M** を実行します。
- 7 仕様書に示した感度の基準を満たしているか確認します。仕様については、弊社 Web サイト (www.agilent.com/chem) をご覧ください。

NCI 性能を検証するには

この手順は EI/PCI/NCI MSD のみに有効です。

準備するもの

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

注意

必ず EI モードでの MSD 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。88 ページ “システム性能を検証するには” を参照してください。NCI を実行する場合でも、最初は必ず PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

手順

- 1 MSD が EI モードで正しく稼働することを確認します。
- 2 **NCICH4.U** チューニングファイルを読み込み、温度設定値を受け入れます。
- 3 **[ガス A (Gas A)]** を選択して流量を 40 % に設定します。
- 4 **[チューニングと真空制御]** 画面で CI オートチューニングを実行します。
123 ページ “NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス)” を参照してください。

CI モードのオートチューニングには「合格」と言える基準がない点に注目してください。オートチューニングが完了したら、合格です。

- 5 100 fg/μL OFN を 2 μL 使用して、NCI 感度メソッド OFN_NCI.M を実行します。
- 6 仕様書に示した感度の基準を満たしているか確認します。仕様については、弊社 Web サイト (www.agilent.com/chem) をご覧ください。

CI モードの高真空圧をモニタするには

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性がある間は、Micro イオンゲージコントローラをオンにしないでください。水素キャリアガスで MSD を作動させる前に、21 ページ “**水素使用時の注意事項**” をお読みください。

手順

- 1 MSD を立ち上げ、真空排気します。108 ページ “**MSD を CI モードで真空排気するには**” を参照してください。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面で、[**真空制御 (Vacuum)**] メニューから [**真空ゲージのオン / オフ (Tune Vacuum Gauge On/Off)**] を選択します。
- 3 [**機器コントロール**] 画面で、MS モニタを読み取り用にセットアップできます。真空の状態についても、LCP または [マニュアルチューニング] 画面で読み取ることができます。

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

動作圧力に最も影響が大きいのは、キャリアガス (カラム) 流量です。128 ページ表 14 に、ヘリウムキャリアガス流量のさまざまな値に対応する代表的な圧力を示します。これらの圧力は概算値で、機器によって変わります。

代表的な圧力値

G3397B Micro イオンゲージコントローラを使用します。マスフローコントローラはメタン用に補正され、Micro イオンゲージコントローラは窒素用に補正されている点に注意してください。これらの値は厳密ではありませんが、一般的な真空度をガイドラインとして記載しています (128 ページ表 14 を参照してください)。この測定は次の条件で実行されています。値は典型的な PCI 温度を示します。

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

4 化学イオン化 (CI) モードの操作

表 14 マスフローコントローラ設定と代表的な圧力値

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

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

5 通常のメンテナンス

始める前に	130
真空システムのメンテナンス	135
アナライザのメンテナンス	136
アナライザを開けるには	138
EI イオン源を取り外すには	141
標準または不活性 EI イオン源を分解するには	144
エクストラクタ搭載 EI イオン源を分解するには	147
EI イオン源を洗浄する	150
標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには	155
エクストラクタ搭載 EI イオン源を組み立てるには	158
EI イオン源のフィラメントを交換するには	161
EI イオン源を取り付けるには	163
イオン源からフィードスルーボードへの配線を取り付ける	164
エレクトロンマルチプライアホーンを交換する	167
アナライザを閉めるには	170
標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには	172
CI イオン源から標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源に切り換えるには	173



始める前に

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

表 15 メンテナンスのスケジュール

作業	毎週	6 か月ごと	毎年	随時
MSD のチューニング				X
フォアラインポンプのオイルレベルを確認	X			
キャリブレーションバイアルの確認		X		
フォアラインポンプのオイルを交換 [*]		X		
ディフュージョンポンプのオイルを交換			X	
ドライフォアラインポンプの確認				X
ドライフォアラインポンプのチップシールを交換			X	
ドライフォアラインポンプの排気フィルタを交換				X
イオン源の洗浄				X
GC および MSD のキャリアガストラップを確認				X
消耗部品の交換				X
サイドプレートやベントバルブの O- リングへのグリースアップ [†]				X
CI 試薬ガス配管を交換				X
GC ガス配管の交換				X

^{*} アンモニア試薬ガスを使用している CI MSD では 3 か月ごと

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

メンテナンススケジュール

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

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

工具および消耗品

必要な工具、予備の部品、支給品の一部は、GC の SHIPPING キット、MSD の SHIPPING キット、MSD の ツールキットに入っています。その他のものは、お客様にてご用意ください。メンテナンスの各手順には、その手順に必要な用具の一覧が書かれています。

高電圧への注意

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

- 電源コードが機器に入っている場所と電源スイッチの間にある配線やヒューズ

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

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

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

警告

本章の手順で指示されていない限り、MSD の電源が入っていたり、電源にプラグが差し込まれている状態でメンテナンスを行わないでください。

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

高温部分への注意

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

- GC 注入口
- GC オープンとその内容物
- GC 検出器
- GC バルブボックス
- フォアラインポンプ
- 加熱された MSD イオン源、インターフェイス、および四重極

警告

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

警告

GC/MSD インターフェイスヒーターは通常、GC により制御されています。このためインターフェイスヒーターは、MSD がオフであってもオンにでき、高い温度になる場合があります。GC/MSD インターフェイスは断熱材で覆われ、ヒーターがオフになった後も、冷却されるまで時間がかかります。

警告

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

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

化学物質の残留

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

オイルトラップは、標準のフォアラインポンプに付いています。このトラップは、ポンプオイルの細かい粒子 **だけ** を止めます。その他の化学物質は **トラップされません**。有毒な溶媒を使用したり、有毒な化学物質を分析している場合、このオイルトラップは使用しないでください。代わりにフォアラインポンプには、ホースを取り付けて、フォアラインポンプからの排気を、屋外や屋外排出用の換気ドラフトに排出してください。標準のフォアラインポンプでは、オイルトラップを外す必要があります。地域の大気汚染に関する規制に必ず従ってください。

警告

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

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

警告

ポンプのオイルを交換する際は、適切な耐化学物質手袋と保護めがねを着用してください。決してオイルに触れないようにしてください。

イオン源の洗浄

CI モードでの MS を操作すると、イオン源の洗浄がより頻繁に必要になります。CI にはより高いイオン源圧が必要であるために、CI モードではイオン源室が EI 操作より早く汚染されます。

警告

危険な溶媒を使用するメンテナンス手順は、常に換気ドラフトの下で行ってください。MS はよく換気された部屋で使用してください。

静電放電

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

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

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

注意

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

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

真空システムのメンテナンス

定期的なメンテナンス

真空システムのメンテナンスには、定期的に行う必要のあるものがあります (130 ページ表 15 参照)。それには以下のものがあります。

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

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

その他の作業

フォアラインイオンゲージまたは Micro イオンゲージの交換といった作業は、必要なときにのみ行ってください。こうしたメンテナンスが必要な場合の症状については、『*5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance*』マニュアルおよび MassHunter GCMS 測定ソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。

その他の情報

真空システムの部品の位置や機能に関して更に詳しく知りたい場合は、『*5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance*』マニュアルを参照してください。

本章の手順の大半は、『*Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools*』DVD セットおよび『*Agilent GC/MS Software Information and Manuals*』メモリスティックで説明されています。

アナライザのメンテナンス

スケジュール

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

- イオン源の洗浄
- フィラメントの交換
- EM ホーンの交換

アナライザのメンテナンスが必要になる場合の症状については、『*Agilent 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual*』 マニュアルに記載されています。MassHunter ソフトウェアのオンラインヘルプのトラブルシューティングに関する項目には、より詳細な情報が記されています。

トラブル防止措置

汚染の防止

アナライザのメンテナンス中は、コンポーネントを清潔に保ちます。アナライザのメンテナンスには、アナライザを開け、部品を取り出す作業が含まれます。アナライザのメンテナンス手順の実行中には、アナライザやその内部を汚染しないように注意する必要があります。アナライザのメンテナンス手順を実行する際には、常に清潔な手袋を着用してください。洗浄が終わったら、部品を取り付ける前に十分に焼き出しを行ってください。アナライザの部品を洗浄した後は、清潔な柔らかい布以外のところに置いてはいけません。

注意

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

警告

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

いくつかの部品は、静電気によって損傷するおそれがあります。

アナライザ部品に接続されたワイヤー、接点、ケーブルから、接続先の電子基板に静電気が伝わる可能性があります。これは特にマスフィルタ（四重極）と接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、サイドボードの傷つきやすい部品に ESD をもたらす可能性があります。ESD による損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれませんが、しかし徐々に、性能と安定性を低下させます。詳細は、134 ページを参照してください。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、(134 ページを参照)、その他の静電防止の予防措置を取ってからアナライザを開けます。

触れてはいけないアナライザ部品

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

注意

マスフィルタを不適切に扱ったり洗浄すると、マスフィルタを損傷し、機器のパフォーマンスに深刻なマイナスの影響を及ぼす場合があります。HED セラミックインシュレータには触れてはいけません。

その他の情報

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

この章の多くの手順が、ビデオクリップで説明されています。

アナライザを開けるには

アナライザを開けるのは、イオン源の洗浄と交換、検出器の EM の交換、またはフィラメントの交換の場合のみです。

準備するもの



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

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気は四重極ドライバボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってから (134 ページ “[静電放電](#)” を参照してください) アナライザを開けます。

手順

- 1 MS を大気開放します。(63 ページ “[真空排気](#)” を参照してください)。
- 2 左サイドパネルを開きます。(138 ページ “[アナライザを開けるには](#)” を参照してください)。

警告

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

注意

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

- 3 フロントアナライザのサイドプレートのつまみねじ (図 20) がきつく締まっている場合、緩めます。

普通に使用する場合、フロントアナライザのサイドプレートの下側のつまみねじは緩めておいてください。輸送の間だけ締めます。前側サイドプレートの上側のつまみねじは、水素または他の、引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用する場合、または CI 操作中にのみ固く締める必要があります。

注意

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

- 4 静かにサイドプレートを外します。

5 通常のメンテナンス

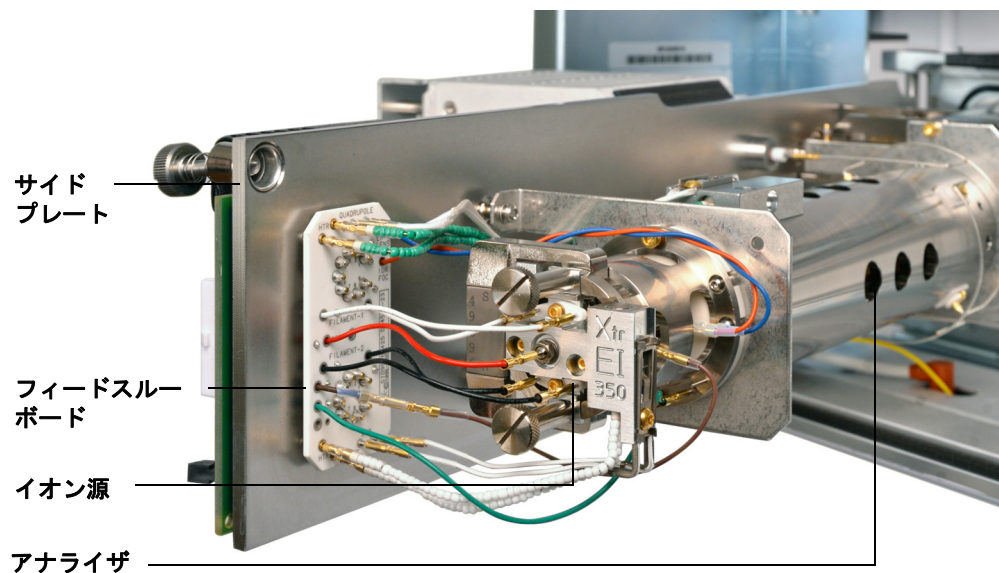


図 20 アナライザチャンバー

EI イオン源を取り外すには



準備するもの

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

手順

- 1 MSD をベントします。93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください。

警告

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

注意

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

- 2 アナライザのサイドプレートを開けます。96 ページ “MSD を真空排気する” を参照してください。

注意

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

注意

ケーブルを引き抜く場合は、ワイヤーではなく、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

5 通常のメンテナンス

- 3 標準または不活性 EI イオン源を使用している場合、イオン源から 7 本のケーブルを取り外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください (143 ページ図 21、表 16 参照)。

表 16 標準または不活性 EI イオン源のケーブル

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

- 4 エクストラクタ EI イオン源を使用している場合、イオン源から 8 本のケーブルを取り外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください (143 ページ図 21、表 17 参照)。

表 17 エクストラクタ EI (不活性 +) イオン源のケーブル

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

- 5 イオン源ヒーターと温度センサーからフィードスルーボードまでケーブルをたどります。ケーブルを抜きます。
- 6 イオン源を留めているつまみねじを外します。
- 7 イオン源をソースラジエータから外します。

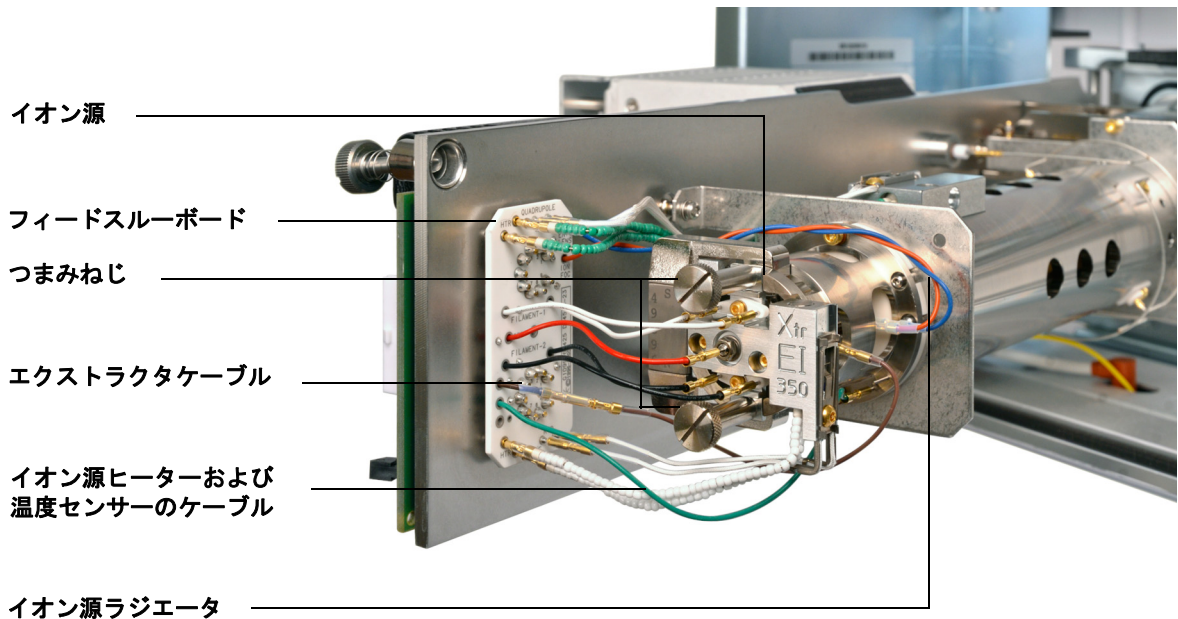


図 21 EI イオン源の取り外し

標準または不活性 EI イオン源を分解するには

準備するもの



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

手順

- 1 イオン源を取り外します。141 ページ“EI イオン源を取り外すには”を参照してください。
- 2 フィラメントから 2 個の金メッキしたねじを取り外し、フィラメントをイオン源から取り外します。145 ページ図 22 を参照してください。
- 3 イオン源ヒーターブロックアセンブリの 2 個の金メッキしたねじを緩め、リペラアセンブリをイオン源本体から分離します。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターブロックアセンブリ、リペラ、および関連部品が含まれます。
- 4 リペラのナットとワッシャを取り外し、リペラをイオン源ヒーターブロックアセンブリから取り外します。
- 5 リペラインシュレータとリペラブロックインサートをイオン源ヒーターブロックアセンブリから取り外します。
- 6 イオン源本体の側面から金メッキした止めねじを取り外します。
- 7 ドローアウトプレートを押して、エントランスレンズ、イオンフォーカスレンズ、ドローアウトシリンダ、ドローアウトプレートを、イオン源本体の反対側の端から取り外します。
- 8 インターフェイスソケットのねじを外します。10 mm のスパナがインターフェイスソケットの面に適合します。
- 9 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズをレンズインシュレータから取り外します。

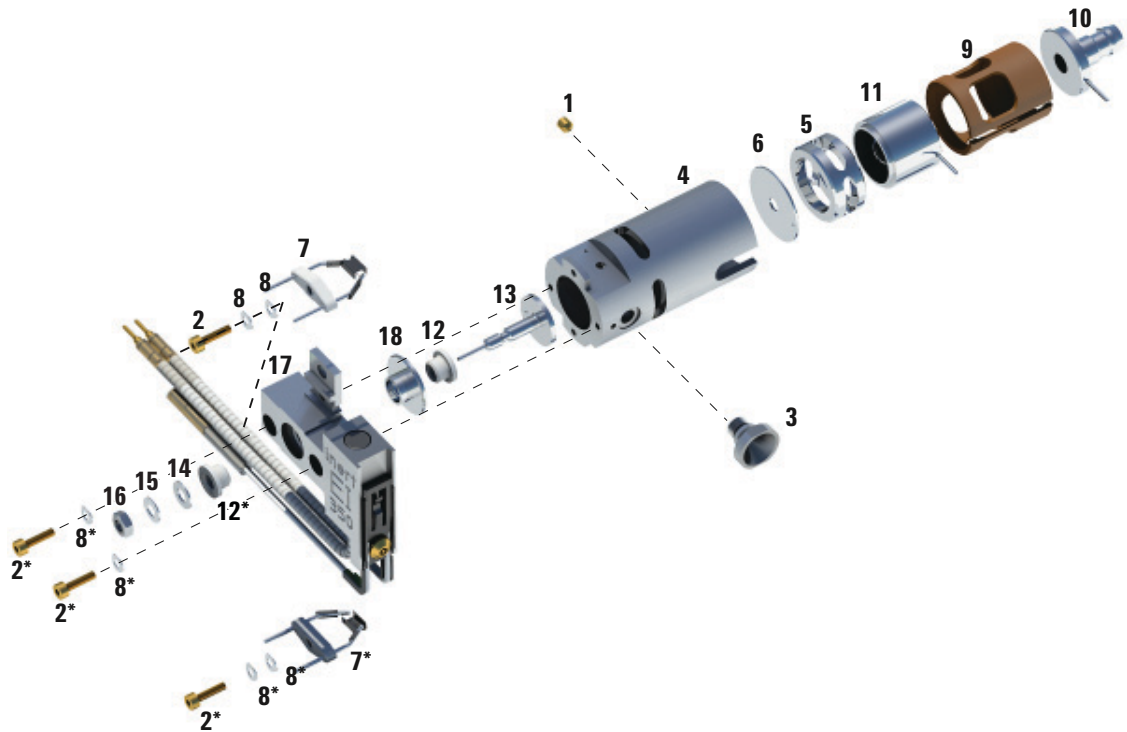


図 22 標準または不活性 EI イオン源の分解

表 18 標準または不活性 EI イオン源の部品リスト (図 22)

部品番号	説明	部品番号 (SSL)	部品番号 (Inert)
1	金メッキした止めねじ	G1999-20022	G1999-20022
2	金メッキしたねじ	G3870-20021	G3870-20021
3	インターフェイスソケット	G1099-20136	G1099-20136
4	イオン源本体	G1099-20130	G2589-20043
5	ドローアウトシリンダ	G1072-20008	G1072-20008
6	ドローアウトプレート	05971-20134	G2589-20100

5 通常のメンテナンス

表 18 標準または不活性 EI イオン源の部品リスト (図 22) (続き)

部品番号	説明	部品番号 (SSL)	部品番号 (Inert)
7	EI フィラメント	G7005-60061	G7005-60061
8	スプリングワッシャ	3050-1374	3050-1374
8	フラットワッシャ	3050-0982	3050-0982
9	レンズインシュレータ	G3170-20530	G3170-20530
10	エントランスレンズ	G3170-20126	G3170-20126
11	イオンフォーカスレンズ	05971-20143	05971-20143
12	リペラインシュレータ	G1099-20133	G1099-20133
13	リペラ	G3870-60172	G3870-60173
14	フラットワッシャ	3050-0627	3050-0627
15	皿ばねスプリングワッシャ	3050-1301	3050-1301
16	リペラナット	0535-0071	0535-0071
17	イオン源ヒーターブロックアセンブリ	G3870-60180	G3870-60179
18	リペラブロックインサート	G3870-20135	G3870-20135


エクストラクタ搭載 EI イオン源を分解するには



準備するもの

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

手順

- 1 イオン源を取り外します。141 ページ **“EI イオン源を取り外すには ”** を参照してください。
- 2 フィラメントの 2 個の金メッキしたねじを外し、フィラメントをイオン源から分離して、フィラメントを取り外します。148 ページ  23 を参照してください。
- 3 イオン源ヒーターブロックアセンブリの 2 個の金メッキしたねじを緩め、リペラアセンブリをイオン源本体から分離します。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターブロックアセンブリ、リペラ、および関連部品が含まれます。
- 4 イオン源本体の側面から金メッキした止めねじを取り外します。
- 5 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズをイオン源本体から引き抜きます。
- 6 エクストラクタレンズとインシュレータを取り外します。
- 7 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズをレンズインシュレータから分離します。
- 8 リペラナット、ワッシャ、インシュレータをイオン源ヒーターブロックアセンブリから取り外し、リペラを取り外します。

5 通常のメンテナンス

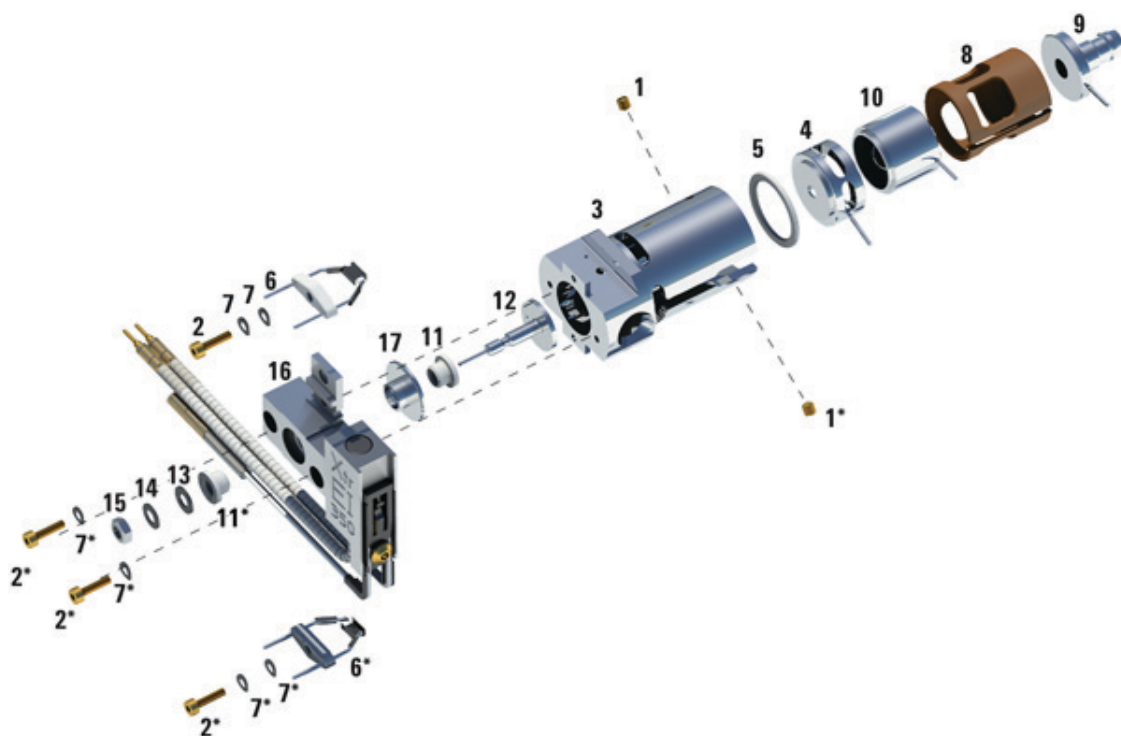


図 23 エクストラクタ EI イオン源の取り外し

表 19 エクストラクタイオン源の部品リスト (図 23)

部品番号	説明	部品番号
1	止めねじ	G3870-20446
2	金メッキしたねじ	G3870-20021
3	イオン源本体	G3870-20440
4	エクストラクタレンズ	G3870-20444
5	エクストラクタレンズインシュレータ	G3870-20445
6	フィラメント	G7005-60061

表 19 エクストラクタイオン源の部品リスト (図 23) (続き)

部品番号	説明	部品番号
7	スプリングワッシャ	3050-1301
7	フラットワッシャ	3050-0982
8	レンズインシュレータ	G3870-20530
9	エントランスレンズ	G3170-20126
10	イオンフォーカスレンズ	05971-20143
11	リペラインシュレータ	G3870-20133
12	リペラ	G3870-60171
13	フラットワッシャ	3050-0891
14	皿ばねスプリングワッシャ	3050-1301
15	リペラナット	0535-0071
16	イオン源ヒーターブロックアセンブリ	G3870-60177
17	インシュレータ	G1099-20133

EI イオン源を洗淨する




準備するもの

- 研磨紙 (5061-5896)
- アルミナ質研磨材 (8660-0791)
- 清潔なアルミホイル
- 清潔な布地 (05980-60051)
- 綿棒 (5080-5400)
- ガラス製ビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 溶媒
 - アセトン、試薬用
 - メタノール、試薬用
 - 塩化メチレン、試薬用
- 超音波浴

準備

- 1 イオン源を分解します。144 ページ“標準または不活性 EI イオン源を分解するには”または 147 ページ“エクストラクタ搭載 EI イオン源を分解するには”を参照してください。
- 2 標準または不活性 EI イオン源の次の部品を洗淨のために集めます。(152 ページ図 24 を参照してください)。
 - リペラ
 - インターフェイスソケット
 - イオン源本体
 - ドローアウトプレート
 - ドローアウトシリンダ
 - イオンフォーカスレンズ
 - エントランスレンズ

3 エクストラクタ EI イオン源の次の部品を洗浄のために集めます。
(152 ページ  24 を参照してください)。

- リペラ
- インシュレータ
- イオン源本体
- エクストラクタレンズ
- イオンフォーカスレンズ
- エントランスレンズ

これらの部品はサンプルまたはイオンビームに接触します。その他の部品は、通常は洗浄を必要としません。

注意

インシュレータが汚れている場合は、試薬用メタノールで湿らせた綿棒で洗浄します。それでもインシュレータがきれいにならない場合は、これを交換します。インシュレータは、研磨材で、または超音波によって洗浄してはいけません。

5 通常のメンテナンス



図 24 洗浄するイオン源部品

手順

注意

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

- 1 アナライザ内部にオイルが逆流した場合など、深刻な汚染がある場合は、汚染された部品の交換を真剣に検討してください。
- 2 サンプルまたはイオンビームに接触する表面を研磨剤で洗浄します。
アルミナ粉末の研磨用スラリーと試薬用メタノールを綿棒につけて使用します。十分力を入れて変色をすべて取り除きます。部品は磨く必要はありません。小さな傷がついても性能には影響しません。また、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る部分の変色も研磨剤で洗浄します。
- 3 残留した研磨剤を試薬用メタノールで洗い流します。
必ず研磨材を完全にすすぎ落としてから超音波洗浄を行ってください。メタノールが濁ったり目に見える粒子が含まれたりしている場合は、あと3回すすぎます。
- 4 研磨洗浄した部品は、研磨洗浄していない部品と分けておきます。
- 5 部品を（各グループ別々に）15 分間超音波洗浄します。汚れている部品に対しては、3 つの溶剤を記載順に使用して、それぞれの溶剤で 15 分間洗浄します。
 - 塩化メチレン（試薬用）
 - アセトン（試薬用）
 - メタノール（試薬用）

日常の洗浄には、メタノールだけで十分です。

警告

これらの溶媒はすべて危険です。換気ドラフトの中で作業し、適切な予防措置をすべて取ってください。

- 6 部品をきれいなビーカーの中に置きます。清潔なアルミホイルで、光沢のない方を下にして、ビーカーを緩く覆います。

5 通常のメンテナンス

7 洗浄済みの部品を、100 °C のオーブンで 5 ～ 6 分乾燥させます。

警告

部品は冷却してから取り扱ってください。

注記

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

標準または不活性 EI イオン源を組み立てるには

準備するもの

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

手順



- 1 リペラアセンブリを組み立てます。
 - a リペラブロックインサートをイオン源ヒーターブロックアセンブリに取り付けます。(156 ページ [図 25](#) を参照してください)。
 - b リペラインシュレータをイオン源ヒーターブロックアセンブリとリペラブロックインサートに取り付けます。
 - c リペラをリペラインシュレータに通し、フラットワッシャ、皿ばねスプリングワッシャの順にリペラシャフトの端に取り付けて、リペラナットを指で止まるまで締め付けます。
- 2 ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体に差し込みます。(156 ページ [図 25](#) を参照してください)。
- 3 イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、レンズインシュレータを組み立てます。
- 4 組み立てた部品をイオン源本体に差し込みます。
- 5 レンズを保持する止めねじを取り付けます。

注意

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

- 6 インターフェイスソケットを取り付けます。
- 7 リペラアセンブリをイオン源本体に、2 個の金メッキしたねじとスプリングワッシャで取り付けます。

5 通常のメンテナンス

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

注意

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

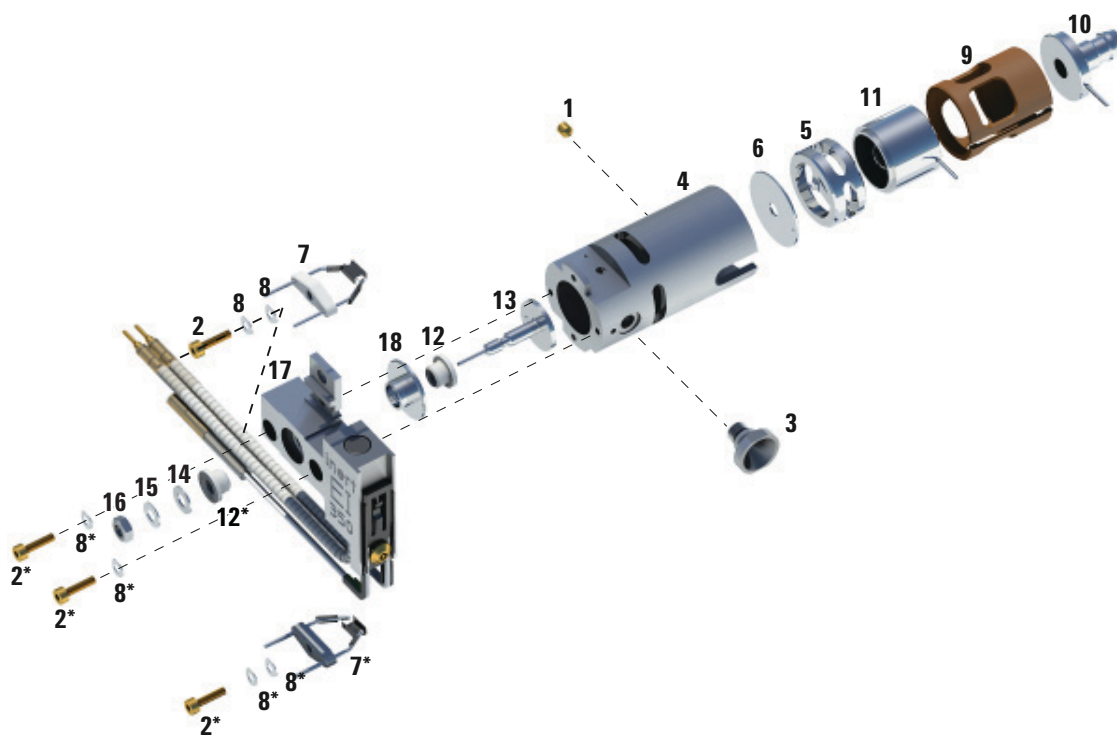


図 25 標準または不活性 EI イオン源の組み立て

表 20 標準または不活性 EI イオン源の部品リスト (図 25)

部品番号	説明	部品番号 (SSL)	部品番号 (Inert)
1	金メッキした止めねじ	G1999-20022	G1999-20022
2	金メッキしたねじ	G3870-20021	G3870-20021
3	インターフェイスソケット	G1099-20136	G1099-20136
4	イオン源本体	G1099-20130	G2589-20043
5	ドローアウトシリンダ	G1072-20008	G1072-20008
6	ドローアウトプレート	05971-20134	G2589-20100
7	EI フィラメント	G7005-60061	G7005-60061
8	スプリングワッシャ	3050-1374	3050-1374
8	フラットワッシャ	3050-0982	3050-0982
9	レンズインシュレータ	G3170-20530	G3170-20530
10	エントランスレンズ	G3170-20126	G3170-20126
11	イオンフォーカスレンズ	05971-20143	05971-20143
12	リペラインシュレータ	G1099-20133	G1099-20133
13	リペラ	G3870-60172	G3870-60173
14	フラットワッシャ	3050-0627	3050-0627
15	皿ばねスプリングワッシャ	3050-1301	3050-1301
16	リペラナット	0535-0071	0535-0071
17	イオン源ヒーターブロックアセンブリ	G3870-60180	G3870-60179
18	リペラブロックインサート	G3870-20135	G3870-20135

エクストラクタ搭載 EI イオン源を組み立てるには



準備するもの

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

手順

- 1 セラミックワッシャをイオン源本体に差し込みます。
- 2 エクストラクタレンズを、平らな側を先頭にイオン源本体に差し込みます (159 ページ図 26 を参照してください)。
- 3 エントランスレンズとイオンフォーカスレンズを図に示す順でインシュレータに差し込みます (159 ページ図 26)。
- 4 イオンフォーカスレンズとエントランスレンズを含むレンズインシュレータを、イオンフォーカスレンズがエクストラクタレンズの方を向くようにして、イオン源本体に差し込みます (159 ページ図 26 を参照してください)。
- 5 レンズを保持する 2 個の金メッキした止めねじを取り付けます。
- 6 リペラアセンブリを組み立てます。
 - a リペラブロックインサートをイオン源ヒーターブロックアセンブリに取り付けます。 (156 ページ図 25 を参照してください)。
 - b リペラインシュレータをイオン源ヒーターブロックアセンブリとリペラブロックインサートに取り付けます。
 - c リペラをリペラインシュレータに通し、フラットワッシャ、皿ばねスプリングワッシャの順にリペラシャフトの端に取り付けて、リペラナットを指で止まるまで締め付けます。

注意

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

- 7 リペラアセンブリをイオン源本体に、2 個の金メッキしたねじとスプリングワッシャで取り付けます。
- 8 2 個の金メッキしたねじとスプリングワッシャでフィラメントを取り付けます。

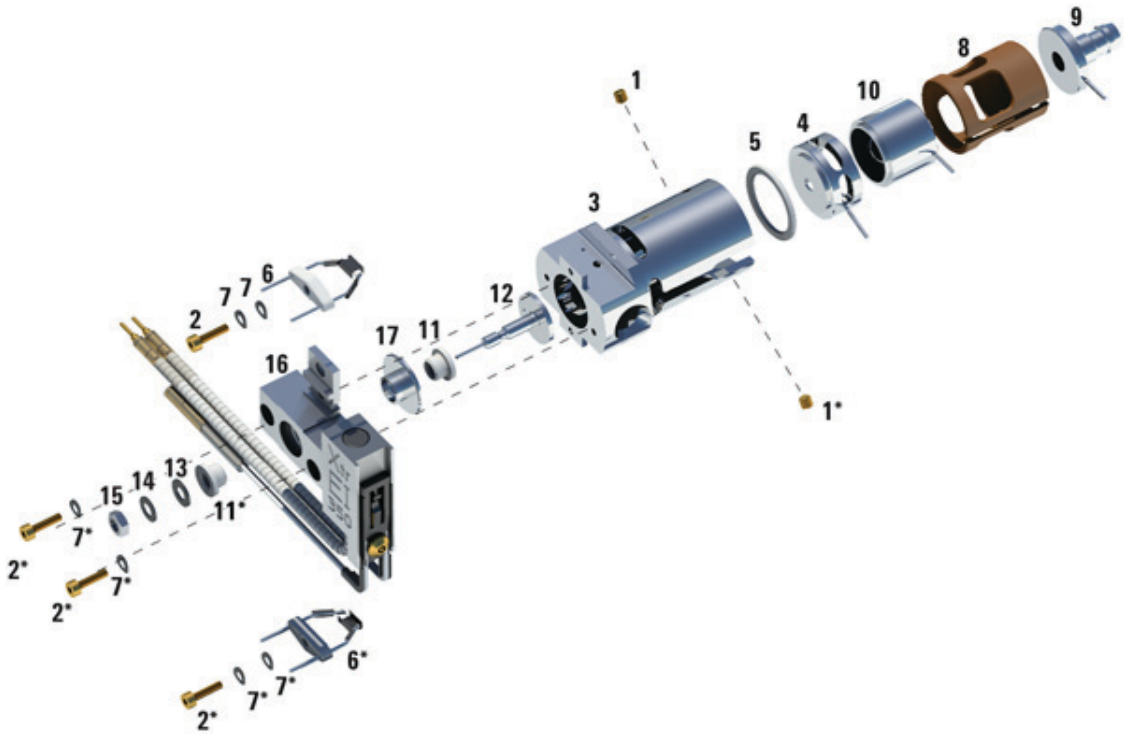


図 26 エクストラクタ EI イオン源を組み立てるには

表 21 エクストラクタ EI イオン源の部品リスト (図 26)

部品番号	説明	部品番号
1	止めねじ	G3870-20446
2	金メッキしたねじ	G3870-20021
3	イオン源本体	G3870-20440
4	エクストラクタレンズ	G3870-20444
5	エクストラクタレンズインシュレータ	G3870-20445
6	フィラメント	G7005-60061
7	スプリングワッシャ	3050-1301
7	フラットワッシャ	3050-0982
8	レンズインシュレータ	G3870-20530
9	エントランスレンズ	G3170-20126
10	イオンフォーカスレンズ	05971-20143
11	リペラインシュレータ	G3870-20133
12	リペラ	G3870-60171
13	フラットワッシャ	3050-0891
14	皿ばねスプリングワッシャ	3050-1301
15	リペラナット	0535-0071
16	イオン源ヒーターブロックアセンブリ	G3870-60177
17	インシュレータ	G1099-20133

EI イオン源のフィラメントを交換するには

準備するもの

- フィラメントアセンブリ、(G7005-60061)
- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 六角ボールドライバ、1.5 mm (8710-1570)

手順

- 1 MSD をベントします。64 ページ “MSD を大気開放する ” を参照してください。

警告

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

- 2 アナライザのサイドプレートを開けます。96 ページ “MSD を真空排気する ” を参照してください。
- 3 イオン源を取り外します。141 ページ “EI イオン源を取り外すには ” を参照してください。
- 4 フィラメントの金メッキしたねじとワッシャを取り外します。

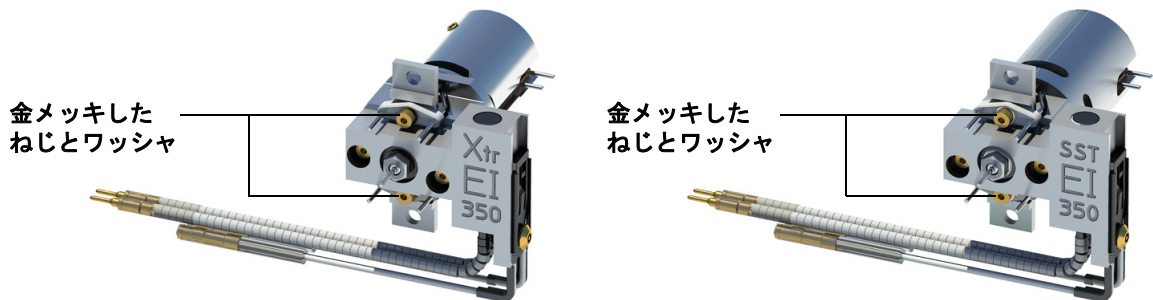


図 27 フィラメントの交換

5 通常のメンテナンス

- 5 新しいフィラメントを金メッキしたねじとワッシャで固定します。
- 6 フィラメントを再び取り付けたら、これがイオン源本体に触れていないことを確認します。
- 7 イオン源を取り付けます。163 ページ“**EI** イオン源を取り付けるには”を参照してください。
- 8 アナライザのサイドプレートを閉じます。96 ページ“**MSD** を真空排気する”を参照してください。
- 9 **MSD** を真空排気します。96 ページ“**MSD** を真空排気する”を参照してください。
- 10 **MSD** をオートチューニングします。79 ページ“**MSD** を **EI** モードでチューニングするには”を参照してください。
- 11 [マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログでは、[**フィラメント (Filament)**] パラメータにフィラメント番号として **1** または **2** を入力できます。前回のオートチューニング時に使用されていた時と異なるフィラメント番号を入力します。
- 12 **MSD** をもう一度オートチューニングします。
- 13 結果がよかった方のフィラメント番号を入力します。

1 回目のフィラメント番号を使用する場合は、他のパラメータが選択したフィラメントでの値となるように、オートチューニングをもう一度実行します。
- 14 [**ファイル (File)**] メニューから [**チューニングパラメータの保存 (Save Tune Parameters)**] を選択します。

EI イオン源を取り付けるには



準備するもの

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

手順

- 1 イオン源を、ソースラジエータの中へ入れます。

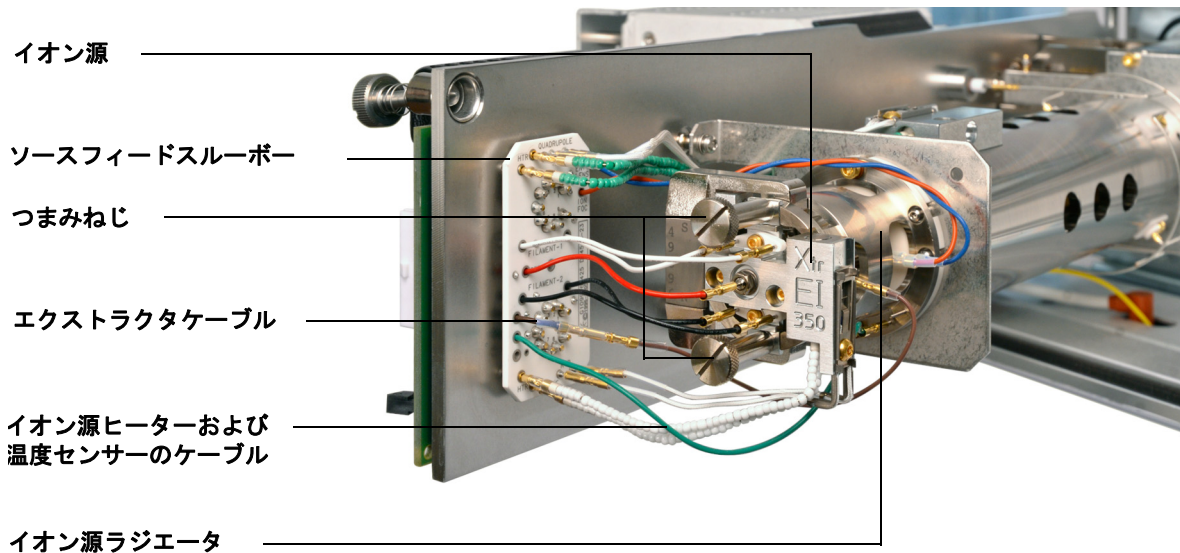


図 28 EI イオン源の取り付け

- 2 イオン源のつまみねじを取り付け、手で締めます。つまみねじを締めすぎないでください。
- 3 166 ページ図 30 で示されているように、イオン源のケーブルを接続します。
- 4 アナライザのサイドプレートを閉じます。96 ページ“MSD を真空排気する”を参照してください。

イオン源からフィードスルーボードへの配線を取り付ける



準備するもの

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

手順

164 ページ表 22 に従って、フロントアナライザの内部配線をピンに接続します。配線は表 22、および 165 ページ図 29 と 166 ページ図 30 で説明されています。表の用語「ボード」はイオン源の隣にあるフィードスルーボードのことです。

表 22 EI ソースボードの配線

ワイヤーの種類	フィードスルーボードのラベル	イオン源 / 四重極との接続
グリーンビーズ (2)	ボード、左上 (HTR)	四重極ヒーター
ホワイト、組みひもカバー付き (2)	ボード、上 (RTD)	四重極センサー
ホワイト (2)	ボード、中央 (FILAMENT-1)	フィラメント 1 (上)
レッド (1)	ボード、中央左 (REP)	リペラ
ブラック (2)	ボード、中央 (FILAMENT-2)	フィラメント 2 (下)
オレンジ (1)	ボード、右上 (ION FOC)	イオンフォーカスレンズ
ブルー (1)	ボード、右上 (ENTR LENS)	エントランスレンズ
ホワイトビーズ (2)	ボード、左下 (HTR)	イオン源ヒーター
ホワイト (2)	ボード、下 (RTD)	イオン源センサー
ブラウン (1)	ボード、中央左	エクストラクタレンズ (エクストラクタ EI イオン源のみ)

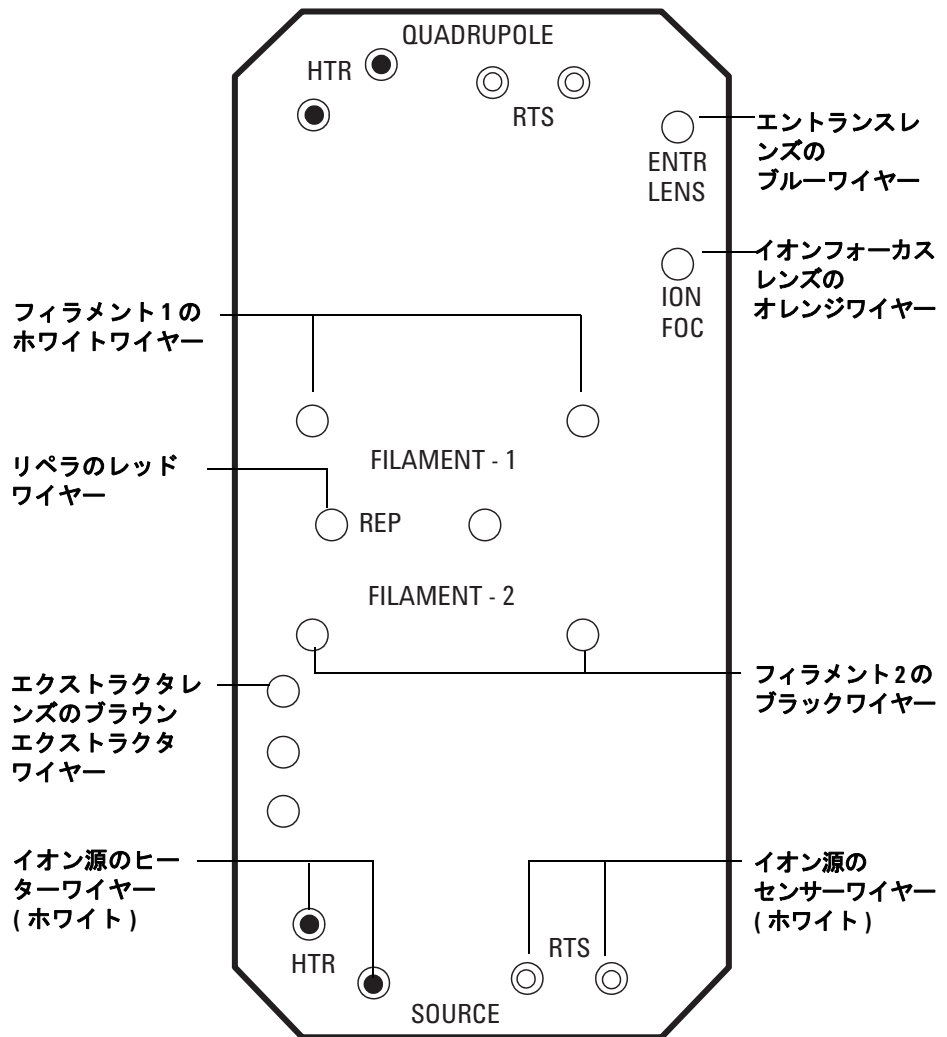


図 29 フィードスルーボード配線

5 通常のメンテナンス

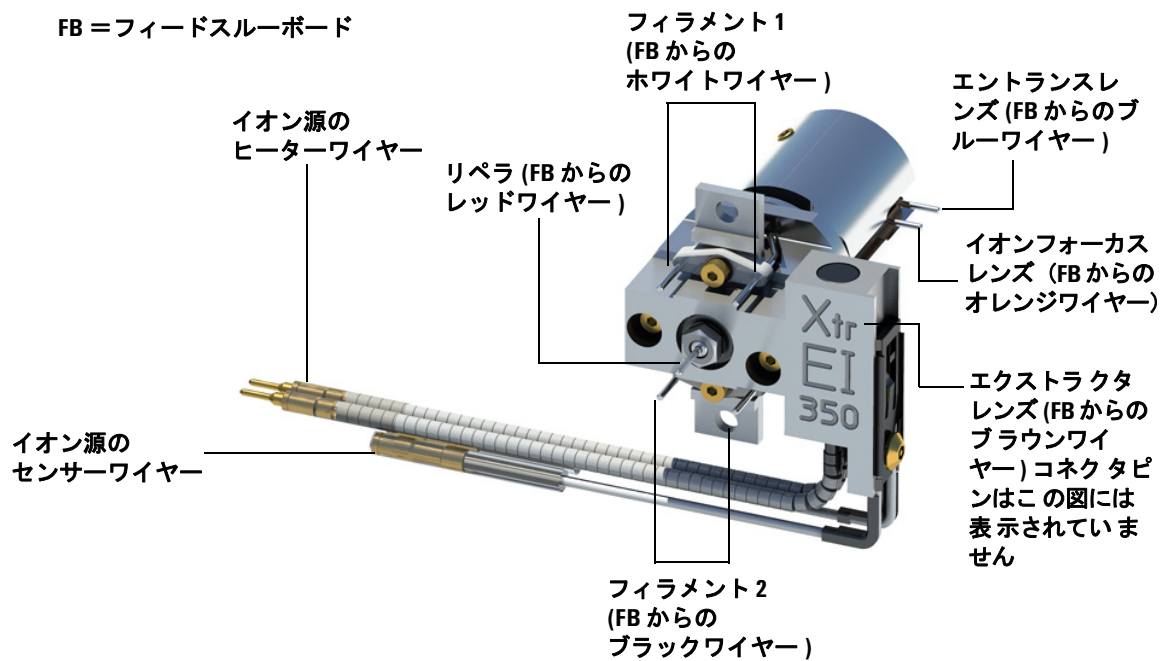


図 30 イオン源の配線

エレクトロンマルチプライアホーンを交換する

本シリーズ 2 検出器用の交換 EM ホーンの部品番号は、検出器の前面に記されています。MassHunter を使用すれば、検出器を直接チェックしなくても、検出器のシリーズを確認できます。検出器のシリーズは、マニュアルチューンの検出器タブ、チューニングレポートの 2 ページ目の検出器セクション、真空排気ウィンドウに「Triple Axis Series 2」のように表示されています。

準備するもの



- エレクトロンマルチプライア ホーン (Series 2 検出器 G7002-80103)
- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ラジオペンチ (8710-1094)

手順

- 1 MS を大気開放します。(93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください)。

警告

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

注意

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

- 2 アナライザのサイドプレートを開けます。(138 ページ “アナライザを開けるには” を参照してください)。
- 3 保持クリップを開きます (図 31)。クリップのアームを持ち上げ、EM ホーンからクリップを取り外します。
- 4 EM ホーンを取り外します。

5 通常のメンテナンス

- 5 ブルーシグナルワイヤーを、サイドプレートのコネクタからスライドさせます。
- 6 ブルーシグナルワイヤーの端を下にして新しいホーンを持ち、シグナルワイヤーをサイドプレートのコネクタに取り付けます。
- 7 EM ホーンを取り付け位置までスライドさせます。
- 8 保持クリップを閉じます。
- 9 リアアナライザを閉じます(170 ページ“アナライザを閉めるには”を参照してください)。

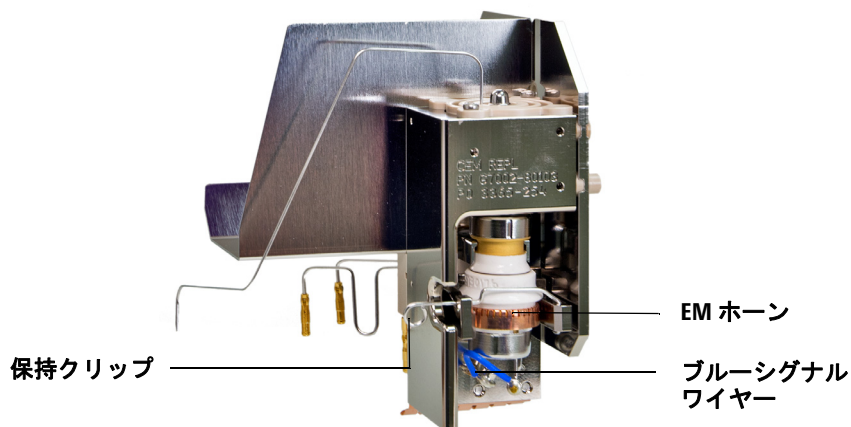


図 31 EM ホーンの交換 (Series 2)



図 32 Series 2 のエレクトロンマルチプライアホーン

アナライザを閉めるには

手順



- 1 分析機器の内部配線機器がすべて正しく取り付けられているか確認します。配線は EI と CI イオン源で異なります。164 ページ“イオン源からフィードスルーボードへの配線を取り付ける”の説明に従って配線します。

サイドプレートの O- リングを確認します。

O- リングにアピエゾン L 高真空グリースがごく薄く塗布されていることを確認してください。O- リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O- リングが光って見える場合、グリースが多すぎます (グリースアップの方法については、『5977 Series MS Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照してください)。

注意

アナライザドアを閉めるときに強く押しはいけません。強く押すと、コリジョンセルまたは四重極を損傷する場合があります。

- 2 アナライザのサイドプレートを閉めます。

四重極の出口側にあるポストフィルタは、アナライザドアを閉じる時にコリジョンセルの位置合わせをします。ドアが閉まっている場合、四重極が再びコリジョンセルと接続されますが、その時の抵抗は最小限でなければなりません。アナライザは最小限の力で正しい位置にスライドしなければなりません。

- 3 ベントバルブが閉まっていることを確認します。
- 4 水素または他の引火性が高いか毒性がある物質をキャリアガスとして使用している場合、フロントアナライザのサイドプレートにあるつまみねじを手で「静かに」締めます。
- 5 MS を真空排気します (96 ページ“MSD を真空排気する”を参照してください)。

警告

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

注意

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

- 6 MS が真空排気をしたら、すぐにアナライザのカバーを閉め、窓カバーを交換します。
- 7 MS をチューニングします

標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源から CI イオン源に切り換えるには

注意

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

手順

- 1 MSD をベントします。93 ページ “MSD を大気開放するには ” を参照してください。
- 2 アナライザを開きます。96 ページ “MSD を真空排気する ” を参照してください。
- 3 EI イオン源を取り外します。141 ページ “EI イオン源を取り外すには ” を参照してください。
- 4 (エクストラクタイオン源を除去する場合は、フィードスルーボードから茶色のエクストラクタ配線を取り外し、それを EI エクストラクタ搭載イオン源といっしょに保管してください)。166 ページ図 30 を参照してください。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。134 ページ “静電放電 ” を参照してください。静電防止の予防措置を講じてからアナライザを開けます。

- 5 CI イオン源を取り付けます。192 ページ “CI イオン源を取り付けるには ” を参照してください。
- 6 CI/エクストラクタインターフェイスチップシールがまだ取り付けられていない場合は、取り付けてください (部品番号 G3870-20542)。177 ページ “CI/ エクストラクタ インターフェイスチップシールを取り付けるには ” を参照してください。
- 7 サイドプレートを閉じます。96 ページ “MSD を真空排気する ” を参照してください。
- 8 MSD を真空排気します。108 ページ “MSD を CI モードで真空排気するには ” を参照してください。

CI イオン源から標準 / 不活性 / エクストラクタ EI イオン源に切り換えるには

手順

注意

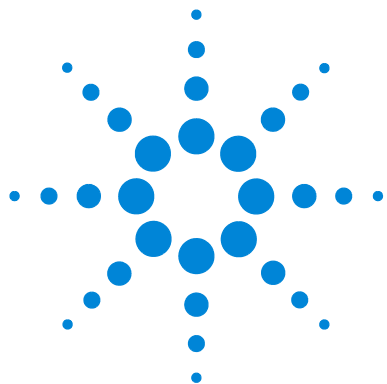
アナライザまたはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を**取ってから**アナライザを開けます。134 ページ **“静電放電”** を参照してください。

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面から、MSD をベントします。93 ページ **“MSD を大気開放するには”** を参照してください。ソフトウェアから適切な操作を行うための指示が表示されます。
- 2 アナライザを開きます。96 ページ **“MSD を真空排気する”** を参照してください。
- 3 標準または不活性イオン源に切り換える場合は、インターフェイスチップシールを除去してください。177 ページ **“CI/ エクストラクタ インターフェイスチップシールを取り付けるには”** を参照してください。
- 4 EI イオン源を取り付けます。163 ページ **“EI イオン源を取り付けるには”** を参照してください。
- 5 エクストラクタイオン源を取り付ける際、保管してあるブラウンのエクストラクタワイヤーを取り出して、エクストラクタレンズとイオン源ボードに接続します。
- 6 イオン源の収納箱に CI イオン源とインターフェイスチップシールを置きます。
- 7 MSD を真空排気します。96 ページ **“MSD を真空排気する”** を参照してください。
- 8 EI チューニングファイルを読み込みます。

5 通常のメンテナンス



6 CI メンテナンス

概要 176

CI/ エクストラクタ インターフェイスチップシールを 取り付けるには 177

CI イオン源を取り外す 179

CI イオン源を分解する 183

CI イオン源を洗浄するには 186

CI イオン源を組み立てる 189

CI イオン源を取り付けるには 192

CI イオン源フィラメントを取り外す 194

CI イオン源フィラメントを取り付ける 196

この章では、化学イオン化ハードウェアを装備した 5977B シリーズ MSD に特有のメンテナンスの手順と要件を説明します。



概要

イオン源の洗浄

CI では必要とされるイオン源圧力が高いため、EI のときより早く汚れる傾向があります。CI にはより高いイオン源圧が必要であるために、CI モードではイオン源室が EI 操作より早く汚染されます。

警告

危険な溶媒を使用するメンテナンス手順は、常に換気ドラフトの下で行ってください。必ず十分に換気された部屋で MSD を操作してください。

アンモニア

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

アンモニアの使用後は必ず、メタンで MSD の不純物を除去してください。

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

CI モードでのオペレーション用に MSD をセットアップする

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

ガイドライン

- CI イオン源の取り付けのために EI モードで真空排気する前に、GC/MSD システムが正常に動作していることを確認してください。88 ページ“システム性能を検証するには”を参照してください。
- 試薬ガス注入ラインにガス清浄器が装備されていることを確認する (アンモニアには必要ありません)。
- 超高純度の試薬ガスを使用してください (メタンで 99.99 % 以上)。この純度であれば、他の試薬ガスにも使用可能です。

CI/ エクストラクタ インターフェイスチップシールを取り付けるには

準備するもの



- インターフェイスチップシール (G3870-20542)

CI イオン源とエクストラクタイオン源を使用するには、インターフェイスチップシールが取り付けられている必要があります。

注意

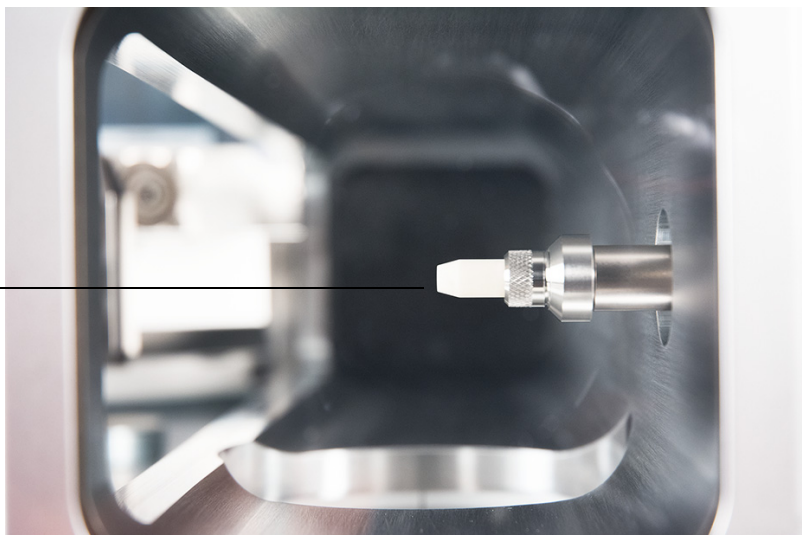
アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を講じてからアナライザを開けてください。

手順

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

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

CI/ エクストラクタ
チップシール



- 3 アナライザとインターフェイスの位置を**注意**して確認します。
アナライザが適切な位置にある場合、インターフェイスチップシールのばね張力以外に抵抗がなく、アナライザを閉じることができます。

注意

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

- 4 サイドプレートを蝶番のところで揺することで、アナライザとインターフェイスの位置を調整することができます。それでもアナライザが閉じない場合は、弊社カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

CI イオン源を取り外す



準備するもの

- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ピンセット (8710-2460)

手順

- 1 MS を大気開放します (93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください)。

警告

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

注意

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

- 2 アナライザのサイドプレートを開けます (138 ページ “アナライザを開けるには” を参照してください)。

注意

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

注意

ケーブルを引き抜く場合は、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

- 3 エントランスレンズ、イオンフォーカス、リペラ、フィラメントワイヤーをイオン源から外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください (180 ページ表 23)。

イオン源ヒーターと温度センサーからフィードスルーボードへのワイヤーをたどり、そこで各ワイヤーを取り外します (180 ページ表 23)。

表 23 CI ソースボードの配線

ワイヤーの種類	フィードスルーボードのラベル	イオン源 / 四重極との接続
グリーンビーズ (2)	ボード、左上 (HTR)	四重極ヒーター
ホワイト、組みひもカバー付き (2)	ボード、上 (RTD)	四重極センサー
ホワイト (2)	ボード、中央 (FILAMENT-1)	フィラメント 1 (上)
レッド (1)	ボード、中央左 (REP)	リペラ
ブラック (2)	ボード、中央 (FILAMENT-2)	ダミーフィラメント 2 (下)
オレンジ (1)	ボード、右上 (ION FOC)	イオンフォーカスレンズ
ブルー (1)	ボード、右上 (ENTR LENS)	エントランスレンズ
ホワイトビーズ (2)	ボード、左下 (HTR)	イオン源ヒーター
ホワイト (2)	ボード、下 (RTD)	イオン源センサー

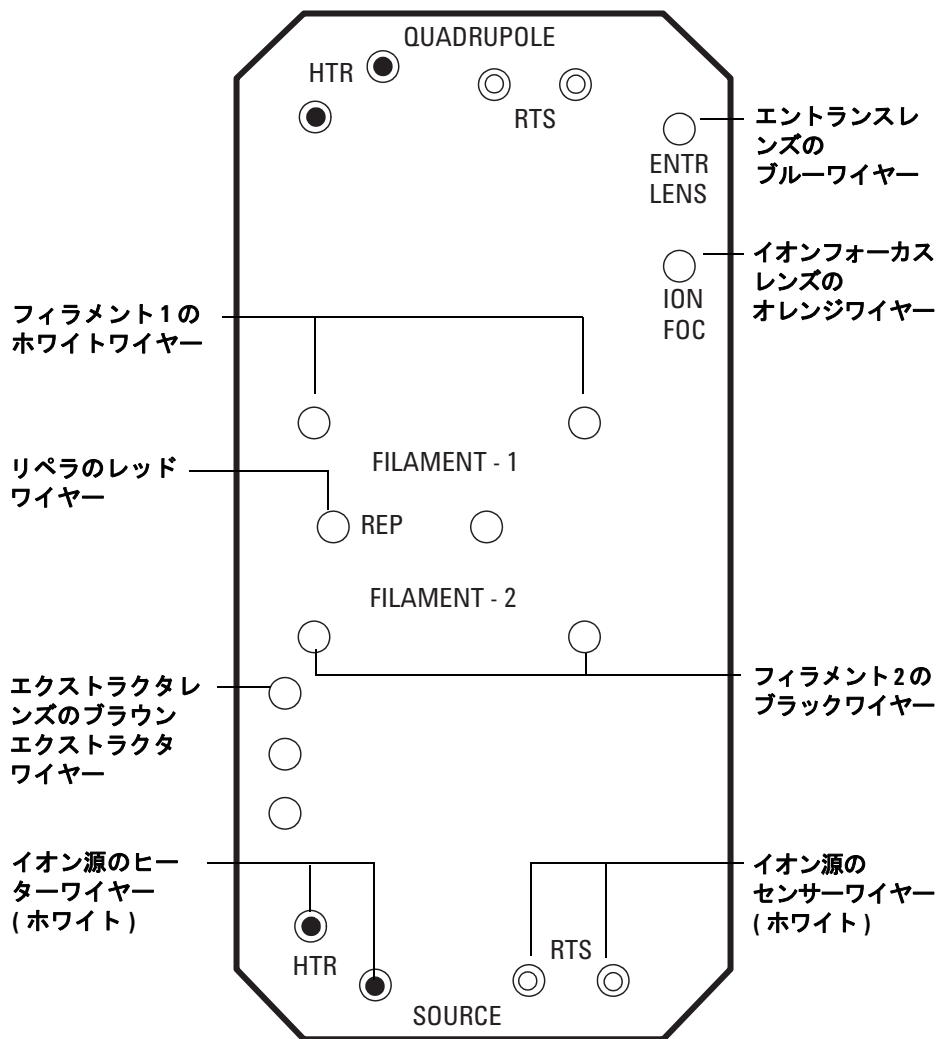


図 33 フィードスルーボード配線

正しい配線図については、182 ページ図 34 を参照してください。

- 4 イオン源を所定の位置に固定している 2 つの大きなつまみネジを外します。
- 5 イオン源をイオン源ラジエータから引き抜き、保管用コンテナに入れます。

FB = フィードスルーボード

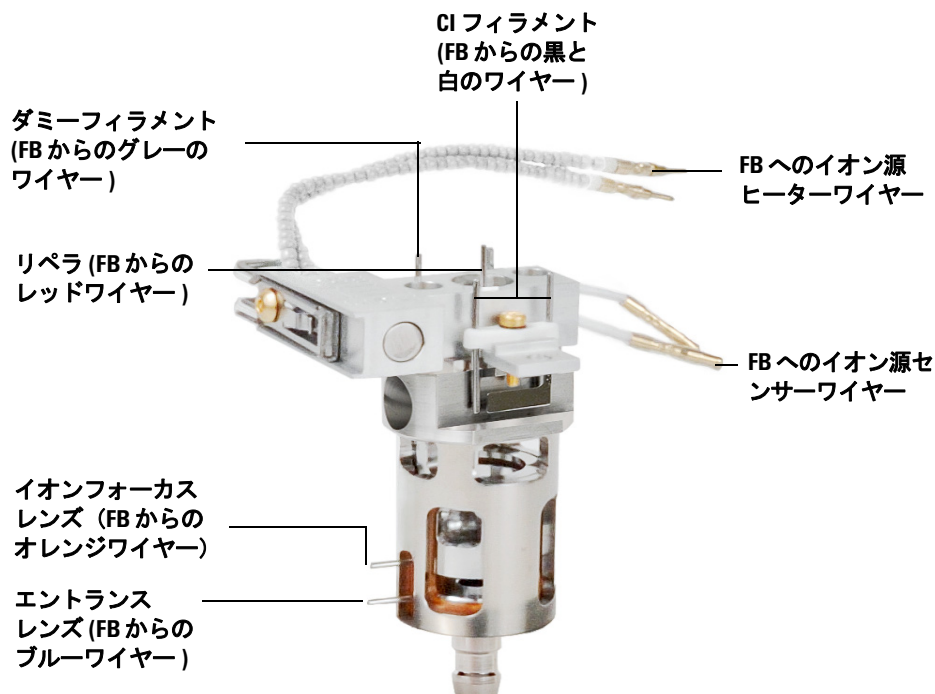


図 34 CI イオン源のケーブル

CI イオン源を分解する

準備するもの



- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 六角ボールドライバ、1.5 mm (8710-1570)
- 六角ボールドライバ、2.0 mm (8710-1804)
- 両口スパナ、10 mm (8710-2353)
- ナットドライバ、5.5 mm (8710-1220)
- ピンセット (8710-2460)

手順

- 1 CI イオン源を取り外します (179 ページ “CI イオン源を取り外す” を参照してください)。
- 2 フィラメントを取り外します (194 ページ “CI イオン源フィラメントを取り外す” を参照してください)。
- 3 イオン源ヒーターアセンブリをイオン源本体から取り外します。イオン源ヒーターアセンブリは、イオン源ヒーター、リペラ、および関連部品からなります (図 35 を参照してください)。
- 4 リペラからセラミックインシュレータを取り外して、リペラアセンブリを分解します (図 35 を参照してください)。
- 5 レンズをイオン源本体に固定している止めねじを外します。
- 6 レンズをイオン源本体から引き出し、レンズインシュレータ、イオンフォーカスレンズ、ドロアアウトシリンダ、ドロアアウトレンズ、およびエントランスレンズを分離します (図 35 を参照してください)。

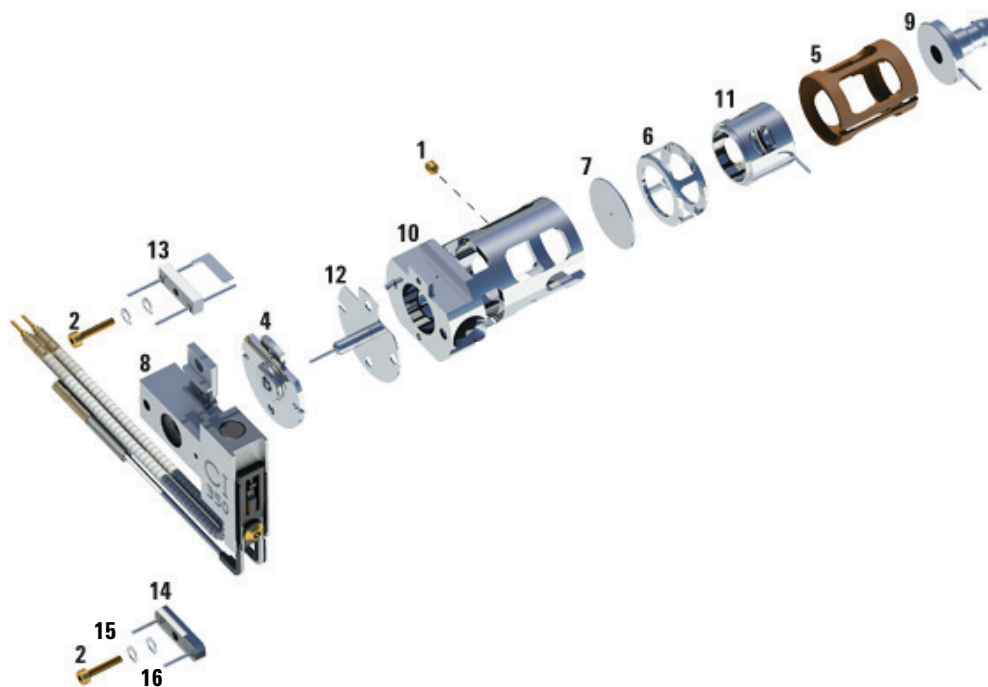


図 35 CI イオン源の分解

表 24 CI イオン源の部品リスト (図 35)

部品番号	説明	部品番号
1	止めねじ	G1999-20022
2	フィラメントねじ	G1999-20021
3	CI インターフェイスチップシール	G3870-20542
4	CI リペラインシュレータ	G1999-20433
5	CI レンズインシュレータ	G3170-20540
6	CI ドローアウトシリンダ	G1999-20444
7	CI ドローアウトプレート	G1999-20446

表 24 CI イオン源の部品リスト (図 35) (続き)

部品番号	説明	部品番号
8	CI イオン源ヒーターブロック アセンブリ	G3870-60415
9	エントランスレンズ	G3170-20126
10	CI イオン源本体	G3170-20430
11	CI イオンフォーカスレンズ	G1999-20443
12	CI リペラ	G1999-20432
13	CI フィラメント	G7005-60072
14	ダミーフィラメント	G1999-60454
15	ウェーブワッシャ	3050-9082
16	フラットワッシャ	3050-1374

CI イオン源を洗浄するには



準備するもの

- 研磨紙 (5061-5896)
- アルミナ質研磨材 (8660-0791)
- 清潔なアルミホイル
- 清潔な布地 (05980-60051)
- 綿棒 (5080-5400)
- ガラス製ビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 溶媒
 - アセトン、試薬用
 - メタノール、試薬用
 - 塩化メチレン、試薬用
- 超音波浴

準備

- 1 イオン源を分解します。183 ページ “CI イオン源を分解する ” を参照してください。
- 2 CI イオン源の次の部品を洗浄のために集めます。(187 ページ図 36)
 - リペラ
 - イオン源本体
 - ドローアウトプレート
 - ドローアウトシリンダ
 - イオンフォーカスレンズ
 - エントランスレンズ

これらの部品はサンプルまたはイオンビームに接触します。その他の部品は、通常は洗浄を必要としません。

注意

インシュレータが汚れている場合は、試薬用メタノールで湿らせた綿棒で洗淨します。それでもインシュレータがきれいにならない場合は、これを交換します。インシュレータは、研磨材で、または超音波によって洗淨してはいけません。



図 36 洗淨する CI イオン源部品

手順

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

アルミナ粉末の研磨用スラリーと試薬用メタノールを綿棒につけて使用します。十分力を入れて変色をすべて取り除きます。部品は磨く必要はありません。小さな傷がついても性能には影響しません。また、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る部分の変色も研磨剤で洗淨します。

- 3 残留した研磨剤を試薬用メタノールで洗い流します。

必ず研磨材を完全にすすぎ落としてから超音波洗淨を行ってください。メタノールが濁ったり目に見える粒子が含まれたりしている場合は、あと 3 回すすぎます。

- 4 研磨洗浄した部品は、研磨洗浄していない部品と分けておきます。
- 5 部品を（各グループ別々に）15 分間超音波洗浄します。汚れている部品に対しては、3 つの溶剤を記載順に使用して、それぞれの溶剤で 15 分間洗浄します。
 - 塩化メチレン（試薬用）
 - アセトン（試薬用）
 - メタノール（試薬用）

日常の洗浄には、メタノールだけで十分です。

警告

これらの溶媒はすべて危険です。換気ドラフトの中で作業し、適切な予防措置をすべて取ってください。

- 6 部品をきれいなビーカーの中に置きます。清潔なアルミホイルで、光沢のない方を下にして、ビーカーを緩く覆います。
- 7 洗浄済みの部品を、100 °C のオーブンで 5 ～ 6 分乾燥させます。

警告

部品は冷却してから取り扱ってください。

注記

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

CI イオン源を組み立てる



準備するもの

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

手順

注意

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

- 1 イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、およびレンズインシュレータを組み立てます (図 37)。
- 2 ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体にスライドさせます (図 37)。
- 3 ステップ 1 で組み立てた部品をイオン源本体にスライドさせます。
- 4 レンズを保持する止めねじを取り付けます。
- 5 セラミックディスクをリペラに取り付け、イオン源本体の上部に配置します。

注意

取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。

- 6 ヒーターブロックアセンブリをイオン源本体の上に配置します。
- 7 ダミーフィラメントを元に戻し、次にフィラメントを戻して止めねじで取り付けます。

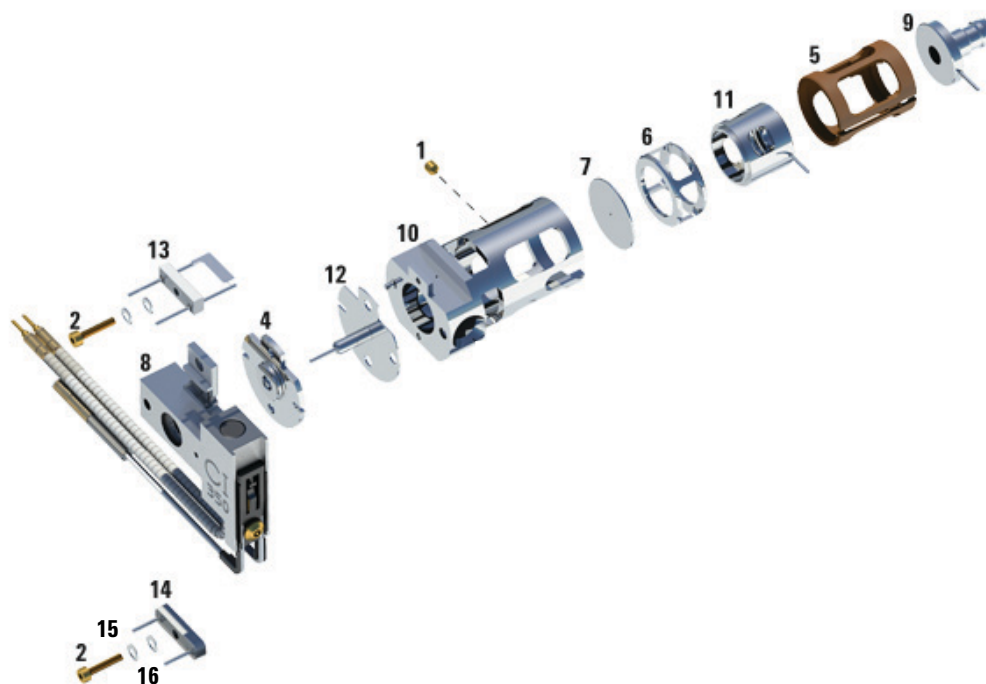


図 37 CI イオン源を組み立てる

表 25 CI イオン源の部品リスト (図 37)

部品番号	説明	部品番号
1	止めねじ	G1999-20022
2	フィラメントねじ	G1999-20021
3	CI インターフェイスチップシール	G3870-20542
4	CI リペラインシュレータ	G1999-20433
5	CI レンズインシュレータ	G3170-20540
6	CI ドローアウトシリンダ	G1999-20444
7	CI ドローアウトプレート	G1999-20446
8	CI イオン源ヒーターブロックアセンブリ	G3870-60415

表 25 CI イオン源の部品リスト (図 37) (続き)

部品番号	説明	部品番号
9	エントランスレンズ	G3170-20126
10	CI イオン源本体	G3170-20430
11	CI イオンフォーカスレンズ	G1999-20443
12	CI リペラ	G1999-20432
13	CI フィラメント	G7005-60072
14	ダミーフィラメント	G1999-60454
15	ウェーブワッシャ	3050-9082
16	フラットワッシャ	3050-1374

CI イオン源を取り付けるには

注意

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

手順



- 1 MS を大気開放します (93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください)。
- 2 フロントアナライザを開けます (138 ページ “アナライザを開けるには” を参照してください)。
- 3 CI イオン源を、ラジエータの中に入れます。
- 4 つまみねじを取り付けます (図 38)。
- 5 96 ページ “MSD を真空排気する” の説明に従って配線を接続します。

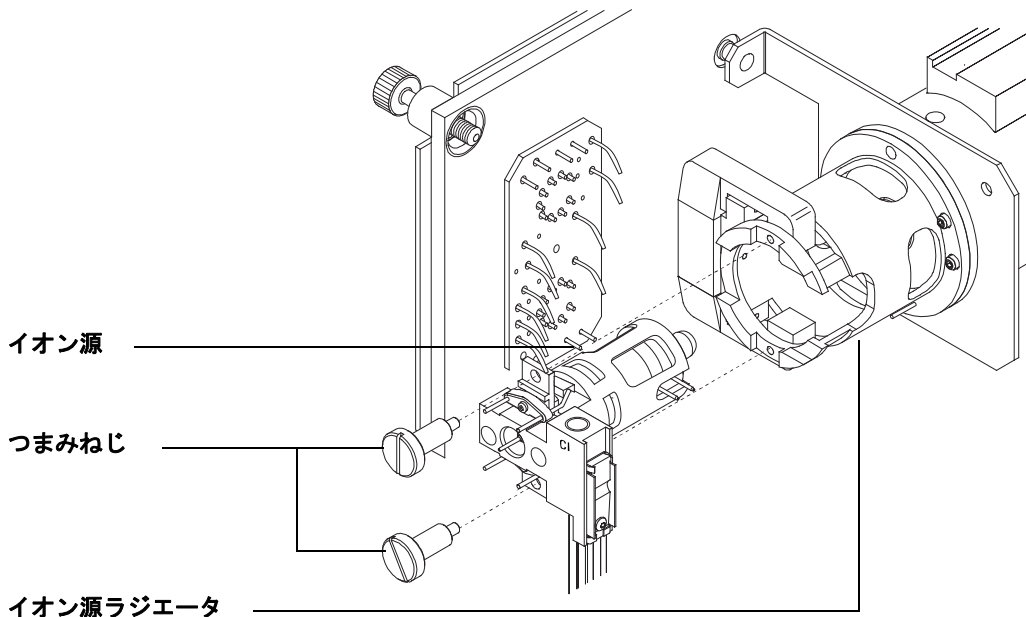


図 38 CI イオン源の取り付け

- 6 アナライザのドアを閉めます (108 ページ “MSD を CI モードで真空排気するには” を参照してください)。
- 7 MS を真空排気します (108 ページ “MSD を CI モードで真空排気するには” を参照してください)。
- 8 MS をチューニングします (105 ページ “CI オートチューニング” を参照してください)。

CI イオン源フィラメントを取り外す



準備するもの

- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 六角ボールドライバ、1.5 mm (8710-1570)
- ピンセット (8710-2460)

手順

- 1 MS を大気開放します (93 ページ “MSD を大気開放するには” を参照してください)。

注意

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

- 2 フロントアナライザを開けます (96 ページ “MSD を真空排気する” を参照してください)。
- 3 イオン源を取り外します (179 ページ “CI イオン源を取り外す” を参照してください)。
- 4 フィラメントをイオン源本体に固定しているねじを外します (図 39 を参照してください)。
- 5 フィラメントをイオン源アセンブリからスライドさせて外します (図 39 を参照してください)。

警告

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

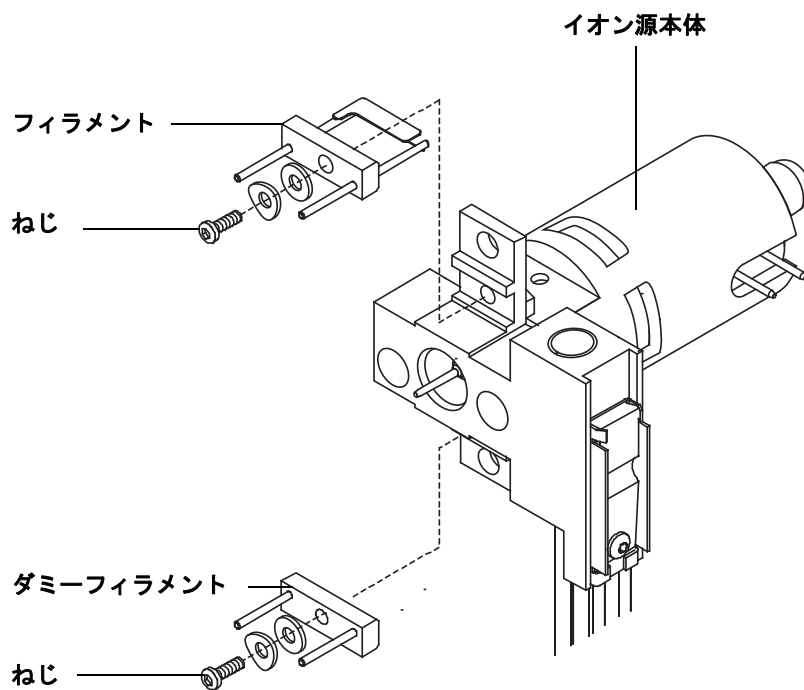


図 39 CI フィラメントの交換

CI イオン源フィラメントを取り付ける



準備するもの

- フィラメントアセンブリ、2 個入り、CI (G7005-60072)
- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ピンセット (8710-2460)

手順

- 1 古いフィラメントを取り外します (194 ページ “CI イオン源フィラメントを取り外す” を参照してください)。
- 2 新しいフィラメントをイオン源本体のフィラメントの位置に取り付けます (図 39 を参照してください)。
- 3 フィラメントをねじでイオン源本体に固定します。
- 4 フィラメントを再び取り付けたら、これがイオン源本体に触れていないことを確認します。
- 5 イオン源を再び取り付けます (192 ページ “CI イオン源を取り付けるには” または 176 ページ “概要” を参照してください)。
- 6 5977B シリーズのチェンバー (96 ページ “MSD を真空排気する” を参照してください)。
- 7 MS を真空排気します (96 ページ “MSD を真空排気する” を参照してください)。
- 8 MS をオートチューニングします。



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in Ireland, 2015 年 8 月



G7077-96003